



Servicio General de Apoyo  
a la Investigación - SAI

Universidad Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

# Caracterización Física de Materiales y Aplicaciones del Equipo Physical Properties Measurement System (PPMS)

## CURSO PPMS Y OPCIONES

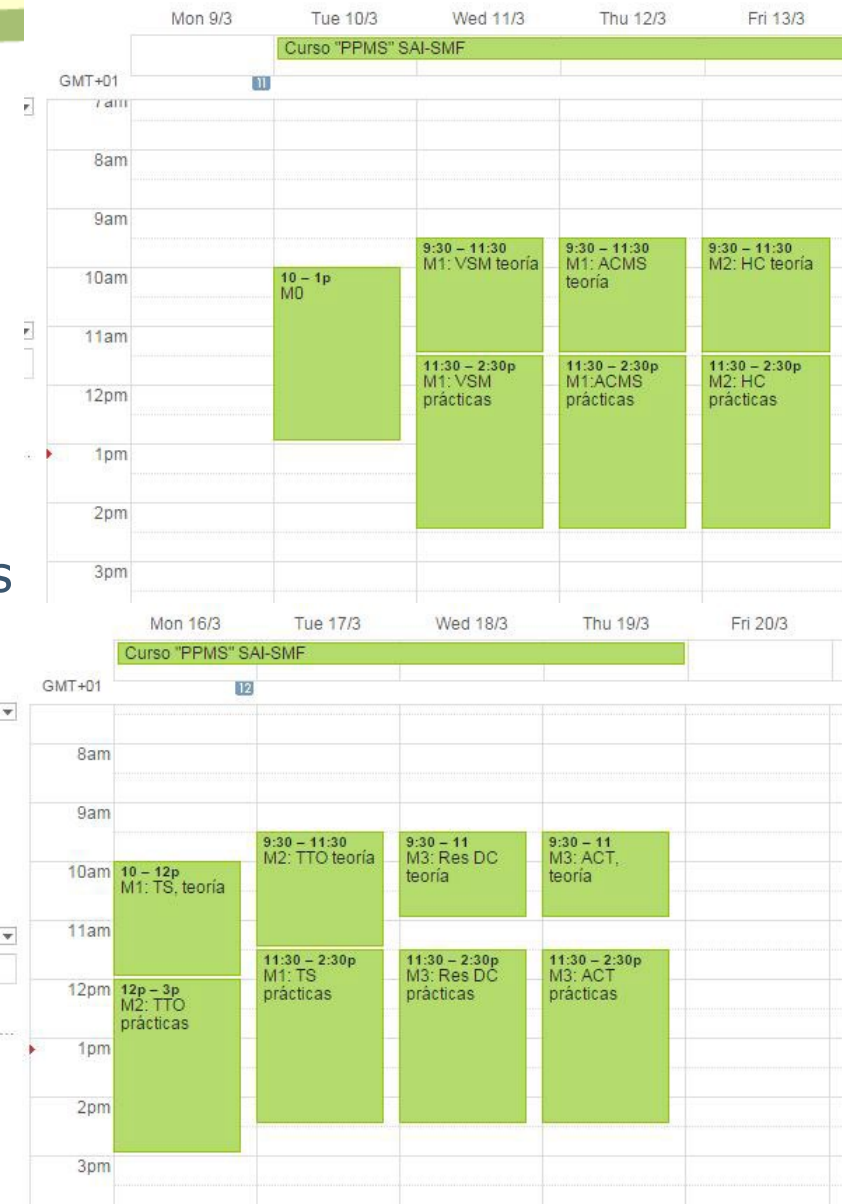
10-19 Marzo 2015  
Facultad de Ciencias

# Esquema Curso

- MODULO0: Funcionamiento PPMS
- MODULO1: Opciones Medidas Magnéticas
  - » Opción VSM
  - » Opción ACMS
  - » Opción TS
- MODULO2: Opciones Medidas Térmicas
  - » Opción HC
  - » Opción TTO
- MODULO3: Opciones Medidas Eléctricas
  - » Opción Resistividad DC
  - » Opción ACT

# Horarios

- M0: martes 10.03.2015 10:00-13:00
- M1: Opciones Medidas Magnéticas
  - Opción VSM: miércoles 11.03.2015
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30
  - Opción ACMS: jueves 12.03.2015
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30
  - Opción TS: **lunes 16.03.2015**
    - Teoría: **10:00** – 12:00
    - Práctica: 12:00-**15:00**
- MODULO2: Opciones Medidas Térmicas
  - Opción HC: **viernes 13.03.2015**
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30
  - Opción TTO: martes 17.03.2015
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30
- MODULO3: Opciones Medidas Eléctrica:
  - Opción Resistividad DC
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30
  - Opción ACT
    - Teoría: 9:30 – 11:30
    - Práctica: 11:30-14:30



# Consulta de dudas y cuestiones

- Servicio de Medidas Físicas
  - Preguntar personal servicio
  - Página web SMF  
<http://sai.unizar.es/medidas/index.html>
- Manual del equipo
  - Descripción parámetros
  - Guías para resolución de problemas
- Página web QD **www.qdusa.com**
  - application notes
  - service notes



# CURSO USO DEL EQUIPO PPMS Y OPCIONES

## M0: FUNCIONAMIENTO PPMS

10 Marzo 2015

# Funcionamiento PPMS

## Esquema

- Hardware
  - Descripción general: componentes
  - Control Temperatura
  - Control Campo Magnético
- Software (Multivu)
  - Operaciones básicas
  - Secuencias
  - Visualización datos
- Opciones de medida
- PPMS tools



**Visita**

**al**

**Laboratorio**

# Hardware

- Plataforma general de Temperatura y Campo Magnético
  - Temperatura base sistema: 1.9 - 400 K
  - 9 tesla y 14 tesla
  - Control sistema: modelo 6000  
(run without computer)
  - Experimentos a medida
  - Arquitectura abierta que facilita nuevos diseños





# Hardware

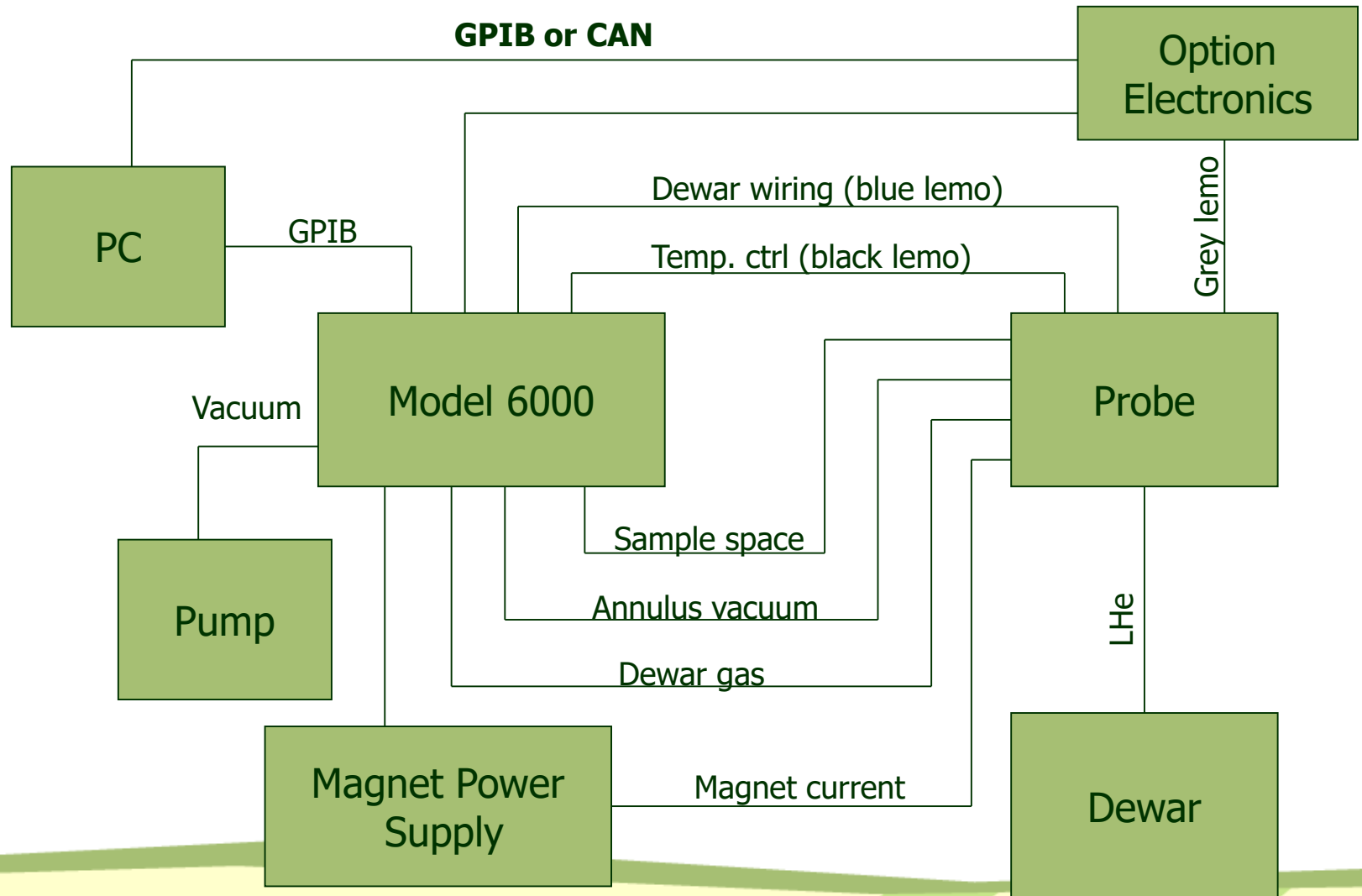
- PPMS tiene integradas todas las opciones del sistema
  - Termometría, campos magnéticos, alto vacío, Evercool
- Las opciones de medida se añaden al sistema base
  - Heat Capacity, He-3, ACT, Rotators, TTO, ACMS, TQ Mag, VSM



**PPMS con todas las opciones es un sistema muy complejo**

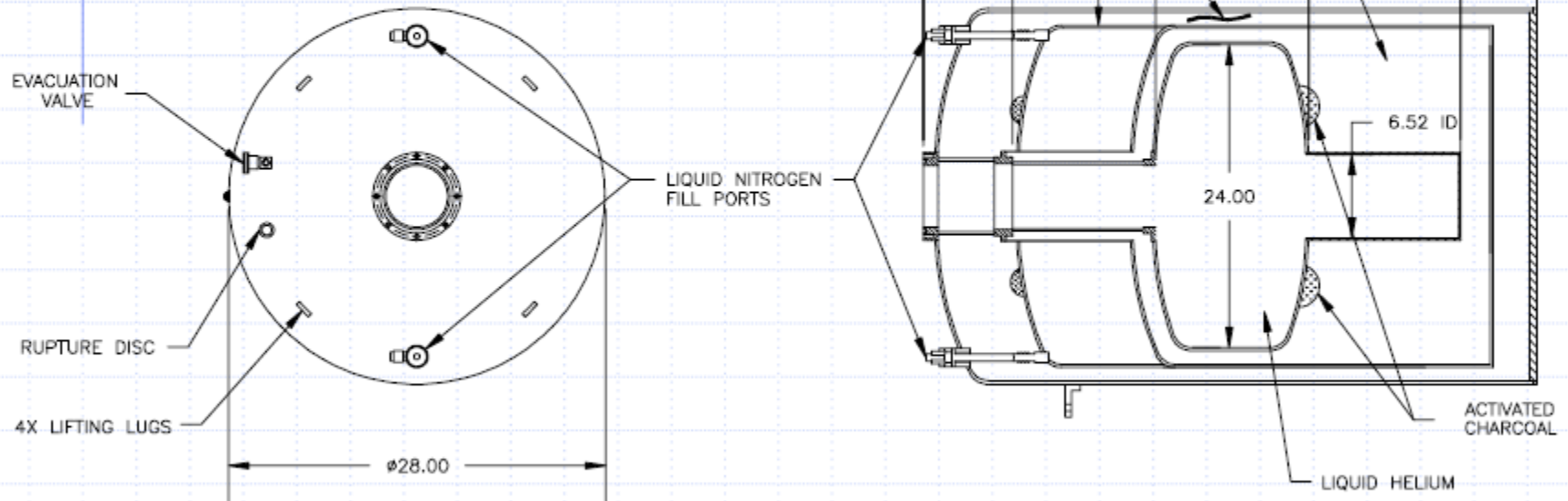
- Empresas e Instituciones desarrollan opciones para el PPMS
- Algunos usuarios diseñan experimentos únicos

# Diagrama de Bloques: Componentes Básicos



# Dewar PPMS: pantalla NL

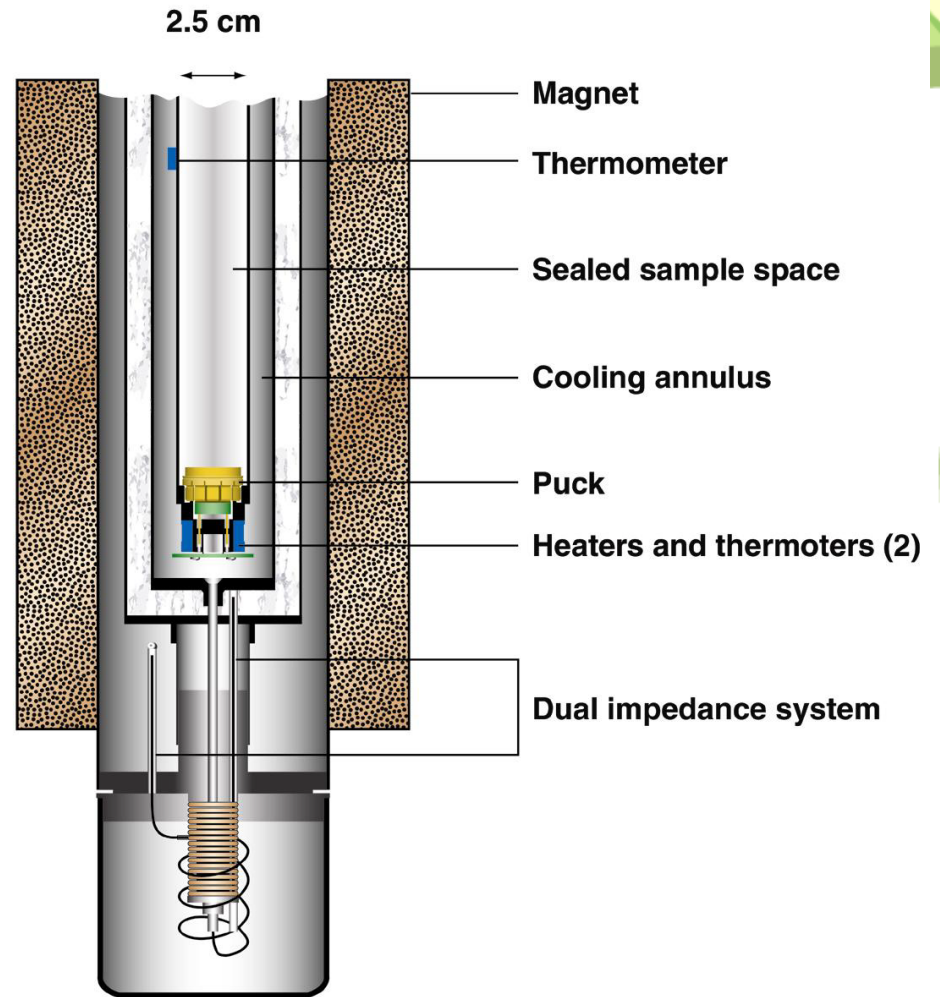
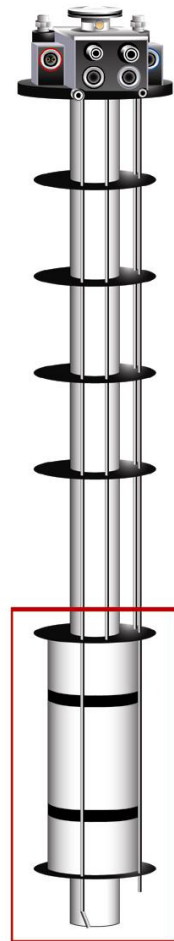
14 T dewar is like this one with wider neck and tail and the addition of struts to support tail against magnetic forces.



# Probe

- Control T
- Control H
- Espacio muestra

PPMS PROBE



# Probe

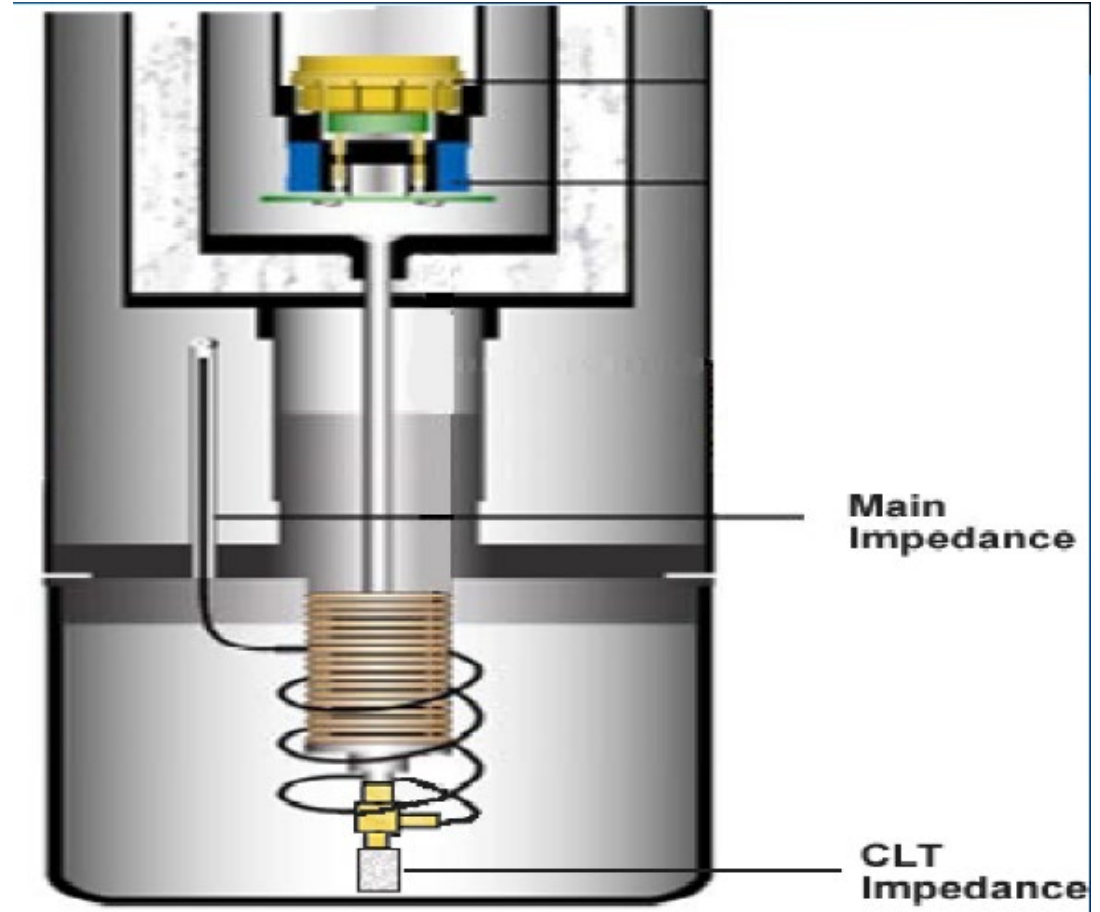
## Flujo Helio Cooling Annulus: Sistema de doble impedancia

### Impedancia principal

- Proporciona alto flujo para enfriar
- Se puede controlar la apertura o incluso sellarla

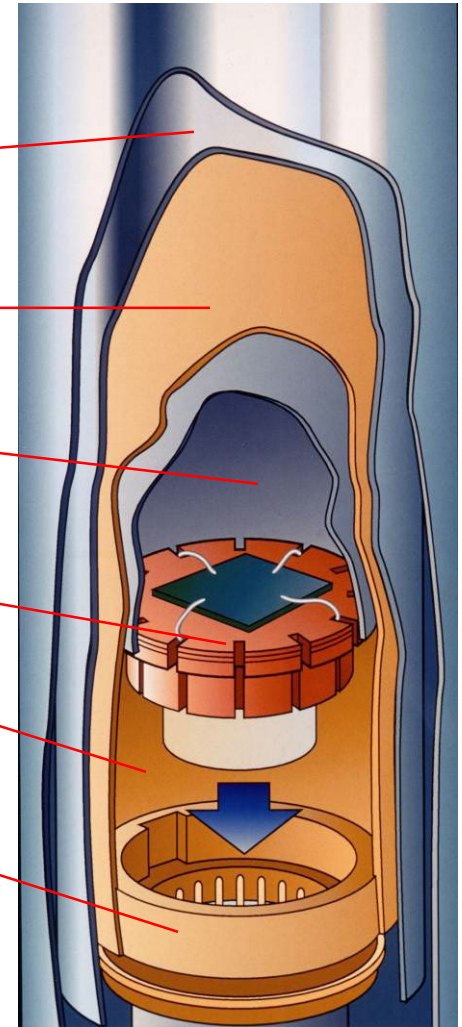
### Impedancia decundaria

- Proporciona un flujo de helio menor pero continuo
- Necesaria para el control CLT: control de T continuo entre 1.8K y 4.2 K



# Diseño Criostato

- Vacío aislante
- Cooling Annulus
- Útil de insercción
- Portamuestras "Puck"
- Cámara de la muestra
- Conector 12-pines

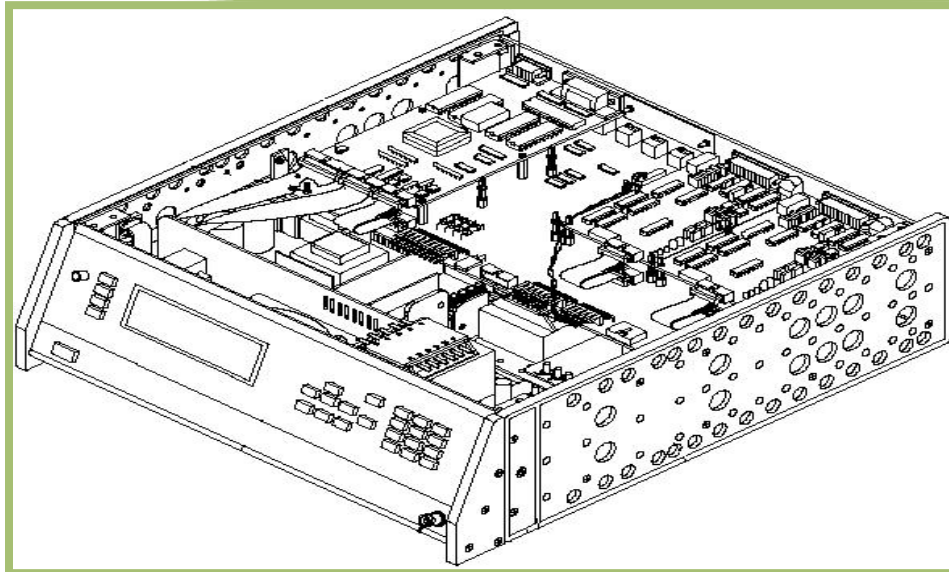


# PPMS Pucks and Insertion Probes





# Modelo 6000



- Controlador PPMS (H y T).
- Electrónica control T, componentes control gases y vacío
- Comunica con PC via GPIB
- Puede realizar secuencias de medida sencillas (no tiene comandos para opciones)



# Modelo 6000

- Placa madre (motherboard): controla el estado de la impedancia primaria
- Tarjeta del puente del sistema (system bridge board): mide termómetros
- Tarjeta del driver (driver board): alimenta los heaters (block y neck heaters)
- Válvula de control de flujo: regula el vacío del cooling annulus
- Firmware: regula los loops de control de los heaters/termómetros y válvula de control flujo/medidor flujo

# Control Temperatura

- Rango: 1.9 K a 400 K
- Precisión :  $\pm 0.5 \%$  (campo cero)  $\pm 1 \%$  (máximo campo)
- Barrido: 0.01 - 6 K/min
- Estabilidad:  $\pm 0.2 \%$  para  $T \leq 10 \text{ K}$ ,  $\pm 0.02 \%$  para  $T > 10 \text{ K}$

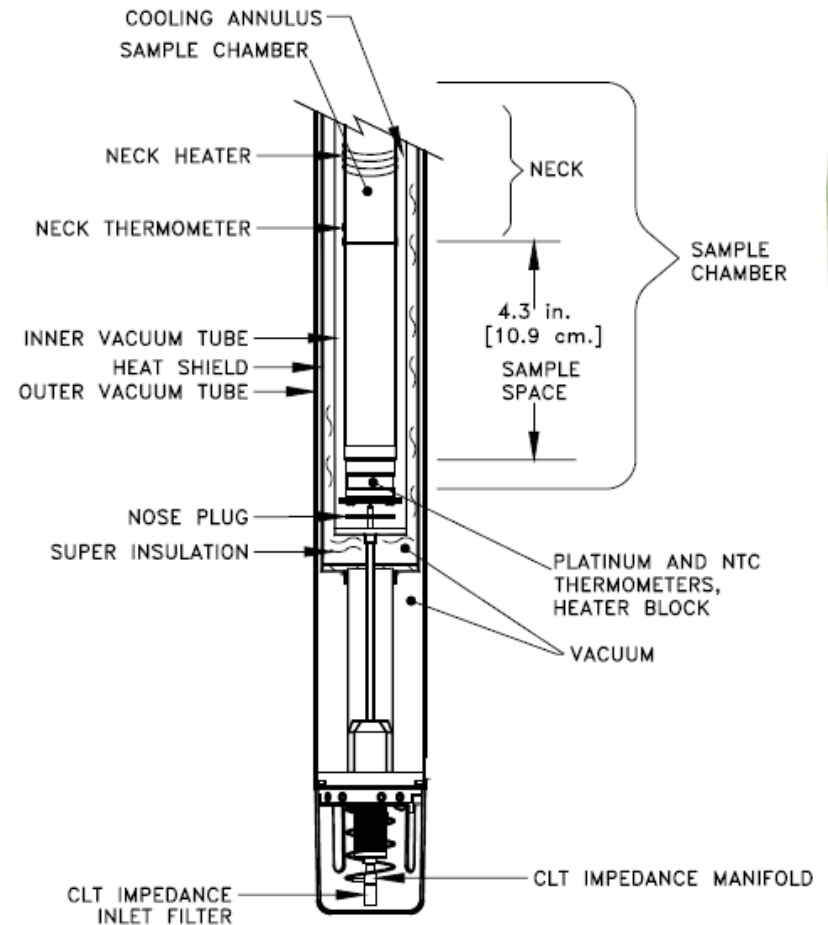
## Transferencia Calor

- Conducción: contacto directo (Conductividad térmica de sólidos, líquidos y gases)
- Convección fluidos
- Radiación:  $E \sim \sigma AT^4$

# Control Temperatura

## Elementos clave:

- Muestra
- Aislamiento térmico (vacuum sleeve)
- Medida T (termómetros)
- Producción calor: heaters, T ambiente, flujo líquido
- Producción frío: evaporación he líquido
- Coordinador de cambio T: SW

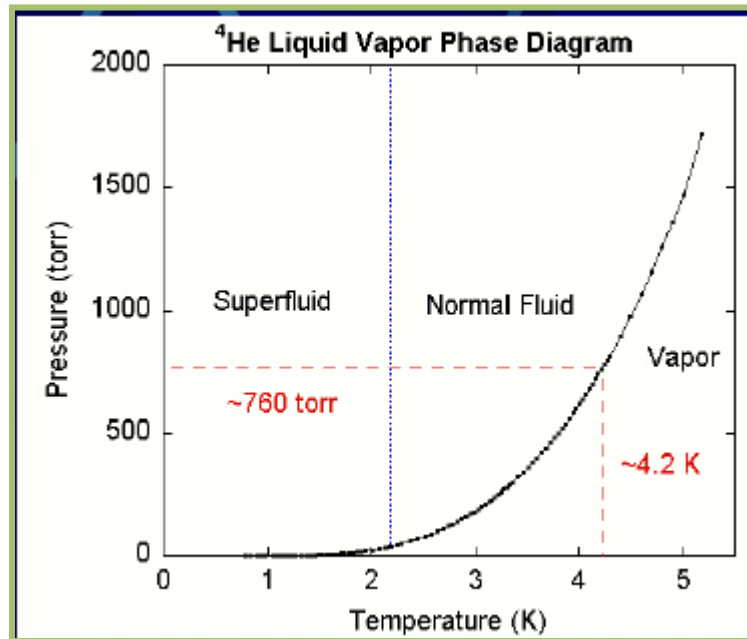
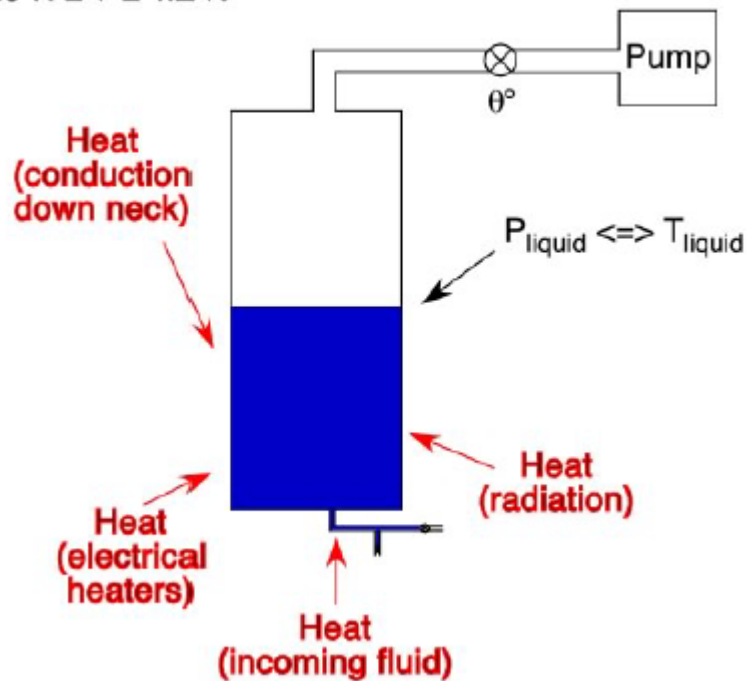


# Modos Control Temperatura

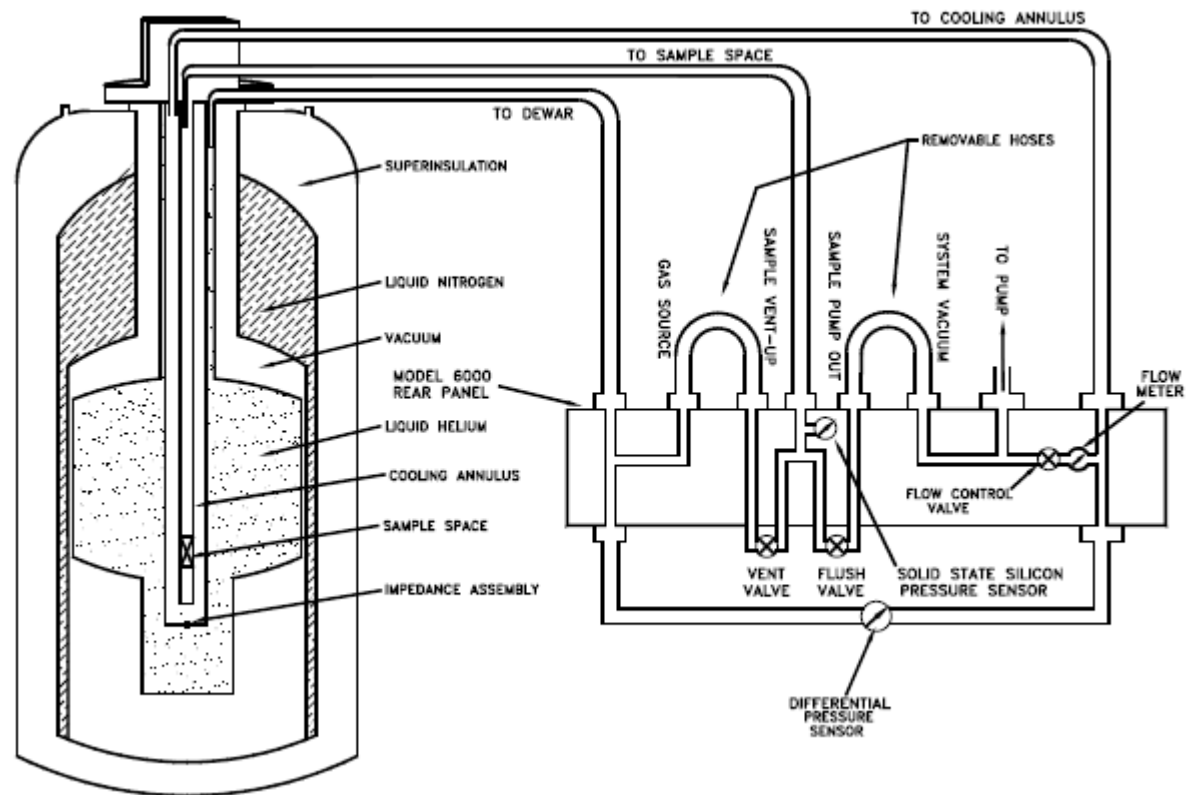
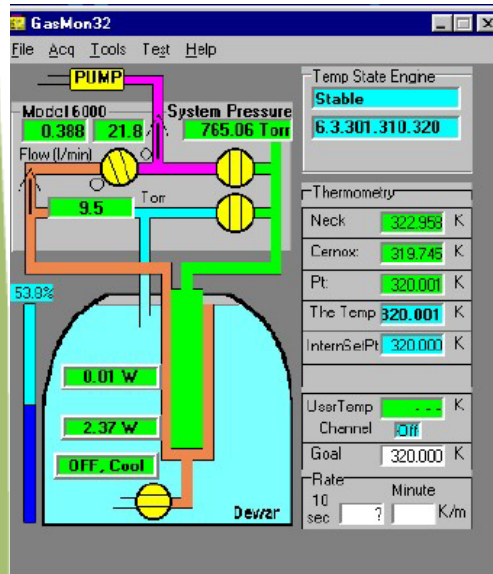
- Alta T ( $T > 4.2 \text{ K}$ )
  - Flujo de helio gas en el cooling Anulus
    - Impedancia primaria
    - Block heater y neck heater
- Baja T ( $T < 4.2 \text{ K}$ )
  - Modo CLTC
    - Impedancia secundaria (la principal se cierra)
    - Heaters
    - Preenfriamiento a 10 K
  - Modo bote (pot-fill mode)
    - A 4.2 K se llena con he líquido el fondo del cooling anulus (45')
    - Control de T por medio de la variación del punto de ebullición del He-4

# Control Temperatura

$1.9 \text{ K} \leq T \leq 4.2 \text{ K}$



# Control Temperatura



# Control Temperatura: opción He-3

## Refrigerador de He-3

- Rango T 350 K – 0.35 K
- Compatible con opciones:
  - Capacidad Calorífica (HC)
  - Resistividad Eléctrica DC
  - Transporte eléctrico AC (ACT)

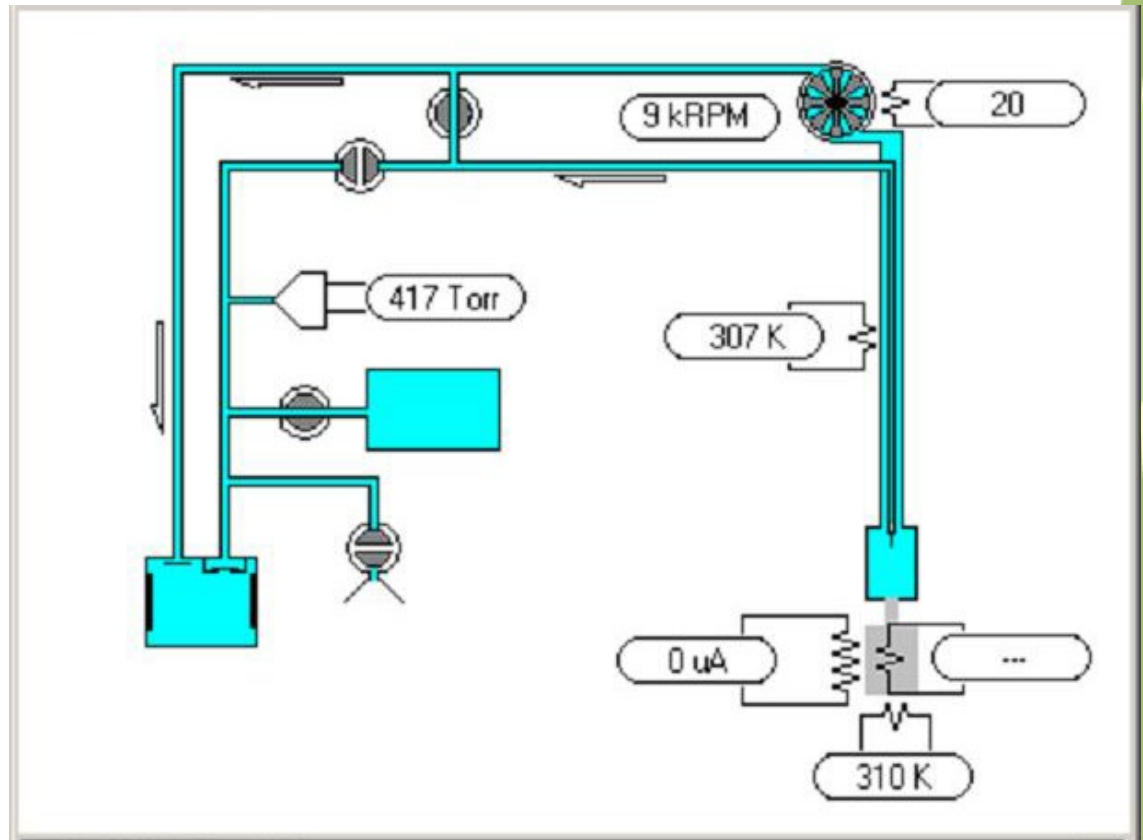


Check



Insert

# Control Temperatura: opción He-3





# Control Campo Magnético



- 9T Imán superconductor de NbTi a 4.2 K
- 14T requiere secciones internas de superconductor Nb<sub>3</sub>Sn

$$V_L = L dI/dt$$

9T:

$$L = 40 \text{ H}$$

$$H/I = 2000 \text{ Oe/A}$$

Energía almacenada en el imán  $E = 1/2 LI^2$

# Control Campo Magnético

## Uniformidad H

9 T :  $\pm 0.01\%$  sobre 5.5 cm x 1 cm diámetro (volumen cilíndrico)

14 T:  $\pm 0.1\%$  sobre 5.5 cm

## Fuente Alimentación bipolar

9 T: 50-A

Slew Rate: 1–19 mT/sec. (typ.)  $\rightarrow$  189.6 Oe/sec

14 T: 100-A

Slew Rate: 0.8–13 mT/sec. (typ .)  $\rightarrow$  126.6 Oe/sec

## Resolución

9 T: 0.02 mT to 1 T  
0.2 mT to 9 T

14 T: 0.03 mT to 1.5 T  
0.3 mT to 14 T

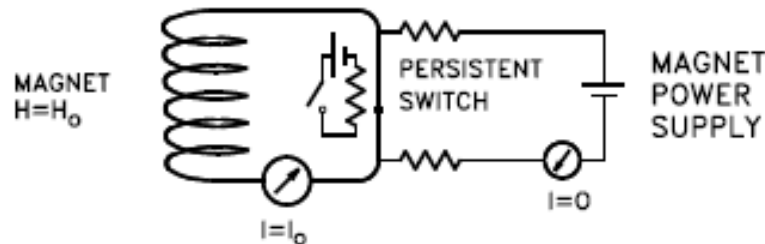
# Control Campo Magnético

## Modos de operación:

Modo Persistente: Corriente atrapada en el imán **MODO POR DEFECTO**

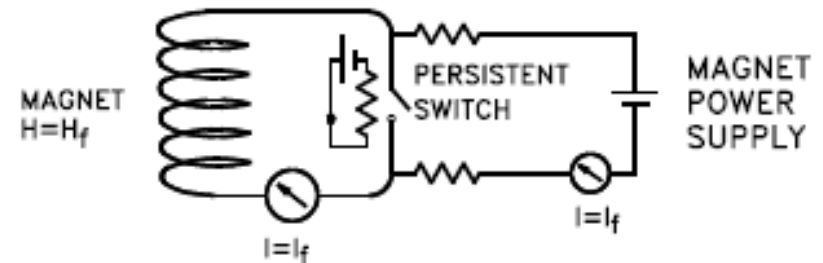
Modo Conducido: Corriente suministrada por la fuente de alimentación.

Persistente



Conducido:

- Cambios H más rápidos
- Más ruidoso
- Consume más Helio

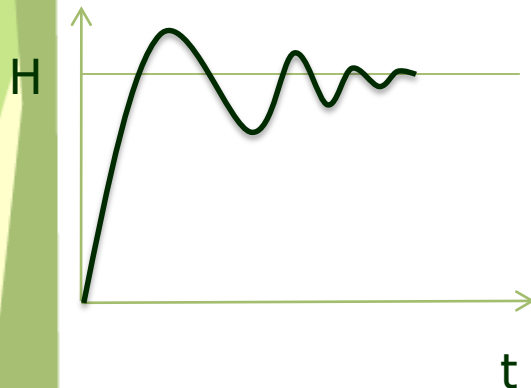


# Control Campo Magnético

## Modos de aproximación:

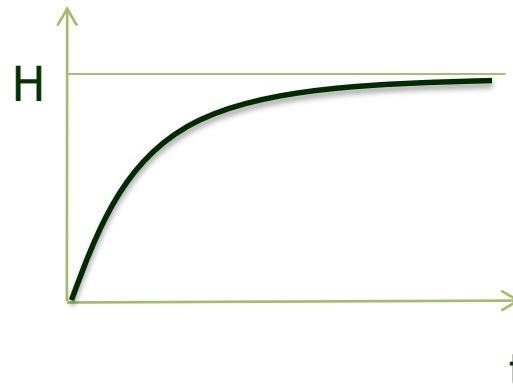
### Oscillate

- Minimiza relajación del H en el imán
- Overshoot inicial 30%
- Amplitud oscilación = 70% anterior
- Más preciso
- Minimiza el campo remanente ( $H \rightarrow 0$ )



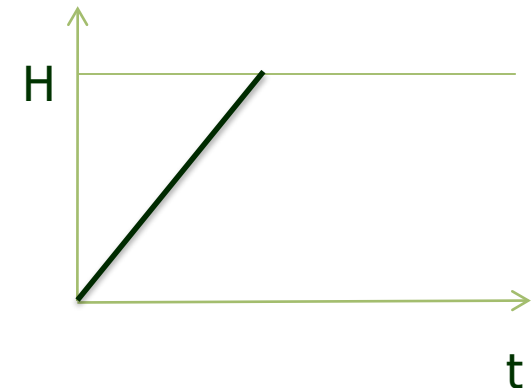
### No overshoot

- Indicado para muestras con histéresis
- Aproximaciones sucesivas 70%  $\Delta H$
- Relajación H
- Menos preciso y más lento



### Lineal

- Muy rápido
- Relajación H
- Overshooting



# SW Multivu

- No controla directamente el PPMS.
- Manda comandos GPIB al modelo 6000 para el control de T y H
- Recolecta los datos del modelo 6000 y los visualiza
- Usado para escribir, editar y lanzar secuencias de medida
- Coordina la activación del SW de las diferentes opciones
- Controla los asistentes de las opciones
- Actualizaciones disponibles en la página web QD
- El modo simulador permite escribir secuencias y visualizar datos en cualquier PC
- LogPPMS data file

# SW Multivu

## Option Software

- Activado desde MultiVu
- Comandos de medida específicos de cada opción
- Mensaje de error si al instalar la opción ciertos valores de control del HW no son correctos
- Si el termómetro propio de la opción no se puede leer activa el del sistema
- El control de la electrónica de cada opción puede ser directa o a través del Modelo 6000
- Carga y proceso de los datos (fitting) cuando la tarea es demasiado complicada para el Modelo 6000
- Crea un fichero de datos para los resultados
- Collecta los datos 'raw' para un análisis detallado o para diagnóstico

# SW Multivu

- Operaciones Básicas:
  - Control T
  - Control H
  - Control cámara muestra
  - Log data
- Activar opción de medida
- Operaciones avanzadas:
  - Analog output
  - Bridge channels
- Secuencias (automatización experimentos):
  - Edición
  - Concatenación
  - control

# SW Multivu

## Secuencias

- Comandos básicos sistema
  - control T, H, posición
  - Scan tiempo
  - Chain sequence
  - Control cámara muestra
  - Remark
  - Wait
  - Shutdown
- Comandos de medida (depende opción)
- Comandos de ficheros
- Comandos avanzados



# SW Multivu

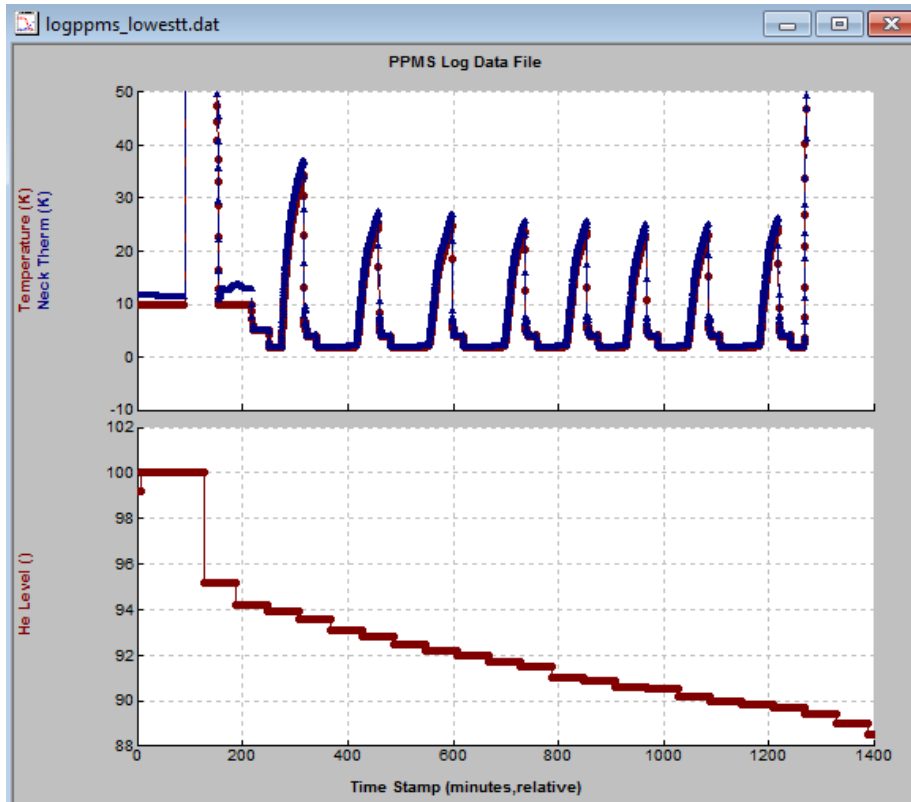
## LogPPMS data file

- Uso para entender el funcionamiento del PPMS
  - Control temperatura. Overshoot.
  - Gradiente térmico en la cámara de la muestra
  - Potencia de calentamiento
  - Gasto Helio
- Herramienta de diagnóstico
  - Monitoriza la carga de corriente en el imán
  - Diferencias entre termómetros del sistema y opciones
  - Recopilar información para el servicio técnico
- Monitorizar datos del usuario asignados a un canal

# SW Multivu

## LogPPMS data file

Ejemplo



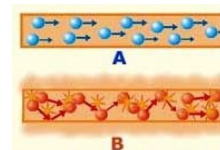
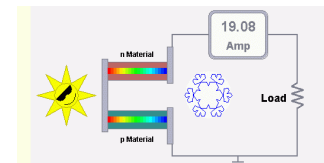
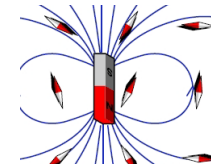
# SW Multivu

## Visualización Datos

- Selección de datos
- Nuevas ventanas
- Apariencia
- Escalas
- Record view
- Raw data view

# Opciones de Medida

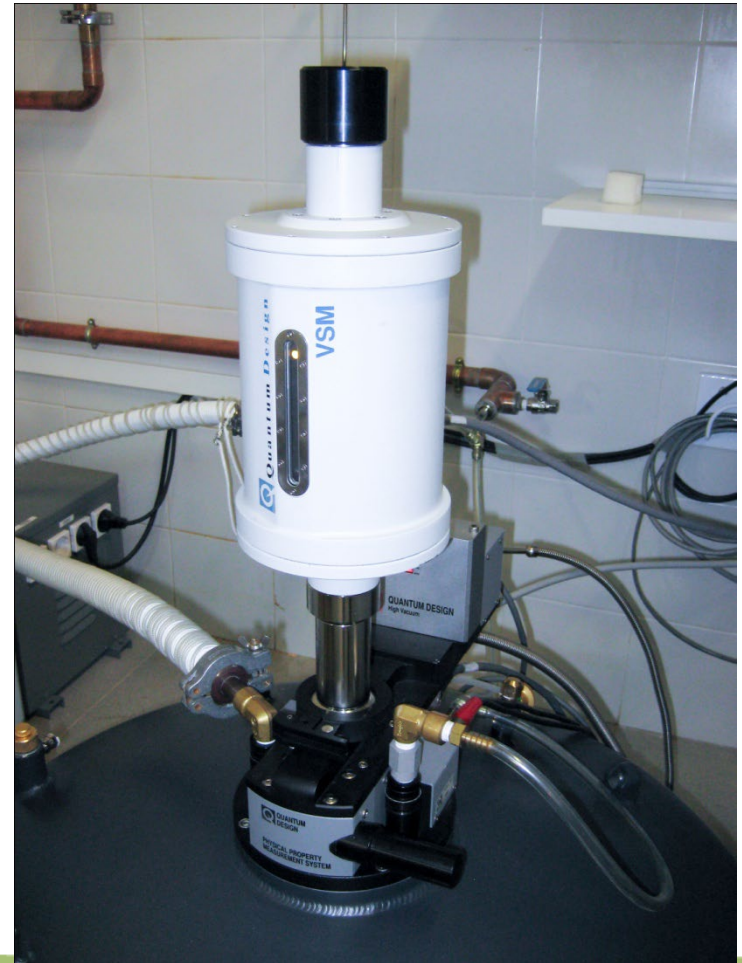
- Medidas Magnéticas
  - VSM: Magnetómetro de muestra vibrante
  - ACMS: Magnetómetro AC y DC de extracción
  - TS: Susceptibilidad magnética transversal
  - AFM/MFM: Microscopía de Fuerza Atómica y Fuerza Magnética
- Medidas Térmicas
  - HC: Capacidad calorífica
  - TTO: Conductividad térmica
- Medidas Eléctricas
  - ResDC: Resistividad eléctrica DC
  - ACT: Conductividad eléctrica AC
- Medidas ad hoc (custom-made): control externo de instrumentos



# Opciones de Medida

## Medidas Magnéticas VSM

- Magnetómetro DC
  - Imanación (H,T)
    - Método muestra vibrante
    - 1.9K – 1000 K
    - 0 a  $\pm 14$  T
  - Rápido (1 Hz)
  - Medidas en rampa H y T
  - Sensible ( $10^{-6}$  emu)
  - Minimiza efectos variación H



# Opciones de Medida

## Medidas Magnéticas ACMS

### Susceptómetro AC y Magnetómetro DC

- AC:  $\chi_{ac}(\omega, h_{ac}, T)$ 
  - 10 Hz a 10kHz
  - $H_{ac} = 2\text{mOe}$  a 17 Oe
  - 1.9 K a 350 K
  - Alta sensibilidad:  $5 \times 10^{-8}$  emu (10 kHz)
  - Medida de armónicos (hasta 10)
- DC: Imanación(H,T)
  - Método extracción
  - Rango:  $2.5 \times 10^{-5}$  emu to 5 emu
  - 1.9 K a 350 K
  - 0 a  $\pm 14$  T



# Opciones de Medida

## Medidas Magnéticas TS

- Insert MFP del PPMS adaptado para este instrumento
- Oscilador por tanque LC resonante 9 MHz
  - Muestra en una bobina perpendicular H externo
  - Variación L debido a la muestra produce variación frecuencia
- 1.8 k a 400 K
- H hasta 14 T

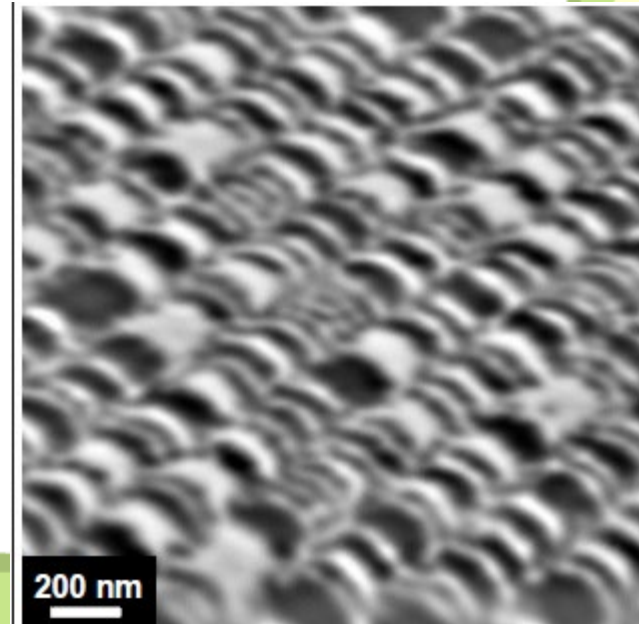
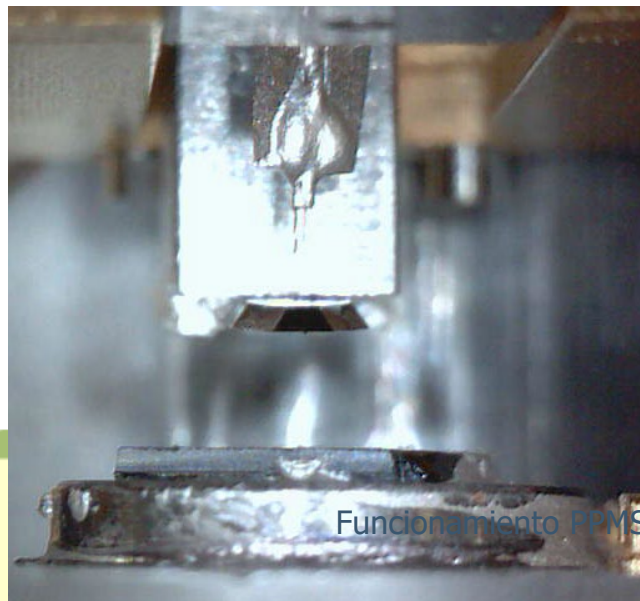




# Opciones de Medida

## Medidas Magnéticas AFM/MFM

- Microscopio Nanoscan de MFM de alta resolución para el PPMS
- Rango de T: 2.3 K – 400 K
- Hasta 14 Tesla
- Scanner de 35  $\mu\text{m}$  a RT y 7  $\mu\text{m}$  a baja T
- Resolución magnética de 20 nm





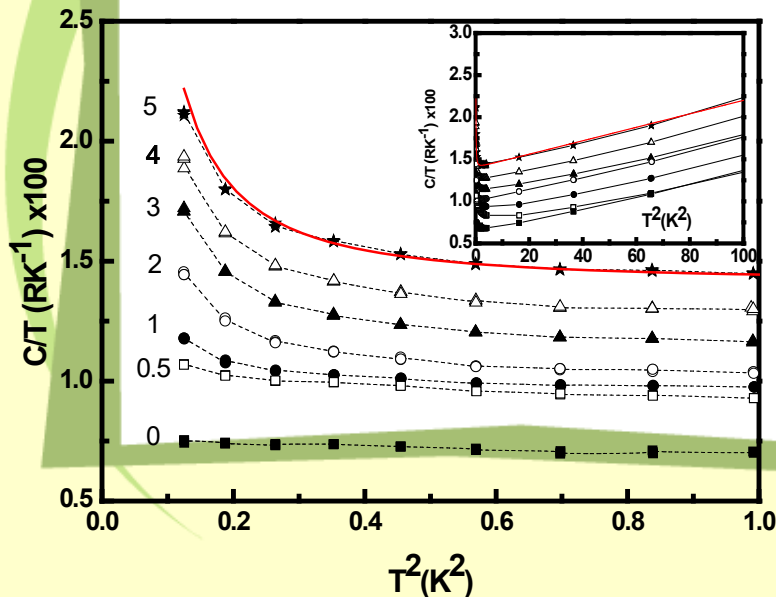
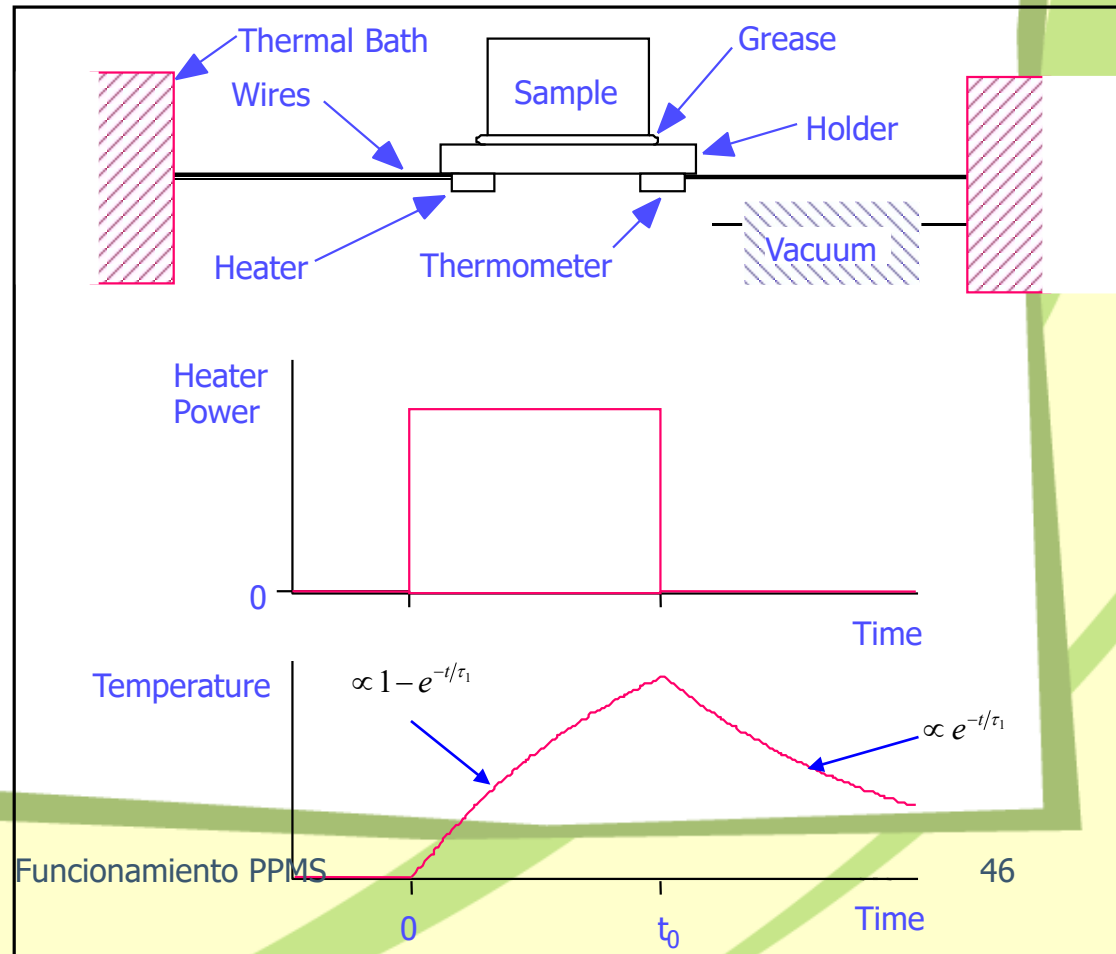
# Medidas Térmicas



## Capacidad Calorífica:

## PPMS (HC)

- Método semiadabático de relajación
- Opción He-3
  - 0.35 K a 400 K
- H hasta 14 T



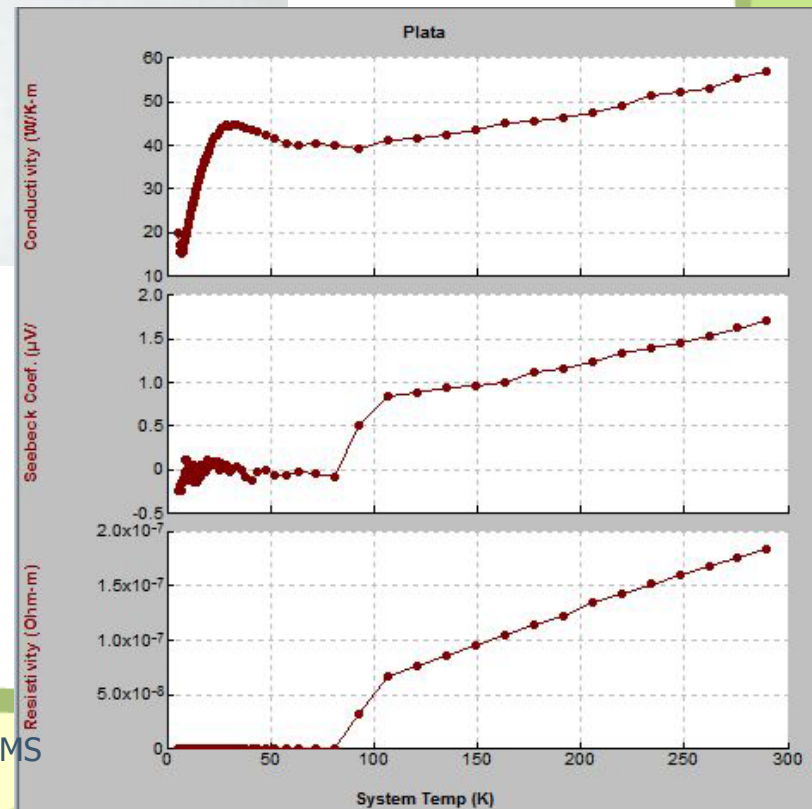
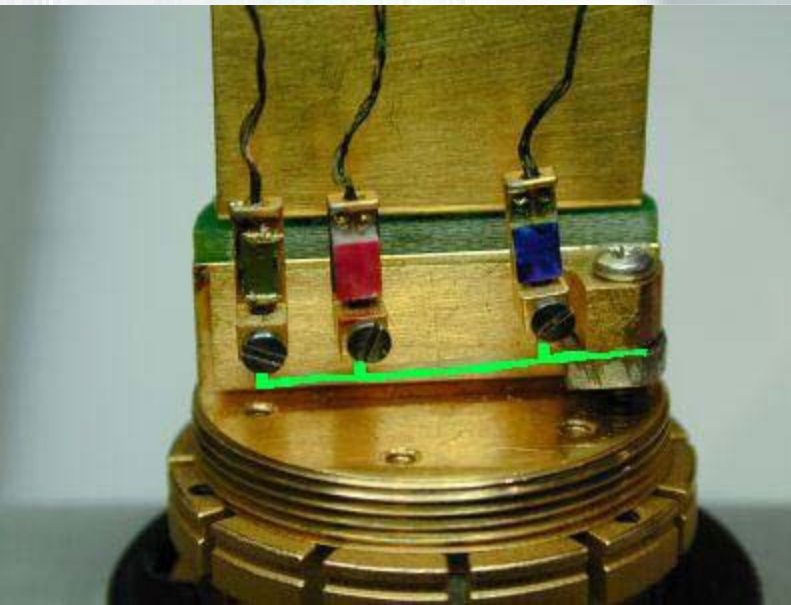
Funcionamiento PPMS

46

# Medidas Térmicas

Transporte Térmico:

PPMS (TTO)

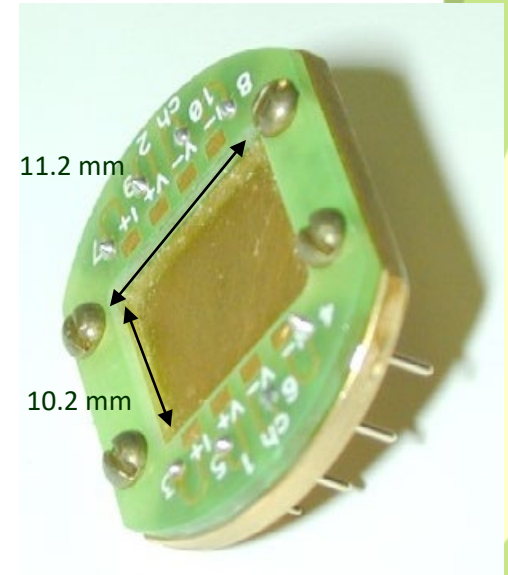
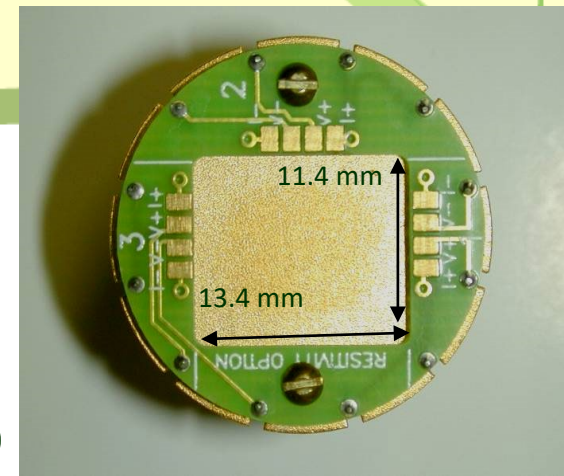


Funcionamiento PPMS

# Medidas Eléctricas

## Resistividad DC: PPMS

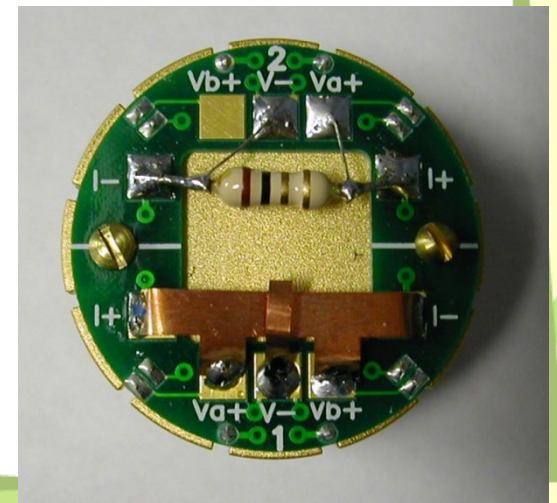
- Medida R por cuatro puntos (hasta 3 muestras)
  - $4 \mu\Omega$  a  $4 M\Omega$
- Medida R vs I
- Amplio rango de Temperaturas con opción He-3
  - 0.35 K a 400 K
- Rango de campo magnético hasta 14 T
- Medida en función de la Presión
  - Celda HPC -30 hasta 3.0 GPa



# Medidas Eléctricas

**Transporte AC:**            opción ACT PPMS

- Rango de frecuencias: 1 Hz – 1 kHz
- Nivel de ruido: 1 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$
- Rango de Impedancias:  $< 1 \mu\Omega$     a    10 k $\Omega$
- Amplio rango de Temperaturas con opción He-3  
0.35 K a 400 K
- Rango de campo magnético hasta 14 T
- Medida en función de la Presión  
Celda HPC -30 hasta 3.0 GPa



# Control Externo Instrumentos

PPMS se usa como sistema base de control T y H

- Opción1: PPMS controla instrumentación externa
  - SW control: programa Visual Basic o Delphi controlado desde Multivu
  - HW: Multifunction probe
  - HW: instrumentos control conectados GPIB
- Opción2: Instrumentación externa controla PPMS
  - Lectura de H y T salidas analógicas PPMS
- Opción3: Uso externo 'user bridge'
  - Uso de la caja de conexiones
  - Conectar instrumentos a uno de los canales

# Control Externo Instrumentos

## Opción1

- Información
  - Informe web SMF:  
<http://sai.unizar.es/medidas/index.html>  
(utilidades -> documentación técnica -> PPMS -> 'Uso externo instrumentos')
  - Application note QD (AN1070-202 [www.qdusa.com](http://www.qdusa.com))
- Programas de control mediante Visual Basic, Visual C++, Delphi (Visual Pascal) o LabView
- PPMS controla los equipos externos y toma datos de forma automática

# Control Externo Instrumentos

## Opción1: Multi-Function Probe

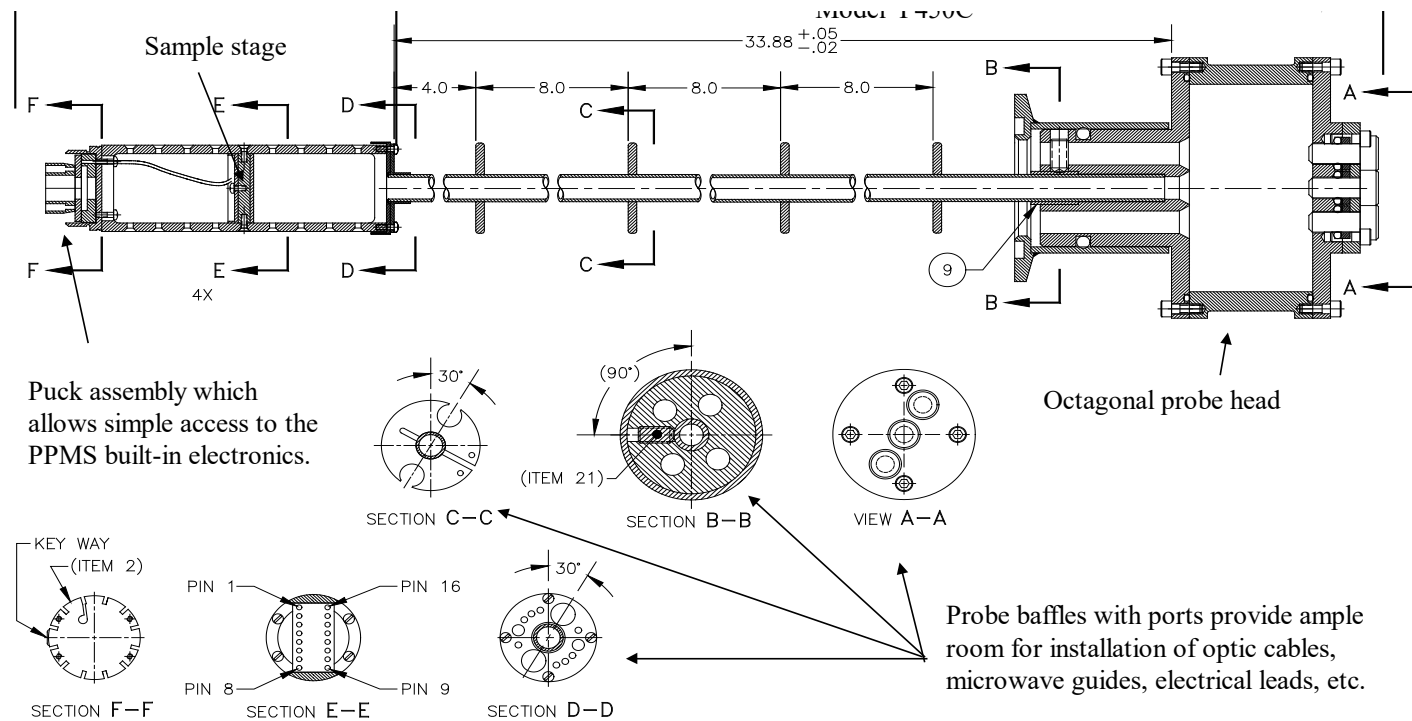
- Simplifica el desarrollo de experimentos que necesitan de cableado eléctrico, óptico o microondas
- Espacio para conexiones coaxiales tipo feed-through
- Contiene tres puertos directos axiales para instalación de cables (fibra óptica, guías de microondas, etc).
- Conexión directa de la muestra a la electrónica del PPMS
- Termómetro calibrado en la zona de la muestra
- Portamuestras tipo 'plug-in'





# Control Externo Instrumentos

## Opción1: Multi-Function Probe



10206/14:34/40874001.dwg/Kfm C.



# Control Externo Instrumentos

## Opción 1: Ejemplo TS



```
20110429_cm53_oleico_1t (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main

1
2
PPMS.SetField(Hi,180.0,0,1) 'ramp to field at 180 Oe/sec, linear mode, drive
WaitFor(0+2*1+4*0+6*0,60,0) 'wait for field

PPMS.SetField(Hf,100.0,0,1) 'Pongo el campo final a 50 Oe/sec

'COMIENZA EL BUCLE DE MEDIDA. PARA Hi < Hf, el Loop While va con Fld <= Hf. PARA Hi

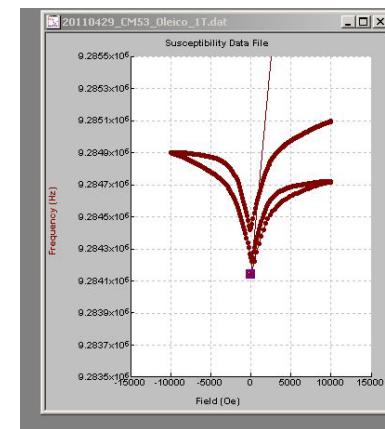
Do
'wseq:scanT.seq0003 Scan Temp
DoEvents
PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
ReadFreq(Freq,s) 'Get GPIB data using GPIB.GetString
Debug.Print Fld; Temp; Freq; 'wseq:scanT.seq0003 Scan Temp
d(0) = Timer
d(1) = Temp
d(2) = Fld
d(3) = Freq
f1.WriteLineArray("",d)
'write a line using an array
' Get Current Temperature 'wseq:scanT.seq0003 Scan Temp

Loop While Fld <= 0.999*Hf 'condicion de medida hasta que se llega

'TRAMO 1T A -1 T

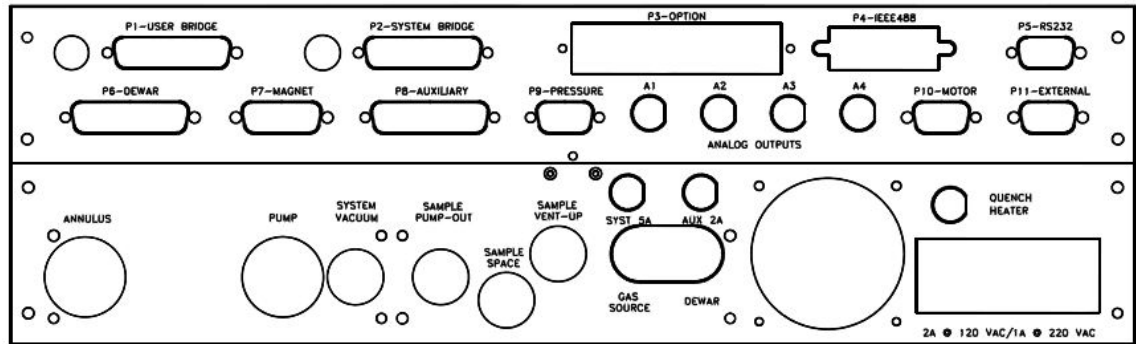
Hi = 10000.0 'H inicial
Hf = -10000.0000 'H final

PPMS.SetField(Hf,50.0,0,1) 'Pongo el campo final a 50 Oe/sec
```



# Control Externo Instrumentos

## Opción2



PPMS MultiVu - Simulation Mode

View Sample Sequence Measure Graph Instrument Utilities Help

Temperature...  
Field...  
Chamber...  
Motion...  
Analog Output...  
Digital Output...  
Current Drivers...  
Bridge Channels...  
Shutdown...

lected Sequence:  
H.T).seq

quence Status:  
quence Idle

Run Pause

Abort Lock

Analog Output

Status

Channel	1	2	3	4
Value	0.00	-10.00	0.00	-10.00

Control

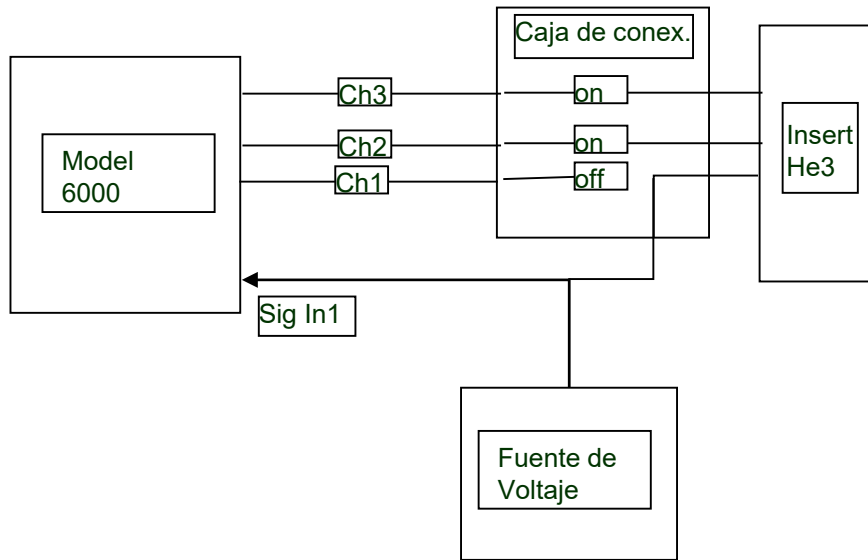
Ch#	Link to:	10 Volts out at	0 Volts out at:	Set Output (Volts)	
1.	Temp	300	10.00	0.00	Set
2.	Temp	90000	10.00	0.00	Set
3.	... Off ...	0.00	10.00	0.00	Set
4.	... Off ...	0.00	0.00	0.00	Set

Close

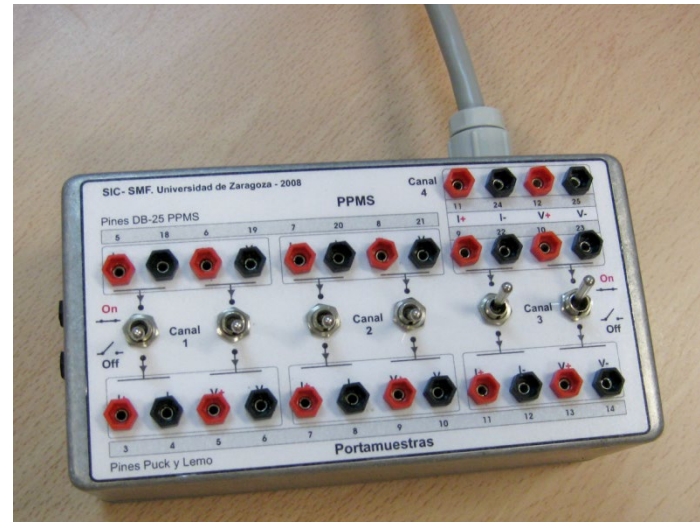
Use of PPMS Analog Outputs A1-A4  
BNC conector  
 $\pm 10V$

# Control Externo Instrumentos

## Opción 3



**Opción Resistividad He3: Uso de un canal para Voltaje externo**



# PPMS tools

- ExportData (web SMF, herramientas)
  - Lectura ficheros Multivu y exportación de datos
    - Selección parámetros y rango
- Magdiag2
  - Control imán (no usar sin supervisión): permite magnet reset PPMS-9T
- Tables32
  - Control tablas y canales
  - Control instrumentos: termómetros, sensores Hall, etc.



# Conclusiones

## Plataforma PPMS

- Permite medir muchas propiedades físicas vs. Temperatura y Campo Magnético
- Estas medidas son fundamentales en campos variados como la Física, Química, Biología, Ciencia de Materiales y Geología
- Instrumento automatizado y flexible para realizar muchos experimentos
- El Modelo6000 es el centro de control
- SW fácil de usar y práctico
  - MultiVu manda comandos y visualiza resultados
  - El SW de cada opción controla la electrónica de esa opción
  - Los asistentes de las opciones ayudan a automatizar las medidas y calibraciones
- Inspección de los datos originales de medida
- Algoritmos de análisis accesibles al usuario