



Servicio General de Apoyo  
a la Investigación - SAI

**Universidad** Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

# CURSO PPMS Y OPCIONES

10-19 Marzo 2015

Opciones Medidas Magnéticas

# 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

# 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

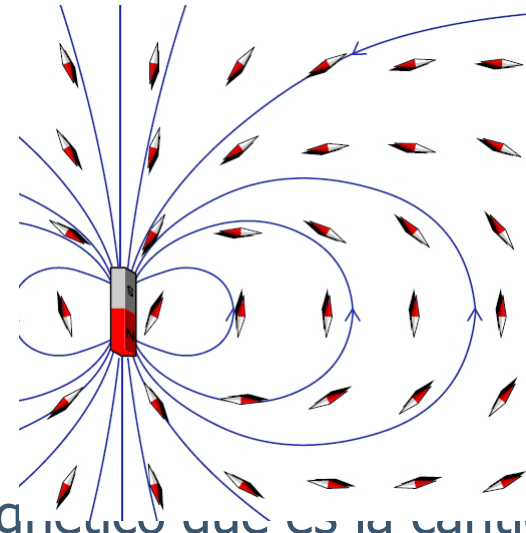
## M1: Opciones Medidas Magnéticas

# Medidas Magnéticas

- “Propiedades magnéticas” = comportamiento en un campo magnético
- Todos los materiales tienen propiedades magnéticas
- Areas de estudio: Física, Ciencia de Materiales, Química, Ingeniería, Biología, Geología....
- Aplicaciones actuales del estudio de propiedades magnéticas:
  - medios de grabación y reproducción magnética,
  - superconductores de alta  $T_c$
  - motores eléctricos
  - imanes permanentes
  - imanes superconductores
  - líneas de transmisión superconductoras,
  - etc...

# Introducción: Magnetismo

- Cada material presenta algún tipo de comportamiento magnético.
  - Usualmente: magnético = imán



- Un magnetómetro mide el momento magnético que es la cantidad de magnetismo de una muestra.
- Estudiando la variación de la imanación con la temperatura o la intensidad del campo magnético se determina el tipo de magnetismo de la muestra
  - $M(H)$ ,  $M(T)$

- Magnitudes características
  - Campo magnético,  $H$
  - Imanación,  $M \rightarrow M = XH$
  - Densidad de Flujo,  $B \rightarrow B = \mu H$
  - Susceptibilidad,  $X$
  - Permeabilidad,  $\mu$

Relacionadas por (cgs):

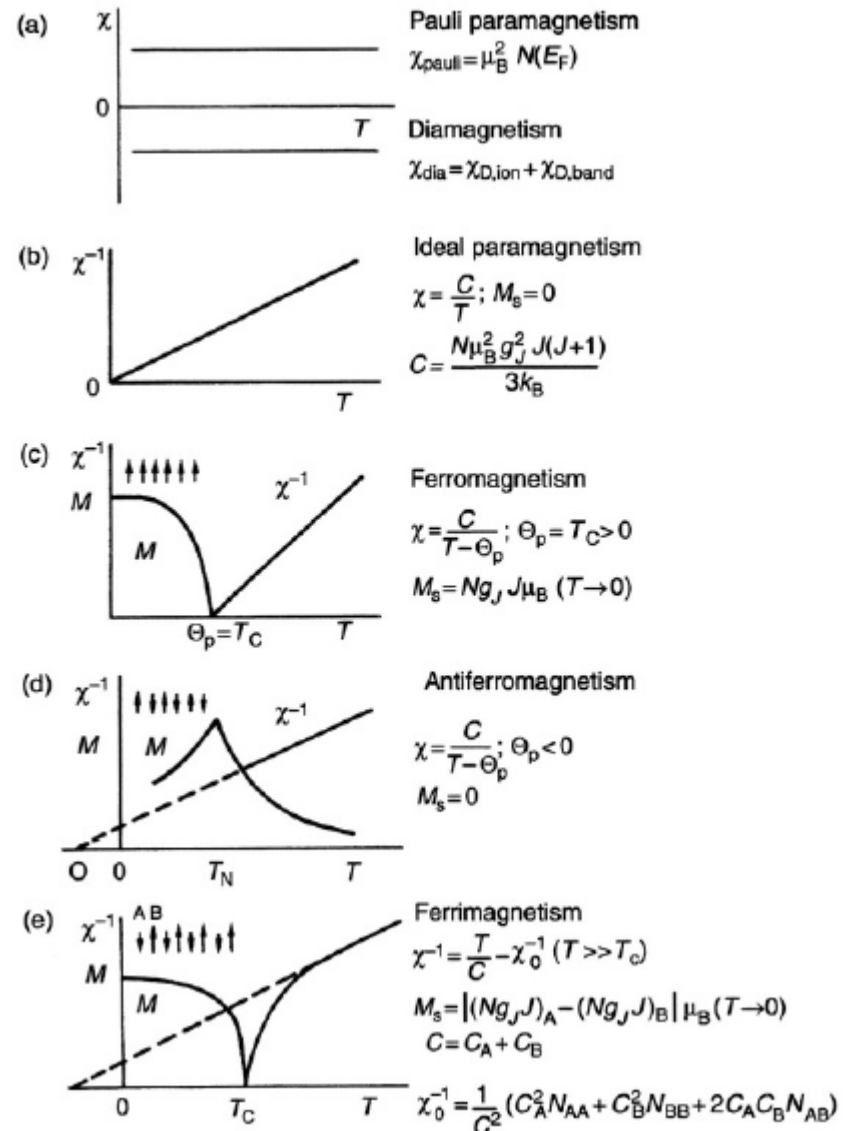
$$B = H + 4\pi M = \mu H$$

$$\mu = 1 + 4\pi X$$

$$M = XH$$

# Introducción: Magnetismo

Resumen de la dependencia de la  $T$  de la  $M$ ,  $\chi$  y  $\chi^{-1}$  en varios tipos de materiales magnéticos.





# Introducción: Unidades

cgs (Gausiano)	SI
$B = H + 4\pi M$ $\chi = M/H$	$B = \mu_0(H + M) = \mu_0 H + J$ $\kappa = M/H$
$\mu_0 = 1$ $\mu_B = 9.2741 \cdot 10^{-21} \text{ erg/G}$	$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ Tm/A}$ $\mu_B = 9.2741 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$

Referencia: 'Comments on Units in Magnetism', L.H. Bennett et al., Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol. 83, No. 1, 1978

# Introducción: Unidades

<b>cgs</b>	$\rightarrow X \rightarrow$	<b>SI</b>
B(G)	$10^{-4}$	B(T)
H(Oe)	$10^3/4\pi$	H(A/m)
X(emu/cm <sup>3</sup> ) <small>Sin dimensiones</small>	$4\pi$	K <small>Sin dimensiones</small>
X <sub>ρ</sub> (emu/g=cm <sup>3</sup> /g)	$4\pi \times 10^{-3}$	κ <sub>ρ</sub> (m <sup>3</sup> /kg)
X <sub>mol</sub> (emu/mol=cm <sup>3</sup> /mol)	$4\pi \times 10^{-6}$	κ <sub>ρ</sub> (m <sup>3</sup> /mol)
m(erg/G)	$10^{-3}$	m(J/T=Am <sup>2</sup> )
M(G or Oe)	$10^3$	M(A/m)
N <small>Sin dimensiones</small>	$1/4\pi$	N <small>Sin dimensiones</small>
M(μ <sub>B</sub> /atom or μ <sub>B</sub> /fu)	1	M(μ <sub>B</sub> /atom or μ <sub>B</sub> /fu)

# Introducción: Unidades

PPMS utiliza el cgs, y las magnitudes las da en 'emu's' (electromagnetic unit).

- DC:  $m(\text{emu})$
- AC:  $m'(\text{emu})$ ,  $m''(\text{emu})$  fase y contrafase con  $H = h_0 \cos \omega t$

**$m(\text{emu})$ :**

$$M \text{ (G)} = m(\text{emu})/V(\text{cm}^3)$$

$$M \text{ } (\mu_B/\text{atom}) = \frac{m(\text{emu})}{\mu_B \cdot N_A \cdot N^\circ \text{ moles} \cdot N^\circ \text{ átomos} / \text{fu}}$$

**$m'$ ,  $m''(\text{emu})$ :**

$$X' = (m'/V(\text{cm}^3))/h_0$$

$$X'' = (m''/V(\text{cm}^3))/h_0$$

$$X'_{\text{mol}} = (m'/N^\circ \text{ moles})/h_0$$

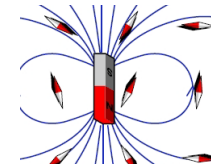
$$X''_{\text{mol}} = (m''/N^\circ \text{ moles})/h_0$$

$$h_0$$

# Opciones de Medida

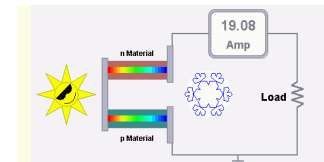
- **Medidas Magnéticas**

- 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



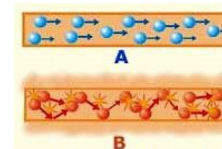
- **Medidas Térmicas**

- 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**

# Opción VSM

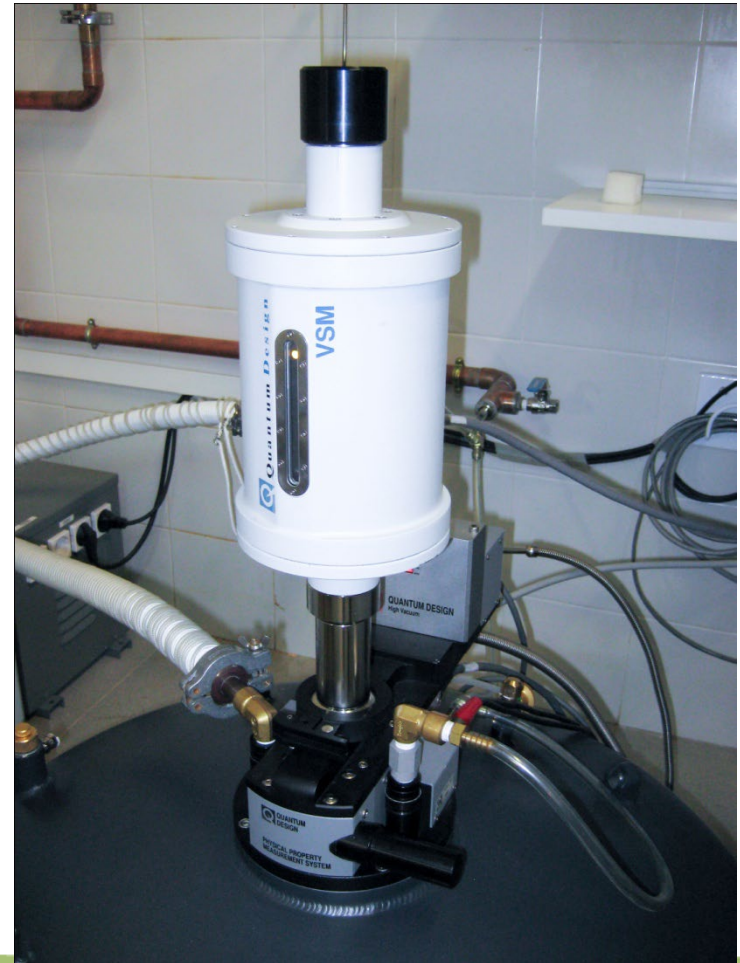
## Esquema

- Principio de Operación
- Hardware
- Preparación e instalación de muestras
- Medidas: parámetros y secuencias
- Interpretación de resultados
- Opción horno

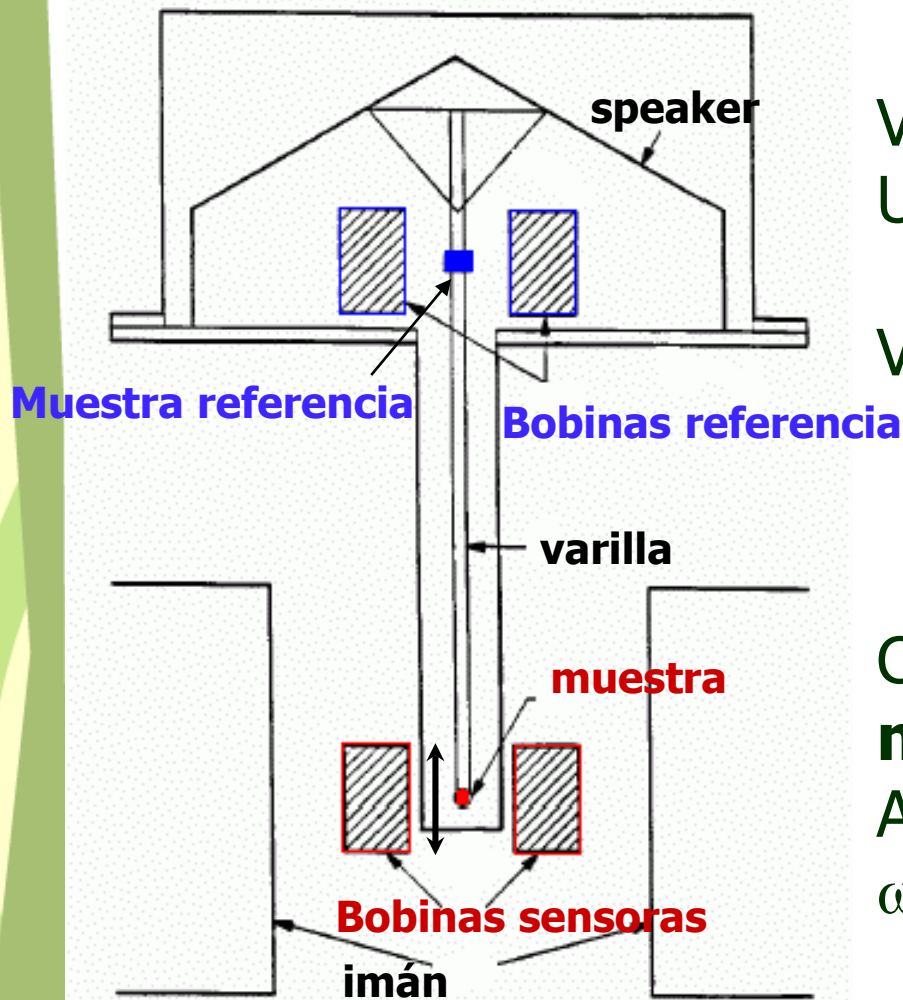
# VSM

## Vibrating Sample Magnetometer

- 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 (2 mm amplitud)



# VSM: Principio de operación



Vibración en la muestra induce  
Una señal en la bobina:

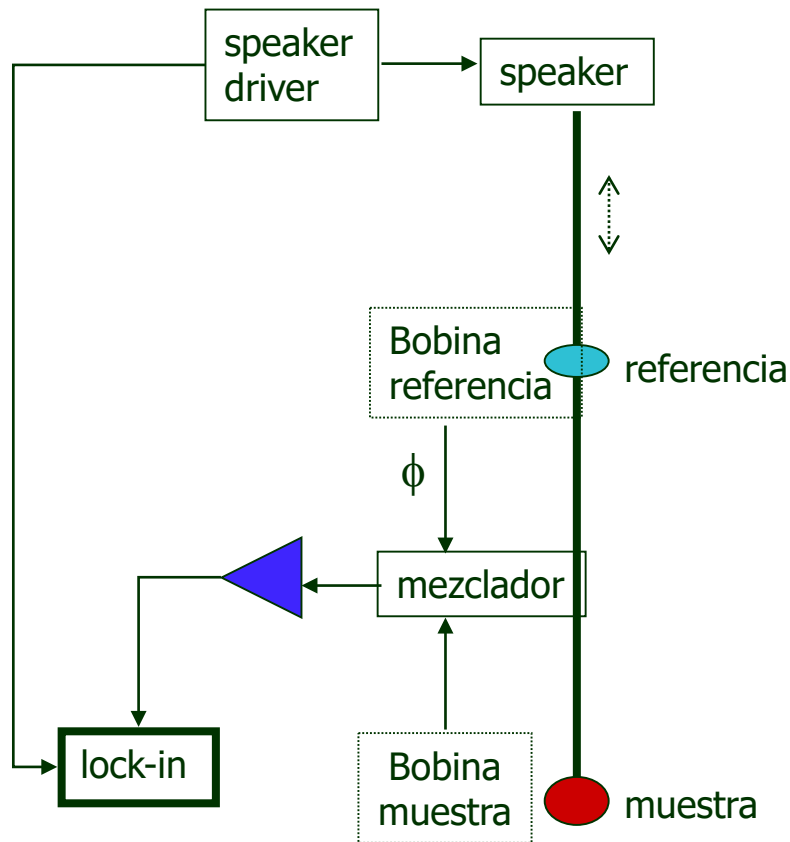
$$V_{\text{coil}} = -d\Phi/dt = -(d\Phi/dz) (dz/dt) \\ = C \mathbf{m} A \omega \sin(\omega t)$$

$C$  : constante de acoplamiento  
 $\mathbf{m}$  : momento magnético muestra  
 $A$  : amplitud de vibración  
 $\omega$  : frecuencia

**VSM tradicional**  
(S. Foner, RSI, 1959)

# VSM: Principio de operación

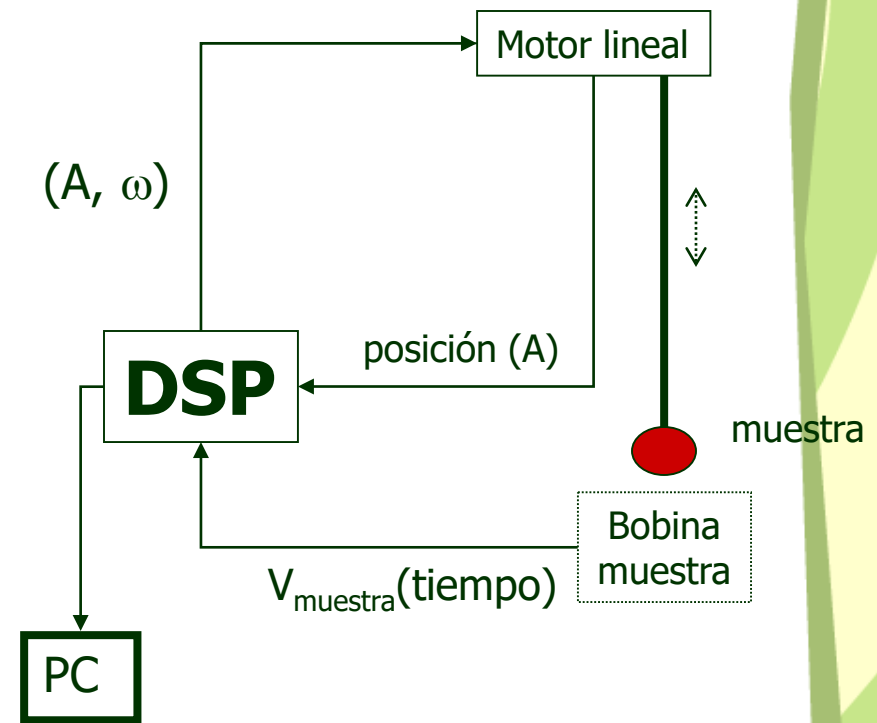
## VSM Foner



Momento magnético:

$$m = (V_{\text{sample}} / V_{\text{ref}}) m_{\text{ref}}$$

## VSM QD



Momento magnético:

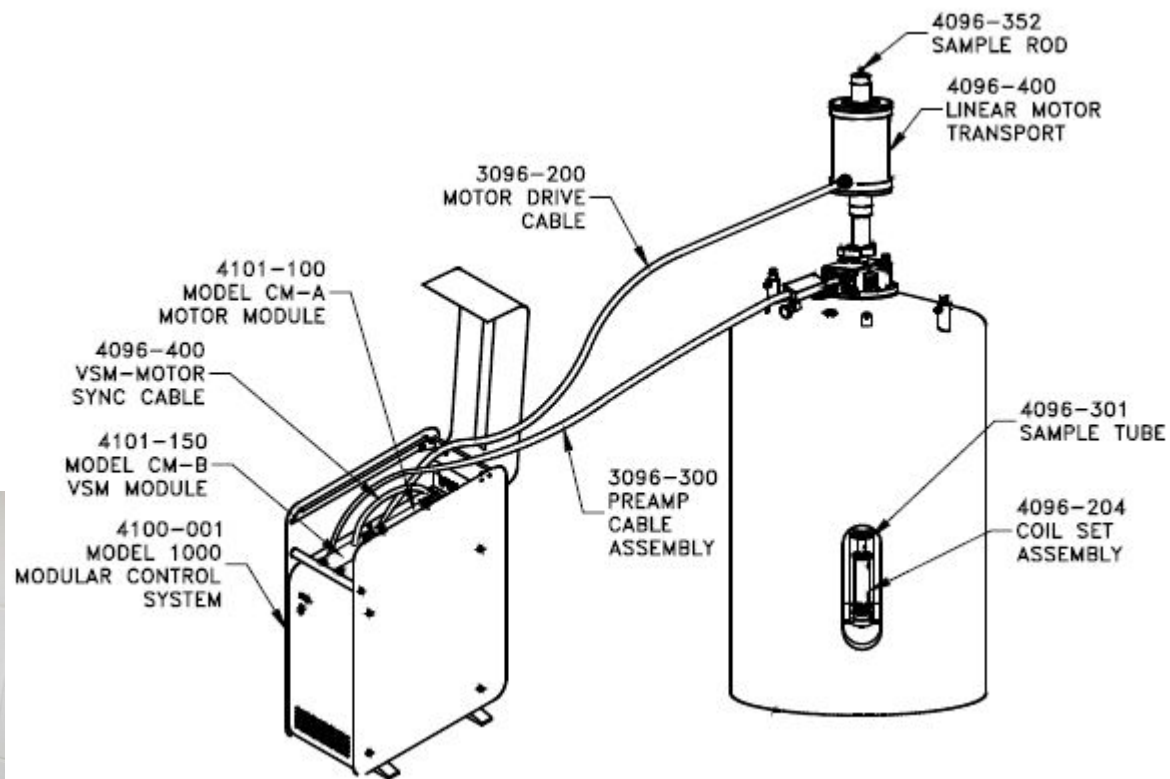
$$m = V_{\text{sample}} / (C A \omega)$$



# VSM: limitaciones

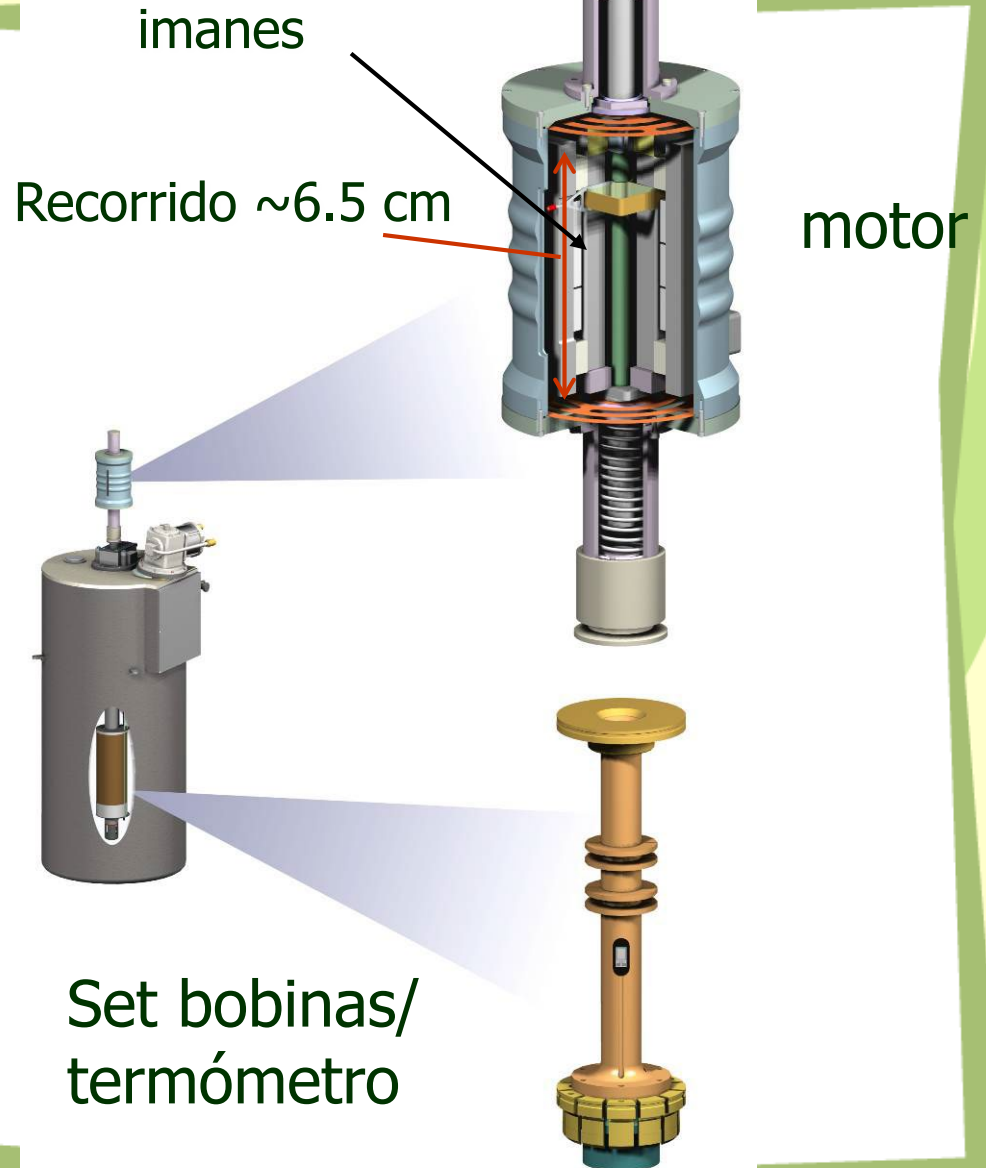
- Ruido acústico (vibración varilla)
  - Afecta a estados magnéticos delicados (anclaje de flujo en SC, dominios magnéticos en débil FM)
  - Background, limita precisión medida  $\sim 10^{-6}$  emu/tesla
- Limitaciones masa debido a alta aceleración
- Pequeñas oscilaciones no revelan inhomogeneidades en la densidad magnética
  - No detecta un posible background no uniforme debido al portamuestras o encapsulado
  - Reduce posibilidades de diagnóstico del ajuste

# VSM hardware



# VSM hardware

## LBC LargeBore Coilset

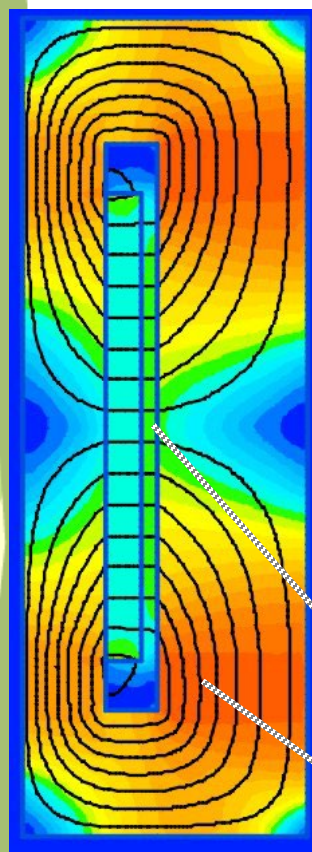


# VSM hardware

## Coilsets

- estándar (apertura 6 mm)
  - $7e^{-7}$  emu nivel ruido (promedio 1s)
  - Muestras  $> 4$  mm producen rozamiento
    - Calentamiento a baja T
    - Aumento nivel ruido
- LBC (apertura 12 mm)
  - $1e^{-7}$  emu nivel ruido
  - Muestras hasta 1 cm
  - Region uniforme de detección
  - Background (señal parásita) con campo mayor

# VSM hardware

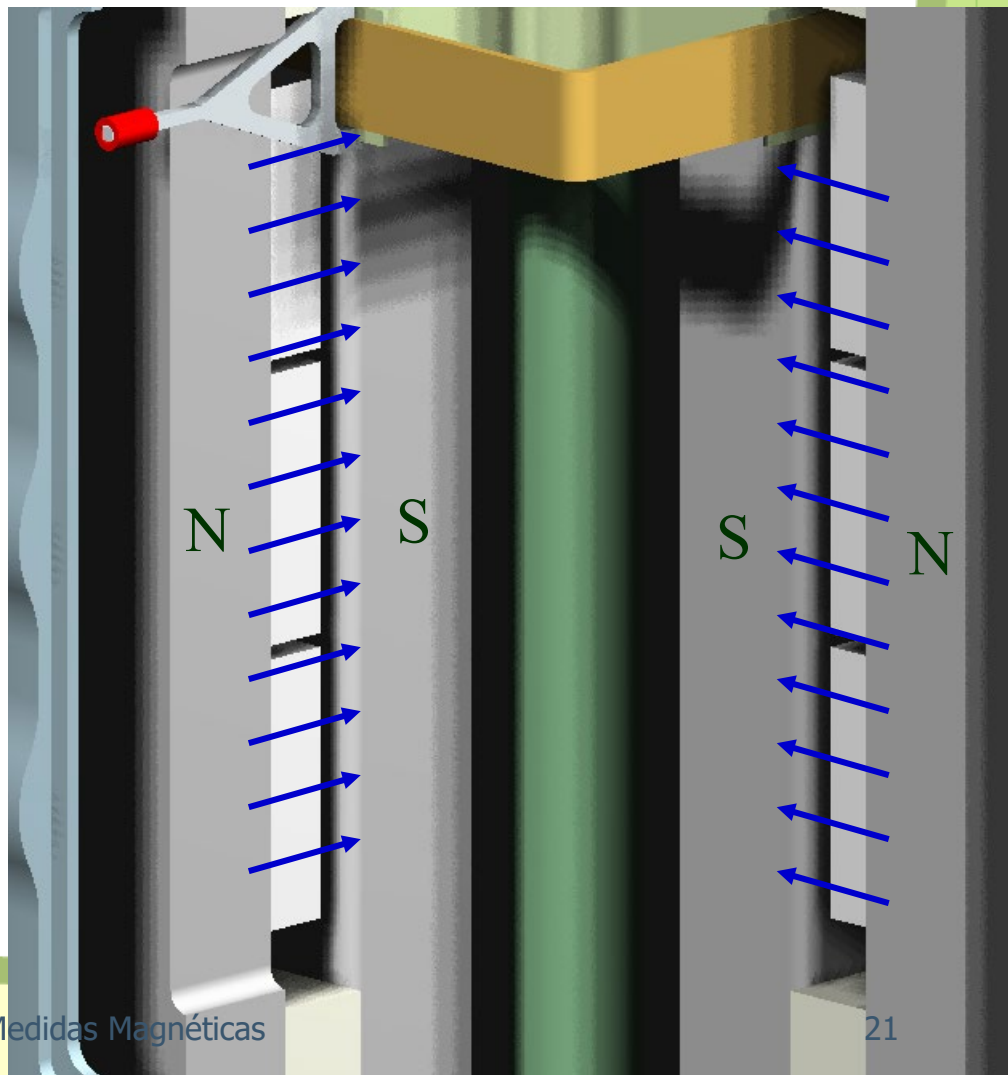


simulation

- 5.8 N (590 grams) per amp
- **NOTE: Residual (vertical) field along axis ~ 250 gauss**

0.6 Tesla in gap

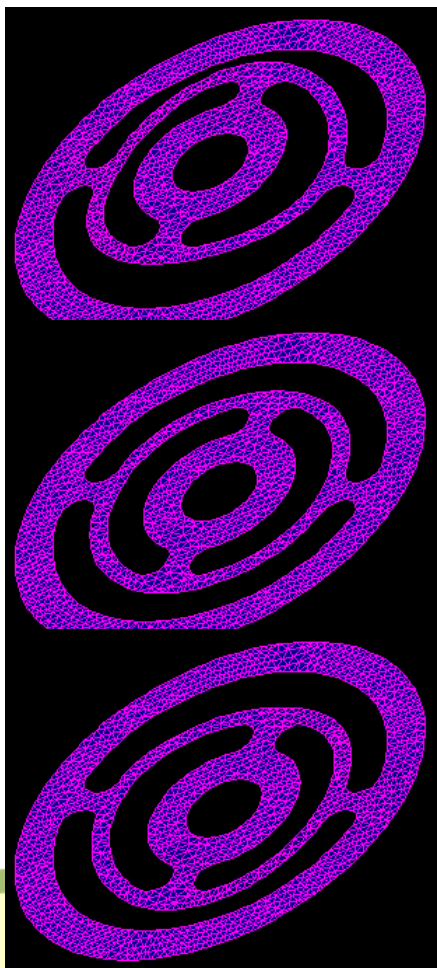
1.5 to 2 Tesla in iron





# VSM HW

Nominal Drive: 4 mm p-p @ 40 Hz



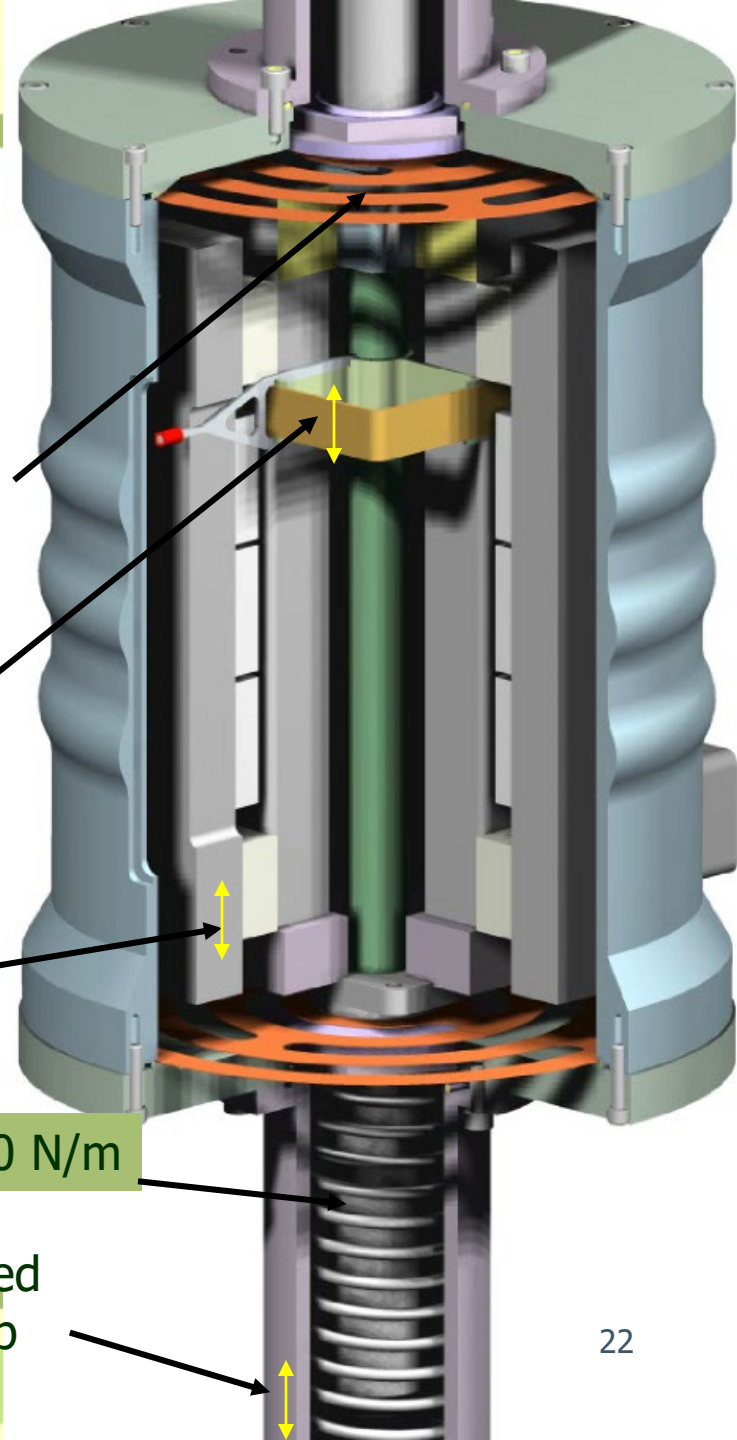
diaphragm springs  
530,000 N/m radial  
90 N/m vertical

Slider  
0.027 kg  
(4 mm p-p osc)

magnet banks  
8.8 kg  
(0.012 mm p-p osc)

main spring ~ 6,000 N/m

Vertical transmitted  
force: 0.04 N p-p



# VSM hardware

- Módulo motor
  - Control motor: posición DC y AC
  - Detección lock-in de la oscilación
    - Determina la amplitud con precisión mejor que  $0.1 \mu\text{m}$
  - Se puede monitorizar la posición (BNC)
- Módulo detección
  - Digitaliza el voltaje ac de la bobina tras amplificación
    - 40x preamplificación (PPMS probe head)
    - 1,10,100, o 1000 en el module
  - Medida lock-in usando la posición del motor como referencia
  - Lectura termómetro

# VSM preparación muestras

- Evitar contaminar la muestra
  - No cortar/manejar con herramientas magnéticas
  - Limpiar muestra, portamuestra y sitio de trabajo: polvo tiene ~5% Fe !
- Anchura muestra menor que portamuestras
- Longitud <4mm para mejor precisión
  - Ver tabla manual
  - Programa VSMcoilcalc.exe



# VSM

## Preparación muestras

SAMPLE DIMENSIONS		PEAK AMPLITUDE OF SAMPLE OSCILLATION		
Length $L$ (mm)	Diameter $D$ (mm)	0.5 mm	1.0 mm	2.0 mm
0	0	1.0000	1.0000	1.0000
0	1	1.0003	1.0005	1.0014
0	2	1.0007	1.0017	1.0053
0	3	1.0005	1.0026	1.0109
1	0	0.9996	0.9993	0.9981
1	1	0.9999	0.9999	0.9996
1	2	1.0007	1.0013	1.0037
1	3	1.0010	1.0028	1.0097
2	0	0.9978	0.9966	0.9921
2	1	0.9985	0.9975	0.9937
2	2	1.0002	0.9999	0.9986
2	3	1.0020	1.0029	1.0059
3	0	0.9933	0.9906	0.9808
3	1	0.9944	0.9920	0.9828
3	2	0.9976	0.9958	0.9887
3	3	1.0020	1.0013	0.9980
5	0	0.9662	0.9597	0.9367
5	1	0.9687	0.9622	0.9394
5	2	0.9759	0.9698	0.9476
5	3	0.9877	0.9820	0.9613
10	0	0.6961	0.6889	0.6647
10	1	0.6988	0.6914	0.6669
10	2	0.7070	0.6993	0.6737
10	3	0.7213	0.7130	0.6854

# VSM preparación muestras

- Portamuestras uniforme y no magnético
- Fuerte sujeción muestra que aguante altas aceleraciones y temperaturas extremas  
 $A=2\text{mm}, f=40\text{ Hz}$   
 $\text{acel.} = A*(2\pi f)^2 = 126\text{ m/sec}^2 > 12\text{x "g"}$
- ver [QD AN 1096-306](#)

# VSM portamuestras (1.9 – 400 K)

- porta cuarzo 4 mm (media caña)
  - Ideal para muestras planas
  - Pegar con barniz o usar kapton



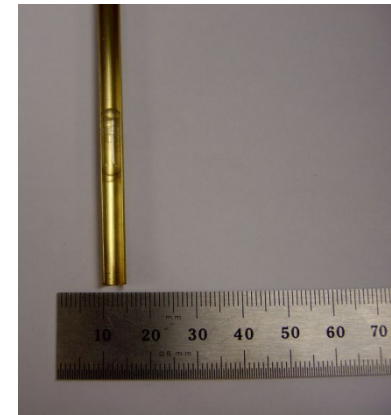
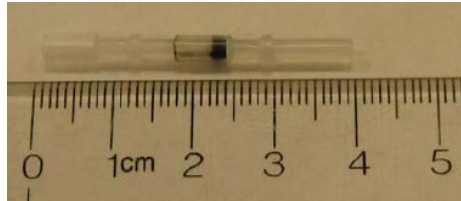
- Porta aluminio para láminas delgadas



- Porta latón (medio tubo)
  - Ideal para muestras cilíndricas
    - 3 – 4 mm diam. Estándar
    - 5.5 mm LBC
  - Muestras planas entre cilindros cuarzo
  - Muestras en polvo en cápsulas
  - Las muestras se pueden sujetar sin adhesivo



# VSM portamuestras (1.9 – 400 K)



- Cápsulas polvo
  - polipropileno
  - 2 piezas por muestra
  - background depende de la separacion entre las dos partes
- Pajitas (solo para LBC)
  - Cápsula gelatina o policarbonato
  - Portamuestras plano plástico

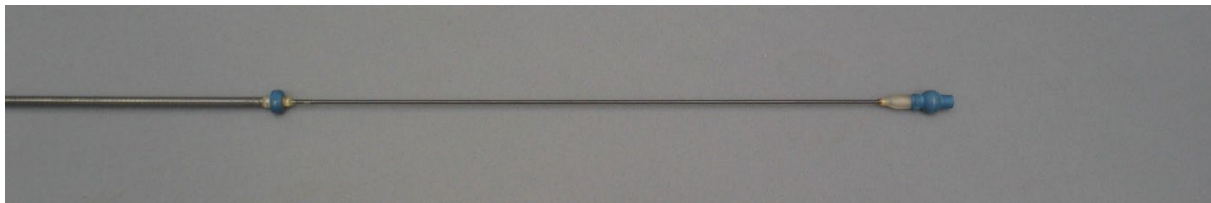


## VSM portamuestras (1.9 – 400 K): dificultades

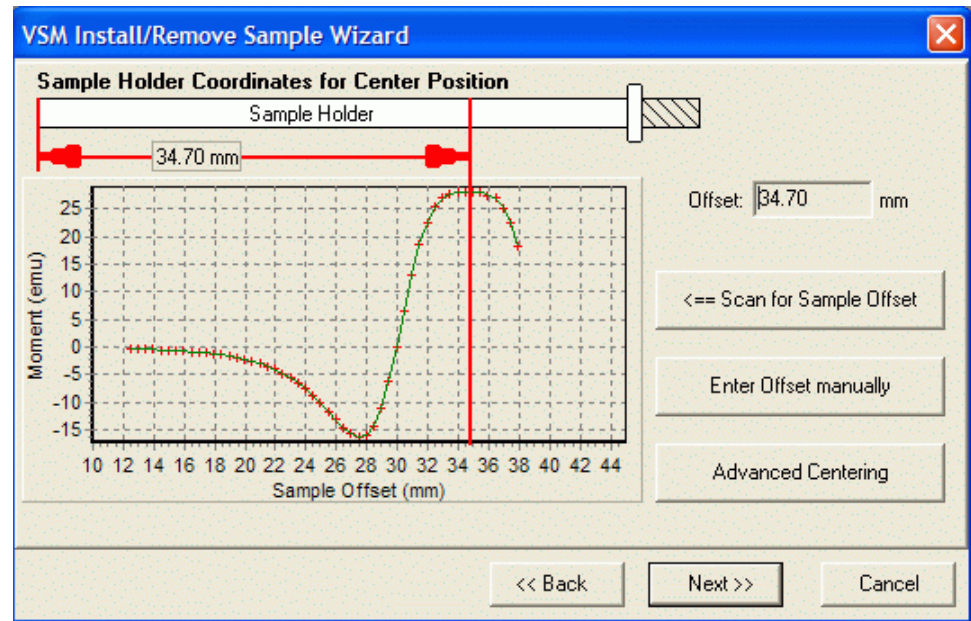
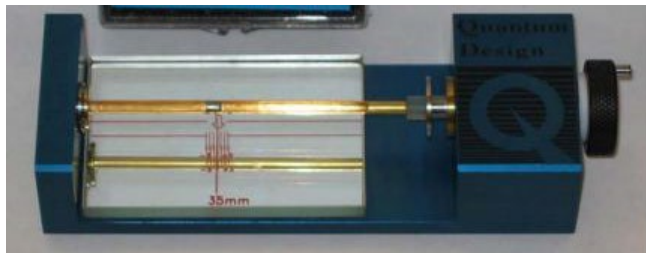
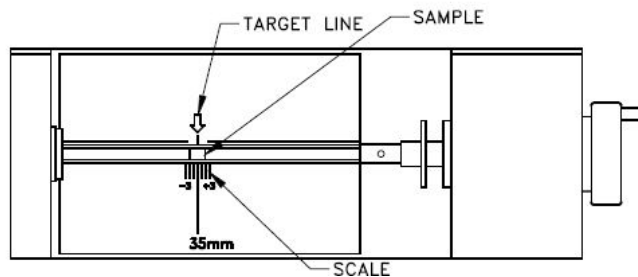
- Montaje muestras perpendicular
  - Usar pegamento además de los cilindros
  - Otros diseños?
- Muestras líquidas
  - Portamuestras de polvo son difíciles de sellar
    - Cápsulas policarbonato y/o gelatina selladas con grasa (o teflon)
  - Evitar burbujas!

# Instalación muestra

- Colocar el portamuestras firmemente en la varilla
- Inspeccionar que la varilla esté recta (evitar rozamientos en el coilset)
- Chequear si no hay roturas en las uniones azules o en el portamuestras de cuarzo
- Usar el asistente de instalación de la muestra
- Usar purga extendida y verificar que la presión es baja



# VSM centrado muestra

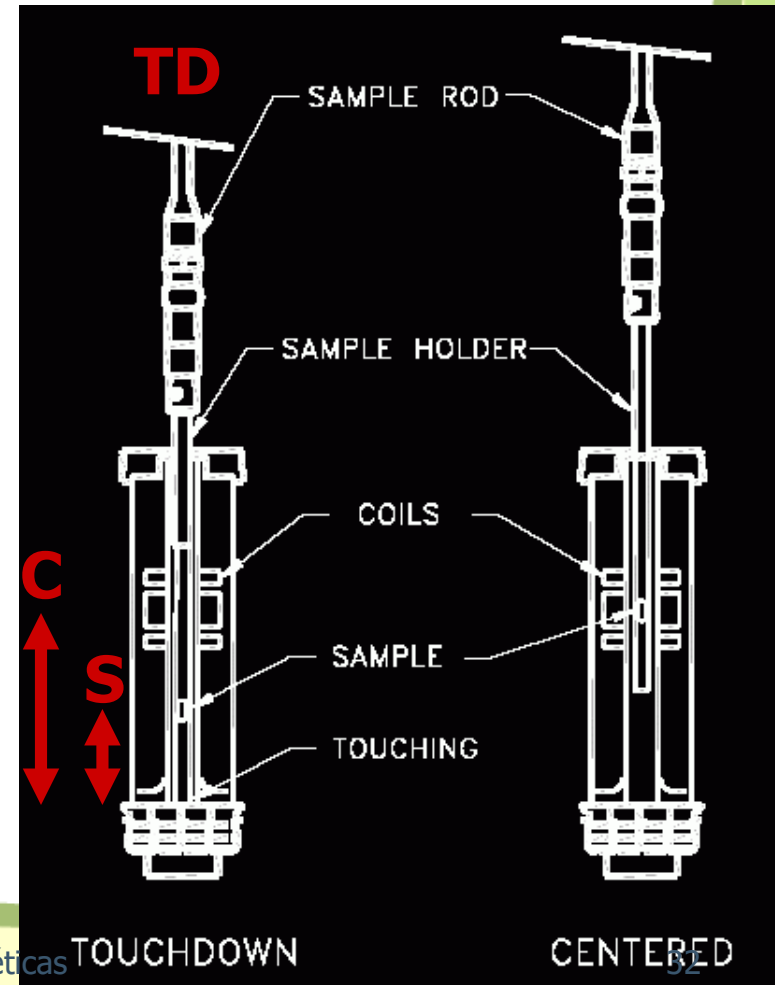


- *sample offset* : distancia de la muestra al extremo inferior del portamuestras  
35 mm  $\pm$  2 mm
  - Determinado manualmente o mediante un scan de la señal a lo largo del recorrido del motor
- El offset value es prácticamente independiente de la temperatura



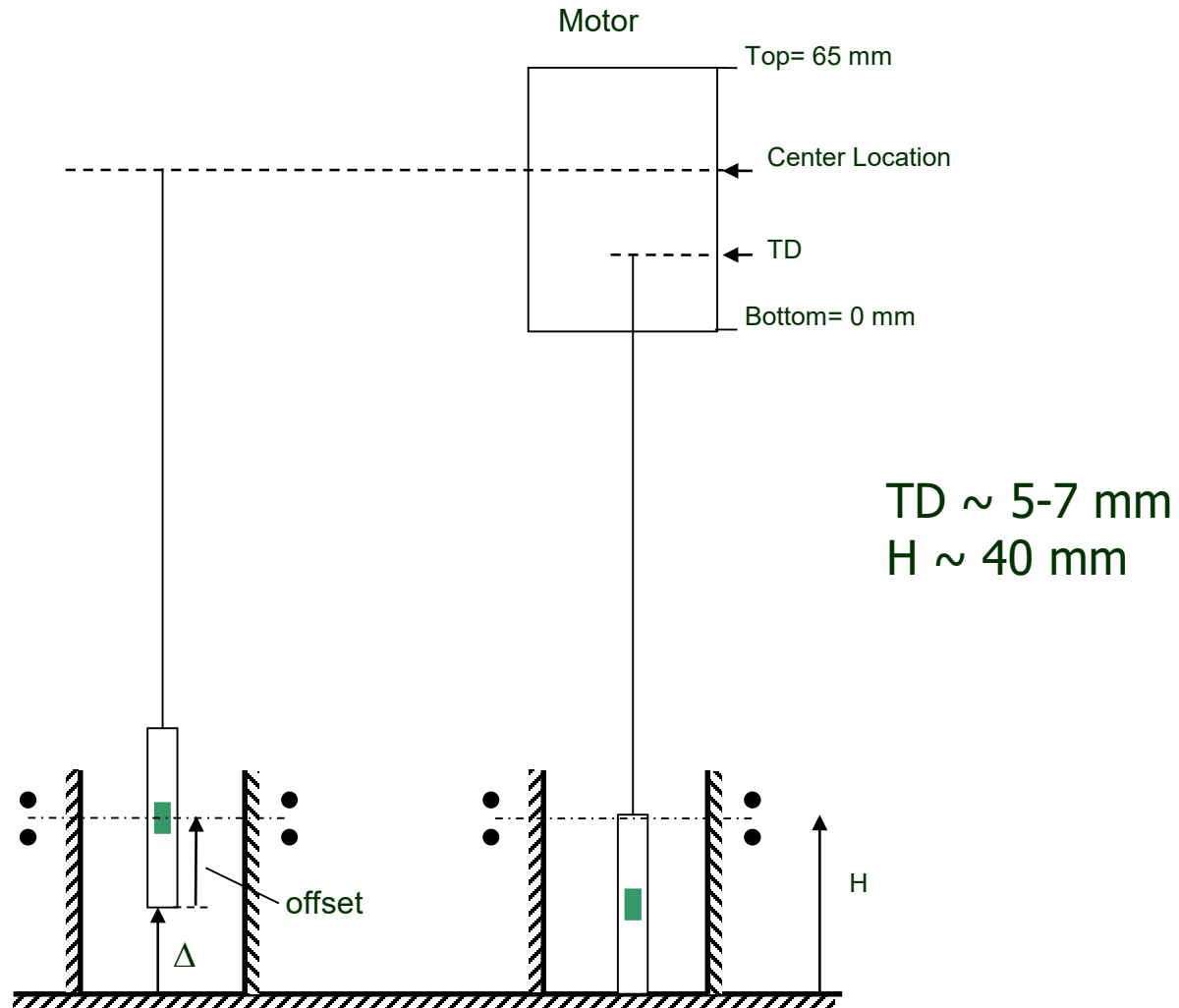
# VSM sample offset

- Altura bobina respecto al puck **C** (40.1 mm)
- sample offset **S** medido por el usuario (35 mm)
- El motor determina su localización:  
 $z = \text{"Center Position"}$   
 $= \mathbf{TD} + (\mathbf{C} - \mathbf{S})$
- TouchDown (TD) varía con T  
→ centrado automático en el proceso de medida

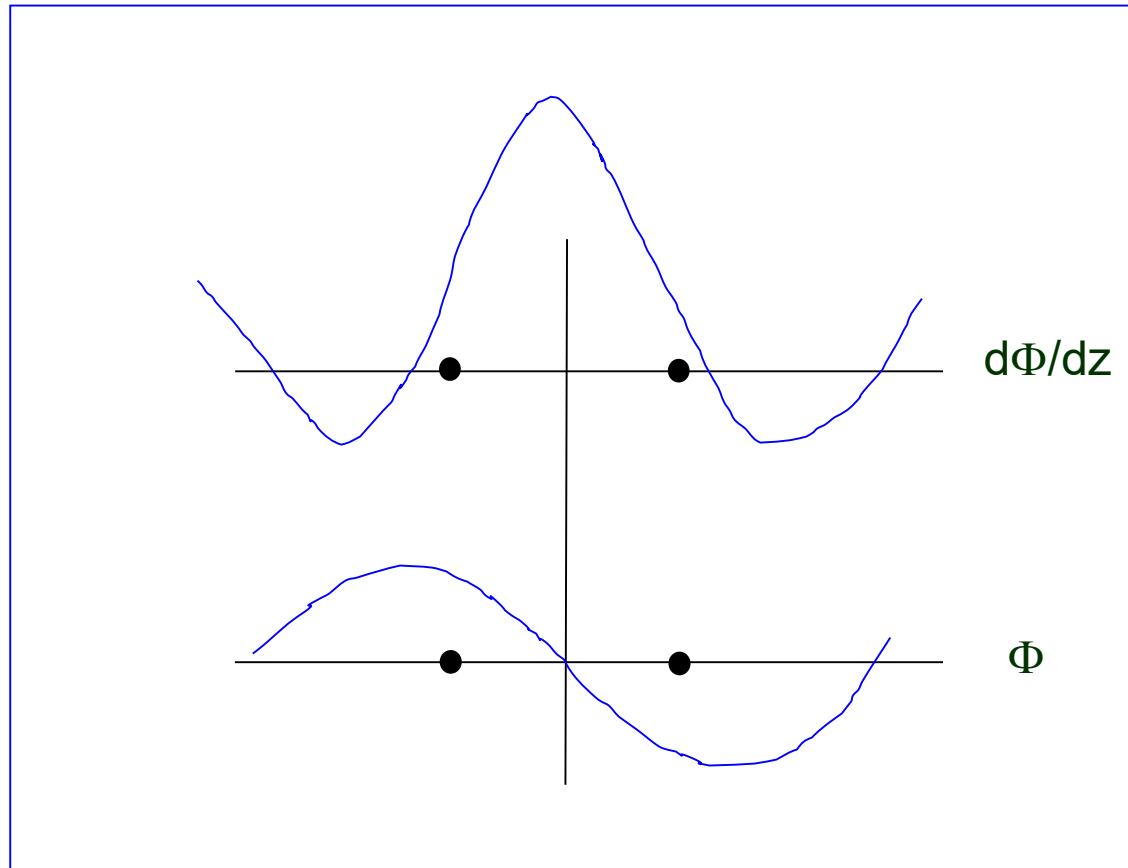




# VSM sample offset



# VSM sample offset



# Medidas

- 'Single' o 'Continuous'
  - Single: medida síncrona (10-14")
  - Continuous: medida asíncrona
- Centrado: touchdown
  - Scan T: necesario
  - scan H o scan t: cuando hay un gradiente de T en la cámara
- Parámetros: amplitud y frecuencia
  - Señal  $\propto A$  y  $\omega$ , ruido a alto H  $\propto A\omega^2$
  - 40 Hz (altos H, bajas T  $\rightarrow \omega \downarrow$  ruido  $\downarrow$ )
  - 2 mm
- Rango:
  - Sticky autorange: ruido debido al imán cuando  $dM/dH \uparrow$
  - Fixed autorange: imán 14 T (o medir modo estable entre -2T y 2T)







# Ejemplos secuencias

- **M(H) 5-quadrant SWEEPING.seq**
  - “5-quad”: curva magnetización inicial y ciclo, +H –H +H
  - Modo de medida más rápido: Medida continua variando campo magnético en modo rampa.
  - no touchdowns: se supone T estable > 1 hora
  - *sticky* autorange: cambiar a fijo en casos de FM con fuerte pendiente M(H)
- **M(H) 5-quadrant STEPPING.seq**
  - Espaciado campo uniforme, campo estático en modo conducido en cada campo
  - no touchdowns
  - *sticky* autorange: siempre OK cuando se mide en pasos
- **M(T) 300 to 20 to 300 K SWEEPING.seq**
  - Bajando y subiendo T a 1 K/min
  - touchdowns ON!
  - Medida continua, promedio 10 s (mucho? aún 1681 puntos)
  - Falta un comando Set Field
- **M(T) 300 to 20 to 300 K STEPPING.seq**
  - T estable en cada punto (llegamos a cada T a 5 K/min)
  - Advanced setting: espera 60 s. a cada T antes medir
  - Espaciado uniforme de T (otros posibles  $T^2$ ,  $\sqrt{T}$ ,  $1/T$ ,  $\log T$ )

# Resultados

## VSM .DAT file

- Señal VSM a lo largo del proceso:
  - **at coils**
  - **after gains/phasors**
  - **after T-dependent phasors (image effect, shrinkage)**
- center position: NOT sample offset, coordenadas del motor (top=65mm, touchdown ~ 5)
- transport action:
  - 1 = measure
  - 2 = touchdown
- Ver Tabla 7-2 en el manual VSM

	Field Name	Field Value
1	Time Stamp (minutes,relative)	1.753
2	Temperature (K)	297.9976807
3	Magnetic Field (Oe)	19999.957
4	Moment (emu)	0.023819140748505 
5	M. Std. Err. (emu)	1.7173972796473E-6
6	Transport Action	1
7	Averaging Time (sec)	1.99338665628444
8	Frequency (Hz)	40.1327056884766
9	Peak Amplitude (mm)	3.50826884720579
10	Center Position (mm)	16.3700013048947
11	Coil Signal' (mV)	0.48234437369868 
12	Coil Signal'' (mV)	0.0424584059366129 
13	Range (mV)	2.5
14	M. Quad. Signal (emu)	-3.6741538221402E-5 
15	M. Raw' (emu)	0.0238185055336739 
16	M. Raw'' (emu)	-2.20462902304383E-5 
17	Min. Temperature (K)	297.9976807
18	Max. Temperature (K)	297.9976807
19	Min. Field (Oe)	19999.957
20	Max. Field (Oe)	19999.957
21	Mass (grams)	46.1012316927549
22	Motor Lag (deg)	15.6869519384141
23	Pressure (Torr)	0.0049
24	VSM Status (code)	0
25	Motor Status (code)	0
26	Measure Status (code)	0
27	PPMS Status (code)	4369
28	System Temp. (K)	299.9308
29	System Field (Oe)	19999.957
30	Pressure ( )	12.628277
31	Map 25 ( )	297.9976807

Opciones Medidas Magnéticas

First << Prev Next >> Last 3/

# Resultados

## Procesado Datos

- Momento: background slope subtraction
  - Contribución portamuestras
  - Señal parásita VSM
- Field: corregir los efectos de la remanencia del imán
  - ver AN 1070-207
- Momento: corrección del valor del momento función de la amplitud

# Posibles señales parásitas del VSM

- Altos campos magnéticos
  - Momento aparente debido al synchronous pick-up
  - Mayor nivel de ruido debido a la vibración asíncrona
- Ruido debido a la fricción
  - escala con la fuerza de vibración  $\sim \text{mass} * A * \omega^2$
  - Mayor a bajas T: superficies más duras
- Señal independiente del campo (pequeña)
  - “crosstalk” entre el motor y la detección
  - offset  $< 1e^{-6}$  emu constante para una A y  $\omega$  dadas

# Mitigación señales parásitas

- Evitar roce en el coilset
  - Varilla y portamuestras rectos
  - Limpiar los centradores azules y reemplazarlos si están usados
  - Diámetro muestra < (coil set bore) – 2mm
  - Ruido o calentamiento a baja T:
    - Chequear fugas en la cámara de la muestra
    - Purga extendida
    - Testear la fricción del motor
      - travel de 65 mm a <10 mm, hysteresis uniforme y < 30 mA
  - Usar LBC (12mm)

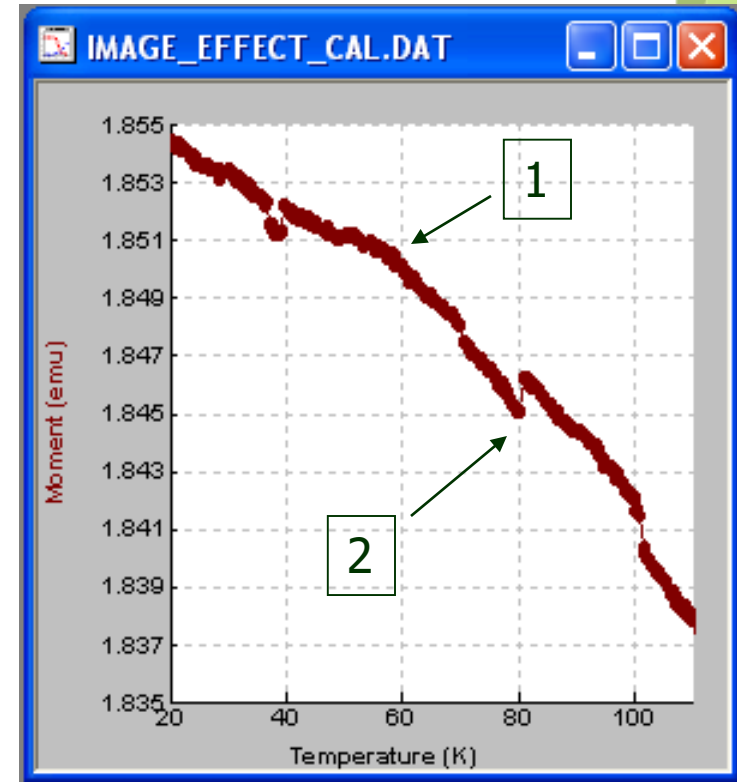


# Mitigación señales parásitas

- Cambiar la frecuencia de vibración
  - Señal bobina  $VSM \sim A * \omega$ 
    - usar  $2A$  y  $\omega/2$  da la misma señal,  $1/2$  fuerza
    - e.g. 40 Hz, 2 mm  $\rightarrow$  20 Hz, 4 mm
    - Frecuencias típicas en el rango 20 – 45 Hz
  - Acústica dewar/VSM es diferente en cada sistema. 40 Hz mejor frecuencia en promedio

# Otros artefactos

- **1** : contribución 60 – 80 K
  - error corrección image effect
  - Debe ser  $< 0.2\%$
  - M.Raw(prime) muestra los datos sin corregir, verificar
- **2** : steps y/o gaps en los datos
  - touchdown operation (action=2)
  - Los saltos son grandes cuando la señal de la muestra o el background varía mucho con z
    - ver VSM AN 1096-305



# Otros artefactos

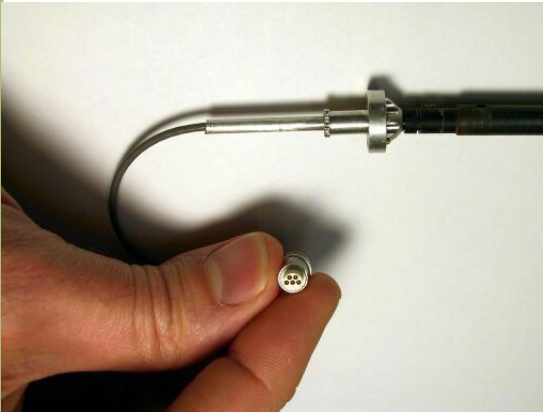
- Pico en torno 40 – 50 K
  - Orden magnético Oxígeno
  - Evitar contaminación con aire
  - No usar materiales porosos en el montaje (no usar cinta teflón)
  - ver MPMS AN 1014-210
- Ruido en m y valor alto en la señal de cuadratura
  - Mala sujeción muestra, no sigue la señal  $\sin(\omega t)$  del motor
  - ver VSM AN 1096-303
- “ciclo histéresis invertido”  $M(H)$  en materiales magnéticos blandos
  - Remanencia muestra es negativa tras ir a campos positivos
  - ver PPMS AN 1070-207

# Horno VSM

# Horno VSM

- Opción VSM extiende el rango de T hasta 1000 K
- Se calienta únicamente el portamuestras
- Medida en condición de alto vacío
- Velocidad calentamiento hasta 200 K/min
- Enfriamiento por radiación térmica
- No puede medir  $T < 300$  K
- Ver informe horno VSM en la página web SMF
  - [hornoVSM](#)

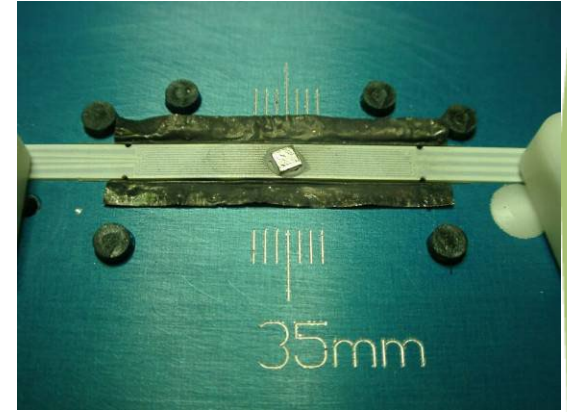
# Horno VSM HW



Varilla horno, conector superior de 5 cables que van al portamuestras



Portamuestras (stick) se conecta en la parte inferior de la varilla



Portamuestras con muestra estándar Ni

# Horno VSM HW

- Se usa el coilset estandar VSM
- Cámara de la muestra PPMS 295 K en alto vacío
- Se calienta una pequeña zona del portamuestras
  - únicamente  $\sim 1$  gramo portamuestras llega a 1000 K
  - Respuesta térmica muy rápida
- Cerámica de baja conductividad térmica aísla el portamuestras
  - Parte superior (conector)  $\sim 310$  K
- Termómetro incorporado en el portamuestras
- Portamuestras fácil de cambiar
- Puede llegar a 1100 K (Fe Tc = 1043 K)
  - Disminuye la vida del portamuestras (muy caro 925 €)

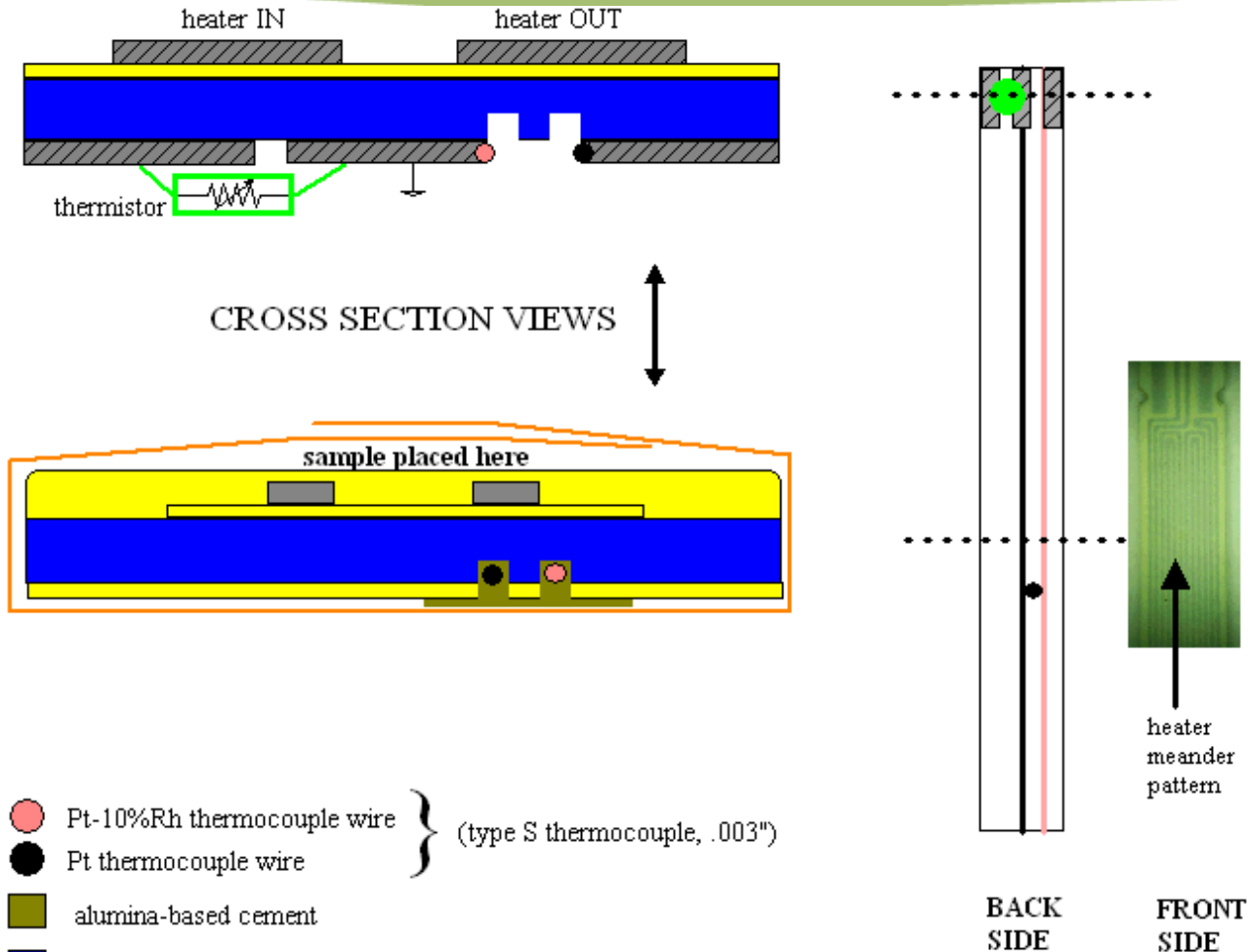
## Horno: Preparación muestras

- Muestras finas (<1mm espesor)
  - Ideal: lámina delgada 3mmx3mm
  - Alto gradiente térmico entre stick y Cu
  - T uniforme en la muestra
- La muestra se pega al stick con cemento (Zircar)
  - Parte heater (termómetro NO)
- Se envuelve con una lámina de cobre (50 mm espesor)
  - limpio y brillante (baja emisividad térmica)





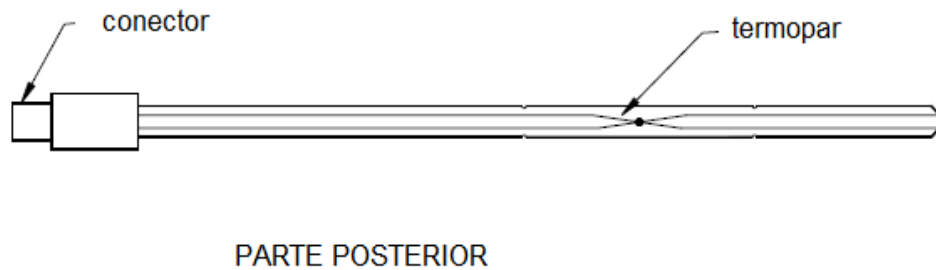
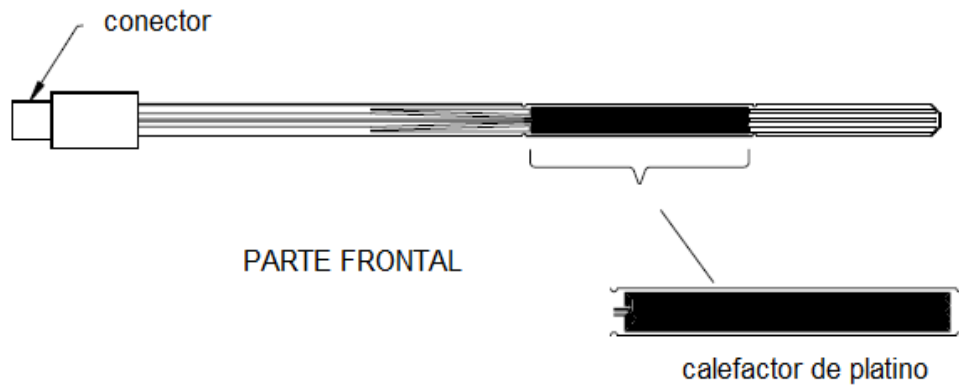
# horno VSM portamuestras



- Pt-10%Rh thermocouple wire
  - Pt thermocouple wire
  - alumina-based cement
  - YSZ substrate ( 0.020" thick)
  - heater element: platinum conductor
  - ▨ platinum contact pads
  - dielectric over- and underlayer
  - low emissivity copper foil shield (0.002")
- } (type S thermocouple, .003")

Opciones Medidas Magnéticas

# horno VSM portamuestras



# Horno VSM

## Control Temperatura

- El error absoluto de temperatura es máximo en torno a la  $T_c$  del Ni,  $T_c = 627$  K
- Calibración: medida  $T_c = 621$  K, error menor 1%
- En teoría:
  - 300-600 K: mala conductividad térmica zirconia, termómetro más frío que la muestra (calentador)
  - 600-1000 K:  $r \sim T^4$  homogeniza temperaturas parte superior e inferior



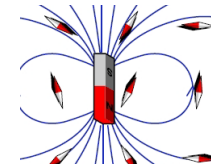
# CURSO USO DEL EQUIPO PPMS Y OPCIONES

## M1: Opciones Medidas Magnéticas

# Opciones de Medida

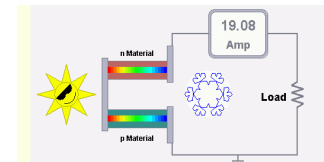
- **Medidas Magnéticas**

- 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



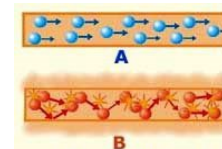
- **Medidas Térmicas**

- 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**

# Opción ACMS

## Esquema

- Principio de Operación
- Hardware
- Preparación e instalación de muestras
- Medidas: parámetros y secuencias
- Interpretación de resultados

# ACMS

## AC Measurement System

### Susceptómetro AC y Magnetómetro DC

- AC:  $\chi_{ac}(\omega, h_{ac}, T)$ 
  - 10 Hz a 10kHz
  - $H_{ac} = 2mOe$  a 17 Oe
  - 1.9 K a 350 K
  - Alta sensibilidad:  $5 \times 10^{-8}$  emu (10 kHz)
  - Anula background en cada punto
  - 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

### DC vs AC

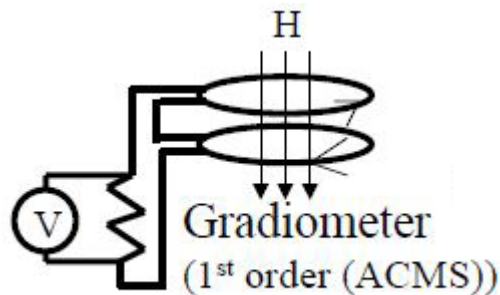
- "Susceptibilidad" =  $\chi$  = pendiente curva M/H
  - DC: X absoluta  $X_{dc} = M/H$
  - AC: X local  $\chi_{ac} = dM/dH$



# ACMS

## Principio de Operación DC

- Método extracción : la muestra se mueve rápidamente a través de un set de bobinas produciendo una señal característica
- Forma de onda es analizada por SW y se calcula el momento magnético que la genera

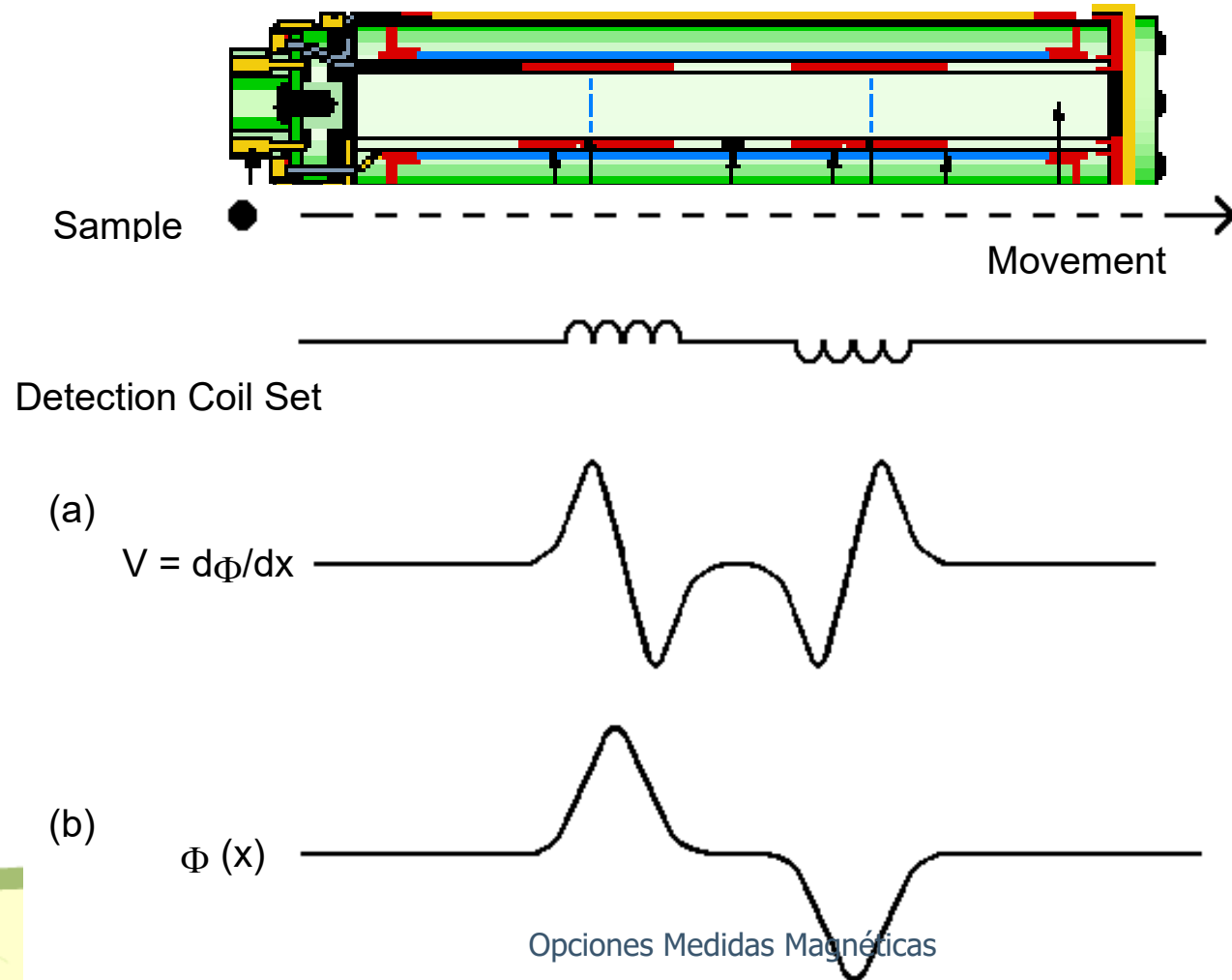


$$V = \frac{d\Phi}{dt} = \frac{d\Phi}{dz} \frac{dz}{dt} = \frac{d\Phi}{dt} v$$



# ACMS

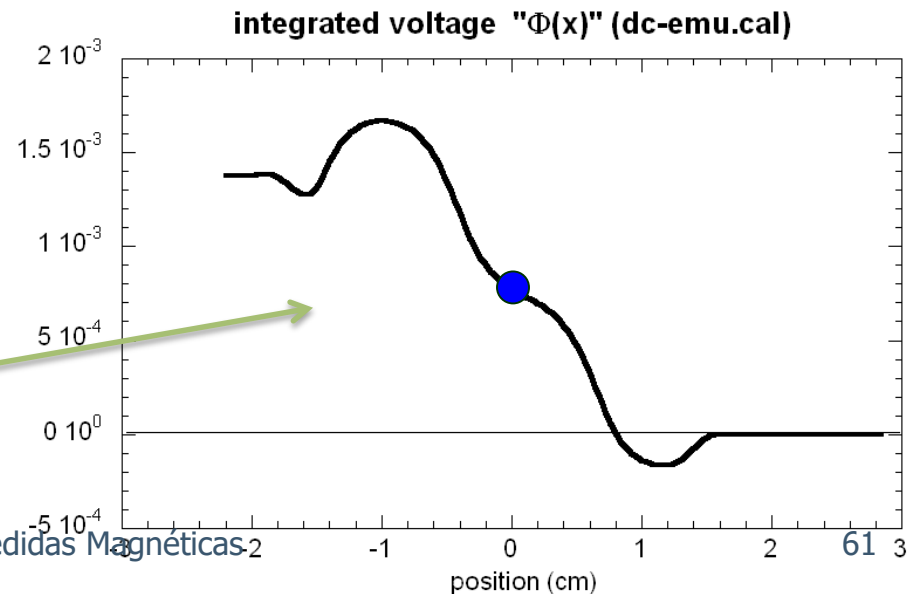
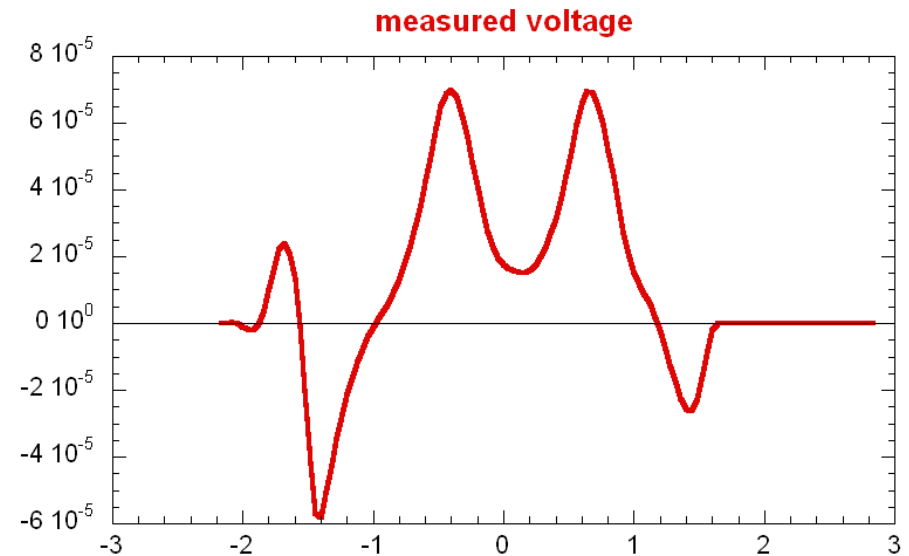
## Principio de Operación DC



# ACMS

## Principio de Operación DC

- El offset en el voltaje da lugar a una pendiente en el flujo  $\Phi(x)$  al integrarse
  - El offset se subtrae antes de analizar la integral
- Centro muestra: **centro inversión** curva  $\Phi(x)$
- Medida ACMS guarda las curvas del movimiento de la muestra de arriba a abajo (+2.8 to - 2.2 cm) en el fichero .raw
- Curva estándar de medida DC con centro inversión en  $x=0$ .



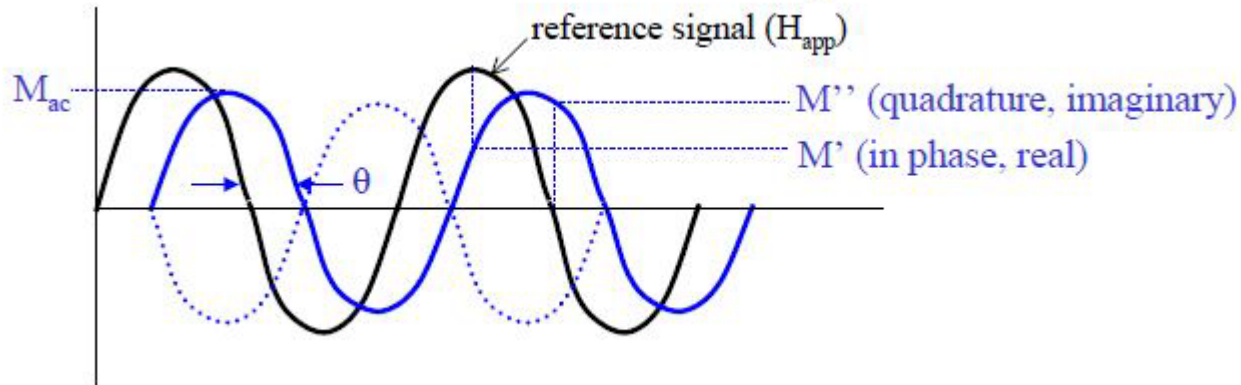
# ACMS

## Proceso medida DC

- 1) Fija ganancia (auto, sticky, fixed)
- 2) Mueve el transporte al fondo
- 3) Extrae la muestra ( $\sim 1$  m/s), lee voltaje(time)
  - Asume que el transporte se mueve a velocidad uniforme
  - Asume que la muestra se mueve con el transporte
- 4) Si el digitalizador se satura, reduce la ganancia y repite el proceso
- 5) Ajuste usando la waveform de referencia (dc-emu.cal)
- 6) Aplica correcciones: efecto imágenes, ganancia

# ACMS

## Principio de Operación AC



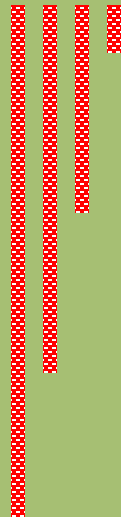
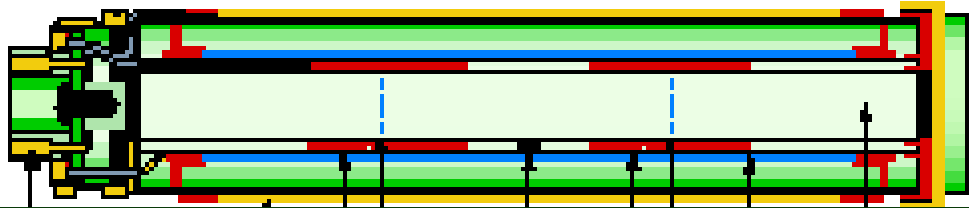
Bobina de excitación:  $H_{ac}$   
Bobina de detección:  $m_{ac}$

# ACMS

## Principio de Operación AC

## 5-point "BTBCC"

other N-point  
modes possible



Bottom (B1)

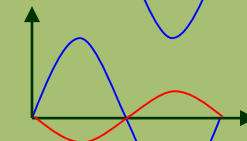
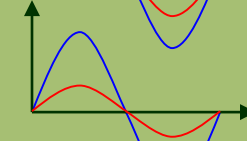
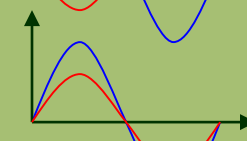
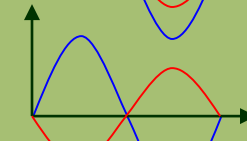
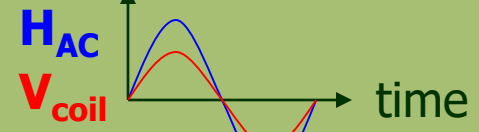
sample

Top (T1)

Bottom (B2)

Center (C1): cal coils +

Center (C2): cal coils -



Opciones Medidas Magnéticas

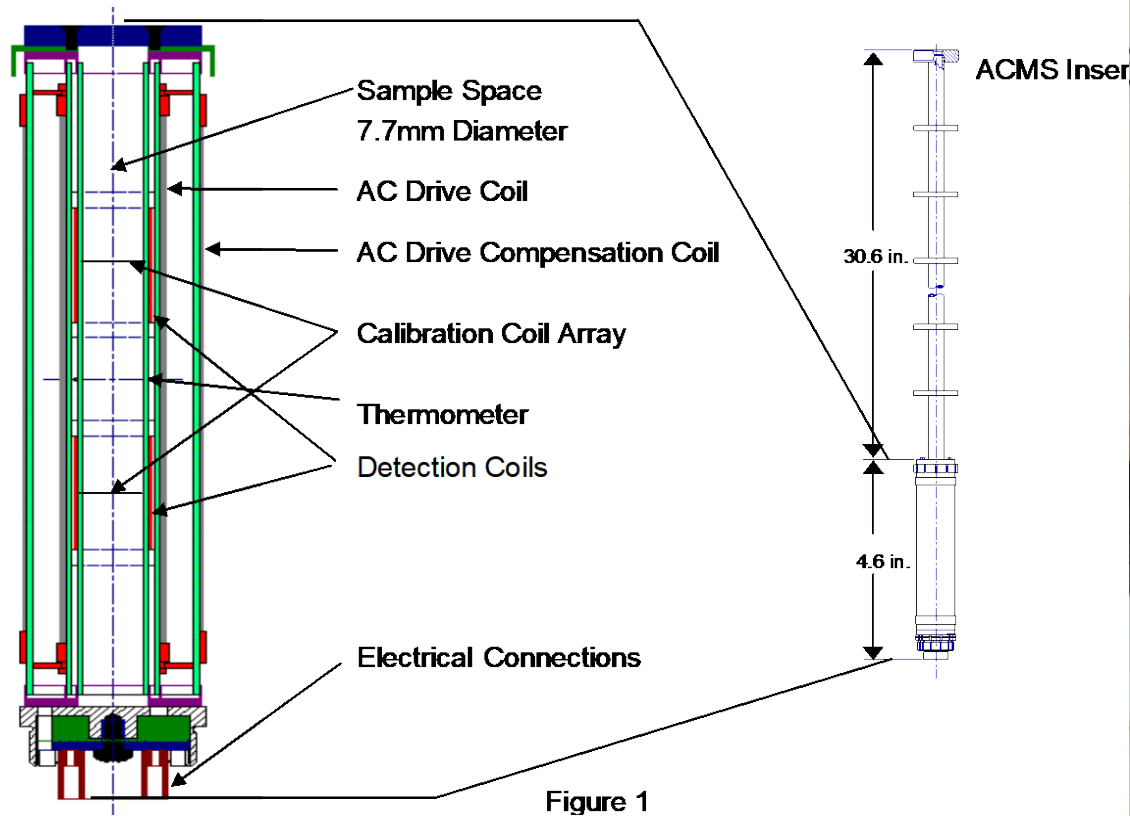
# ACMS

## Principio de Operación AC

## 5-point "BTBCC"

- B, T, C variables vectoriales (in-phase, quad.)...
- $(B_2 - B_1)/(t_{B2} - t_{B1}) = \text{deriva (t\u00e9rmica)}$ 
  - Se puede corregir la deriva t\u00e9rmica, pero para una mejor precisi\u00f3n es mejor variar T despacio o estabilizar en T
- Aplica la correcci\u00f3n por deriva a  $T_1 \rightarrow T_1'$
- Subtrae las se\u00f1ales de las bobinas de calibraci\u00f3n :  $C_1 - C_2 \rightarrow \Pi_{CC}$  factor correcci\u00f3n
  - $C_1, C_2$  el desbalance parece una se\u00f1al paramagn\u00e9tica
  - Elimina desfase debido al instrumento(muestras con una  $\chi''$  grande se tienen que centrar con gran precisi\u00f3n )
- AC moment =  $(B_1 - T_1') * \Pi_{CC} * \Pi_{image} * \Pi_{HW} * C$ 
  - $\Pi_{image}$  = Correcci\u00f3n 'image effect' (eddy current screening in chamber)
  - $\Pi_{HW}$  = otras correcciones HW
  - $C$  = factor calibraci\u00f3n ACMS

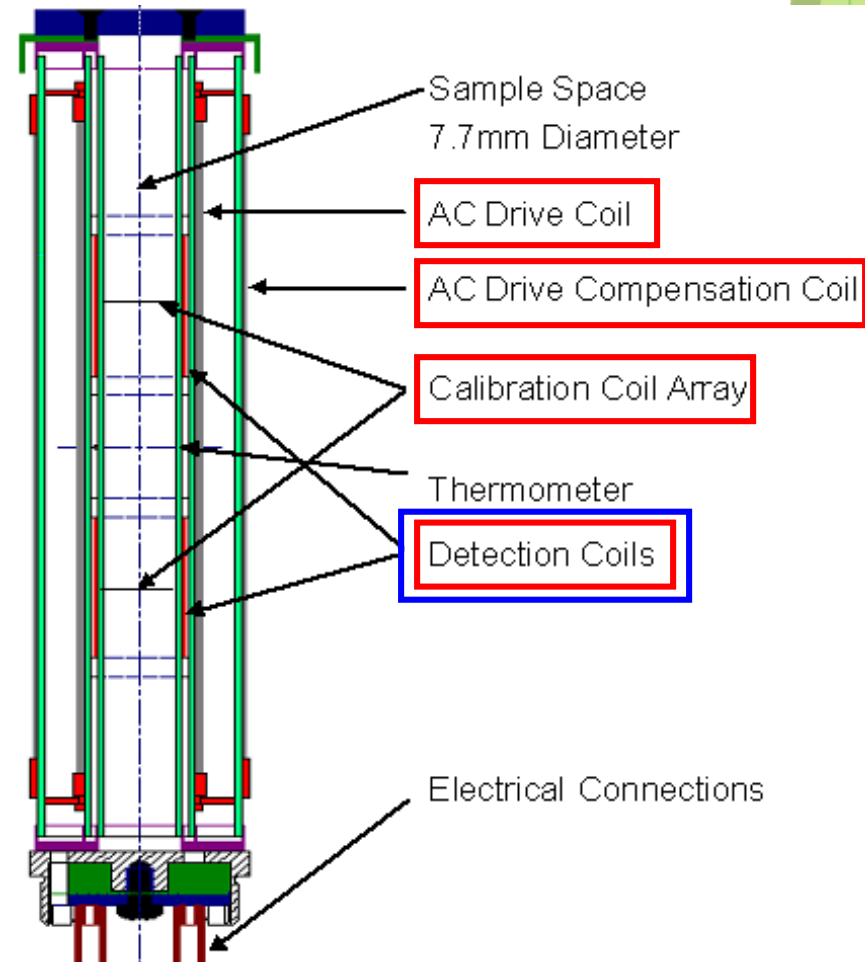
# ACMS Hardware



# ACMS Hardware

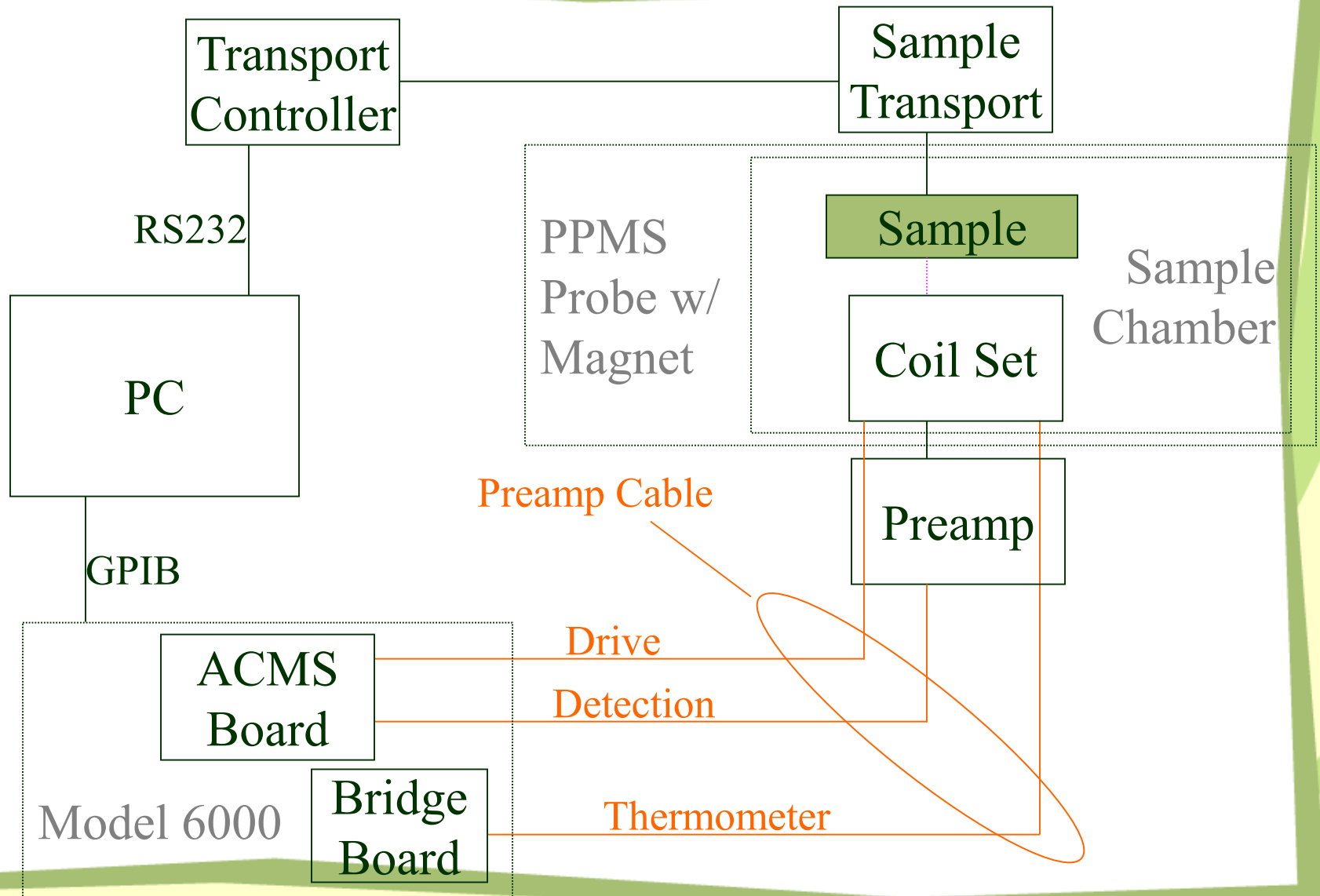
## Coilset: AC vs DC

- Bobinas necesarias para las medidas AC
- Únicamente las bobinas de detección son necesarias para las medidas DC por extracción





# ACMS Hardware



# ACMS Hardware

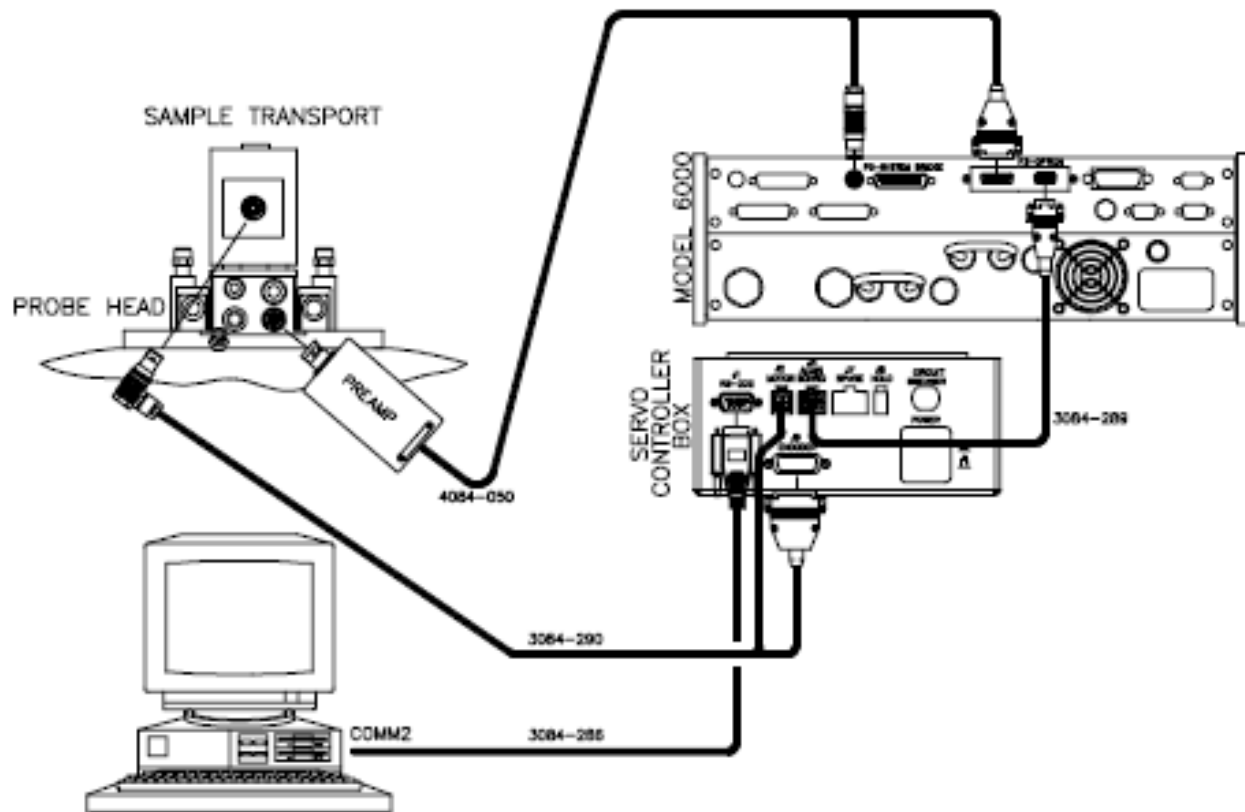
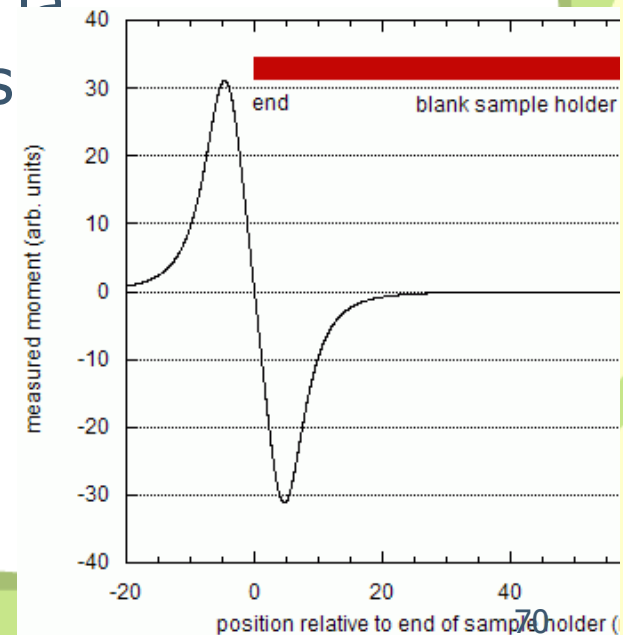


Figure 2-3. ACMS Connections

# ACMS

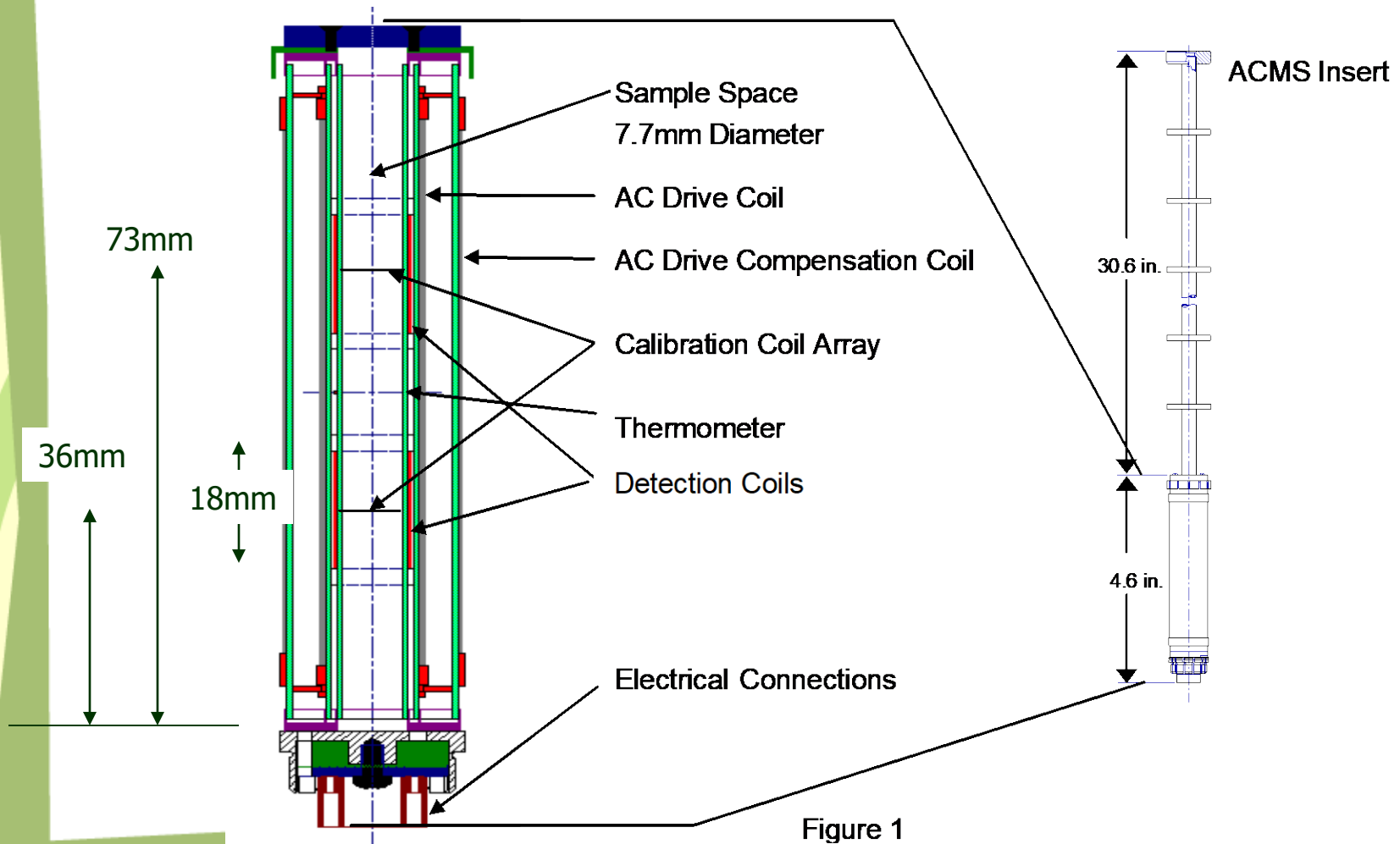
## Preparación e Instalación muestras

- Muestra se coloca al extremo del portamuestras
  - La muestra debe quedar por debajo de las bobinas para el centrado tanto AC como DC
  - Hay un efecto en la señal debido a la inhomogeneidad del portamuestras
- DC extracción: gran aceleración
  - Fijar muestra fuertemente
  - AC: aceleración pequeña



# ACMS

## Preparación e Instalación muestras



# ACMS

## Preparación e Instalación muestras

**Altura muestra <5mm** (bobinas son de 18 mm altura)

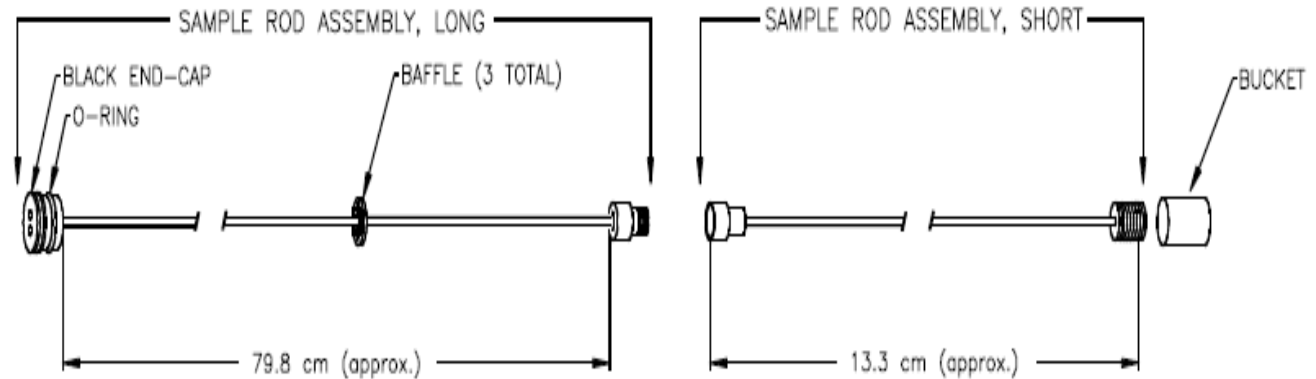
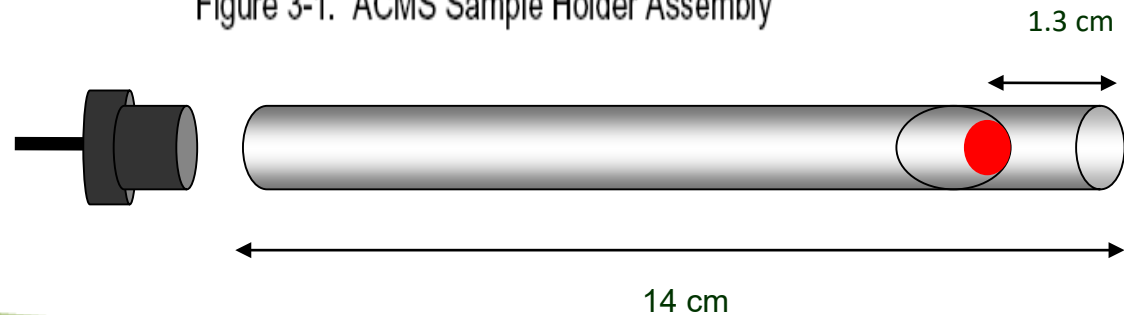


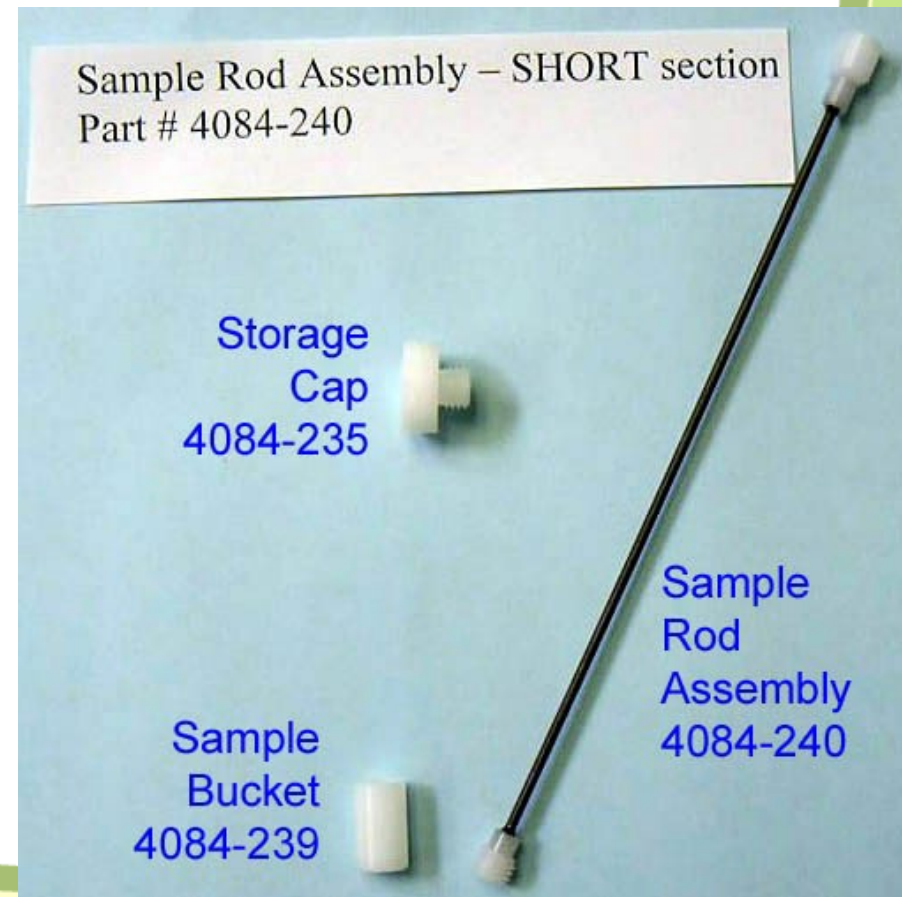
Figure 3-1. ACMS Sample Holder Assembly



# ACMS

## Preparación e Instalación muestras

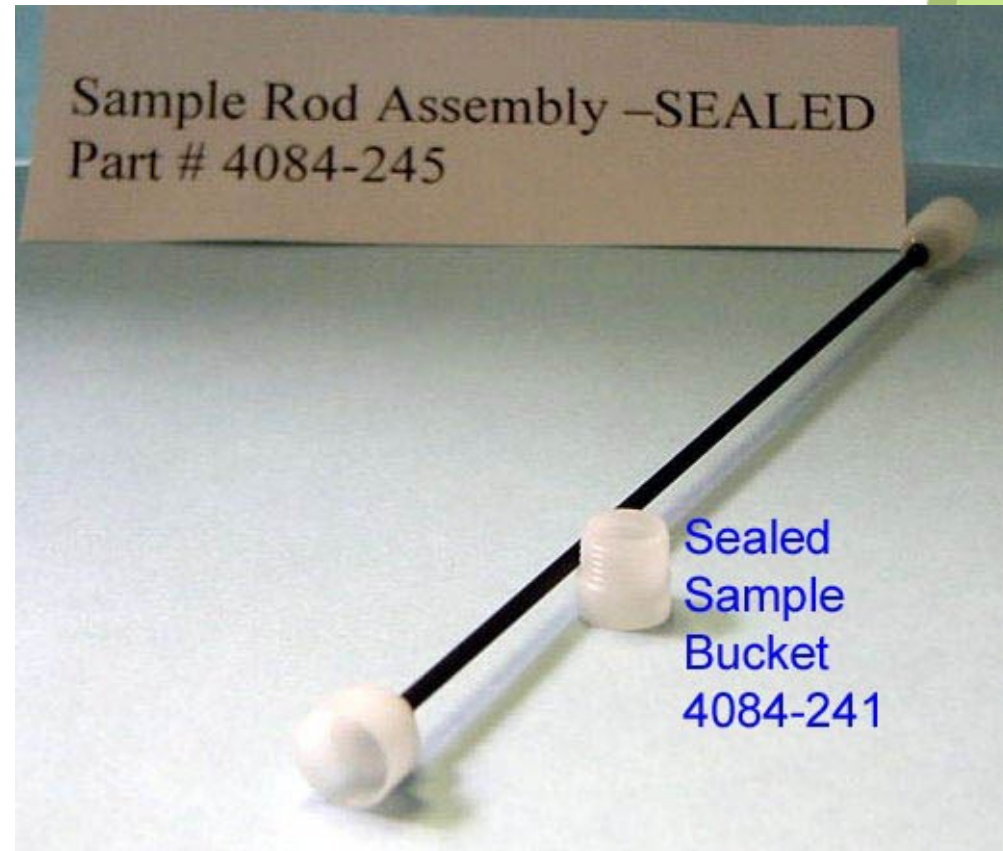
- El bucket se enrosca en la varilla sujetando la muestra
- Muestras sólidas o en polvo
- Alta señal de background debida al plástico y la fibra de carbono
  - No usar para muestras con poca señal



# ACMS

## Preparación e Instalación muestras

- Rosca más fina
- Deja cavidad
  - Se tiene que inmovilizar la muestra (problema para medidas DC)
- Aplicando grasa en la rosca puede sellar líquidos
  - Testear estanqueidad!
- Alto background





# ACMS

## Centrado muestra

'Sample location'

- **Centrado AC**

Mueve la muestra en pasos a través de la bobina de detección mientras aplica el campo Hac → detecta la amplitud AC en función de la posición.

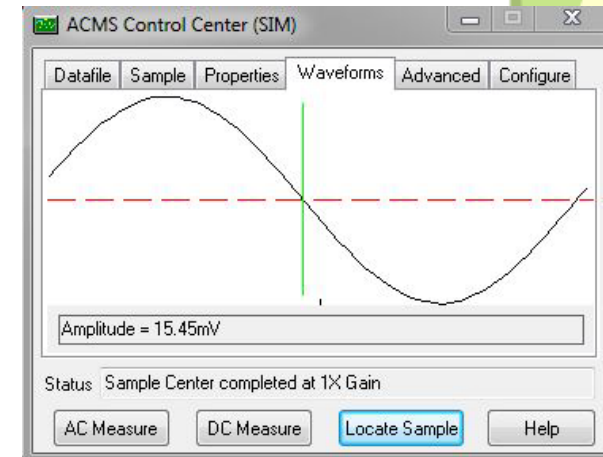
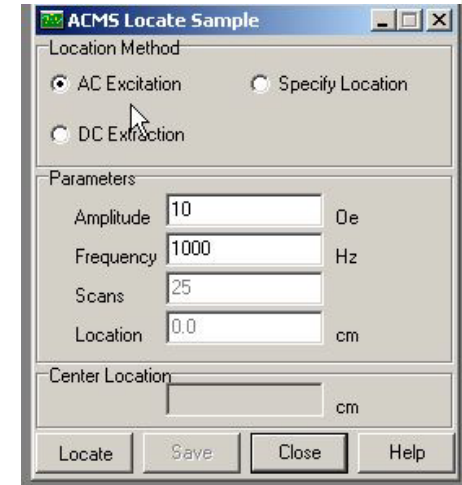
- **Centrado DC**

- Extracción muestra a lo largo de todo el recorrido → detecta voltaje DC función posición
- Requiere un campo Hdc en la mayoría de las muestras

- Resultado debería ser similar.

- Posición muestra cambia con la temperatura

- Center location entre -0.4 y +0.4 (bucket +0.5 OK)



Location + → subir muestra  
Location - → bajar muestra



# ACMS Medidas

- DC
  - Análisis linear vs. non-linear
    - Linear mode: sample center = location ( $< 10^{-3}$  emu)
    - Non-linear mode: DC position es una variable usada en el cálculo para el ajuste ( $m > 10^{-2}$  emu)
  - (ver AN 1084-310)
- AC
  - Compromiso T, A,  $\omega$  y tiempo
  - Usar medidas 5 puntos
    - Corrige derivas
    - Calibra la fase y amplitud

Table 4-4. Maximum AC Field Amplitude (Oe) to Avoid Warming

Measurement Time (sec)	Temperature (K)	Frequency (Hz)			
		10	100	1,000	10,000
0.1	1.9	10	10	10	3.5
	4	17	17	17	6
	10	17	17	17	17
	20	17	17	17	17
	25	17	17	17	17
1	1.9	5	5	4	1
	4	10	8	8	3
	10	17	17	17	10
	20	17	17	17	17
	25	17	17	17	17
10	1.9	3	3	2.5	1
	4	10	6	6	2
	10	14	14	14	6
	50	17	17	17	14
	25	17	17	17	17

MEASUREMENT MODE	WHERE MEASUREMENTS ARE TAKEN	SUGGESTED USE
Five Point	(1) Bottom detection coil (2) Top detection coil (3) Bottom detection coil (4) Center of coil array (5) Center of coil array	Use for most accurate phase and calibration information.  Use if temperature is unstable or if temperature will change during measurement. Bottom-top-bottom measurement cancels effect of temperature drift.
Four Point	(1) Bottom detection coil (2) Top detection coil (3) Center of coil array (4) Center of coil array	Use for accurate phase and calibration information if temperature is stable and will not change during measurement.
Three Point	(1) Bottom detection coil (2) Top detection coil (3) Bottom detection coil	Use for faster, but less accurate, measurements.  Three-point measurement uses calibration from previous four- or five-point measurement. <i>You must have run a four- or five-point measurement prior to running a three-point measurement.</i>
Two Point	(1) Bottom detection coil (2) Top detection coil	Use for faster, but less accurate, measurements.  Two-point measurement uses calibration from previous four- or five-point measurement. <i>You must have run a four- or five-point measurement prior to running a two-point measurement.</i>
One Point	(1) Bottom detection coil	Use for fastest, but least accurate, measurements.  One-point measurement uses calibration from previous four- or five-point measurement. <i>You must have run a four- or five-point measurement prior to running a one-point measurement.</i>

# ACMS Secuencias

- 5Pt-AC.seq
  - Medida AC por 5 puntos repetida 30 veces a cada frecuencia
- $X_{ac}(T, \omega)$ .seq
  - Medida AC por 5 puntos en función de la frecuencia a baja T
- Delrin bucket background.seq
  - Medida DC: M(H) y M(T) usando modo lineal y no lineal

# ACMS Interpretación datos

- Ficheros de datos
  - \*.DAT: valor final procesado de la respuesta magnética
  - \*.RAW: curvas de voltaje originales
- Posibles artefactos
  - Magnetismo oxígeno: 43 - 54 K
  - Desfase debido al Inconel (feedthroughs): 25 - 35 K. Ver AN AR04.
  - Efecto 'imagen' debido al cobre de la cámara de la muestra
- Validar con muestras estándar (calibrantes)

# ACMS Interpretación datos

## \*.DAT file

Cantidades **AC** o **DC** únicamente

- *Amplitude(Oe)*: valor pico de amplitud campo magnético AC
- *M-DC*: momento DC
- $M'(emu) = \chi' \cdot Amplitud$
- $Moment(emu) = \sqrt{\{(M')^2 + (M'')^2\}}$ : magnitud momento AC
- *Phase(deg)*: fase relativa a una respuesta paramagnética
- *Sample Center(cm)*: sample location (cero es la posición ideal) del último centrado
- *DC Position(cm)*: determinado del ajuste a la curva de extracción; irregularidades indican que el algoritmo no encuentra la muestra de forma fiable

# ACMS Interpretación datos

## \*.RAW file

Cantidades **AC** o **DC** únicamente

- *Position(cm)*: posición motor durante extracción
- *Signal(mV)*: en AC, muestra la forma final obtenida tras análisis por N-puntos; en DC, el voltaje durante la extracción
  - DC: pintar señal vs. posición para ver si hay problemas (pegado muestra, cargas estáticas, motor)
  - AC: pintar señal vs tiempo para ver la forma de onda AC (distorsión por interferencias de armónicos)



Servicio General de Apoyo  
a la Investigación - SAI

**Universidad** Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

# CURSO USO DEL EQUIPO PPMS Y OPCIONES

Opción TS

Adriana I. Figueroa García

# Outline

- Theoretical framework of TS
- TS measurement systems developed up to date
- TS setup at SMF
  - Hardware
  - Sample preparation
  - Measurement process
  - Software
- Examples
- Practicals

# Magnetic Susceptibility, $\chi$

- Defined as the degree of magnetization of a material in response to an applied magnetic field

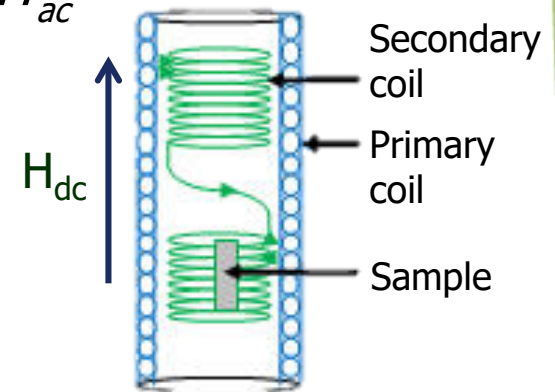
- Equilibrium magnetic properties:  $\chi_{dc} = \frac{M}{H_{dc}}$

- Timescale of magnetization processes:

$$\chi_{ac} = \frac{dM}{dH_{ac}}$$

- Some valuable information obtained from  $\chi_{ac}$  measurements:

- Spin dynamics
- Phase transitions
- Relaxation in NPs systems
- Particle interactions



Mutual inductance ac susceptometer

**IMPORTANT:  $\chi$  is a tensor!**



# Transverse susceptibility - TS

- Susceptibility tensor for a single SW particle

$$\chi_{ij} = \left( \frac{dM_i}{dH_j} \right)$$

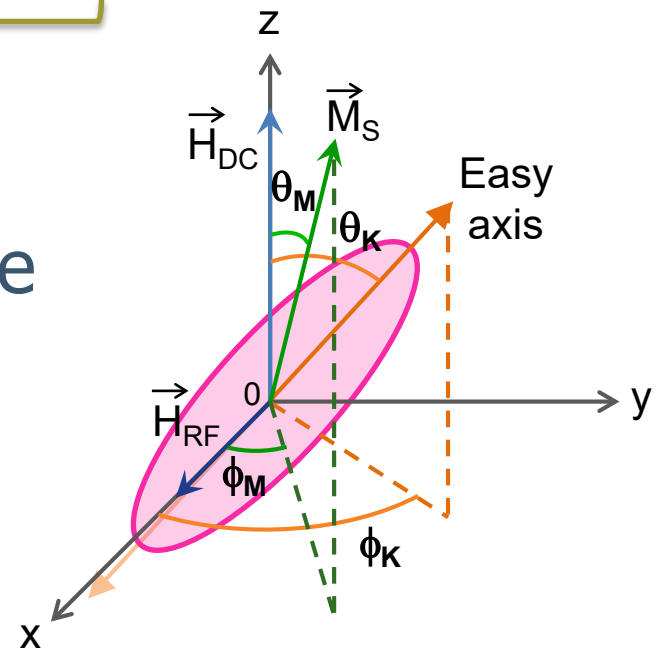
$$\chi_L = \left( \frac{dM_z}{dH_z} \right)$$

longitudinal

$$\chi_{T1} = \left( \frac{dM_x}{dH_x} \right) \quad \chi_{T2} = \left( \frac{dM_y}{dH_y} \right)$$

transversal

- TS: measurement of the magnetic susceptibility in one direction while an external magnetic field is applied perpendicular to the measurement direction



# Transverse susceptibility - TS

Aharoni *et al.* arrived at the expression for the  $H_{DC}$ -dependent TS of a single Stoner – Wohlfarth particle:

$$\chi_t = \frac{3}{2} \chi_0 \left( \cos^2 \phi_K \frac{\cos^2 \theta_M}{h \cos \theta_M + \cos 2(\theta_M + \theta_K)} + \sin^2 \phi_K \frac{\sin(\theta_K - \theta_M)}{h \sin \theta_K} \right)$$

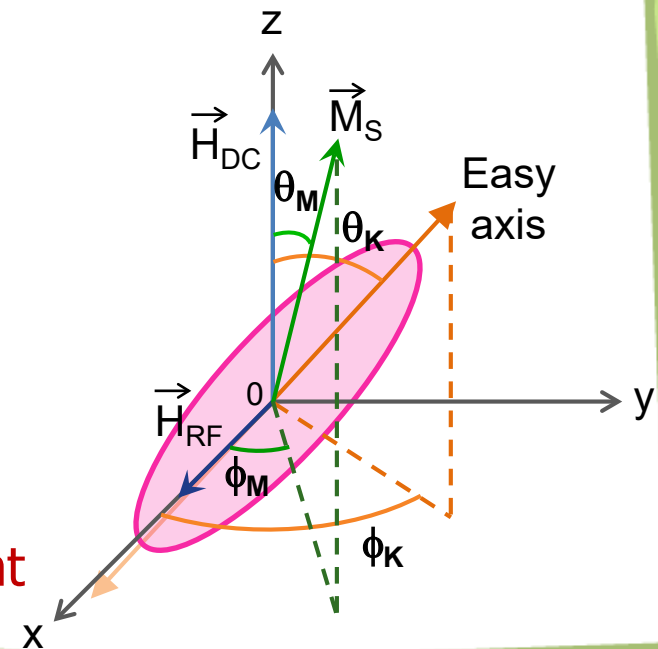
with:

$$h = H_K / H_{DC} \quad \text{Reduced field}$$

$$H_K = 2K_{eff} / M_S \quad \text{Anisotropy field}$$

$$\chi_0 = M_S^2 / 3K_{eff} \quad \text{Initial susceptibility}$$

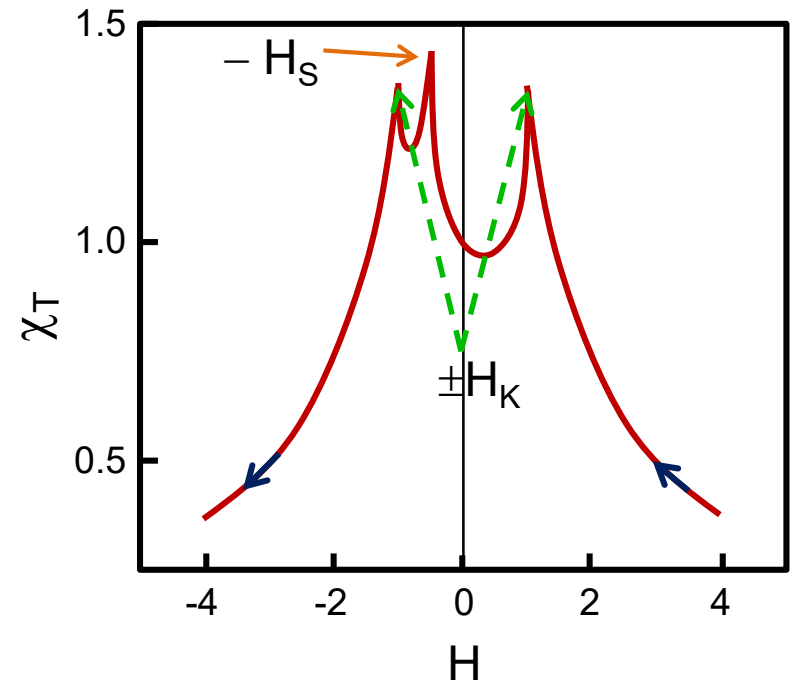
$$K_{eff} \quad \text{Effective anisotropy constant}$$



# Transverse susceptibility – TS

Direct probe of  $H_K$

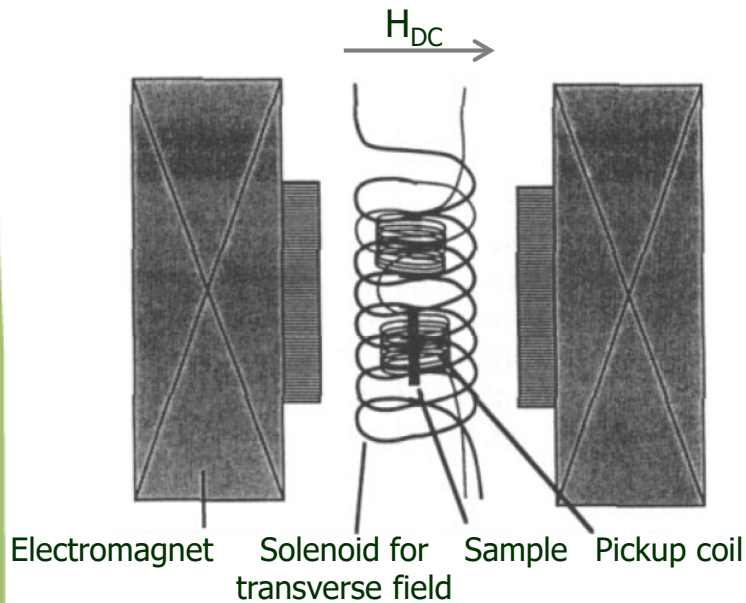
- Study of:
  - Magnetic anisotropy
  - Magnetization reversal processes
  - Magnetic transitions
- Strongly influenced by:
  - Interparticle interaction
  - Texture
  - Anisotropy field distribution



Typical TS unipolar curve for a collection of randomly oriented NPs

$$H_K = \frac{2K_{eff}}{M_S}$$

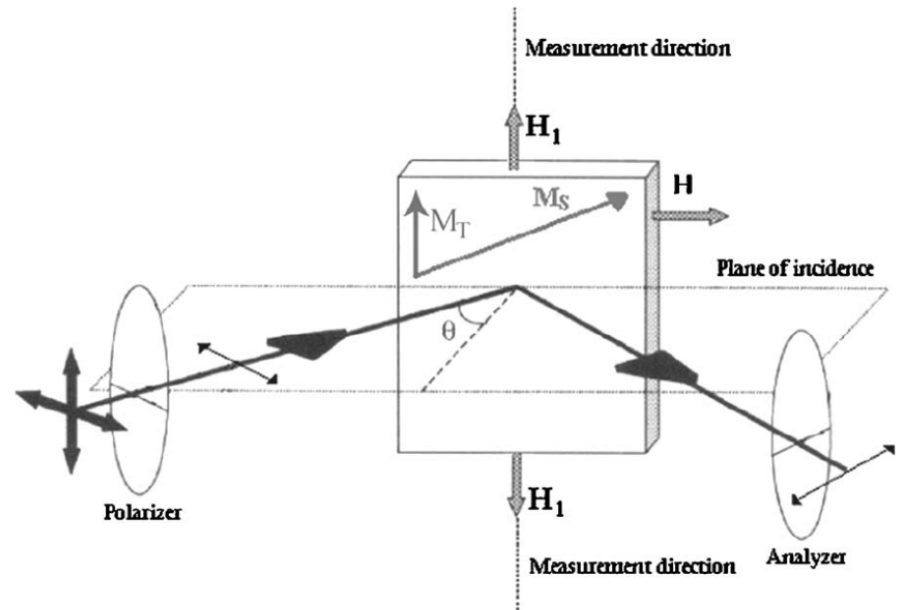
# TS Measurement techniques



Conventional electromagnet setup

[2] L. Pareti and G. Turilli. *J. Appl. Phys.* **61**, 5098 (1987)

[3] A. Hoare, *et. al. J. Phys. D: Appl. Phys.* **26**, 461-468 (1993)



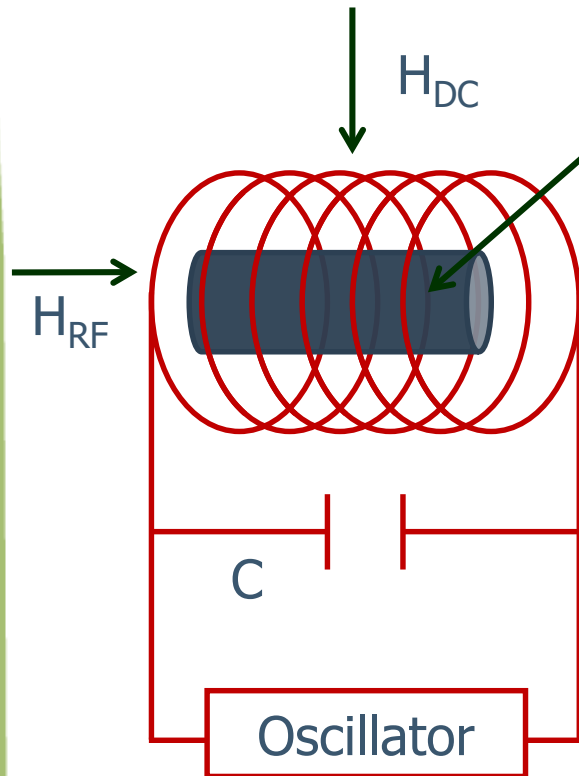
Magneto-optical setup

[4] M.C. Contreras, *et. al. J. Magn. Magn. Mater.* **175**, 64-78 (1997)

Direct measurement of  $\chi_T = \left( \frac{dM}{dH_{trans}} \right)$

# RF – TS measurement system for the PPMS

## Self-resonant methods to measure TS



Gel cap with sample  
 $\mu = \mu_0(1+\chi)$

$$\text{Inductance, } L = \mu_0 \left( \frac{N}{l} \right)^2 (V_0 + \chi V_s)$$

A change in inductance is proportional to a change in susceptibility

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{\Delta \chi V_s}{V_0 + \chi V_s} \approx \frac{\Delta \chi}{\chi}$$

Resonance frequency,

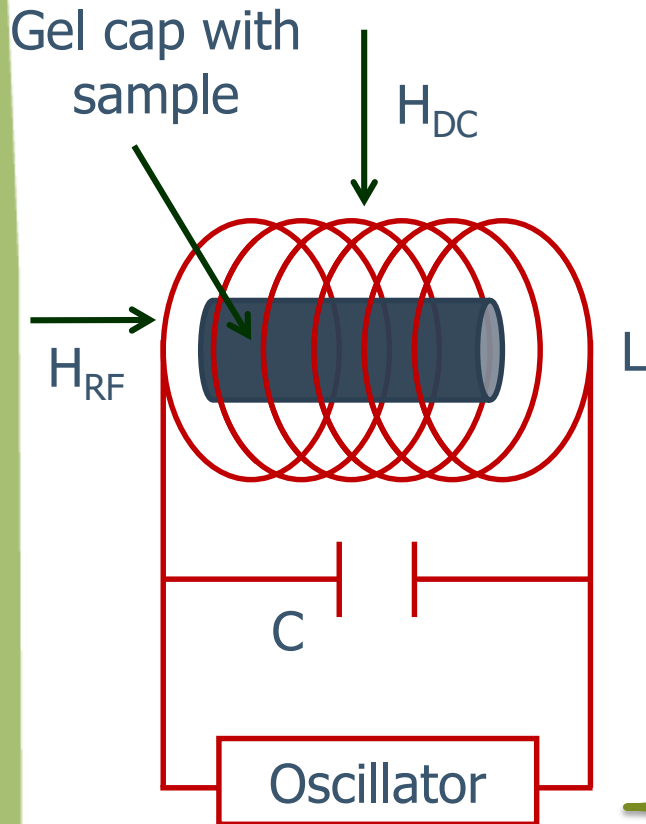
$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$

A change in frequency is proportional to a change in susceptibility

$$\frac{\Delta f}{f} \approx -\frac{\Delta L}{2L} \propto \frac{\Delta \chi}{\chi}$$

# RF – TS measurement system for the PPMS

## Self-resonant methods to measure TS



We measure a change in frequency from  $+H^{sat}$  to  $-H^{sat}$ , and viceversa

$$\frac{\Delta\chi_T}{\chi_T} \% \propto \frac{\Delta f}{f} \% = \frac{[f(H) - f^{Sat}]}{f^{Sat}} \times 100$$

- TDO based circuit

[5] H. Srikanth, J. Wiggins, and H. Rees, *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 3097 (1999).

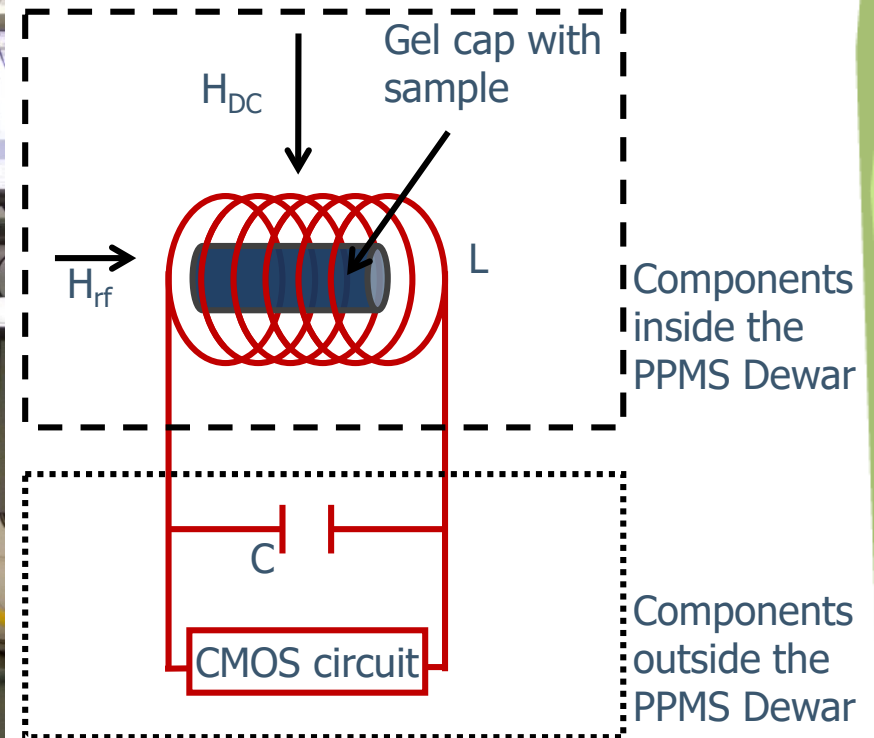
- CMOS cross coupled circuit

[6] P. A. Martínez and B. M. Monge, *Int. J. Electron.* **92**, 619 (2005)

[7] A. I. Figueroa *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.* **324**, 2669 (2012)

# TS measurement system at the SAI-Unizar

## PPMS-9T





# TS measurement system at the SAI-Unizar MFP for the PPMS

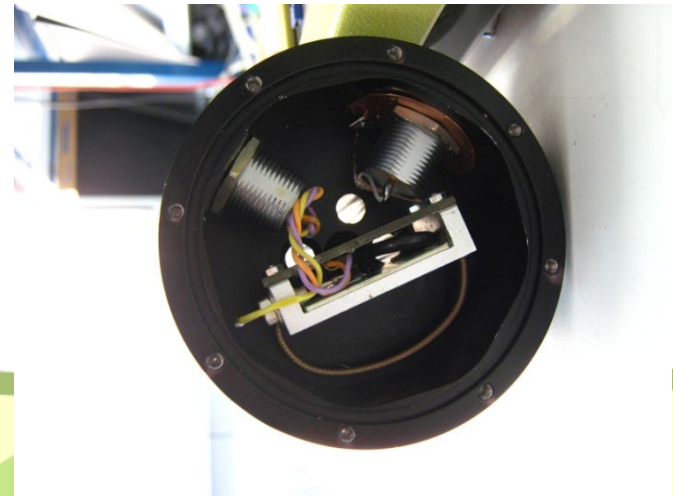
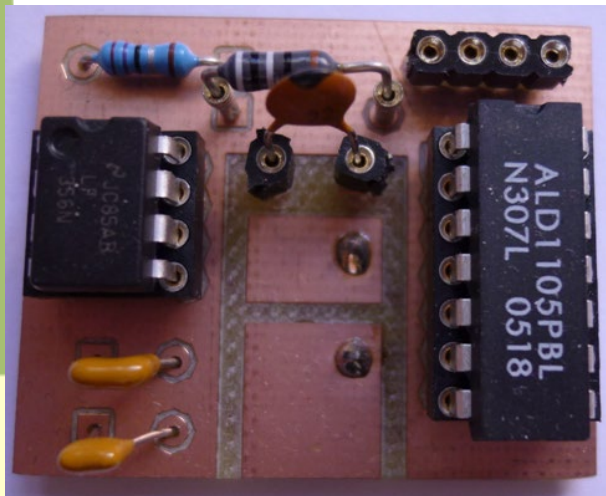
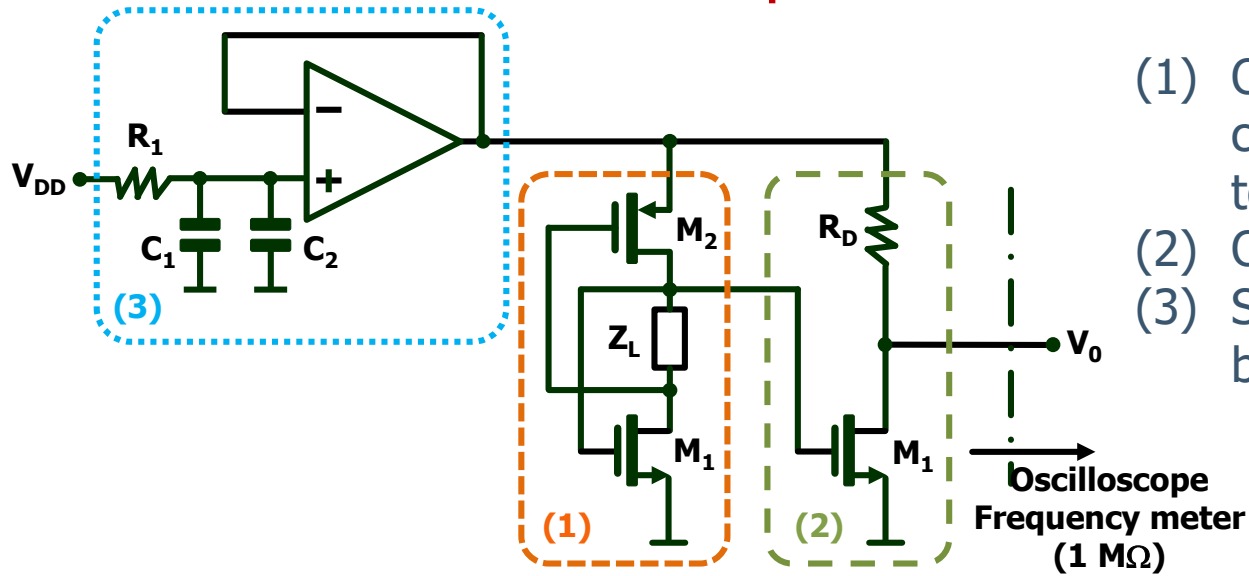
- Multifunctional probe for the PPMS adapted to hold the RF oscillating circuit
- T and  $H_{DC}$  controlled by the PPMS
  - $T = 1.8\text{K} - 400\text{K}$
  - $\mu_0 H_{DC} = 0 - 14\text{ T}$





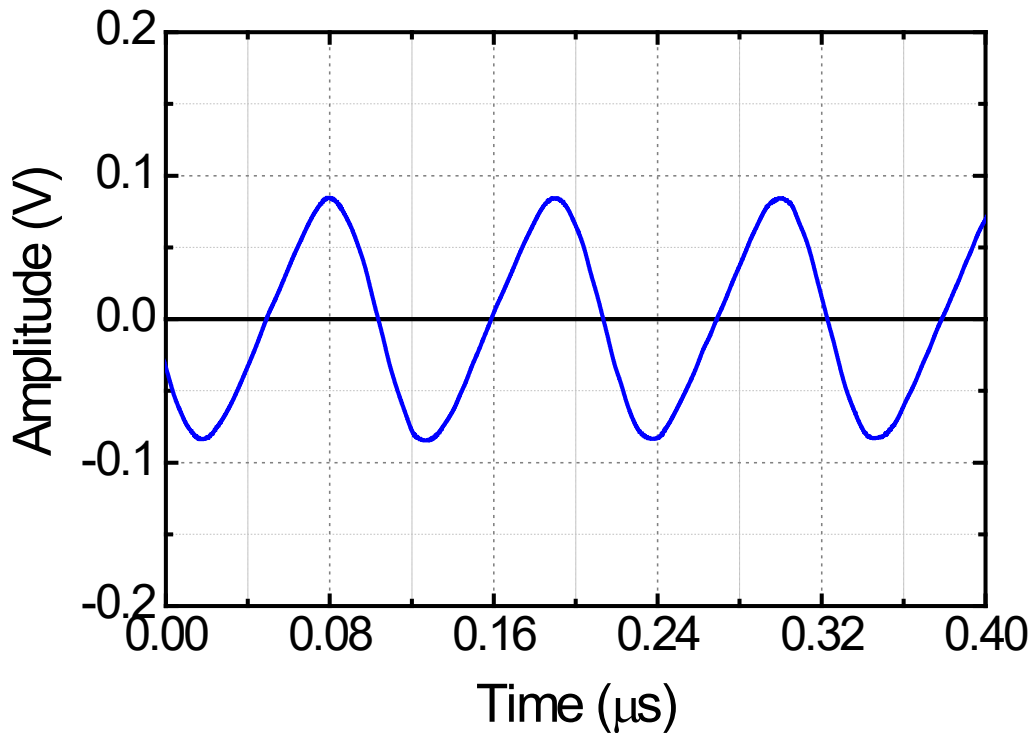
# TS measurement system at the SAI-Unizar

## CMOS cross coupled oscillator circuit



# TS measurement system at the SAI-Unizar

## Resonance frequency



Oscillator circuit  
operation  
specifications:

$$L = 2.8 \mu\text{H}$$

$$C = 22 \text{ pF}$$

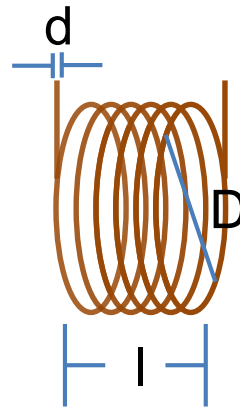
$$f_0 = 9.53 \text{ MHz}$$

$$V_{\text{DD}} = 6 - 13 \text{ V}$$

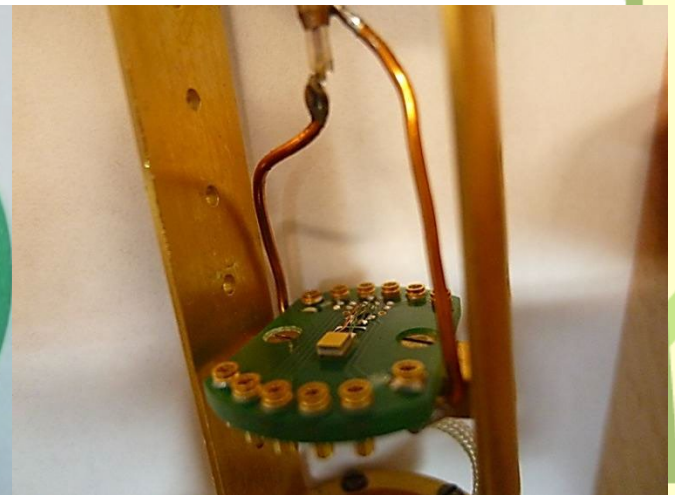
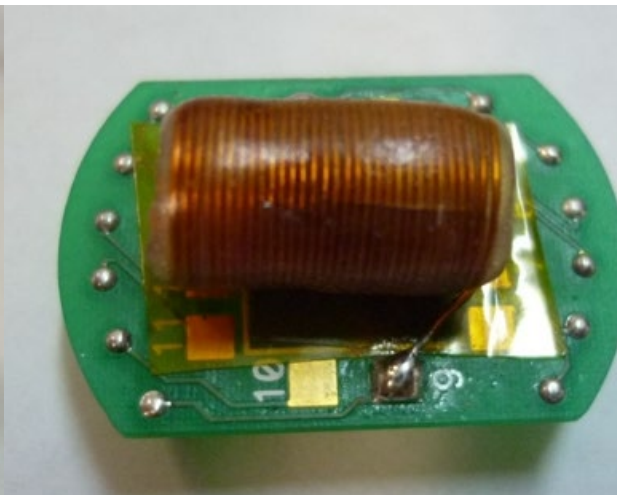
# TS measurement system at the SAI-Unizar

## Plug-in coil - sample holder

Coil dimensions designed to hold a conventional gel-cap for SQUID and PPMS measurements



$L = 2.8 \mu\text{H}$   
Longitude,  $l$ : 11 mm  
Inner diameter,  $D$ : 5 mm  
Number of turns,  $N$ : 31  
Wire diameter,  $d$ : 0.3 mm

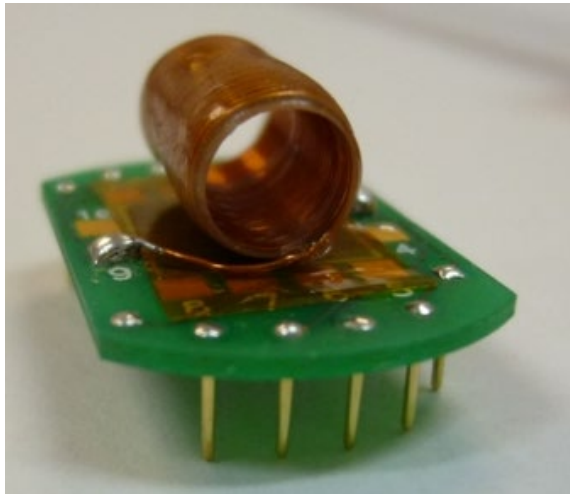


# TS measurement system at the SAI-Unizar

## Sample specifications

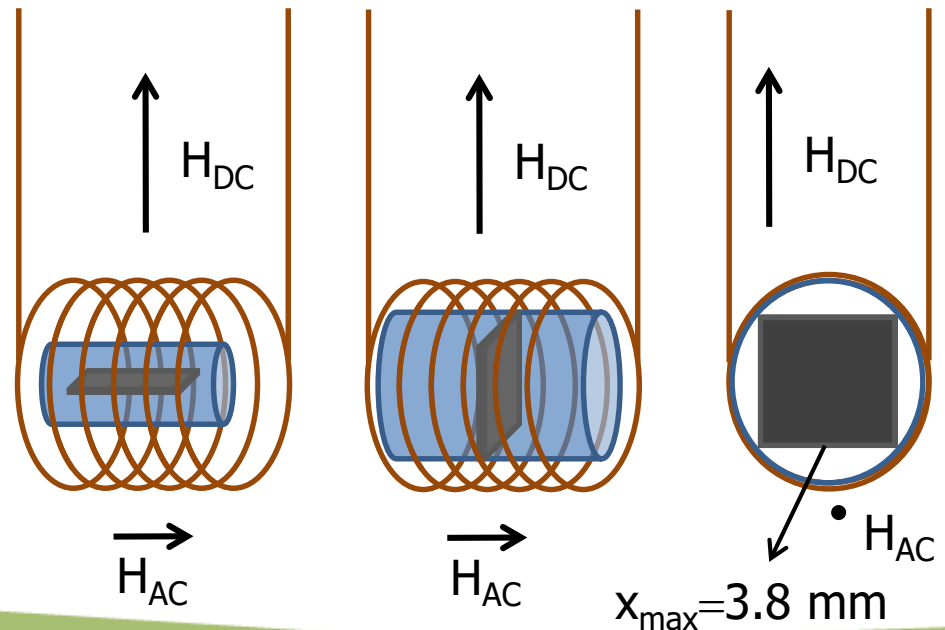
### Samples in powder form

Conventional gel-cap for SQUID  
and PPMS measurements  
 $D=5$  mm



### Films

Different configurations  
limited by dimensions of  
the coil



Sensitivity:  $2 \times 10^{-6}$  emu

# TS measurement system at the SAI-Unizar

## Sample specifications

### Problematic samples

- Samples with low magnetic signal
  - Problems with the background signal of the empty coil
- Conductive materials:
  - high frequency applications require materials with high electrical resistivity to keep low eddy currents
- Samples with some semiconducting substrates (Si)



# Measurement Process

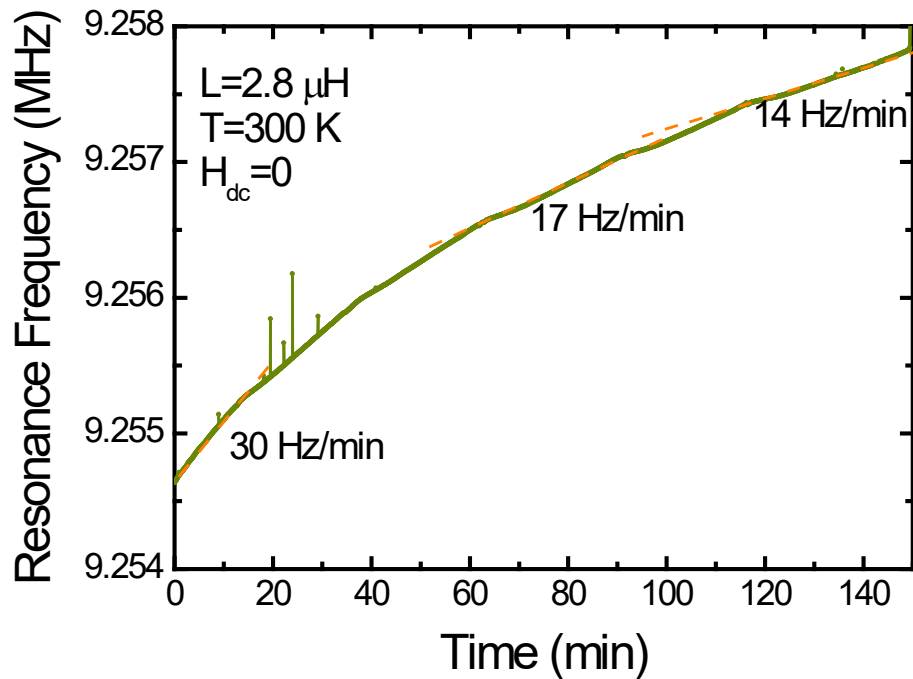


- (1) Install insert
- (2) Plug in the frequency counter and power supply to the insert's head
- (3) Turn on all external equipment and adjust the voltage between  $V=6\text{ V} - 13\text{ V}$  until resonance
- (4) Prepare measurement sequence

# Measurement Process (Empty Coil)

## Stability of the frequency – drift

Drift with time



Reduction of drift with time

This drift is easy to correct but let the circuit stabilize for a while.

# Measurement Process

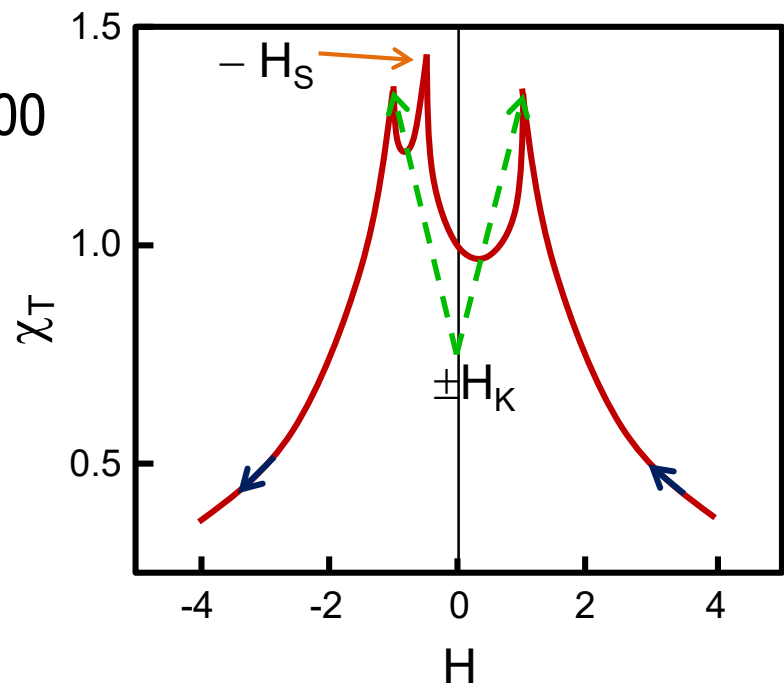
## Measurement at fixed T, varying the applied field H

- (1) Measure the resonance frequency from  $+H^{\text{sat}}$  to  $-H^{\text{sat}}$ , and viceversa
- (2) Calculate the TS ratio

$$\frac{\Delta\chi_T}{\chi_T} \% \propto \frac{\Delta f}{f} \% = \frac{[f^{\text{Sat}} - f(H)]}{f^{\text{Sat}}} \times 100$$

with  $f^{\text{Sat}}$  the frequency measured at  $H^{\text{Sat}}$

- (3) Correct drift
- (4) Repeat the procedure for different T

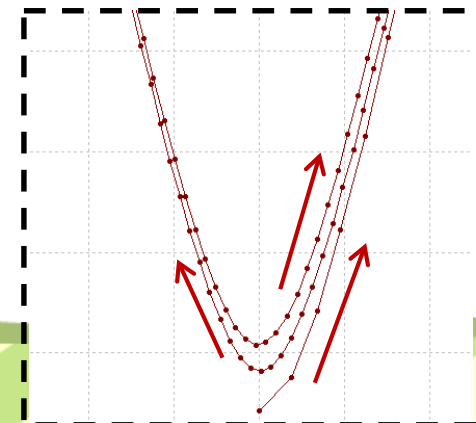
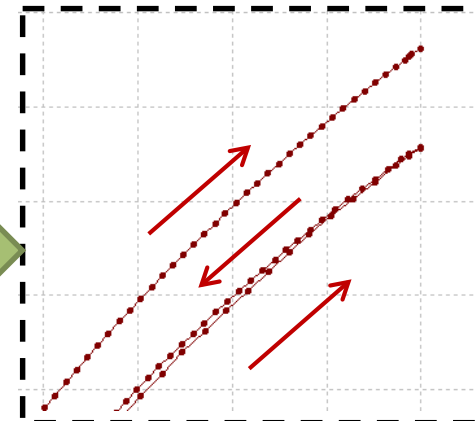
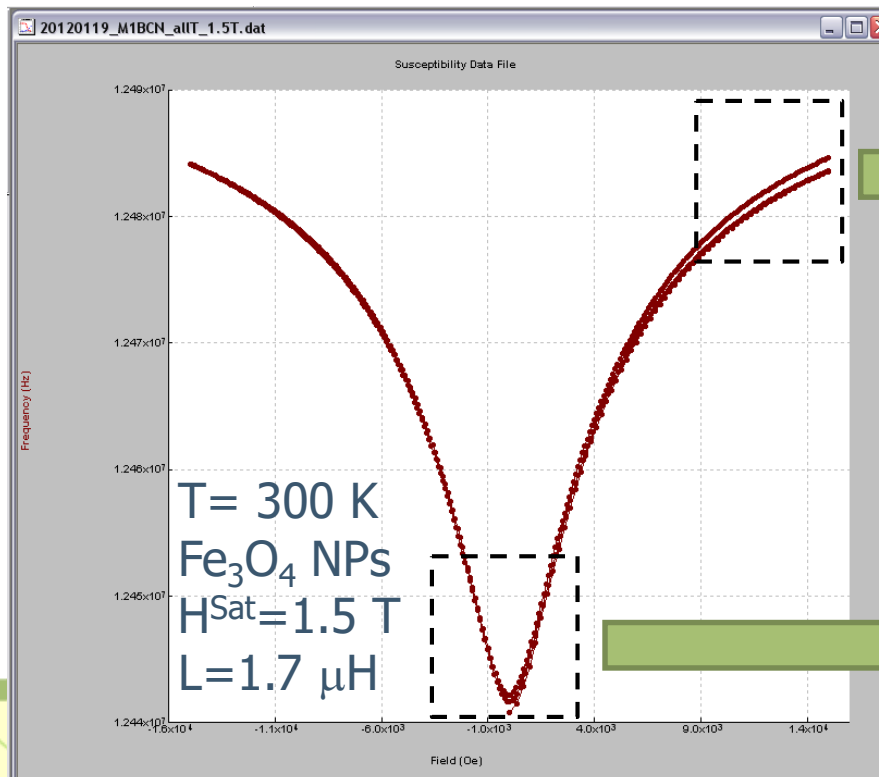




# Measurement Process

Measurement at fixed  $T$ , varying the applied field  $H$

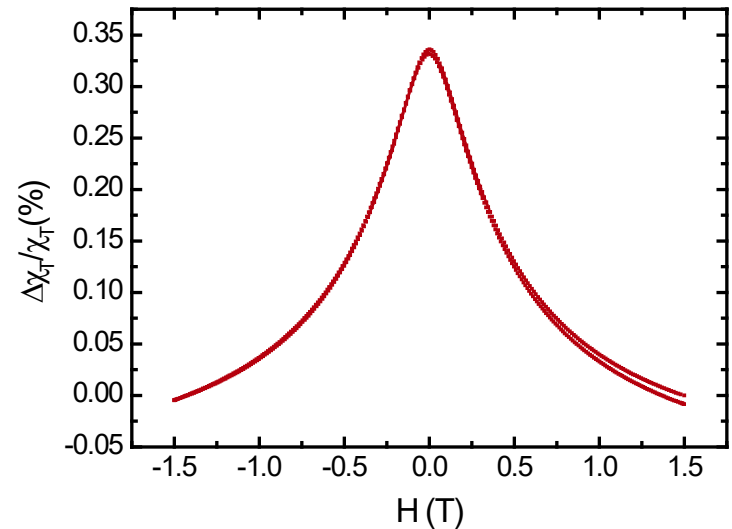
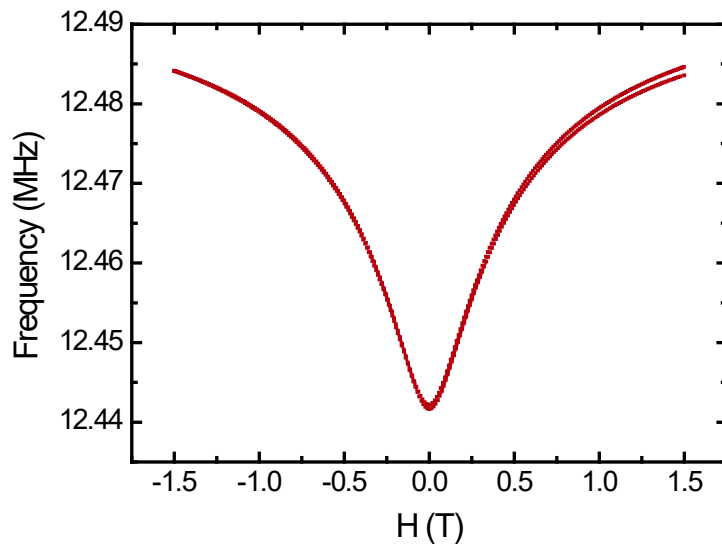
- (1) Measure the resonance frequency from  $+H^{\text{sat}}$  to  $-H^{\text{sat}}$ , and viceversa



# Measurement Process

Measurement at fixed T, varying the applied field H

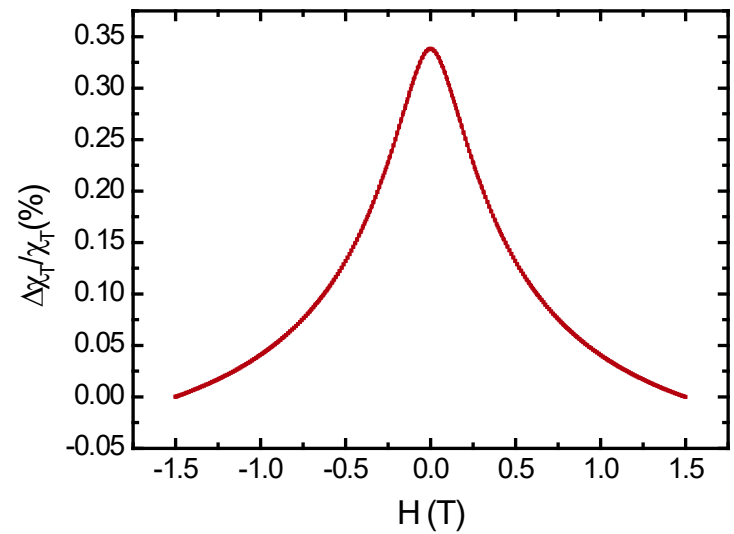
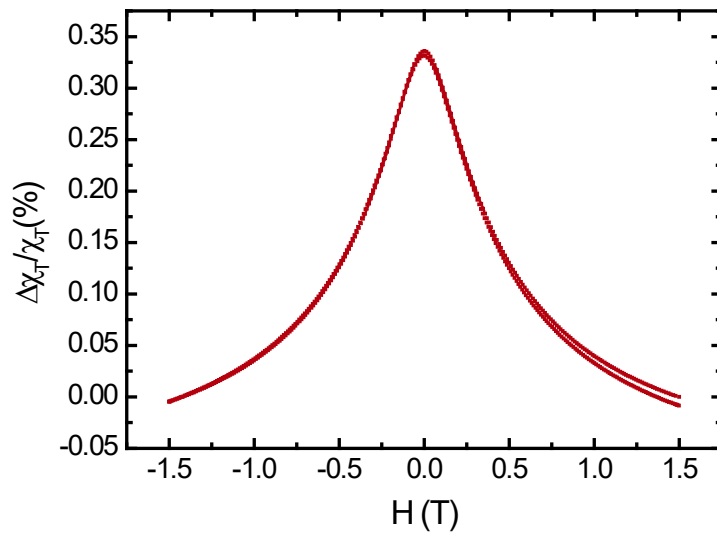
(2) Calculate the TS ratio  $\frac{\Delta\chi_T}{\chi_T} \% \propto \frac{\Delta f}{f} \% = \frac{[f^{Sat} - f(H)]}{f^{Sat}} \times 100$



# Measurement Process

Measurement at fixed  $T$ , varying the applied field  $H$

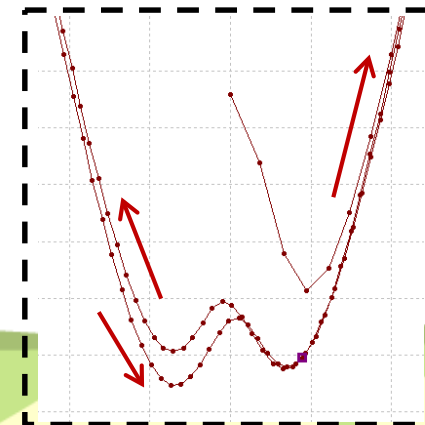
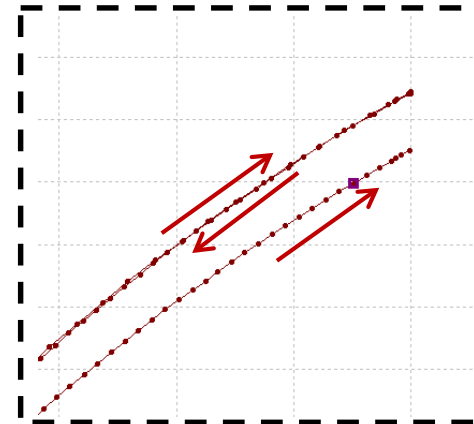
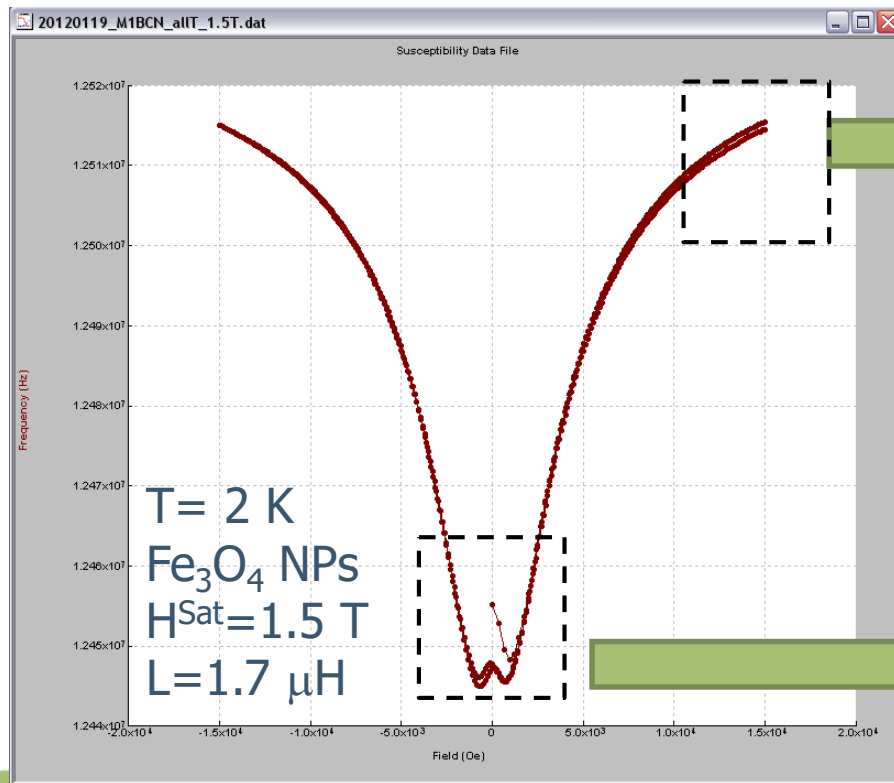
(3) Correct drift



# Measurement Process

Measurement at fixed  $T$ , varying the applied field  $H$

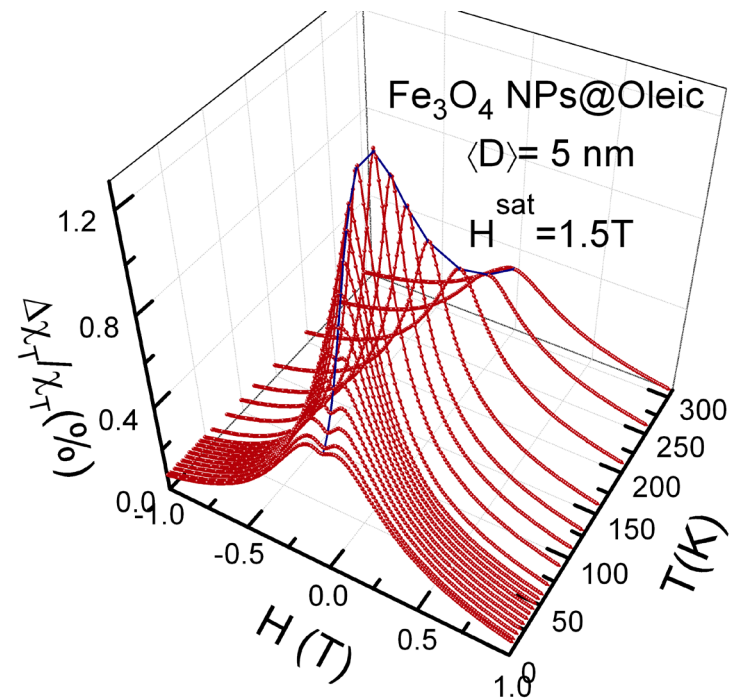
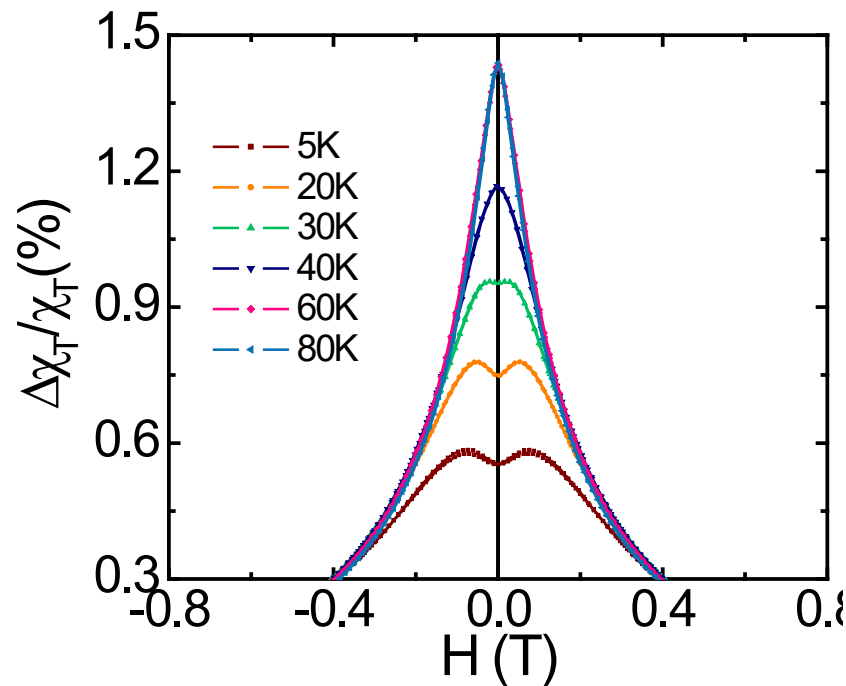
(4) Repeat the procedure for different  $T$



# Measurement Process

Measurement at fixed  $T$ , varying the applied field  $H$

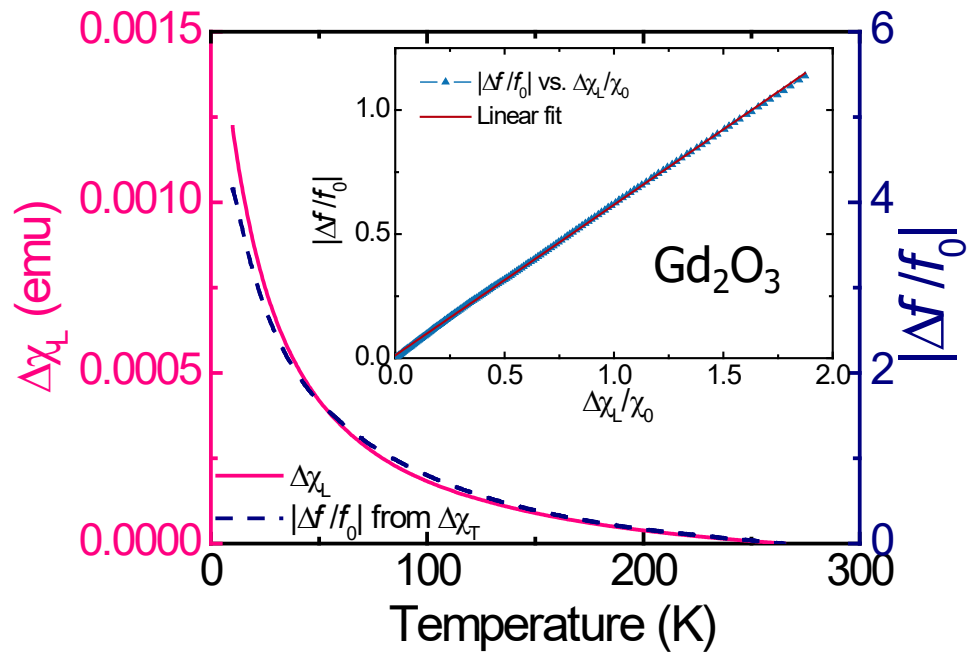
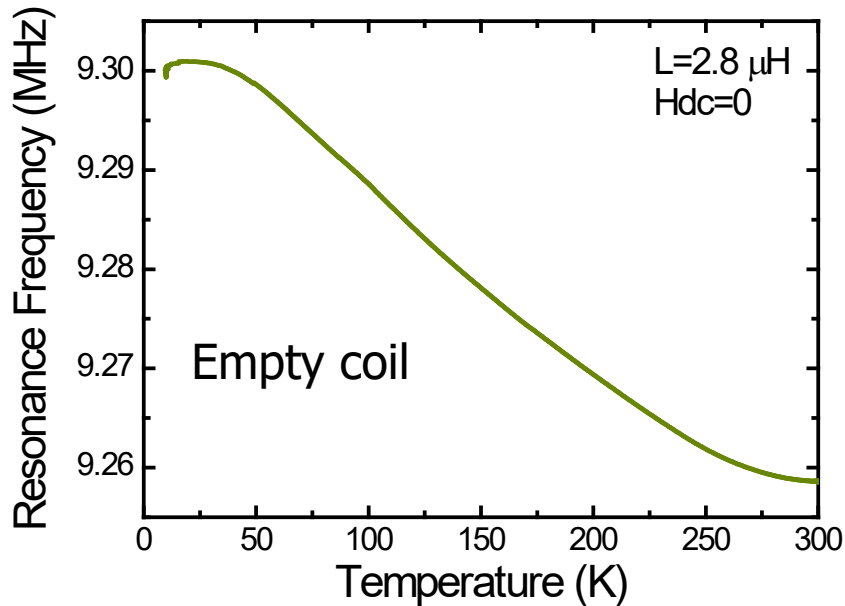
(4) Repeat the procedure for different  $T$



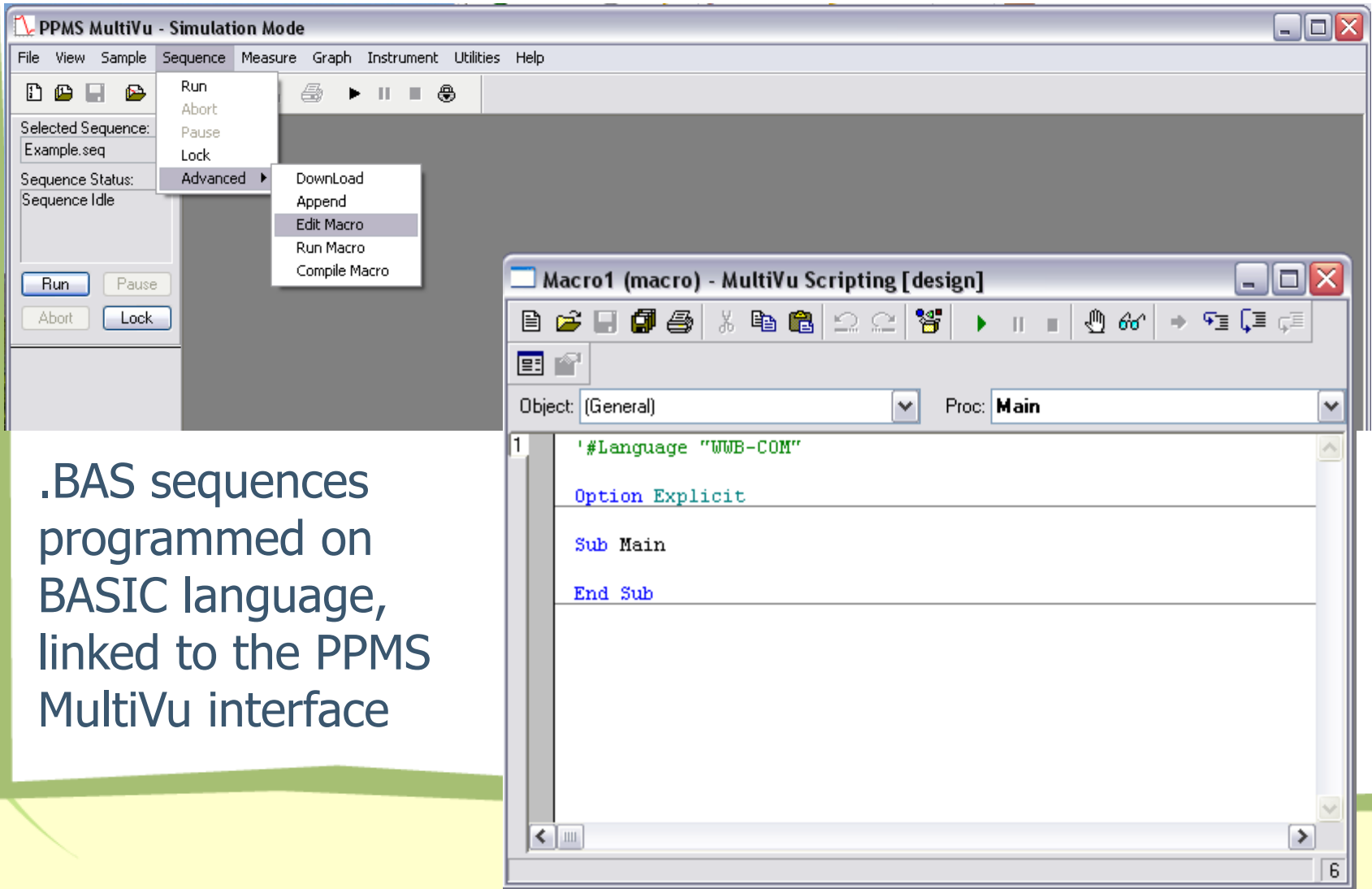
# Measurement Process

## Measurement at fixed, $H$ as a function of $T$

- (1) Measure the frequency from  $T_i$  to  $T_f$  of the empty coil (background)
- (2) Repeat the procedure with the sample
- (3) Subtract the background from the measurement with the sample



# Sequences for TS measurements



The image displays two windows from the PPMS MultiVu software. The top window, titled "PPMS MultiVu - Simulation Mode", has a menu bar with "File", "View", "Sample", "Sequence", "Measure", "Graph", "Instrument", "Utilities", and "Help". The "Sequence" menu is open, showing options: "Run", "Abort", "Pause", "Lock", "Advanced", "Download", "Append", "Edit Macro", "Run Macro", and "Compile Macro". The "Advanced" sub-menu is also open. The "Selected Sequence" is "Example.seq" and the "Sequence Status" is "Sequence Idle". Below the menu are buttons for "Run", "Pause", "Abort", and "Lock".

The bottom window, titled "Macro1 (macro) - MultiVu Scripting [design]", shows a script editor. The "Object" is "(General)" and the "Proc" is "Main". The script content is:

```
1  '#Language "WWB-COM"  
   Option Explicit  
  
   Sub Main  
  
   End Sub
```

The page number "6" is visible in the bottom right corner of the macro editor window.

.BAS sequences programmed on BASIC language, linked to the PPMS MultiVu interface

```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main
1 '#Uses "MVUData.cls"
2 '#Uses "Utils\Utils.obm"

Sub Main

  Const Address As Integer = 3 'GPIOB address of instrument

  Debug.Clear

  Dim fld As Double
  Dim field As Double
  Dim fieldstate As Long
  Dim Temp As Double
  Dim tempstate As Long
  Dim Freq As Double

  Dim fl As New MVUData
  Dim d(4) As Double

  Dim result As Integer
  result = GPIB.AddDevice(Address, 13, 1)      'add Freq Meter to GPIB

  '-----
  'Fichero de datos para ciclos ZFC

  If fl.CreateFile("D:\Usuarios PPMS-9T\Adriana\XacTrans\CircuitoCMOS\20120612_M1266_5k0e_1T.dat") Then
    fl.WriteHeader("Susceptibility Data File", "Temperature (K),Field (Oe),Frequency (Hz)")
  End If

  fl.MVUOpen                                'ask mvu to open the file|
  Wait(1)
  Init()                                     'Inicializa frecuencimetro
  ConfigInput()                              'Configura frecuencimetro

  '-----
  'CICLO A 300K
```

Main program

If fl.CreateFile("D:\Usuarios PPMS-9T\Adriana\XacTrans\CircuitoCMOS\20120612\_M1266\_5k0e\_1T.dat") Then  
fl.WriteHeader("Susceptibility Data File", "Temperature (K),Field (Oe),Frequency (Hz)")  
End If



Create data file



```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main

1 'CICLO A 300K
2
   PPMS.SetTemperature(300,20.000000,0)
   WaitFor(1+2*0+4*0+8*0,10,0)      'Estabilizo T

   'AQUI COMIENZA EL CICLO HISTERESIS EN H
   'PRIMERO SE DEFINEN LOS PARAMETROS, Hi y Hf
   'DENTRO DE LOS BUCLES DE MEDIDA HAY QUE CAMBIAR LA CONDICION < 0 > DEPENDIENDO DE SI Hi es < o > que Hf

   'TRAMO 0 A 1 T

   Hi = 0.0                          'H inicial
   Hf = 10000.0000                    'H final

   PPMS.SetField(Hi,180.0,0,1)        ' ramp to field at 180 Oe/sec, linear mode, driven
   WaitFor(0+2*1+4*0+8*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 > Hf, el While va con Fld >=Hf

   Do
     'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
     DoEvents
     PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
     PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
     ReadFreq(Freq,s)                 'Get GPIB data using GPIB.GetString or similar...
     Debug.Print Fld; Temp; Freq;     'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
     d(0) = Timer
     d(1) = Temp
     d(2) = Fld
     d(3) = Freq
     fl.WriteLineArray("",d)         'write a line using an array

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

Sequence to sweep H  
at a fixed T

Initial parameters



```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main
1 'TRAMO 1 T A -1 T
2
   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

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

Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
  ReadFreq(Freq,s)           'Get GPIB data using GPIB.GetString or similar...
  Debug.Print Fld; Temp; Freq; 'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  d(0) = Timer
  d(1) = Temp
  d(2) = Fld
  d(3) = Freq
  fl.WriteLineArray("",d)

  Loop While Fld >= 0.999*Hf 'condicion de medida hasta que se llega al H final

'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

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

Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
```

```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main
1 'TRAMO -1T A 1 T
2
   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

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

Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
  ReadFreq(Freq,s)           'Get GPIB data using GPIB.GetString or similar...
  Debug.Print Fld; Temp; Freq; 'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  d(0) = Timer
  d(1) = Temp
  d(2) = Fld
  d(3) = Freq
  fl.WriteLineArray("",d)

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

  PPMS.SetField(0,180.0,0,1)  'Final del programa, pongo el campo a cero
'
'PONGO LA T FINAL A 300K

  PPMS.SetTemperature(300,20.000000,0)
  WaitFor(1+2*0+4*0+8*0,10,0) 'Estabilizo T

End Sub
```

End of main program

```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: [General] Proc: Init
1 End Sub
2
'Object to encapsulate communication to the Agilent FrequencyMeter

Public Function Init() As Boolean 'function to initialize instrument. It will return False if not s
Dim s As String
Dim result As Integer
result = GPIB.AddDevice(Address, 13, 1) 'add Freq Meter to GPIB
'return codes from AddDevice are:
' +ud - device handle
' -101 - invalid argument
' -102 - GPIBO Not found
' -103 - device already connected
' -104 - device Not found
' -105 - attempting To use PPMS
' 0 - NI Error code
' -ni - NI Error code

If (result < 0 And result <> -103) Then '< 0 indicates an error unless -103, which is already connected
Init = False
Exit Function
End If

' If GPIB.SendString(Address, "D")<>1 Then
' Init = False
' Exit Function
' End If

' If GPIB.SendString(Address, "EOI ON")<>1 Then
' Init = False
' Exit Function
' End If

' If GPIB.SendString(Address, "MTIME 1")<>1 Then
' Init = False
' Exit Function
' End If

'it seems that we must also read a result after sending the clear command
' If GPIB.GetString(Address, s)<>1 Then
' Init = False
' Exit Function
' End If

Init = True

End Function
```

Routine to initialize  
the frequency meter

```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: [General] Proc: Init

1 End Function
2 Public Function ConfigInput() 'FUNCTION to configure input
   Dim s As String

   'Set input configuration to 50 Ohm, AC, No filter
   If GPIB.SendString(Address, ":INP1:IMP 50;COUP AC;FILT OFF;")<>1 Then
       ConfigInput = False
       Exit Function
   End If

   ConfigInput = True
End Function

Public Function ReadFreq(ByRef FreqData As Double, ByRef ss As String) As Boolean 'FUNCTION to read one frequen
   Dim ss As String
   'get a frequency reading
   ' If GPIB.SendString(3, "FUNC 'FREQ 1';:FREQ:ARM:STAR:SOUR IMM;:FREQ:ARM:STOP:SOUR TIM;:FREQ:ARM:STOP:TIM")<>1 Then
   '   ReadFreq = False
   '   Exit Function
   ' End If

   Wait(0.005) 'make sure we don't try to talk too fast!

   'get a frequency reading
   If GPIB.SendString(3, ":READ:FREQ?")<>1 Then
       ReadFreq = False
       Exit Function
   End If

   Wait(2) 'make sure we don't try to talk too fast!

   If GPIB.GetString(3, ss)<>1 Then
       ReadFreq = False
       Exit Function
   End If

   Debug.Print 's=',ss;
   ' s = Mid$(s,7,20)
   FreqData = Cdbl(ss) 'convert result to a double float and return i
   ReadFreq = True
End Function

Public Sub Abort()

End Sub
```

Routine to configure the frequency meter

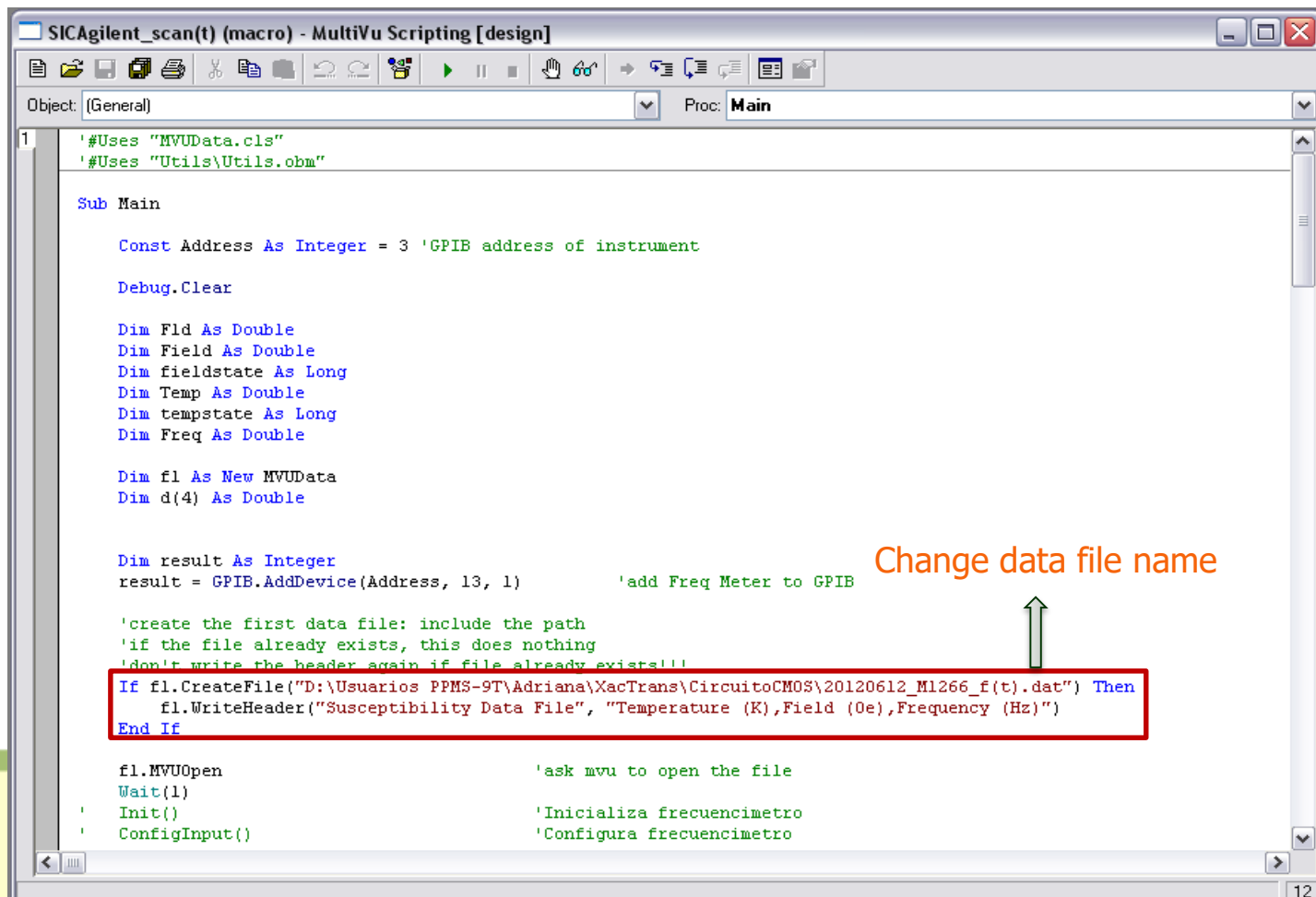
Routine to read the frequency meter value

# Sequences for TS measurements

- (1) Measurement of the frequency as a function of time
  - Only change the data file name
- (2) Measurement of the frequency as a function of field in sweep mode
  - Change data file name
  - Set T
  - Set  $H_i$ ,  $H_f$ ,  $\Delta H$
  - Specify if increasing or decreasing H
- (3) Measurement of the frequency as a function of temperature in sweep mode
  - Change data file name
  - Set H
  - Set  $T_i$ ,  $T_f$ ,  $\Delta T$
  - Specify if increasing or decreasing T

# Sequences for TS measurements

- (1) Measurement of the frequency as a function of time  
SICAgilent\_scan(t).BAS



```
SICAgilent_scan(t) (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: [General] Proc: Main
1 '#Uses "MVUData.cls"
  '#Uses "Utils\Utils.obm"

Sub Main

  Const Address As Integer = 3 'GPIB address of instrument

  Debug.Clear

  Dim fld As Double
  Dim field As Double
  Dim fieldstate As Long
  Dim Temp As Double
  Dim tempstate As Long
  Dim Freq As Double

  Dim fl As New MVUData
  Dim d(4) As Double

  Dim result As Integer
  result = GPIB.AddDevice(Address, 13, 1)      'add Freq Meter to GPIB

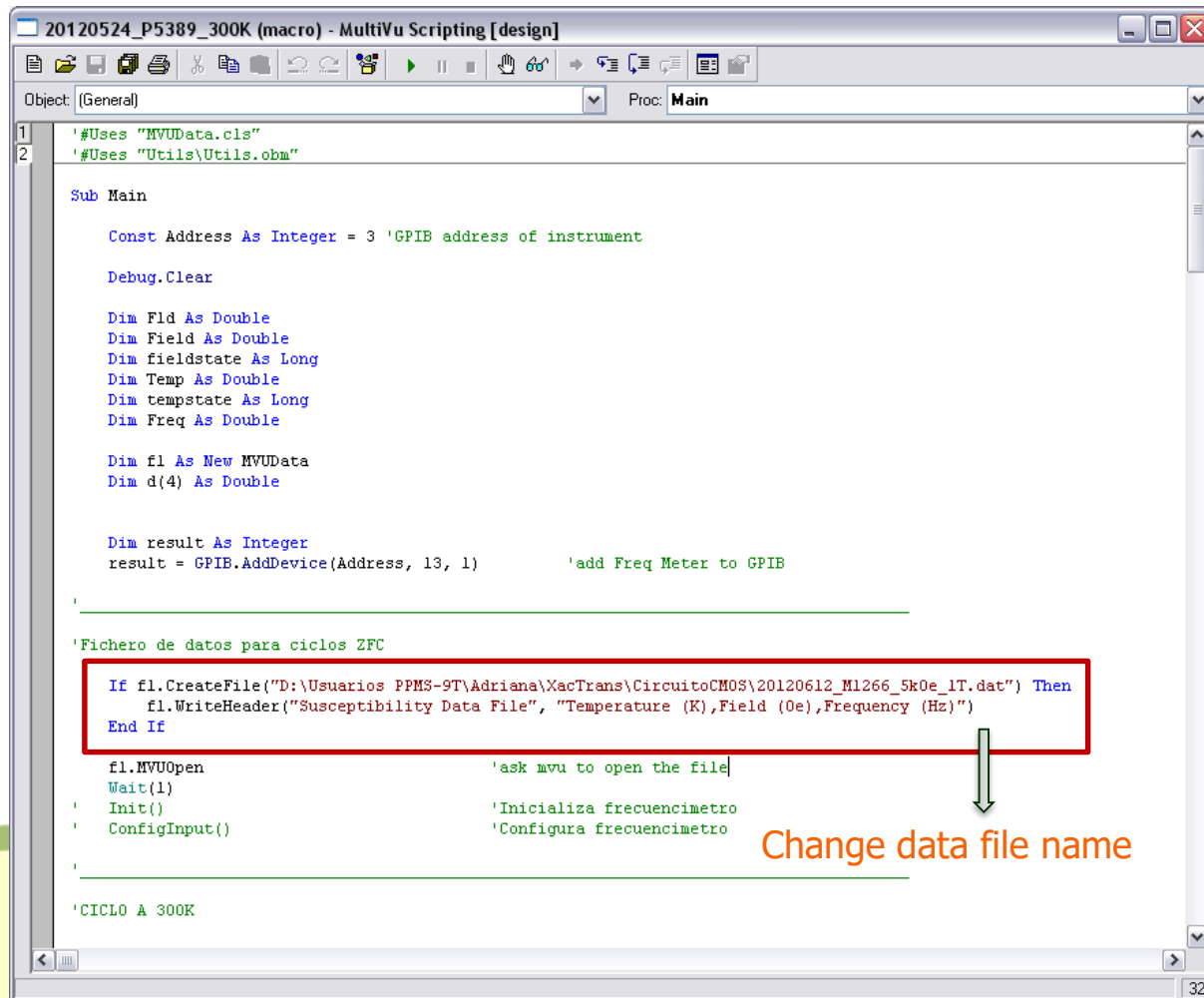
  'create the first data file: include the path
  'if the file already exists, this does nothing
  'don't write the header again if file already exists!!!
  If fl.CreateFile("D:\Usuarios PPMS-9T\Adriana\XacTrans\CircuitoCMOS\20120612_M1266_f(t).dat") Then
    fl.WriteHeader("Susceptibility Data File", "Temperature (K),Field (Oe),Frequency (Hz)")
  End If

  fl.MVUOpen                                'ask mvu to open the file
  Wait(1)
  Init()                                     'Inicializa frecuencimetro
  ConfigInput()                              'Configura frecuencimetro
```

Change data file name

# Sequences for TS measurements

(2) Measurement of the frequency as a function of field in sweep mode



```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: [General] Proc: Main
1 '#Uses "MVUData.cls"
2 '#Uses "Utils\Utils.obm"

Sub Main

    Const Address As Integer = 3 'GPIB address of instrument

    Debug.Clear

    Dim fld As Double
    Dim Field As Double
    Dim fieldstate As Long
    Dim Temp As Double
    Dim tempstate As Long
    Dim Freq As Double

    Dim fl As New MVUData
    Dim d(4) As Double

    Dim result As Integer
    result = GPIB.AddDevice(Address, 13, 1) 'add Freq Meter to GPIB

'-----
'Fichero de datos para ciclos ZFC
If fl.CreateFile("D:\Usuarios PPM3-9T\Adriana\XacTrans\CircuitoCMOS\20120612_M1266_5k0e_1T.dat") Then
    fl.WriteHeader("Susceptibility Data File", "Temperature (K),Field (Oe),Frequency (Hz)")
End If

fl.MVUOpen 'ask mvu to open the file
Wait(1)
Init() 'Inicializa frecuencimetro
ConfigInput() 'Configura frecuencimetro

'CICLO A 300K
```

Change data file name



```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main

1 'CICLO A 300K
2
   PPMS.SetTemperature(300,20.000000,0)
   WaitFor(1+2*0+4*0+8*0,10,0)      'Estabilizo T           => Set temperature

   'AQUI COMIENZA EL CICLO HISTERESIS EN H
   'PRIMERO SE DEFINEN LOS PARAMETROS, Hi y Hf
   'DENTRO DE LOS BUCLES DE MEDIDA HAY QUE CAMBIAR LA CONDICION < 0 > DEPENDIENDO DE SI Hi es < o > que Hf

   'TRAMO 0 A 1 T
   Hi = 0.0                          'H inicial
   Hf = 10000.0000                    'H final           => Initial parameters of the
                                       measuring loop

   PPMS.SetField(Hi,180.0,0,1)        ' ramp to field at 180 Oe/sec, linear mode, driven
   WaitFor(0+2*1+4*0+8*0,60,0)      ' wait for field

   PPMS.SetField(Hf,100.0,0,1)        ' Pongo el campo final a           => Set field ramp (100 Oe/s)

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

   Do
     'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp           => Measuring loop
     DoEvents
     PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
     PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
     ReadFreq(Freq,s)                        'Get GPIB data using GPIB.GetString or similar...
     Debug.Print Fld; Temp; Freq;           'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
     d(0) = Timer
     d(1) = Temp
     d(2) = Fld
     d(3) = Freq
     fl.WriteLineArray("",d)                'write a line using an array

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

128
```

Sequences for TS measurements – H sweep at a fixed T

```
20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main
1 'TRAMO 1 T A -1 T
2
   Hi = 10000.0           'H inicial
   Hf = -10000.0000      'H final
   PPMS.SetField(Hf,50.0,0,1) ' Pongo el campo final a
'COMIENZA EL BUCLE DE MEDIDA. PARA Hi < Hf, el Loop While va con Fld <= Hf. PARA Hi > Hf, el While va con Fld >=Hf
Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
  ReadFreq(Freq,s)
  Debug.Print Fld; Temp; Freq;
  d(0) = Timer
  d(1) = Temp
  d(2) = Fld
  d(3) = Freq
  fl.WriteLineArray("",d)
  Loop While Fld >= 0.999*Hf
'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
'COMIENZA EL BUCLE DE MEDIDA. PARA Hi < Hf, el Loop While va con Fld <= Hf. PARA Hi > Hf, el While va con Fld >=Hf
Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
```

Initial parameters of the measuring loop  
Set field ramp (50 Oe/s)

Measuring loop

'condicion de medida hasta que se llega al H final

Sequences for TS measurements – H sweep at a fixed T

```

20120524_P5389_300K (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main

1 'TRAMO -1T A 1 T
2
   Hi = -10000.0           'H inicial
   Hf = 10000.0000        'H final

   PPMS.SetField(Hf,50.0,0,1) ' Pongo el campo final

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

Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
  ReadFreq(Freq,s)
  Debug.Print Fld; Temp; Freq;
  d(0) = Timer
  d(1) = Temp
  d(2) = Fld
  d(3) = Freq
  fl.WriteLineArray("",d)

  Loop While Fld <= 0.999*Hf

  PPMS.SetField(0,180.0,0,1) 'Final del programa, pongo el campo a cer

'PONGO LA T FINAL A 300K

  PPMS.SetTemperature(300,20.000000,0)
  WaitFor(1+2*0+4*0+8*0,10,0)

End Sub

```

Initial parameters of the measuring loop

Set field ramp (50 Oe/s)

Measuring loop

Set final H to 0 Oe

Set final T to 300 K

# Sequences for TS measurements

(3) Measurement of the frequency as a function of temperature in sweep mode

```
20110709_Gd203_SweepT *(macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main
1 '#Uses "MVUData.cls"
2 '#Uses "Utils\Utils.obm"
3
Sub Main

    Const Address As Integer = 3 'GPIB address of instrument

    Debug.Clear

    Dim fld As Double
    Dim Field As Double
    Dim fieldstate As Long
    Dim Temp As Double
    Dim tempstate As Long
    Dim Freq As Double

    Dim fl As New MVUData
    Dim d(4) As Double

    Dim result As Integer
    result = GPIB.AddDevice(Address, 13, 1) 'add Freq Meter to GPIB

    'create the first data file: include the path
    'if the file already exists, this does nothing
    'don't write the header again if file already exists!!!
    If fl.CreateFile("C:\Usuarios PPMS\Adriana\XacTrans\CircuitoCMOS\20110708_Gd203_f(Temp)_up.dat") Then
        fl.WriteHeader("Susceptibility Data File", "Temperature (K),Field (0e),Frequency (Hz)")
    End If

    fl.MVUOpen 'ask mvu to open the file
    Wait(1)
```

Change data file name

```
20110709_Gd203_SweepT * (macro) - MultiVu Scripting [design]
Object: (General) Proc: Main

1 'CONDICIONES INICIALES DE CAMPO MAGNÉTICO (quitar el comentario para usar, ')
2
3 PPMS.SetField(0,180.0,0,0) ' ramp to field 10000 Oe at 180 Oe/sec, linear mode,
  WaitFor(0+2*1+4*0+8*0,60,0) ' wait for field

'LA ESPERA PARA EL CAMPO HAY QUE PONERLA DE 60 SEGUNDOS, PORQUE MIENTRAS ESTA CALENTANDO Y ENFRIANDO EL
'SWITCH SUPERCONDUCTOR VE EL CAMPO COMO ESTABLE Y SI LA ESPERA ES CORTA,
'PASA AL SIGUIENTE COMANDO SIN QUE EL CAMPO SE ESTABILICE REALMENTE

'AQUI COMIENZA EL SCAN DE T
'PRIMERO SE DEFINEN LOS PARAMETROS, Ti y Tf
'DENTRO DE LOS BUCLES DE MEDIDA HAY QUE CAMBIAR LA CONDICION < 0 > DEPENDIENDO DE SI Ti es < 0 > que Tf

Ti = 10 'T inicial
Tf = 300 'T final

PPMS.SetTemperature(Ti,20.000000,0) 'Poner la T de inicio del scan
WaitFor(1+2*0+4*0+8*0,10,0) 'Estabilizo
Wait(1800)

PPMS.SetTemperature(Tf,10.000000,0) 'Pongo la temperatura final a razon de 10 K/min

'COMIENZA EL BUCLE DE MEDIDA. PARA Ti < Tf, el Loop While va con Temp <= Tf. PARA Ti > Tf, el While va con Temp >=Tf

Do
  'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  DoEvents
  PPMS.GetField(Fld,fieldstate)
  PPMS.GetTemperature(Temp,tempstate)
  ReadFreq(Freq,s) 'Get GPIB data using GPIB.GetString or similar...
  Debug.Print Bl; Fld; Temp; Freq; s; 'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  d(0) = Timer
  d(1) = Temp
  d(2) = Fld
  d(3) = Freq
  fl.WriteLineArray("",d)
  'write a line using an array
  ' Get Current Temperature 'mvseq:scanT.seq>0003 Scan Temp
  Loop While Temp <= Tf 'condicion de medida hasta que se llega a la T final

PPMS.SetTemperature(Tf,20.000000,0) 'Final del programa, pongo la T inicial, u otra T
'
```

Set field

Initial parameters of the measuring loop

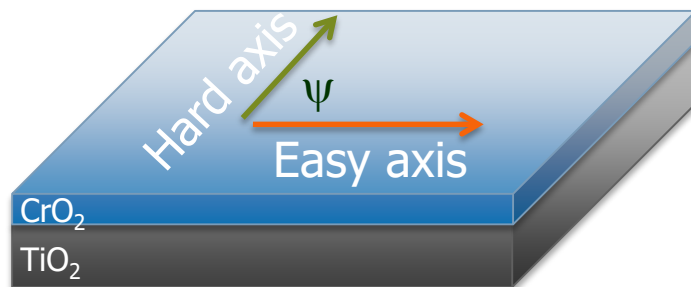
Set T ramp (10 K/min)

Measuring loop

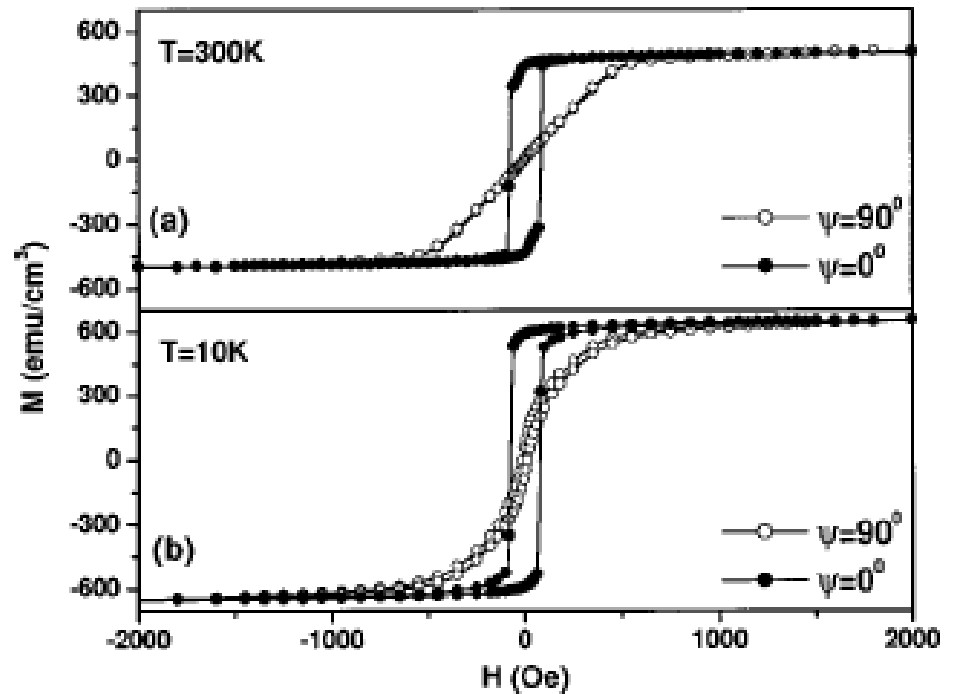
Loop While Temp <= Tf

# Examples

Probing magnetic anisotropy effects in epitaxial  $\text{CrO}_2$  thin films



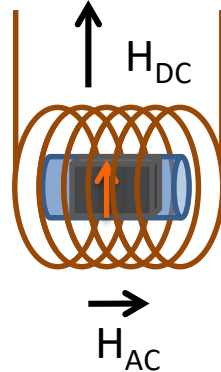
Easy axis  $\rightarrow \psi = 0^\circ$   
Hard axis  $\rightarrow \psi = 90^\circ$



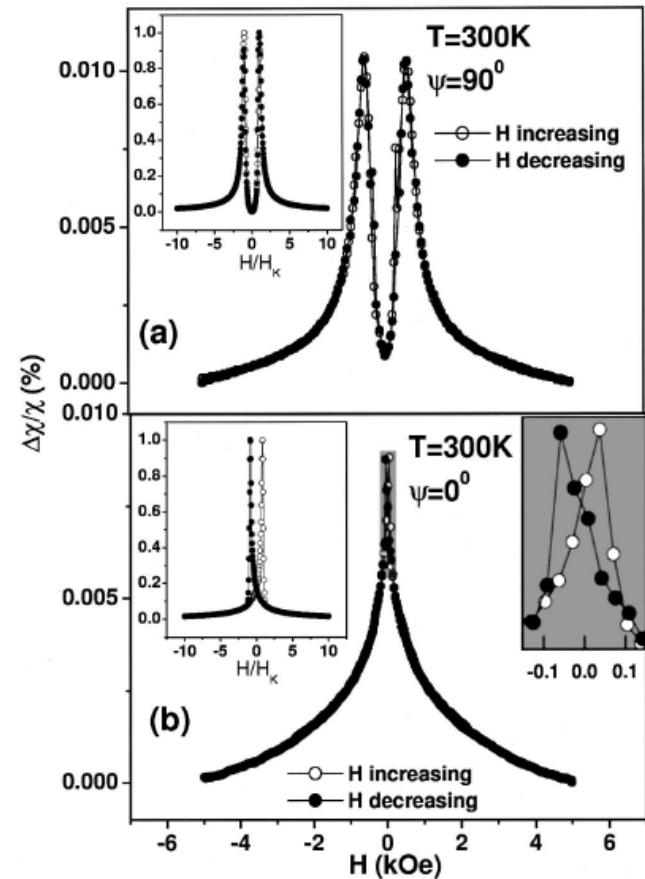
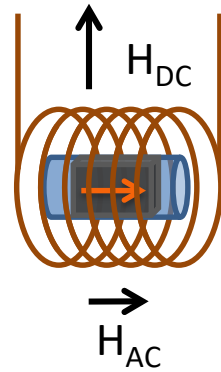
# Examples

## Probing magnetic anisotropy effects in epitaxial $\text{CrO}_2$ thin films

$H_{ac} \parallel$  hard axis  
 $H_{dc} \perp$  easy axis



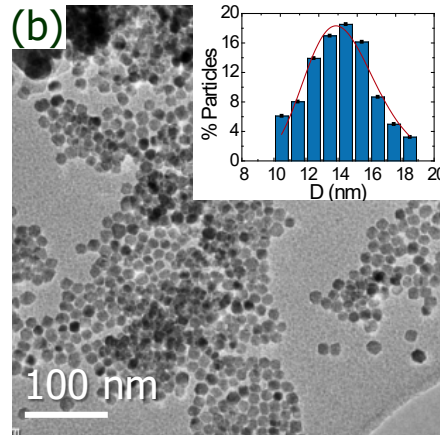
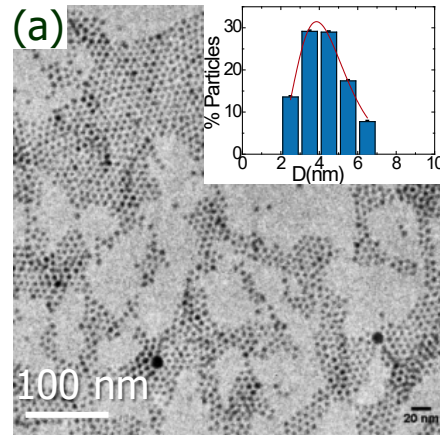
$H_{ac} \parallel$  easy axis  
 $H_{dc} \perp$  hard axis



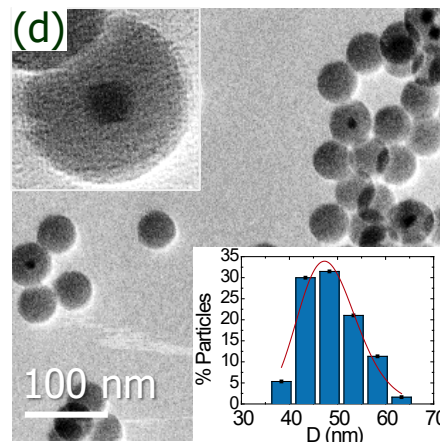
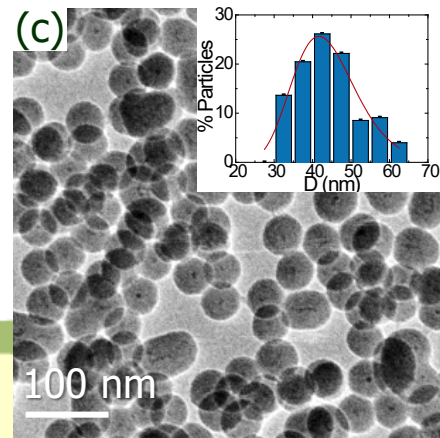
# Examples

Coating effect in the magnetic anisotropy of  $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  NPs probed by RF – TS

Oleic acid coated



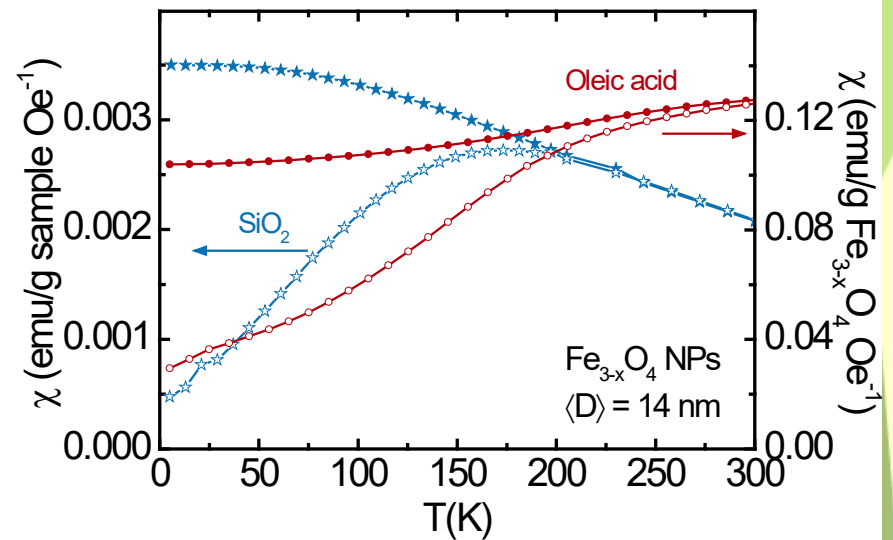
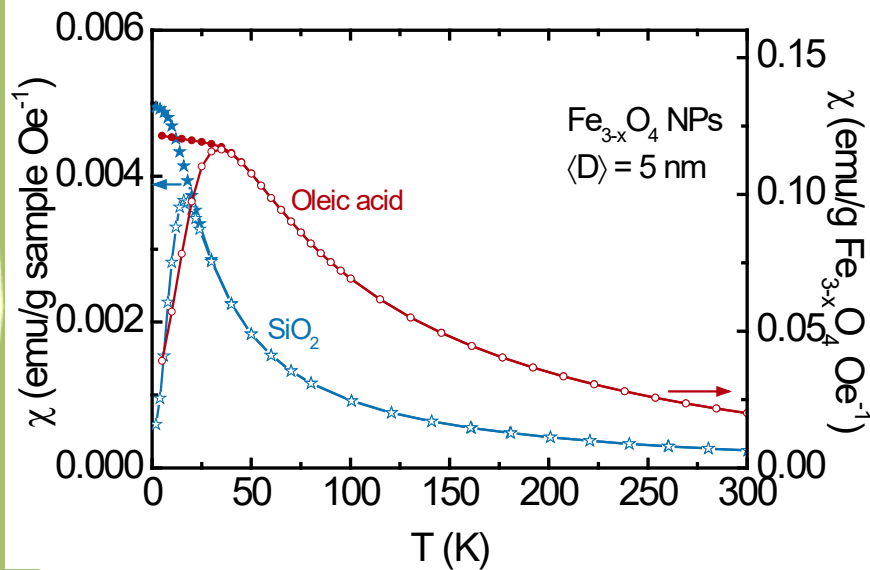
$\text{SiO}_2$  coated





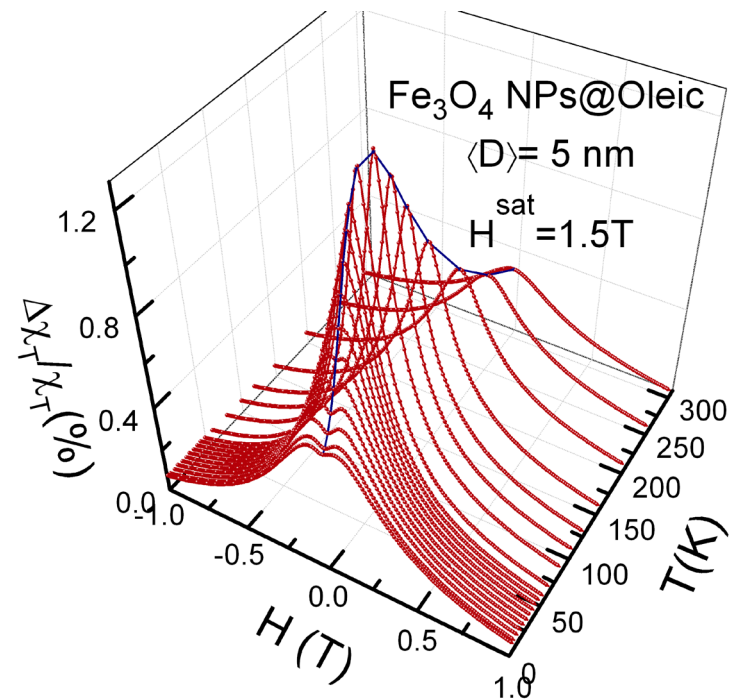
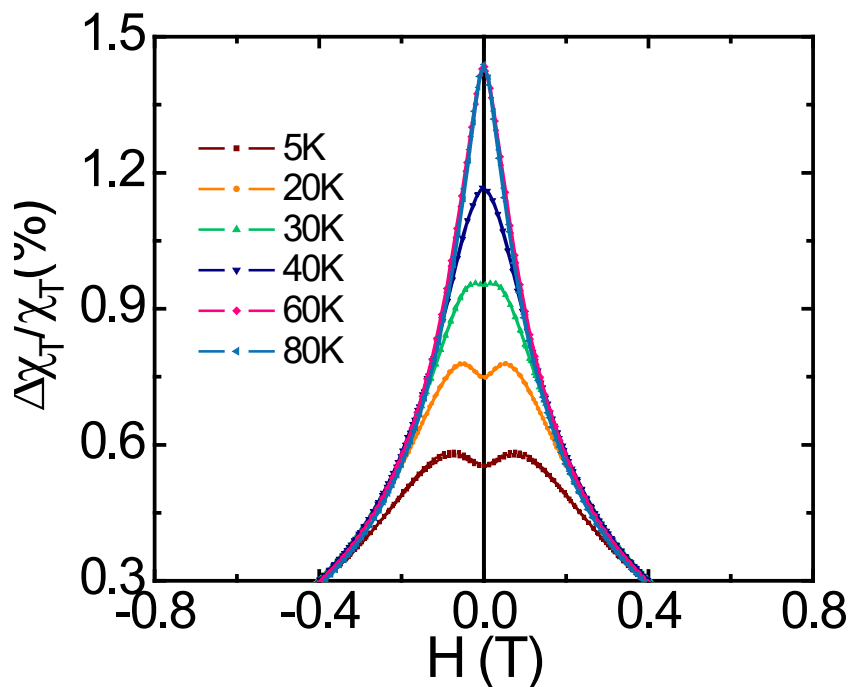
# Examples

Coating effect in the magnetic anisotropy of  $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  NPs probed by RF – TS



# Examples

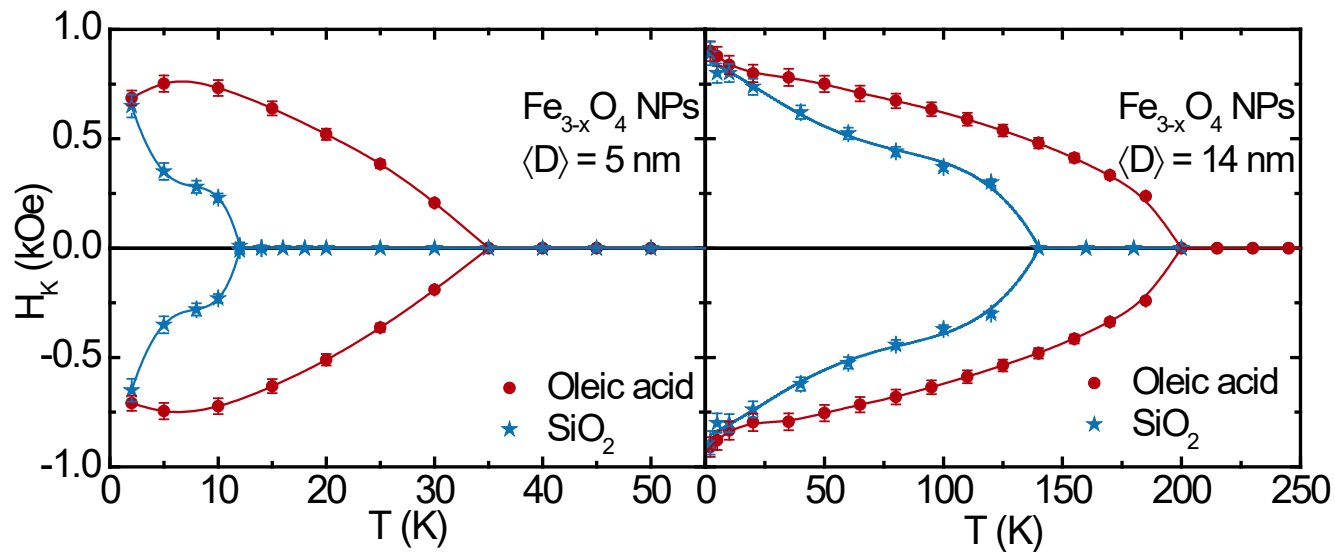
Coating effect in the magnetic anisotropy of  $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  NPs probed by RF – TS



Oleic acid coated 5 nm samples

# Examples

Coating effect in the magnetic anisotropy of  $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  NPs probed by RF – TS



$K = 1.8 \times 10^5$  erg/cm<sup>3</sup> from data @ 5K for the oleic acid coated samples

# Práctica

Medida de TS en nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

