Fyzikální princip měření magnetického pole ~ SQU1D Å **MPMS XL** magnetometr Univerzita Palackého v Olomouci 2009

Obsah 🗊

1. Magnetická měření



Tato první kapitola si klade za cíl velice stručně seznámit čtenáře s různými fyzikálními možnostmi měření buď magnetického pole (magnetické indukce a intenzity) nebo magnetizace. Existuje několik dostupných metod měření magnetického pole, které lze všeobecně rozdělit do tří kategorií:

- 1. metody měřicí magnetickou indukci pomocí cívky
- 2. metody měřicí sílu způsobenou magnetickým pole
- 3. metody založené na změně materiálových vlastností v přítomnosti magnetického pole.

Příkladem metody měření magnetizace materiálů je například metoda silového typu, používaná u torzního magnetometru nebo magnetometru gradientní povahy, jenž měří rozdíl v magnetické indukci v určité části prostoru se vzorkem a bez vzorku.



Obrázek 1: Obrázek naznačuje jednu z mnoha aplikací magnetického měření, zde konkrétně magnetickou charakterizaci nanopráškového maghemitu, vzniklého při teplotní dekompozici octanu železnatého; výstupem je hysterezní smyčka při 2K a 300K [hysterezní smyčka při 300K \rightarrow měřený systém (nanopráškový maghemit) je v superparamagnetickém stavu; hysterezní smyčka 2K \rightarrow kromě maghemitu přítomnost příměsi, viz průběh hysterezní smyčky kolem počátku (jedná se buď o hematit, či amorfní oxid železitý)].





Indukční metody měření magnetického toku vycházejí z Faradayova zákona elektromagnetické indukce, který popisuje vznik elektromotorického napětí na cívce při časové změně magnetického toku plochou cívky. Indukované elektromotorické napětí $U_{\rm em}$ se rovná záporně vzaté rychlosti změny magnetického indukčního toku

$$U_{\rm em} = -N \frac{\mathrm{d}\phi}{\mathrm{d}t},\tag{1}$$

kde ϕ je magnetický indukční tok plochou cívky
aN je počet závitů. Označíme-liSplochu závitu, pak
 magnetická indukce bude dána vztahem $B=\phi/S$ a elektromotorické napětí má vyjádření

$$U_{\rm em} = -NS \frac{\mathrm{d}B}{\mathrm{d}t}.$$
 (2)

Měření magnetického toku procházejícího cívkou a znalost velikosti plochy závitu S vedou podle předchozího vztahu k velice jednoduché, ale účinné metodě měření magnetické indukce \vec{B} .

Vložením jádra s vysokou permeabilitou dovnitř cívky docílíme růstu indukce magnetického pole \vec{B} a tím i růstu indukovaného napětí $U_{\rm em}$ při stejné hodnotě intenzity vnějšího magnetického pole \vec{H} . Ve volném prostoru samozřejmě platí $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$ a pro elektromotorické napětí potom dostáváme

$$U_{\rm em} = -\mu_0 N S \frac{\mathrm{d}H}{\mathrm{d}t}.\tag{3}$$





Stationary-Coil Method

Stacionární metody pouze zaznamenávají poměr změny magnetické indukce prostřednictvím indukovaného napětí na stacionární (nepohyblivé) cívce, což mimo jiné znamená, že musí nutně, podle vztahu (2), provádět časovou integraci napětí:

$$B = -\frac{1}{NS} \int U_{\rm em} \, \mathrm{d}t. \tag{4}$$

Zařízení tohoto typu se uplatňují především při stanovení hysterezní smyčky magneticky měkkých materiálů. Dosahují vysoké citlivosti měření, nicméně při jejich nastavování je nutné dávat pozor na tak zvaný drift. Vzniknouli náhodně malé potenciálové odchylky, bude je přístroj v čase integrovat a v konečném důsledku bude na výstupu lineárně se měnící hodnota magnetické indukce. Problém driftu se dá snížit přivedením kompenzačního napětí. Uvědomíme-li si, že vysoce citlivá měření v dnešní době měří magnetický indukční tok s přesností lepší než 10^{-10} Wb (0,01 maxwell), zanedbání driftu by tedy znamenalo vážné zhoršení metody.







Moving-Coil Method

Princip metody s pohyblivou cívkou vychází ze vztahu (2), který dává do souvislosti elektromotorické napětí a změnu magnetické indukce vyplývající z Faradayova zákona elektromagnetické indukce. Integrací rovnice (2) obdržíme

$$\int U_{\rm em} \, \mathrm{d}t = -NS(B_{\rm f} - B_{\rm i}),\tag{5}$$

kde B_i a B_f je počáteční a konečná hodnota magnetické indukce. Pohybuje-li se měřicí cívka z místa, kde je silné magnetické pole B_i , např. mezi póly elektromagnetu, do místa s "nulovým" magnetickým polem $B_f = 0$ T, tj. mimo oblast elektromagnetu, potom integrál na pravé straně rovnice (5) bude přímo úměrný magnetické indukci B_i . Správným nakalibrováním zařízení obdržíme účinnou techniku pro měření magnetické indukce.







Rotating-Coil Method

Metoda s rotující cívkou je dalším příkladem indukční metody. Jak sám název napovídá, měřicí cívka rotuje v magnetickém poli s konstantní úhlovou frekvencí ω . Za těchto podmínek magnetickou indukci na cívce popíšeme ve tvaru periodické funkce

$$\vec{B}(t) = \vec{B}\cos\omega t \tag{6}$$

a vztah pro indukované napětí ve volném prostoru, kde platí $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$, obdržíme dosazením (6) do (2):

$$U_{\rm em} = -NS \frac{\mathrm{d}B}{\mathrm{d}t} = -\mu_0 NS \frac{\mathrm{d}H}{\mathrm{d}t} = -\mu_0 NS \omega H \sin \omega t.$$
(7)

Z poslední rovnice plyne, že amplituda indukovaného napětí na rotační cívce je úměrná magnetické indukci \vec{B} či intenzitě \vec{H} ve volném prostoru. Výstupní signál na rotující cívce má tedy podobu střídavého napětí nebo je transformací převeden na stejnosměrné napětí úměrné amplitudě indukovaného elektromotorického napětí $U_{\rm em}$. V tomto případě pro získání jednoduchého magnetometru stačí na vývody rotační cívky připojit voltmetr nakalibrovaný v jednotkách magnetické indukce či intenzity. Typické rozmezí hodnot magnetické indukce, které tato metoda dokáže měřit, se pohybuje od 10^{-7} T do 10 T, a to s přesností 10^{-4} .

Nevýhoda metody s rotující cívkou spočívá v nutnosti elektrického kontaktu (propojení) rotující cívky se sběracími kroužky, na kterých odečítáme indukované elektromotorické napětí, což se projevuje jako významný zdroj chyby při měření malých napětí.





Vibrating-Coil Magnetometer

Magnetometr s vibrující cívkou uvádíme pouze z historického hlediska, neboť byl brzy nahrazen magnetometrem s vibrujícím vzorkem (VSM, viz kap. 1.1.5). Magnetometr s vibrující cívkou pracuje na podobném principu, jako je metoda s pohyblivou či rotující cívkou, protože opět dochází ke změnám polohy měřicí cívky, ale s tím rozdílem, že magnetometr s vibrující cívkou primárně určuje magnetizaci \vec{M} zkoumaného materiálu. Cívka koná lineární vibrační pohyb mezi vzorkem a oblastí volného prostoru mezi póly magnetu, a pracuje tedy jako gradiometr, zjišťující rozdíl v magnetických indukcích v těchto dvou pozicích (obr. 2).



Obrázek 2: Schéma magnetometru s vibrující cívkou.

Okolí kolem vzorečku se popíše magnetickou indukcí ve tvaru látkového prostředí

$$\vec{B}_m = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}),\tag{8}$$

zatímco v případě, kdy se měřicí cívka nachází mimo oblast vzorečku, popíšeme indukci vztahem

$$\vec{B}_m = \mu_0 \vec{H}.$$
(9)

Vyjádření změny v magnetické indukci je nyní jednoduché a má tvar

$$\Delta \vec{B}_m = \mu_0 \vec{M}. \tag{10}$$





1.1.4. Magnetometr s vibrující cívkou



Metoda tedy závisí na změně magnetického toku způsobené odsunutím cívky od vzorku. Výstupní signál z vibračního magnetometru není závislý na \vec{B} či \vec{H} , ale na \vec{M} . Matematické vyjádření získáme časovou integrací rovnice (2) a dosazením (10) za rozdíl mezí:

$$\int U_{\rm em} \, \mathrm{d}t = -NS \int \mathrm{d}B = -NS \left| \Delta \vec{B} \right| = -NS \mu_0 \left| \vec{M} \right|. \tag{11}$$

Integrál na pravé straně je tedy přímo úměrný magnetizaci a představuje jednoduchý princip měření magnetizace. Nevýhoda této techniky spočívá v náchylnosti k šumu, který je způsoben časovou nestálostí magnetického pole v důsledku pohybu měřicí cívky. Proto se raději – je-li to možné – používá vibrace vzorku (VSM, kapitola 1.1.5).







Vibrating-Sample Magnetometer

Běžně používané označení magnetometru s vibrujícím vzorkem – VSM – vzniklo z počátečních písmen anglického názvu $\boldsymbol{\mathsf{V}}$ ibrating- $\boldsymbol{\mathsf{S}}$ ample $\boldsymbol{\mathsf{M}}$ agnetometer a neexistuje pro něj zažitý český ekvivalent. VSM patří mezi nejvíce

rozšířené magnetometry a pracuje na stejném fyzikálním principu jako magnetometr s vibrující cívkou (viz kapitola 1.1.4) jen s tím rozdílem, že vibruje vzorek namísto měřicí cívky. To znamená, že VSM pracuje jako gradiometr měřicí rozdíl magnetické indukce v měřicím prostoru se vzorkem a bez vzorku. Výsledkem měření je bezprostřední informace o magnetizaci \vec{M} zkoumaného materiálu. Schéma typického VSM je na obr. 3.

Vyhrazený prostor mezi póly elektromagnetu omezuje maximální rozměry vzorku, což ve většině případů znesnadňuje přímé určení vnitřní hodnoty magnetizace nebo hysterezní křivky měřeného materiálu, protože s menšími rozměry vzorku nabývá na významnosti demagnetizační efekt, který zkresluje výsledky měření. Na druhé straně metoda je velmi vhodná pro určení saturační magnetizace $\vec{M_s}$. Podotkněme, že v současnosti jsou VSM konstruované tak, aby bylo možné demagnetizační efekt zanedbat a měřit "skutečnou" hysterezní křivku materiálů či vnitřní hodnotu magnetizace.

Výstupním signálem na měřicí cívce VSM je střídavé napětí s konstantní frekvencí, které se detekuje synchronním zesilovačem. Referenční signál, potřebný pro synchronní zesi-



Obrázek 3: VSM magnetometr.

lovač, se získává pomocí permanentního magnetu (nebo zpětnovazební cívky) a referenční snímací cívky (obr. 3). VSM je schopné měřit magnetický moment o velikost $5 \cdot 10^{-8} \,\mathrm{Am^2} \,(5 \cdot 10^{-5} \,\mathrm{emu})$ s přesností lepší než 2%.





Fluxgate Magnetometi

Fluxgate magnetometr, známý také jako magnetometr se saturovatelným jádrem (saturable-core magnetometer), byl objeven ve 30. letech dvacátého století a určen pro měření magnetického pole Země. V současnosti existuje spousta různých forem či modifikací magnetometrů pracujících na principu feromagnetické sondy, která využívá nelineární magnetizační křivku feromagnetického jádra. Abychom pochopili princip měření, uvažujme na začátku nejjednodušší typ, který obsahuje jedno jádro z materiálu o vysoké permeabilitě, obklopené budicí a snímací cívkou, obr. 4. Budicí cívka je buzena periodickým průběhem proudu $I_{\text{Budici}}(t)$, který sposlu s cívkou nutí jádro oscilovat mezi saturačními body na magnetizační křivce materiálu jádra, tj. jádro je periodicky přebuzováno pomocí řídicí cívky do saturačních hodnot hysterezní smyčky. Dochází tak dvakrát za jednu periodu k výrazné změně relativní permeability jádra, která téměř klesá na hodnotu 1 ve stavu přebuzení. Jestliže je externí magnetizační křivky a výstupní indukovaný signál ve snímací cívce bude symetrický. Přítomnost časově neproměnného vnějšího magnetického pole $\vec{B_0}$, působícího podél osy jádra, způsobí posunutí budicího signálu řídicí cívky a na výstupu snímací cívky se objeví nesymetrie signálu. Stupeň nesymetrie tohoto napětí U (měřeno jako druhá harmonická vstupního napětí) lze využít k určení velikosti externího magnetického pole.



Obrázek 4: Feromagnetická sonda.







Nejrozšířenější typ magnetické sondy obsahuje dvě jádra, na kterých jsou navinuty cívky tak, aby se magnetické toky vybuzené na těchto cívkách střídavým proudem vzájemně kompenzovaly. Obě jádra s budicími cívkami se umísťují do těla snímací cívky, obr. 5. Předpokládejme, že externí magnetické pole má nulovou hodnotu. Pak jsou průběhy magnetických toků na jednotlivých cívkách stejné, ale opačného směru. Dochází tak k jejich kompenzaci a výstupní napětí U snímací cívky má nulovou hodnotu. Jakmile feromagnetickou sondu umístíme do vnějšího stejnosměrného magnetického pole tak, že její jádra budou rovnoběžná s vektorem intenzity magnetického pole \vec{H}_0 , začnou se jádra přesycovat nesymetricky a na výstupu snímací cívky lze detekovat střídavé napětí U, které je úměrné externímu magnetickému poli a má dvounásobnou frekvenci než vstupní signál.

Magnetická sonda měří pouze komponenty externího magnetického pole paralelní k budicím a snímacím cívkám, a proto se nejčastěji používá v kompasech letadel, lodí nebo k měření kolísání magnetického pole Země atd. Feromagnetické sondy jsou schopné detekovat magnetické pole o velikosti 10^{-4} Am⁻¹ (10^{-6} Oe). Převážně se používají pro měření magnetické indukce v rozsahu 10^{-10} – 10^{-7} T, což odpovídá magnetické intenzitě v rozsahu 10^{-4} – 10^{-1} Am⁻¹ (ve volném prostoru). Dodejme že, magnetickou sondou lze měřit také střídavé magnetické pole, jenže jeho frekvence musí být alespoň o řád menší, než frekvence budicího proudu.



Obrázek 5: Feromagnetická sonda se dvěma jádry.



1.2. Silové metody



V předcházejí kapitole jsme věnovali pozornost metodám, které více či méně vycházejí z Faradayova zákona elektromagnetické indukce. Další skupinu měřicích technik tvoří tzv. silové metody, jejichž fyzikální princip je založen na silových účincích magnetického pole. Podívejme se na čtyři z nich:

- na dvě starší metody, které závisí na silových účincích magnetického dipólu v magnetickém poli
 - 1. torzní magnetometr,
 - 2. magnetometr založený na rovnováze sil,
- a na novější metody založené na podobném principu
 - $1.\ střídavý silově-gradientní magnetometr,$
 - 2. na metodu odvozenou od mikroskopu atomárních sil (AFM).







Jorque Magnetometer

Torzní magnetometr využívá faktu, že ve volném prostoru moment síly \vec{M}_{moment} magnetického dipólu \vec{m} , umístěného ve vnějším magnetickém poli o intenzitě \vec{H} , je definován následovně:

$$\vec{M}_{\rm moment} = \vec{m} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{m} \times \vec{H}.$$
 (12)

Princip torzního magnetometru vychází z předchozí rovnice, tj. měří sílu, přesněji moment síly, působící na měřený vzorek v magnetickém poli, který je úměrný magnetizaci či susceptibilitě vzorku.

Představme si, že měřený vzorek, visící na vlákně, se v homogenním magnetickém poli natočí díky tomu, že

- 1. jeho magnetizace leží v rovině rotace pole, je-li magnetické pole rotující, nebo
- 2. je rovina rotace momentu vzorku určena vektory magnetické indukce \vec{H} a magnetizace \vec{M} .

V obou případech se vlákno natáčením vzorku zkrucuje a tím vytváří protimoment. Vzorek se musí ustálit v pozici, ve které má protimoment stejnou velikost jako působící moment síly $\vec{M}_{\rm moment}$. Úhel θ , o který se torzní vlákno zkroutí, proto závisí nejen na délce a modulu pružnosti vlákna, ale také na momentu působící síly $\vec{M}_{\rm moment}$, a to podle vztahu

$$\theta = \text{konstanta} \cdot \vec{M}_{\text{moment}} = \text{konstanta} \cdot \mu_0 \vec{m} \times \vec{H}.$$
(13)

Jestliže α je úhel mezi vektory \vec{m} a \vec{H} , potom je

$$\theta = \text{konstanta} \cdot \mu_0 m H \sin \alpha. \tag{14}$$

Předchozí vztah je principem metody torzního magnetometru, poněvadž udává vztah mezi úhlem otočení θ a velikostí intenzity magnetického pole $\left| \vec{H} \right|$. Velikost konstanty je sice neznámá, ale lze ji empiricky určit kalibrací na kalibračním vzorku. Úhel α se určí měřením a magnetický moment \vec{m} kalibračního vzorku se musí vypočítat. Jednoduché schéma je na obr. 6.









Obrázek 6: Jednoduché schéma torzního magnetometru.







Force Balances

Magnetometr založený na rovnováze sil slouží jako měřicí zařízení magnetizace \vec{M} nebo susceptibility χ měřeného materiálu. Mějme stejně jako u torzního magnetometru měřený vzorek zavěšený na dlouhém vlákně v magnetickém poli s konstantním gradientem podél osy z. Síla působící na vzorek o objemu V s magnetizaci \vec{M} je daná vztahem

$$F_z = -\mu_0 \vec{m} \frac{\mathrm{d}|\vec{H}|}{\mathrm{d}x} = -\mu_0 V \left|\vec{M}\right| \frac{\mathrm{d}|\vec{H}|}{\mathrm{d}x}.$$
(15)

Tento vztah získáme derivováním vztahu pro potenciální energi
i $E_{\rm p}$ magnetického dipólu \vec{m} v magnetickém poli, který m
á vyjádření

$$E_{\rm p} = -\vec{m} \cdot \vec{B} = -\mu_0 \vec{m} \cdot \vec{H}. \tag{16}$$

Rovnici (15) přepíšeme jako závislost síly úměrné susceptibilitě s využitím definičního vztahu pro susceptibilitu $\chi = \left| \vec{M} \right| / \left| \vec{H} \right|$, pak:

$$F_z = -\mu_0 \chi V \left| \vec{H} \right| \frac{\mathrm{d}|\vec{H}|}{\mathrm{d}x}.$$
(17)

Relace (17) popisuje fyzikální podstatu magnetometru založeného na rovnováze sil, neboť síla působící na měřený vzorek je přímo úměrná jeho susceptibilitě. Vyhrazený prostor mezi póly elektromagnetu limituje velikost vzorku, proto se metoda obvykle používá pro měření malých vzorků. Magnetometry založené na rovnováze sil se podle metody odečítání účinku síly dají rozdělit do dvou kategorií: **analytické váhy** a **torzní rovnováhy**.





1.2.2. Magnetometr založený na rovnováze sil



Metoda analytické váhy – jak sám název napovídá – využívá principu analytických vah pro odečítání působící síly dané vztahy (15) nebo (17) a schéma metody je ukázáno na obr. 7. V nulovém magnetickém poli je hmotnost vzorku vyvážena závažím. V nenulovém magnetickém poli začne na vzorek působit magnetická síla, jež změní poměr mezi gravitační silou působící na vzorek a na závaží. Na analytických vahách lze po správně provedené kalibraci přímo odečítat sílu působící na vzorek, která je úměrná magnetizaci či susceptibilitě měřeného vzorku.

Metoda torzní rovnováhy funguje na podobném principu jako metoda analytické váhy, jenomže pro zaznamenání působící síly na vzorek se využívá vratného moment torzního vlákna na rozdíl od vyvážení závažím. Zvýšení citlivosti metody jistě dosáhneme použitím malého direktivního (vratného) momentu vlákna, ale v tomto případě metoda torzní rovnováhy nedovolí měřit vzorky velké hmotnosti jako metoda analytické váhy. Tento hmotnostní limit vzorku se pohybuje řádově v několika gramech.



Obrázek 7: Princip metody analytické váhy.







Alternating Gradient Force Magnetometer

Modernější silovou metodou pro měření magnetizace je střídavý silově-gradientní magnetometr (AGFM). Princip metody také vychází ze vztahu (15) pro sílu, která závisí na gradientu magnetického pole. Periodická změna gradientu pole (například sinusového průběhu) produkuje časově se měnicí sílu stejné frekvence. Měříme-li na výstupním signálu magnetometru pouze signál této frekvence, docílíme zlepšení citlivosti metody oproti magnetometru popisovanému v kap. 1.2.2, a to především díky nižšímu šumu a potlačení offsetu.

Střídavý silově-gradientní magnetometr je někdy považován za variantu magnetometru s vibrujícím vzorkem (VSM, viz kap. 1.1.5), avšak jeho citlivost měření magnetického momentu převyšuje hodnotu 10^{-10} Am2 (10^{-8} emu) a je tak $1000 \times$ citlivější než konveční VSM. Informace o velikosti magnetizace měřeného vzoru se získává měřením amplitudy výstupního signálu AGFM, která odpovídá pohybu vzorku, a tudíž je závislá na magnetické síle působící na vzorek. Ze znalosti gradientu magnetického pole lze snadno dopočítat hodnotu magnetického momentu zkoumaného vzorku.







Magnetic Force Microscopy

Mikroskopie magnetických sil je odvozená od mikroskopie atomárních sil, která byla objevena v roce 1986. První mikroskopie magnetických sil byla publikovaná Martinem a Wickramasinghem, kteří upevnili malý mag-

netický dipól v podobě zmagnetovaného hrotu na volný konec ohebného nosníku. Během měření se hrot pohybuje těsně nad povrchem magnetického vzorku v pravidelném rastru, tj. skenuje povrch vzorku. Magnetická síla působící mezi povrchem vzorku a zmagnetovaným hrotem vychyluje nosník v ose kolmé k povrch vzorku. Ohnutí nosníku je úměrné působící síle mezi hrotem a vzorkem a je tak nositelem relevantní informace o velikosti magnetické síly. Zaznamenáváním ohnutí nosníku v průběhu procesu skenování povrchu získáme výsledek měření v podobě magnetického obrazu (mapy) povrchu vzorku. Rozměry skenované oblasti se pohybují v rozmezí 1–200 μ m. Tato metoda je schopná zobrazit například obraz bitů uložených na magnetickém záznamovém mediu, jako je např. pevný disk v počítači, nebo doménové stěny v řadě magnetických materiálů, jako například NbFeB, CoCr, Fe a NiFe.



Obrázek 8: Princip metody MFM.





1.3. Metody závislé na změně materiálových vlastností

Zatím co v předchozích kapitolách jsme se věnovali měření magnetického pole, které bylo závislé na změně magnetického toku nebo síly, která působí na magnetický dipól v magnetickém poli, tak v následující kapitole budou měření záviset na změně vlastností materiálu v důsledku přítomnosti externího magnetického pole.



Obrázek 9: Ilustrativní obrázek metody závislé na změně materiálových vlastností.







Hall Effect Magnetometers

Magnetometry využívající Hallův jev jsou možná nejvíce všestranné a nejpoužívanější magnetometry na světě. Rozsah měření magnetického pole Hallovou sondou je typicky od $0.4 \,\mathrm{Am^{-1}}$ až do $4 \cdot 10^6 \,\mathrm{Am^{-1}}$ (od $5 \cdot 10^{-3} \,\mathrm{Oe}$ až do $5 \cdot 10^4 \,\mathrm{Oe}$) a přesnost se pohybuje okolo 1 %. Fyzikální princip Hallova jevu a jeho aplikace na měření velikosti magnetického pole není nikterak složitá. Aplikujeme-li magnetické pole na nabité částice, které jsou nosičem elektrického proudu, začne na ně působit transverzální Lorenzova síla daná vztahem

$$\vec{F} = \mu_0 e \vec{v} \times \vec{H},\tag{18}$$

kde e je náboj elektronu, \vec{v} je driftová rychlost elektronu a \vec{H} je intenzita magnetického pole. Z teorie elektromagnetického pole můžeme sílu vyjádřit pomocí intenzity elektrického pole \vec{E} následovně:

$$\vec{F} = e\vec{E}.\tag{19}$$

Předpokládejme dále, že síla daná vztahem (18) je ekvivalentní intenzitě elektrického pole \vec{E}_{Hall} nazývaného Hallovo pole:

$$\vec{E}_{\text{Hall}} = \mu_0 \vec{v} \times \vec{H}.$$
(20)

Jinými slovy lze říci, že Hallovo pole vyvolává sílu opačnou k Lorentzově síle. Následkem Hallova jevu tedy vzniká Hallovo elektromotorické napětí U_{Hall} , které je kolmé na plochu určenou směrem proudu a intenzitou magnetického pole \vec{H} . Jestliže materiálem prochází konstantní proud, pro Hallovo napětí U_{Hall} platí, že je lineárně závislé na velikosti magnetického pole. Toto poskytuje velmi jednoduché měření magnetického pole, jak si dále ukážeme.

Jestliže elektrický proud směřuje ve směru osy x a magnetické pole ve směru osy y skrz polovodičovou destičku s rozměry l_x , l_y a l_z , Hallovo napětí bude orientováno podél osy z, obr. 10. Uvažujme n jako počet elektronů na jednotku objemu, potom proudovou



Obrázek 10: Orientace vektorů u Hallova jevu.





hustotu vyjádříme ve tvaru

$$\vec{J} = n e \vec{v}, \tag{21}$$

z čehož plyne

$$\vec{v} = \frac{\vec{J}}{ne} \tag{22}$$

a pro intenzitu Hallova elektrického pole dostaneme

$$\vec{E}_{\text{Hall}} = \mu_0 R_{\text{H}} \vec{J} \times \vec{H}, \qquad (23)$$

kde jsme nahradili výraz $\frac{1}{ne}$ členem $R_{\rm H}$ označovaným jako Hallova konstanta. Jelikož intenzitu elektrického pole lze zapsat jako podíl napětí a vzdálenosti, tj. $E_{\rm Hall} = U_{\rm Hall}/l_z$, kde $U_{\rm Hall}$ je Hallovo napětí na vzdálenosti l_z , potom získáme

$$U_{\text{Hall}} = \mu_0 R_{\text{H}} l_z \left| \vec{J} \times \vec{H} \right|.$$
(24)

Poslední rovnice udává vztah mezi napětím měřeným na Hallově sondě a intenzitou magnetického pole. Správnou kalibrací napětí na hodnoty intenzity magnetického pole získáme magnetometr.

V současnosti je technologicky možné vyrábět Hallovy sondy s velkou (prostorovou) rozlišovací schopností, která je řádově menší než 10^{-6} m². Nejčastěji používané materiály pro konstrukci Hallových sond jsou polovodiče InAs, InSb, GaAs a Si.

Povšimněme si další zajímavé vlastnosti – Hallova sonda měří magnetické pole přímo, na rozdíl od cívek u indukčních metod, které měří uzavřený magnetický tok a musí být nakalibrovány vhodným měřítkem pro jejich průřezovou plochu, chceme-li určili velikost magnetického pole. Nevýhodou magnetometru využívajícího Hallovu sondu je teplotní závislost jejich odezvy.







Magnetoresistors

Z působení Lorentzovy síly vychází také jev zvaný magnetorezistence, tj. změna elektrického odporu vodiče vlivem magnetického pole. Dochází opět k ovlivňování nosičů náboje, tedy i proudu, což se projeví jako změna odporu materiálu. Jakmile známe, jak přesně se chová odpor materiálu pod vlivem magnetického pole, potom měřením velikosti odporu se lehce určí velikost vnějšího magnetického pole. Obecně platí, že odpor materiálu se nelineárně zvětšuje s aplikovaným magnetickým polem a že efekt magnetického pole u magnetorezistoru je větší, když je pole aplikováno kolmo na směr procházejícího proudu. U feromagnetických materiálů změna odporu může být značně velká, typicky je při saturaci $\Delta R/R$ u niklu 2% a 0,3% u železa.

Velmi malými rozměry magnetorezistoru, podobně jako u Hallovy sondy, docílíme velkého prostorového rozlišení, což v konečném důsledku znamená, že můžeme měřit magnetické pole téměř bodově. Na trhu existuje spousta variací magnetorezistivních magnetometrů, například v podobě tenkých filmů, které jsou schopné dosáhnout citlivosti až 10^{-5} Am⁻¹ (10^{-7} Oe). Tyto přístroje vypadají podobně jako tenzometry, mají běžně plošný rozměr 5×5 mm² a dva vývody.

Prvotní aplikace této měřicí techniky využívaly bismut, ve kterém se magnetorezistivita zvětšovala o 150 % v poli $9.5 \cdot 10^5 \,\mathrm{Am^{-1}}$ (1,2 T). Nástupcem bismutu se stala sloučenina InSb–NiSb, u které lze dosáhnout zvětšení dokonce o 300 % v poli $2, 3 \cdot 10^5 \,\mathrm{Am^{-1}}$. Avšak větší uplatnění tohoto materiálu je limitováno jeho teplotní závislostí. Na vzdory této stinné stránce měření odporu je jednoduché, a proto si tato metoda zaslouží pozornost v situacích, kde je možné dobře regulovat teplotu (např. v kryogenních aplikacích), a kde rozsah měřeného magnetického pole je větší než 2 T a menší než 16 T. Přesnost této metody je přibližně 1 %.





Magnetostrictive Devices

Magnetostrikce je vlastnost magnetických materiálů, u kterých dochází ke změněně jejich tvaru působením magnetického pole. Velice často je tento jev popisován pomocí relativní změny délky zmagnetizovaného materiálu ku celkové délce nezmagnetovaného materiálu, tj. $\Delta l/l$. Tento poměr je ve většině případů malý, ale u feromagnetických materiálů je řádově 10^{-6} , což už je změna měřitelná například pomocí tenzometrů či optických metod.

Pro měření velikosti magnetického pole stačí znát průběh magnetostrikce materiálu v magnetickém poli, jenomže ta není lineární a vykazuje hysterezi.



Obrázek 11: Ilustrace jevu magnetostrikce.





Magneto-Optic Methods

Magnetooptické metody využívají faktu, že magnetické pole je schopno ovlivnit paprsek světla procházející prostředím. Mezi magnetooptické metody řadíme metody založené na *Faradayově jevu*, u kterého světlo prochází průsvitným prostředím za přítomnosti magnetického pole působícího ve stejném směru jako chod paprsků, nebo

Kerrově jevu, u kterého jsou paprsky odráženy od feromagnetického prostředí. Oba dva efekty fungují na principu rotace lineárně polarizovaného světla v rovině polarizace. Uveďme, že existují i další magnetooptické jevy, jako například *Cottron-Moutonův jev*, který je blízký Faradayově jevu, ale magnetické pole je v něm kolmé na chod paprsků. Nicméně hodnota rotace úhlu polarizovaného světla je v tomto případě mnohem menší než u Faradayova jevu.

Magnetooptické metody fungující na principu Faradayova jevu reprezentuje obr. 12. Jedná se o velice jednoduše aplikovatelnou metodu pro měření velikosti magnetického pole, protože velikost rotace lineárního polarizovaného světla prošlého skrz paramagnetický materiál (např. MgCe(PO₄)₂) dává informaci o velikosti magnetického pole. Pro úhel otočení roviny polarizace platí relace



Obrázek 12: Faradayův jev.

$$\theta = V_{\text{Verdet}} \left| \vec{H} \right| d, \tag{25}$$

kde V_{Verdet} je *Verdetova konstanta*, $H = \left| \vec{H} \right|$ je velikost intenzity magnetického pole, *d* je tloušťka vzorku či délka cesty, na které probíhá interakce magnetického pole se světlem.







Ve feromagnetickém či ferimagnetickém prostředí lze úhel rotace θ vyjádřit pomocí magnetizace M:

$$\theta = K_{\text{Kundt}} M d, \tag{26}$$

kde K_{Kundt} je Kundtova konstanta, $M = \left| \vec{M} \right|$ je velikost magnetizace materiálu a d je tloušťka vzorku či délka cesty, na které probíhá interakce magnetického pole se světlem. Faradayovým či Cotton-Moutonovým experimentálním uspořádáním je možné zobrazit magnetické domény v materiálu. Nicméně to klade dosti silné nároky na kvalitu výbrusu feromagnetického materiálu, neboť ten musí být dostatečně tenký, aby docházelo k detekovatelné transmisi světla, což je v řadě případů značně limitující podmínka.

Kerrova metoda zobrazuje doménovou povrchovou strukturu feromagnetických materiálů. Lineárně polarizovaný paprsek dopadá na povrch vzorku, kde magnetizace uvnitř domén stočí rovinu polarizace dopadajícího světla o úhel θ , který lze vyjádřit pomocí magnetizace M vztahem:

$$\theta = K_r M. \tag{27}$$

Rotace se pohybují řádově v *minutách*, například 9 min pro saturovaný nikl a 20 min pro saturované železo a kobalt. Tato technika umožňuje určit velikost magnetického pole, ale pouze v situacích, kdy je magnetizace materiálu přímo úměrná indukci magnetického pole.





Magnetic Resonance Methods

Pod pojmem rezonanční magnetometry budeme rozumět soubor všech magnetických měřicích technik, založených na elektronové spinové rezonanci, jaderné magnetické rezonanci nebo protonové precesi. Citlivost těchto metod je řádu 10^{-14} T (10^{-10} G) a hlavní výhoda spočívá v měření **celkového magnetického pole** v určité oblasti prostoru. Nejsou tedy závislé na orientaci měřeného pole, jako jiné metody, které pouze měří složku magnetického pole podél daného směru.

Zeeman objevil, že diskrétní elektronové energetické hladiny v materiálu se mění v přítomnosti magnetického pole. U elektronové spinové rezonance (ESR) jsou elektrony excitovány vysokofrekvenčním zářením a absorpce nebo rezonance záření probíhá při charakteristických frekvencích. Ze znalosti rezonanční (charakteristické) frekvence ν_0 a velikosti gyromagnetického poměru γ vypočítáme velikost magnetického pole podle vztahu:

$$\omega_0 = 2\pi\nu_0 = \gamma B = \gamma\mu_0 H \tag{28}$$

Hodnota γ pro volný elektron (elektron paramagnetické spinové rezonance) je 1,76 · 10⁻¹¹ rad.s⁻¹.T⁻¹.

Jaderná magnetická rezonance (nuclear magnetic resonance, NMR) závisí na rezonanci magnetického momentu jádra atomu v radiofrekvenčním elektromagnetickém poli a je podobná ESR. Energetické hladiny jádra jsou kvantovány a mění se s přítomností magnetického pole podobně jako u ESR. Rezonance a absorpce je pozorována jedině tehdy, když radiofrekvenční pulz má stejnou energii jako rozdíl mezi kvantovými hladinami stavu jádra. Výpočet velikosti magnetického pole má stejný princip jako u ESR.

Experimentální uspořádání těchto technik se skládá ze dvou párů kolmých cívek: jedna emituje rezonanční frekvenci – radiofrekvenční cívka, druhá je přijímací cívka, která indikuje výskyt rezonance. Rezonanční metody mají přesnost 10^{-6} . Takováto vysoká přesnost vyžaduje vysoce homogenní magnetické pole kolem vzorku.

Odvozenou technikou je *protonová precese*, která je široce používaná v geofyzice pro přesné měření lokální intenzity magnetického pole Země. Magnetometr využívající protonovou precesi měří v rozsahu 10^{-9} – 10^{-4} T.





Superconducting Quantum Interference Device

Existuje bezpočet aplikací, kde je potřeba přesně měřit extrémně malé magnetické signály. To klade velké nároky na citlivost měření. V první kapitole jsme si představili Hallovu sondu jako magnetometr s citlivostí řádu mT (10^{-3} T) či feromagnetickou sondu s citlivostí nT (10^{-9} T), avšak v současnosti nejlepší měřicí technikou s citlivostí řádu fT (10^{-15} T) je magnetometr využívající magnetický senzor *SQUID* (Superconducting quantum interference device).

SQUID má bohatý aplikační potenciál v různých oblastech výzkumu v geofyzice, biomagnetismu či nedestruktivním magnetickém měření vzorků. Je schopen detekovat magnetické signály mozku (řádově fT) či srdce (50 000 fT). Jak ze samotného názvu plyne, supravodivé kvantové interferenční zařízení (SQUID) je úzce spjato s fyzikálním jevy jako je supravodivost. V této kapitole si na začátek krok po kroku nadefinujeme základní pojmy a jevy, jako jsou supravodivost či Josephsonův jev, potom teprve přistoupíme k fyzikální podstatě SQUIDu.



Obrázek 13: Squid je také anglický název pro krakatici, ale tu zde nemáme na mysli ;-).





2.1. Supravodivost



V roce 1911 se podařilo nizozemskému fyzikovi Heike Kammerling-Onnesovi pozorovat *supravodivost rtuti* při nízké teplotě, tj. stav, kdy materiál nekladl procházejícímu proudu žádný odpor a neuvolňovalo se žádné ohmické teplo. Fakt, že odpor materiálu je nulový, byl demonstrován trvalým proudem v supravodivém prstenci po mnoho let bez přítomnosti externího zdroje proudu či napětí. Jedna z dalších vlastností supravodičů je například schopnost odstínit vnější magnetické pole ...

Ve výčtu zajímavého chování a vlastností supravodivých materiálů bychom mohli pokračovat samozřejmě dále, nicméně v této kapitole zaměříme naší pozornost jen na nejdůležitější pojmy související s pojmem supravodivosti.



Obrázek 14: Levitace; vytěsňování magnetického pole z objemu supravodiče.







Kritická teplota T_c supravodivého materiálu je teplota, při které materiál přechází z normálního do supravodivého stavu. Z pohledu vodivosti to znamená, že při kritické teplotě "spadne" elektrický odpor na nulovou hodnotu a materiál přestane klást odpor procházejícímu proudu. Každý supravodivý materiál má svoji charakteristickou kritickou teplotu přechodu. V minulosti byla zjištěna pro nejrůznější slitiny kovů i kompozitní materiály obsahující měď a nekovové složky, ale například materiály jako zlato nebo platina, jenž jsou dobrými vodiči elektrického proudu v normálním stavu, nejsou supravodiči ani při teplotě 40 μ K.

Obdobně existuje pro každý supravodivý materiál $kritické pole H_c$. Dosáhne-li intenzita okolního magnetického pole kritické hodnoty, původně supravodivý materiál přejde do normálního, nesupravodivého stavu.

V současnosti se supravodivé materiály dělí do dvou nebo třech základních kategorií, a to na supravodiče prvního a druhého druhu a vysokoteplotní supravodiče. Existuje okolo třiceti čistých kovů vykazujících nulový odpor při nízkých teplotách, například cín ($T_c = 3,7 \text{ K}$), rtuť ($T_c = 4,2 \text{ K}$) nebo olovo ($T_c = 7,2 \text{ K}$), které patří do skupiny **supravodičů prvního druhu**. Pro tyto supravodiče platí *Meissnerův–Ochsenfeldův jev*, což znamená, že jsou ideálními diamagnetiky v supravodivém stavu, nebo jinými slovy lze říci, že pokud se supravodič prvního druhu nachází v supravodivém stavu, tak do jeho objemu neproniká žádný magnetický tok. Nicméně ztrácí supravodivé vlastnosti při nižších hodnotách externího magnetického pole H_c . Náčrt fázového diagramu ukazuje obr. 15, typ I. Fyzikální model, popisující supravodiče prvního druhu, se nazývá **BCS teorie**, pojmenovaná po jejich objevitelích Johnu Bardeenovi, Leonu Cooperovi a Robertu Schriefferovi.

Prvním **supravodičem druhého druhu** byla slitina olova a bismutu objevená ve 30. letech dvacátého století. Tento typ supravodiče vykazuje odlišné vlastnosti než typ první, např. jsou mechanicky odolnější, ke ztrátě supravodivého stavu dochází při vyšších hodnotách externího magnetického pole než u typu I. Přechod z normálního stavu do supravodivého stavu probíhá přes tzv. *přechodový stav* (mezistav), obr. 15, typ II. Jak je patrné z obrázku, malá magnetická pole $\langle 0; H_{c1} \rangle$ odstíní dokonale jako typ první, ale silnější okolní magnetická pole $\langle H_{c1}; H_{c2} \rangle$ už jen zčásti. Magnetický tok v tomto případě proniká do supravodiče pomocí nesupravodivých kanálků zvaných supravodivé víry (vortexy) a supravodič již ideálním diamagnetikem není.









Obrázek 15: Fázový diagram supravodiče typu I a II; H_c a T_c jsou kritické hodnoty pole a teploty.

Poslední skupinu supravodičů tvoří tak zvané **vysokoteplotní supravodiče** (high temperature superconductors, HTC) objevené v roce 1986. Jedná se o keramické materiály na bázi perovskitů. Perovskity jsou krystalické keramiky, jejichž jména se odvozují od minerálu známého jako perovskit. Kritická teplota některých vysokoteplotních supravodičů je větší než 77 K, a lze je tedy chladit kapalným dusíkem, což je levnější než chlazení kapalným heliem, nutným u typů I a II. Dodejme, že princip vzniku supravodivosti u HTC ještě není, ani po dvaceti letech, zcela znám.

Standardními supravodivými materiály pro SQUID senzory je čistý niob, nebo slitina olova s $10\,\%$ zlata nebo india, protože čisté olovo je nestabilní jako supravodivý materiál při prudkých změnách teploty. Udržení supravodivého stavu vyžaduje teplotu jen několik stupňů nad absolutní nulou. Toho se dociluje chlazením pomocí tekutého helia.

Vysokoteplotní SQUID senzory používají vysokoteplotní supravodiče. Jsou sice méně citlivé než "nízkoteplotní "SQUID senzory, ale stále výborné v řadě aplikací. Nesporná výhoda je chlazení pomocí levnějšího kapalného dusíku.



2.1.2. Cooperův pár a nulový elektrický odpor



Mechanismus supravodivosti je založen na na první pohled neuvěřitelné vlastnosti, neboť dva elektrony se mohou přitahovat navzdory odpudivé Coulombově interakci, působící mezi stejně nabitými částicemi. Elektrony se za normálních podmínek v materiálu chovají jako fermiony, tj. mají poločíselný spin a platí pro ně Pauliho vylučovací princip (dva elektrony se nemohou nacházet v jednom kvantovém stavu). Aby se stal materiál supravodivým, musejí se elektrony chovat jako makroskopický celek, tj. většina elektronů se nachází v jednom kvantovém stavu. Tato představa je ovšem pro fermiony nemožná, což vede k závěru, že se elektrony v supravodiči nějakým způsobem chovají jako bosony, jako částice s celočíselným spinem. Potom se mohou všechny nacházet v jednom kvantovém stavu, protože pro bosony Pauliho vylučovací princip neplatí. Tato vlastnost se zdá společná pro všechny typy supravodivosti, tj. typ I, II a pro vysokoteplotní supravodiče (kapitola 2.1.1). Pro vysvětlení tvorby "elektronových bosonů" se opřeme o BSC teorii supravodivosti, která dobře vysvětluje supravodivost u supravodičů pouze prvního druhu. Při teplotách nižších než je kritická teplota $T_{\rm c}$ supravodivého materiálu se dva elektrony párují do takzvaného Cooperova páru s celočíselným spinem. Mezi dvěma elektrony stále působí Coulombova odpudivá interakce, která má ovšem menší energii než "párující" fonon. Z fononové interakce tak dostáváme párující sílu působící na dva elektrony, které si vyměňují fonon prostřednictvím krystalové mříže. Energie spárování (energie přitahování elektronů) je velmi, velmi slabá a nepatrná teplota stačí na to, aby je náhodný tepelný pohyb odtrhnul od sebe. Ochladíme-li materiál na teplotu dostatečně nízkou, elektrony zákonitě musí vynaložit všechny své síly, aby se dostaly do absolutně nejnižšího stavu; pak se párují.



2.1.2. Cooperův pár a nulový elektrický odpor

<u>32</u> 🕑

Ilustraci fononové interakce ukazuje obr. 16, kde první záporně nabitý elektron přitahuje dva nejbližší kladné ionty a deformuje tak krystalovou mřížku. Po jeho průchodu vzniklá deformace kladně nabitých iontů přitahuje druhý záporně nabitý elektron, který je takto nucen putovat po stejné dráze jako první elektron. Krystalová mříž prostřednictvím fononu tedy způsobí nepřímé přitahování elektronů a vznik bosonové "částice" – Cooperova páru.



Obrázek 16: Fononová interakce, Cooperův pár.

Z vlastností Cooperových párů plyne, že není možné, aby se jeden Cooperův pár choval nezávisle na ostatních, tedy je nutná koherence. Supravodivost je tedy důsledkem toho, že se Cooperovy páry chovají jako celek, vykazují koherentní chování elektronů. Typická vzdálenost, na kterou se projevuje koherentní chování, je *koherentní délka* a je řádově tisíckrát větší než vzdálenost mezi elektrony, tj. střední vzdálenost mezi páry je menší než rozměr jednoho páru. Proto má supravodivý přechod naprosto jiné chování, než jaké bychom očekávali při teplotě vyšší než kritická teplota, kde je koherentní délka řádově shodná se vzdáleností mezi částicemi.

Upozorněme čtenáře, že Cooperův pár si nelze představovat jako bodovou částici, dva elektrony v Cooperově páru jsou vzdáleny od sebe o vzdálenost, která se ukazuje být právě koherentní délkou supravodiče; u kovových materiálů to je asi $100-5\,000\,\mathrm{nm}$.







a předávají jim část své energie, která se projeví jako Joulovo teplo, obr. 17. Na druhé straně supravodivost je důsledkem koherentního chování elektronů, které lze interpretovat například takto:

 Snižováním teploty se vlnové funkce jednotlivých elektronů překrývají čím dál tím více, až se úplně překryjí → materiál přešel do supravodivého stavu. Velikost de Broglieho vlnové délky částice, jež je mírou neurčitosti nalezení částice v prostoru, se snižující se teplotou roste. Jestliže elektron putující materiálem v supravodivém stavu narazí např. na příměs v materiálu, může si díky překrývajícím se vlnovým funkcím (tj. díky velké neurčitosti nalezení v prostoru) vyměnit pozici s jiným elektronem a putovat materiálem dále, aniž by narazil na příměs, což by vedlo ke vzniku odporu materiálu.



Obrázek 17: Představa pohybu vodivostních elektronů při vedení elektrického proudu za normálního stavu.

- 2. Jestliže přiložíme elektrické pole, elektrony z Cooperova páru se musejí pohybovat v supravodiči společně. Jeden elektron tvořící Cooperův pár musí následovat druhý elektron z Cooperova páru, neboť cítí přitažlivou sílu zprostředkovanou fononovou interakcí. Lokalizovaná perturbace, která v normálním (tj. nesupravodivém) stavu může odchýlit jednotlivý elektron a zapříčinit tak vznik odporu, nemůže to samé provést v supravodivém stavu bez ovlivnění současně všech elektronů účastnících se supravodivého stavu. Není to nemožné, ale extrémně nepravděpodobné, a tak kolektivní posun (drift, unášení) koherentních supravodivých Cooperových párů odpovídá elektrickému bezztrátovému proudu.
- 3. K roztržení Cooperova páru je třeba dodat energii větší, než je jeho energie vazby, což je právě hodnota energie, která v supravodiči odděluje základní stav od nejbližšího vybuzeného stavu (energetická mezera $\Delta E = 10^{-3}$ až 10^{-4} eV). Významnou vlastností Cooperových párů je, že se mohou pohybovat mřížkou bez disipativních ztrát, pokud je interakční energie s mřížkou menší než šířka energetické mezery ΔE . To znamená, že





v uzavřené smyčce supravodiče bude jednou urychlená soustava Cooperových párů zachovávat permanentní tok, tzv. **perzistentní proud**. Překročí-li interakční energie páru s mřížkou hodnotu šířky energetické mezery ΔE (zvýšením teploty T, působením magnetického pole, nebo mikrovlnným zářením), nastane přechod do normálního stavu elektronové vodivosti s obvyklou disipací energie při průchodu mřížkou [2].

Podívejme se nyní optikou kvantové mechaniky na Cooperův pár v supravodiči. Z kvantové mechaniky je známo, že vlnová funkce pro jednu částici, označovaná $\psi = \psi(\vec{r})$, představuje amplitudu pravděpodobnosti nalezení částice v jednotkovém objemu a výraz $\psi\psi^*$ představuje *hustotu pravděpodobnosti* nalezení částice v jednotkovém objemu. Elektronový pár (Cooperův pár) se neřídí Pauliho vylučovacím principem a chová se podle Bose-Einsteinovy statistiky, která předpokládá, že v jakémkoliv kvantovém stavu jich může být libovolný počet. Při nízké teplotě, předpokládejme pro jednoduchost při teplotě T = 0 K, se všechny bosony hromadí, kondenzují, na nejnižší energetické hladině (tj. v základním stavu) a jen velice těžko se podaří některému přeskočit do jiného stavu. Popíšeme-li každý boson v základním stavu, tj. každý Cooperův pár, vlnovou funkcí ve tvaru $\psi = \psi(\vec{r})$, potom výraz $\psi\psi^*$ představuje jeho hustotu nalezení v prostoru. Jestliže má každý boson stejnou hustotu nalezení v prostoru vyjádřenou jako součin $\psi\psi^*$, tak je tento součin možné interpretovat i jako hustotu částic, potažmo jako hustotu náboje, pokud má každá částice stejný náboj. Za normálních podmínek součin $\psi\psi^*$ vyjadřuje zmíněnou hustotu počtu částic, takže pro získání rozměru hustoty náboje stačí tento součin vynásobit konstantním faktorem, jež je roven náboji částice. Obecně se tento konstantní faktor, resp. jeho druhá odmocnina, zahrne přímo do součinu $\psi\psi^*$, který potom opravdu vyjadřuje hustotu náboje. Je-li tedy $\psi\psi^*$ úměrné hustotě náboje $\rho(\vec{r})$, pak lze vyjádřit vlnovou funkci ψ , popisující elektronový pár, jako součin druhé odmocniny nábojové hustoty a nějakého fázového faktoru $\Theta(r)$:

$$\psi = \psi_0 \mathrm{e}^{i\Theta(r)} = \sqrt{\rho(\vec{r})} \mathrm{e}^{i\Theta(r)}.$$
(29)

Pro další úvahy je fázový faktor či jednoduše jen fáze $\Theta(\vec{r})$ velmi důležitá. Všimněte si, že fázi $\Theta(\vec{r})$ jsme definovali stejnou pro všechny páry v supravodiči, což je jeden z důsledků už dříve zmíněného koherentního chování. Dodejme, že fáze $\Theta(\vec{r})$ a hustota náboje $\rho(\vec{r})$ jsou reálné funkce \vec{r} .



2.1.3. Kvantování magnetického toku

Z teorie elektromagnetického pole je známo, že každý materiál, který se nachází v magnetickém poli, indukuje vířivé proudy, které se snaží o odstínění vnějšího magnetického pole ze svého objemu. Čím má materiál větší měrný odpor, tím více vířivé proudy vytváří teplo a v důsledku elektrického odporu materiálu se vířivé proudy

utlumí a nejsou schopné odstínit všechny siločáry externího magnetického pole. Do objemu materiálu proniká externí magnetické pole. Uvažujme **supravodivý prstenec** při teplotě větší než je jeho kritická teplota, po vložení do externího magnetického pole pronikají siločáry magnetického pole do objemu prstence obr. 18a, protože se chová jako běžný materiál v magnetickém poli. Po ochlazení supravodivého prstence pod jeho kritickou teplotu, tj. do supravodivého stavu, bude magnetické pole vytlačeno z objemu prstence, obr. 18b. Supravodivý materiál se stal *ideálním diamagnetikem (Meissnerův jev*). Na jeho po-



Obrázek 18: Představa pr
stence v magnetickém poli a) v normálním stavu $T>T_{\rm c}$ (v pr
stenci existuje magnetické pole), b) v supravodivém stavu
 $T< T_{\rm c}$ (magnetické pole je vytlačeno ven; indukční to
k ϕ je kvantován), c) po odstranění vnějšího magnetické
ho pole.

vrchu se opět vytvářejí vířivé proudy, které na rozdíl od normálního materiálu nejsou utlumeny, protože měrný odpor supravodivého materiálu je rovný nule. To způsobí, že vnější magnetické pole je dokonale odstíněno. Při vypínání vnějšího magnetického pole, se bude v prstenci indukovat elektrický proud, který se bude snažit udržet původní magnetický indukční tok prstencem. Indukce elektrického proudu je dána časovou změnou magnetického pole při jeho vypínání. Směr elektrického proudu vyplývá z Lenzova zákona a snaží se zachovat původní magnetický indukční tok procházející středem prstence. **Povrchem** vzorku tak bude procházet elektrický proud, který přesně zachová původní magnetický tok. Tento proud bude vzorkem procházet velmi dlouho třeba i několik let a nazývá se *supravodivý proud*, obr. 18c.





Využijeme-li principu korespondence přepisu rovnic z teoretické mechaniky do kvantové fyziky pro pohyb nabité částice v elektromagnetickém poli, v nerelativistickém případě dostaneme:

$$\vec{v} = \frac{1}{m} \left(\vec{p} - q\vec{A} \right) \quad \Leftrightarrow \quad \hat{v} = \frac{1}{m} \left(-i\hbar\nabla - q\vec{A} \right) = \frac{1}{m} \left(\hat{p} - q\vec{A} \right), \tag{30}$$

kde m je hmotnost částice, q označuje náboj částice a \vec{A} je vektorový potenciál elektromagnetického pole. Jestliže pro hustotu toku platí

$$J = -\frac{i\hbar}{2m} \left(\psi^* \nabla \psi - \psi \nabla \psi^*\right) = \frac{\hbar}{m} \operatorname{Im} \left(\psi^* \nabla \psi\right) = \frac{1}{m} \operatorname{Re} \left(\psi^* (-i\hbar \nabla)\psi\right) = \frac{1}{m} \operatorname{Re} \left(\psi^* \hat{p}\psi\right),\tag{31}$$

pak lze tento vztah přepsat do názornějšího vztahu obsahující operátor rychlosti $\hat{v} = \hat{p}/m$

$$J = \operatorname{Re}\left(\psi^* \hat{v}\psi\right). \tag{32}$$

Potom dosazením (29) do (32) s využitím (30) lze vyjádřit hustotu proudu náboje v nových proměnných Θ a ρ :

$$J = \frac{\hbar}{m} \left(\nabla \Theta - \frac{q}{\hbar} \vec{A} \right) \rho. \tag{33}$$

Kvantování magnetického toku je v supravodivém prstenci důsledkem poslední rovnice. Díky tomu, že magnetická indukce i proudová hustota uvnitř supravodiče v dostatečné vzdálenosti od povrchu je nulová v důsledku Meissnerova jevu, v prstenci pouze teče povrchový proud. Proudová hustota je rovna nule, pokud je pravá strana rovnice (33) nulová, tj. musí platit

$$\hbar \nabla \Theta = q \vec{A}. \tag{34}$$

Vyjádření křivkového integrálu po dráze C, která vede uvnitř supravodiče, tj. dostatečně daleko od povrchu prstence, je

$$\hbar \oint_C \nabla \Theta \, \mathrm{d}l = q \oint_C \vec{A} \, \mathrm{d}l. \tag{35}$$






Integrál na pravé straně lze přepsat na integrál podle Stokesova teorému

$$\oint_C \vec{A} \, \mathrm{d}l = \int_C \left(\mathrm{rot}\vec{A} \right) \, \mathrm{d}\vec{S} = \int_C \vec{B} \, \mathrm{d}\vec{S} = \phi, \tag{36}$$

kde d \vec{S} je plošný element plochy ohraničené křivkou C a ϕ je magnetický tok indukce magnetického pole procházející touto plochou. Křivkový integrál gradientu na levé straně v (35) z jednoho bodu Θ_1 do bodu Θ_2 v prstenci představuje rozdíl funkce v těchto dvou bodech, tj.

$$\int_{\Theta_1}^{\Theta_2} \nabla \Theta \, \mathrm{d}l = \Theta_2 - \Theta_1. \tag{37}$$

Ztotožněním počátečního a koncového bodu utvoříme uzavřenou smyčku, mohlo by se zdá, že hodnoty Θ_1 a Θ_2 si budou rovny a integrál bude roven nule. Toto není bezpodmínečně nutné v případě supravodiče ve tvaru prstence, protože relevantní fyzikální požadavek je, aby pro každý bod existovala jedna hodnota vlnové funkce (29). Takže ztotožněním počátečního a koncového bodu musí mít vlnová funkce (29) stejnou hodnotu, což lze zaručit, i když se fáze změní o hodnotu $2\pi k$, kde k je libovolné celé číslo. Potom vyjádření (35) přejde na

$$2\pi k\hbar = q\phi \tag{38}$$

a magnetický tok je roven

$$\phi = \frac{2\pi\hbar}{q}k.\tag{39}$$





2.1.3. Kvantování magnetického toku

Magnetický tok uzavřeným prstencem je tedy kvantován celočíselným násobkem veličiny $\frac{2\pi\hbar}{q}$, obr. 19. Experimentálně bylo zjištěno, že náboj je roven dvounásobku náboje elektronu, q = 2e, což souhlasí s nábojem elektronového páru (dva elektrony tvoří jeden pár). Hodnota magnetického toku procházejícího supravodivým prstencem se tedy nemění spojitě, ale po kvantech o velikosti

$$b_0 = \frac{2\pi\hbar}{q} = \frac{2\pi\hbar}{2e} = \frac{\pi\hbar}{e} \cong 2 \cdot 10^{-15} \,\mathrm{Wb.}$$
 (40)

Tato jednotka magnetického toku se nazývá **fluxoid**. Dodejme, že jednoduchý výsledek (39) neplatí, pokud tok proniká objemem samotného prstence, ani když je materiál prstence příliš tenký.



Obrázek 19: Kvantování magnetického toku.





2.2. Josephsonův jev



Josephsonův jev je úkaz nastávající mezi dvěma supravodiči spojenými tenkou vrstvou izolátoru a je pojmenovaný po waleském fyzikovi Brianu Davidu Josephsonovi, který jako první předpověděl jeho existenci. Jedná se o jednu z největších aplikací kvantově-mechanických obvodů, kde existuje nenulová pravděpodobnost tunelování Cooperových párů přes tuto bariéru. Podívejme se na ten to zajímavý úkaz podrobněji.



Obrázek 20: B. D. Josephson [19].





Spojení dvou supravodičů tenkou vrstvou izolačního materiálu se nazývá Josephsonův přechod, který je zobrazen na obr. 21. Josephson předpověděl, že v takovémto uspořádání poteče kvantový tunelovací proud elektronových párů skrz izolační bariéru.



Obrázek 21: Josephsonův přechod, tunelování elektronových párů přes izolační bariéru.

Kvantová mechanika přepokládá pro dostatečně tenkou vrstvu izolátoru, že amplituda vlnové funkce Cooperových párů bude splňovat Schrödingerovu rovnici na každé straně izolační bariéry:

$$i\hbar \frac{\partial \psi_1}{\partial t} = W_1 \psi_1 + K \psi_2$$

$$i\hbar \frac{\partial \psi_2}{\partial t} = W_2 \psi_2 + K \psi_1$$
(41)

kde $\psi_{1,2}$ je vlnová funkce reprezentující Cooperovy páry (viz (29)), $W_{1,2}$ je potenciální energie a K je charakteristická konstanta pro daný přechod. Kdyby K bylo rovno nule, obě rovnice by popisovaly nejnižší energetický stav s energií W_i každého supravodiče. Konstanta K nám v rovnicích zapříčiní, že může docházet k přeskokům elektronových párů přes izolační bariéru, tj. k tunelování. Nyní si představme, že oba konce supravodičů připojíme na rozdílný potenciál elektrického pole, tj. na napětí U. Potenciálový rozdíl přes bariéru pak bude dán vztahem

$$W_1 - W_2 = qU.$$
 (42)





Jestliže pro jednoduchost definujeme nulovou potenciální energii uprostřed mezi W_2 a W_1 (obr. 22), obě rovnice budou mít tvar:

$$i\hbar \frac{\partial \psi_1}{\partial t} = -\frac{qU}{2}\psi_1 + K\psi_2$$

$$i\hbar \frac{\partial \psi_2}{\partial t} = -\frac{qU}{2}\psi_2 + K\psi_1$$
(43)



Obrázek 22: Představa potenciální energie při zapojení konců Josephsonova přechodu na rozdílný potenciál.

A vlnové rovnice na obou stranách bariéry budou mít formu podle rovnice (29):

$$\psi_1 = \sqrt{\rho_1} e^{i\Theta_1} \psi_2 = \sqrt{\rho_2} e^{i\Theta_2}$$
(44)

Dále definujme δ jako rozdíl fází vlnových funkcí na obou stranách izolační bariéry,

$$\delta = \Theta_2 - \Theta_1. \tag{45}$$



<u>+2</u> 🕑

Nyní dosazením vlnových funkcí (44) do (39) s využitím (45) dostaneme:

$$\dot{\rho}_1 = \frac{2}{\hbar} K \sqrt{\rho_1 \rho_2} \sin \delta, \qquad \dot{\rho}_2 = -\frac{2}{\hbar} K \sqrt{\rho_1 \rho_2} \sin \delta, \qquad (46)$$

$$\dot{\Theta}_1 = \frac{K}{\hbar} \sqrt{\frac{\rho_2}{\rho_1}} \cos \delta - \frac{qU}{2\hbar}, \qquad \qquad \dot{\Theta}_2 = \frac{K}{\hbar} \sqrt{\frac{\rho_1}{\rho_2}} \cos \delta + \frac{qU}{2\hbar}, \qquad (47)$$

Vidíme, že platí $\dot{\rho}_1 = -\dot{\rho}_2$, tato časová změna hustoty náboje právě popisuje proud, jenž začne protékat Josephsonovým přechodem:

$$I = \frac{2K}{\hbar} \sqrt{\rho_1 \rho_2} \sin \delta = I_0 \sin \delta, \tag{48}$$

kde $I_0 = \frac{2K\rho}{\hbar}$. Zde se předpokládá, že hustota náboje je stejná na obou stranách bariéry, což je dobrý fyzikální předpoklad v případě, že Josephsonův přechod je připojen na rozdílný potenciál. Vyjádřením časové derivace rozdílů fází vlnových funkcí δ , dostaneme:

$$\dot{\delta} = \dot{\Theta}_2 - \dot{\Theta}_1 = \frac{qU}{\hbar},$$

$$J(t) = \frac{\hbar}{q} \frac{\partial \delta}{\partial t} = \frac{\hbar}{2e} \frac{\partial \delta}{\partial t},$$
(49)

případně provedeme časovou integraci $\hat{\delta}$ a získáme

$$\delta(t) = \delta_0 + \frac{q}{\hbar} \int U(t) \, \mathrm{d}t,\tag{50}$$

kde δ_0 je hodnota v čase t = 0. Celá úvaha tunelování se týče elektronových párů, proto náboj v posledních dvou rovnicích je q = 2e, tj. dvounásobek náboje elektronu. Rovnicí (48) a (50) jsme odvodili, jaké má vyjádření tunelovací proud, a jak vypadá časová změna rozdílů fází na obou stranách izolační vrstvy.



Bez přítomnosti externího magnetického pole a po přiložení zdroje proudu na konce Josephsonova přechodu je možné, aby přes tenkou oxidační izolační bariéru procházel tunelovací proud bez vzniku úbytku napětí na Josephsonově přechodu. Předpokládejme U = 0, pak je patrné, že δ se rovná konstantě δ_0 podle rovnice (50). Tunelovací proud bude konstantní, protože $I = I_0 \sin \delta_0$ a bude nabývat libovolné hodnoty mezi $+I_0$ a $-I_0$ v závislosti na δ_0 . Jestliže přiložené napětí na obou koncích přechodu bude mít stejnou hodnotu, pak procházející proud přechodem bude konstantní a maximální hodnota, označovaná jako kritický proud, bude $I_0 = \frac{2K\rho}{\hbar}$. Výše popsané se nazývá **stejnosměrný Josephsonův jev**. Hodnota kritického proudu závisí na různých vlastnostech použitého materiálu supravodiče, geometrii přechodu atd.

Připojíme-li na Josephsonův přechod nenulové konstantní napětí $U = U_0$, tunelovací proud bude mít vyjádření $I = I_0 \sin \left(\delta_0 + \frac{q}{\hbar} U_0 t \right)$. Časově závislá fáze v argumentu funkce sinus způsobí, že přechodem prochází střídavý proud. Frekvence oscilujícího proudu přechodem je lineárně závislá na přiloženém napětí vztahem

$$f = \frac{2e}{h}U.$$
(51)

Vztah mezi frekvencí a napětím na přechodu závisí pouze na fundamentálních konstantách e a h, což poskytuje ideální převodník mezi napětím a frekvencí. Například napětí 1 μ V připojené na Josephsonův přechod způsobí frekvenci proudu $f_{\text{Josephson}} = 483,6 \text{ MHz}$. Tento jev se označuje jako **střídavý Josephsonův jev** a zjistilo se, že platí bez ohledu na použité supravodiče.





Další možností přiloženého napětí na kontakty Josephsonova přechodu je vysokofrekvenční napětí spolu s konstantním napětím:

$$U = U_0 + u\cos\omega t. \tag{52}$$

Dosazením posledního vztahu do (50)a následně do (48)dostaneme vyjádření proudu

$$I = I_0 \sin\left[\frac{q}{\hbar} \left(U_0 t + \frac{u}{\omega}\sin\omega t\right) + \delta_0\right]$$

= $I_0 \sum_n (-1)^n \left(\frac{qu}{\hbar\omega}\right) \sin\left(\frac{qU_0}{\hbar}t - n\omega t + \delta_0\right).$ (53)

Výsledkem je frekvenčně modulovaný proud procházející přechodem. Na voltampérové charakteristice (VACH) budeme pozorovat stupňovitý charakter, tzv. Schapirovy schody. Proudové stupně se objeví při napětích $U_0 = n\frac{\hbar\omega}{q}$, kde n je celé číslo. Experimentálně bylo prokázáno, že dospějeme ke stejnému výsledku, jestliže přechod ozáříme mikrovlnným zářením o frekvenci f. Opět lze pozorovat Shapirovy schody na VACH. Tento jev bývá označován jako inverzní Josephsonův jev a uplatňuje se v primárních etalonech napětí.





2.3. DC-SQUID a RF-SQUID

SQUID, jak už víme, je zkratka z anglického názvu supravodivé kvantové interferenční zařízení (Superconducting quantum interference device) a poskytuje nejlepší rozlišení měření magnetického pole. SQUID zařízení je v podstatě aplikací Josephsonova jevu a existují dva hlavní typy:

- 1. SQUID skládající se pouze z *jednoho* Josephsonova přechodu, označovaný \mathbf{RF} -SQUID (\mathbf{RF} = Radio frequency, vysokofrekvenční),
- 2. SQUID skládající se ze dvou Josephsonových přechodů, zvaný **DC-SQUID**.

Upozorněme čtenáře, že tato označení jsou do jisté míry zavádějící či matoucí, protože oba typy mohou mě-

řit stejně dobře stejnosměrné i střídavé signály. RF-SQUID je spřažený s ladícím obvodem, který ho ladí na pracovní frekvenci 20–200 MHz, naproti tomu pro DC-SQUID je použit malý stejnosměrný proud k nastavení Josephsonových přechodů do pracovní oblasti. DC-SQUID je značně přesnější a byl dříve objeven než RF-SQUID. Avšak po mnoho let nebyl široce používán kvůli vysokým cenovým nákladům na jeho výrobu. V dnešní době není problém vyrábět DC-SQUID za přijatelnou cenu, a proto jej nejnovější přístroje využívají.

Nadále se v textu budeme věnovat pouz
e $\rm DC-SQUIDu,$ protože na něm je založen měřicí systém, popisovaný v dalších kapitolách.



H.T.S. SQUID

High Temperature Superconductivity Group

Obrázek 23: H.T.S. SQUID [11].





2.3.1. DC-SQUID

Jen dva roky po postulování Josephsonova jevu (kap. 2.2) byl R. Jaklevicem, J. Lambem, J. Mercereauem a A. Silverem v roce 1964 zkonstruován první DC-SQUID, který má dva Josephsonovy přechody zapojené v paralelní supravodivé smyčce, obr. 24.

Princip DC-SQUIDu vychází ze stejnosměrného Josephsonova jevu, se kterým jsme se seznámili v kapitole 2. Jedná se o makroskopickou kvantovou interferenci proudů tekoucích dvěma přechody mezi supravodiči, která je způsobená fázovým rozdílem stékajících se proudů po průchodu dvěma různými cestami. Analogií interference proudů je Youngův pokus interference světla na dvouštěrbině, neboť elektronový pár (Cooperův pár) je stejně jako foton



Obrázek 24: Schéma DC-SQUIDu, jedná se o dva Josephsonovy přechody v paralelním uspořádání demonstrující makroskopickou kvantovou interferenci.

světla bosonem a v tomto smyslu platí totožné zákonitosti, jen s tím rozdílem, že neinterferují paprsky světla, ale proudy. Uvažujme zapojení podle obr. 24, potom rozdíl fází po dráze mezi body 1 a 2 procházející izolátorem a a b označme δ_a a δ_b . Podle vztahů (35)–(39) jsme v kap. 2.1.3 o kvantování magnetického toku v prstenci viděli, že fázový rozdíl $\Theta_2 - \Theta_1$ podél uzavřené křivky, jejíž plochou prochází celkový magnetický tok ϕ , má vyjádření

$$\Theta_2 - \Theta_1 = \frac{2e}{\hbar}\phi = 2\pi \frac{\phi}{\phi_0}.$$
(54)

Povšimněme si, že v případě, kdy není připojeno žádné napětí na konce DC-SQUIDu a za přítomnosti nulového magnetického pole, musí pro fázové rozdíly δ_a a δ_b platit, že mají stejnou hodnotu δ_0 (viz vztah (45)). Avšak bude-li ohraničenou plochou prstence DC-SQUIDu procházet magnetický tok ϕ , tak platí vztah (54), který lze vyjádřit pro jednotlivé fázové rozdíly následovně:

$$\delta_b = \delta_0 + \frac{e}{\hbar}\phi = \delta_0 + \pi \frac{\phi}{\phi_0},$$

$$\delta_a = \delta_0 - \frac{e}{\hbar}\phi = \delta_0 - \pi \frac{\phi}{\phi_0}.$$
(55)





Celkový proud Itotal podle prvního Kirchhoffova zákona se bude roven součtu proudů v jednotlivých větvích,

$$I_{\text{total}} = I_a + I_b,\tag{56}$$

kde každý z nich má tvar podle (48), a pro celkový proud dostáváme vyjádření

$$I_{\text{total}} = I_0 \left[\sin \left(\delta_0 + \frac{e}{\hbar} \phi \right) + \sin \left(\delta_0 - \frac{e}{\hbar} \phi \right) \right]$$

= 2(I_0 \sin \delta_0) \cos \frac{e}{\eta} \phi. (57)

Ať už je hodnota δ_0 jakákoliv, velikost sin δ_0 nemůže být větší než 1. Takže ze vztahu (57) plyne, že kritický proud I_0 je modulován faktorem závisejícím na celkovém magnetickém toku ϕ , procházejícím skrz supravodivý prstenec. Proto pro libovolnou hodnotu magnetického toku ϕ je limitní (maximální) hodnota proudu procházejícího prstencem daná vztahem

$$I_{\max} = I_{\max}(\phi) = 2I_0 \left| \cos \frac{e}{\hbar} \phi \right| = 2I_0 \left| \cos \pi \frac{\phi}{\phi_0} \right|.$$
(58)

Modulace maximálního proudu, procházejícího DC-SQUIDem, je ukázána na obr. 25 a jeho průběh v podstatě představuje ideální Fraunhofferův interferenční obrazec, který je znám z optiky při pozorování interference dvou koherentních optických svazků v Youngově dvouštěrbinovém experimentu. Na základě této analogie lze konstatovat, že dva Josephsonovy přechody zde hrají roli dvou štěrbin a interference pak nastává mezi dvěma supraproudy procházejícími polovinami supravodivého prstence. Supraproudy přitom nabudou různé fáze v důsledku přítomnosti vnějšího magnetického pole. A zde tkví i podstata měření magnetického toku DC-SQUIDem, protože maximální proud (58) se mění s hodnotou ϕ a sám dosahuje maxima vždy, je-li splněna podmínka



Obrázek 25: Modulace maximálního proudu v supravodivém prstenci DC-SQUIDu.







$$\phi = \frac{\pi\hbar}{e}k,\tag{59}$$

kde k je celé číslo. Jinými slovy říkáme, že tento proud nabývá maxima vždy, když magnetický tok dosahuje právě těch kvantových hodnot, jež jsou dané násobkem rovnice (40). V současnosti lze běžně vyrobit primární část DC-SQUIDu s plochou ohraničenou oběma větvemi o velikosti 1 cm² a vzhledem k velikosti ϕ_0 budou maxima křivky na obr. 25 navzájem oddělené hodnotou $2 \cdot 10^{-11}$ T. Dokonce je možné detekovat nejen maxima, ale i 1/1000 vzdálenosti mezi maximy, což vede k měření magnetických polích polí řádu $2 \cdot 10^{-14}$ T, či k měření větších magnetických polích s touto přesností. Představme si na závěr, že vedle sebe rozestavíme 10 či 20 přechodů ve stejné vzdálenosti od sebe. Což odpovídá interferenci mezi 10 či 20 štěrbinami, jestliže nyní měníme magnetické pole, dostáváme velmi ostrá maxima a minima. Tuto představu můžeme posunou ještě dále a uvažovat zapojených 100 štěrbin, potom kvantová mechanická interference by se stala téměř stejně přesnou jako měření vlnové délky světla [20].





V této kapitole věnujeme pozornost magnetometru založenému na supravodivém kvantovém interferenčním jevu (DC-SQUID), který je součástí experimentálního vybavení Centra výzkumu nanomateriálů. Jedná se o magnetometr typu MPMS (Magnetic Property Measurement System) od firmy Quantum Design, USA, viz obr. 26.



Obrázek 26: Magnetometr MPMS XL, Quantum Design, USA (pracoviště Centra výzkumu nanomateriálů, PřF UP Olomouc).

Magnetometr MPMS XL umožňuje plně automatická měření magnetického momentu studovaného materiálu při měnící se teplotě a intenzitě vnějšího magnetického pole, přičemž měří podélnou složku magnetického momentu vzorku, tj. složku rovnoběžnou se směrem vnějšího magnetického pole. Pracuje v intervalu magnetických indukcí od -7 T do 7 T a v rozsahu teplot od 1,9 K do 400 K. V tabulce 1 jsou souhrnně uvedeny jeho další parametry.

Podle obr. 26 lze MPMS XL rozdělit na dvě důležité hardwarové části: (1) **měřicí kabinet** s Dewarovou nádobou a (2) **elektronický kabinet** s počítačem. Elektronický kabinet je propojen s měřicím kabinetem pomocí elektrických vodičů a oba dohromady tak tvoří ucelený měřicí systém. Kabinety jsou vzájemně prostorově oddělené, čímž se předchází ovlivňování citlivého SQUID detekčního systému, umístěného v měřicím kabinetu, zejména od vibrací vývěvy, umístěné v elektronickém kabinetu.





3. Magnetometr MPMS XL



Parametr	Popis	MPMS XL
Field range	Rozsah vnějšího magnetického pole	$\pm 7 \mathrm{T} (70000 \mathrm{Gauss})$
Field stability	Časová stabilita magnetického pole	1 ppm/hodina
Intrinsic field uniformity	Homogenita magnetického pole (4 cm: z těžiště snímací cívky ± 2 cm)	0,01 % přes 4 cm
Field setting resolution	Rozlišení nastavení magnetického pole	$0.02{\rm mT}$ (0,2 Gauss) pro magnetické pole menší než $0.6{\rm T}$ $0.2{\rm mT}$ (2 Gauss) pro magnetické pole větší než $0.6{\rm T},$ maximálně do $7{\rm T}$
Residual field	Zbytkové magnetické pole	$<0,5{\rm mT}$ v oscilačním módu (Oscillate mode) $<3{\rm mT}$ v nepřekračujícím módu (No-overshoot mode)
Sample space size	Průměr válcového prostoru určeného pro měřený vzorek	9 mm bez pícky (maximální teplota měření 400 K) 4 mm s píckou (maximální teplota měřeni 1000 K)
RSO measurement differential	Citlivost RSO měření (minimální	$\leq 10^{-11} \mathrm{Am^2} \ (\approx 10^{-8} \mathrm{EMU}) \ \mathrm{do} \ 0.25 \mathrm{T}$ aplikovaného pole
sensitivity	detekovatelná změna magnetického momentu na rozsahu 10 ⁻⁴ EMU)	$\leq 6 \cdot 10^{-11} \mathrm{Am^2} \ (\approx 6 \cdot 10^{-11} \mathrm{EMU})$ do 7 T aplikovaného pole
SQUID AC susceptibility	SQUID AC měření susceptibility	od 0,1 Hz do 1 kHz
measurement		citlivost: $2 \cdot 10^{-11} \mathrm{Am^2} ~(pprox 2 \cdot 10^{-8} \mathrm{EMU})$ při $0 \mathrm{T}$
Range of measurement	Rozsah měření magnetického momentu vzorku	$\pm 5.0 \cdot 10^{-3} \mathrm{Am^2}~(pprox 5.0 \mathrm{EMU})$
Temperature range at the	Rozsah teploty v prostoru vzorku	od 1,9 K do 400 K
sample space		s píckou až do 800 K
Temperature calibration accuracy at the sample space	Přesnost měření teploty v prostoru vzorku	$\pm 0.5\%$
Temperature stability at the sample space	Stabilita teploty v prostoru vzorku	$\pm 0.5\%$
Temperature spatial variation	Teplotní homogenita v prostoru měřeného	$\pm 0,\! 1\mathrm{K}$ na vzdálenosti $8\mathrm{cm}$ při $235\mathrm{K}$
in sample chamber	vzorku	$\pm 1,0\mathrm{K}$ na vzdálenosti $15\mathrm{cm}$ při $235\mathrm{K}$
Rate of temperature change	Maximální rychlost změny teploty	od 300 K do 10 K maximální krok $10 \mathrm{K/min}$
(max.)		od 10 K do 2 K maximální krok 2 K/min
Helium capacity	Obsah devarky helia	561
Helium usage	Spotřeba helia	8l/den
Power consumption	Příkon	8 kW

Tabulka 1: Tabulka parametrů MPMS XL.



 \ominus



MPMS XL control console

Podívejme se velice stručně na elektronický kabinet (obr. 27). V elektronickém kabinetu se nachází tyto důležité bloky:

- Model 1822 Controller,
- Model 1802 R/G Bridge,
- Gas/Magnet Control,
- Magnet Power Supply,
- Power Distribution Unit,
- RSO Controller a
- Vacuum pump.



Obrázek 27: Elektronický kabinet.







Měřicí systém MPMS XL je velmi složitým měřicím zařízením s řadou funkcí a má náročné požadavky na chování a možnost řízení jednotlivých senzorů či regulačních prvků. Proto je realizován jako *počítačový měřicí systém*, ve kterém speciální program řídí celý proces měření: sbírá informace o měřených veličinách pomocí senzorů a měřicích digitálních karet, vyhodnocuje je a na základě naměřených hodnot a v souladu se zvoleným programem pomocí výstupních karet a akčních prvků (např. topení) měřicí systém zpětně ovlivňuje. Roli obou typů karet a části vyhodnocovací elektroniky zde zastávají *kontrolery*, které s vlastním řídicím počítačem komunikují pomocí standardní sběrnice IEEE-488 General Purpose Interface Bus (GPIB). Organizaci měřicího systému znázorňuje blokové schéma na obr. 28.

V systému jsou použity tyto dva kontrolery:

- Model 1822 Controller je speciálně konstruován pro ovládání řídicích funkcí MPMS XL měřicího systému. Mezi jeho funkce patří plná kontrola a řízení supravodivého magnetu a zdroje proudu pro něj. Pomocí příkazů je schopen ovládat pohyb vzorku v měřicím kabinetu a s tím spojené záležitosti, jako například čtení pozice vzorku či jeho umístění do nulové polohy ve snímacím derivačním gradiometru. Také ovládá řídicí jednotku SQUID senzoru. To znamená, že všechna nastavení a řídicí funkce SQUIDu jsou přístupné pomocí tohoto modulu. Kontroler dále ovládá obslužné funkce, například funkce související s rozvodem kapalného i plynného helia nebo s hladinoměrem kapalného helia v Dewarově nádobě v měřicím kabinetu.
- Model 1802 Digital R/G Bridge je multikanálový mikroprocessorový modul, který pracuje jako programově měřicí a kontrolní zařízení pro citlivé měření a řízení teploty v širokém rozmezí teplot. K tomu účelu používá různé typy teplotních senzorů a ohřívačů, umístěných v prostoru vzorku v měřicím kabinetu.











A



Kromě dvou základních kontrolerů jsou v elektronickém kabinetu ještě tyto funkční bloky:

- Gas/Magnet Control je řídicí jednotka zajišťující 4 hlavní funkce:
 - 1. udržování a řízení vakua ve vzorkovém prostoru,
 - 2. řízení činnosti vývěvy,
 - 3. řízení toku plynného helia do prostoru vzorku a
 - 4. ovládání elektrického proudu tekoucího z jednotky *Magnet Power Supply KEPKO* při nabíjení a vybíjení supravodivé cívky generující vnější magnetické pole.
- Magnet Power Supply KEPKO je jednotka sloužící jako zdroj proudu pro supravodivý magnet.
- Power Distribution Unit je vnitřní zdroj, dodávající elektrickou energií modulům či kartám v systému magnetometru.
- RSO Controller zajišťuje mechanický pohyb vzorku v prostoru mezi snímací cívkou. Tento modul využívá vysoce kvalitní a přesný servomotor a digitální signálový procesor, aby bylo možné provádět velmi rychlá měření. Digitální signálový procesor významně redukuje podíl nízkých frekvencí šumu v užitečném signálu, čímž se měření stává daleko přesnější.
- Vývěva slouží pro čerpání plynu a vytvoření vakua ve vzorkovém prostoru. Použitá vývěva je schopna v prostoru vzorku vytvořit vysoké vakuum až 0,01 Pa (10^{-4} mbar) .



3.2. Měřicí kabineł



V předchozí kapitole jsme věnovali pozornost elektronickému kabinetu, uvnitř něhož jsou umístěny řídicí moduly a karty obsluhující a kontrolující činnost či funkci komponent, z nichž se skládá měřicí kabinet. V této kapitole si pomocí obrázku budeme demonstrovat dvě nejdůležitější hardwarové části měřicího kabinetu: (i) **Dewarovu nádobu** a (ii) **měřicí sondu s detekčním systémem** (SQUID prstenec). V další kapitole 3.3 budeme souhrnně popisovat MPMS systém, kde se o některých vybraných částech (zejména o sondě) budeme zmiňovat. Abychom zachovali návaznost na kapitolu 3.1, podívejme se nyní na již zmíněné části měřicího kabinetu (obr. 29):

- **Dewarova nádoba** má objem 561 a slouží jako rezervoár kapalného helia. Plášť Dewarovy nádoby je prostřednictvím safírového ventilu vakuován k zamezení prostupu tepla z okolního prostředí.
- Měřicí sonda zahrnuje všechny důležité části MPMS XL měřicího systému: DC-SQUID prstenec, snímací derivační gradiometr, okruh chlazení a ohřevu prostoru vzorku či supravodivého magnetu, dále různé ohřívače, teploměry, hladinoměr kapalného helia, krokový motor, atd.







Magnetic property measurement system (MPMS XL) od firmy Quantum Design je integrované měřicí zařízení sloužící zejména ke studiu magnetických vlastností látek. Zpravidla se jedná o pochopení či určení magnetického uspořádání zkoumaného materiálu, mezičásticových interakcí nejbližších sousedů (atomů či molekul), zkoumání charakteru přechodu mezi dvěma fázemi, nebo elektronové struktury dané látky apod.

Při správném nakonfigurování MPMS měřicího systému se jeho funkce opírá o 7 hlavních systémů, které spolu více či méně během měření spolupracují a jsou obsluhovány a monitorovány řídicím softwarem:

- 1. Teplotní systém (temperature system) poskytuje aktivní regulaci teploty přes celý rozsah od $1.9\,{\rm K}$ až do $400\,{\rm K}.$
- 2. **Plynový systém** (gas handling system) má na starosti aktivní kontrolu proudícího helia či jeho par kolem prostoru vzorku, což hraje důležitou roli při jeho chlazení, ohřívání či udržování čistoty vzorkového prostoru.
- 3. **Magnetický supravodivý systém** (superconducting magnet system) poskytuje požadované magnetické pole až do $\pm 7 \,\mathrm{T}$, jež je měněno automaticky MPMS kontrolním systémem podle pokynů uživatele.
- 4. Systém SQUID detektoru (SQUID detector system) zajišťuje detekci magnetické odezvy vzorku.
- 5. **Manipulační systém** (sample handling system) dovolí automatické měření vzorku (tj. pravidelný pohyb vzorku skrz snímací derivační gradiometr v průběhu měření) a také určení přesné pozice vzorku pomocí velmi přesného mikrokrokového motorku.
- 6. Systém kapalného helia (liquid helium system) se stará o chlazení supravodivého detekčního systému a magnetu a spolu se systémy 1) a 2) řídí chlazení prostoru vzorku na teploty blízké absolutní nule, tj. do teploty 1,9 K.
- 7. **Počítačový řídicí systém** (computer control system) obsahuje hlavně *MPMS řídicí software* (MPMS MultiVu Application).

Podotkněme na závěr, že popsat důkladně všechny uvedené body je nad rámec tohoto textu, proto se v dalších podkapitolách soustředíme jen na nejdůležitější části, u kterých čtenář jistě velice snadno odhalí, do které skupiny popisovaná část patří.





Prostor vzorku má tvar podélné trubice s průměrem 9 mm a jeho vnitřní prostředí se během měření udržuje na nízké hladině tlaku pomocí statického (nepohyblivého) helia. Zdůrazněme tedy, že měřicí atmosféru v nízkotep-

lotním a vysokoteplotním uspořádání magnetometru tvoří v obou případech nízkotlaké páry helia. Na vrchní části prostoru vzorku, mimo oblast Dewarovy nádoby, je vzdušný ventil (**airlock**), pomocí kterého se evakuuje a čistí (**purge**) oblast vzorku při jeho výměně, a to pomocí čistého plynného helia; přesněji pomocí odparu z kapalné lázně helia v Dewarově nádobě. Docílení požadovaných měřicích podmínek, tj. nízkotlakých pár helia, dosáhneme cyklickým zopakováním procesu: 3krát "**purge** plus následná **evakuace**". K dosažení vysoké teplotní homogenity ve vzorkové části je přibližně 30 cm trubice potaženo mědí.

V další části této kapitoly věnujme naší pozornost **chlazení** a **ohřevu** v teplotním intervalu 1,9 K až 400 K. Kapalné helium vstupuje do chladícího prostoru ve tvaru mezikruží (tzv. **chladící prstenec**), kde jsou přítomny ohřívače, které zahříváním přemění kapalné helium na páru s přesně definovanou teplotou. Páry následně obtékají vzorkový prostor a mění jeho vnitřní teplotu na požadovanou hodnotu. Spodní hranice teplotního rozsahu, která se nachází již pod teplotou kapalného helia, MPMS XL měřicí systém dociluje snížením velikosti tlaku par nad kapalným heliem v místě chladícího prstence. Je-li tlak plynů kolem



Obrázek 30: Schéma chlazení a ohřevu prostoru vzorku. Všechny ohřívače, dvě vstupní kapiláry, chladicí prstenec a vzorkový prostor jsou součástí měřicí sondy, viz obr. 29.

kryogenní kapaliny nižší než atmosférický tlak, potom se snižuje její teplota varu (pro kapalné helium pod hodnotu $4,2\,{\rm K}).$







Veškerá činnost řízení a kontroly teploty probíhá prostřednictvím systémového softwaru a PID regulátorů, které jsou součástí modulů popsaných v kapitole 3.1.1, a vývěvy (kapitola 3.1), která nastavuje požadovanou hodnotu tlaku v chladicím prstenci.

Jsou dostupné čtyři operační módy pro teplotní kontrolu:

- 1. **ohřev**,
- 2. chlazení a
- 3. dva odlišné módy pro nastavení přesné teploty v průběhu měření:
 - (a) sweep a
 - (b) settle

Módy **ohřevu** a **chlazení** přivádí systém na novou požadovanou teplotu. Maximální změna je $10 \,\mathrm{K/min}$ a minimální změna 0,001 K/min při aktivaci **sweep** módu. Na závěr ozřejměme velice stručně režimy **sweep** a **settle**:

 ${\bf sweep}$ – v tomto módu měření teplotní závislosti magnetizace MPMS XL systém projde všechny požadované teplotní body bez procesu teplotní stabilizace na nich;

settle – jestliže použijeme tento mód při měření teplotní závislosti magnetizace, potom MPMS XL systém provede před odečtením magnetické odezvy vzorku *teplotní stabilizaci* na každé požadované teplotě.





V této části didakticky navážeme na předešlou kapitolu, která stručně seznámila čtenáře o teplotních nastavení systému MPMS XL, a ozřejmíme význam a činnost supravodivého magnetu, který poskytuje externí magnetické pole v rozsahu ± 7 T.

V dolní části měřicí sondy se nachází supravodivý magnet navinutý z vícevláknového supravodivého drátu do tvaru solenoidální cívky kolem prostoru vzorku a derivačního gradiometru (obr. 31). Pro správnou funkci je nutné magnet prochlazovat "drahým" kapalným heliem do supravodivého stavu, v němž poskytuje magnetické pole o značné homogenitě a stabilitě, což má zásadní význam pro dosažení vysoké citlivosti měření. Protože supravodivý drát, z něhož je navinuta cívka, má nulový měrný odpor v supravodivém stavu, je cívka schopna vést proud o značně vyšší hodnotě proudové hustoty než klasická cívka se stejným průřezem drátu. V důsledku relativně malého průřezu drátu lze vtěsnat velké množství závitů vedle sebe a dosáhnou tak velkých magnetických polí (± 7 T) i při malých rozměrech supravodivého magnetu (obecně totiž platí, že velikost magnetického pole cívky je úměrná počtu závitů).



Obrázek 31: Umístění supravodivého magnetu.







Zdrojem proudu Magnet Power Supply KEPKO, který je součástí elektronického kabinetu (viz kapitola

3.1) a je řízen modulem **1822 Controller** (viz kapitola 3.1.1), se nabíjí a vybíjí proudy tekoucí supravodivým drátem solenoidu, čímž se ovlivňuje velikost i směr vytvářeného magnetického pole kolem supravodivého magnetu (obr. 32). Přepokládejme, že supravodivá smyčka se solenoidem je v supravodivém stavu, potom změnu magnetického pole jednoduše vysvětluje pět následujících bodů:

- 1. Zapnutím zdroje Z_1 začne elektrický proud, procházející topnou spirálou, ohřívat supravodivý solenoid na teplotu vyšší, než je hodnota kritického proudu supravodiče (kapitola 2.1.1). Magnet proto přejde ze supravodivého do normálního stavu; tato ztráta supravodivosti se anglicky označuje jako **quench** (kwenč).
- 2. Přejde-li magnet do normálního stavu, pak systém MPMS XL snižuje či zvyšuje hodnotu proudu procházejícího solenoidem pomocí připojeného externího proudového zdroje Z_2 (**Magnet Power Supply KEPKO**, kapitola 3.1.2) a to prostřednictvím velikosti připojeného proudu správné polarity.



Obrázek 32: Zjednodušený princip nabíjení a vybíjení supravodivého magnetu.

- 3. Dosáhne-li elektrický proud solenoidem požadované hodnoty, potom je kolem magnetu vytvořeno magnetické pole žádané velikosti i směru. Za těchto podmínek měřicí systém MPMS XL vypíná zdroj Z_1 .
- 4. Vypnutím zdroje Z_1 klesne teplota solenoidu pod kritickou hodnotu, ten se vrací do supravodivého stavu a v solenoidu naindukovaný elektrický proud přesně zachová původní magnetický indukční tok (docílený zdrojem Z_2).
- 5. Odpojením zdroje Z_2 začne procházet proud uzavřeným elektrický okruhem Supravodivá smyčka se solenoidem, obr. 32.







Quench je abnormální událost stavu supravodivého magnetu využívající se jak při změně hodnoty magnetického pole, tak i při eliminaci uvězněného magnetického toku v supravodivém vinutí, vznikajícího nabíjením a vybíjením magnetu na vyšší hodnotu magnetického pole (protože vybíjením magnetu na nulovou hodnotu proudu nebude neodstraněn veškerý magnetický tok, který procházel solenoidem). Aby měřicí systém MPMS odstranil zbytkový (uvězněný) tok, opatrně a kontrolovaně "kvenčne" (quench) magnet, tj. ohřeje magnet nad teplotu přechodu do normálního stavu a v tomto stavu vydrží po jistou dobu, dokud se "neuvolní" veškerý zbytkový magnetický tok.

MPMS měřicí systém poskytuje tři různé módy změny magnetického pole:

- No-overshoot (nepřestřelení): v tomto módu je magnetické pole nastavováno monotónně z počáteční na požadovanou hodnotu magnetického pole. Na začátku se magnetické pole zvětšuje či zmenšuje rychleji, jakmile se aktuální hodnota přiblíží požadované hodnotě magnetického pole, je změna čím dál tím pomalejší, aby nedošlo k překročení cílové hodnoty magnetického pole.
- **Oscillate** (oscilační): zde aktuální hodnota magnetického pole překračuje cílovou, tj. požadovanou, hodnotu magnetického pole tam a zpět, ale v každém cyklu s menší a menší amplitudou výchylky, dokud se neustálí na požadované hodnotě. Podotkněme bez hlubšího vysvětlení, že oscilační mód minimalizuje tzv. *relaxační efekty* u supravodivého magnetu a že vysoce citlivá měření jsou provedena mnohem rychleji, než u předešlého módu. Na druhé straně jej nelze použít u vzorků vykazujících *ireverzibilní* (hysterezní) magnetické chování.
- **Hysteresis** (hysterezní): v tomto případě nepracuje magnet v perzistentním módu. To znamená, že zdroj proudu Z_2 je trvale připojen k magnetickému obvodu (k solenoidu). Tento mód má výhradní postavení při měření závislosti magnetizace zkoumaného materiálu na externím magnetickém poli (hysterezní smyčka). V porovnání s ostatními módy nastavuje nejrychleji požadovanou hodnotu magnetického pole, avšak na úkor přesnosti.



3.3.3. Derivační gradiometr, DC a RSO měření

<u>52</u> 🕑

Teplotní závislost magnetizace či hysterezní smyčka materiálu je množina experimentálních bodů změřená při jistých hodnotách externího magnetického pole a teploty. Magnetometr MPMS XL měří tyto body prostřednictvím pohybu vzorku soustavou supravodivých snímacích cívek, které jsou navinuty v uspořádání *derivačního gradiometru druhého řádu*, pracujícího jako převodník magnetického toku v kvadrupólovém uspořádání. Horní a dolní supravodivé cívky derivačního gradiometru jsou navinuté vzájemně ve stejném smyslu, ale v opačném smyslu ve srovnání se střední supravodivou cívkou s dvojnásobným počtem závitů. Jelikož je snímací cívka navinuta ve vnitřním otvoru supravodivého magnetu kolem prostoru vzorku (obr. 33), dochází k eliminaci nežádoucích fluktuací podélného gradientu vnějšího magnetického pole od supravodivého magnetu.



Obrázek 33: Derivační gradiometr je umístěný v centru supravodivého magnetu.

Magnetometr MPMS XL měří tedy rozdíl v magnetické indukci v určité oblasti prostoru se vzorkem a beze vzorku, tj. vsunutí vzorku do měřené oblasti vyvolá změnu magnetického toku, která indukuje proud ve snímací cívce obklopující tuto oblast. Indukovaný proud I_{vzorek} pak teče do vstupní cívky SQUIDu, čímž se vytvoří magnetický tok ϕ_{vzorek} , který odpovídajícím způsobem moduluje kritický proud procházející prstencem. SQUID potom "napočítá" pro každou polohu vzorku $z = z_i$ v derivačním gradiometru, z kolika magnetických kvant se magne-





3.3.3. Derivační gradiometr, DC a RSO měření

tický tok ϕ_{vzorek} skládá. Tomuto počtu je následně přiřazen odpovídající napěťový signál $U(z = z_i)$, který nese relevantní informaci o velikosti magnetického momentu zkoumaného vzorku. Po průchodu vzorku částí derivačního gradiometru je získán výstupní signál snímacího systému MPMS XL v podobě napěťového profilu U(z), závisejícího na z-tové souřadnici vzorku v derivačním gradiometru. Obr. 34 mimo jiné ukazuje v pravé části odpovídající bodový napěťový profil vzorku po jeho průchodu podél celé z-tové délky derivačního gradiometru.

Pohyb vzorku uvnitř snímací cívky je buď diskrétní (potom mluvíme o tzv. DC měření), nebo spojitý (tzv. RSO – Reciprocating Sample Option – měření).

DC měření V průběhu měření je vzorek pomocí pohybového zařízení krokově zasouván ve směru osy z do prostoru snímacích cívek, tj. celá skenovaná délka je diskretizována na optimální počet bodů, kde každému diskrétnímu bodu je přiřazena odpovídající hodnota napěťového profilu (obr. 35a, pro případ měření 64 diskrétních bodů).



Obrázek 34: Schéma snímacího systému u MPMS XL. Snímací a vstupní cívka jsou vyrobené ze supravodivého materiálu, čímž se eliminuje ztráta měřené informace v porovnání s odporovými vodiči.

RSO měření Na rozdíl od předešlého je toto měření spojité a může pracovat ve dvou režimech: (i) MPMS XL provede rychlé sinusoidální oscilace vzorku celým prostorem derivačního gradiometru, čímž je získán odpovídající napěťový profil (přesněji je odečteno "pouze" 64 diskrétních bodů napěťového průběhu, obr. 35a) nebo (ii) osciluje se vzorkem kolem oblasti s největší maximální hodnotou derivace napěťového průběhu, kde získá příslušný počet diskrétních bodů napěťového průběhu (obr. 35b).





Obrázek 35: Schéma výstupního diskrétního signálu napěťového profilu vzorku při DC nebo RSO měření (64 diskrétních bodů) při skenování celé délky derivačního gradiometru (a), RSO měření v oblasti s největší hodnotou derivace napěťového průběhu (b).





3.3.4. Aproximační funkce vzorku

Změřené diskrétní body napěťového průběhu měřeného vzorku (kap. 3.3.3) samy o sobě nestačí k určení výsledného magnetického momentu zkoumaného vzorku. Chce-li systém MPMS XL určit odpovídající velikost magnetického momentu vzorku pro danou velikost externího magnetického pole a teploty, potom musí těmito body proložit aproximační funkci vzorku. To znamená, že diskrétními body odpovídajícího napěťového průběhu je proložena aproximační funkce, jejíž fitovaným ("neznámým") parametrem je právě velikost magnetického momentu (obr. 36).



Obrázek 36: Diskrétní body napěťového profilu proložené aproximační funkcí vzorku.

Pro odvození tvaru aproximační funkce se přepokládá, že magnetický vzorek se vzhledem k derivačnímu gradiometru chová jako ideální bodový magnetický dipól, který se v průběhu měření pohybuje pomocí pohybového zařízení podél osy z derivačního gradiometru. Výsledkem měření takového vzorku dostáváme magnetický moment μ_c , sestávající se ze dvou příspěvků, kterými jsou magnetický moment μ_z samotného vzorku a magnetický moment μ_{sup} , pocházející od materiálu, do něhož byl zkoumaný práškový vzorek zabalen nebo nasypán. Napěťovou odezvu generovanou magnetickým polem ideálního magnetického dipólu lze jednoduše odvodit pomocí zákonů magnetostatiky aplikovaných na geometrii derivačního gradiometru, obr. 37a. Přitom je nutné nejprve vypočítat celkový magnetický tok ϕ_c , který prochází skrz průřezy všech tří cívek derivačního gradiometru, tj.

$$\phi_{\rm c} = \sum_{i=1}^{4} \phi_i = \sum_{i=1}^{4} \int \vec{B}(\vec{r}) \, \mathrm{d}\vec{S}_i,\tag{60}$$

kde $\vec{B}(\vec{r})$ představuje indukci magnetického pole od měřeného vzorku v místě mimo materiál určeném polohovým vektorem \vec{r} a d \vec{S}_i je diferenciální element plochy ohraničené *i*-tým kruhovým závitem.









Obrázek 37: (a) Geometrie derivačního gradiometru a použitá vztažná soustava k výpočtu indukovaného napětí U(z), (b) grafické znázornění rovnice (65).

Je-li obecně distribuce magnetizace materiálu popsána funkcí $\vec{M}(\vec{r}')$, kde polohový vektor \vec{r}' určuje pouze místa uvnitř vzorku, indukce magnetického pole $\vec{B}(\vec{r})$ v libovolném bodě \vec{r} vně magnetického materiálu bude dána vztahem

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0 \mu_{\rm r}}{4\pi} \int \left[\vec{M}(\vec{r}') \cdot \nabla' \right] \frac{\vec{r} - \vec{r}'}{\left| \vec{r} - \vec{r}' \right|^3} \, \mathrm{d}^3 \vec{r}',\tag{61}$$

kde μ_0 je permeabilita vakua, μ_r je relativní permeabilita okolního prostředí a ∇' je operátor nabla (působící na čárkované souřadnice), přičemž integrace probíhá pouze přes všechna místa uvnitř vzorku, kde $\vec{M}(\vec{r}') \neq 0$. V případě ideálního bodového magnetického dipólu s magnetickým momentem $\vec{\mu}$, umístěného v počátku soustavy souřadnic, se rovnice (61) zjednoduší na

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0 \mu_r}{4\pi} \left[\frac{3(\vec{\mu} \cdot \vec{r})\vec{r}}{r^5} - \frac{\vec{\mu}}{r^3} \right].$$
(62)





<u>57</u> 🕑

Jelikož je cívka navinuta okolo osy z, je $d\vec{S}_i = dS_i\vec{z}_0$, kde \vec{z}_0 je jednotkový vektor ve směru osy z. Pro velikost indukce magnetického pole $\vec{B}(\vec{r})$ bodového dipólu v libovolném bodě \vec{r} pak bude hrát roli její z-ová složka, tj.

$$B_z(\vec{r}) = \frac{\mu_0 \mu_{\rm r}}{4\pi} \left[\frac{3\mu_z z^2}{r^5} - \frac{\mu_z}{r^3} \right],\tag{63}$$

kde μ_z je podélná složka magnetického momentu $\vec{\mu}$ vzorku. Uvažujeme-li dále, že střední vnitřní cívka derivačního gradiometru je umístěna v bodě z = 0, vnější cívky jsou od ní odsazeny o vzdálenost $\pm z_0$ a vzorek se pohybuje pouze podél osy z, celkový magnetický tok $\phi_c(z)$, procházející skrz plochy primárních cívek, bude dán vztahem

$$\phi_{\rm c}(z) = \frac{\mu_0 \mu_{\rm r}}{2} \mu_z \left\{ 2 \frac{a^2}{\left(a^2 + z^2\right)^{3/2}} - \frac{a^2}{\left(a^2 + (z + z_0)^2\right)^{3/2}} - \frac{a^2}{\left(a^2 + (z - z_0)^2\right)^{3/2}} \right\},\tag{64}$$

kde a je poloměr závitu cívek. Tento celkový magnetický tok je následně převeden na odpovídající a měřitelné napětí U(z) pomocí SQUID zařízení. Zavedeme-li kalibrační konstantu K, lze napěťovou odezvu magnetického materiálu v místě vzorku na ose z popsat funkcí tvaru

$$U(z) = K\mu_z \left\{ 2\frac{a^2}{\left(a^2 + z^2\right)^{3/2}} - \frac{a^2}{\left(a^2 + (z + z_0)^2\right)^{3/2}} - \frac{a^2}{\left(a^2 + (z - z_0)^2\right)^{3/2}} \right\}.$$
 (65)

Veličina K odpovídá převodní konstantě magnetometru, kterou je nutno stanovit kalibrací (nejčastěji se určuje pomocí referenčního vzorku paladia s přesně definovaným magnetickým momentem). Při znalosti konstanty K představuje funkce (65) aproximační funkci, která je využita ovládacím softwarem magnetometru MPMS ke stanovení hodnoty magnetického momentu μ_z zkoumaného vzorku. Typické chování této funkce je znázorněno na obr. 37b, přičemž pro náš systém platí, že a = 9,70 mm a $z_0 = 15,19$ mm.





Výraz (65) platí přesně za podmínek, že lze vzorek adekvátně reprezentovat bodovým magnetickým dipólem na měřicí ose systému (tj. pro případ homogenně zmagnetovaného vzorku, který zabírá pouze několik procent objemu gradiometrické cívky a je vůči ní nacentrován) a že signál pozadí v důsledku uchycení vzorku je minimalizován nebo numericky odečten. V případech studia nepráškových materiálů je většinou nutné navíc uvažovat rozměr, tvar a nehomogenní distribuci magnetizace vzorku a započítat jejich vliv na změřené napětí U(z).

Stejný rozbor bychom mohli provést i pro odvození výrazu pro magnetický moment μ_{sup} doprovodného materiálu, který je použit k fixaci vzorku. Známe-li odezvu jeho samotného, je možné pomocí ní korigovat výsledky měření, čímž obdržíme korektní hodnotu z-ové složky magnetického momentu μ_c vzorku. Zvolíme-li doprovodný materiál, jehož magnetický projev bude o dva a více řádů menší než je magnetický projev měřeného vzorku (což je obvyklá praxe), můžeme jeho příspěvek efektivně zanedbat a při vyhodnocení jej neuvažovat. Za této situace pak lze μ_z ztotožnit s μ_c .

K získání hodnoty magnetického momentu μ_z lze obecně použít tři rozdílné postupy prokládání naměřených dat rovnicí (65):

1. Algoritmus celkového skenu ("full scan") je založen na skutečnostech, že funkce (64) vykazuje omezený průběh ($\phi_c(z)$ v oblastech mimo soustavu primárních cívek velmi rychle klesá k nule, viz obr. 37b) a je úměrná magnetickému momentu μ_z . Pro její normu přes celou osu z lze psát

$$\sqrt{\int \phi_{\rm c}^2(z) \, \mathrm{d}z} = C_{\rm cs} \left| \mu_z \right|,\tag{66}$$

kde C_{cs} je konstanta, která může být stanovena analyticky, vypočítána numericky pro danou geometrii soustavy primárních cívek nebo určena experimentálně pomocí kalibrace referenčním vzorkem. Integrál v rovnici (66) lze nahradit střední kvadratickou hodnotou, vypočítanou ze změřených hodnot napěťového profilu U(z) v jednotlivých měřicích bodech na ose z a na základě její znalosti pak můžeme vyčíslit hledanou velikost z-ové projekce magnetického momentu μ_z vzorku. Jinými slovy říkáme, že velikost plochy pod křivkou napětí U(z) v závislosti na pozici vzorku v derivačním gradiometru (obr. 37b) je úměrná magnetickému momentu zkoumaného vzorku.



3.3.4. Aproximační funkce vzorku

2. Alternativní přístup stanovení hodnoty magnetického momentu zkoumaného materiálu je **lineární regresní metoda** ("linear regression method"), využívající jednoduché úvahy, že v okolí bodu s maximální hodnotou derivace lze funkci (64) aproximovat přímkou. Jelikož je opět $\phi_c(z)$ úměrná μ_z , pro maximální sklon naměřené křivky (65) bude platit

$$\max\left[\frac{\partial\phi_{\rm c}(z)}{\partial z}\right] = C_{\rm lr}\mu_z,\tag{67}$$

kde $C_{\rm lr}$ je konstanta, kterou lze odhadnout numericky nebo experimentálně z kalibrace pomocí maximálního sklonu funkce (65) pro referenční vzorek. Velikost z-ové projekce magnetického momentu pak odvodíme ze směrnice přímky, jejíž vyjádření obdržíme použitím metody lineární regrese na změřené body v úzkém intervalu okolo bodu s maximálním sklonem funkce $\phi_{\rm c}(z)$.

3. Poslední, standardně používaný způsob analýzy naměřeného napěťového profilu využívá **nelineární regrese** s metodou nejmenších čtverců ("iterative regression"), při které se prokládání naměřených dat U(z)provádí s přihlédnutím ke tvaru aproximační funkce (65). Na rozdíl od předchozích postupů, vycházejících z charakteristického chování aproximační funkce (65), umožňuje tento přístup korigovat jak vliv pozadí (projevující se konstantní či lineární modulací změřené napěťové odezvy), tak i drobná vychýlení vzorku ze z-ové osy při postupném pohybu v měřicí komoře magnetometru MPMS.





3.3.5. Vzorky pro MPMS XL



MPMS XL je určen k měření práškových vzorků, které jsou s definovanou hmotností buď nasypány do plastové kapsličky, nebo zabaleny do papíru, parafilmu či teflonové pásky (v závislosti na intenzitě magnetické odezvy měřeného vzorku) a posléze zafixovány do slámky. Slámka se připevní k polykarbonové tyči spojené s pohybovým mechanismem zajišťujícím pohyb vzorku v derivačním gradiometru (obr. 38). Podélná velikost vzorku nesmí převýšit hodnotu přibližně 5 mm, aby se vzorek jevil jako bodový magnetický dipól. Další omezení je kladeno na magnetickou odezvu vzorku, neboť ta nesmí překročit hodnotu 5 emu (5 \cdot 10⁻³ Am²) ani v poli 7 T (magnetickou odezvu lze korigovat menší hmotností připravovaného vzorku).



Obrázek 38: Uspořádání a fixace vzorku ve slámce a její připevnění k polykarbonové tyči.



3.3.6. Sekvence měření



Obsluha komunikuje s měřicím systémem MPMS XL prostřednictvím počítače, který se nachází na horní straně elektronického kabinetu (obr. 27). Ke komunikaci slouží program *MPMS MultiVu Application* (obr. 39), který ovládá MPMS hardware a online zobrazuje stav měření a umožňuje obsluze nastavovat ty parametry systému MPMS XL, u kterých je to výrobcem dovoleno.



Obrázek 39: Snímek rozhraní MPMS MultiVu Application při měření hysterezní smyčky (při 2K a 300K) vzorku ML3-Mag.

Proces měření probíhá podle tzv. *měřicích sekvencí*, kterými obsluha přesně krok po kroku určuje, co se má v daný okamžik vykonat. Tyto sekvence se zapisují v dialogovém okně MPMS MultiVu Application a nejčastěji se jedná o sekvence měření teplotní závislosti magnetizace vzorku nebo magnetické odezvy měřeného materiálu při změně externího magnetického pole (tj. hysterezní smyčka).







ZFC a FC měřicí sekvence (Zero-Field-Cooled; Field Cooled) při 100 Oe

ZFC a FC křivka jsou teplotní průběhy magnetizace vzorku, a to buď (i) po ochlazení v nulovém externím magnetickém poli, **ZFC křivka**, a nebo (ii) po chlazení při určité hodnotě externího magnetického pole, **FC** křivka. Podívejme se na příklad takovéto sekvence pro měření ZFC a FC křivky v teplotním rozsahu (5 K; 300 K) při 100 Oe:

- 1. Vzorek se nejprve ohřeje na hodnotu 300 K a následně se ochladí na 5 K v nulovém magnetickém poli,
- 2. potom je změřena magnetická odezva vzorku od 5 K do 300 K při 100 O
e \rightarrow ZFC křivka,
- 3. při ochlazování z 300 K na 5 K se v poli 100 O
e změří opět magnetická odezva vzorku \rightarrow FC křivka (protože je
 FC křivka reverzibilní, tj. vratná, není potřeba pro její získání ochlazovat z 300 K na 5 K v poli 100 O
e a následně při této hodnotě externího magnetického pole měřit magnetickou odezvu zkoumaného materiálu při ohřívání z 5 K na 300 K).

Podívejme se nyní, jak vypadají výše zmíněné tři body zapsané pomocí měřicí sekvence:

ZFC FC křivka při 100 Oe poznámka

Set Temperature 298.000K at 10.000K/min $\,$ ohřev vzorku na 300 K s krokem 10 K za minutu

Set Magnetic Field 0.00 Oe, Oscillate, Hi Res Enabled vypnutí externího magnetického pole supravodivého magnetu pomocí oscilačního módu Waitfor Field:Stable Delay:1secs stabilizace nulové hodnoty externího magnetického pole (stabilizace supravodivého magnetu na hodnotě 0 Oe) ZFC - B=0, ochlazování poznámka začátek měření ZFC křivky

Set Temperature 50.000K at 10.000K/min.	Ochlazení vzorku na 5K s kroke 10K za minutu. Systém nelze ochlad z 300K na 5K v jednom kroku, pro tože se jedná o velký teplotní skok - při teplotách 50K, 10K a 5K se měři systém musí teplotně zastabilizovat.
Waitfor Temp:Stable Delay:60secs	
Set Temperature 10.000K at 10.000K/min.	
Waitfor Temp:Stable Delay:600secs	
Set Temperature 5.000K at 10.000K/min.	
Waitfor Temp:Stable Delay:180secs	

Set Magnetic Field 100.00 Oe, No Overshoot, Hi Res Enabled nastavení požadované hodnoty externího pole 100 Oe, při které se bude měřit teplotní závislost magnetické odezvy zkoumaného vzorku

 $Wait for \ Field: Stable \ Delay: 5 secs \qquad stabilizace \ supravodivého \ magnetu \ na \ hodnote \ 100 \ Oe$






Scan Temp from 5.000K to 299.0K at 1.750K/min in -2K increments (148 steps) Sweep

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan

FC - B=B, ochlazování poznámka začátek měření FC křivky

Scan Temp from 299.0K to 5.000K at 1.750K/min in -2K increments (148 steps) Sweep

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan

Set Magnetic Field 0.00 Oe, Oscillate, Hi Res Enabled vypnutí externího magnetického pole Set Temperature 110.000K at 10.000K/min. nastavení nejlepší teploty pro výměnu vzorku End Sequence konec měřicí sekvence ZFC a FC křivky

MPMS XL automaticky měří magnetickou odezvu vzorku od 5K do 299K s teplotním krokem 1,750 K za minutu, kde po 2 K odečítá odpovídající magnetický moment vzorku. Pro teplotní změnu je nastaven sweep mód; pomocí DC měření je získáno 24 bodů z celého napěťového profilu vzorku při dané teplotě a k jejich proložení je využito iterative regression. Výsledkem měření je 148 experimentálních bodů ZFC křivky.

MPMS XL automaticky měří magnetickou odezvu vzorku od 299K do 5K. Výsledkem měření je 148 experimentálních bodů FC křivky.





Měřicí sekvence hysterezní smyčky při 300 K

Hysterezní smyčka patří mezi základní charakteristiky zkoumaného materiálu. Jedná se o závislost magnetizace materiálu na externím magnetickém poli při dané teplotě:

- 1. vzorek se ohřeje na požadovanou teplotu, při které bude hysterezní smyčka měřena (v našem případě 300 K).
- 2. hysterezní smyčka se měří od hodnoty externího magnetického pole +70000 Oe (+7 T) přes -70000 Oe (-7 T) k hodnotě $+70\,000 \text{ Oe} (+7 \text{ T})$. [Proces měření níže uvedené hysterezní smyčky je rozdělen do 18 po sobě jdoucích měření (začínajících vždy Scan... a končících End Scan)].

300 K poznámka

Set Temperature 300.000K at 10.000K/min. ohřev vzorku na 300 K s krokem 10 K za minutu

Waitfor Temp:Stable Delay:300secs stabilizace teploty na hodnotě 300 K

Scan Field from 70000.00Oe to 30000.00 Oe in -10000.00 Oe increments (5 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from 20000.00Oe to 5000.00 Oe in -5000.00 Oe increments (4 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from 4000.00Oe to 2000.00 Oe in -1000.00 Oe increments (3 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from 1800.00Oe to 1000.00 Oe in -100.00 Oe increments (9 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:5secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan





MPMS XL automaticky měří magnetickou odezvu vzorku v 5 bodech mezi $+70\,000$ Oe a $30\,000$ Oe, a to po 10000 Oe. Změna magnetického pole je prostřednictvím hysterezního módu.

MPMS XL automaticky měří magnetickou odezvu vzorku ve 4 bodech mezi $+20\,000$ Oe a $5\,000$ Oe. Změna magnetického pole je prostřednictvím hysterezního módu.



Scan Field from 900.000 to -900.00 Oe in -75.00 Oe increments (25 steps), No Overshoot, Hi Res Enabled Změna magnetického pole pomocí "No-overshoot" (je doporučeno použít tento mód pro magnetické pole v rozmezí od +1000 Oe do -1000 Oe); protože jde o "zajímavou" oblast hysterezní smyčky (měření protne osu magnetizace – odečítání hodnoty remanentní magnetizace, měření s největší pravděpodobností protne i osu intenzity magnetického pole – odečtení hodnoty koercitivního pole), zvýšil se počet experimentálních bodů na 25.

Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from -1000.00Oe to -1800.00 Oe in -100.00 Oe increments (9 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from -2000.00Oe to -4000.00 Oe in -1000.00 Oe increments (3 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from -5000.00Oe to -20000.00 Oe in -5000.00 Oe increments (4 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from -30000.00Oe to -70000.00 Oe in -10000.00 Oe increments (5 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Scan Field from -70000.00Oe to -30000.00 Oe in 10000.00 Oe increments (5 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan





Scan Field from -20000.00Oe to -5000.00 Oe in 5000.00 Oe increments (4 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from -4000.00Oe to -2000.00 Oe in 1000.00 Oe increments (3 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from -1800.00Oe to -1000.00 Oe in 100.00 Oe increments (9 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from -900.000e to 900.00 Oe in 75.00 Oe increments (25 steps), No Overshoot, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from 1000.00Oe to 1800.00 Oe in 100.00 Oe increments (9 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from 2000.00Oe to 4000.00 Oe in 1000.00 Oe increments (3 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan Scan Field from 5000.00Oe to 20000.00 Oe in 5000.00 Oe increments (4 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled Waitfor Field:Stable Delay:1secs Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes End Scan





Scan Field from 30000.00Oe to 70000.00 Oe in 10000.00 Oe increments (5 steps), Hysteresis Mode, Hi Res Enabled

Waitfor Field:Stable Delay:1secs

Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 1 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:Yes, diag:Yes

End Scan

Set Magnetic Field 0.00 Oe, Oscillate, Hi Res Enabled

Waitfor Field:Stable Delay:10secs

Set Temperature 110.000K at 10.000K/min.



Obrázek 41: Ukázka výsledku měření.



4. Literatura

Internetové odkazy

- $1.\ http://en.wikipedia.org/wiki/Magnetometer$
- $2. \ http://www.umel.feec.vutbr.cz/~bousek/vak/VAK/KryoZychacek.pdf$
- $3.\ http://archiv.otevrena-veda.cz/users/Image/default/C1Kurzy/Fyzika/15 jirsa.pdf$
- $4. \ http://www.aldebaran.cz/bulletin/2004_36_hts.html$
- $5. \ http://cs.wikipedia.org/wiki/Supravodivost$
- $6. \ http://en.wikipedia.org/wiki/Superconductivity$
- $7. \ http://www.cmp.liv.ac.uk/frink/thesis/thesis/node41.html$
- $8.\ http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/Hbase/solids/squid.html$
- 9. http://en.wikipedia.org/wiki/Josephson_effect
- $10. \ http://www.ias.ac.in/currsci/sep25/articles17.htm$
- 11. http://en.wikipedia.org/wiki/SQUID
- 12. http://rich.phekda.org/squid/technical/index.html#toc
- $13.\ http://www.irm.umn.edu/quarterly/irmq19-1.pdf$
- $14. \ http://cartage.org.lb/en/themes/Sciences/Physics/SolidStatePhysics/MagneticProperties/mainpage.htm and the second second$
- 15. http://ipc.iisc.ernet.in/~magsquid/contents.html
- 16. http://www.qdusa.com/
- $17. \ http://www.qdusa.com/resources/pdf/effects.pdf$
- $18. \ http://www.qdusa.com/resources/pdf/FundPrimer.pdf$
- $19. \ http://photos.aip.org/history/Thumbnails/josephson_brian_b2.jpg$





4. Literatura



- 20. R. P. Feynman, R. B. Leighton, M. Sands, Feynmanovy přednášky z fyziky s řešenými příklady 3/3, Fragment, 2002.
- 21. D. Jiles, Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, 2nd Edition, Chapman & Hall, London, 1998.
- 22. R. C. O'Handley, Modern Magnetic Materials, Principles and Applications, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2000.
- 23. Ch. Du, H. Chen, S. Li, Stable and bistable SQUID metamaterials, Journal of Physics: Condensed Matter, 2008.
- 24. A. Edelstein, Advances in Magnetometry, Journal of Physics: Condensed Matter, 2007.
- 25. S. Blundell, Magnetism in Condensed Matter, Oxford University Press, Oxford, 2003.
- 26. J. F. Annett, Superconductivity, Superfluids, and Condensates, Oxford University Press, Oxford UK, 2004.
- 27. L. Finger, *The Josephson Junction Circuit Family: Network Theory*, International Journal of Circuit Theory and Applications, 2000.
- 28. J. C Gallop, SQUIDs, the Josephson Effects and Superconducting Electronics, Taylor & Francis, 1991.
- 29. A. Barone, G. Paternó, Physics and Applications of the Josephson Effect, John Wiley and Sons, 1982.
- 30. D. Hautot, Q. A. Pankhurst, J. Dobson, Superconducting Quantum Interference Device Measurements of Dilute Magnetic Materials in Biological Samples, Review of Scientific Instruments, 2005.
- 31. W. G. Jenks, S. S. H. Sadeghi, J. P. Wikswo Jr, *SQUIDs for Nondestructive Evaluation*, Journal of Physics D: Applied Physics, 1997.
- 32. L. H. Lewis, K. M. Bussmann, A Sample Holder Design and Calibration Technique for the Quantum Design Magnetic Properties Measurement System Superconducting Quantum Interference Device Magnetometer, Review of Scientific Instruments, 1996.
- 33. J. Clarke, A. I. Braginski (Eds.), *The SQUID Handbook: Applications of SQUIDs and SQUID Systems*, Volume II, John Wiley & Sons, New York, 2006.
- 34. Quantum Design MPMS XL Hardware & Software Reference Manuals (2004), Quantum Design, 6325 Lusk Boulevard, San Diego, CA 92121-3733, USA.
- 35. *Quantum Design MPMS XL Options Manuals* (2004), Quantum Design, 6325 Lusk Boulevard, San Diego, CA 92121-3733, USA.



Klikací obsah

Magnetická měření Indukční metody Metoda stacionární cívky Metoda s pohyblivou cívkou Metoda s rotující cívkou Magnetometr s vibrující cívkou Magnetometr s vibrujícím vzorkem Feromagnetická sonda Silové metody Torzní magnetometr Magnetometr založený na rovnováze sil Střídavý silově-gradientní magnetometr Mikroskopie magnetických sil Metody závislé na změně materiálových vlastností Magnetometry využívající Hallův jev Magnetometr využívající magetorezistory Magnetometr využívající magnetostrikce Magnetooptické metody Magnetické rezonační metody

Princip SQUIDu Supravodivost Základní pojmy v supravodivosti Cooperův pár a nulový elektrický odpor Kvantování magnetického toku Josephsonův jev Dva supravodiče spojené tenkou vrstvou izolátoru Stejnosměrný, střídavý a inverzní Josephsonův jev **DC-SQUID** a **RF-SQUID DC-SQUID** Magnetometr MPMS XL Elektronický kabinet Kontrolery v MPMS XL Další součásti elektronického kabinetu Měřicí kabinet Souhrnný popis MPMS systému Prostor vzorku a jeho chlazení a ohřev Supravodivý magnet Derivační gradiometr, DC a RSO měření Aproximační funkce vzorku Vzorky pro MPMS XL Sekvence měření Literatura

