



Servicio General de Apoyo
a la Investigación - SAI

Universidad Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

CURSO PPMS Y OPCIONES

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



Servicio General de Apoyo
a la Investigación - SAI

Universidad Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

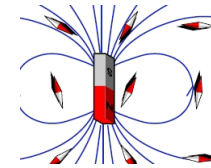
CURSO PPMS Y OPCIONES

M2: Opciones Medidas Térmicas

Opciones de Medida

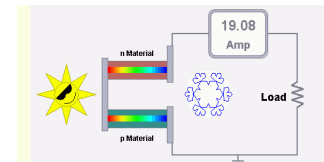
- Medidas Magnéticas

- 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



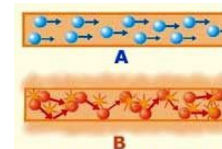
- Medidas Térmicas

- 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 HC

Esquema

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

Heat Capacity

Capacidad Calorífica:

- Es la cantidad de calor requerido para incrementar la temperatura una cantidad dada:

$$C = dQ/dT \approx \Delta Q/\Delta T$$

Q es calor en unidades de energía (J)

- La capacidad calorífica describe como de difícil es cambiar la temperatura de un objeto.
- **Método semiadabático de relajación**
- Precisión 1%
- Estándar: medida de 1.9 K a 400 K
- Con opción He-3: medida de 0.35K a 350 K
- H hasta 14 T



HC Principio de Operación

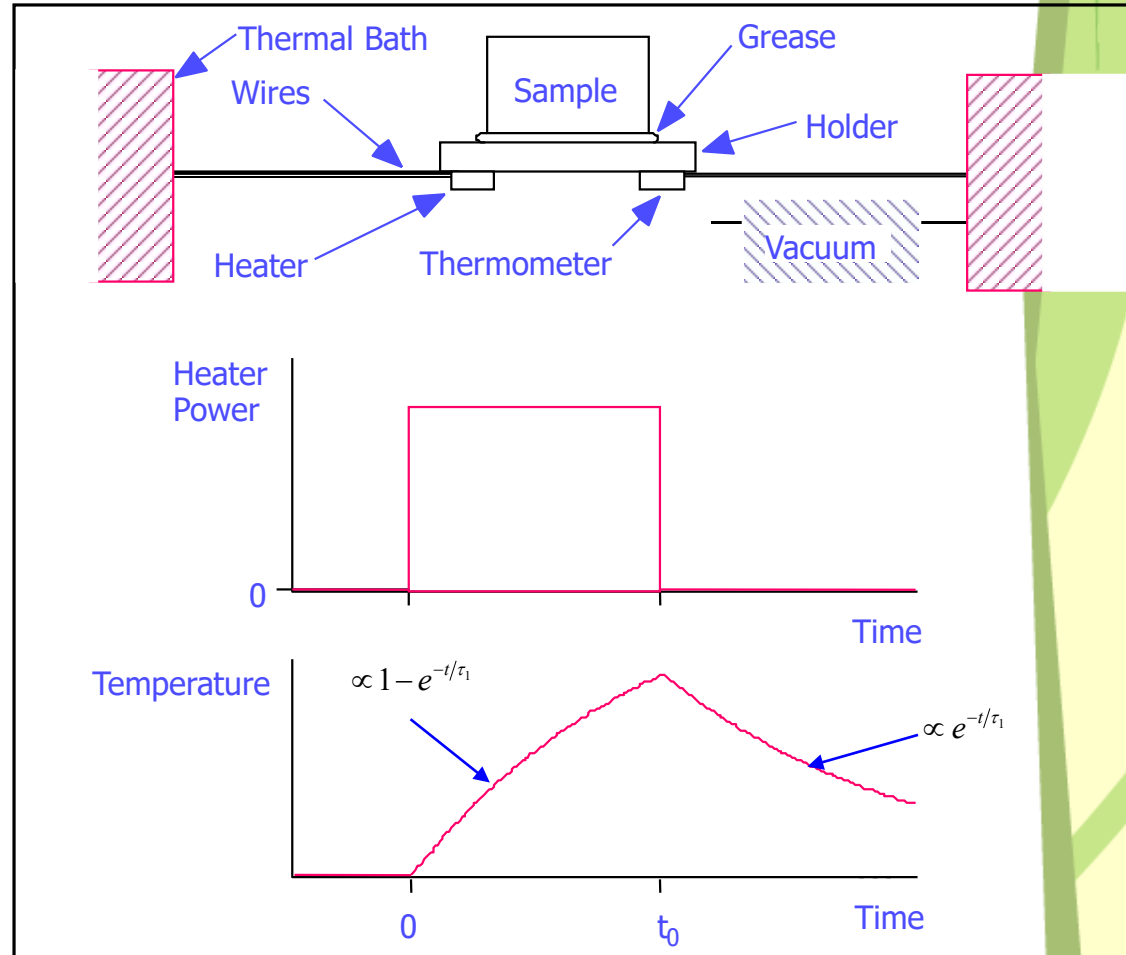
Método semiadabático de relajación

$$C_{\text{total}} \frac{dT(t)}{dt} = P(t) - K_w(T(t) - T_b)$$

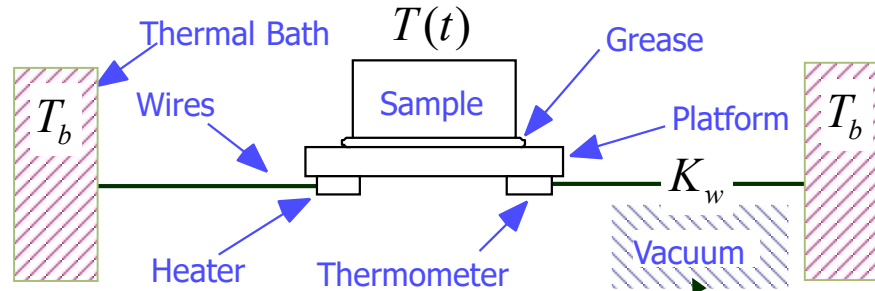
$$\tau_1 = C/K$$

K_w = conductividad térmica hilos

Requiere C constante en el rango de temperaturas ΔT



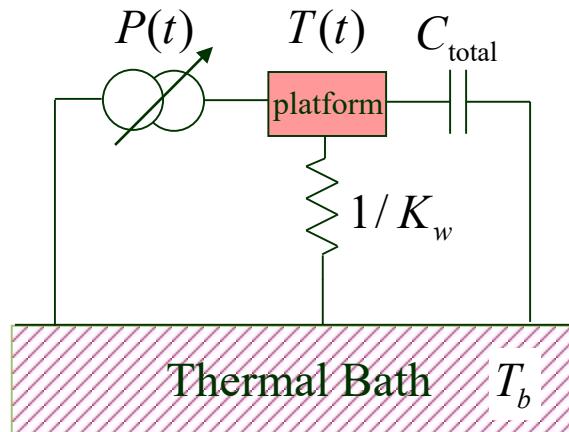
HC Principio de Operación



Se requiere Alto vacío:
 $<10^{-4}$ torr
 Minimiza la conducción al baño

Para pequeños cambios de T:

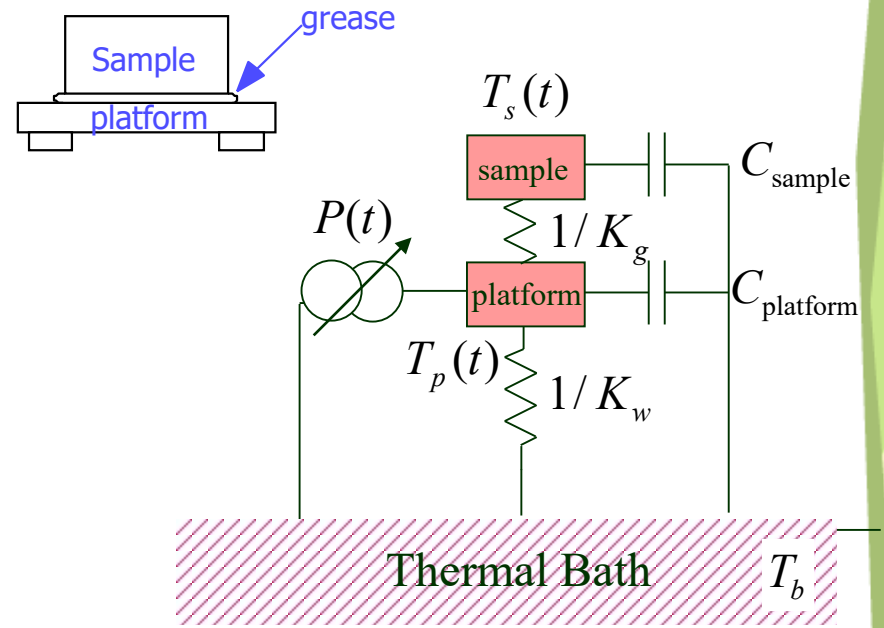
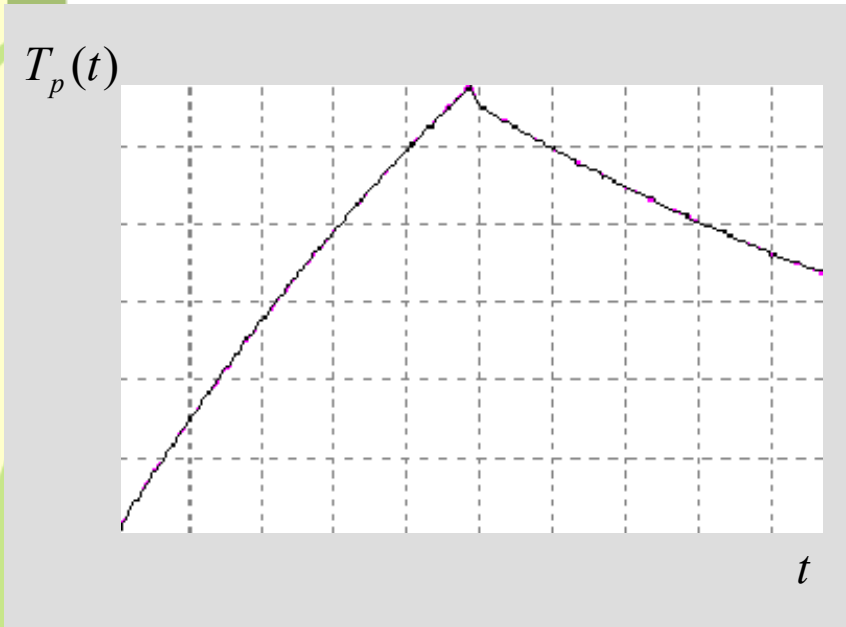
Circuito equivalente:
 $T(t) \leftrightarrow V(t)$
 $P(t) \leftrightarrow I(t)$



$$C_{\text{total}} \frac{dT(t)}{dt} = P(t) - K_w (T(t) - T_b)$$

HC Principio de Operación

Muestras reales: modelo 2 τ 's



$$C_{\text{sample}} \frac{dT_s(t)}{dt} = -K_g (T_s(t) - T_p(t))$$

unknowns

$$C_{\text{platform}} \frac{dT_p(t)}{dt} = P(t) - K_w (T_p(t) - T_b) + K_g (T_s(t) - T_p(t))$$

HC Principio de Operación

Limitaciones Modelo

- Cuando C_{sample} diverge o se incrementa fuertemente durante el pulso de calor
 - divergente: transiciones 1^{er} orden
 - salto: transiciones 2^o orden
- Analizar curva $T(t)$ en cada punto
 - Nueva utilidad incorporada en el SW

$$C_{\text{total}}(t) = \frac{P(t) - K_w (T - T_{\text{bath}})}{dT/dt}$$

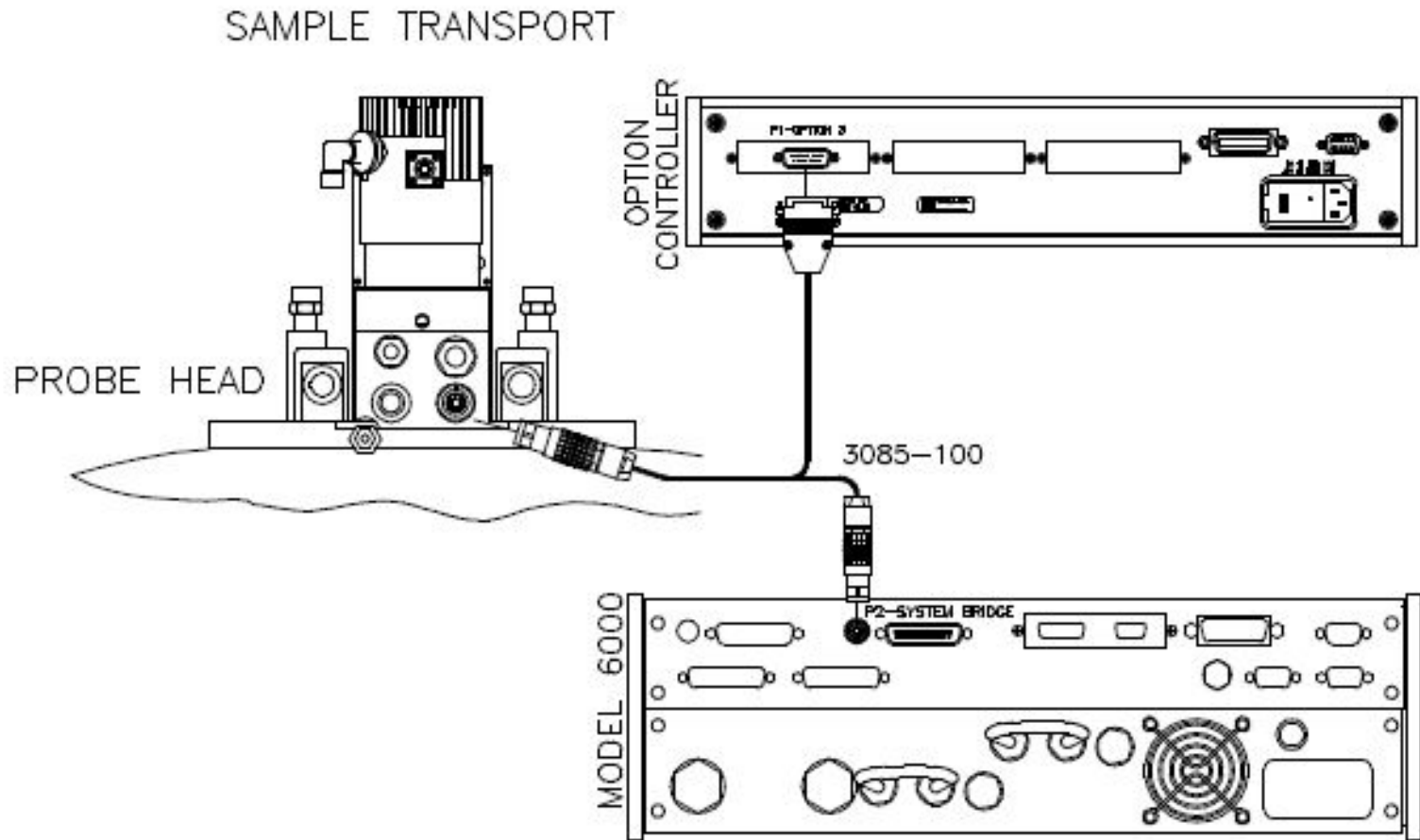
Técnica relajación vs Técnica adiabática

- Ventajas
 - Puede medir muestras pequeñas
 - Fácil montaje
 - Buena precisión
- Inconvenientes
 - Ajuste curvas complicado
 - Lento para muestras grandes
 - En situaciones no ideales los resultados son difíciles de interpretar
- Ventajas
 - Muy buena precisión
 - Resultados fáciles de interpretar
 - Puede medir transiciones 1er orden
- Inconvenientes
 - Necesita un aislamiento térmico extremadamente bueno
 - Funciona con muestras grandes
 - Montaje complicado
 - Necesita de corrección por radiación a alta T

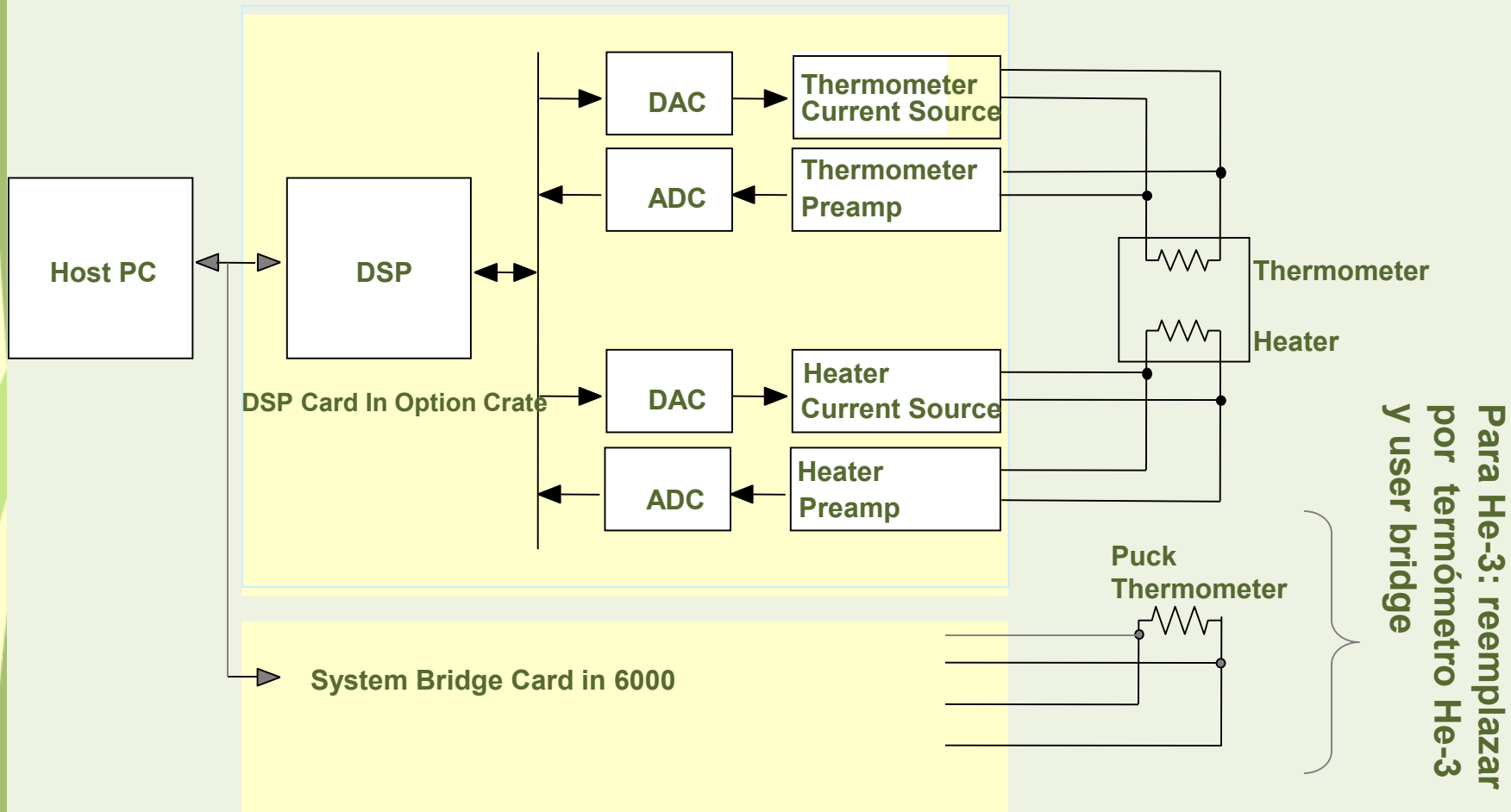
HC Hardware

- Medida de potencia por 4-puntos
 - Fuente de corriente y lectura del voltaje heater
- Medida de resistencia por 4-puntos
 - Fuente de corriente y lectura del termómetro del chip
- DSP control y almacenamiento de datos
- Option Crate Slot 3

HC Hardware



HC Hardware Block Diagram



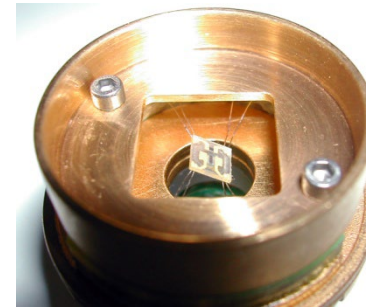
HC Hardware

Standard Heat Capacity Puck

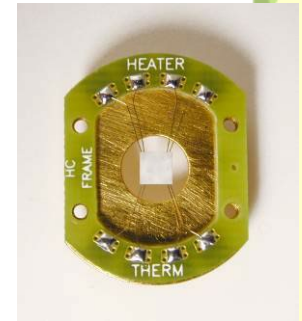
- 1.9 K - 400 K (PPMS temperature range)
- 8 hilos de 75 μm (Au-Pd alloy)
- RuOx heater
- Lakeshore Cernox resistive thermometer



Insertion tool: útil de inserción



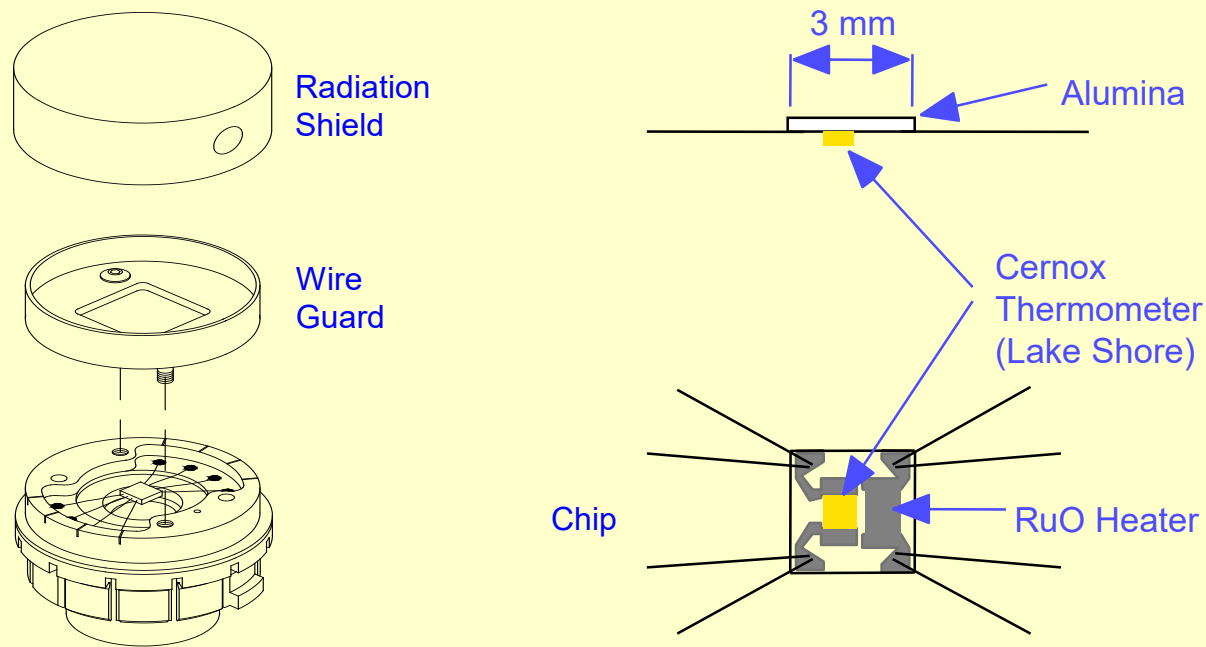
puck assembly:
includes puck thermometer



frame

HC Hardware

Standard Heat Capacity Puck

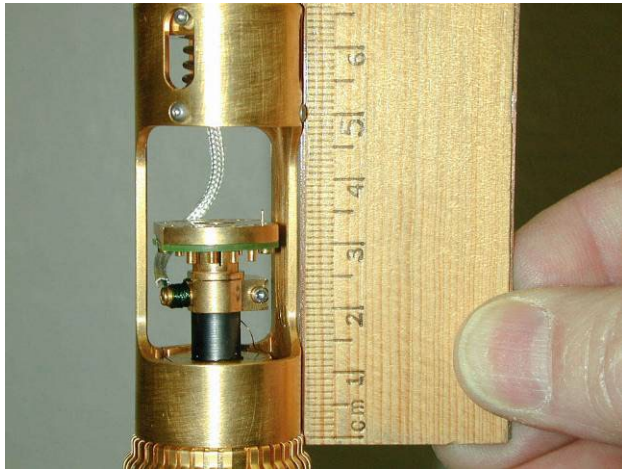


Termómetro en el puck es para control T

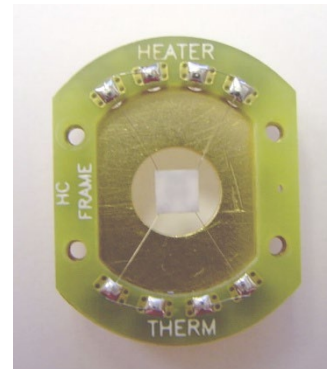
HC Hardware

3He puck

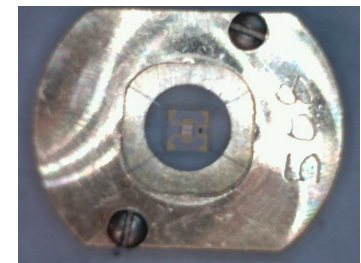
- <math><0.40\text{ K}</math> (típicamente 0.35 K) hasta 350 K
- 4 hilos de $50\ \mu\text{m}$



3He sample stage
(horizontal version)



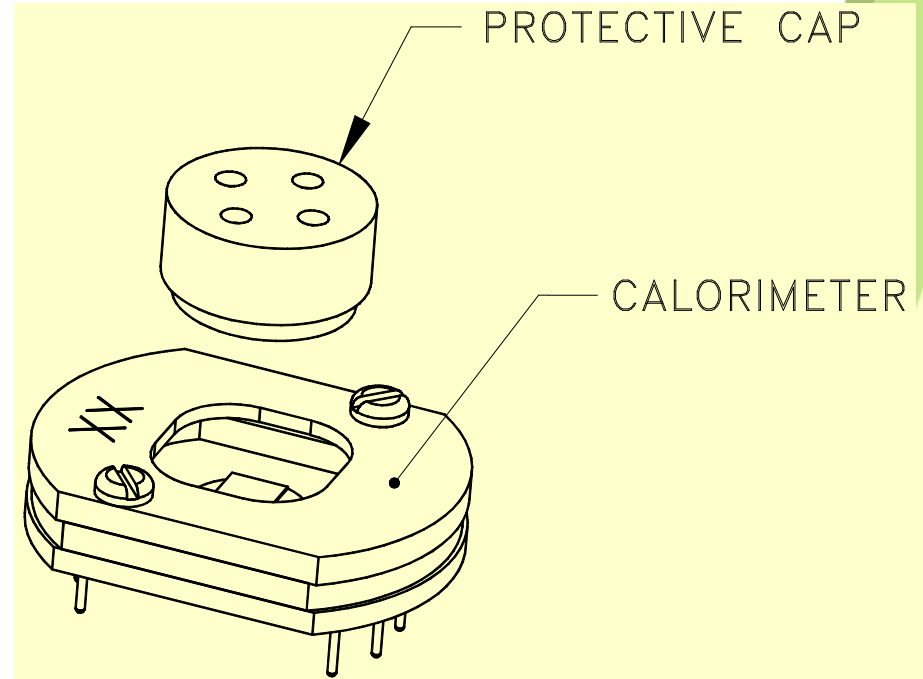
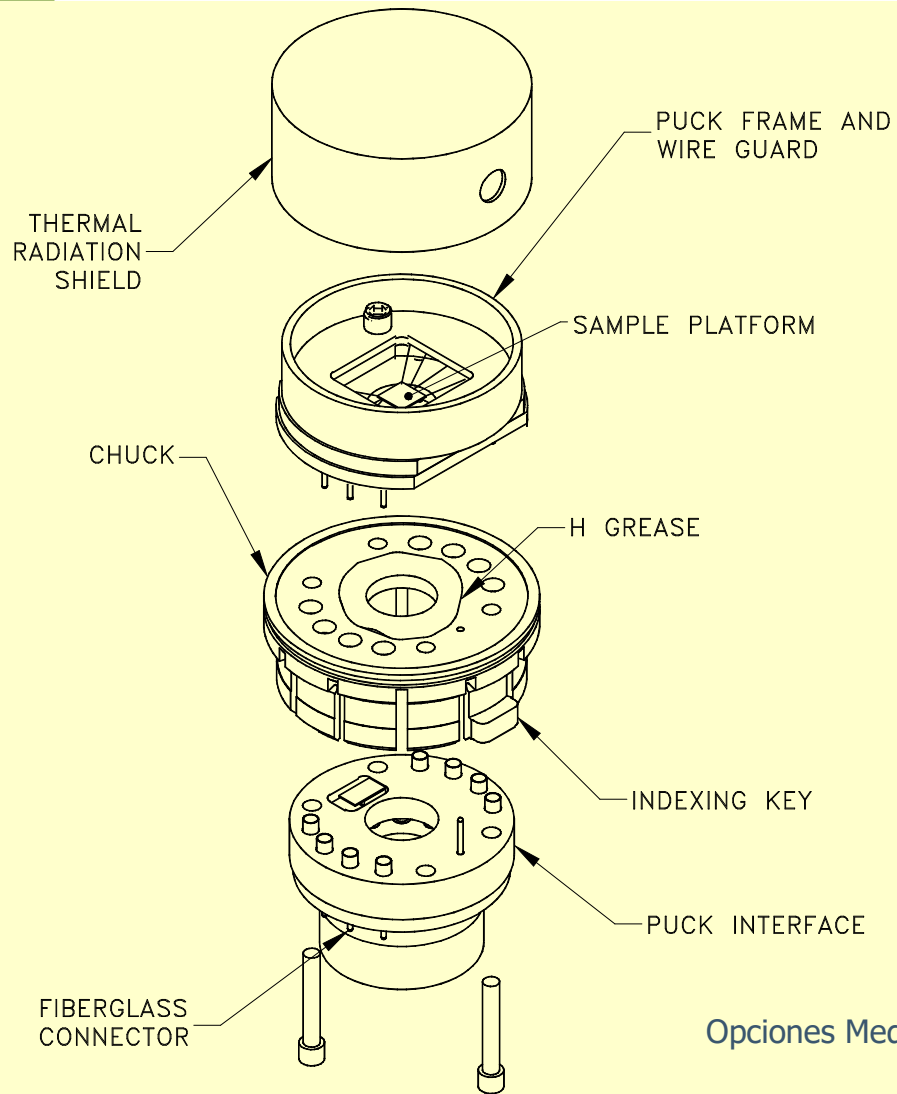
3He HC frame



3He HC pucks

HC Hardware

Puck estándar vs. puck He-3



HC Hardware

Puck estándar vs. puck He-3

| | Puck estándar | Puck He-3 |
|------------------------|----------------------|------------------|
| Número de hilos | 8 | 4 |
| Grosor hilos | 75 μm | 50 μm |
| Termómetro chip | 1050 Cernox | 1020 Cernox |
| Termómetro puck | 1050 Cernox | None |

HC Hardware

Puck test

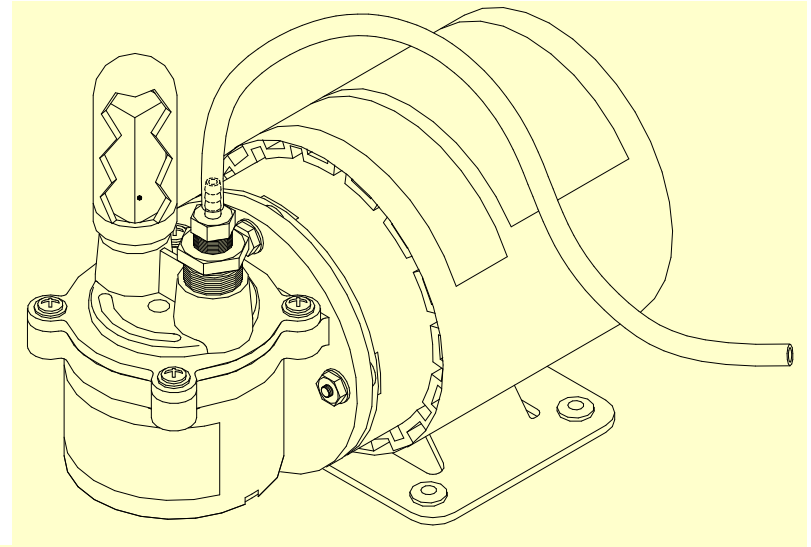
Puck connections when using User Bridge Cable

| Component | User Bridge Channel |
|---|---------------------|
| Chip Heater | 1 |
| Chip Thermometer | 2 |
| Puck Thermometer (std) He-3 Thermometer (He-3) | 3 |

HC Hardware

Sample Mounting Station

- Mantiene el chip sujeto para montar y desmontar muestras



HOSE BARB FOR
VACUUM HOSE

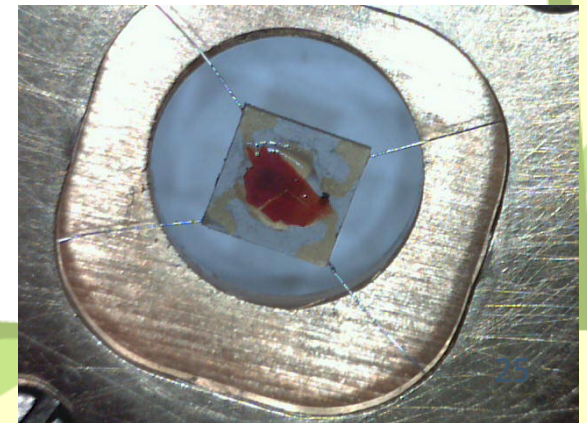
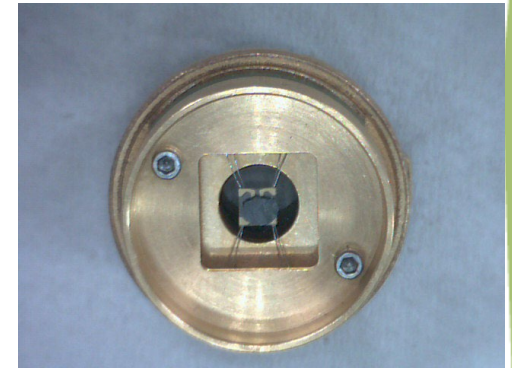
PUCK INTERLOCK ARM

PLATFORM HOLDER

SAMPLE MOUNTING
STATION ADAPTER

Preparación e Instalación Muestras

- Muestra ideal:
 - M= 1-200 mg
 - delgada: menor tiempo de difusión térmica τ_2
 - plana: bien termalizada con la plataforma/grasa
 - Menor que 3x3mm (dimensiones plataforma)
 - Alta conductividad térmica: menor τ_2
- Muestras en polvo
 - Prensar en pastilla
 - Mezclar con apiezon N (grasa)



Colocación Muestra

- Poner el puck en el útil de montaje
- Limpiar la plataforma de restos de grasa o muestras anteriores (alcohol)
- Poner grasa en la plataforma (chip)
 - Menor cantidad posible
 - Capa fina
 - Apiezon N ($T < 300$ K)
 - Contribución anómala 250 – 300 K
 - Apiezon H ($T > 300$ K)
 - No usar a baja temperatura, se agrieta
- Medir la contribución de la grasa
 - Comparar con el valor calibrado (offset)
 - Una temperatura es suficiente (todo el rango para medidas sensibles)
- Colocar la muestra encima de la grasa y presionar
- El puck se instala en el PPMS usando el util de inserción
- Introducir el baffle con el charcoal holder



Colocación Muestra

- Muestras magnéticas (momento \mathbf{m}) con alta anisotropía experimentan una fuerza de torsión con el campo magnético \mathbf{B} :
 - $\boldsymbol{\tau} = \mathbf{m} \times \mathbf{B}$
- Gradientes en el campo B también producen una fuerza vertical:
 - $\mathbf{F} = \mathbf{m} \nabla B$
- Muestra paralela B
 - ^3He plataforma vertical
 - PPMS vertical puck



Medidas

- Fichero de calibración portamuestras utilizado
- Addenda
 - Addenda0: Calibración contribución plataforma H=0
 - Addendax: condiciones particulares
- Grasa:
 - Calibrada y guardada en un offset
 - Appiezon N → $C_p = 1.00 \mu\text{J}/\mu\text{gK}$ 160K
 - Appiezon H → $C_p = 1.7 \mu\text{J}/\mu\text{gK}$ 298K
 - Cálculo factor offset
 - Offset grasaN (1.8 K – 300 K) $f = C_p(160\text{K})/282$
 - Offset grasaN_He3 (0.35 K – 300 K) $f = C_p(160\text{K})/185$
 - Offset grasaN teórico (schnelle) $f = C_p(160\text{K})/1$
 - Offset grasaH (300 K – 400 K) $f = C_p(300\text{K})/725$

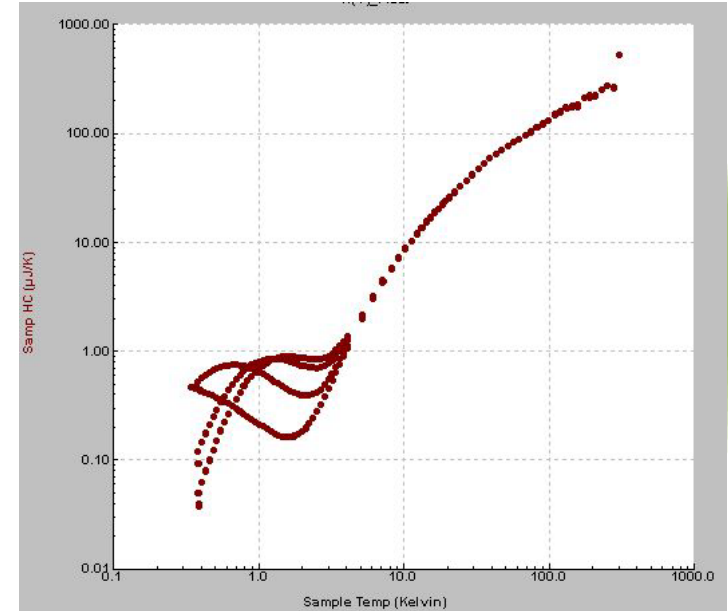
Medidas

- Temperatura:
 - Sistema
 - Puck: temperatura base T_b (map27)
 - Muestra: promedio T plataforma (muestra) durante la medida
- Trise. 1-3%T
 - Trise \uparrow ruido \downarrow resolución \downarrow
- Repeticiones: 1-3
- Settling accuracy: 1%
- Tiempo de medida: 2τ
- Retry percentage: 30% (>100% para picos)
- TC: permitir usar valores previos y valores menores que los de la addenda

HC

ejemplos Medidas

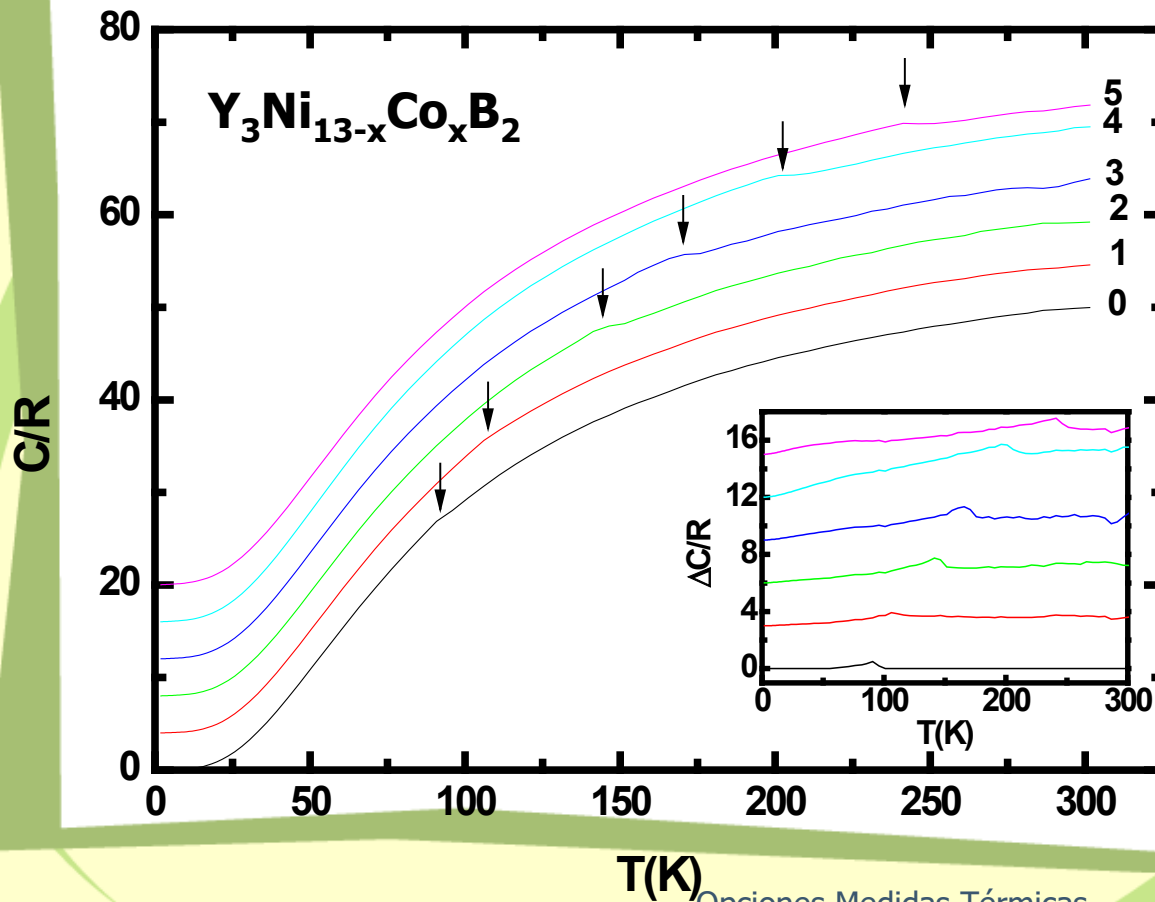
- $HC(T)$
- $HC_{He3}(T,H)$ en pasos H
- $HC(H)$ a una T fija
- Transición de primer orden:
 - Ver y procesar fichero raw



HC

ejemplos Medidas

- Medida precisa transiciones de segundo orden

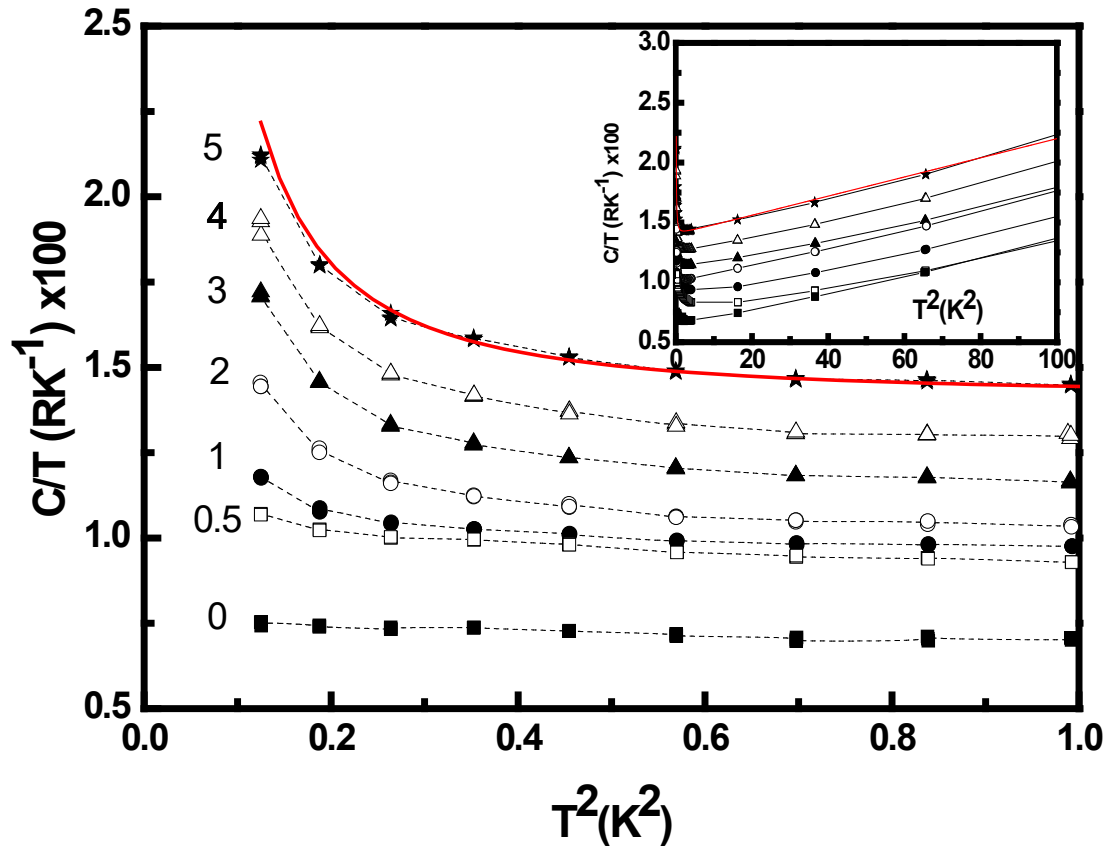


2nd order transition

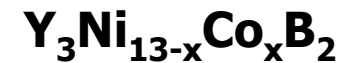
| x | T _c (K) |
|---|--------------------|
| 0 | 90±1 |
| 1 | 108±1 |
| 2 | 144±1 |
| 3 | 168±1 |
| 4 | 199±1 |
| 5 | 240±1 |

HC

ejemplos Medidas



Contribuciones HC
de Baja T



$$C = C_{hf} + C_e + C_{ph} + C_m = \frac{\alpha}{T^2} + \gamma T + AT^3 + \Theta(\rightarrow 0)$$

Interpretación Resultados

- puck temperature
 - Tb parámetro ajuste
 - He3: no usado
- system temperaure
 - standard
 - PPMS block
 - He3
 - Termómetro plataforma
- sample temperature
 - Promedio de $T_{\text{sample}}(t)$
 - Resultado del ajuste a la curva
- temperature rise
 - $T_{\text{max}} - T_{\text{min}}$ durante la medida

Record #86 of HC-He3-CuCrO4.dat

| | Field Name | Field Value |
|----|--|--------------|
| 1 | Time Stamp (minutes,relat) | 831.355 |
| 2 | PPMS Status (Code) | 5905 |
| 3 | Puck Temp (Kelvin) | 0 |
| 4 | System Temp (Kelvin) | 1 |
| 5 | Field (Dersted) | -0.112 |
| 6 | Pressure (Torr) | 9.22E-5 |
| 7 | Sample Temp (Kelvin) | 0.97789586 |
| 8 | Temp Rise (Kelvin) | 0.020771682 |
| 9 | Samp HC (J/mole-K) | 0.072527937 |
| 10 | Samp HC Err (J/mole-K) | 0.0005314 |
| 11 | Addenda HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.014082865 |
| 12 | Addenda HC Err ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.0002203 |
| 13 | Total HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 1.564283 |
| 14 | Total HC Err ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.003229 |
| 15 | Fit Deviation (ChiSquare) | 1.3391438 |
| 16 | Time Const tau1 (seconds) | 9.0100272 |
| 17 | Time Const tau2 (seconds) | 0.0010163304 |
| 18 | Sample Coupling (Percent) | 98.719858 |
| 19 | Debye Temp (Kelvin) | 53.109827 |
| 20 | Debye Temp Err (Kelvin) | 0.1296 |
| 21 | Cal Correction (Factor) | 1 |
| 22 | Wire Cond (W/K) | 1.7583E-7 |
| 23 | Meas Time (seconds) | 18.36253 |
| 24 | Temp Squared (K^2) | 0.95628031 |
| 25 | Samp HC/Temp (J/mole-K) | 0.074167342 |
| 26 | Addenda Offset HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.0058482746 |

Opciones Medidas Térmicas 35

First << Prev Next >> Last

HC

Interpretación Resultados

- sample HC
 - 1-tau model:
 - $C_{\text{sample}} = C_{\text{total}} - C_{\text{addenda}}$
 - 2-tau model:
 - C_{sample} obtenido del modelo
- addenda HC
 - Valores de la adenda del fichero de calibración .CAL
- total HC
 - 1-tau model: calculada
 - 2-tau model:
 - $C = C_{\text{addenda}} + C_{\text{sample}}$
- errores en los valores HC (nota: RMS!)
 - total HC: sensibilidad cambios parámetros de ajuste
 - addenda HC: idem
 - sample mass error: usuario
 - fit deviation error

Record #86 of HC-He3-CuCrO4.dat

| | Field Name | Field Value |
|----|--|--------------|
| 1 | Time Stamp (minutes,relat) | 831.355 |
| 2 | PPMS Status (Code) | 5905 |
| 3 | Puck Temp (Kelvin) | 0 |
| 4 | System Temp (Kelvin) | 1 |
| 5 | Field (Dersted) | -0.112 |
| 6 | Pressure (Torr) | 9.22E-5 |
| 7 | Sample Temp (Kelvin) | 0.97789586 |
| 8 | Temp Rise (Kelvin) | 0.020771682 |
| 9 | Samp HC (J/mole-K) | 0.072527937 |
| 10 | Samp HC Err (J/mole-K) | 0.0005314 |
| 11 | Addenda HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.014082865 |
| 12 | Addenda HC Err ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.0002203 |
| 13 | Total HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 1.564283 |
| 14 | Total HC Err ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.003229 |
| 15 | Fit Deviation (ChiSquare) | 1.3391438 |
| 16 | Time Const tau1 (seconds) | 9.0100272 |
| 17 | Time Const tau2 (seconds) | 0.0010163304 |
| 18 | Sample Coupling (Percent) | 98.719858 |
| 19 | Debye Temp (Kelvin) | 53.109827 |
| 20 | Debye Temp Err (Kelvin) | 0.1296 |
| 21 | Cal Correction (Factor) | 1 |
| 22 | Wire Cond (W/K) | 1.7583E-7 |
| 23 | Meas Time (seconds) | 18.36253 |
| 24 | Temp Squared (K^2) | 0.95628031 |
| 25 | Samp HC/Temp (J/mole-K) | 0.074167342 |
| 26 | Addenda Offset HC ($\mu\text{J}/\text{K}$) | 0.0058482746 |

Opciones Medidas Térmicas 36

First << Prev Next >> Last

Interpretación Resultados

- fit deviation
 - Mide como de bien se ajusta el modelo a los datos
 - $\chi^2 \sim 1$ bueno
 - $\chi^2 < 1$ muy bueno
 - $\chi^2 \sim 10$ normal $T < 200$ K
 - $\chi^2 \sim 100$ normal altas T
- tau1, tau2
 - Determinad del ajuste de los parámetros K_g (grease) and K_w (wires)
- sample coupling > 90%
 - $100 \times (K_g) / (K_g + K_w)$
- wire conductance
 - K_w parámetro ajuste (comparar con el de calibración)

Record #86 of HC-He3-CuCrO4.dat

| | Field Name | Field Value |
|----|--------------------------------|--------------|
| 1 | Time Stamp (minutes,relat) | 831.355 |
| 2 | PPMS Status (Code) | 5905 |
| 3 | Puck Temp (Kelvin) | 0 |
| 4 | System Temp (Kelvin) | 1 |
| 5 | Field (Dersted) | -0.112 |
| 6 | Pressure (Torr) | 9.22E-5 |
| 7 | Sample Temp (Kelvin) | 0.97789586 |
| 8 | Temp Rise (Kelvin) | 0.020771682 |
| 9 | Samp HC (J/mole-K) | 0.072527937 |
| 10 | Samp HC Err (J/mole-K) | 0.0005314 |
| 11 | Addenda HC (μ J/K) | 0.014082865 |
| 12 | Addenda HC Err (μ J/K) | 0.0002203 |
| 13 | Total HC (μ J/K) | 1.564283 |
| 14 | Total HC Err (μ J/K) | 0.003229 |
| 15 | Fit Deviation (ChiSquare) | 1.3391438 |
| 16 | Time Const tau1 (seconds) | 9.0100272 |
| 17 | Time Const tau2 (seconds) | 0.0010163304 |
| 18 | Sample Coupling (Percent) | 98.719858 |
| 19 | Debye Temp (Kelvin) | 53.109827 |
| 20 | Debye Temp Err (Kelvin) | 0.1296 |
| 21 | Cal Correction (Factor) | 1 |
| 22 | Wire Cond (W/K) | 1.7583E-7 |
| 23 | Meas Time (seconds) | 18.36253 |
| 24 | Temp Squared (K ²) | 0.95628031 |
| 25 | Samp HC/Temp (J/mole-k) | 0.074167342 |
| 26 | Addenda Offset HC (μ J/K) | 0.0058482746 |

Opciones Medidas Térmicas 37

First << Prev Next >> Last

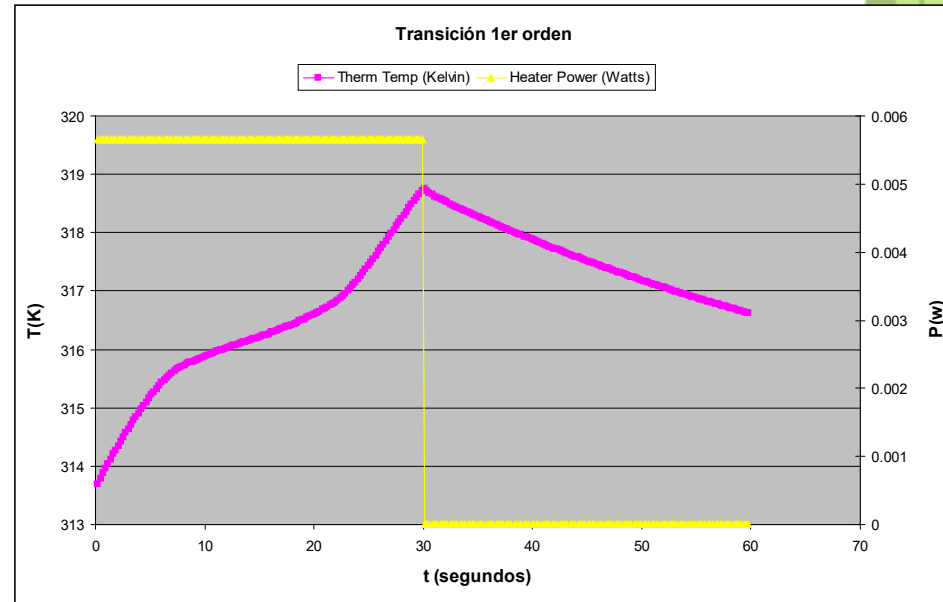
Interpretación Resultados

- Indicadores calidad datos (fit deviation, Sample HC error, sample coupling)
 - Sample Coupling < 80% o un salto a 100% indica que el SW abandona el modelo de ajuste de 2τ – mal acoplamiento térmico
 - HC error incluye errores aleatorios y sistemáticos. Inspeccionar fichero raw
- Condensación He en muestra, hilos o plataforma
 - Chequear Wire Conductance
 - Pico cerca 3K: HC helio
 - solución: regenerar criobomba, chequear fugas, ¿charcoal baffle?
- Saltos en HC(T): cambio del rango de excitación del voltímetro: Chequear tabla R(T)
- Pantalla de radiación floja da errores de $T < 4K$ (pantalla está caliente y radía a la muestra)

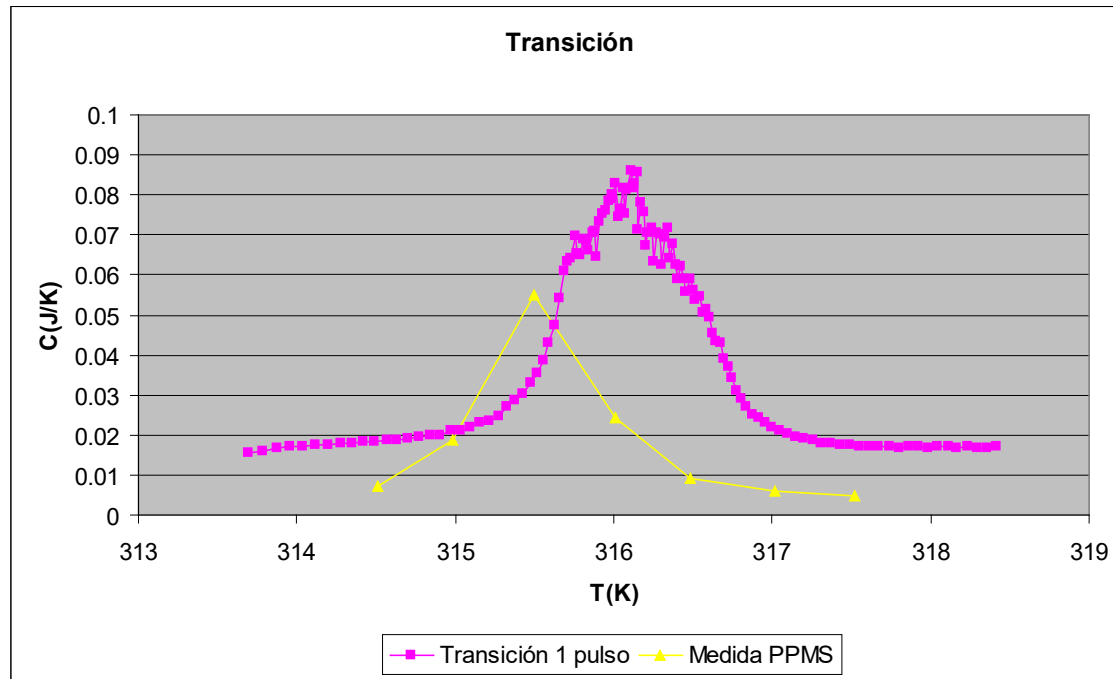
Interpretación Resultados

Análisis Transiciones 1er orden

- Nuevo SW (v3.5+)
- Procesamiento fichero raw
- Usa la pendiente $T(t)$ durante el pulso calor



Interpretación Resultados



Información

SMF web:

Utilidades → documentación técnica →
PPMS → HC

- Manual uso rápido
- Modificación addenda ficheros

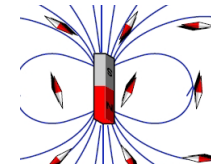
HC Manual (L3)

QD AN's

Opciones de Medida

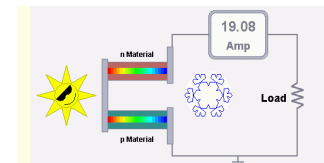
- Medidas Magnéticas

- 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



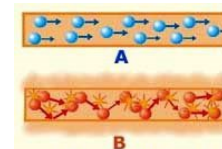
- Medidas Térmicas

- 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 TTO Esquema

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

Thermal Transport Option

Transporte Térmico:

- Conductividad térmica: facilidad de un material para conducir el calor

$$\kappa = (L/A)(\text{flujo calor}) / \Delta T$$

- Coeficiente Seebeck: efecto termoeléctrico

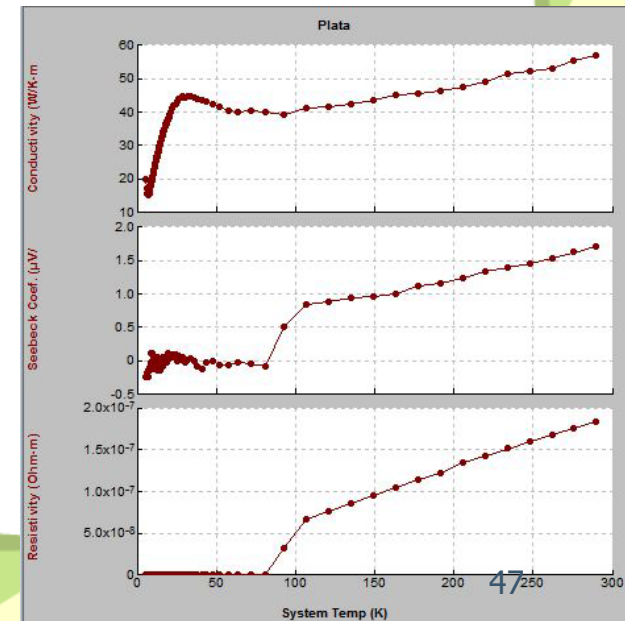
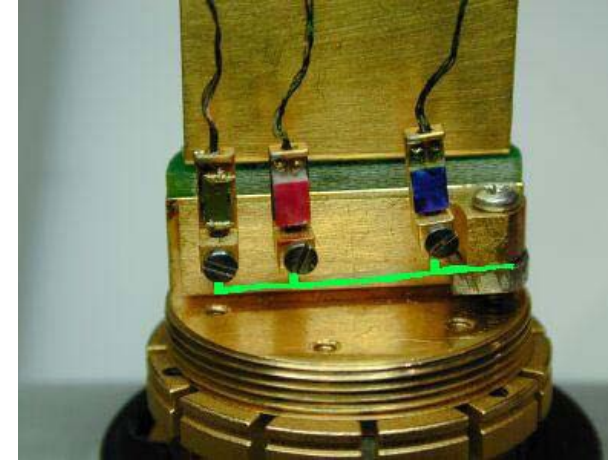
$$\alpha = \Delta V / \Delta T$$

Caída de voltaje generada por un gradiente de T
(conductores)

- Resistividad eléctrica $\rho \rightarrow$ Factor de mérito termoeléctrico

$$ZT = \alpha^2 T / (\rho \kappa)$$

Medida del rendimiento de un dispositivo termoeléctrico

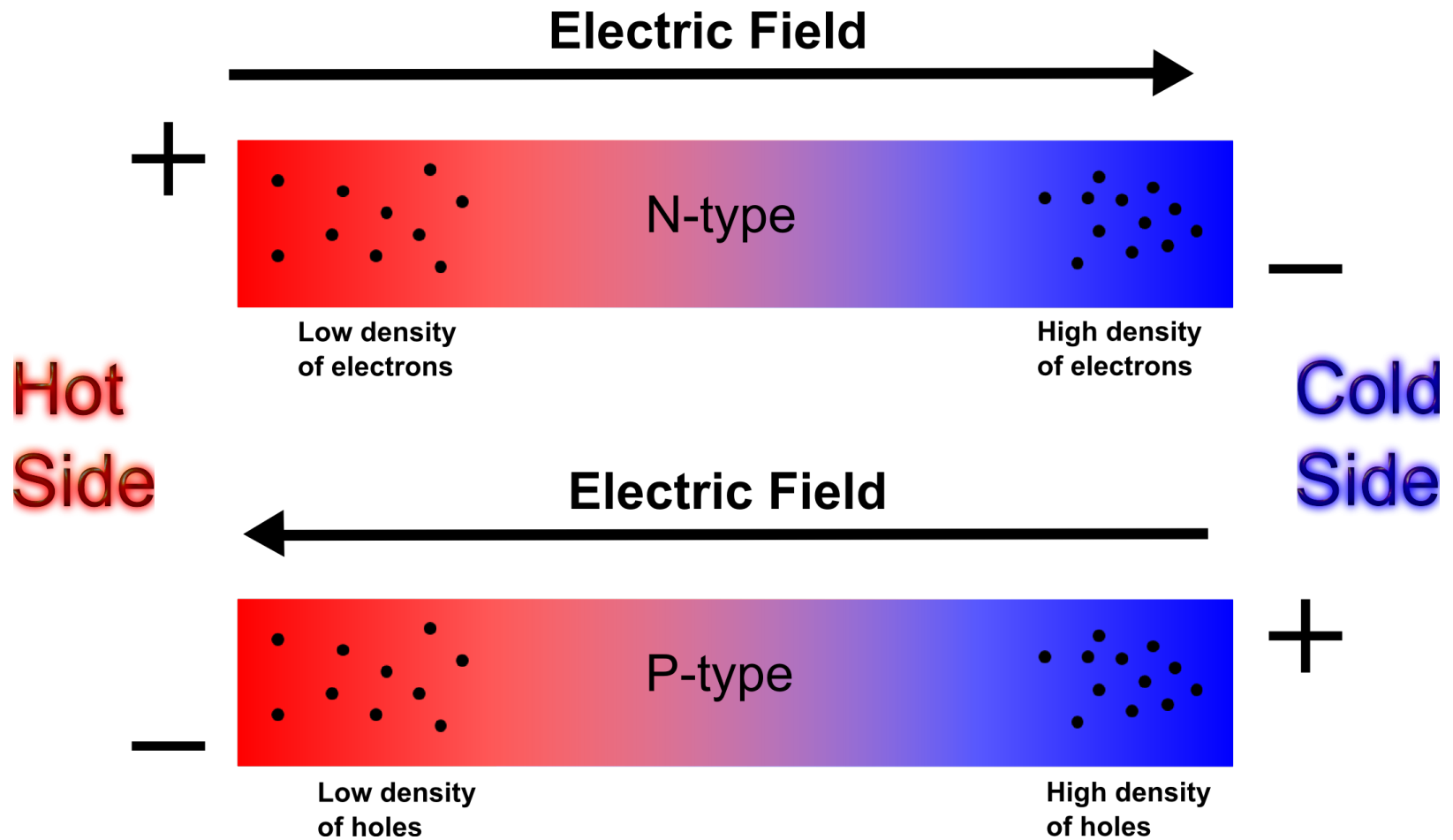


Propiedades Térmicas:

Información sobre la estructura electrónica y de red de un espécimen

- Conductividad térmica, k
 - Información sobre el scattering de los electrones y fonones conductores del calor
- Coeficiente Seebeck
 - Información sobre la difusión térmica de portadores de carga libres (electrones o huecos). Propiedad muy sensible a cambios en los procesos de scattering electrónico.

Efecto Termoeléctrico



TTO

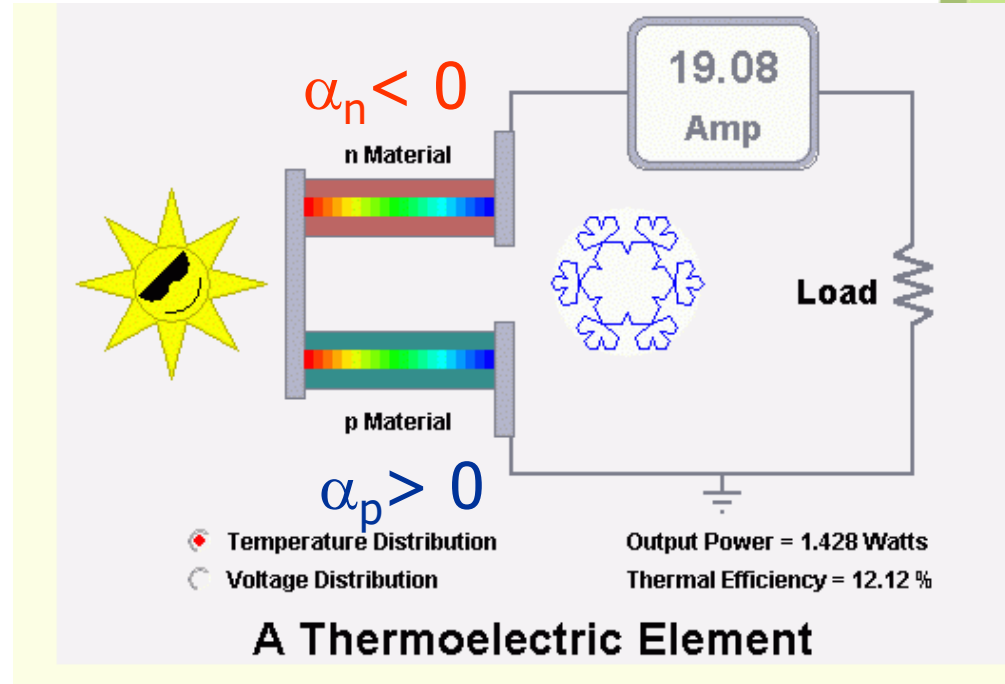
Aplicaciones

- **Seebeck power generator**

- Gradiente térmico ΔT

- Corriente eléctrica

$$I \propto (\alpha_p - \alpha_n)^2 (\Delta T)^2$$

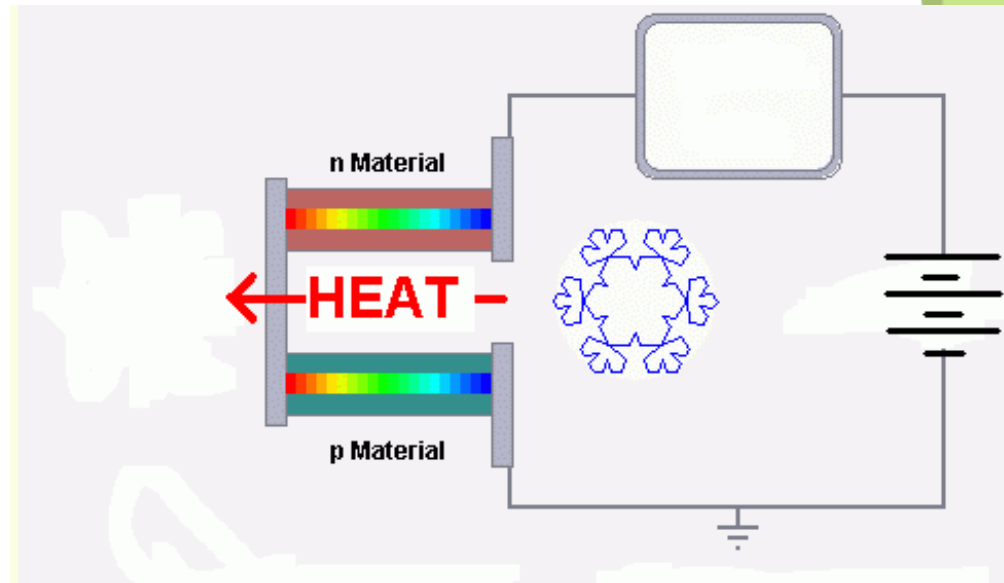


TTO

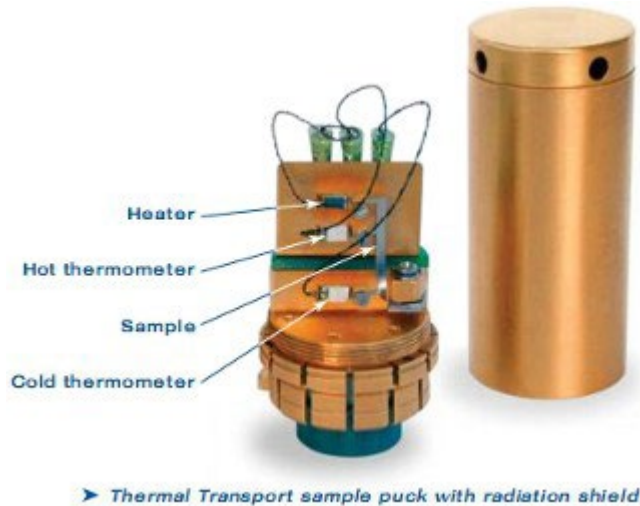
Aplicaciones

- **Refrigerador efecto Peltier**

- Inverso del Seebeck: usa una corriente eléctrica para generar un ΔT
- device performance :
$$(\Delta T)_{\max} = \frac{1}{2} ZT_{\text{cold}}^2$$



TTO



Medida:

- 2 puntos
- 4 puntos

- Rango temperatura: 1.9 K a 390 K

- High vacuum ($\sim 10^{-4}$ torr)

- Campo magnético
0 a ± 14 T para $T > 20$ K
0 a 0.1 T para $T < 20$ K

- Conductividad térmica k
10-150 W/mK (Aguja: $10 \times 1 \times 1$ mm³)
2-30 W/mK (Ladrillo: $8 \times 2 \times 2$ mm³)
0.1-1.5 W/mK (Pastilla: $3 \times 5 \times 5$ mm³)

Limitaciones:

Alta k: Máxima potencia 50 mW

Baja K: tiempo de medida

Principio de Operación

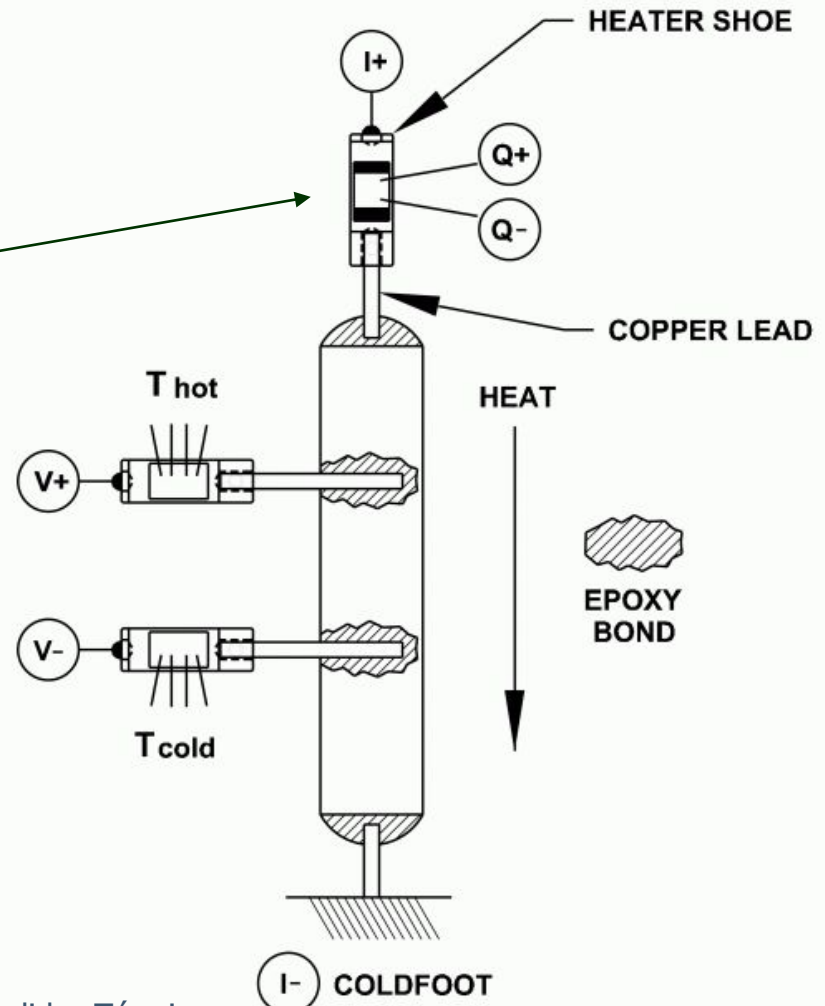
Circuito Térmico

2 k Ω resistencia (metal film)
(**Q+/-**)

Contactos corriente (**I+/-**)

Termómetros Cernox
(**T_{hot/cold}**)

Contactos voltaje (**V+/-**)

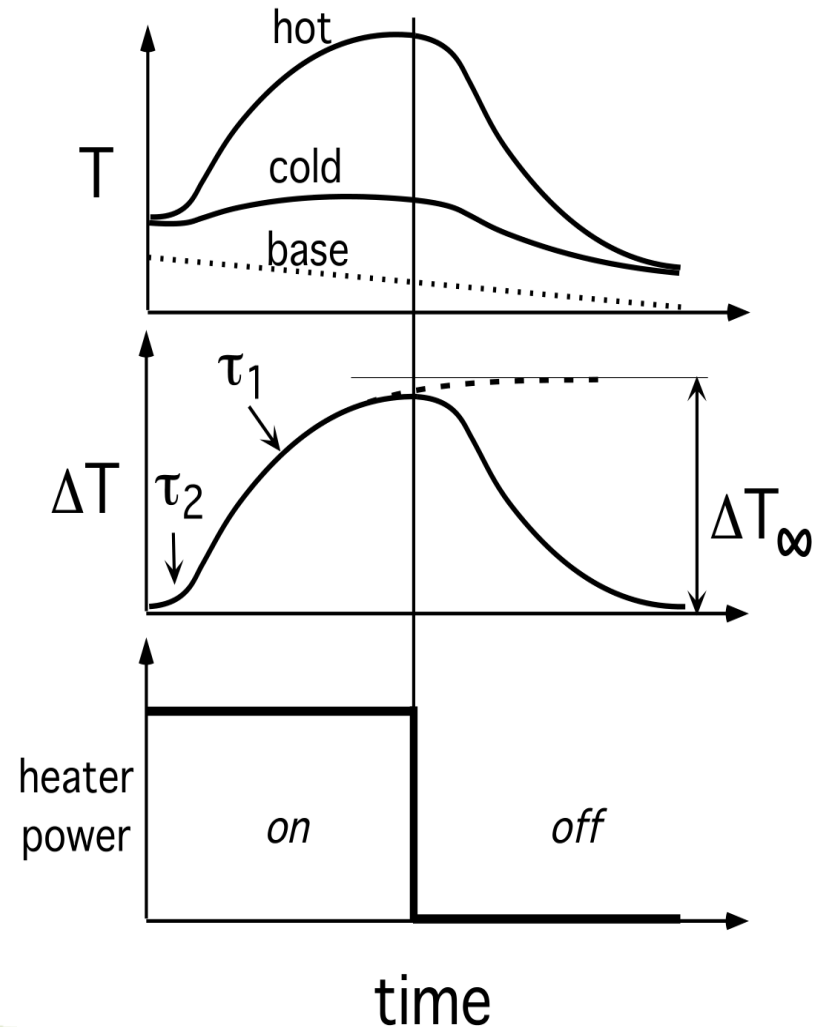


TTO

Principio de Operación

MODELO TERMICO DINAMICO

- Se aplica un pulso de calor
- Se monitoriza $T_{HOT,COLD}(\text{tiempo})$
- Se monitoriza $\Delta V(\text{tiempo})$
- Ajuste a un modelo empírico de 2 tiempos de relajación para determinar ΔT_{∞} and ΔV_{∞}
- Puede realizarse un barrido en T durante la medida (técnica dinámica)
- Algoritmo de medida optimiza de forma continua los parámetros: Heater Power y Heater period



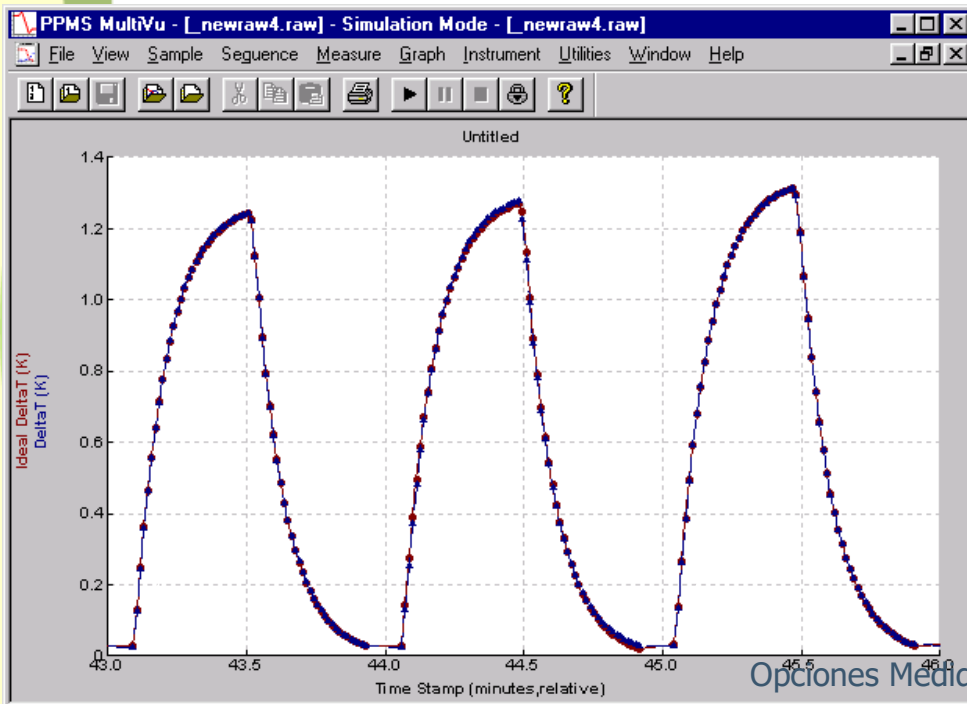
TTO

Principio de Operación

$$M(\tau_1, \tau_2 ; t) = 1 - \frac{\tau_1 e^{-t/\tau_1} - \tau_2 e^{-t/\tau_2}}{\tau_1 - \tau_2} \quad (\text{heating})$$

$$\Delta T(\Delta T_\infty, \tau_1, \tau_2 ; t) = \Delta T_\infty \times [M(t-t_0) + P_{-1}M(t-t_{-1}) + P_{-2}M(t-t_{-2})]$$

- P_n : ratios of heater power on previous pulses to current pulse
- nonlinear least-squares fitting
- exhaustive search in $(\Delta T_\infty, \tau_1, \tau_2)$
- similar expression for data from cooling cycle
- Seebeck data $\Delta V(t)$ analyzed using *linear regression*



TTO

Principio de Operación

- **Conductividad Térmica:**

$$\kappa = (\text{Longitud}/\text{Area}) \times (\text{calor}) / \Delta T_{\infty} = (L/A) \times (I^2 R_{\text{heater}} - \text{pérdidas}) / \Delta T_{\infty}$$

"pérdidas": radiación y conducción de la muestra y los contactos (shoe assemblies)

- **Seebeck :** $\alpha = \Delta V_{\infty} / \Delta T_{\infty} - \alpha_{\text{manganin}}$

α_{manganin} : valor correspondiente a los contactos de manganin

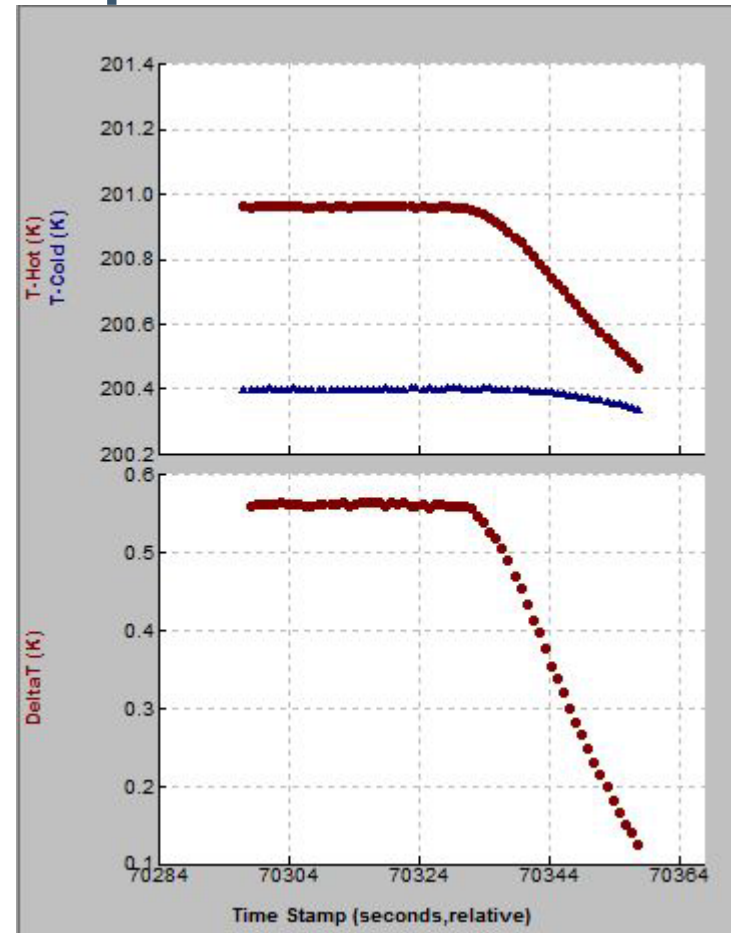
- **Resistividad eléctrica :** $\rho = R_{\text{sample}} \times (A/L)$

TTO

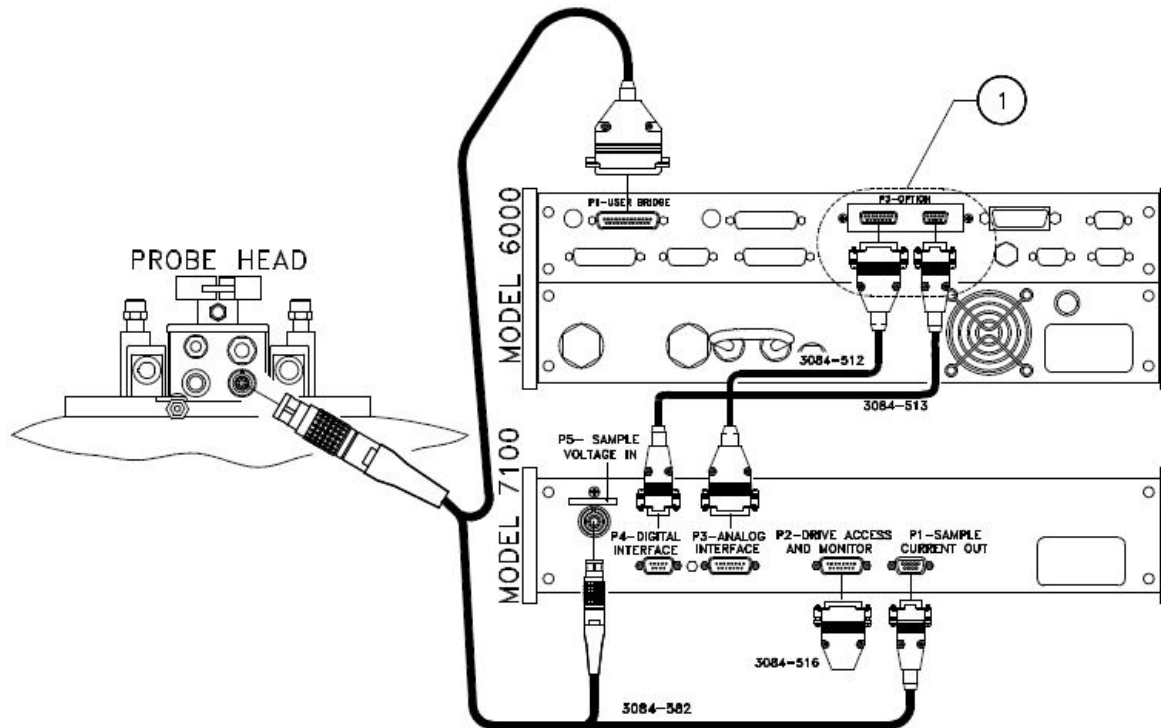
Principio de Operación

MODELO TERMICO ESTATICO

- Se aplica una potencia constante al heater
- Se monitoriza $T_{HOT,COLD}(tiempo)$
- Se monitoriza $\Delta V(tiempo)$
- Se espera a llegar a una condición de estabilidad
- T estable y H estable
- El programa no modifica los parámetros durante la medida

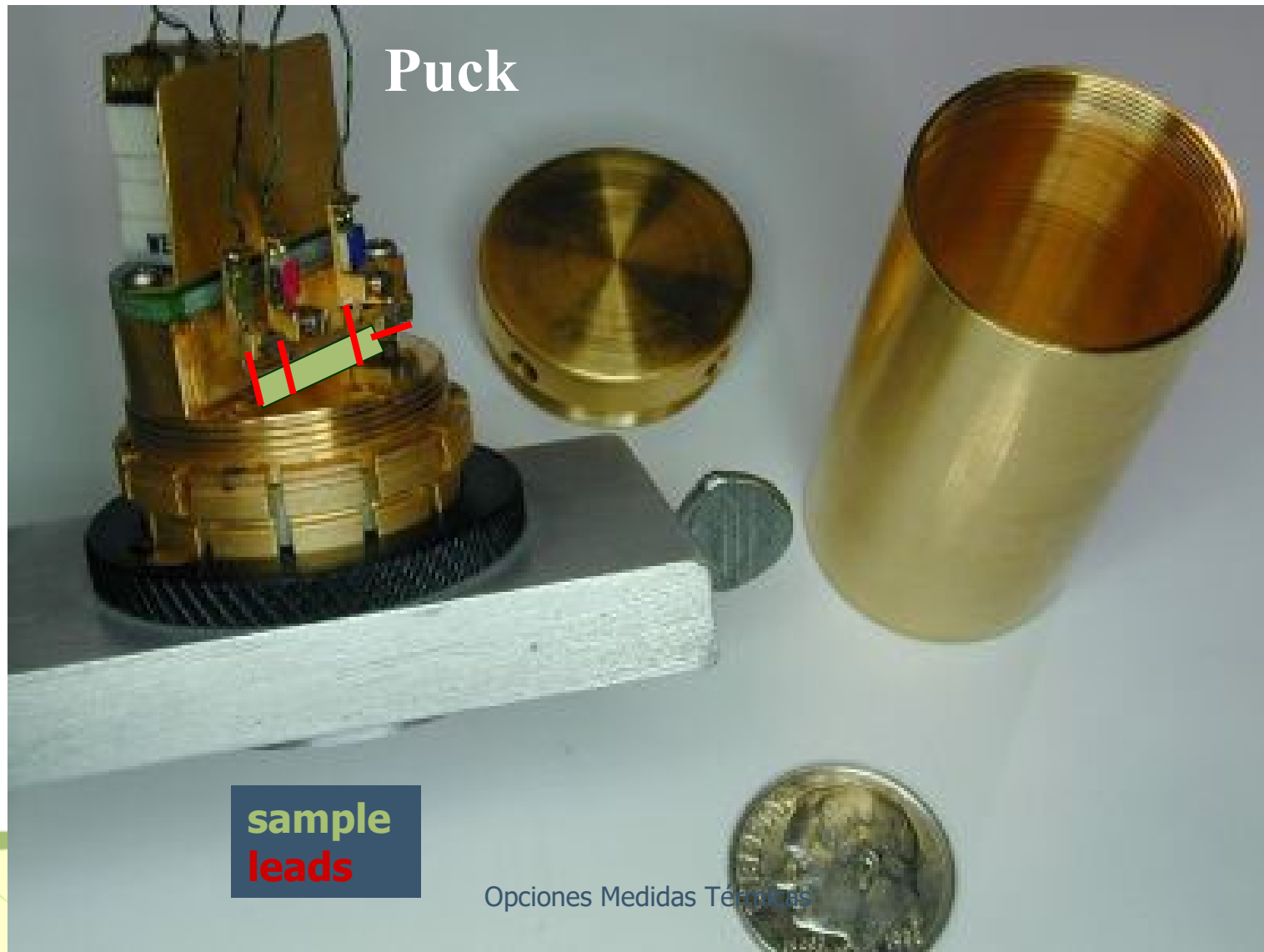


TTO Hardware



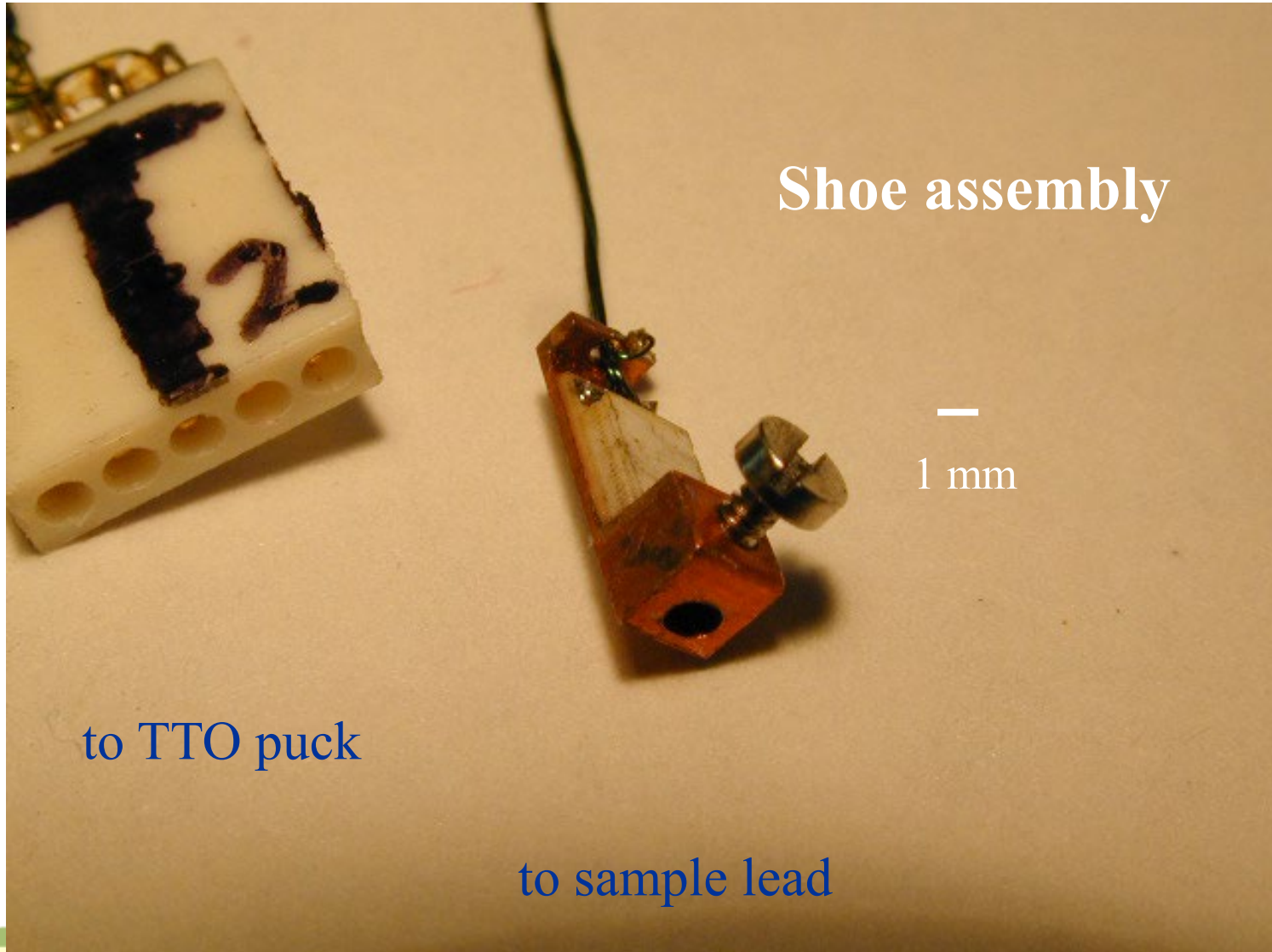
- **User Bridge** para lectura termómetros
- **ACT**
 - corriente del heater y la lectura del voltaje Seebeck
 - Medidas de resistividad eléctrica

TTO Hardware



Opciones Medidas Térmicas

TTO Hardware



Shoe assembly

—
1 mm

to TTO puck

to sample lead

Preparación e Instalación Muestras

- Lados planos y limpios para una mejor adhesión de los contactos
- Pulir las muestras metálicas reduce emisividad (pérdidas por radiación)
- Longitud
 - > 2mm medida por 2 puntos
 - > 4mm medida por 4 puntos (tienen que estar separados)
- Medida 2 puntos: valores bajos de k
 - Conductancia: $K_{\text{contactos}} \gg K_{\text{muestra}}$
- Medida 4 puntos:
 - Evita la resistencia de contacto
 - 4 contactos: montaje más problemático

TTO

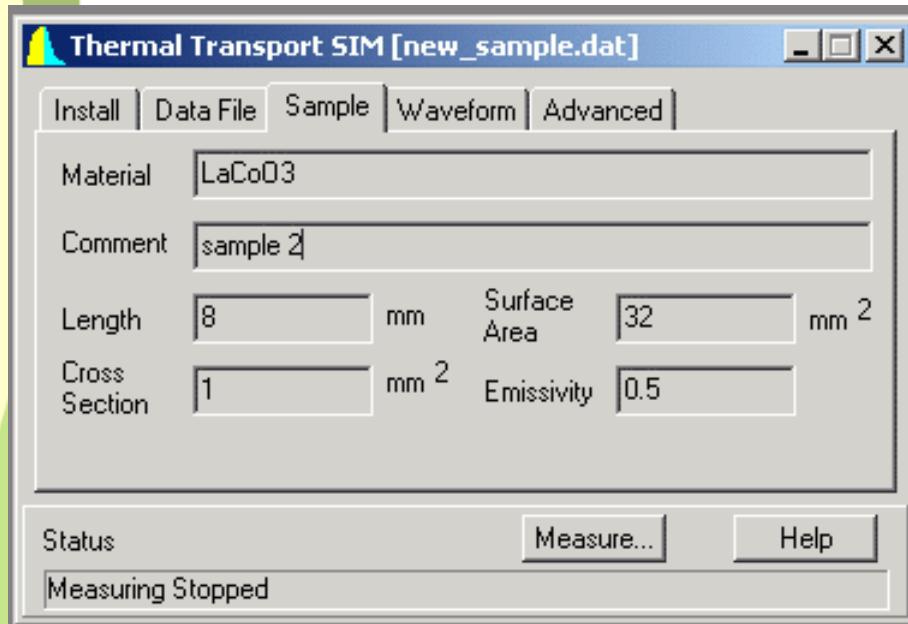
Preparación e Instalación Muestras

- Comprobar los valores de la conductancia térmica K
 - $K(\text{W/K}) = kA/l = 0.001 - 0.02 \text{ W/K}$ a 300 K
 - Mayor rango a baja T
- Valor mínimo K :
 - Máximo periodo $\tau_{\text{TTO}} = 1430$ segundos para medidas continuas
 - Buen ajuste requiere $\tau_{\text{TTO}} > 8 \times \tau_{\text{muestra}}$
 - $\tau_{\text{muestra}} = C/K$ (C capacidad calorífica de la muestra)
- Valor máximo K :
 - Valor mínimo de $\Delta T = \text{Power}/K$ a lo largo de la muestra: $\Delta T/T > 2\%$
 - Máxima potencia $\sim 50 \text{ mW}$

Preparación e Instalación Muestras

Length: distancia entre termómetros

Cross section: sección de la muestra en la región entre termómetros



Potencia radiada:

$$P_{\text{rad}} \propto S \times \varepsilon \times (T_{\text{sample}}^4 - T_{\text{envir}}^4)$$

Surface Area: área total muestra

ε : emissivity

Superficies no metálicas $\varepsilon \sim 1$

Superficies metálicas no pulidas $\varepsilon \sim 0.3$

Superficies metálicas pulidas $\varepsilon \sim 0.1$

NOTA: la fuga de calor por radiación puede ser muy grande a $T > 300\text{K}$

($T_{\text{heater}} > T_{\text{termómetro}}$ en las medidas por 4 puntos)

TTO

Preparación e Instalación Muestras



- Epoxy plata
 - Conductora térmica y eléctrica
 - curar a 120 C durante 15 minutos (150 C 5')
- Epoxy no conductor
 - Curado 100 C 30'
 - Muy fuerte: buena sujeción mecánica
- Soldadura
- Contacto directo con la muestra (láminas metálicas)

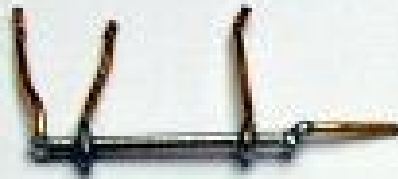
TTO

Preparación e Instalación Muestras



4-probe

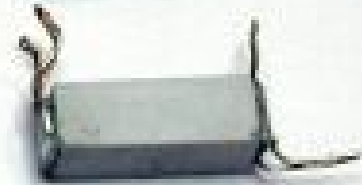
Alumel wire
 $\kappa \sim 30 \text{ W/m-K}$



QD nickel standard
 $\kappa \sim 80 \text{ W/m-K}$

2-probe

Pyrex
 $\kappa \sim 1 \text{ W/m-K}$



Pyroceram
 $\kappa \sim 4 \text{ W/m-K}$



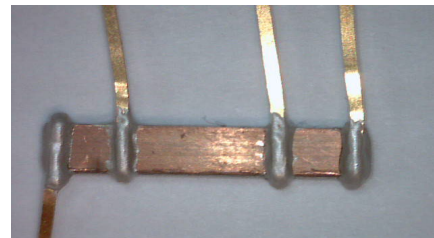
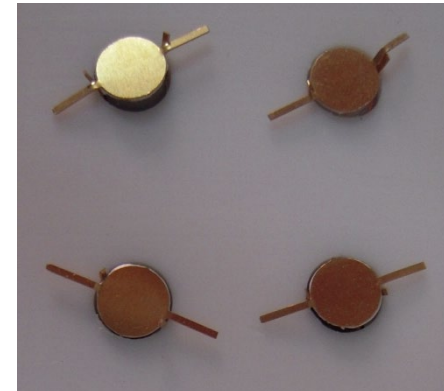
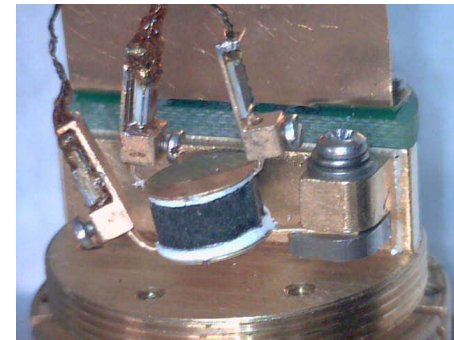
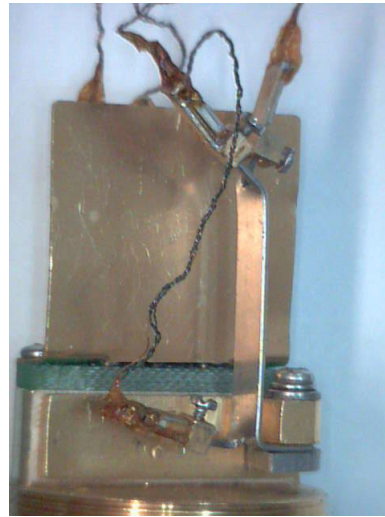
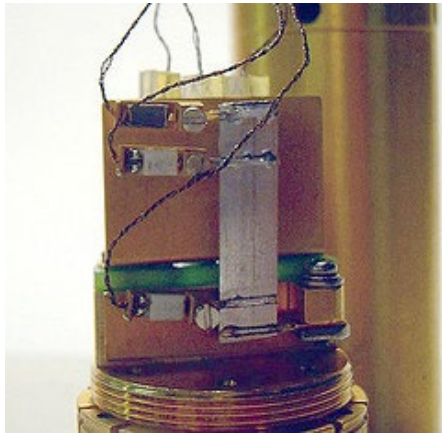
stainless steel
 $\kappa \sim 14 \text{ W/m-K}$



1 cm

TTO

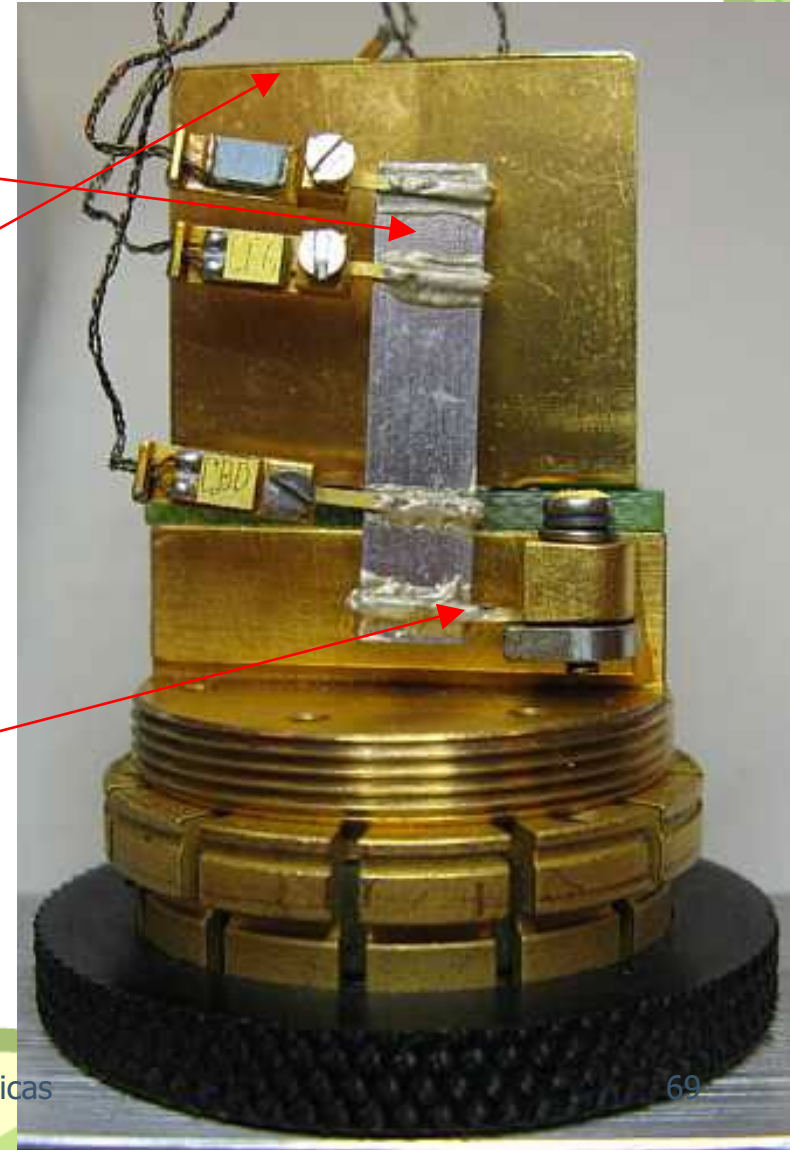
Preparación e Instalación Muestras





Preparación e Instalación Muestras

- Muestra de superconductor de alta T_c
- La muestra debe estar por debajo de la pantalla de radiación
- Contactos rodean la muestra
- Contactos de pintura de plata bien separados
- Pie frío doblado 90 grados
- Las zapatas bien separadas



Preparación e Instalación Muestras



- Muestra plástico aislante
- Evitar contacto entre zapatas (**heater** y **termómetro frío**)
- Doblar el contacto del **termómetro caliente**
- Conectar al pie frío:
 - La muestra no contacta con el puck
 - Las zapatas no tocan la pantalla externa



TTO

Medidas

Modo Continuo vs Modo estático

- Modo continuo ofrece muchas ventajas
 - Valores potencia y periodo del heater se van optimizando durante la medida
 - Es una medida diferencial ajustada a un modelo dinámico, permite medir en rampa de T y H.
 - Gran cantidad de puntos en función del tiempo
 - Ficheros raw con gran cantidad de datos que permiten diagnosticar problemas en el circuito térmico
- Modo estabilidad
 - Necesita conocer las propiedades de la muestra (medir primero modo continuo para obtener parámetros de medida óptimos)
 - Muy útil para muestras muy conductoras con tiempos de difusión cortos

Parámetros Medida

- **Potencia: 0.001 -50 mW**
- **Periodo: 30-1430 segundos**
- Seebeck maximo V
- Resistivity: medir a 17 Hz

Estimación Inicial:

$$\text{Period} = 8\tau = 8C/K$$

$$\text{Power} = K\Delta T$$

Los parámetros a determinar durante la medida son:

- Heater Power: $\text{Trise} = 3\% (T_{\text{rise}} (T_{\text{hot}} - T_{\text{puck}}))$
- Heater Period: 8τ
- Seebeck amplifier gain
- Resistivity excitation, gain and frequency

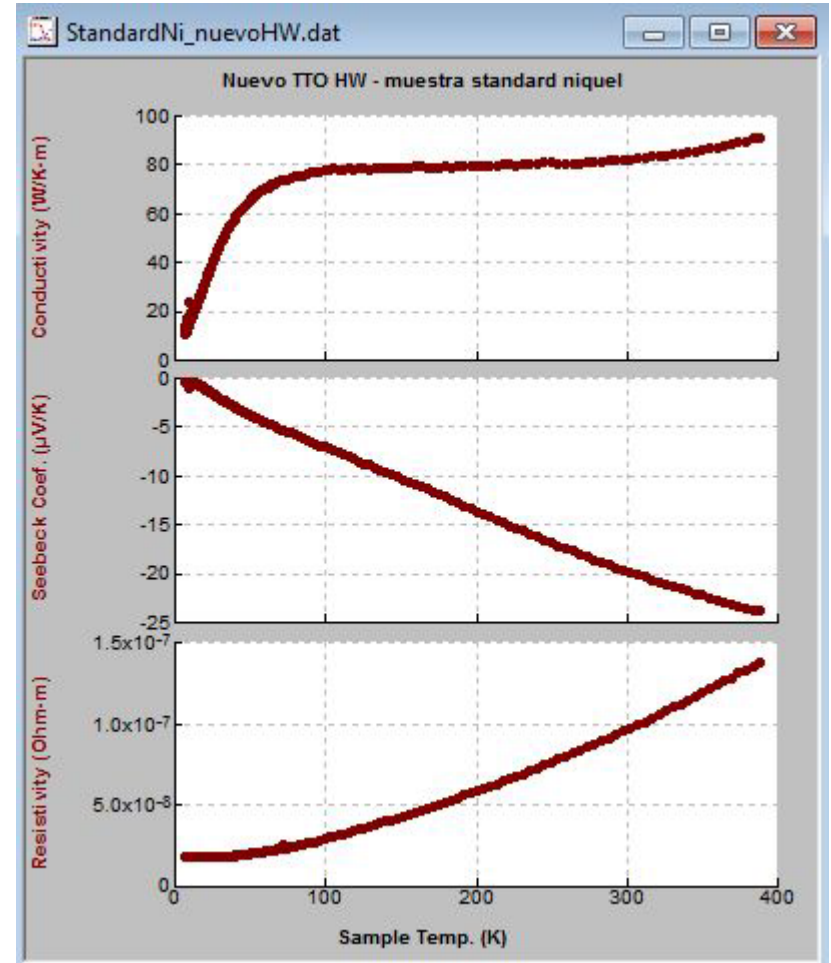
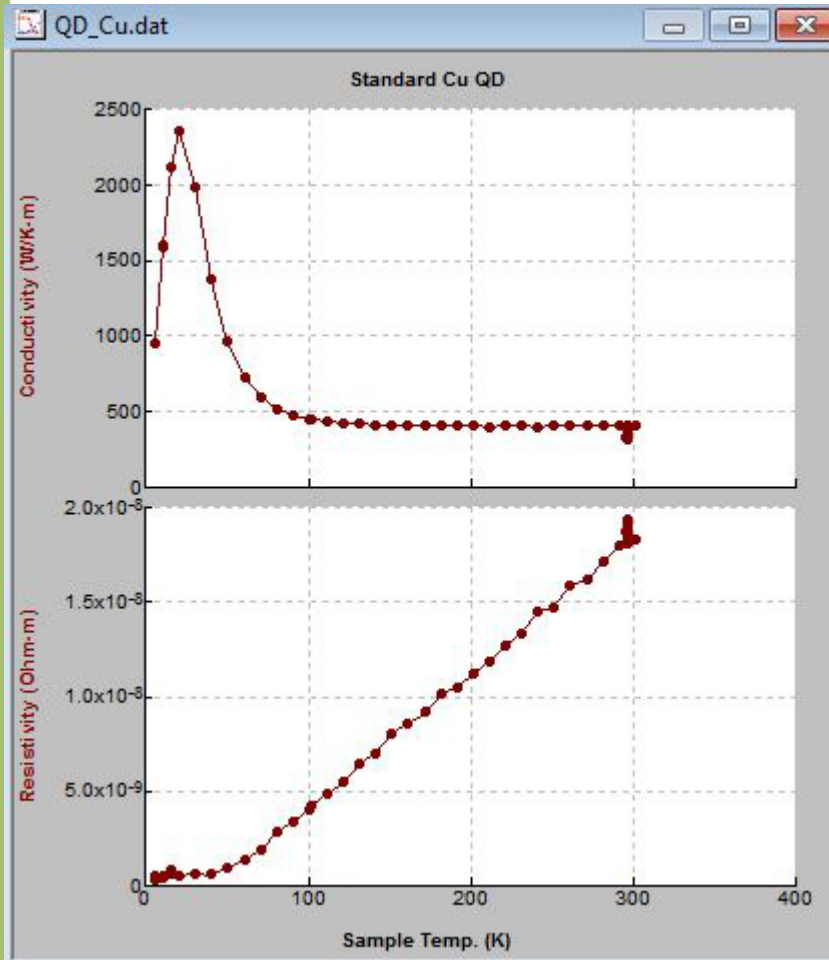
TTO

Secuencias

- Ni_std.seq: secuencia usada para medir el calibrante de Ni (medida completa de ZT)
- TTO continuous vs temp UP.seq
 - Medida desde 2K calentando. Potencia inicial es muy pequeña
- k_300K-5K.seq
 - Medida en dinámico de 300K a 5K. Bajada a 20K más deprisa, bajada más lenta a 5K.
- k_5-300K_estático.seq
 - Medida en estático dentro de 3 scans en T a diferentes potencias

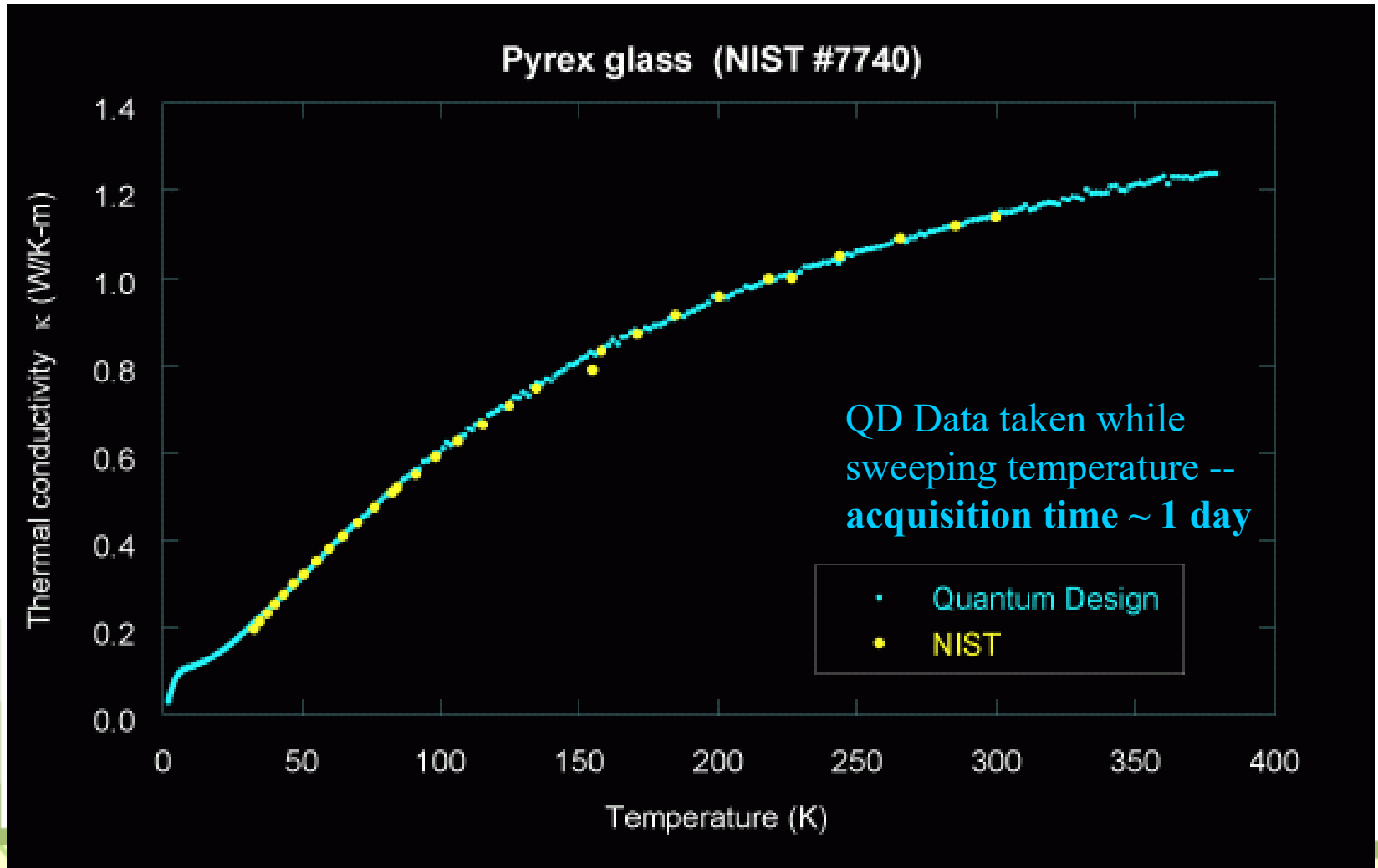
TTO

Ejemplos



TTO

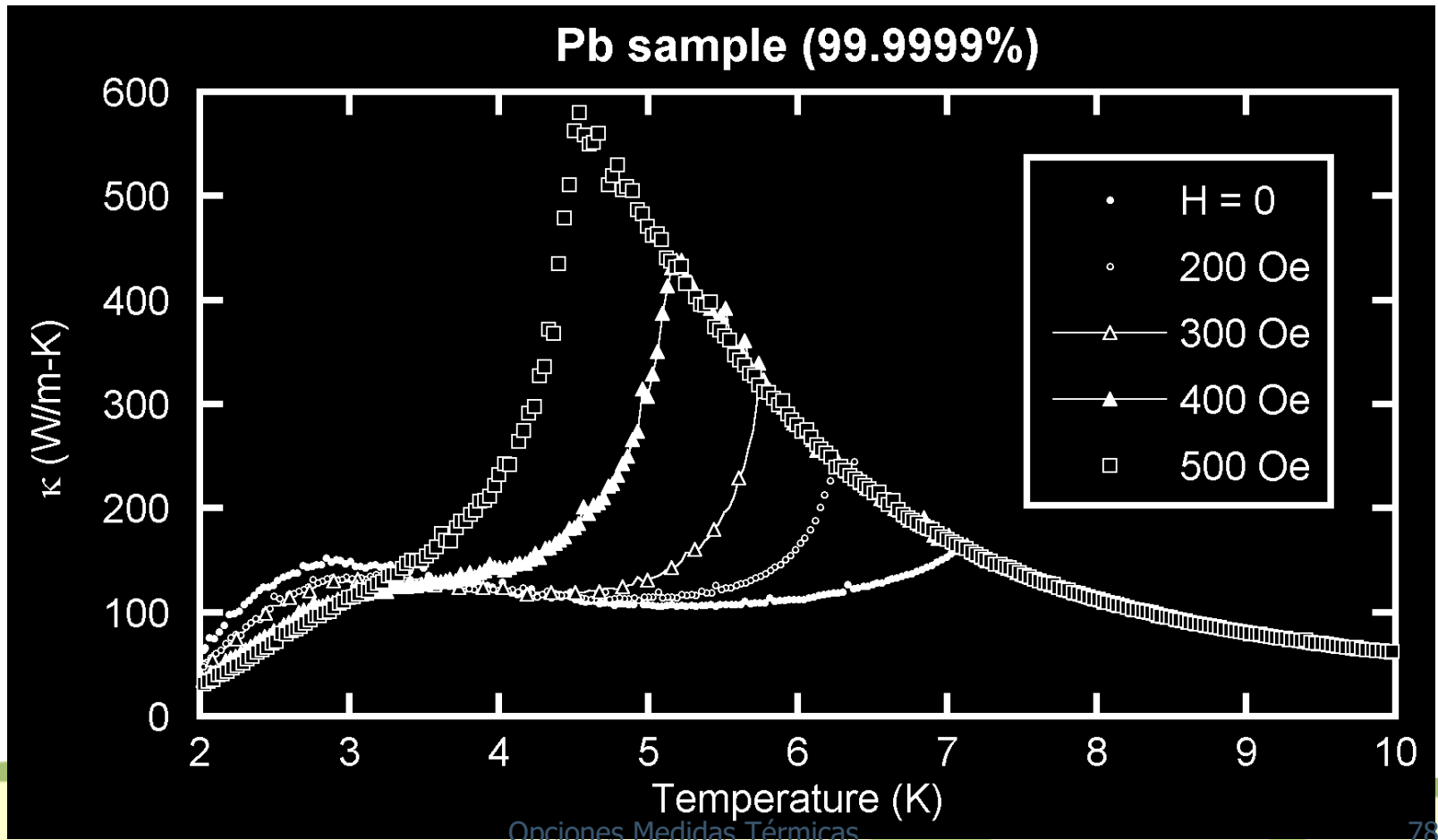
Ejemplos



TTO

Ejemplos

Superconductividad Pb



Interpretación Resultados

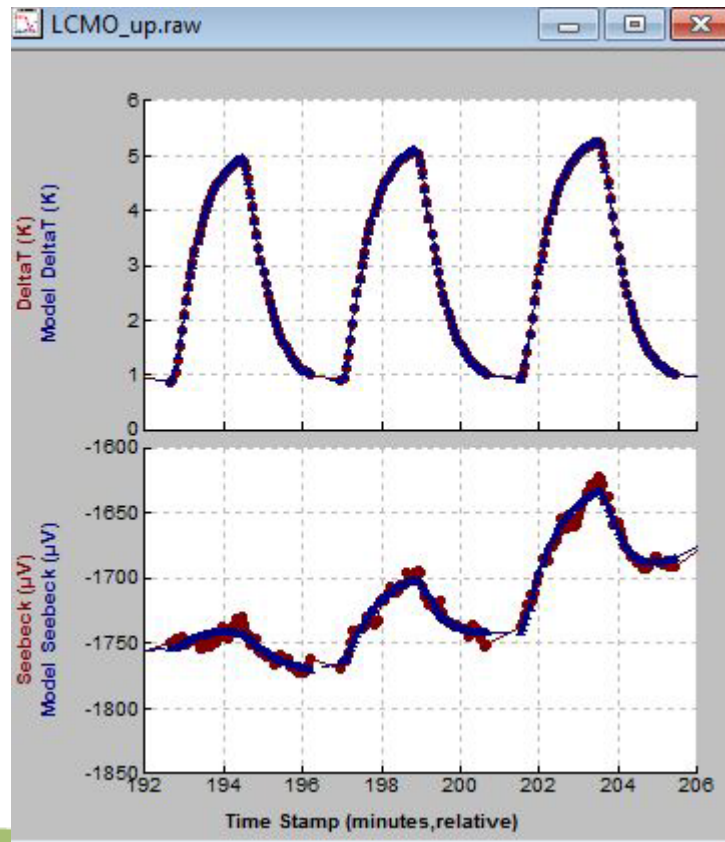
- Líneas 1-13: resultados finales
- Delta Temp: ΔT_{∞} del modelo
- Raw Conductance: sin correcciones (radiación y conducción)
- Seebeck Volt: valor ΔV_{∞} del modelo
- Temp Rise: incremento del valor del termómetro caliente por encima de la T base (valor antes de aplicar pulso)
- Rad. Loss: fuga de calor estimada por radiación de la muestra (no contactos)
- Res. Freq: fijar este valor(min=max)
- PeriodRatio: >8 para un buen ajuste
- tau1/2: tiempo largo/corto del modelo
- map 21/22: valores promedio de la temperatura base de los termómetros frio/caliente

| | Field Name | Field Value |
|----|-------------------------------|----------------------|
| 1 | Time Stamp (minutes,relative) | 692.149 |
| 2 | Status (code) | 5906 |
| 3 | Error (code) | 0 |
| 4 | Magnetic Field (Oe) | -0.046 |
| 5 | Sample Temp. (K) | 325.306154247656 |
| 6 | Conductivity (W/K-m) | 89.2147775513922 |
| 7 | Cond. Std.Dev. | 1.06940341879531 |
| 8 | Seebeck Coef. (uV/K) | -20.9242355865128 |
| 9 | Seebeck Std.Dev. | 0.0529947650313584 |
| 10 | Resistivity (Ohm-m) | 1.01747941910062E-7 |
| 11 | Resist Std.Dev. | 1.51979440259084E-10 |
| 12 | Figure of Merit ZT | 0.0156902206619941 |
| 13 | Merit Std.Dev. | 0.00019768718394806 |
| 14 | Delta Temp. (K) | 6.32131081233012 |
| 15 | Conductance (W/K) | 0.00343960588149946 |
| 16 | Raw Conductance (W/K) | 0.00392259642455638 |
| 17 | Seebeck Volt. (uV) | -135.228477472461 |
| 18 | Resistance (Ohm) | 0.00263908724329224 |
| 19 | Min. Temp. (K) | 313.7675781 |
| 20 | Max. Temp. (K) | 325.4364624 |
| 21 | Temp. Rise (K) | 9.13070219999997 |
| 22 | Req. Htr Power (W) | 0.0248429474304285 |
| 23 | Heater Power (W) | 0.0247959511909557 |
| 24 | Rad. Loss (W) | 0.00017939535394809 |
| 25 | Cond. Pwr. (W) | 0.0246165558370076 |
| 26 | Heater Current (mA) | 3.53213705494505 |
| 27 | Res. Drive (mA) | 1.49891224420024 |
| 28 | Res. Freq (Hz) | 103 |
| 29 | Period (sec) | 613.142857142857 |
| 30 | Period Ratio | 8.51343300398776 |
| 31 | tau1 (sec) | 72.0206357242321 |
| 32 | tau2 (sec) | 20.9768112011682 |
| 33 | Seebeck Gain | 5000 |
| 34 | Resist. Gain | 125000 |
| 35 | System Temp (K) | 320.57125 |
| 36 | Pressure () | 0.00094505 |
| 37 | Map 21 () | 316.37654115 |
| 38 | Map 22 () | 318.2333374 |

TTO

Interpretación Resultados

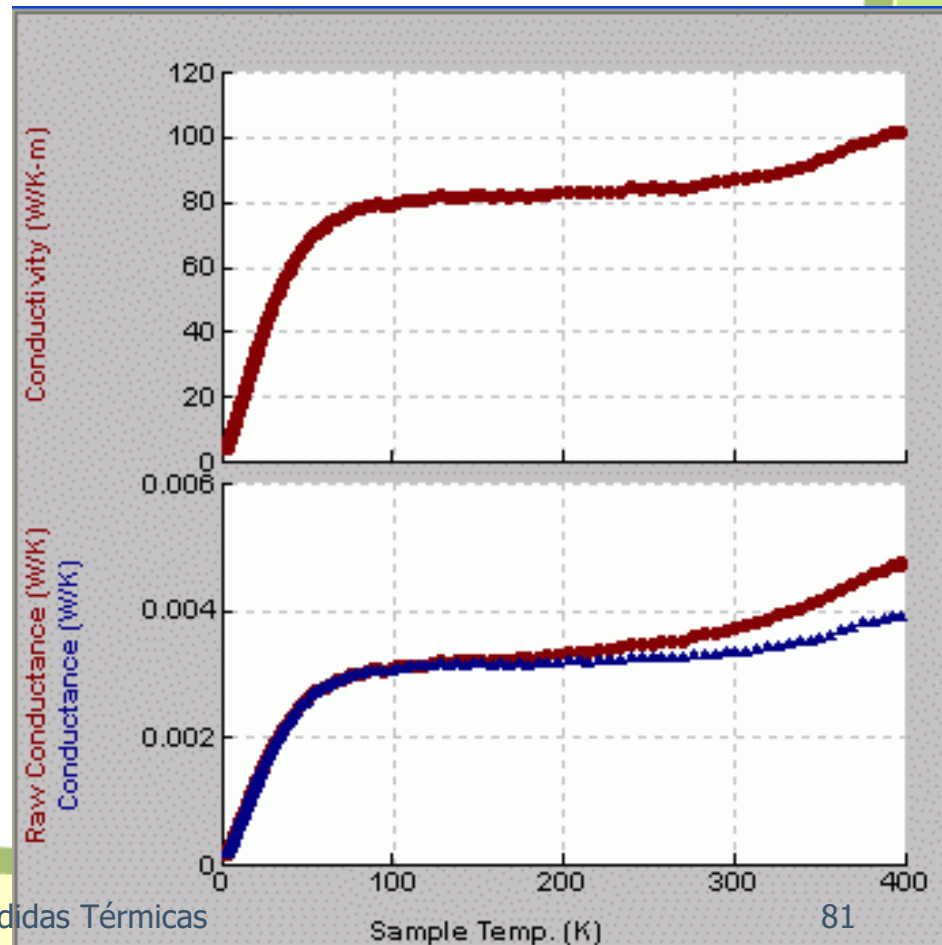
- Visualizar el fichero .raw



Interpretación Resultados

example: QD nickel alloy
standard sample

- Mala elección relación A/L muestra:
 - Imposible de obtener medidas razonables
- Corrección radiación
 - $T > 300$ K un incremento en $k \sim T^3$
 - Diseñar la muestra para tener una conductancia alta a 300K ~ 10 mW/K de forma que las pérdidas ~ 0.4 mW/K no son tan importantes



TTO

Interpretación Resultados

- Valores iniciales de potencia y periodo incorrectos
 - valores típicos a 300K: power \sim 10 mW, period \sim 600 s
 - valores típicos a 2K: power \sim 1 μ W, period=30 s
- Alta resistencia de contacto (epoxy)
 - Maximizar A/L del contacto
 - Lijar la superficie de la muestra para un mejor agarre del epoxy
- Corto entre el contacto y el heater o termómetro
 - Ruido en la temperatura (corto en el termómetro)
 - No calienta (corto en el heater)
 - Nuevo diseño de zapatas (2009) evita este problema con una barrera de epoxy

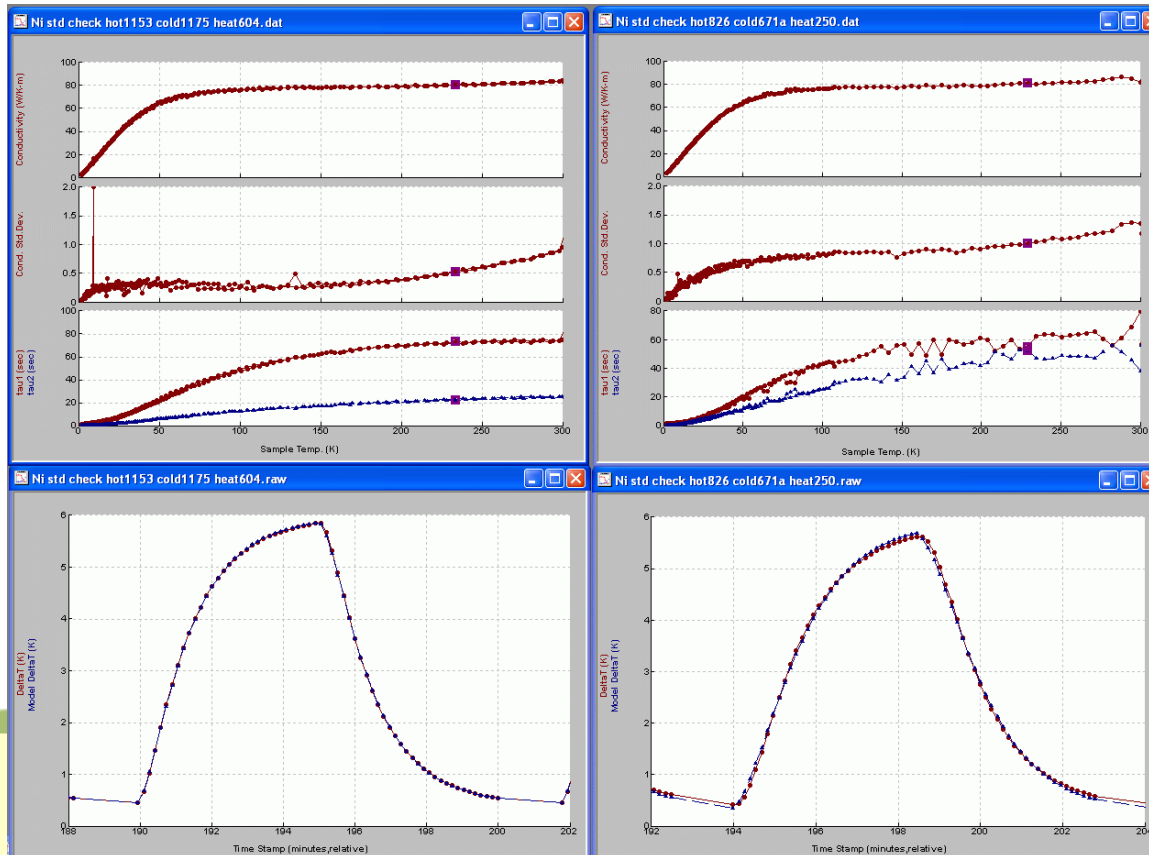


BAD!

TTO

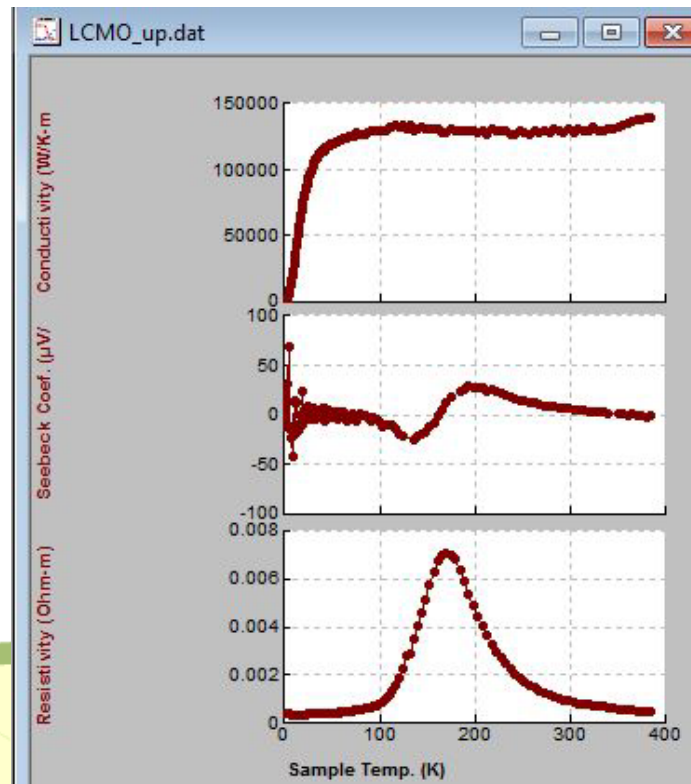
Interpretación Resultados

- Mal contacto entre el termómetro y la zapata
 - Modelo térmico no funciona:
 - Dispersión en los valores de tau1 y tau2
 - tau1=tau2
 - La zapata tiene que mandarse a QD para reparar



Interpretación Resultados

- Seebeck a baja T presenta mucho ruido
 - Pequeñas señales $\Delta V = \alpha \cdot \Delta T$; α y $\Delta T \rightarrow 0$
 - Derivas lentas ($\sim \mu V$) en el amplificador de alta ganancia del ACT disminuyen el voltaje Seebeck durante el tiempo de medida
- Seebeck muestras aislantes: Si la resistividad ρ de la muestra se incrementa por encima de $\sim 50 \text{ k}\Omega$, las corrientes de offset del amplificador introducen un voltaje DC que disminuye la sensibilidad



Medidas Térmicas

