



# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

10-14 Junio 2013

SAI Universidad de Zaragoza  
Servicio de Medidas Físicas



# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

Sesión 1 (opcional)

**Introducción Magnetismo**

# INTRODUCCIÓN MAGNETISMO



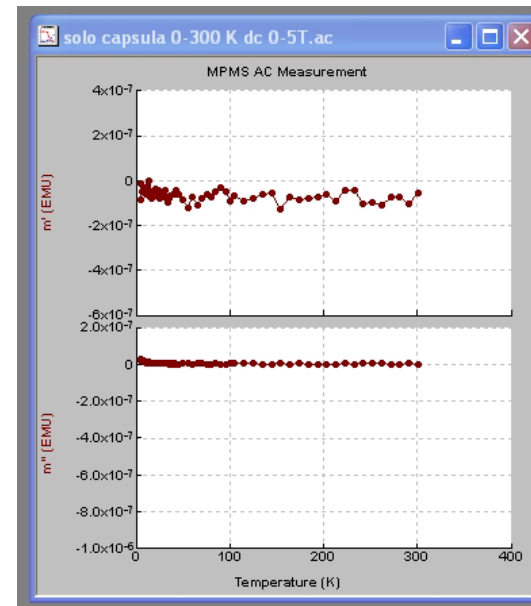
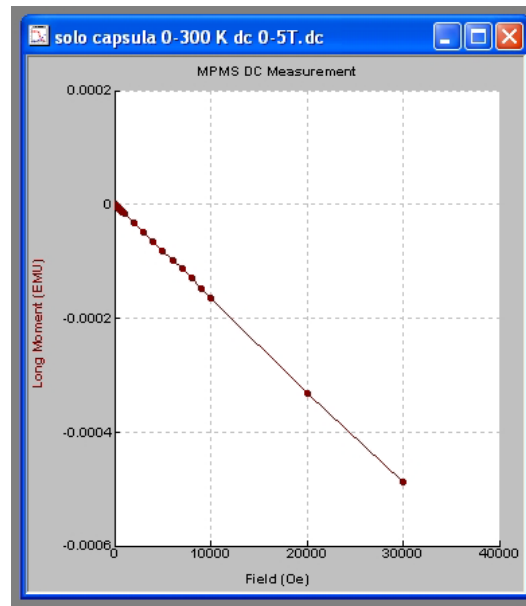
- Tipos de comportamiento magnético
  - Diamagnéticos
  - Paramagnéticos
  - Orden magnético
    - Ferromagnéticos
    - Antiferromagnéticos
    - Ferrimagnéticos
  - Superconductores
  - Superparamagnetismo (NP's)

# DIAMAGNETISMO

- En presencia de un  $H$  aparece un momento magnético opuesto al campo ( $B < H$ ).
- Existe en todos los átomos e iones, pero sólo se observa si el momento magnético es nulo

$$\chi \sim -10^{-5} \text{ a } -10^{-6} \text{ emu/mol}$$

Independiente  $H$  y  $T$



Cápsula gelatina  
(portamuestras)  
 $m/H \sim -2 \cdot 10^{-8} \text{ emu/Oe}$

# PARAMAGNETISMO

- En presencia de un  $H$  aparece un momento magnético paralelo al campo ( $B > H$ ).
- $M(0) = 0$  y  $M(H)$  es lineal (aproximación bajo  $H$  y alta  $T$ ) y reversible

$$X = M/H$$

- Origen: momento magnético permanente de los iones o átomos del material
- $X \sim 10^{-3} - 10^{-2}$  emu/mol a RT ( $X \sim 10^{-4}$ )

# PARAMAGNETISMO

**Tipo Curie:  $\chi(T) = C/T$**

$$M = N\mu_B g_J J B_J(x) \quad x = g_J \mu_B J \mu_0 H / kT$$

$$B_J(x) = \left( \frac{2J+1}{2J} \right) \coth\left( \frac{2J+1}{2J} x \right) - \left( \frac{1}{2J} \right) \coth\left( \frac{x}{2J} \right)$$



$$H \downarrow T \uparrow \Rightarrow X \rightarrow N \mu_0 \mu_B^2 g_J^2 J(J+1) / 3kT = C/T$$

$N = n^\circ \text{ átomos/cm}^3$

$$C = N \mu_0 \mu_B^2 p_{\text{eff}}^2 / 3k$$

$$H \uparrow T \downarrow \Rightarrow M \rightarrow N \mu_B g_J J$$

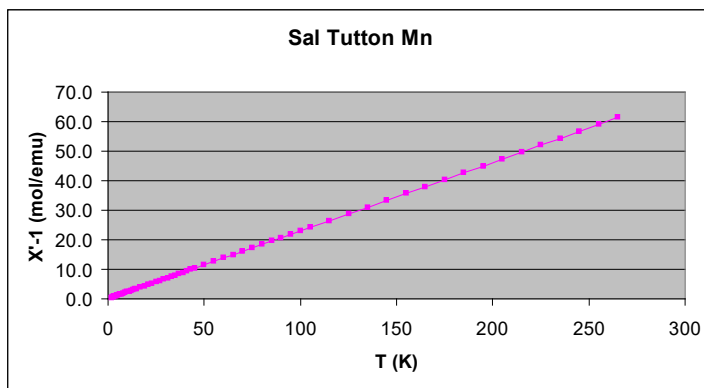
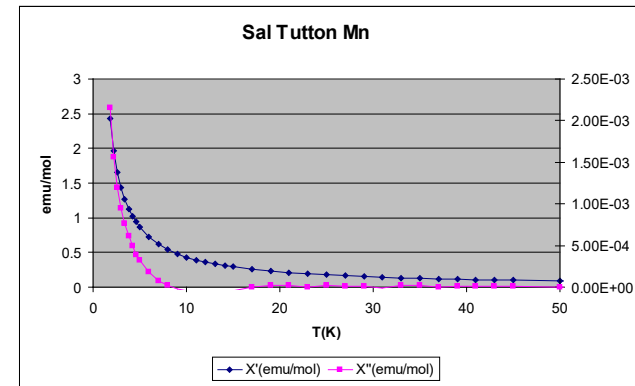
# PARAMAGNETISMO

$$X(T) = C/T$$

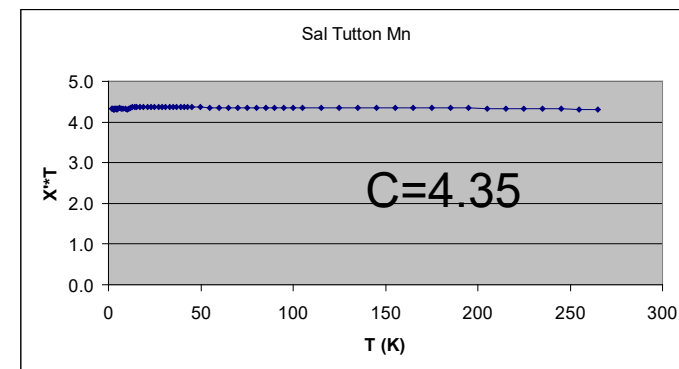
## ○ Ejemplo: Sal Tutton Mn

$$C = N_A \mu_0 \mu_B^2 p_{\text{eff}}^2 / 3k = 0.125 p_{\text{eff}}^2$$

- Experimental:  $C = 0.125 p_{\text{eff}}^2 \rightarrow p_{\text{eff}} = 5.99$
- Teórico:  $S = 5/2 \rightarrow p_{\text{eff}} = 5.92$



$$X^{-1}(T) = T/C$$



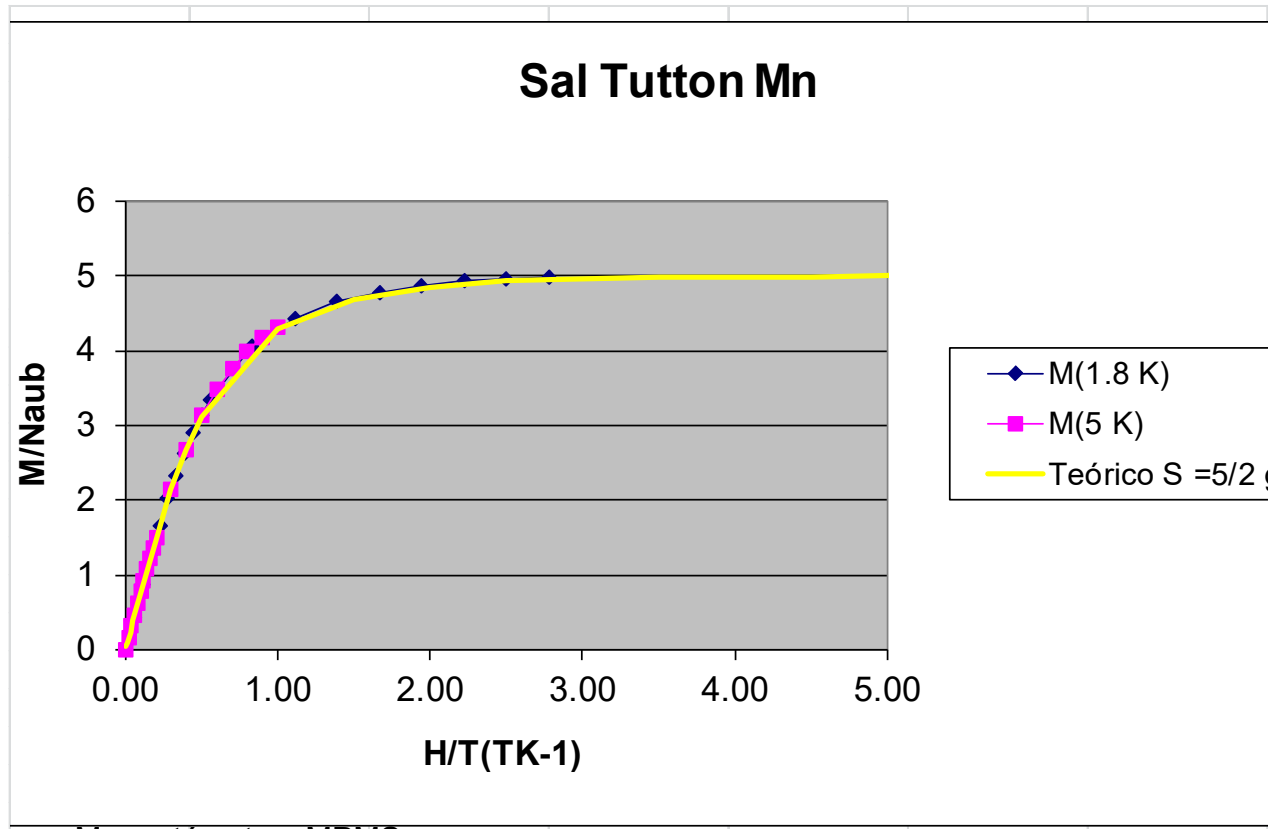
$$X^*T = C$$

# PARAMAGNETISMO

○ Ejemplo: Sal Tutton Mn

$$H \uparrow T \downarrow \Rightarrow M \rightarrow N \mu_B g_J J$$

$$S=5/2, g=2 \quad M/N \mu_B \rightarrow 5$$





# PARAMAGNETISMO



ión	Configuración	$g[j(j+1)]^{0.5}$	$g[s(s+1)]^{0.5}$	medido
Ti <sup>3+</sup> , V <sup>4+</sup>	3d <sup>1</sup>	1.55	1.73	1.8
V <sup>3+</sup>	3d <sup>2</sup>	1.63	2.83	2.8
Cr <sup>3+</sup> , V <sup>3+</sup>	3d <sup>3</sup>	0.77	3.87	3.8
Mn <sup>3+</sup> , Cr <sup>3+</sup>	3d <sup>4</sup>	0	4.90	4.9
Fe <sup>3+</sup> , Mn <sup>2+</sup>	3d <sup>5</sup>	5.92	5.92	5.9
Fe <sup>2+</sup>	3d <sup>6</sup>	6.70	4.90	5.4
Co <sup>2+</sup>	3d <sup>7</sup>	6.63	3.87	4.8
Ni <sup>2+</sup>	3d <sup>8</sup>	5.59	2.83	3.2
Cu <sup>2+</sup>	3d <sup>9</sup>	3.55	1.73	1.9

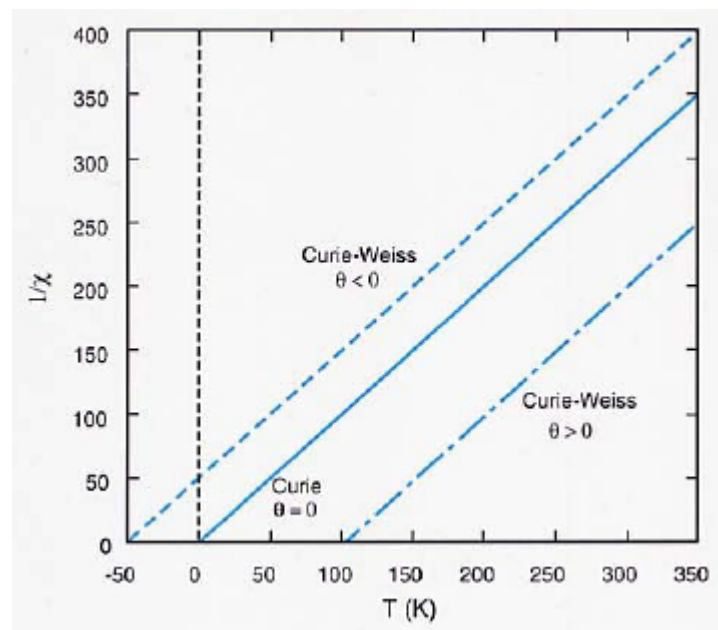
ión	configuración	$g[j(j+1)]^{0.5}$	medido
Ce <sup>3+</sup>	4f <sup>1</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	2.54	2.4
Pr <sup>3+</sup>	4f <sup>2</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	3.58	3.5
Nd <sup>3+</sup>	4f <sup>3</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	3.62	3.5
Pm <sup>3+</sup>	4f <sup>4</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	2.68	-
Sm <sup>3+</sup>	4f <sup>5</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	0.84	1.5
Eu <sup>3+</sup>	4f <sup>6</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	0	3.4
Gd <sup>3+</sup>	4f <sup>7</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	7.94	8.0
Tb <sup>3+</sup>	4f <sup>8</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	9.72	9.5
Dy <sup>3+</sup>	4f <sup>9</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	10.63	10.6
Ho <sup>3+</sup>	4f <sup>10</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	10.60	10.4
Er <sup>3+</sup>	4f <sup>11</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	9.59	9.5
Tm <sup>3+</sup>	4f <sup>12</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	7.57	7.3
Yb <sup>3+</sup>	4f <sup>13</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>6</sup>	4.54	4.5

## Tipo Curie-Weiss: $\chi(T) = C/(T-\theta)$

$\theta$  es la llamada temperatura de Curie-Weiss

$\theta > 0$  alineación paralela espines (ferromagnética)

$\theta < 0$  alineación antiparalela espines  
(antiferromagnética)



## Paramagnetismo Independiente T

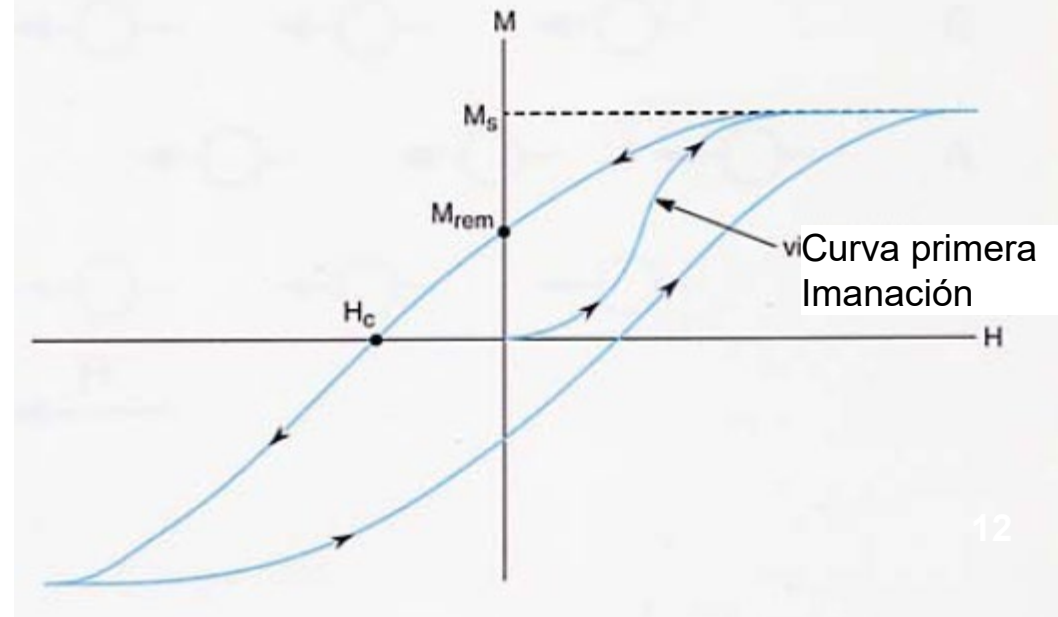
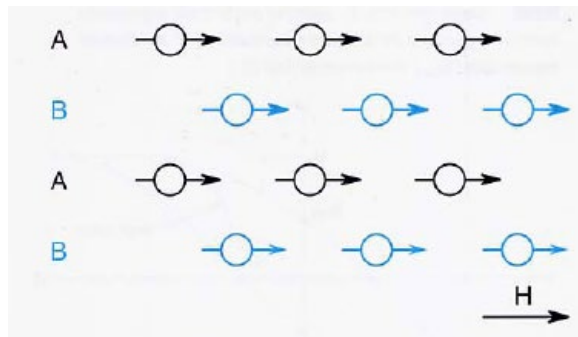
- Paramagnetismo de Pauli en metales, debida al espín de los electrones de conducción
- Paramagnetismo de Van Vleck

# FERROMAGNETISMO

- El FM es el tipo de magnetismo más fuerte en los materiales.
- Curvas características  $M(H)$  y  $M(T)$  distintivas
  - $M(H)$  es no lineal e irreversible  $\rightarrow$  Histéresis
  - Parámetros característicos,  $M_s$ ,  $M_{rem}$ ,  $H_c$ ,  $BH_{max}$

$M_s$  parámetro Intrínseco

$$M_s(0) = N\mu_B g_J J$$



# FERROMAGNETISMO

## M(T)

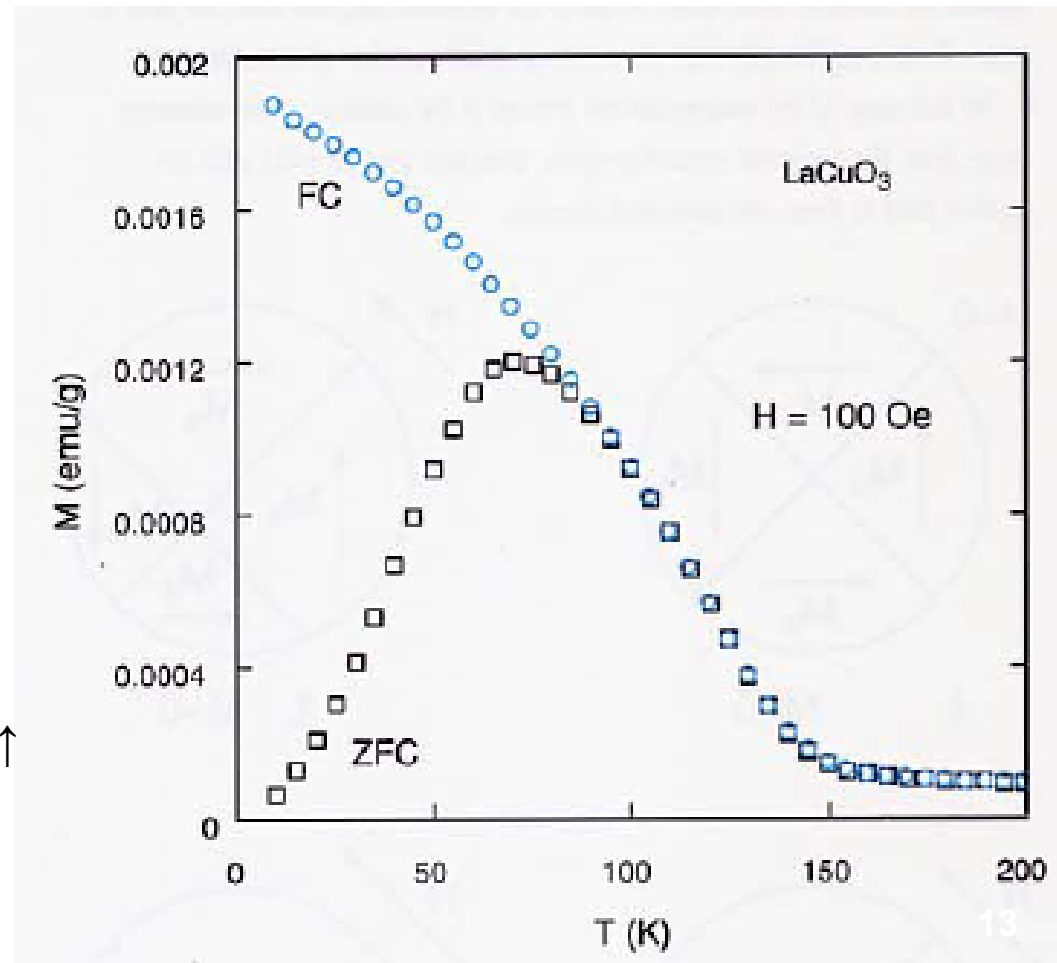
### Experimento FC/ZFC

FC:

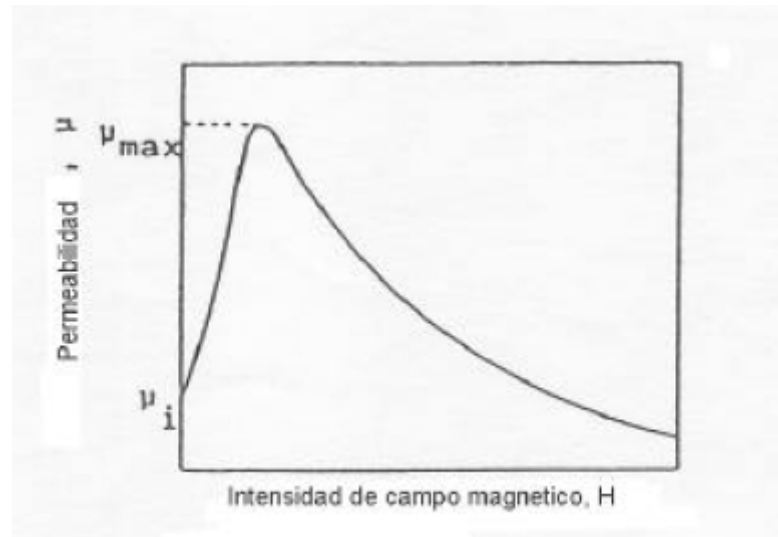
- Enfriar  $T_{\min}$   $H = 0$
- Medir  $M(T)$   $H \neq 0$   $T \uparrow$

ZFC:

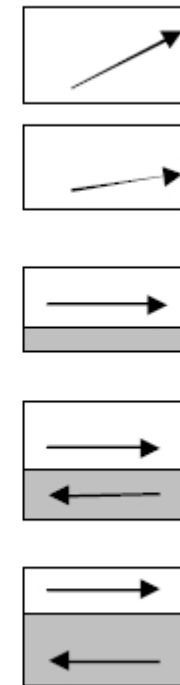
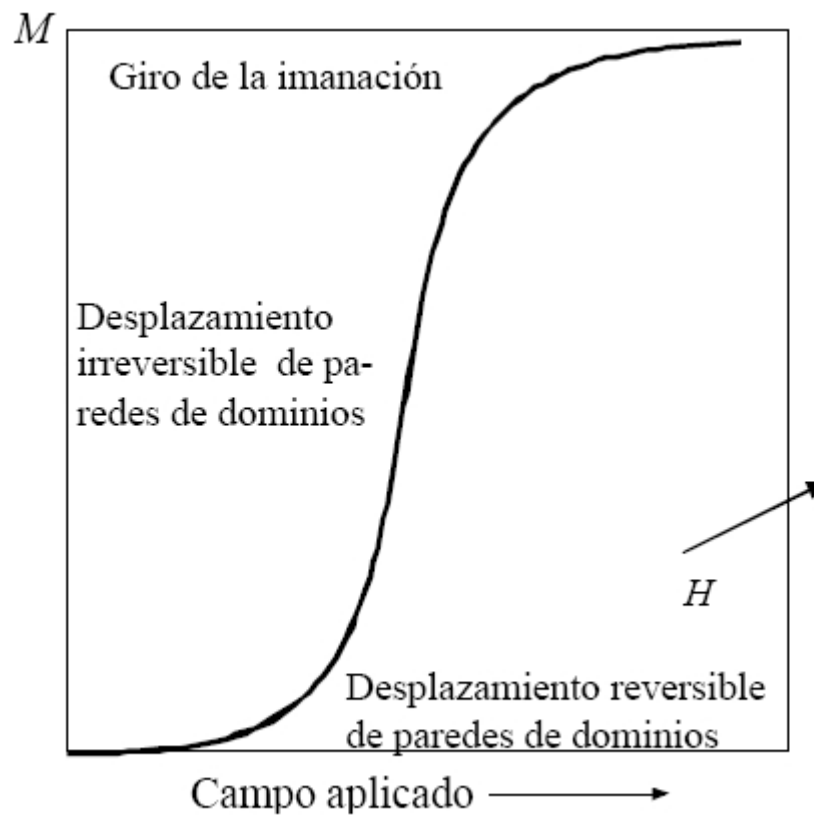
- Enfriar  $T_{\min}$   $H \neq 0$
- Medir  $M(T)$   $H \neq 0$   $T \downarrow$  o  $T \uparrow$



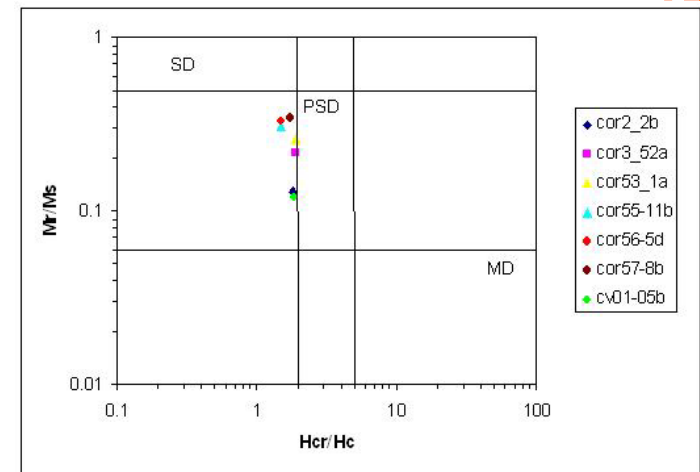
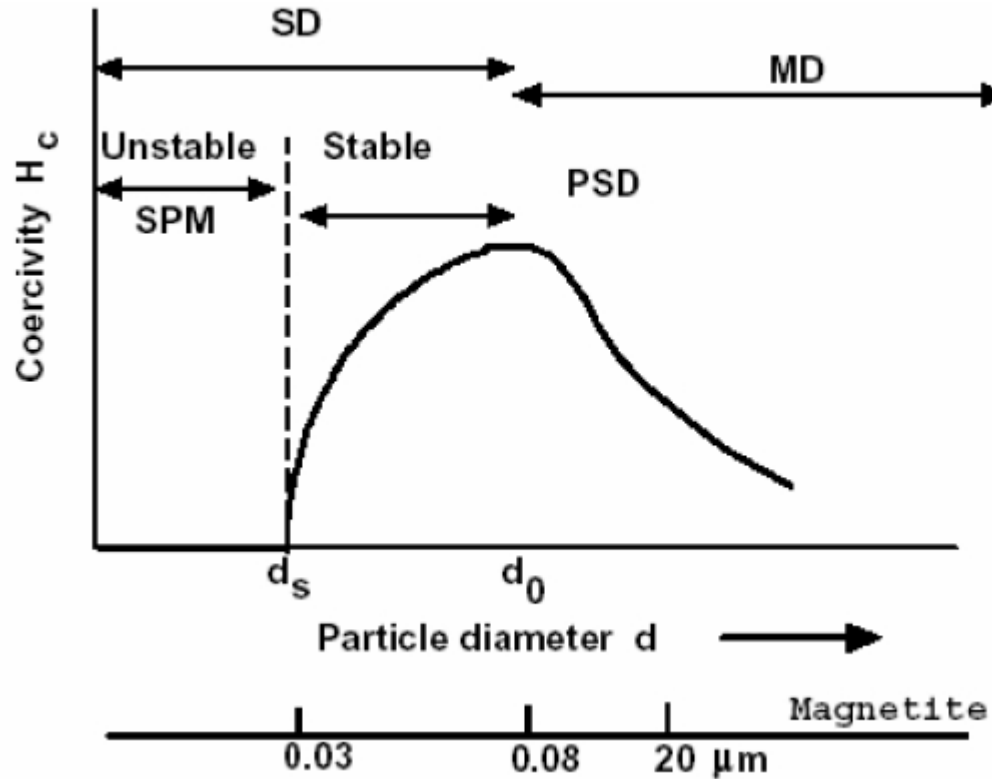
## Permeabilidad Magnética



# FERROMAGNETISMO



# FERROMAGNETISMO



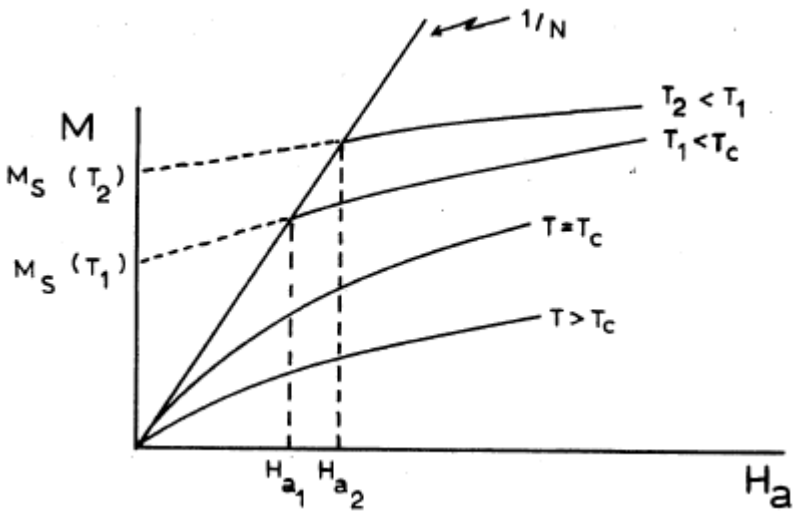
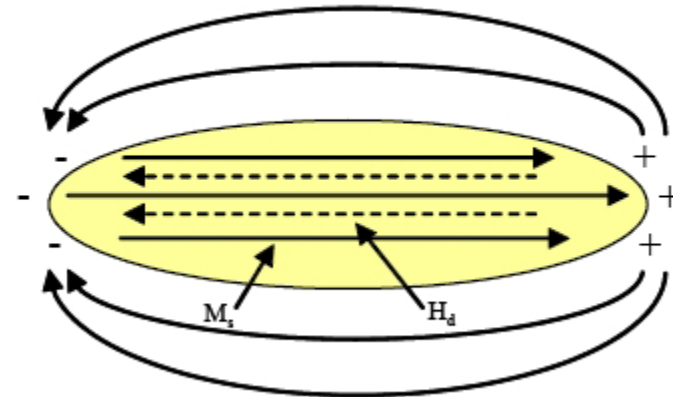


# FERROMAGNETISMO

## Campo Desimanador

$$H_d = -NM$$

N depende de la forma del material



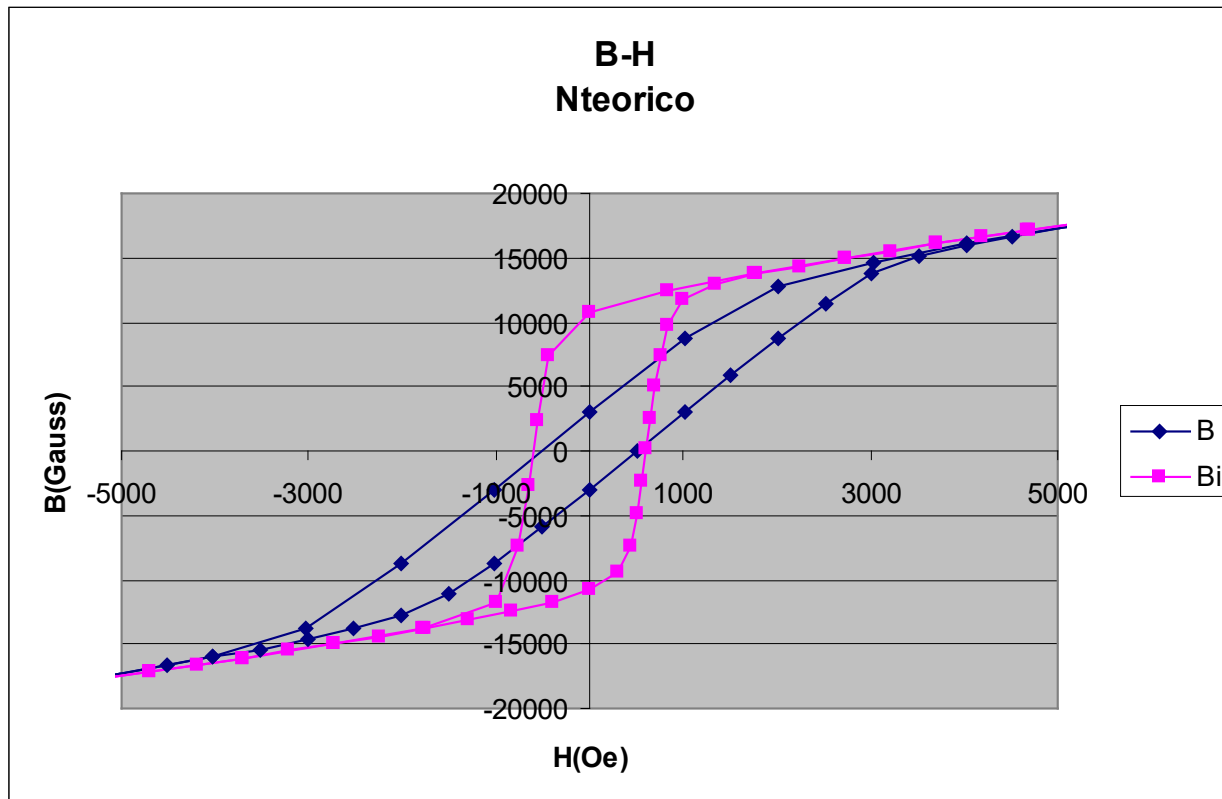
$$H = H_a - N M$$

$$M = \kappa_a H_a = \kappa H = \kappa(H_a - NM) = \kappa(H_a - N\kappa_a H_a)$$

$$\kappa_a = \frac{\kappa}{1 + \kappa N} \xrightarrow{\kappa \rightarrow \infty} \frac{1}{N}$$

# FERROMAGNETISMO

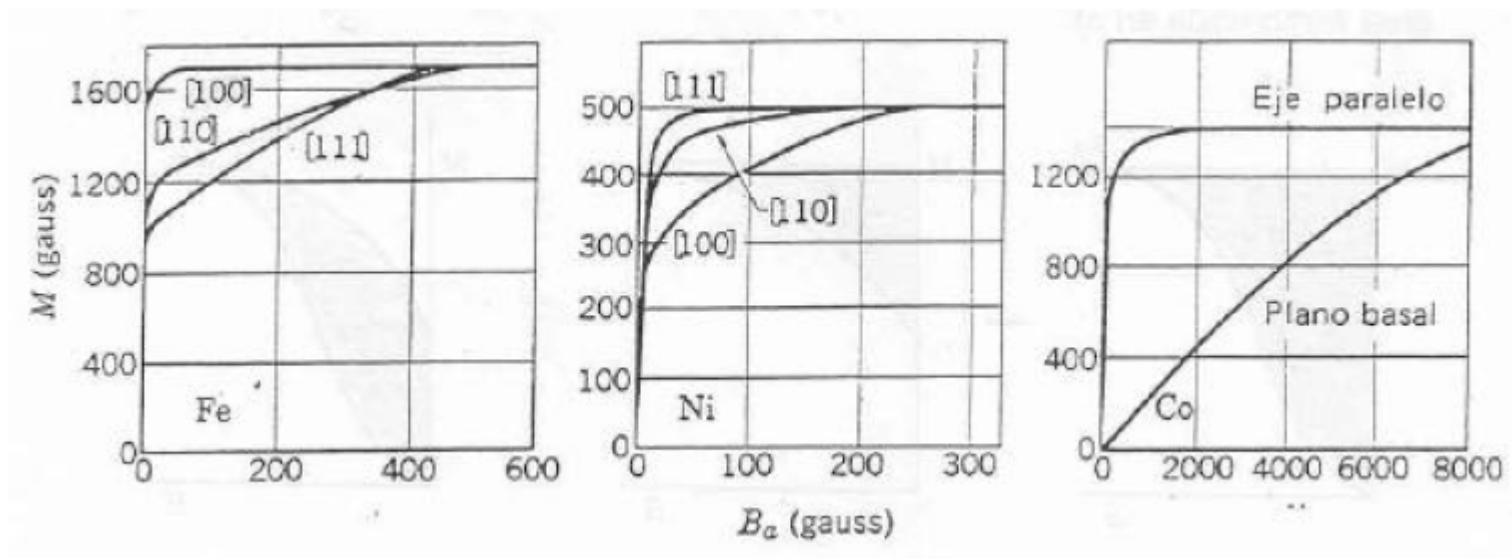
## Campo Desimanador



# FERROMAGNETISMO

## ○ Anisotropía Magnética

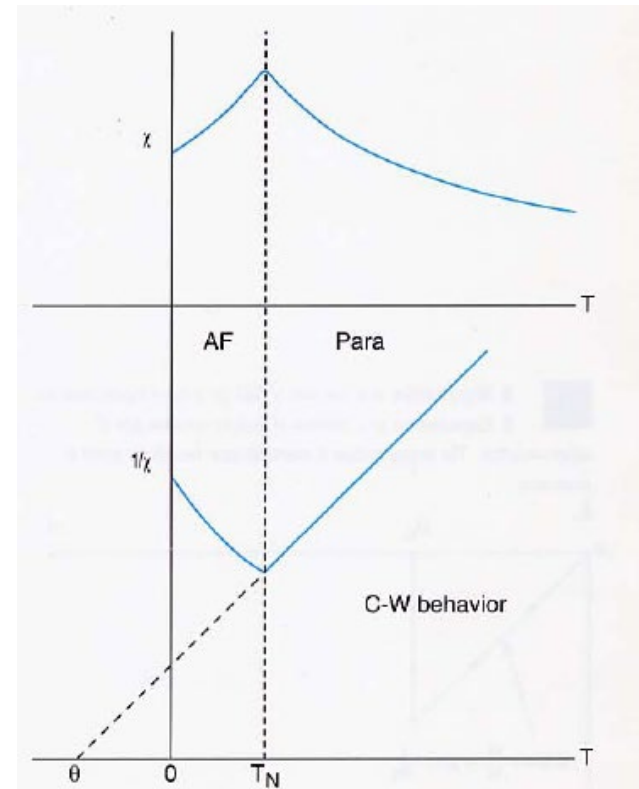
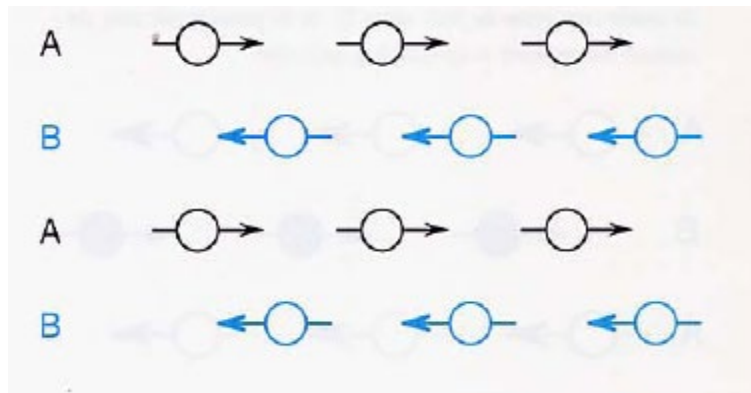
- Cristalina  $\Rightarrow$  Acoplamiento SO y CC
- Magnetoelástica  $\Rightarrow$  por deformación
- De forma  $\Rightarrow$  Campo desimanador



# ANTIFERROMAGNETISMO

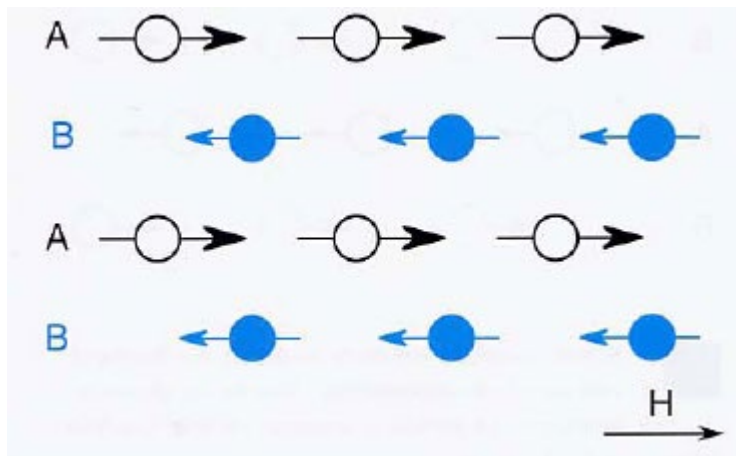
○ En un AF los momentos magnéticos vecinos se alinean antiparalelamente cancelándose mutuamente:

- Valores muy pequeños  $M$
- $M(H)$  linear similar paramagneto
- $\chi$  es una propiedad válida



# FERRIMAGNETISMO

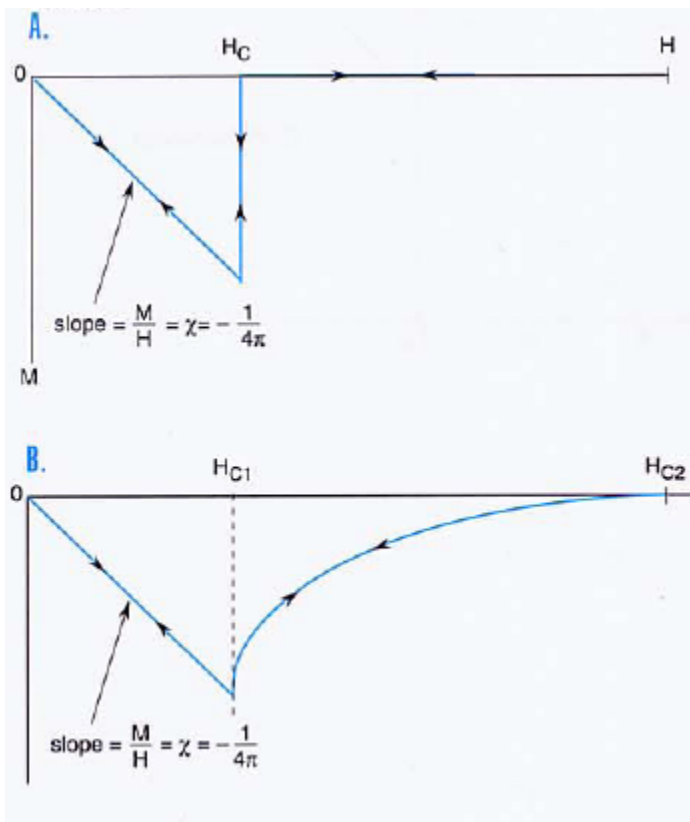
- En un Ferrimagnético los momentos magnéticos vecinos se alinean antiparalelamente como en un AF pero no se cancelan:



Comportamiento similar  
FM

# SUPERCONDUCTORES

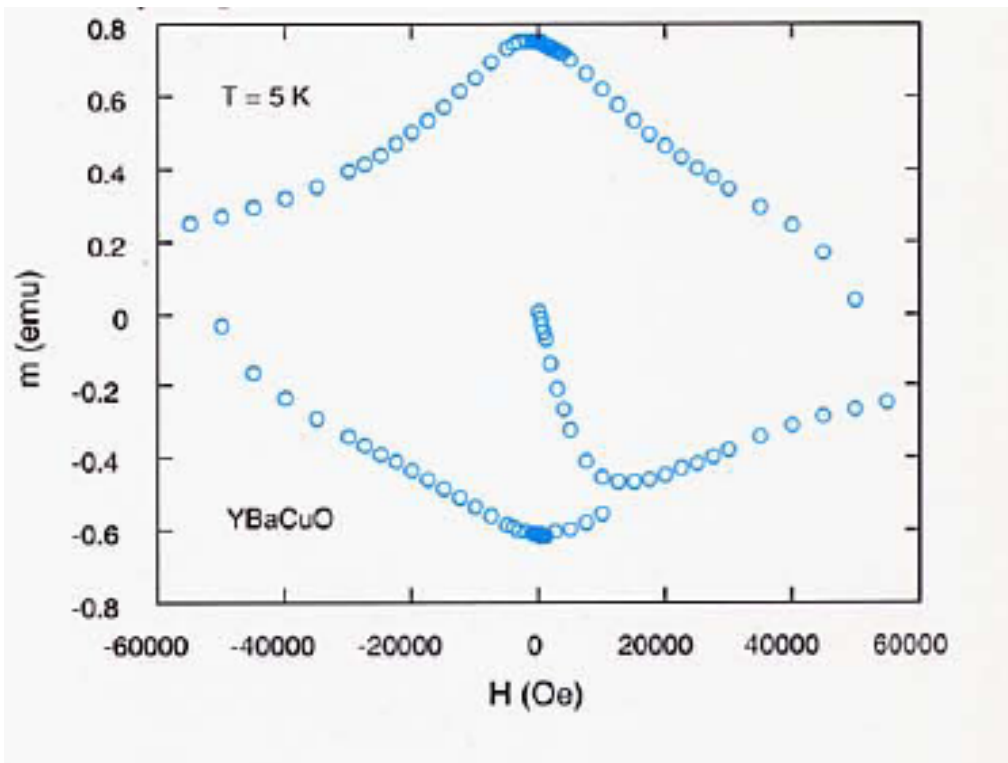
- $\chi = -1$  Completo apantallamiento del campo magnético  $\Rightarrow B = 0$



Tipo I

Tipo II

# SUPERCONDUCTORES

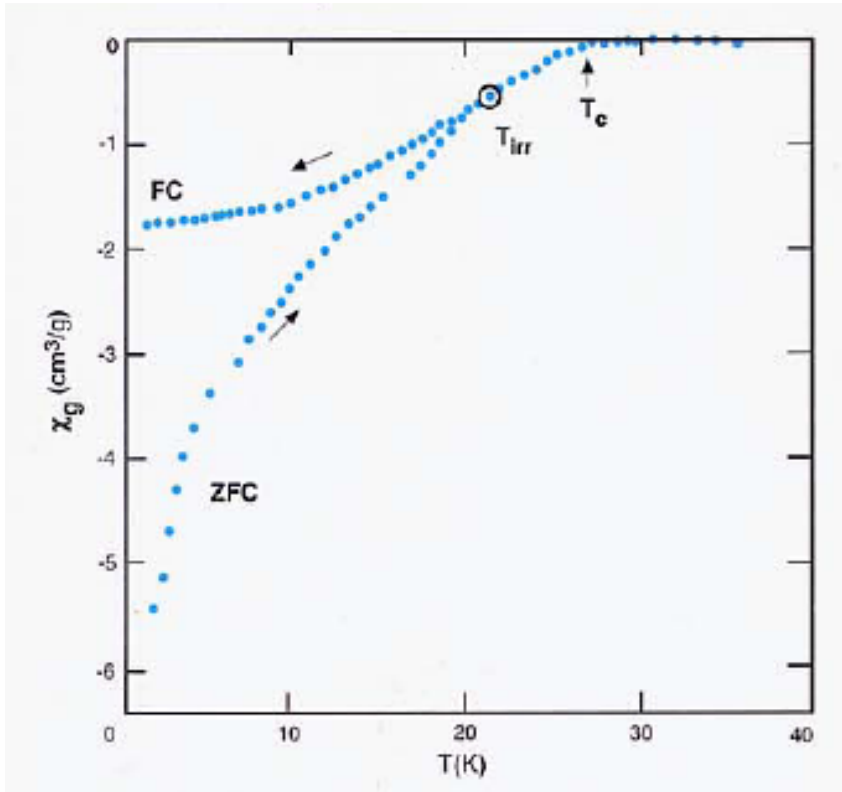


$M(H)$

$$J_c = sM/d$$

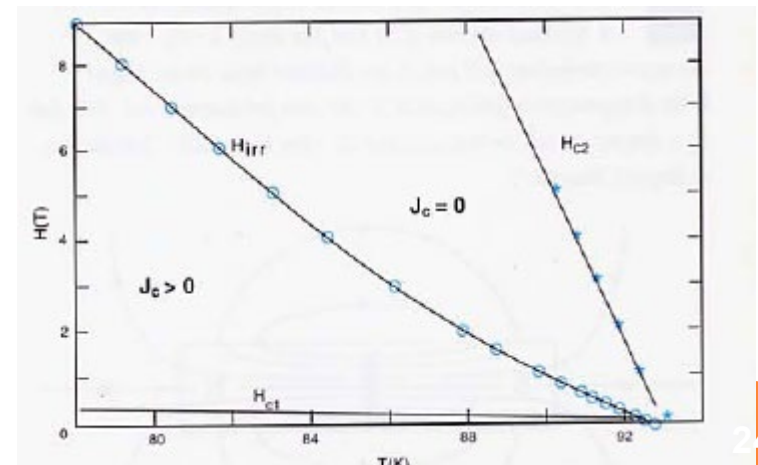
$d$  y  $s$  son parámetros de  
forma de la muestra

# SUPERCONDUCTORES



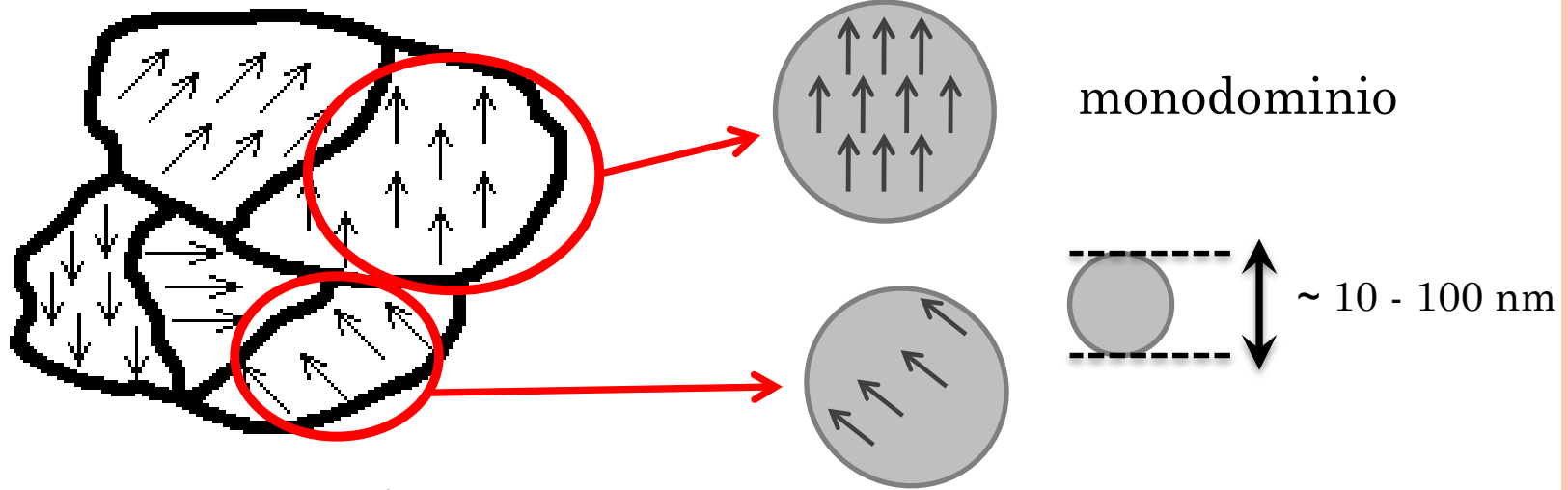
$M(T)$ : FC, ZFC

- $T_c$
- $T_{irr}$





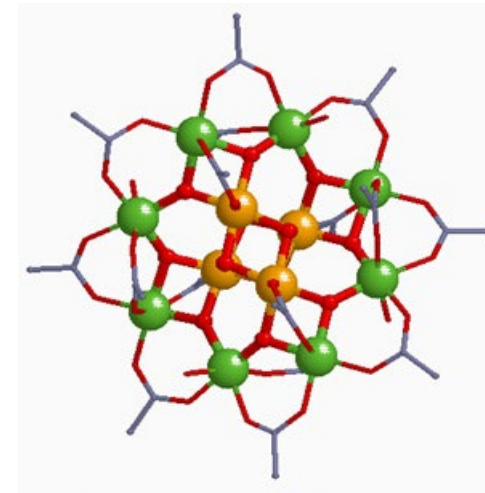
# SUPERPARAMAGNETISMO



material magnético:  
multidominio

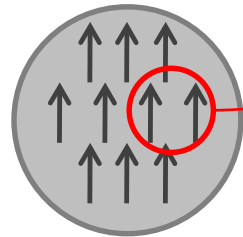
Ej:  
 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (u.c.  $\sim 8.3 \text{ \AA}$ )  
np  $\sim 10 \text{ nm} \rightarrow$  **12 u.c.**

Ej:  $\text{Mn}_{12}$



● Mn(II) ● O  
● Mn(IV) ● C

# SUPERPARAMAGNETISMO

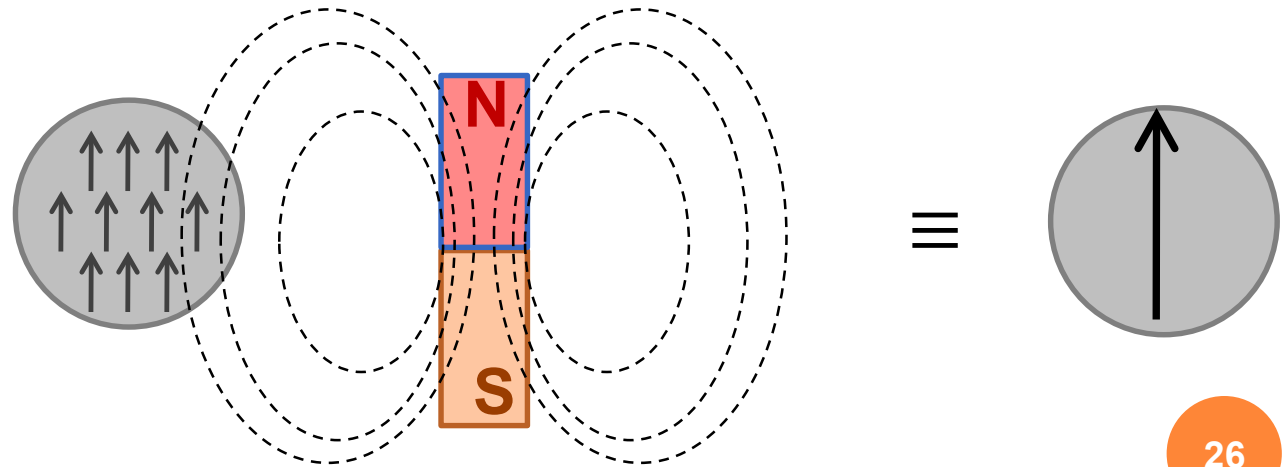


monodominio

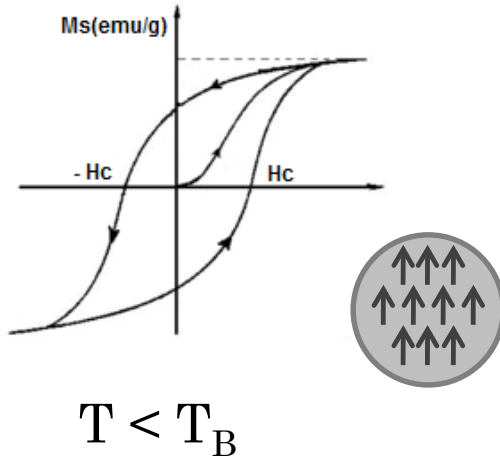
$T_c$ ,  
 $M_s(\text{emu/g})$   
...

pero....

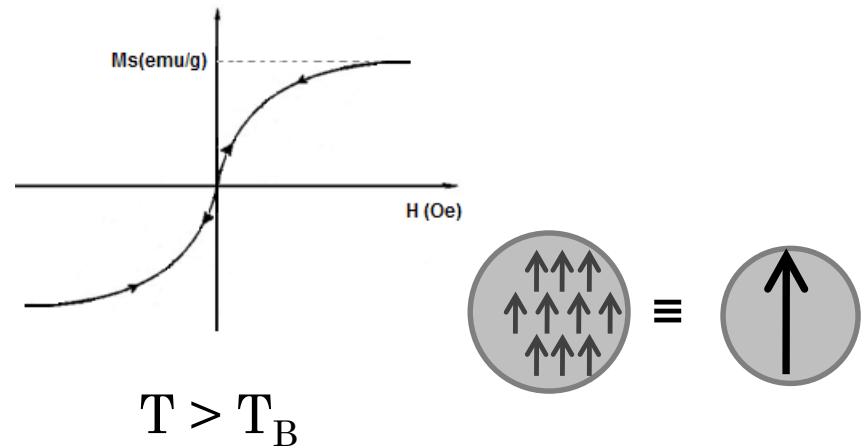
$\uparrow T > T_B :$



# SUPERPARAMAGNETISMO



Momento magnético  
bloqueado



Momento magnético  
se comporta como un superparamagnético

Monodominio:

$T < T_B \rightarrow \mu$  bloqueado

$T > T_B \rightarrow \mu$  superparamagnético

# SUPERPARAMAGNETISMO

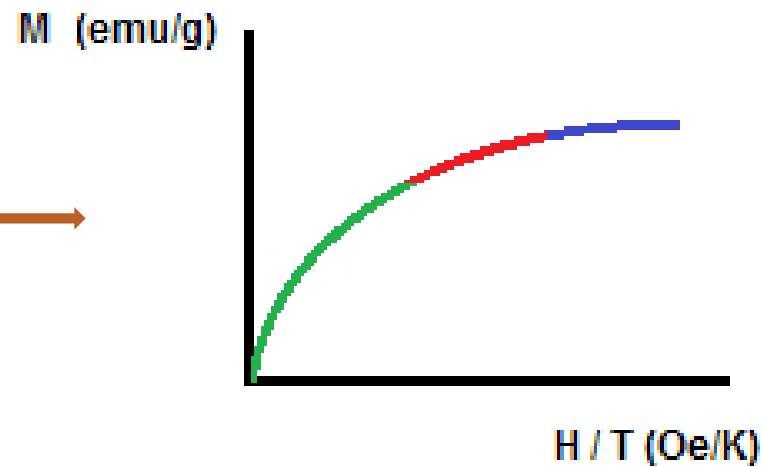
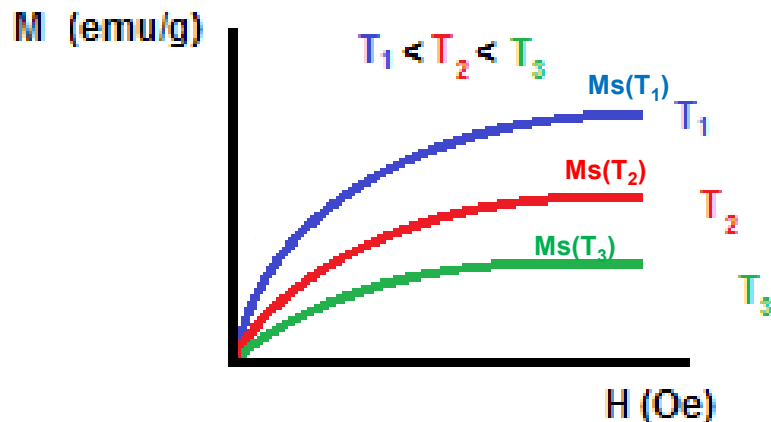
$$T > T_B$$



Momento magnético  
como un superparamagnético



$$M = \underline{M_s}[\coth(x) - 1/x], \quad x = \mu H / k_B T$$



# SUPERPARAMAGNETISMO

## Desviaciones a la ley Langevin $M(H/T)$

- Anisotropía

Hanson J Phys Condens Matter 1993, Madsen JMMM 2006, Respaud JAP 1999, Garcia-Palacios Adv Chem Phys 2000

- Distribución de tamaños  $\rightarrow$  distribución  $\mu = Ms^*V$

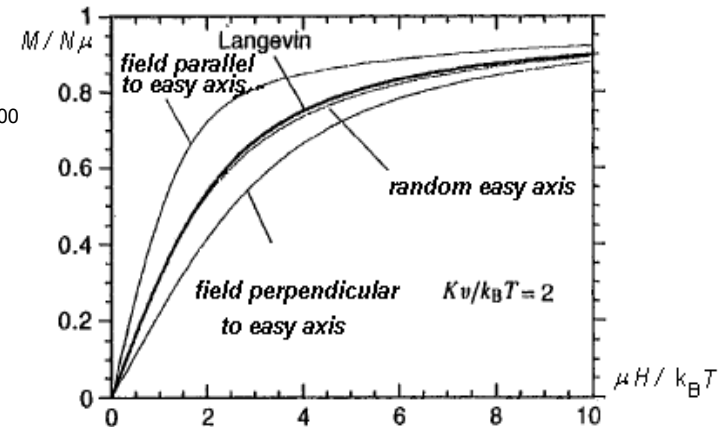
N.J.O. Silva PRB 2005

- T próxima a  $T_c \rightarrow \mu(T)$

Hendriksen PRB 1993

- Interacciones entre  $\mu$  partículas

Kachkachi Eur Phys JB 2005, Jonsson J Mol Liq 2004, Allia PRB 2001



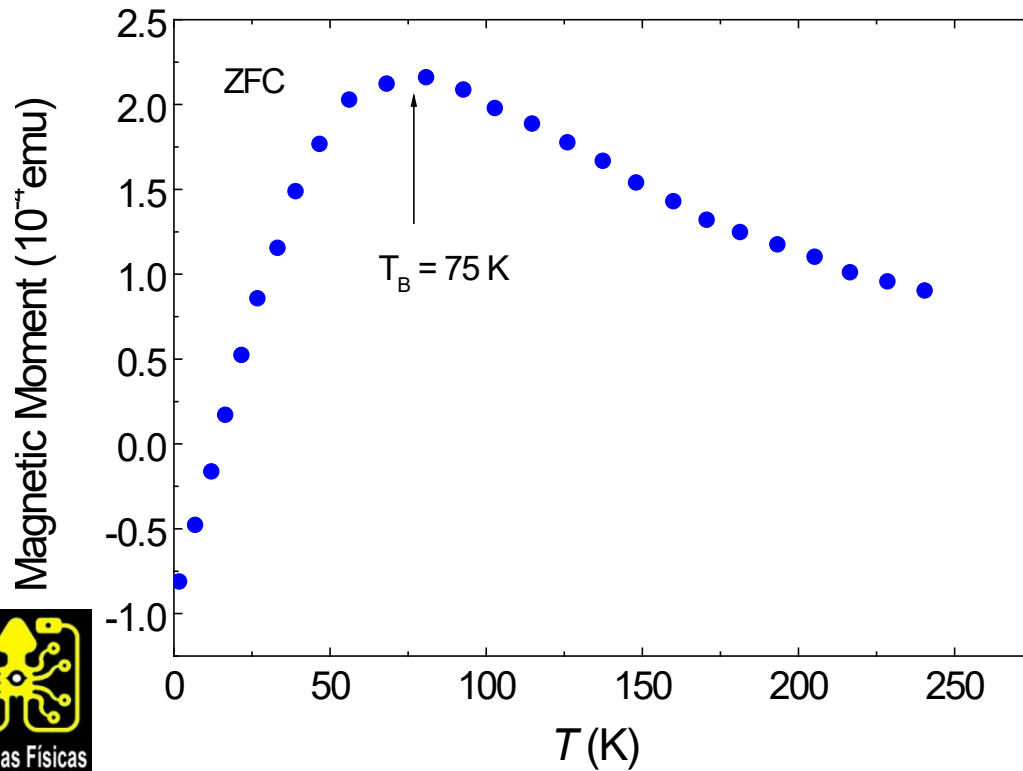
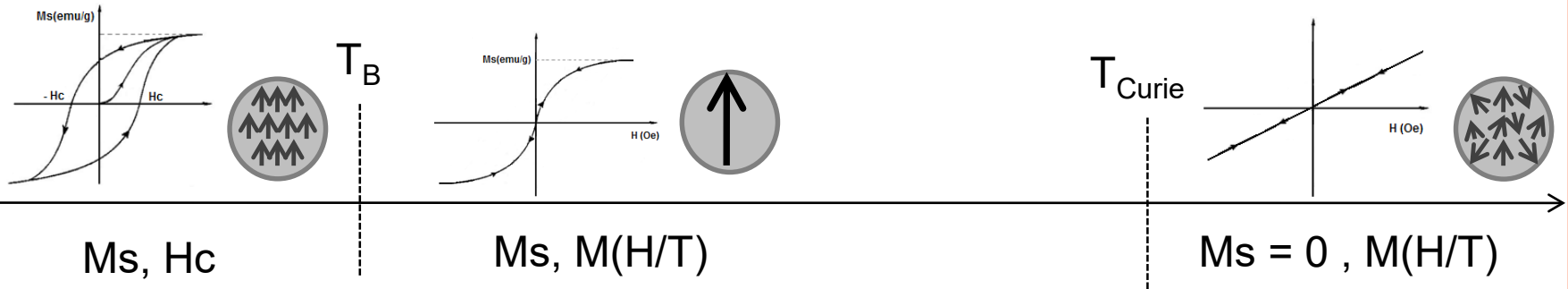
## Efectos de tamaño: modificación entorno atómico superficie

- $M_s$  disminuye ligeramente con el tamaño

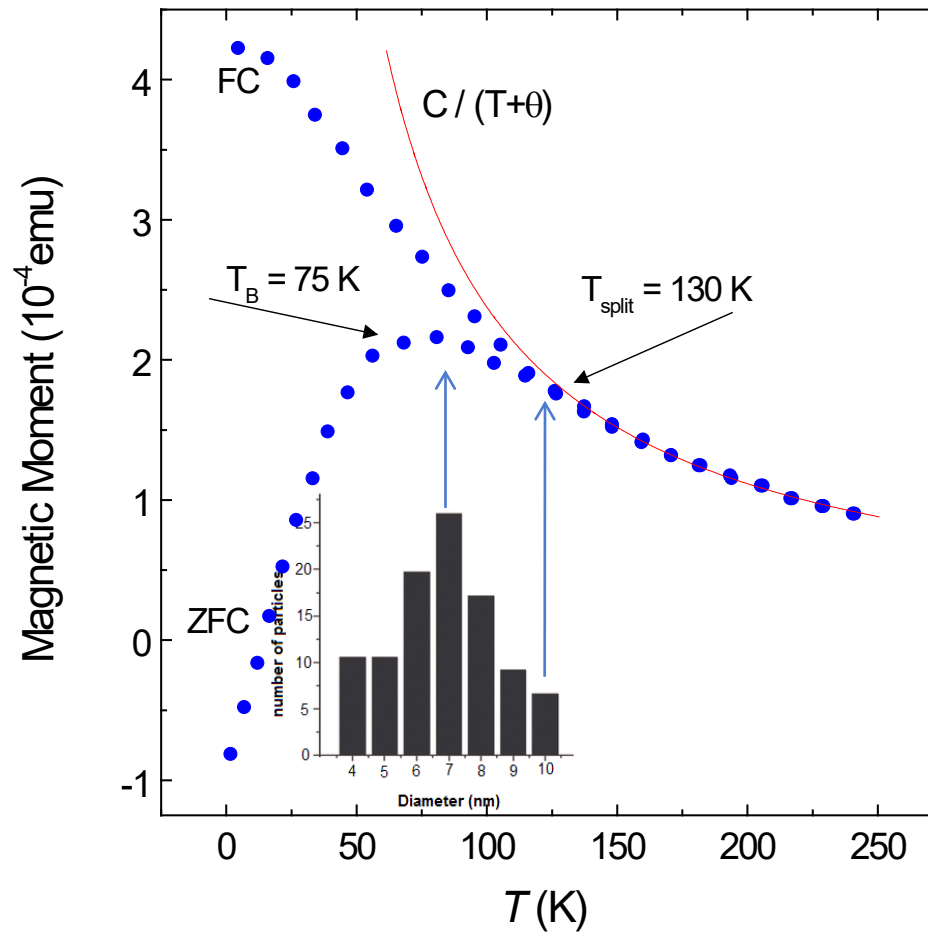
Millan JMMM 2007

- $T_c$  disminuye con el tamaño, así que podemos estar más cerca de  $T_c$  de lo que creemos  $\rightarrow \mu(T)$

# SUPERPARAMAGNETISMO



# SUPERPARAMAGNETISMO



$$T > T_{SPLIT}$$

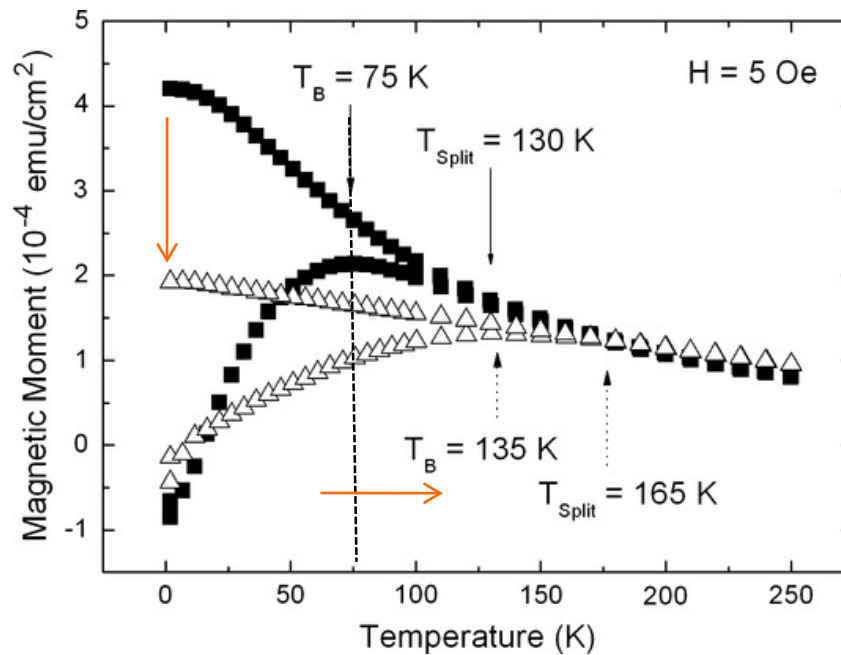
todas las np están  
desbloqueadas

$$\chi = N \frac{\mu^2}{k_B(T + \theta)} = M_S \frac{\mu}{k_B(T + \theta)}$$

# SUPERPARAMAGNETISMO

## • Efecto interacciones entre $\mu$ partículas

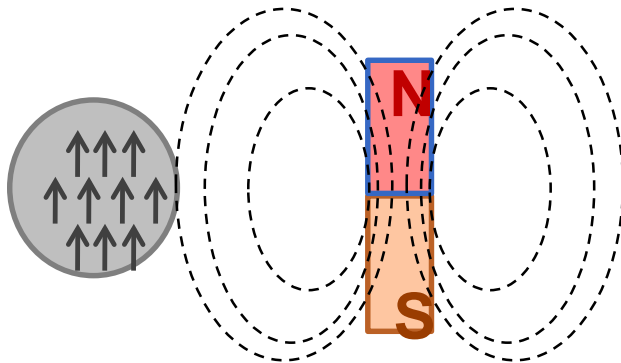
JonssonJMolLiq2004, AlliaPRB2001, ElHiloJMMM1992



$$\chi = N \frac{\mu^2}{k_B (T + \theta)}$$

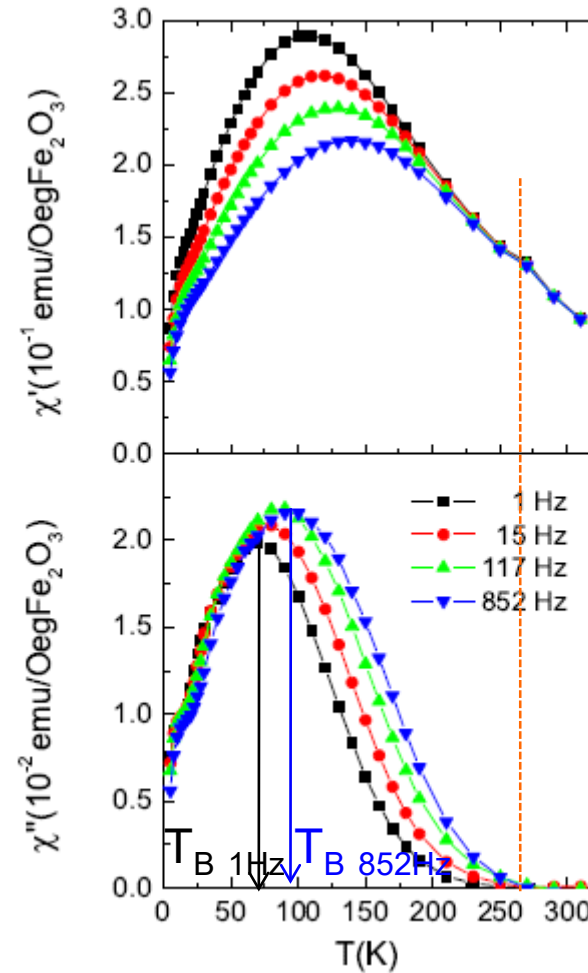
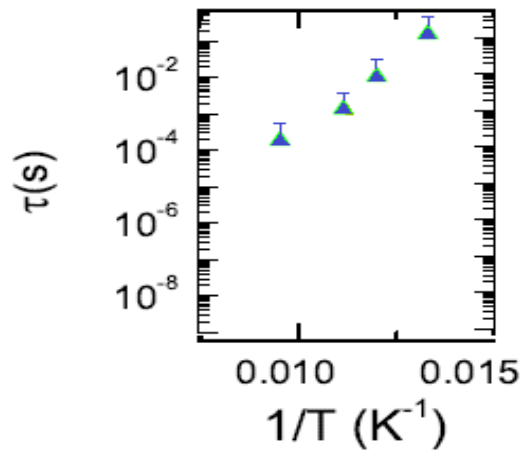


# SUPERPARAMAGNETISMO



$$\tau = \tau_0 e^{\frac{E_a}{k_B T}} \cong \tau_0 e^{\frac{K \cdot V}{k_B T}}$$

NeelCRAcadSci1949, BrownPRB1963, CoffeyPRE1994



LuisPRB1999, LuisPRB2002



# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

10-14 Junio 2013

SAI Universidad de Zaragoza  
Servicio de Medidas Físicas

# ESQUEMA CURSO: TEORÍA

- **Sesión 1 (opcional) 2 h**  
**Introducción Magnetismo**
  
- **Sesión 2 2 h**  
**Hardware y Software**
  - Magnetómetro SQUID
  - Características Técnicas y especificaciones
  - Control de Temperatura y Campo Magnético
  - Software MultiVu

# ESQUEMA CURSO: TEORÍA

## ○ Sesión 3 2 h

### **Métodos de medida y opciones**

- Métodos de medida de imanación – medida DC y RSO
- Métodos de medida de susceptibilidad – medida AC
- Opciones: horno, rotador, bajo campo, EDC, resistividad, fibra óptica, celda de presión

## ○ Sesión 4 2 h

### **Proceso de medida**

- Preparación e instalación de muestras
- Proceso de medida. Programación de secuencias de medida
- Análisis de resultados. Parámetros de optimización

# ESQUEMA CURSO: PRÁCTICAS

- **Práctica I (opcional) 2 h**  
**Programación de secuencias de medida**
  - Programación de secuencias de medida. Secuencias tipo
  - Prácticas de secuencias de medida
  
- **Práctica II 3 h**  
**Caracterización completa de una muestra.**  
**Medida DC y AC.**
  
- **Práctica III 3 h**  
**Caracterización completa de una muestra.**  
**Medida RSO.**

# MAGNETÓMETROS SQUID



# MPMS-XL

# LABORATORIO CIENCIAS





# MPMS-5S

# LABORATORIO CIENCIAS





# MPMS-XL

# LABORATORIO INA





# Visita Laboratorios





# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

Sesión 2

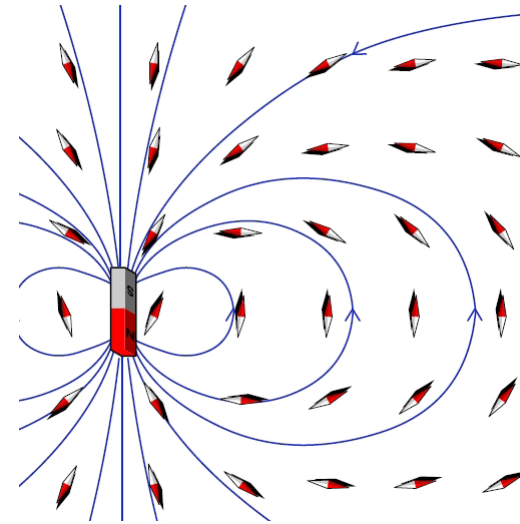
**Hardware y Software**

## SESIÓN 2: HARDWARE Y SOFTWARE

- Introducción: Magnetismo y unidades
- Magnetómetro SQUID
- Características técnicas y especificaciones
- Hardware
- Software: MultiVu
- Control de Temperatura
- Control de Gases
- Control de campo magnético

# 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
  - $M(H)$ ,  $M(T)$

# INTRODUCCIÓN: MAGNETISMO

- 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):

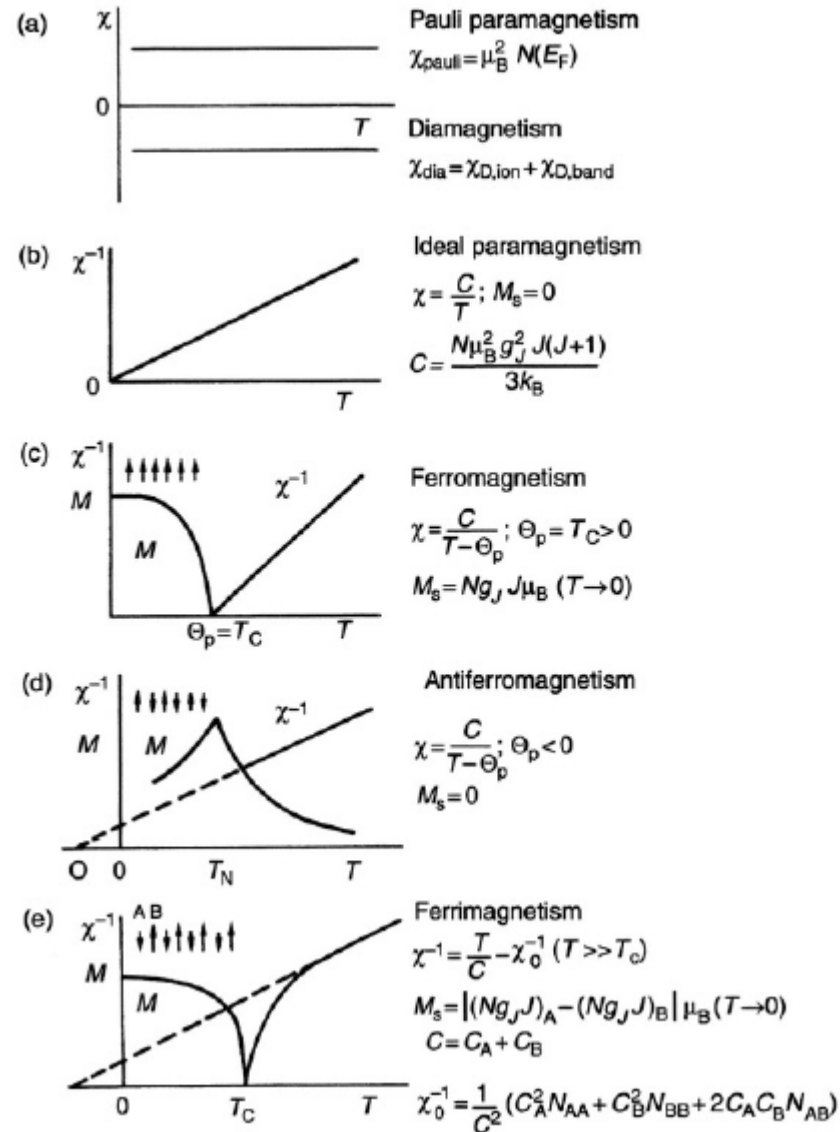
$$B = H + 4\pi M = \mu H$$

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

$$M = XH$$

# 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

MPMS 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  $H = h_0 \cos \omega t$

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

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

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

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

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

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

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

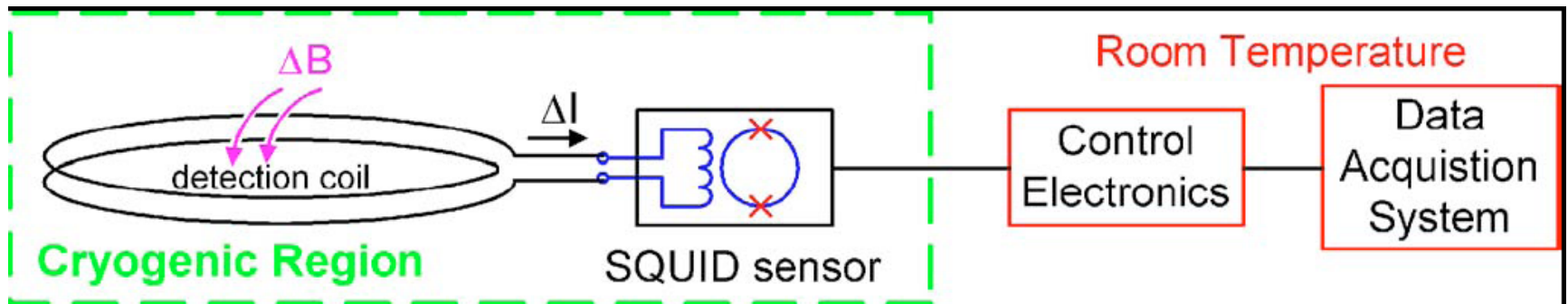
$$X''_{\text{mol}} = (m''/N^\circ \text{ moles})/h_0$$

# MAGNETÓMETRO SQUID



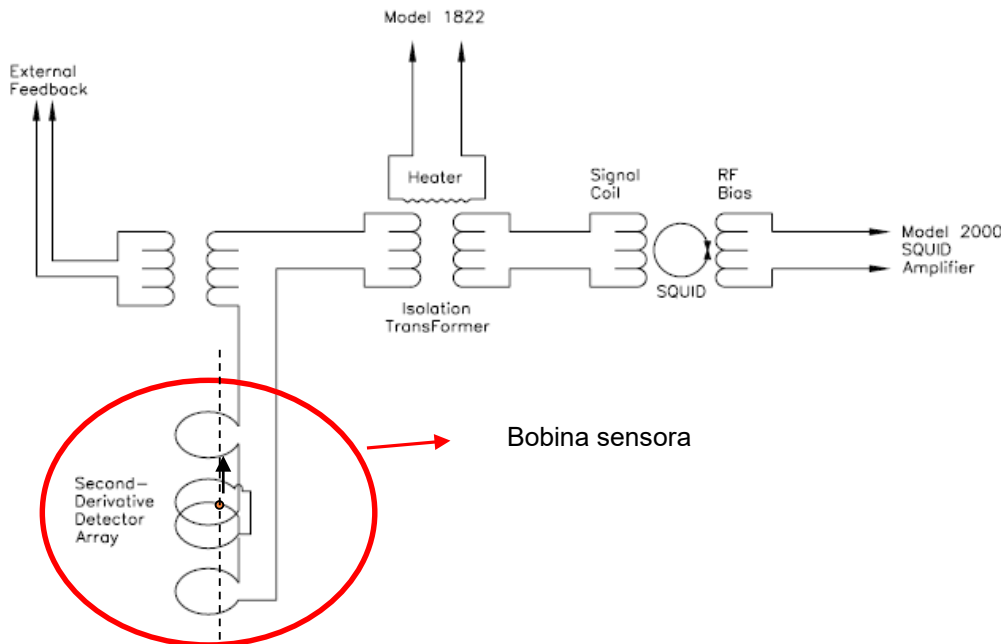
## Magnetómetro SQUID

- Acoplamiento entre la bobina de detección y el sensor SQUID
- El SQUID es la fuente de la sensibilidad del instrumento
- Señal independiente de la frecuencia: El sensor SQUID es un transductor de flujo magnético a voltaje.



# MAGNETÓMETRO SQUID

## Magnetómetro MPMS



- La muestra contribuye al flujo ( $m > 0$ ) o reduce el flujo ( $m < 0$ ) en la bobina sensora.
- La bobina sensora se acopla al sensor SQUID, apartado y apantallado del campo magnético.
- El calentador del transformador sirve para volver el circuito normal y eliminar corrientes persistentes. **Se activa durante los cambios de H y T y antes de cada medida (SQUID Quench).**
- $V_{\text{SQUID}}(\text{posición}) \Rightarrow m$ .
- $V_{\text{SQUID}}$  susceptible ruido ambiental.

### MPMS Sistema detección superconductor:

- La bobina sensora
- El transformador (apantallado RFI)
- El sensor SQUID y la electrónica de control

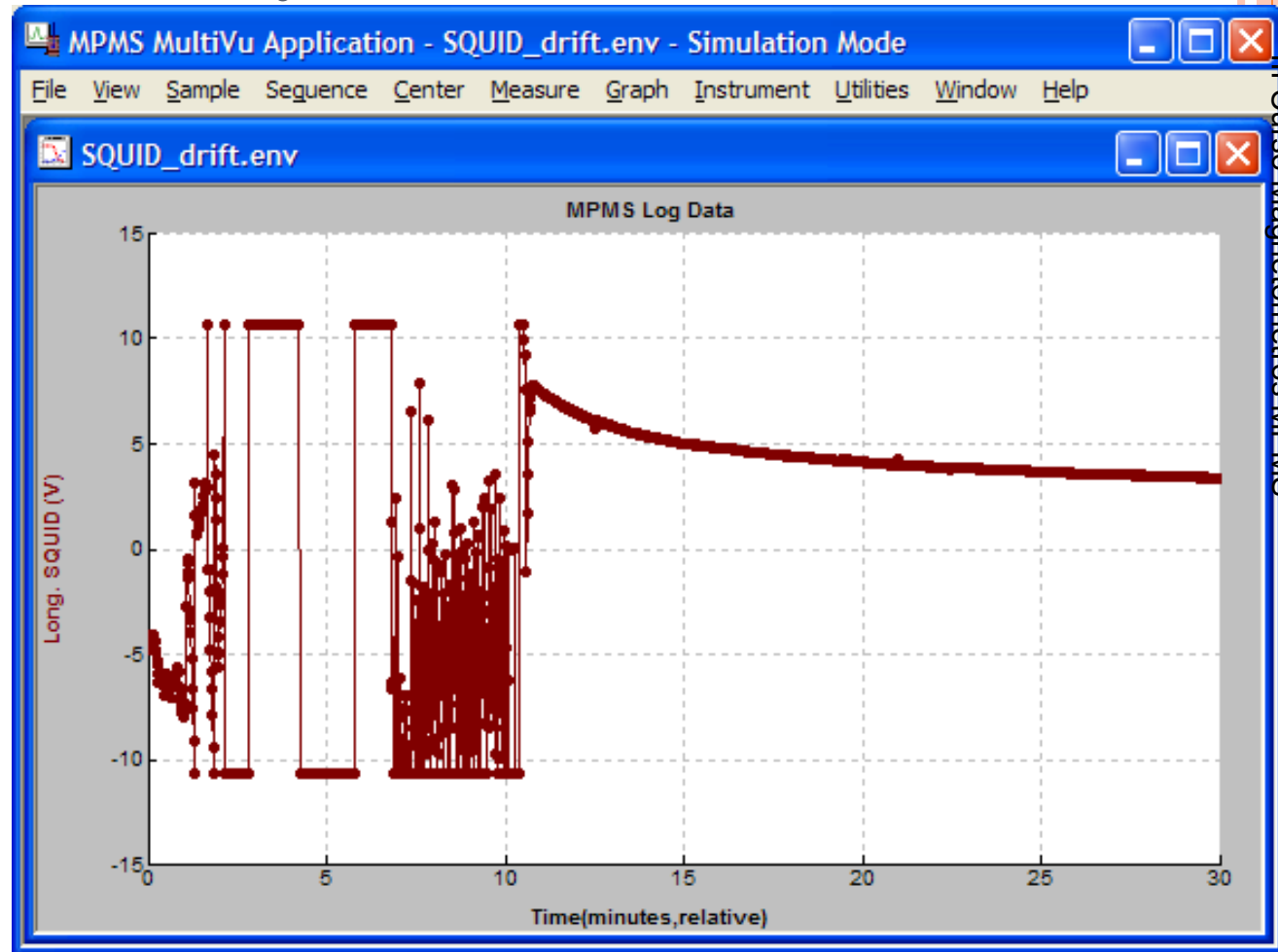
↓  
monitorizar

# DERIVA VOLTAGE SQUID

Magnet Reset Elimina  
el movimiento de  
fluxones atrapados



happy SQUID



# CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS Y ESPECIFICACIONES

## Quantum Design Magnetic Property Measurement System (MPMS XL 5T)



'Designed For Scientists, By Scientists'

Más de 1000 MPMS's en todo el mundo

# CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS Y ESPECIFICACIONES

## Especificaciones del Equipo más relevantes

Rango Campo:	$\pm 5$ Tesla ( $\pm 50000$ Oe)
Uniformidad de campo:	0.01% en 4 cm
Resolución (RSO):	$< 1E-8$ emu hasta 2500 Oe $\leq 2E-7$ emu hasta 50000 Oe
Rango de medida:	$\pm 5.0$ emu $\pm 300$ emu con la opción de rango extendido
Temperatura:	1.9 K a 400 K 800 K con la opción de horno
Uniformidad de T:	$\pm 0.1$ K en 8 cm $\pm 1.0$ K en 15 cm a 235 K

# CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS Y ESPECIFICACIONES

## Otras características relevantes

Resolución Campo:	0.1 G hasta 5000 G 1 G hasta 50.000 G
Campo residual:	< 5 G en modo Oscillate < 20 G en modo no Overshoot
Capacidad de Helio:	56 litros (promedio de uso 5.5 días)



# CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS Y ESPECIFICACIONES

## Sensibilidad de Medida del momento magnético

DC	$1 \cdot 10^{-7}$ emu	0 T	(máximo $m = 375$ emu con rango extendido)
DC	$1 \cdot 10^{-4}$ emu	5 T??	
RSO	$5 \cdot 10^{-9}$ emu	0 T	(máximo $m = 1.25$ emu)
RSO	$2 \cdot 10^{-7}$ emu	5T	
AC	$1 \cdot 10^{-8}$ emu	0.1 Hz – 1 kHz	a 0T
AC	$5 \cdot 10^{-8}$ emu	0.1 Hz – 1 kHz	a 5T

# MAGNETÓMETRO MPMS: HARDWARE

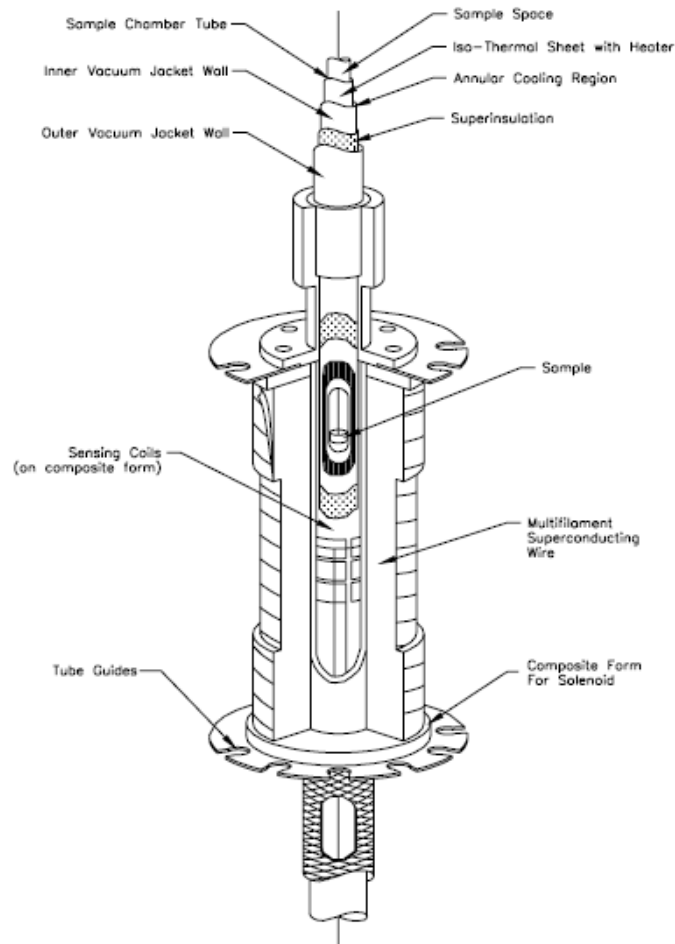


Estándar



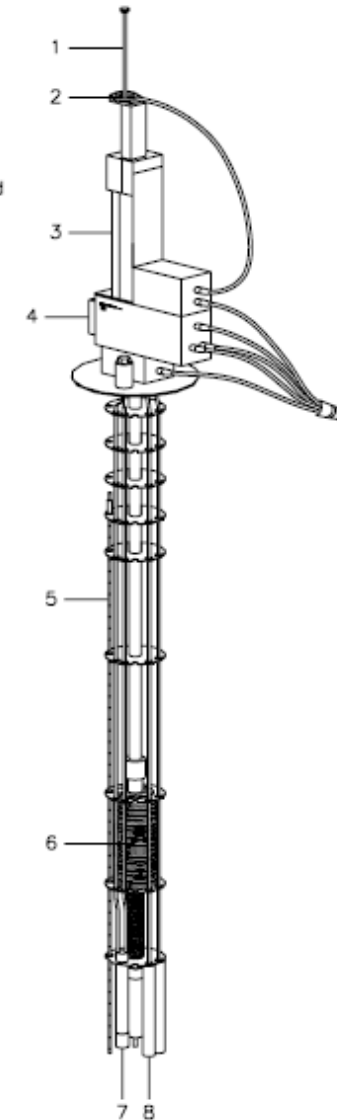
RSO

# HARDWARE

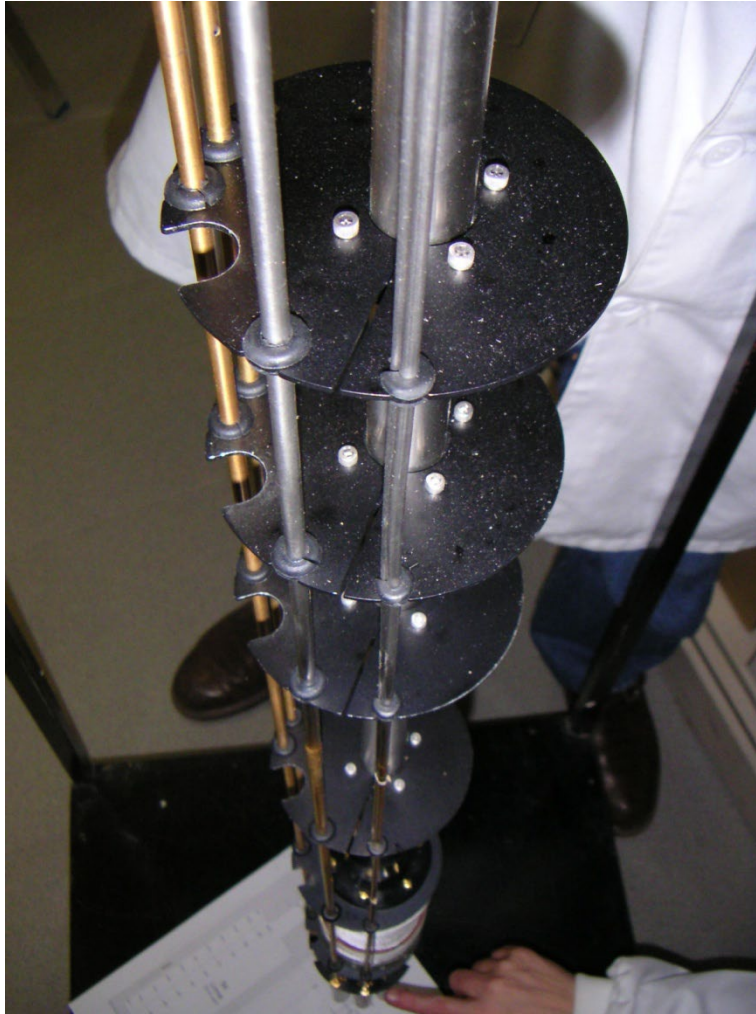


## SYSTEM COMPONENTS

1. Sample Rod
2. Sample Rotator
3. Sample Transport
4. Probe
5. Helium Level Sensor
6. Superconducting Solenoid
7. Flow impedance
8. SQUID Capsule

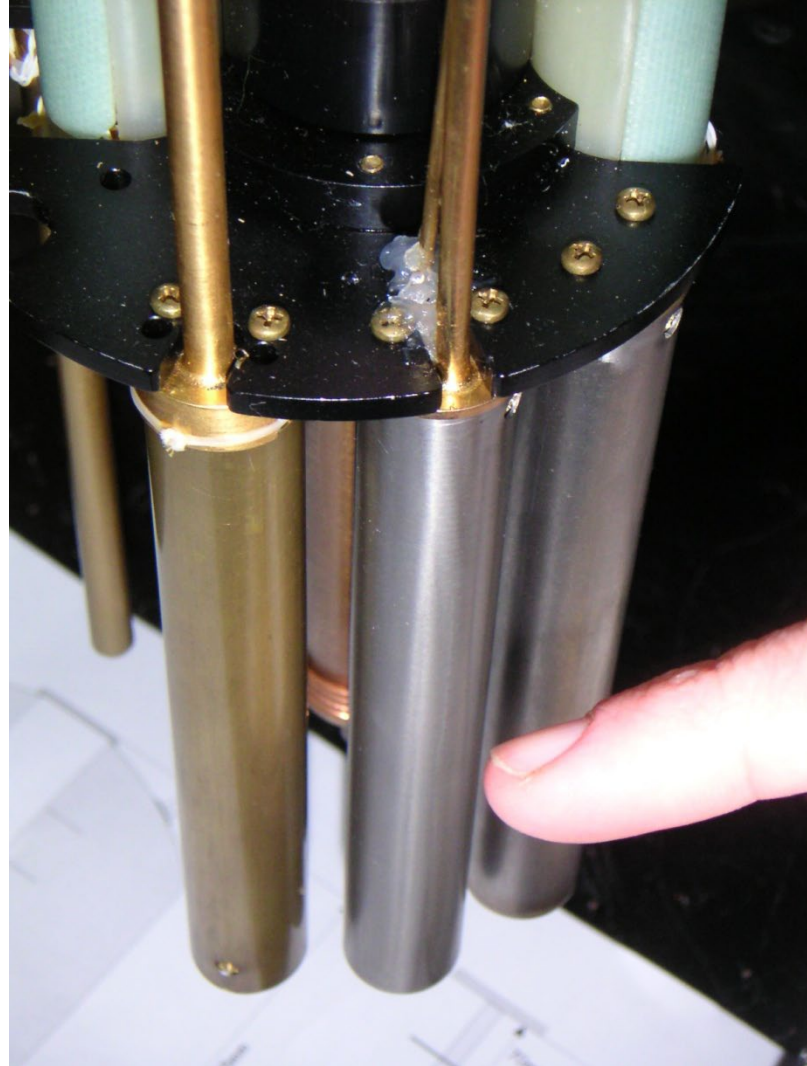
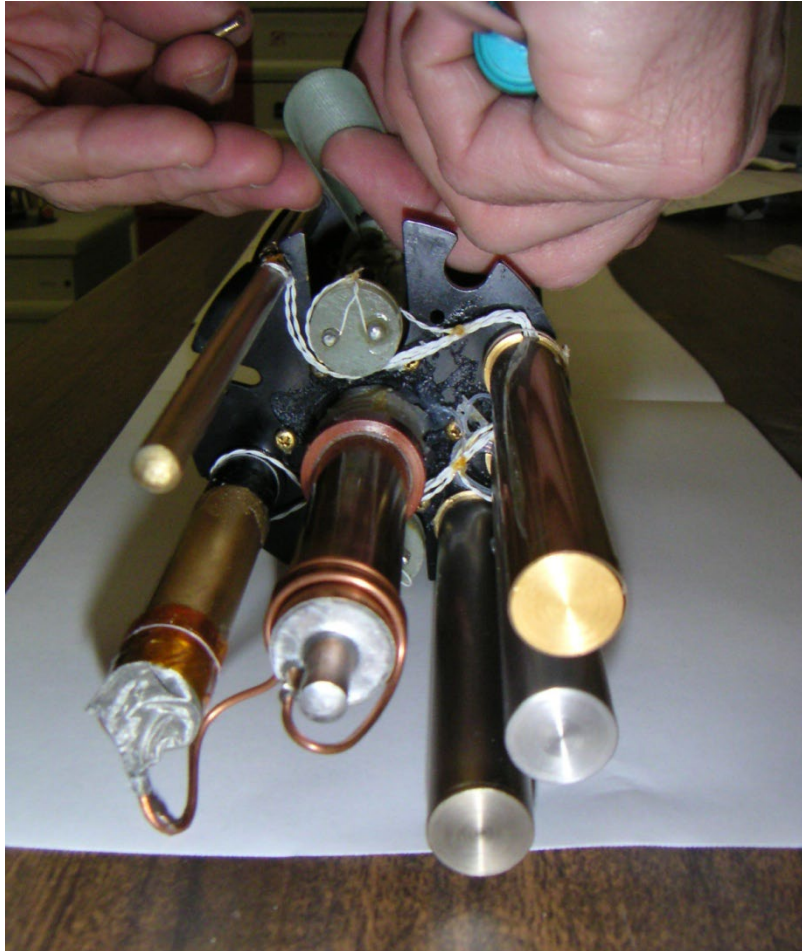


# HARDWARE

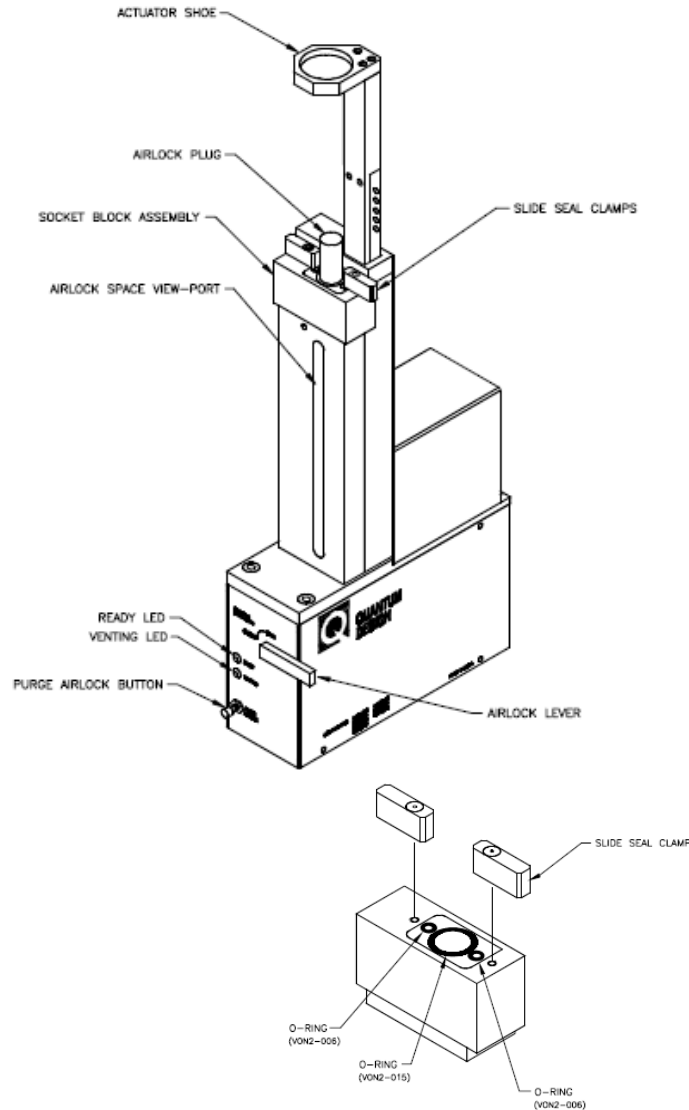




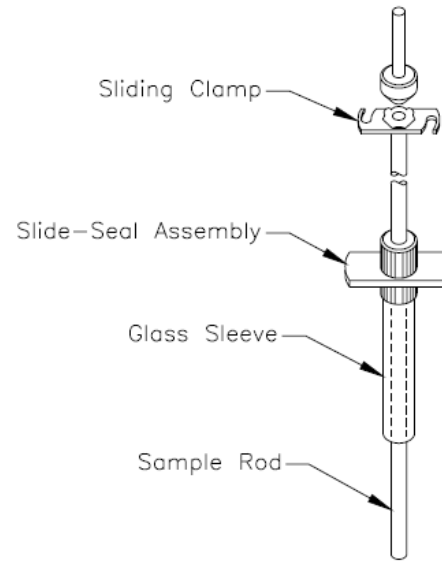
# HARDWARE



## Cabezal Estándar

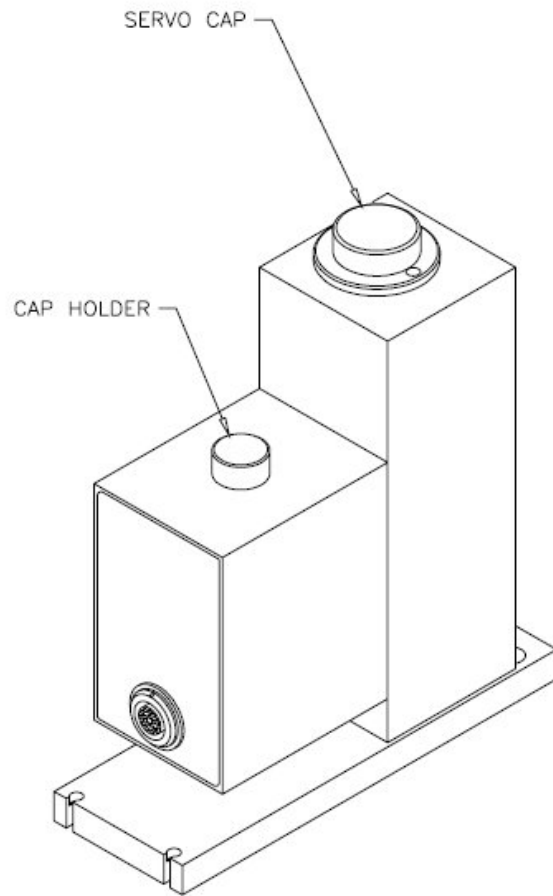


## Varilla Estándar





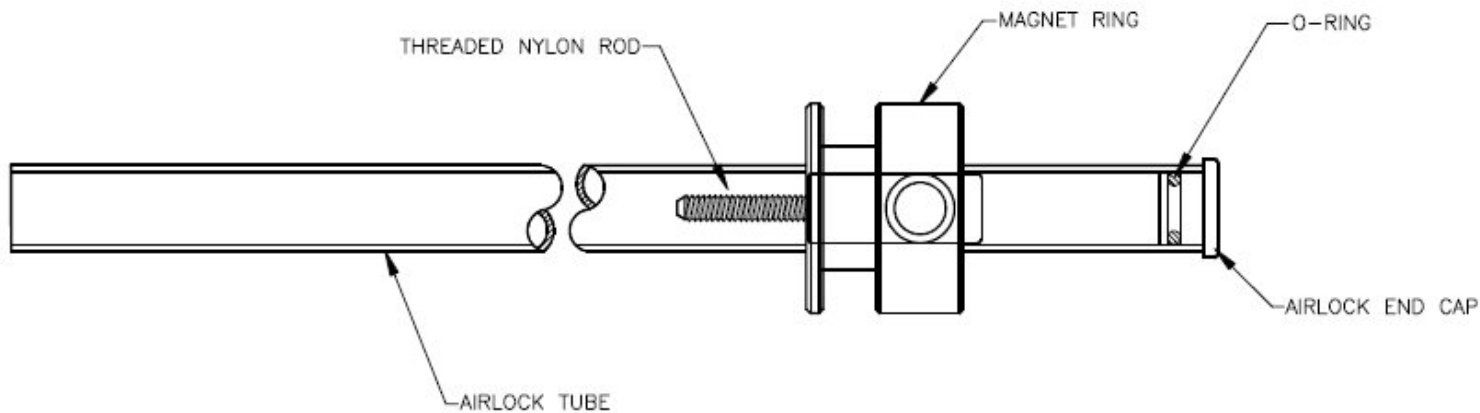
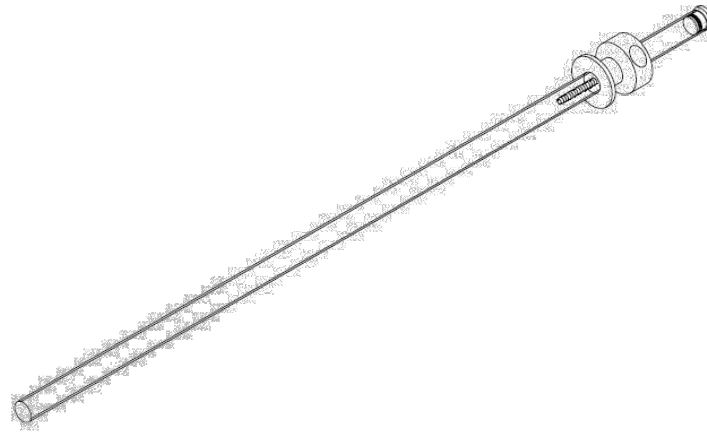
## Cabezal RSO



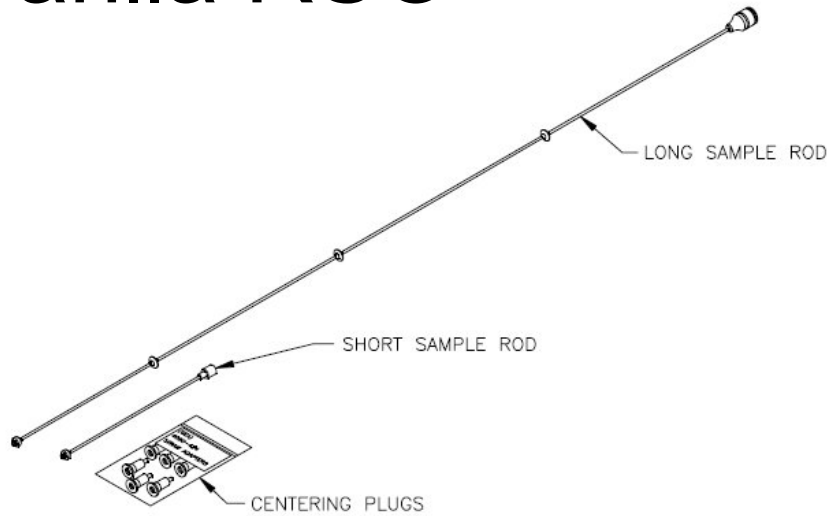


## Precámara RSO

### Airlock o Precámara



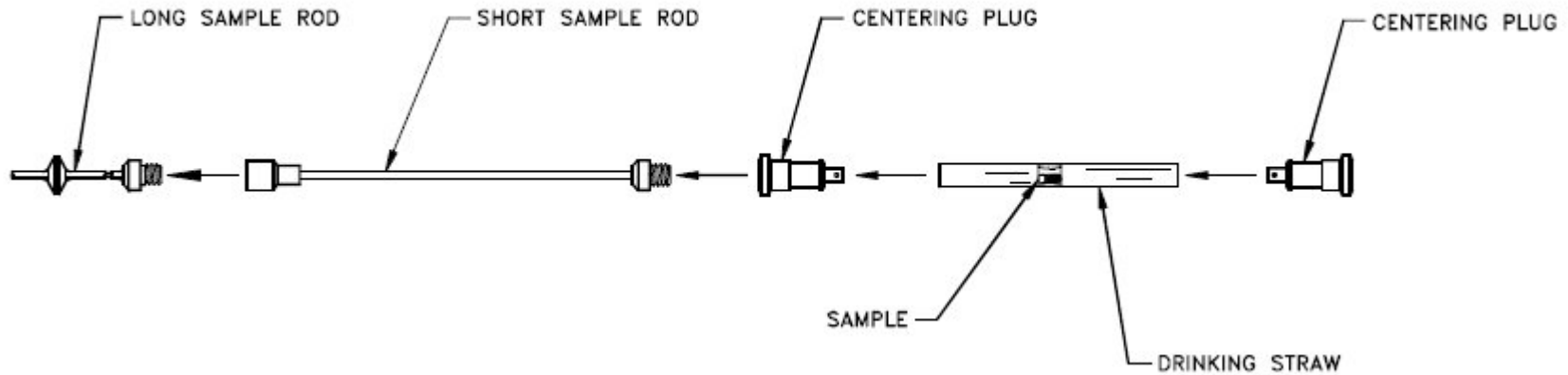
## Varilla RSO



## Varilla RSO



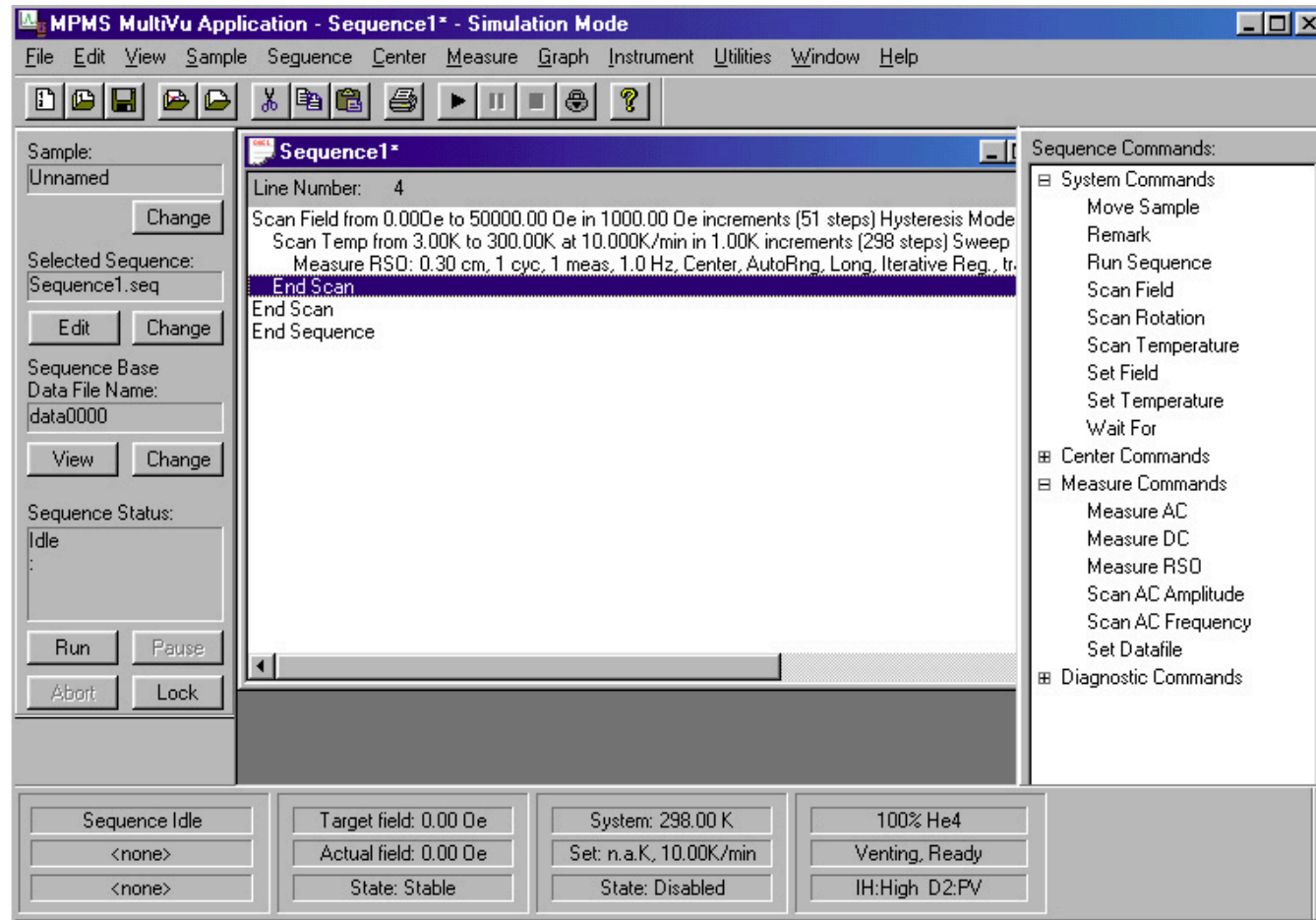
## Varilla RSO



# MAGNETÓMETRO MPMS: SOFTWARE MULTIVU

- Basado en MS Windows<sup>XP</sup> – con menús y control con el ratón
- Acceso simultáneo a todos los aspectos de la operación del sistema
- Vista y uso de múltiples documentos y ventanas al mismo tiempo
- Vista simultánea de los ficheros de datos en múltiples formatos permitiendo la comparación de resultados
- Editor de secuencias de medida multiusuario
- Posibilidad de control remoto

# MAGNETÓMETRO MPMS: SOFTWARE MULTIVU



<C:\Users\Public\Desktop\MPMS MultiVu -Simulation Mode.Ink>

# CONTROL T

Rango T: 1.9 K – 400 K

Precisión T:  $\pm 0.5 \%$

Estabilidad T:  $\pm 0.5 \%$

Gradiente T:  $\pm 0.1$  K en 8 cm

$\pm 1.0$  K en 15 cm a 235 K

Máxima Velocidad cambio T: 10 K/min 300K – 10 K

2 K/min 10K – 2 K

Velocidad de barrido T: 0.001 K/min a 10 K/min (10K/min MPMS-5S)

Sistemas de control T:

- Sensores Temperatura
- Potencia enfriamiento
- Potencia de calentamiento
- Flujo de gas

# CONTROL T

- Un sistema patentado de doble impedancia permite la operación continua por debajo de 4.2 K.
- La termometría del tubo de la muestra permite un alto control y precisión de la temperatura.
- La transición a través de 4.2 K no requiere del relleno de un reservorio de He (excepto 5S). No 'pot fills'.
- La transición a través de 4.2 K es suave tanto enfriando como calentando.
- Permite tomar medidas mientras el sistema realiza un barrido de temperaturas a un ritmo controlado
  - Incrementa la rapidez de medida

## Modos de Operación:

### •Enfriamiento:

Chamber heater off

Flujo He en la Proportional valve

Gas heater on: 10 K/min

### •Calentamiento

Gas heater y chamber heater on

### Estabilización T, $T > 4.2\text{K}$

Flujo He en la Bias valve

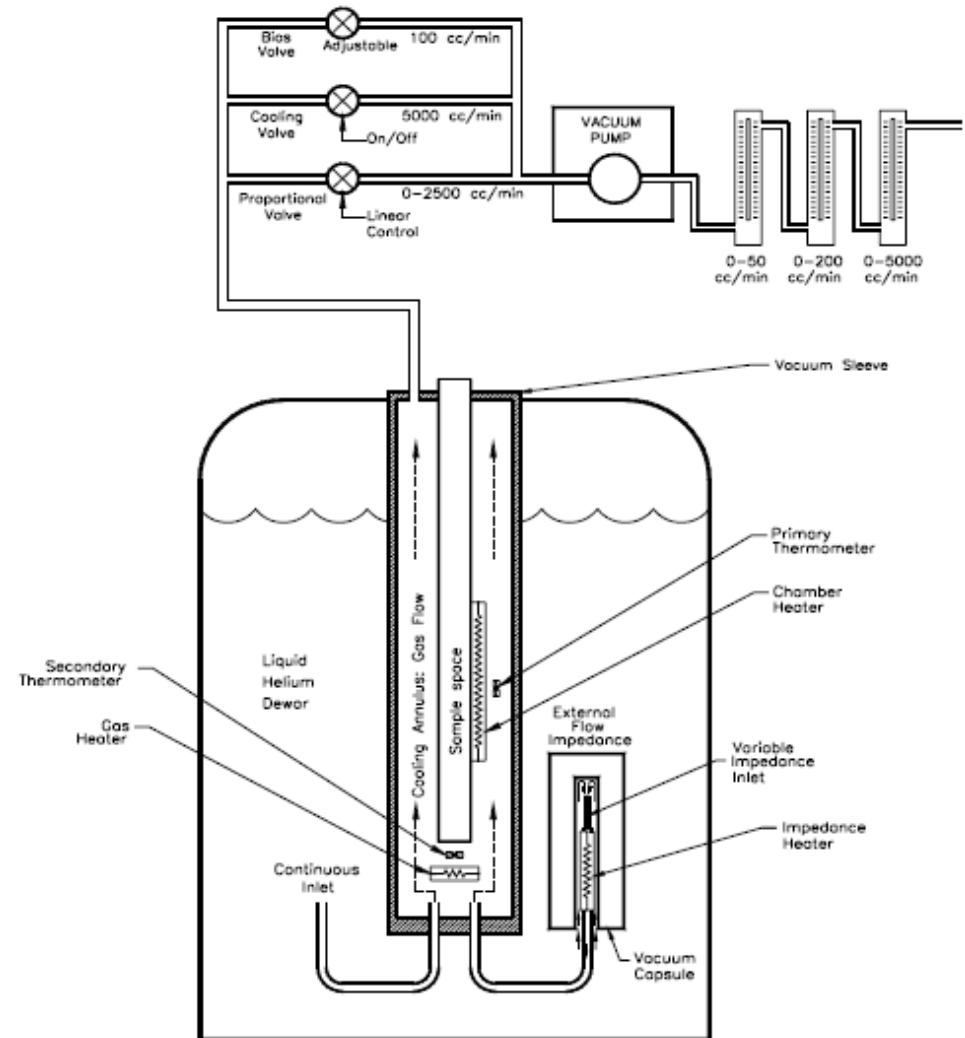
Gas heater on

### Estabilización T, $T < 4.2\text{K}$

He líquido en el cooling annulus

Relleno He impedancia secundaria

Impedance heater on





- Dos termómetros (NTC):
  - En el centro de la cámara de la muestra, en la posición de la muestra durante la medida (Bridge2).
  - En la parte de abajo del tubo de la muestra (Bridge1). Blindado H
- $T > 14$  K medidas 2 termómetros, referencia termómetro centro
- $T < 14$  K referencia termómetro abajo.
- $T = 10 - 14$  K, promedio de ambos termómetros

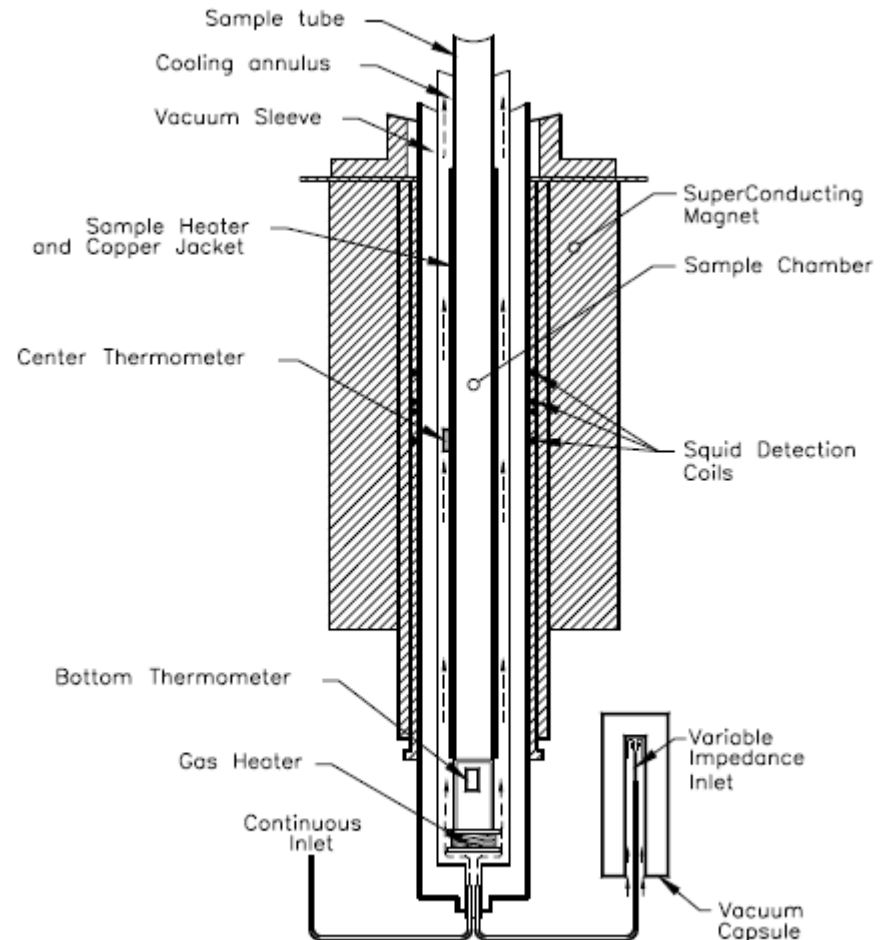


Figure 4-2 Probe Cross Section

# CONTROL T

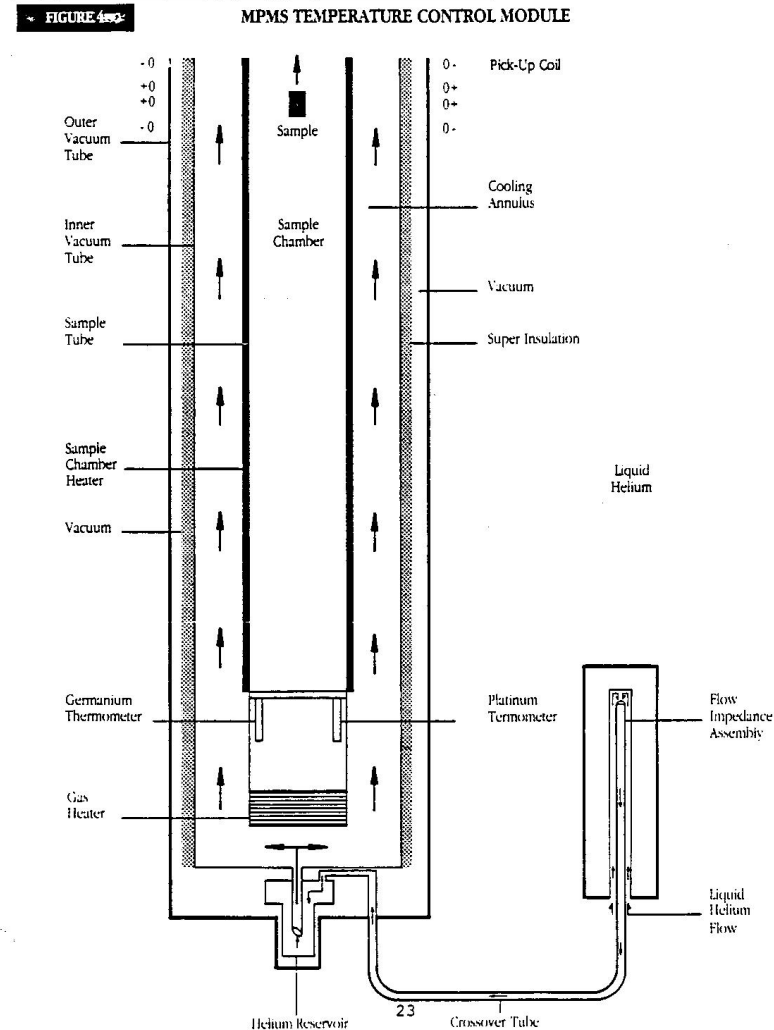
## Logging

### Posibles Problemas

- Ligero overshoot en calentamiento y undershoot en enfriamiento
- Posibles desviaciones de la linealidad en el barrido de T a través de 4.2 K (valores rate altos)
- Complejidad control T  $\Rightarrow$  comportamiento errático del sistema
  - Reiniciar el control de T poniendo el sistema a 10 K
  - Estabilizar y esperar (al menos 10 segundos)

## Control T MPMS-5S

- Un termómetro
  - En la parte de abajo del tubo de la muestra (Bridge1). Blindado H
- Control T más lento a altas T
- Una impedancia
- $T < 4.2$  K modo bote ('pot fill')
  - Relleno bote: 20'-25' (a 4.2K)
  - Duración bote: 35'- 2 horas



# CONTROL GASES

## Purgado precámara

*antes de abrir llave*



Proceso automático de  
bombeo y venteo con Helio  
gas (3 veces)



Led verde



## Venteo precámara

*antes de sacar muestra*

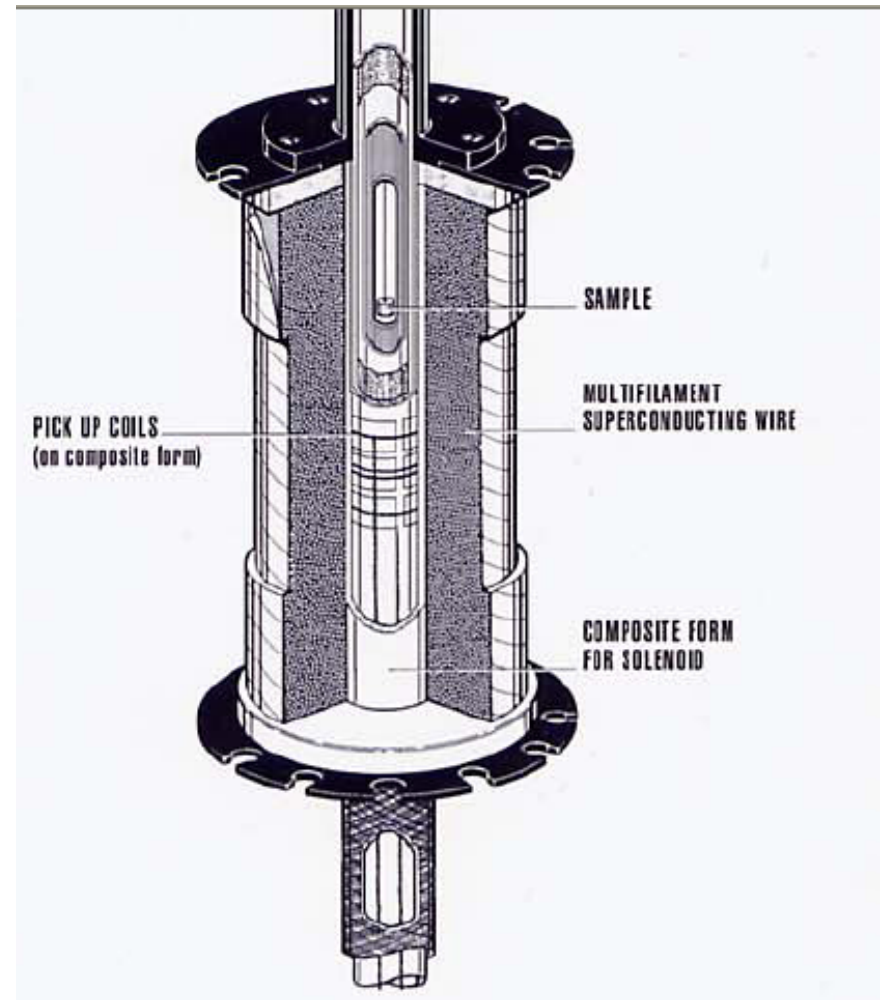
Automático al cerrar la llave

Led apagado

- Imán superconductor de multifilamento de NbTi
- Bobinas secundarias de cobre para medidas AC

## Imán 5 Tesla

- Uniformidad H, 0.01% en 4 cm
- Dos resoluciones:
  - Estándar: 1 Oe
  - Alta resolución: 0.1 Oe  $H < 5000$  Oe
- Campo residual
  - $< 5$  Oe modo Oscillate (1-2 Oe 1T  $\rightarrow$  0)
  - $< 20$  Oe modo No overshoot
- Reset Magnet



# CONTROL H

## Modos de operación:

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

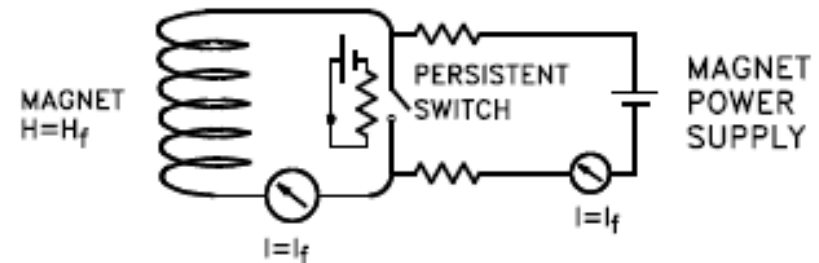
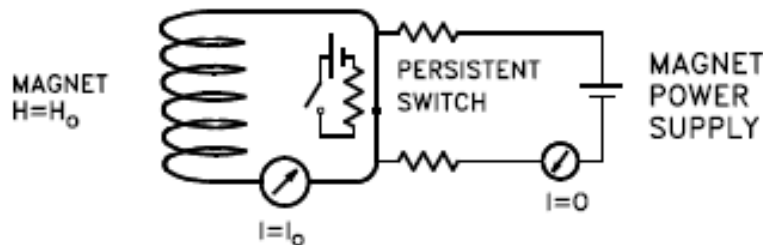
Modo Conducido: Corriente suministrada por la fuente de alimentación.

Persistente:

- Oscillate
- No Overshoot

Conducido:

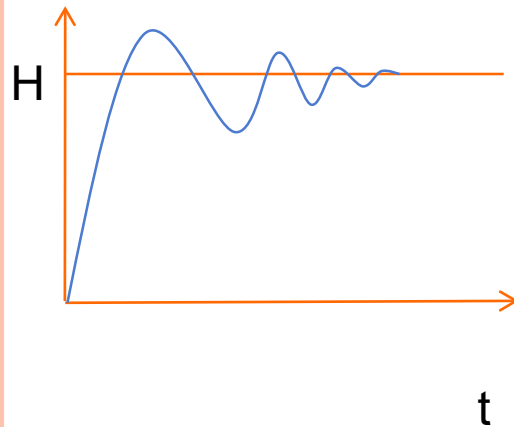
- Hysteresis



# CONTROL H

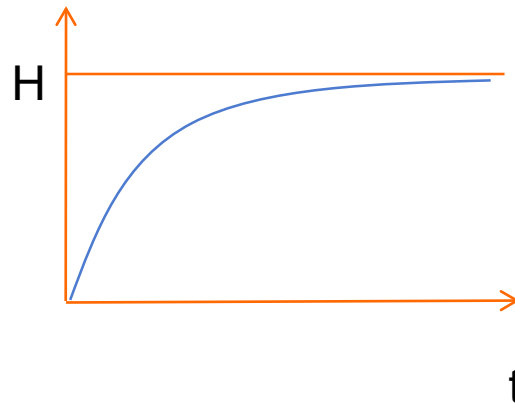
## Oscillate

- Minimiza relajación del H en el imán
- Overshoot inicial 30%
- Amplitud oscilación = 70% anterior
- Más preciso



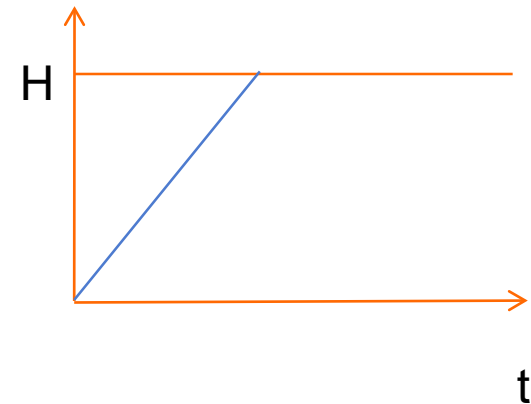
## No overshoot

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



## Hysteresis

- Muy rápido
- Consume más helio
- Menos preciso que los otros





# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

Sesión 3

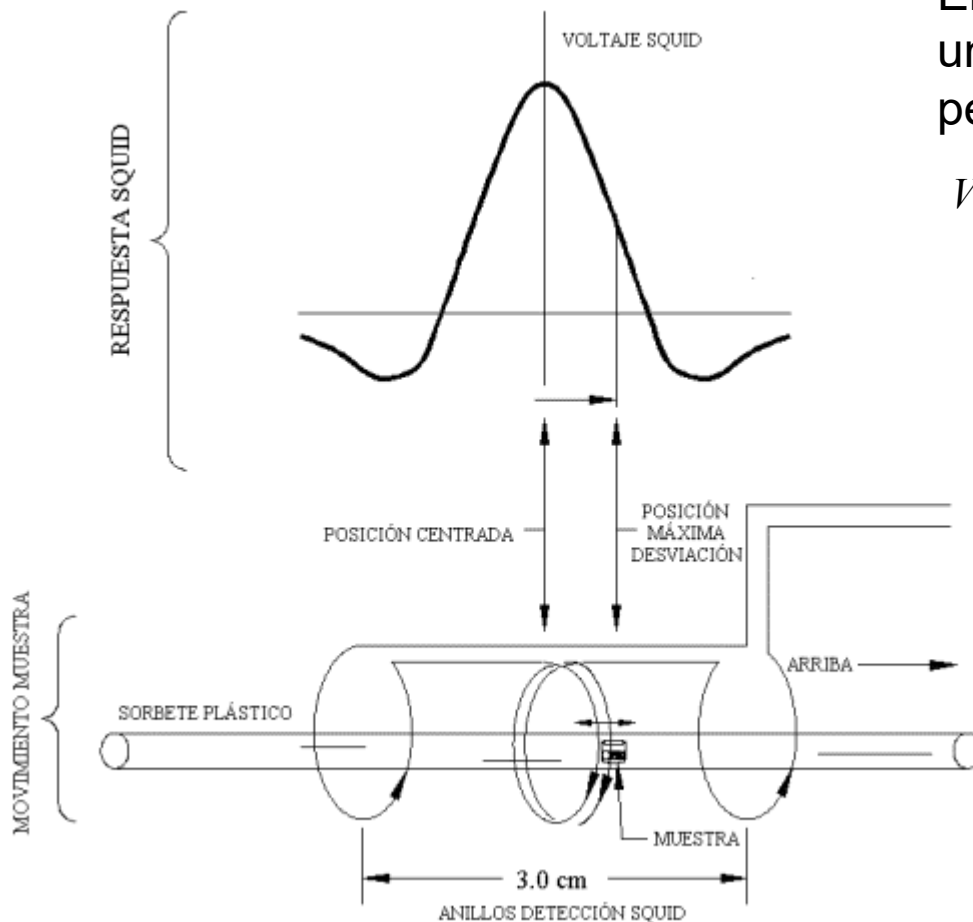
**Métodos de Medida y Opciones**



## SESIÓN 2: MÉTODOS DE MEDIDA Y OPCIONES

- Método de medida de imanación – medida DC: estándar y RSO
- Método de medida de susceptibilidad – medida AC
- Opciones:
  - Horno
  - Rotador
  - bajo campo
  - EDC
  - Resistividad
  - Fibra Óptica (FOSH)
  - Celda Presión

# MEDIDA IMANACIÓN: MEDIDA DC



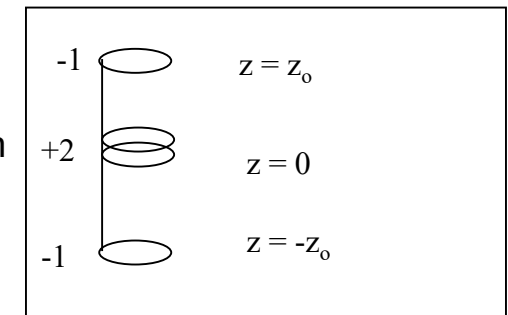
El Voltaje en función de la posición para una muestra puntual (dipolo magnético perfecto):

$$V(z) = k[-\Phi_{dip}(z - z_0) + 2\Phi_{dip}(z) - \Phi_{dip}(z + z_0)]$$

$$\Phi_{dip}(z) = 2\pi m_z \frac{a^2}{(a^2 + z^2)^{3/2}}$$

$$a \cong 1 \text{ cm}$$

$$z_0 \cong 1.5 \text{ cm}$$



Máximo  $V(z = 0) = 1.66 k$

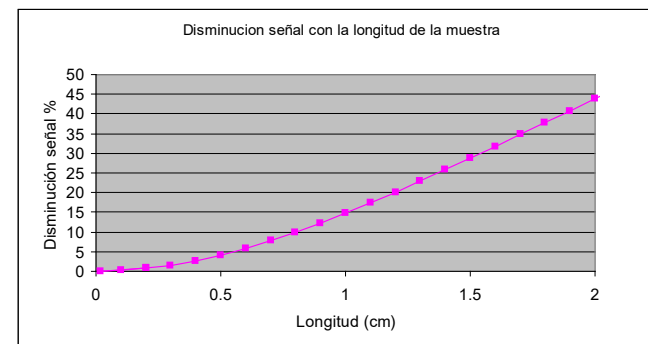
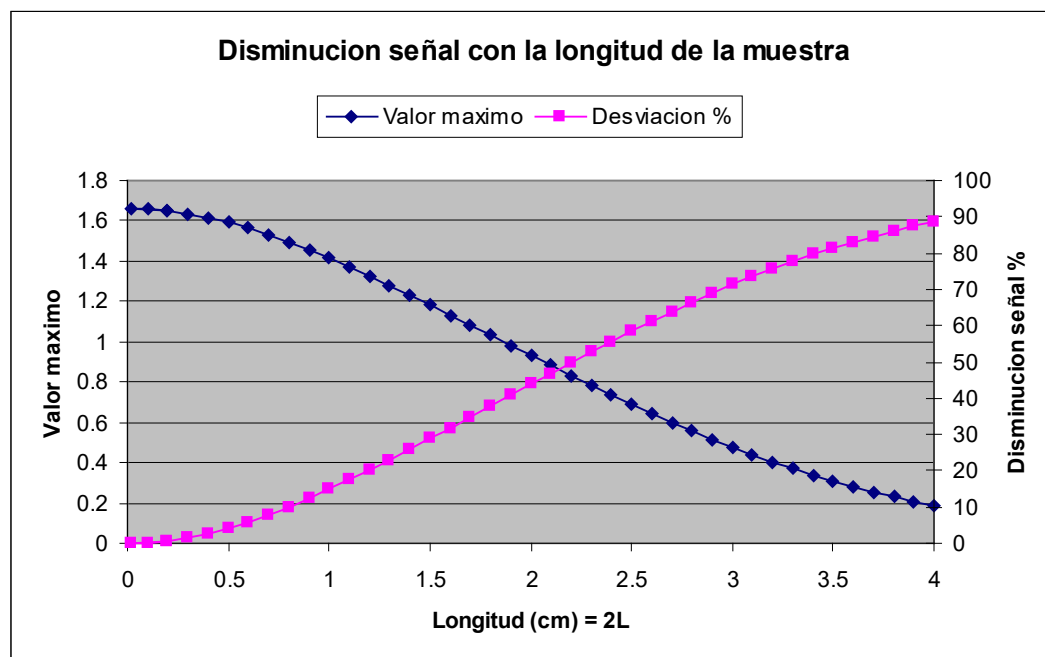
Mínimos  $V(z = \pm z_0 = \pm 1.5) = -0.69 k$



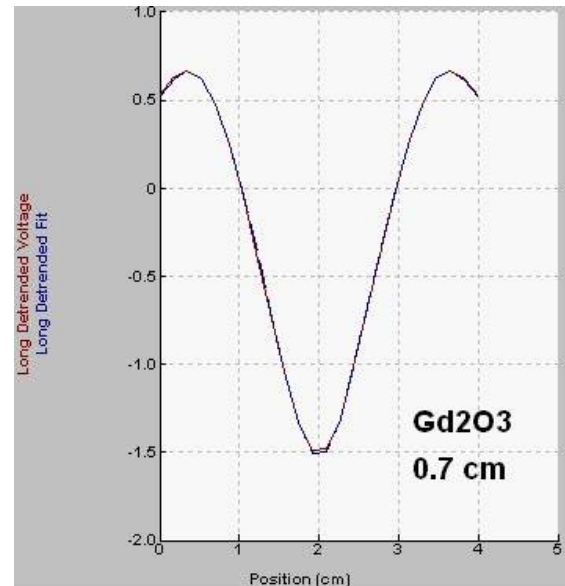
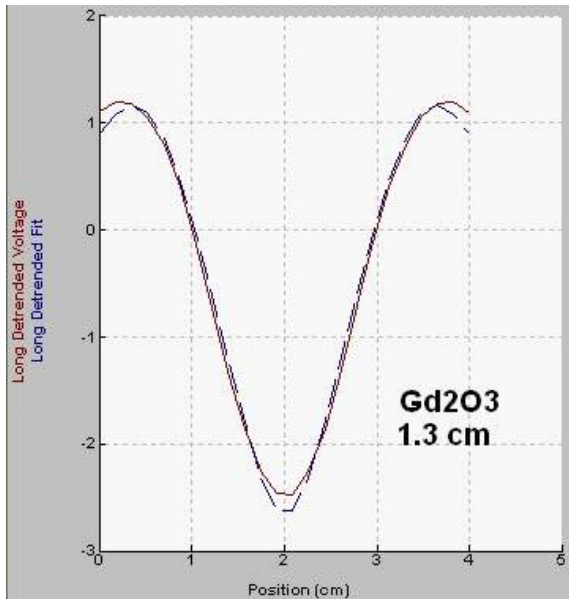
## Influencia de la longitud de la muestra

Muestra no puntual, longitud  $2L$ , centrada en  $z = 0$

$$\langle V(z=0) \rangle (2L) = \frac{1}{2L} \int_{-L}^L V(z) dz = \frac{1}{2L} \left[ \frac{4L}{\sqrt{1+L^2}} + \frac{3-2L}{\sqrt{L^2-3L+3.25}} + \frac{-3-2L}{\sqrt{L^2+3L+3.25}} \right]$$



## Influencia de la longitud de la muestra

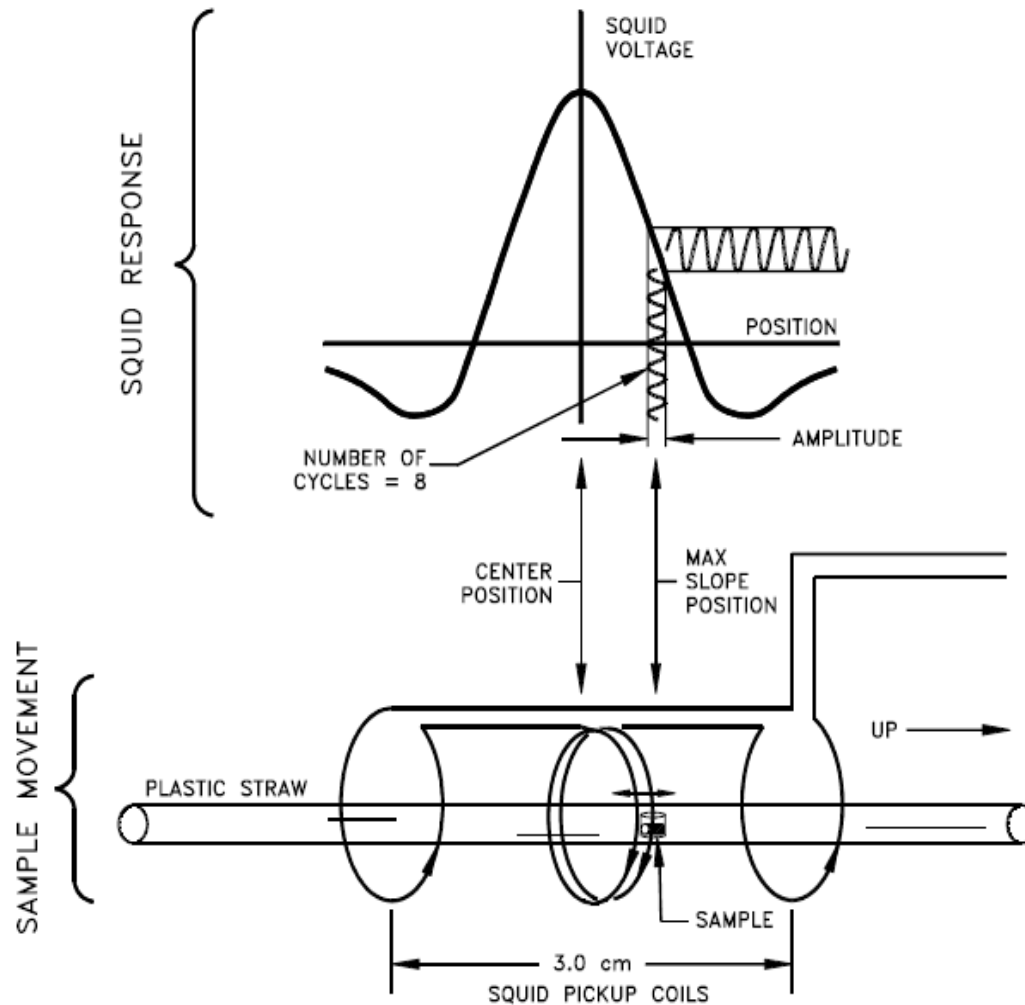


- La desviación disminuye en muestras grandes al hacer el ajuste
- Factor de calibración determinado con una muestra patrón de longitud  $2L = 3 \text{ mm}$  (cilindro Pd)

Utilizar muestras longitud  $\leq 0.5 \text{ cm}$

Para muestras con poca señal  $\Rightarrow$  Longitud mayor  
Corrección m

# MEDIDA IMANACIÓN : MEDIDA RSO



# MEDIDA IMANACIÓN: MEDIDA RSO

- Rango de Frecuencias: 0.5 - 4 Hz
- Amplitud de Oscilación: 0.05 - 5 cm
- Sensibilidad relativa:
  - $< 1 \times 10^{-8}$  emu;  $H \leq 2,500$  Oe
  - $\leq 2 \times 10^{-7}$  emu;  $H @ 5$  tesla
- Rango Dinámico:  $10^{-8}$  to 5 emu<sup>(\*)</sup>

(\*) (300 emu con la opción EDR – no compatible con RSO)

# MEDIDA IMANACIÓN: MEDIDA RSO

## VENTAJAS RSO

- Mejor Sensibilidad:  $5 \times 10^{-9}$  emu (DC  $10^{-7}$  emu)
  - La muestra realiza un movimiento oscilatorio de gran precisión gracias al servo motor
  - Adquisición de datos con un DSP que permite detección locking y una mejora del coeficiente señal-ruido
- Mayor rapidez
  - No hay que esperar a que el SQUID se estabilice
  - Ciclos de histéresis hasta 8x más rápidos que el cabezal convencional MPMS

# MEDIDA IMANACIÓN: MEDIDA RSO

## VENTAJAS RSO

- Las muestras están sujetas a menor inhomogeneidad de campo magnético
  - Amplitud oscilación hasta de solamente 0.05 cm
- Varillas con bajo coeficiente de expansión térmica dotadas de piezas centradoras



# MEDIDA IMANACIÓN: MEDIDA RSO

## INCONVENIENTES RSO

- Incompatibilidad con otras opciones:
  - EDR, rotador, varillas especiales (fibra óptica FOSH, resistividad)

Sensibilidad hasta  $10^{-8}$  emu 0.1 Hz – 1 kHz, menor para  $f = 0.001 - 0.01$  Hz

Alta sensibilidad: SQUID + técnica AC  $\Rightarrow$  Optimización sistema para minimizar el ruido



Medida estándar por 2 puntos

### Posición 1:

Anula la señal AC (muestra + excitación + desbalanzas gradiómetro)

- Cálculo de una forma de onda que anula la señal AC
- Manda la señal al SQUID
- Nueva medida

Iterativo hasta amplitud señal < 'Null Amplitude'

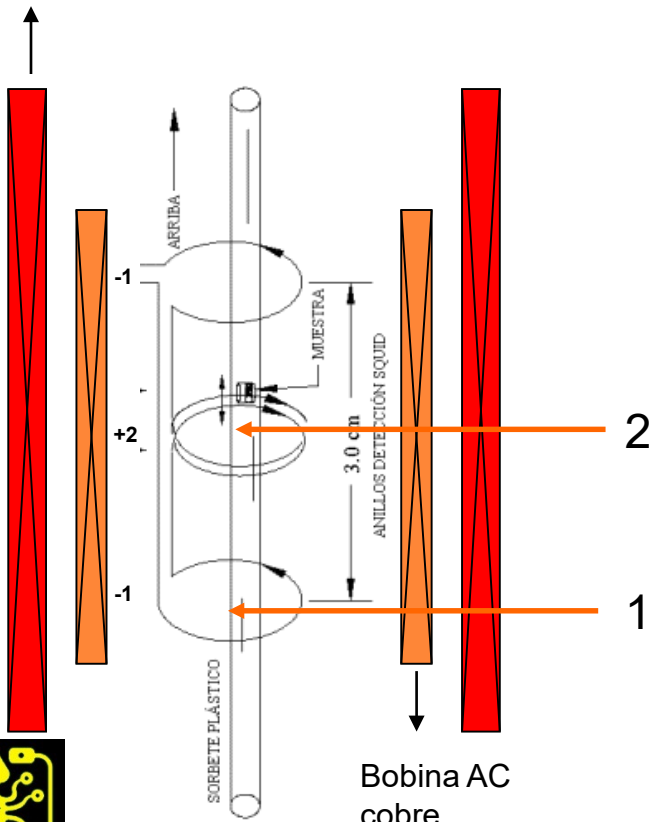
### Posición 2:

Se mide la señal de la muestra aplicando la última señal de anulación determinada en 1.



3x señal de la muestra

Imán  
superconductor



# MEDIDA SUSCEPTIBILIDAD : MEDIDA AC

$$\text{Excitación: } H_{AC} = h_0 \cos \omega t$$

Posición 1  $\Rightarrow$  Bobina -1:  $f(z) = -1$

$$\text{Señal: } \delta + f(z) (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) = \delta - (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t)$$

$$\text{Nulling: } \delta - (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) - \varepsilon$$

Señal-nulling:  $\varepsilon$  (residuo < null amplitude)

Posición 2  $\Rightarrow$  Bobina +2:  $f(z) = +2$

$$\text{Señal: } \delta + f(z) (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) = \delta + 2 (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t)$$

$$\text{Señal-nulling: } \delta + 2 (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) - (\delta - (m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) - \varepsilon) = 3(m' \cos \omega t + m'' \sin \omega t) + \varepsilon$$



Null Amplitude  $\leq$  señal muestra

# MAGNETÓMETRO MPMS: OPCIONES

- Opción Horno
- Opción Rotador
- Opción de Bajo Campo
- Opción EDC (External Device Control)
- Varilla resistividad
- Varilla de fibra óptica (FOSH)
- Celda Presión

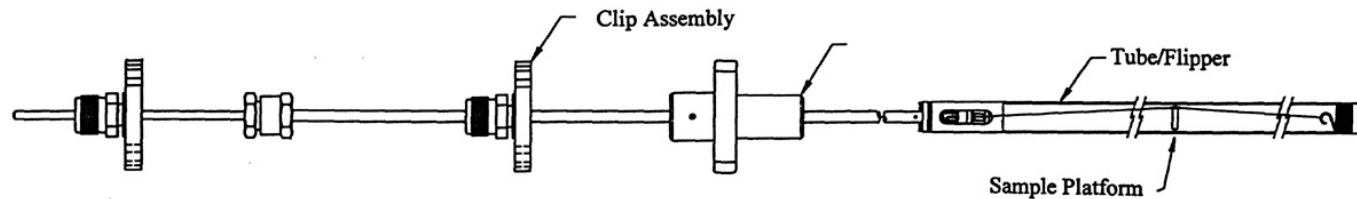
# OPCIÓN HORNO

- Cámara calefactada aislada mediante vacío que se instala en la cámara de la muestra del MPMS
- Permite realizar medidas DC , RSO y AC (sin calibración fase)
- Uso de la varilla estándar MPMS o metálica RSO
- $300\text{K} \leq T \leq 800\text{K}..$



# OPCIÓN ROTADOR

- El rotador rota automáticamente la muestra en un eje horizontal (H || eje vertical z)
- 360 grados de rotación en pasos de 0.1 grados
- Plataforma para la muestra 1.6mm X 5.8mm
- Cambio de muestra se hace a 300 K



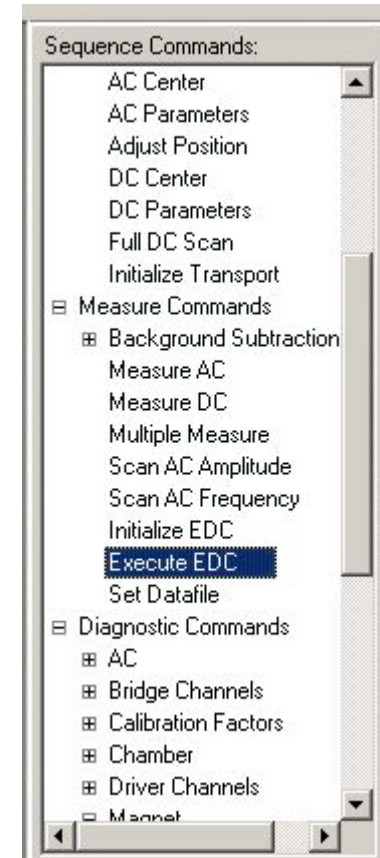
# OPCIÓN BAJO CAMPO



- El equipo debe tener una pantalla magnética (MPMS-5S, MPMS-XL INA)
- Incluye Magnet Reset
- **Uso de un magnetómetro tipo fluxgate exclusivo**
  - Perfil de Campo magnético
  - Proceso iterativo de cancelación campo
- Cancela de forma activa el campo remanente del imán
- Se consigue bajar el campo a valores de 0.005 Oe.
- **Usa la bobina AC para crear un campo DC de alta resolución:**
  - Rango de H (imán 5T): -5 Oe a 5 Oe
  - Resolución H (imán 5T): 0.15 mOe

# OPCIÓN EDC

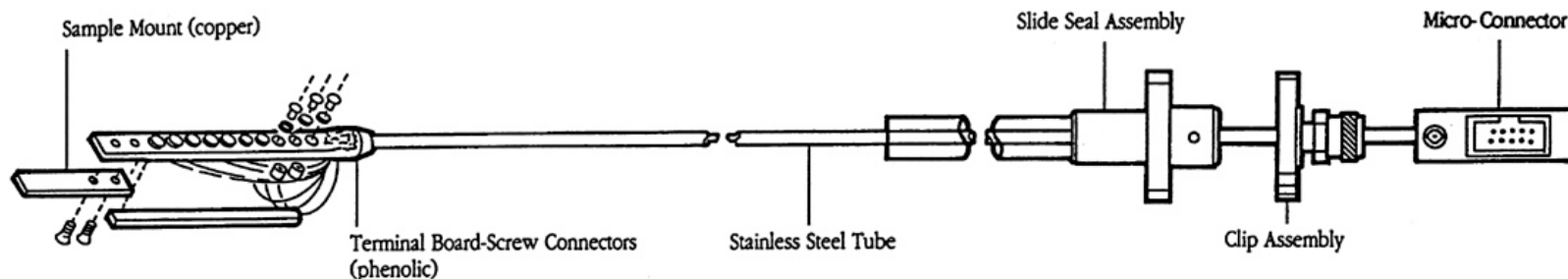
- Permite el control y lectura de instrumentos externos
- Permite también el control de la electrónica del MPMS (bobina AC para la opción de Bajo Campo)
- Se crea un ejecutable en lenguaje Delphi (Borland's Delphi de Visual Pascal) que se puede inicializar y ejecutar desde una secuencia de medida del MPMS
  - *Sequence Commands -> Measure Commands ->*
    - *Initialize EDC*
    - *Execute EDC*
- Usado con la varilla de Resistividad ('Manual Insertion Utility Probe) se pueden automatizar medidas de transporte eléctrico.





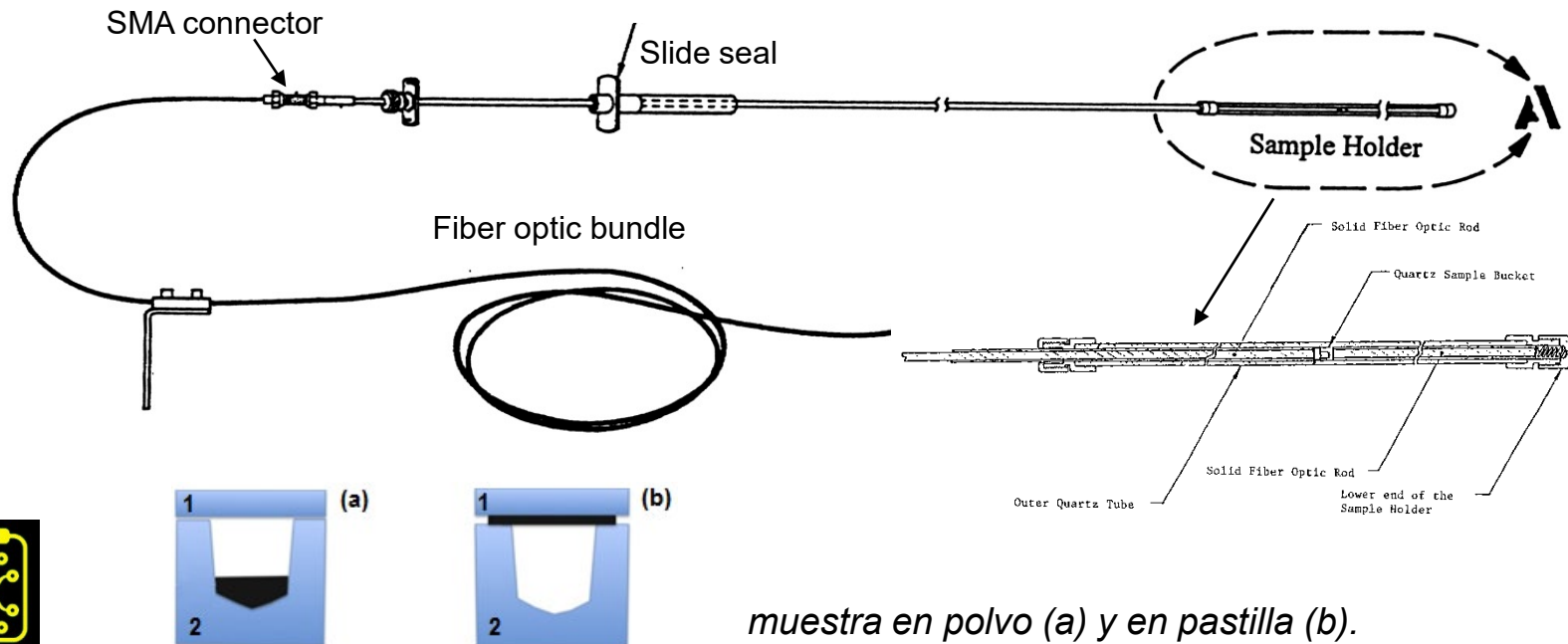
## Varilla Resistividad (‘Manual Insertion Utility Probe’)

- Permite realizar medidas de transporte eléctrico en el espacio de la muestra del MPMS  $\Rightarrow$  MPMS es una fuente de H y T
- Conector de 10-pines
- Se usa con EDC (External Device Control) (EDC) para controlar los aparatos externos (voltímetro y fuente de corriente)
  - Sistema de medidas de transporte eléctrico completamente automatizadas

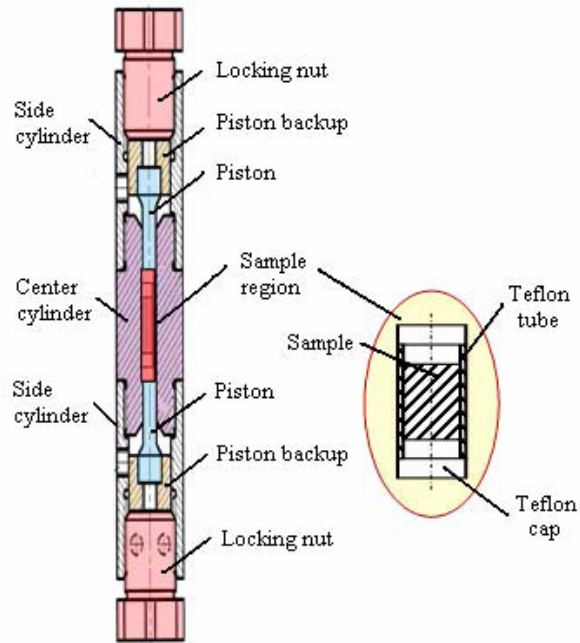


## Varilla con Fibra Óptica (FOSH)

- Permite iluminar la muestra con una fuente externa de luz mientras se hacen las medidas magnéticas
- Optimizada para el espectro del UV cercano (180 to 700 nm)
- Incluye 2 metros de fibra óptica
- Espacio para la muestra de 1.6 mm diámetro y 1.6 mm profundidad



## Celda Presión



### Celda Cu-Be

Máxima P 1.3 GPa

Máxima Presión a 7 K 1.0 GPa

Espacio muestra:

Diámetro 2.1 o 2.6 mm

Altura 7.0 mm



# Visita Laboratorios Opciones



# III CURSO MAGNETÓMETROS MPMS

Sesión 4

**Proceso de Medida**

# SESIÓN 4: PROCESO DE MEDIDA

- Preparación e Instalación de la muestra
  - Cabezal Estándar
  - Cabezal RSO
- Centrado
  - Cabezal Estándar
  - Cabezal RSO
  - Centrado AC
- Proceso de Medida
  - Medida DC: Parámetros y Resultados
  - Medida RSO: Parámetros y Resultados
  - Medida Background
  - Medida AC: Parámetros y Resultados
- Programación de Secuencias de Medida

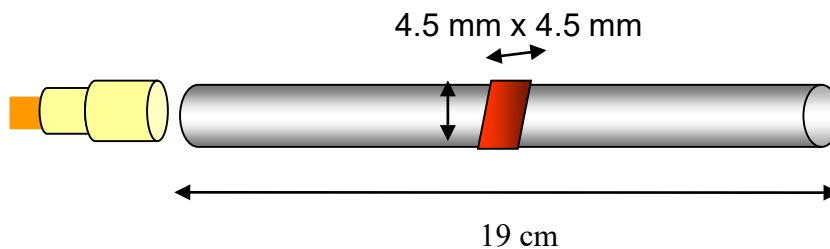
## CABEZAL ESTÁNDAR

Portamuestras:

- No magnético
- No metálico (aislante eléctrico)
- Homogéneo y uniforme



- Tubo cuarzo
  - Pajita transparente
- +
- Cápsula (con o sin algodón)  
Trozo pajita  
Kapton

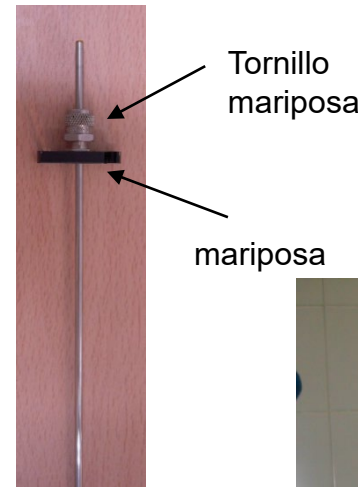




# PREPARACION E INSTALACIÓN DE MUESTRA

## CABEZAL ESTÁNDAR

1. Colocar el portamuestras en la varilla. Asegurar muestra y portamuestras
2. Ajustar el tornillo de la mariposa de sujeción al motor del cabezal
3. Bajar el sello azul hasta abajo
4. Comprobar que la llave de la precámara está cerrada. **Ventear la precámara<sup>(\*)</sup>** y colocar la varilla (punto blanco de frente).
5. Purgar la cámara  $\Rightarrow$  led verde indica 'listo'

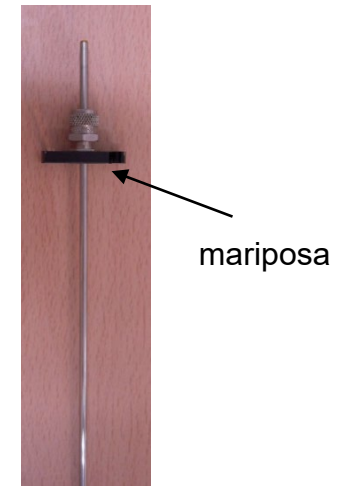
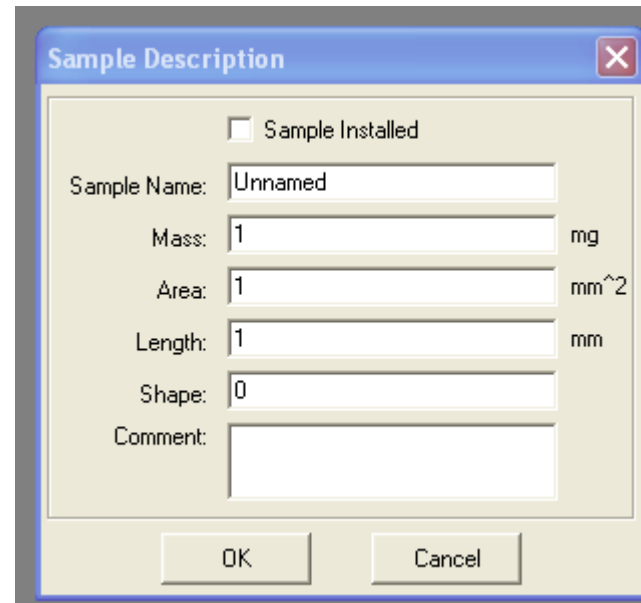
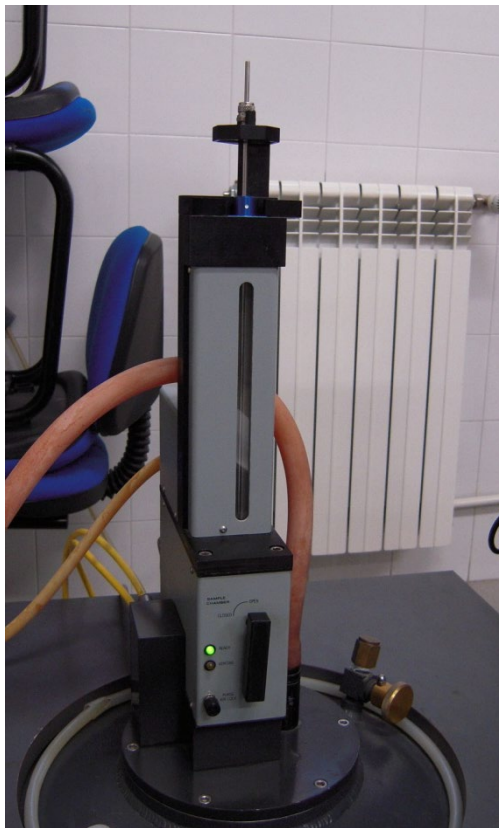


(\*) Cuando no hay muestra, el tapón azul se debe de dejar puesto y la precámara purgada para evitar contaminación de los o-rings de sellado.



## CABEZAL ESTÁNDAR

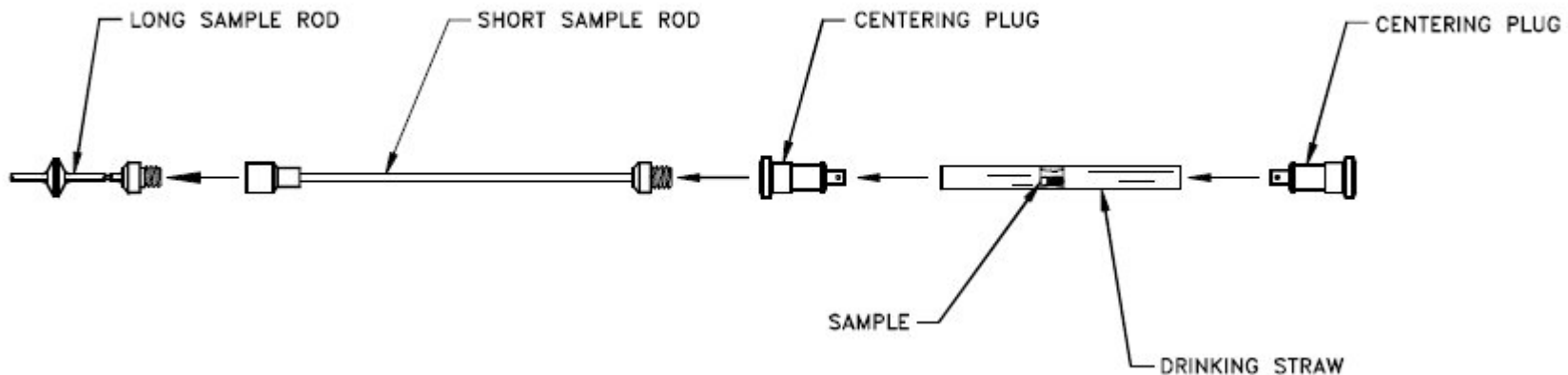
1. Abrir la llave (sentido agujas del reloj) y bajar la varilla muy lentamente.
2. Bloquear la mariposa en el transporte.
3. Definir los parámetros de la muestra: 'sample' -> sample description



# PREPARACION E INSTALACIÓN DE MUESTRA

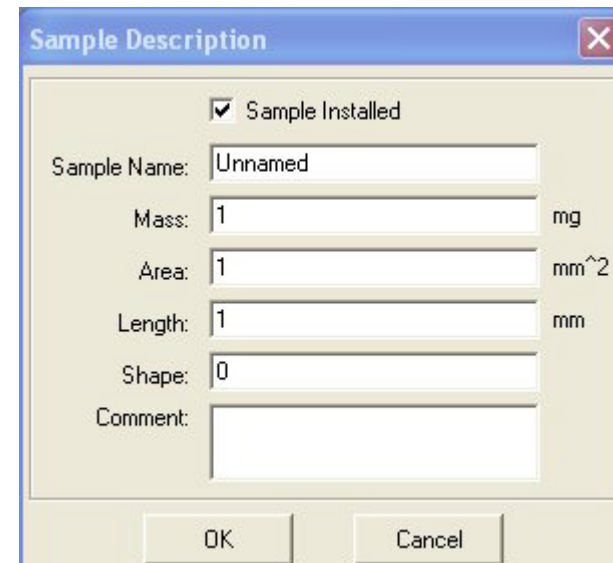
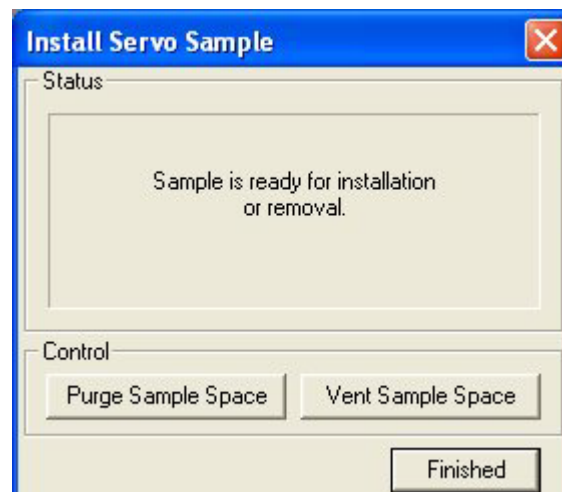
## CABEZAL RSO

- Muestra en un trozo de pajita de 5 mm ( $9 \times 10^{-9}$  emu)
- Muestra en una cápsula
- Muestra insertada directamente en la pajita
- Muestra entre dos pajitas



## CABEZAL RSO

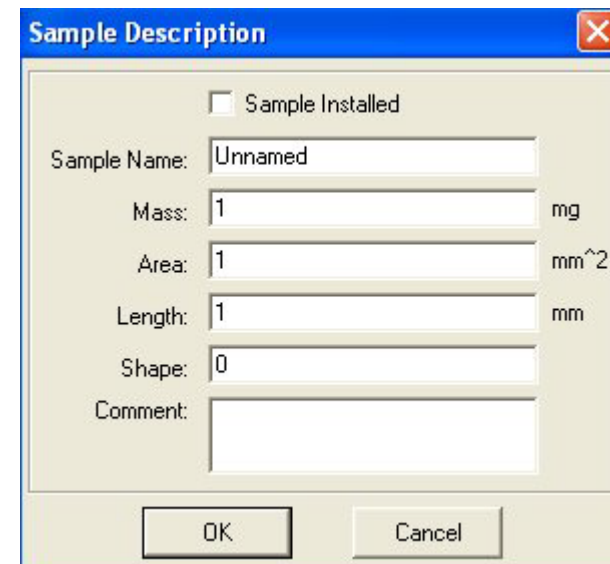
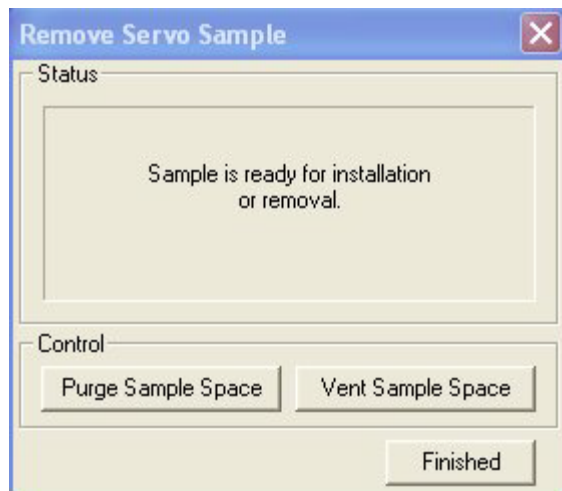
- 'Sample -> Install': el motor mueve el transporte a la parte de arriba del cabezal RSO
  - Insertar la precámara (Airlock) con la varilla y la muestra
  - Purgar (Purge Sample Space), abrir la válvula
  - Bajar la varilla, desenroscar el imán (sentido antihorario) y subirlo a la parte de arriba de la precámara.
  - Dar información muestra



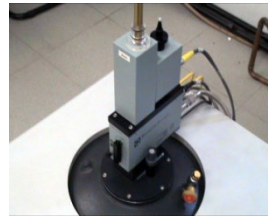
# PREPARACION E INSTALACIÓN DE MUESTRA

## CABEZAL RSO

- 'Sample -> remove' : el motor mueve la varilla a la parte de arriba del cabezal RSO
  - Bajar el imán, enroscar la varilla al imán (sentido horario) y subirlo de nuevo
  - Cerrar válvula (el sistema ventea automáticamente)
  - Quitar la precámara con la varilla y la muestra



## CABEZAL RSO

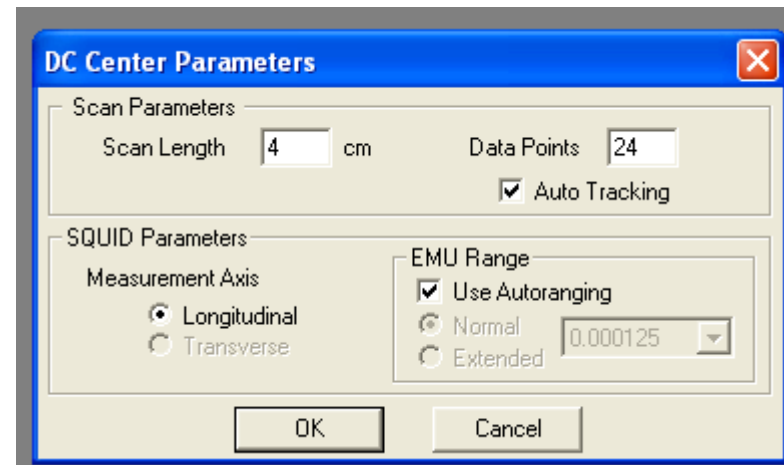
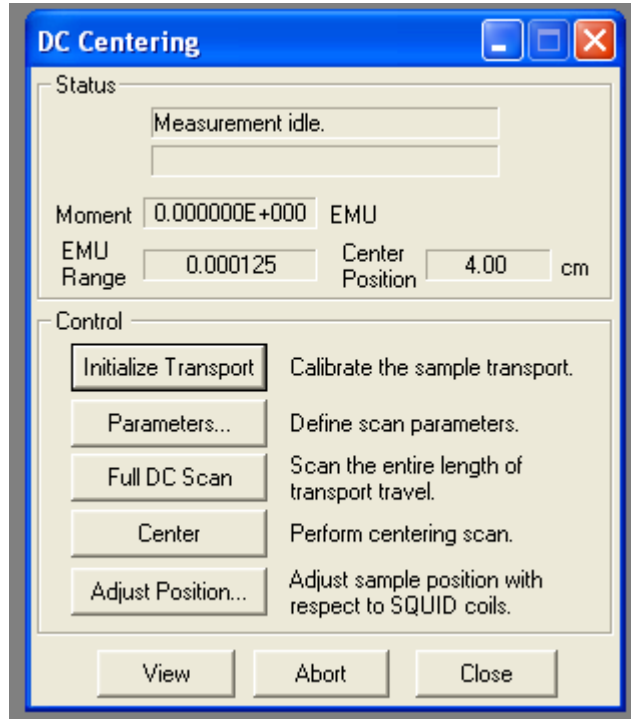


[Video Demostración](#)

## CABEZAL ESTÁNDAR

‘center’ -> DC

1. Inicializar el transporte
2. Full DC scan(12 cm) o Center
3. Ajustar posición



Simulador

### Parámetros

Scan Length: 0.1 cm – 12 cm

Típico 4-6 cm

Data Points: 2 – 64

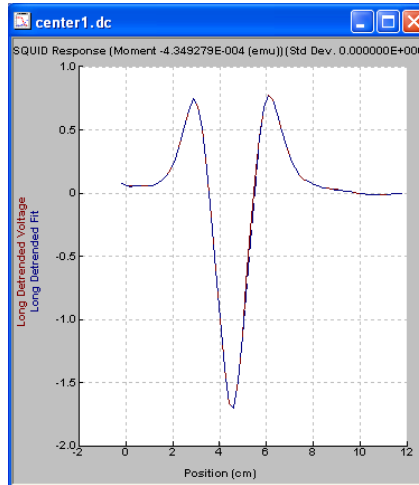
Típico 24-32

Autotracking on

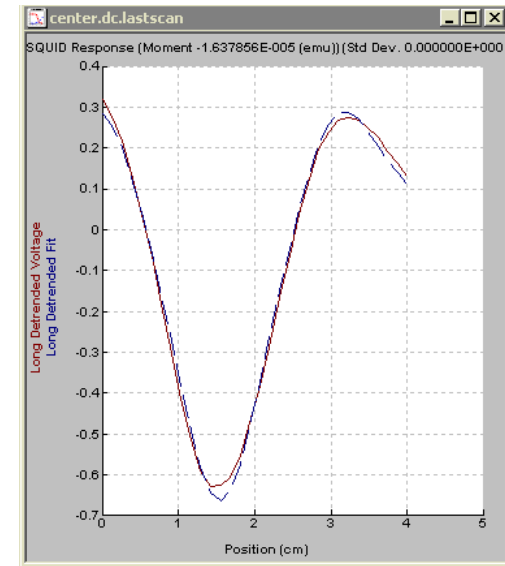
Autoranging on

## CABEZAL ESTÁNDAR

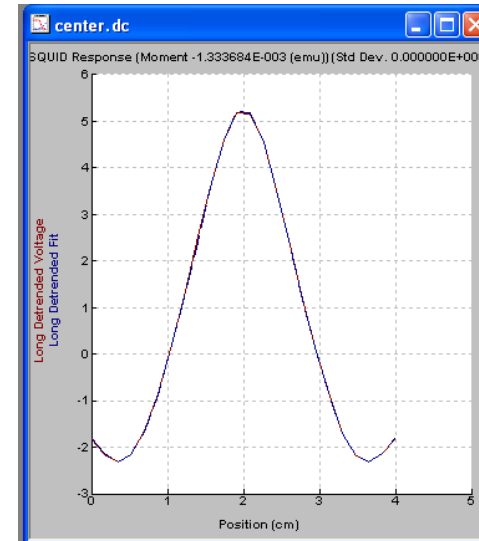
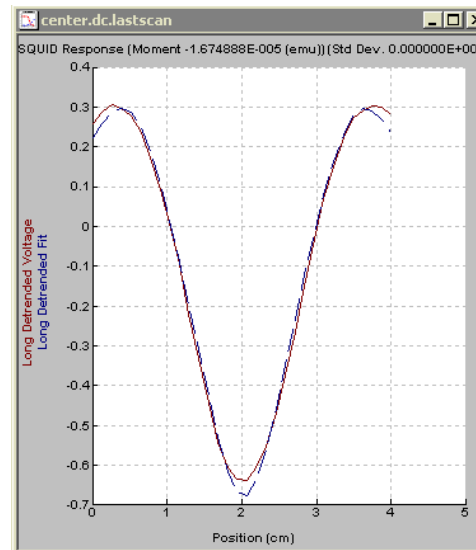
Full scan 12 cm



center



Adjust Position



## CABEZAL ESTÁNDAR

### Ajuste Manual

El ajuste automático de la posición está fuera de los límites del transporte:

Ajuste posición  $\Rightarrow$  Ajuste Manual

- Seguir las instrucciones de la pantalla:



- Bajar la muestra si el máximo está hacia la izquierda
- Subir la muestra si el máximo está hacia la derecha

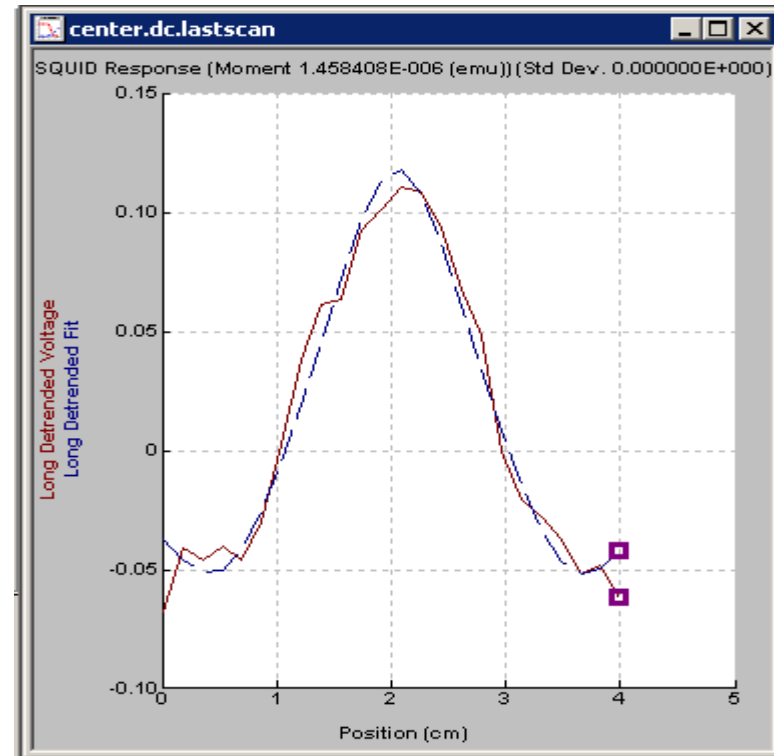
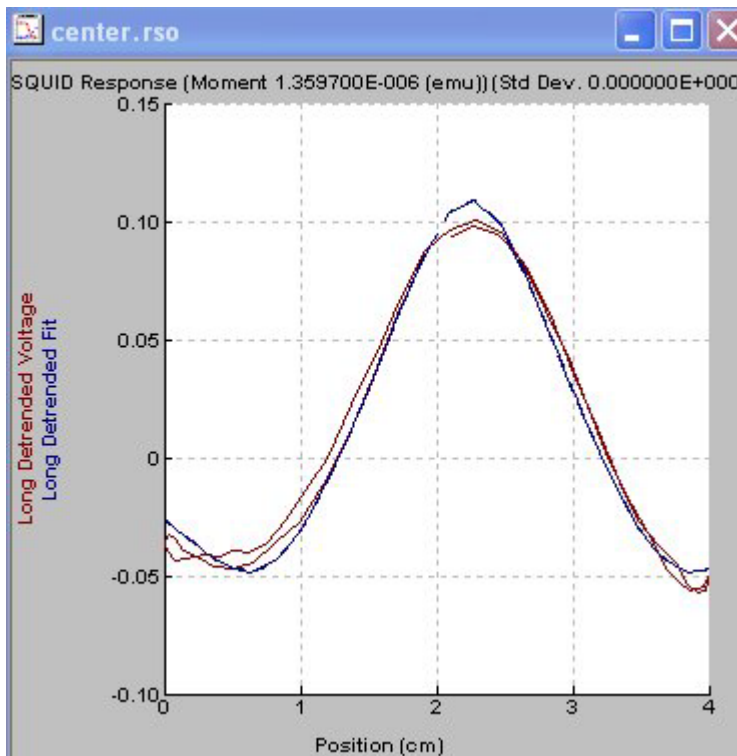
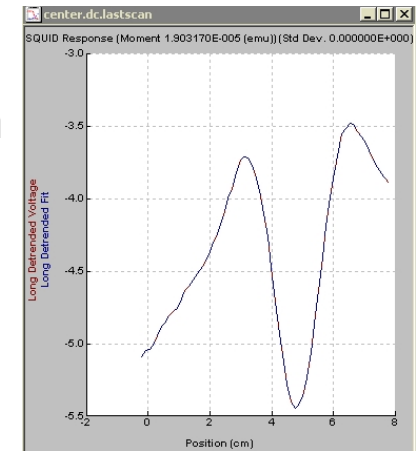




## CABEZAL RSO

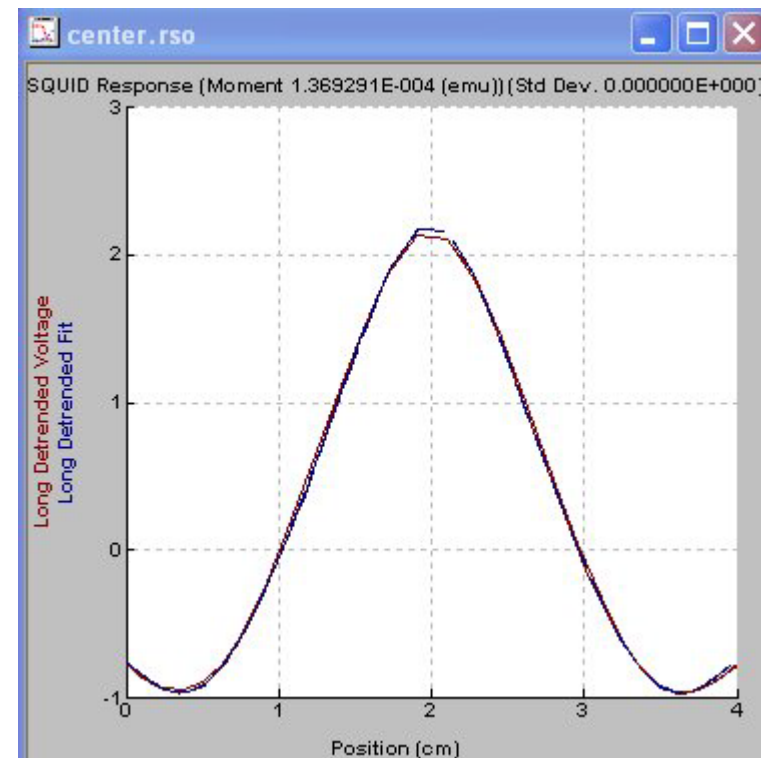
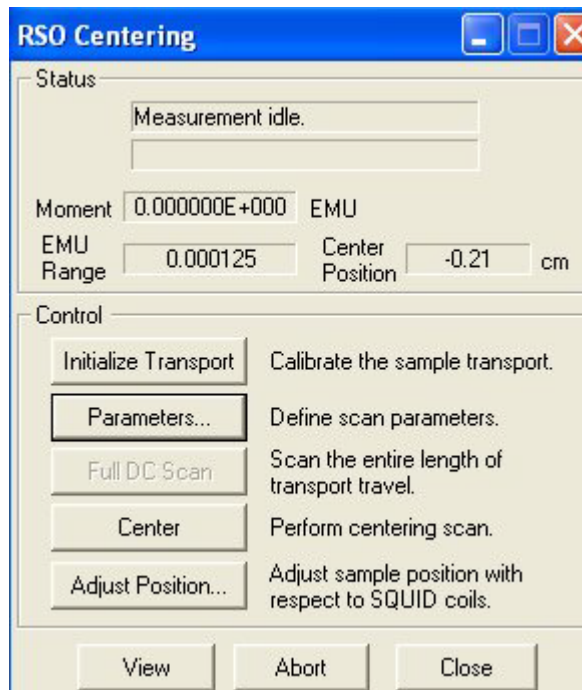
- Center DC o Center RSO
- Centrado RSO es más rápido y sensible
- Centrado DC permite un 'full scan' de 8 cm

Full scan 8 cm



## CABEZAL RSO

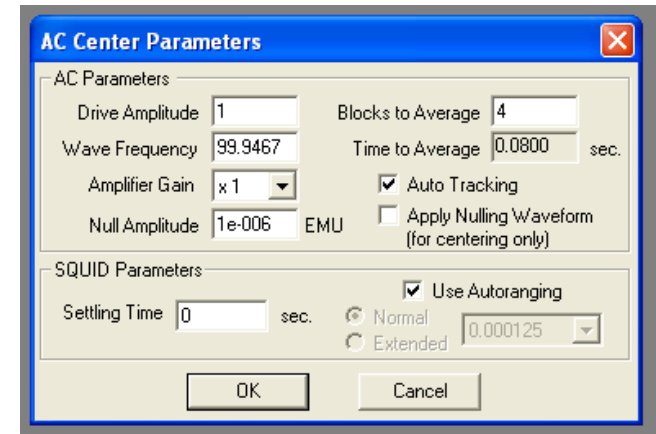
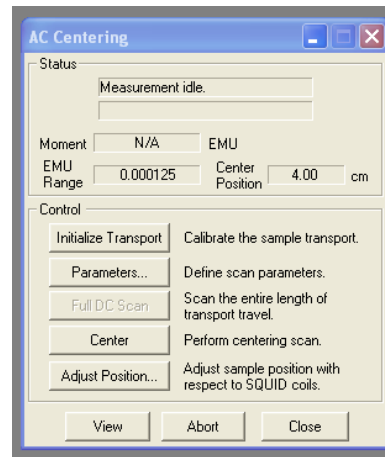
- Center: Realiza 3 oscilaciones a 0.5 Hz de amplitud 'scan length' hasta un máximo de 5 cm.
- El scan length se define en los parámetros
- Posible problema: la muestra centrada en la pajita está normalmente a 4-5 cm del cero del transporte



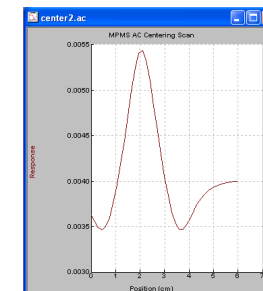
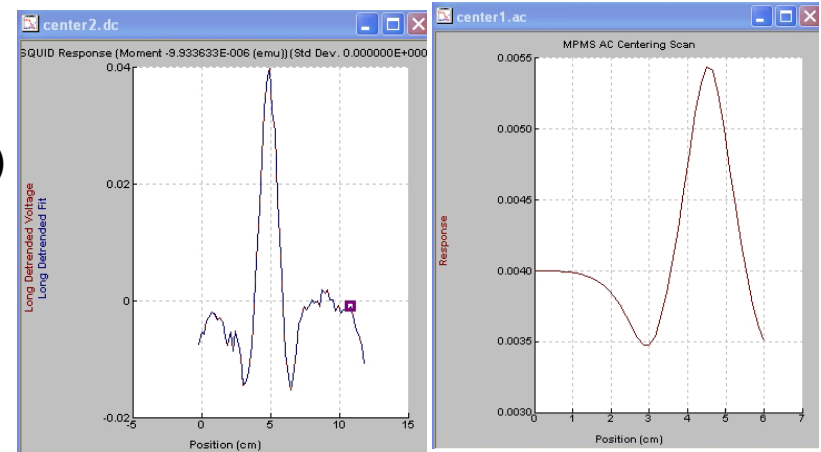
## CENTRADO AC

‘center’ -> AC

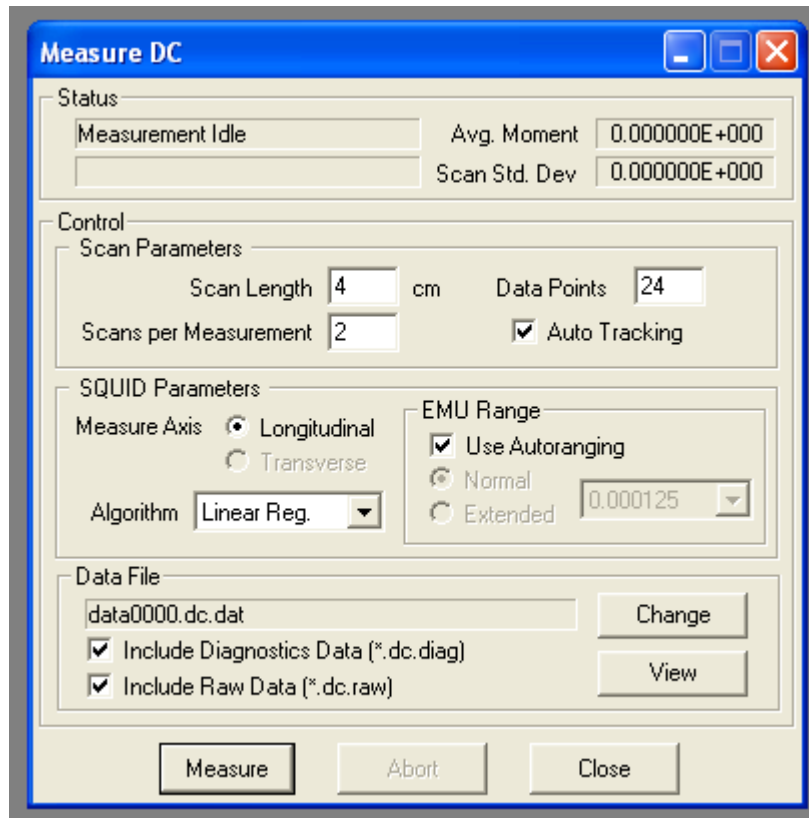
- Sólo barrido parcial (6 cm)
- Más largo que el centrado DC
- Centrado a campo cero



1. Inicializar el transporte (autotracking on)
2. Definir los parámetros AC
  - Amplitud, frecuencia, número de bloques
  - Activar Autotracking y Autoranging
  - Desactivar Nulling
3. Centrar: 41 medidas en un scan de 6 cm
4. Ajustar posición



## PARÁMETROS DE MEDIDA



- Longitud scan y Número de puntos = centrado
- Número de scans: 1-50
- Autotracking on/off
  - On  $\Rightarrow$  Variaciones T
  - Off  $\Rightarrow$  Varillas no estándar, muestras sensibles al centrado
- Algoritmo de medida:
  - Linear Regression  $\Rightarrow$  Muestras sensibles al centrado.
  - Iterative Regression  $\Rightarrow$  Variaciones T
  - Full scan
- EMU range:
  - Autorango
  - Rango fijo: normal o extendido

## PARÁMETROS DE MEDIDA

### Rangos de Medida

	emu range	Range	Gain	Range factor	Gain factor
normal	0.000125	0	3	1	1
	0.00025	0	2	1	2
	0.000625	0	1	1	5
	0.00125	0	0	1	10
	0.0025	1	2	10	2
	0.00625	1	1	10	5
	0.0125	1	0	10	10
	0.025	2	2	100	2
	0.0625	2	1	100	5
	0.125	2	0	100	10
	0.25	3	2	1000	2
	0.625	3	1	1000	5
	1.25	3	0	1000	10
extended	0.039174	10	3	1	1
	0.078348	10	2	1	2
	0.19587	10	1	1	5
	0.39174	10	0	1	10
	0.78348	11	2	10	2
	1.9587	11	1	10	5
	3.9174	11	0	10	10
	7.8348	12	2	100	2
	19.587	12	1	100	5
	39.174	12	0	100	10
	78.348	13	2	1000	2
	195.87	13	1	1000	5
	391.74	13	0	1000	10

### Algoritmo de Medida

#### Regresión Iterativa

- Ajuste de la señal a una curva analítica suponiendo que el centro es un parámetro más.
- Modifica la posición de centrado

#### Regresión Lineal

- Ajuste de la señal a una curva analítica suponiendo que la muestra está bien centrada
- El sistema usa la regresión lineal si la regresión iterativa no puede centrar la señal.
- Se recomienda su uso cuando se tiene una señal con más de un centro.

#### Full scan

- Válido para señales relativamente grandes
- Muestras sin centrado previo

## RESULTADOS

### Visualización, control y Evaluación

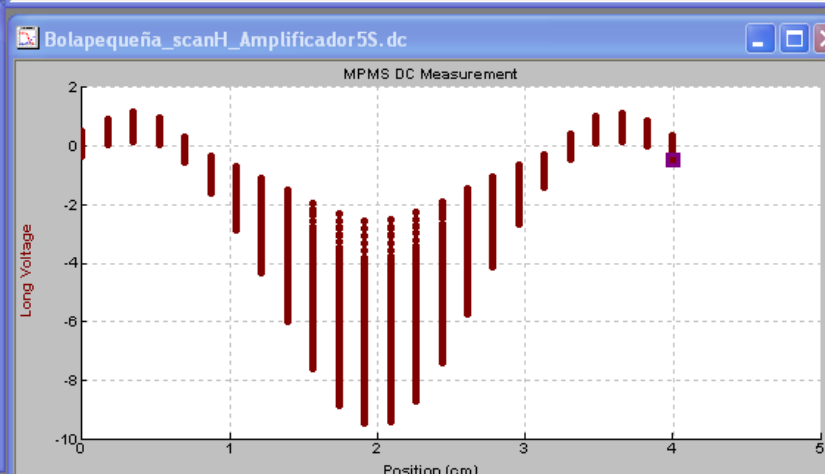
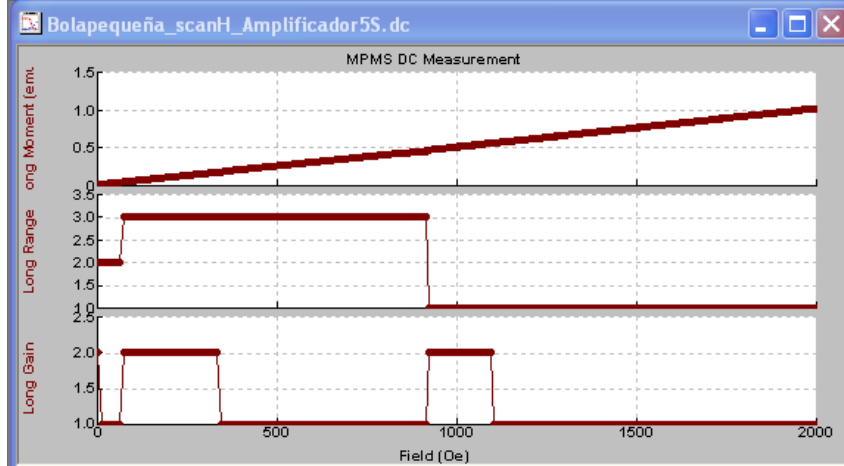
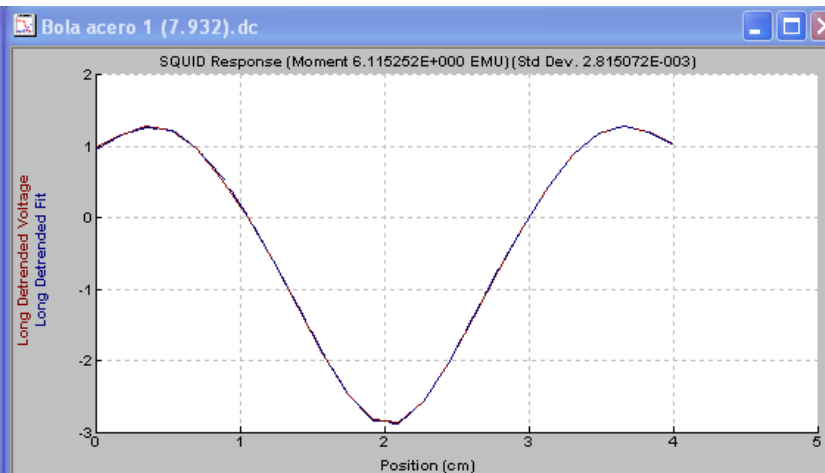
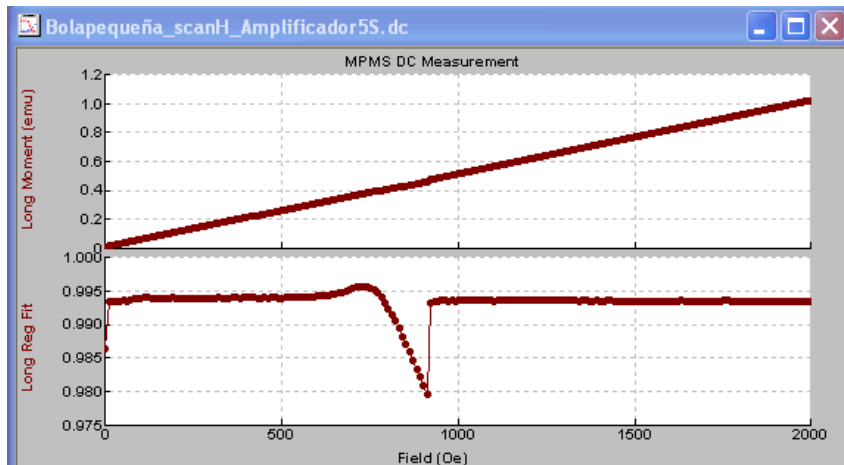
Ficheros de datos:

<a href="#"><u>Filename.dc.dat</u></a>	Resultados
<a href="#"><u>Filename.dc.diag</u></a>	Diagnóstico
<a href="#"><u>Filename.dc.raw</u></a>	Voltaje SQUID en las diferentes medidas
<a href="#"><u>Filename.dc.lastscan</u></a>	Voltaje SQUID en el último scan (medida)

#### Control y Evaluación

- Controlar el Regresion fit  $\geq 0.9$
- Visualizar el last scan durante la medida
- Si se sospecha un problema  $\Rightarrow$  datos raw y diagnóstico

## RESULTADOS





## RESULTADOS

### Event Log

'Utilities -> Event Log'

Time	Severity	Description
15:05:21 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
15:03:54 10/31/08	INFO	9: Set field 500.000e
15:03:52 10/31/08	ERROR	Iterative regression failed. Executing Linear.
15:03:35 10/31/08	ERROR	Iterative regression failed. Executing Linear.
15:03:29 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
15:03:26 10/31/08	ERROR	Iterative regression failed. Executing Linear.
15:03:04 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
15:01:37 10/31/08	INFO	9: Set field 1000.000e
15:01:15 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
15:00:53 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:59:26 10/31/08	INFO	9: Set field 1500.000e
14:59:03 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:58:41 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:57:13 10/31/08	INFO	9: Set field 2000.000e
14:56:51 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:55:59 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:54:32 10/31/08	INFO	9: Set field 2500.000e
14:53:53 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:53:16 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:51:49 10/31/08	INFO	9: Set field 3000.000e
14:51:26 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:50:40 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:49:13 10/31/08	INFO	9: Set field 3500.000e
14:48:51 10/31/08	INFO	11: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:48:27 10/31/08	INFO	10: Measure DC: 4.00 cm, 32 pts, 3 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:Yes, raw:No, diag:N
14:47:00 10/31/08	INFO	9: Set field 4000.000e



# MEDIDA RSO

## PARÁMETROS DE MEDIDA

- Amplitude: 0.05 – 5.0 cm
- Number of Cycles: 1 – 100
- Meas. To Average: 1 – 100
- Position: center or Maximum Slope
- Frequency: 0.5 – 4.0 Hz
- Algoritmo:
  - Iterative regression (posible solo con center position)
  - Linear Regression

# MEDIDA RSO

## PARÁMETROS DE MEDIDA

- **Amplitud**  $\downarrow$   $\Rightarrow \Delta H \downarrow$  - puede limitar precisión
- **Amplitud**  $\uparrow$   $\Rightarrow$  **Máxima frecuencia**  $\downarrow$  Amplitud y frecuencia no son independientes
  - 5 cm 1Hz
  - 1 cm 4Hz
- **Número ciclos**  $\uparrow \Rightarrow$  **ruido**  $\downarrow$  Tiempo medida  $< 20''$
- **Posición**
  - **Centro:**  $A \uparrow, \omega \downarrow$  lenta, precisa, alta sensibilidad
  - **Máxima pendiente:**  $A \downarrow, \omega \uparrow$  rápida, alta resolución, menor precisión

## PARÁMETROS DE MEDIDA

### Medidas Imanación (T)

Medidas que requieren corrección centrado

- Amplitud grande: 2.5 – 5.0 cm - típico 3 cm
- Frecuencia baja: 0.5 – 2.0 Hz – típica 1 Hz
- 5-15 ciclos
- Posición: Center
- Algoritmo: Regresión Iterativa

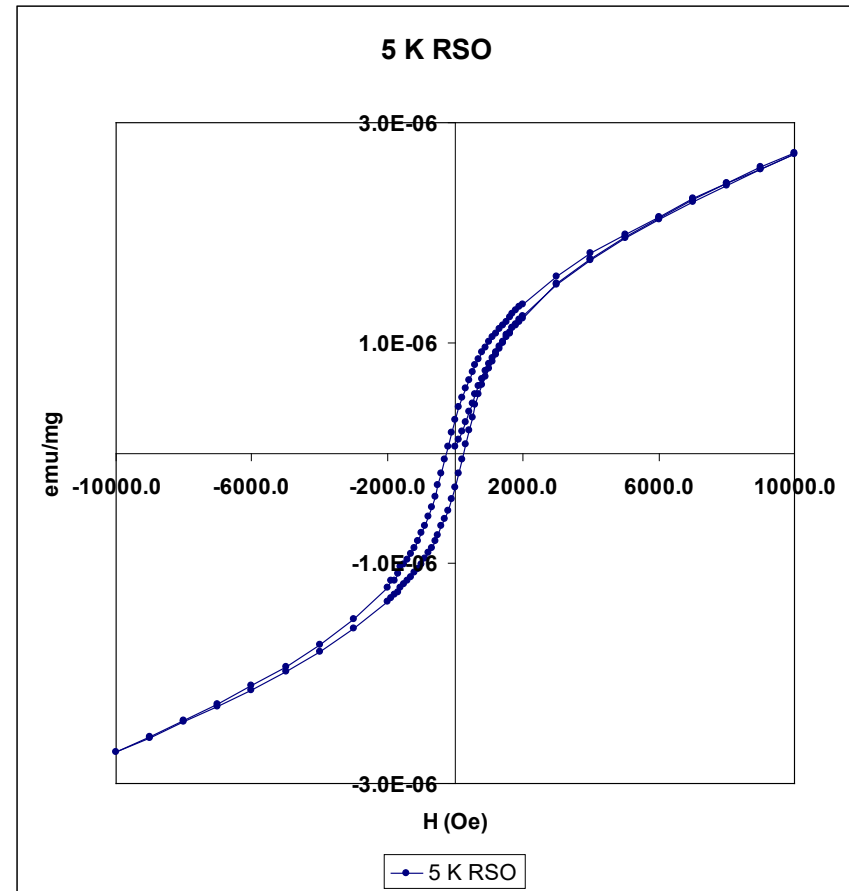
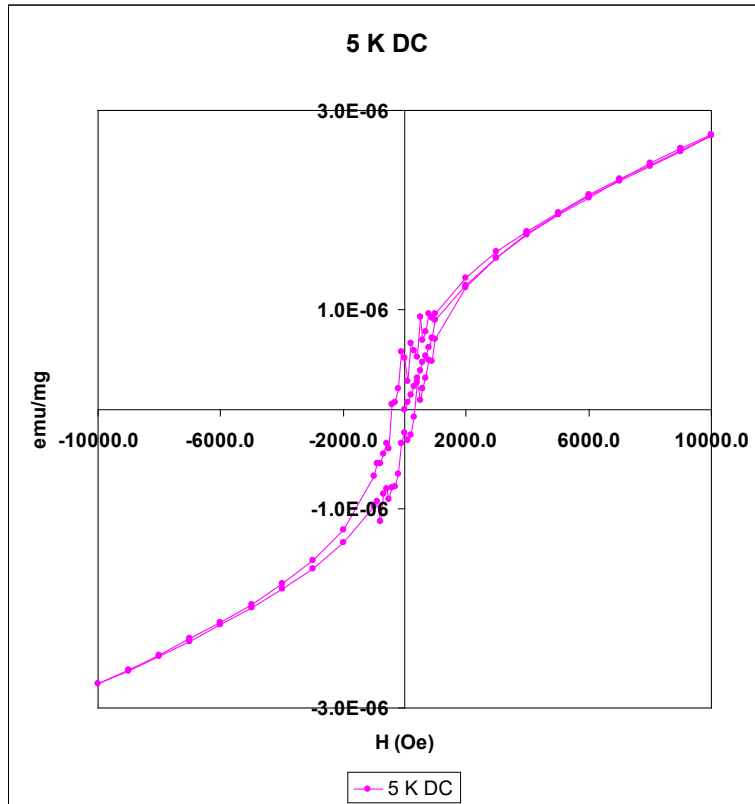
## PARÁMETROS DE MEDIDA

### Medidas Imanación (H)

Medidas que **no** requieren corrección centrado

- Amplitud pequeña: 0.5 – 1.0 cm - típico 0.8 cm
- Frecuencia alta: 2.0 – 4.0 Hz – típica 4 Hz
- 15-60 ciclos
- Posición: Máxima pendiente
- Algoritmo: Regresión lineal

## RESULTADOS

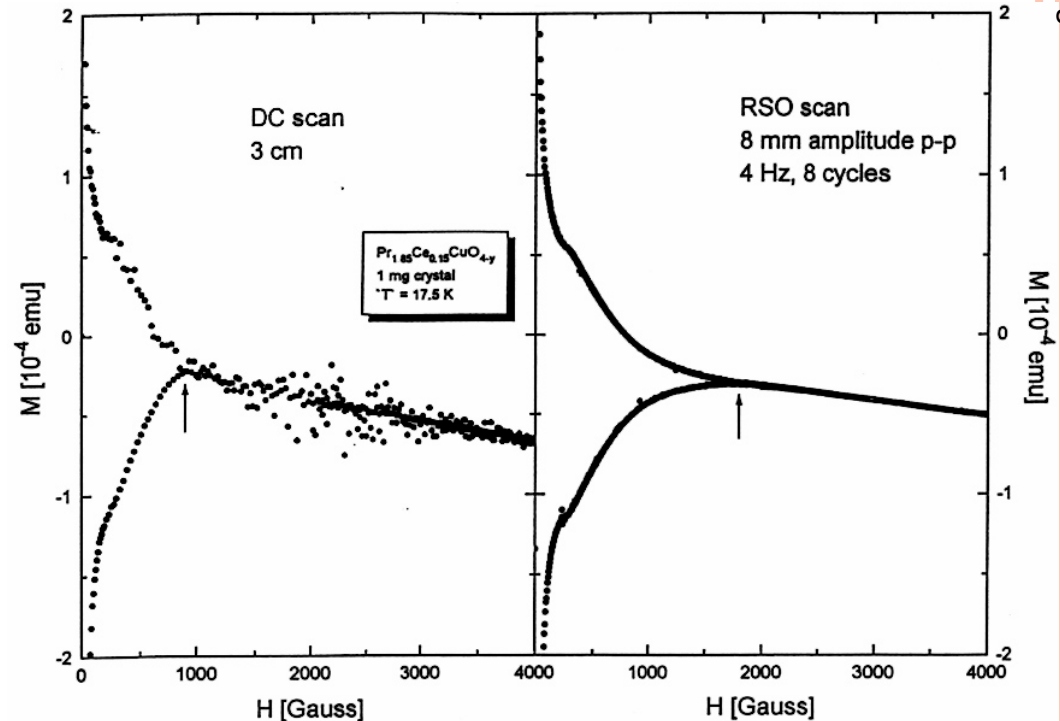


DC: 4 scans

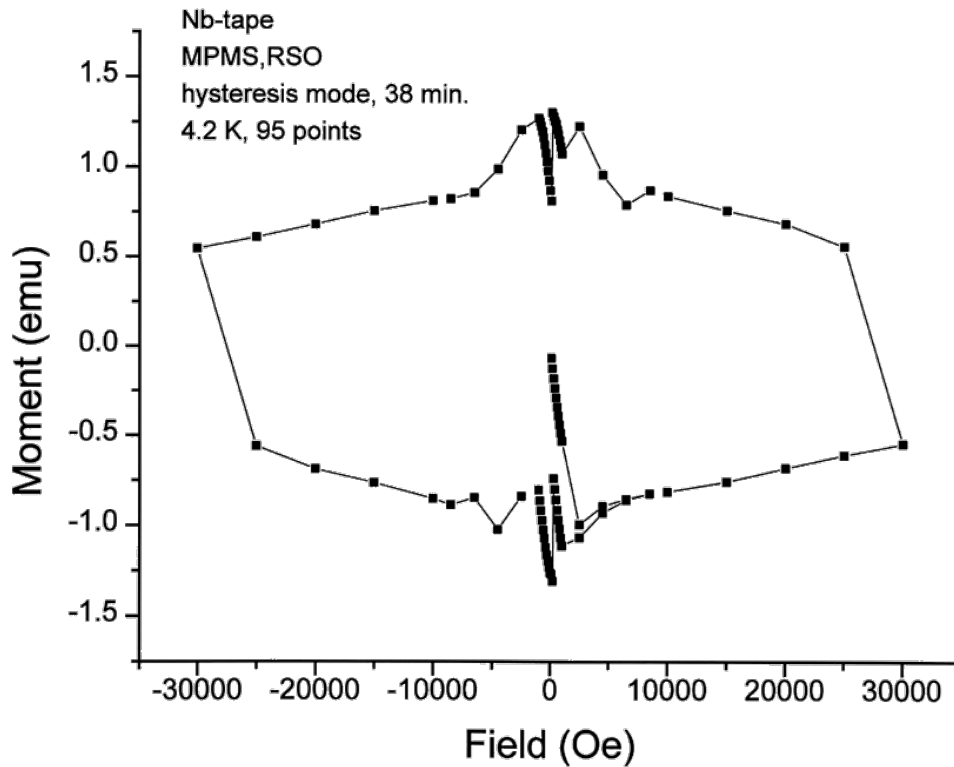
RSO: 2 scans, max. Slope, 0.8 cm  
amplitud, 12 ciclos 4Hz

## RESULTADOS

- La medida DC costó 56 horas para hacer 960 puntos
- La medida RSO hizo 1600 puntos en menos de 24 horas
- El scan RSO evita someter a la muestra a inhomogeneidades del campo magnético que han afectado el scan DC



## RESULTADOS



This measurement takes ~ 3.5  
hours in persistent mode

## Uso sin airlock

- No usar la precámara para muestras higroscópicas
- Evitar en lo posible el uso del imán para muestras magnéticamente sensibles
- Cambio de muestra recomendable a RT
- Para  $T > 100K$ , se puede cambiar la muestra rápidamente. No más de 5 muestras sin subir a RT
- Proceso de instalación de la muestra parecido al uso con precámara



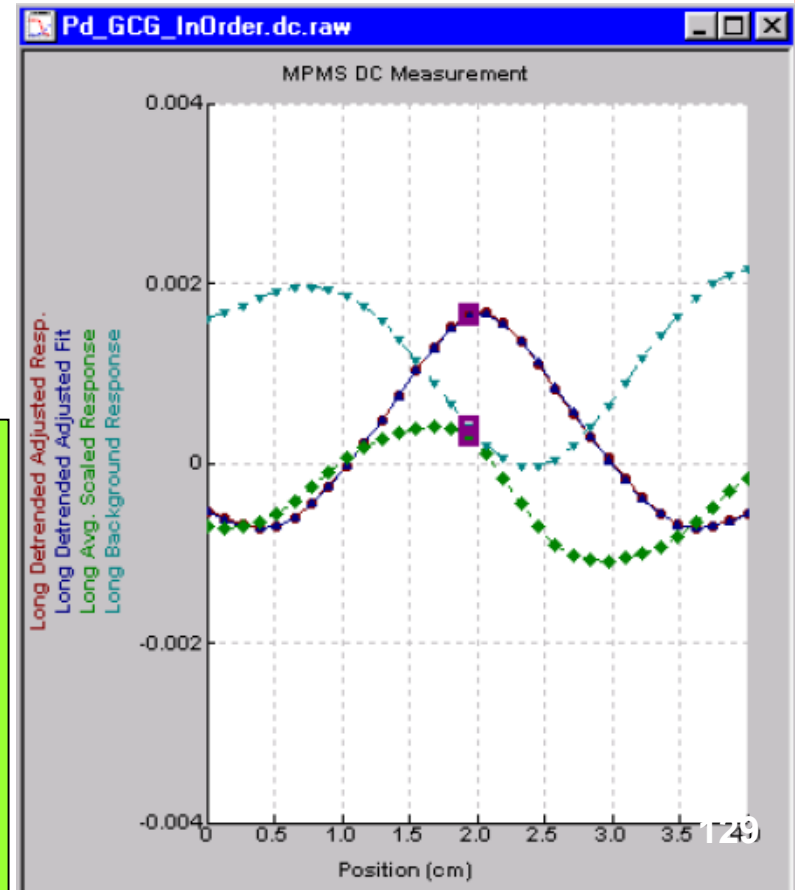
## Automated Background Subtraction ABS

Método para determinar la contribución del portamuestras y substraerla de la medida

- Eliminación del background punto a punto de la señal medida en el SQUID
- Recomendado:
  - Señal del portamuestras y la muestra comparables
  - Forma de la respuesta es diferente para el portamuestras y dista del modelo dipolar ideal

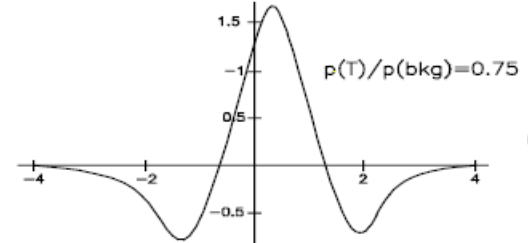
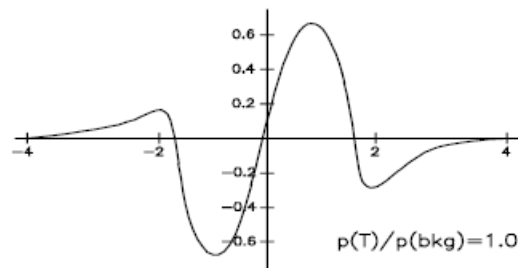
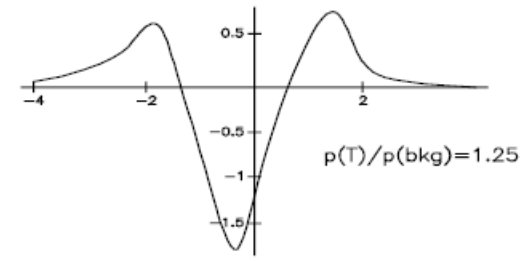
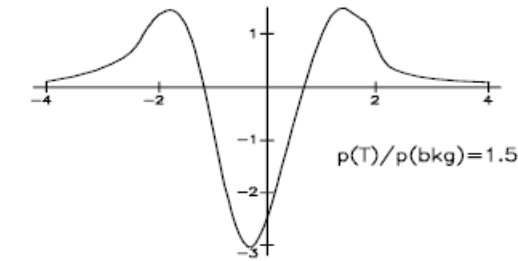
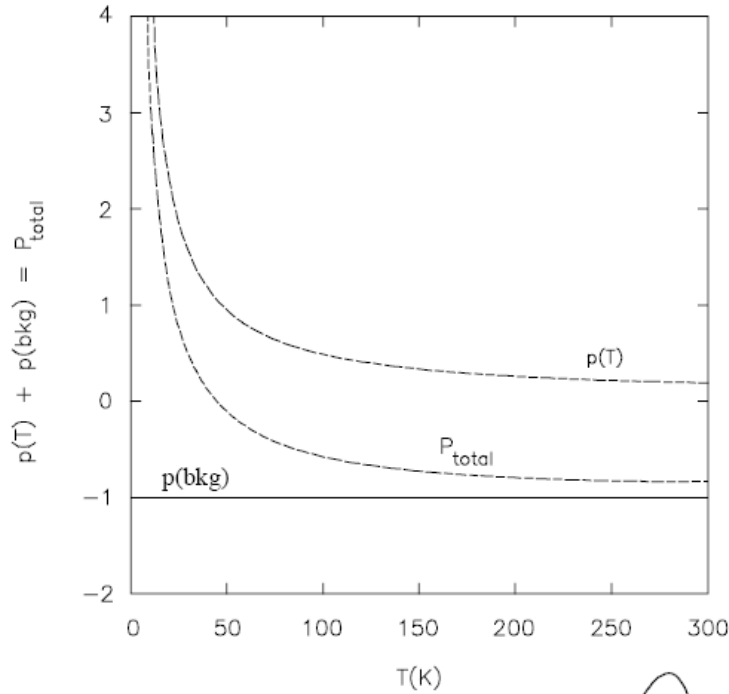
### Proceso

1. Centrado de la muestra: usar un sustituto de la muestra con alto  $m$ .
2. Medir la señal del portamuestras  
(*'measure' -> 'Record Background Data'*)
3. Medir la muestra montada en el portamuestras  
(*'measure' -> 'Subtract Background Data'*)



## Automated Background Subtraction ABS

Centro muestra y background separados  
1 mm



## PARÁMETROS

Medida por 2 puntos (por defecto)  
Aplica nulling (por defecto)

• Drive amplitude:  $h_0$  ( $H_{AC} = h_0 \cos \omega t$ )

0.0001–5.2189 Oe

máximo 4.0 Oe XL

máximo 2.7 Oe XL-INA

máximo 4.5 Oe 5S

• Frecuencia: 0.00035–1512.1 Hz

Sistema está calibrado de 0.01 – 1000 Hz

• Null amplitude: estándar  $10^{-5}$

Null amplitude  $\leq$  amplitud señal

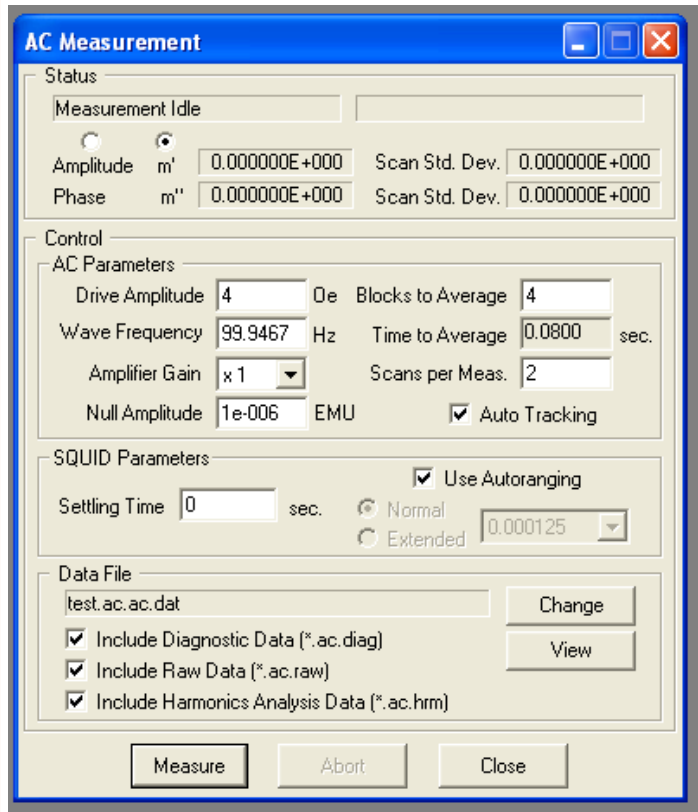
• Número de bloques: máximo 264 (límite real depende de cada frecuencia).

1 Hz      Max. 44 bloques

10 Hz     Max. 27 bloques

100 Hz    Max. 34 bloques

• Número de scans: máximo 100



**No abortar una  
medida AC**

## PARÁMETROS

### Medida AC

Frecuencia:

Filtro AC

$$Frecuencia = \frac{Frecuencia\ reloj}{pasos\ por\ ciclo}$$

No abortar una medida AC



Estado indefinido del filtro

Table 5-2. Clock Frequencies Used to Validate AC Calibration

AC FILTER	CLOCK FREQUENCY
None	Used only with DC measurements
5 Hz	45.776 Hz
10 Hz	Used only with DC measurements
80 Hz	732.42 Hz
1200 Hz	11718 Hz
5000 Hz	187500 Hz
20,000 Hz	187500 Hz
Elliptical	Used only with DC measurements

Table 5-3. System-Defined Clock Frequencies

CLOCK FREQUENCY	STEPS PER CYCLE	WAVE FREQUENCY
2.861	512-8191	0.0056-0.0003
45.776	512-8191	0.0894-0.0056
732.42	512-8191	1.4305-0.0894
11719	512-8191	22.888-1.4307
187500	124-8190	1512.1-22.894

## RESULTADOS

### Visualización, control y Evaluación

Ficheros de datos:

[Filename.ac.dat](#)

Resultados: m' y m''

[Filename.ac.diag](#)

Parámetros de Diagnóstico

Filename.ac.raw

Medida AC en 2 ciclos en las diferentes medidas

[Filename.ac.lastscan](#)

Medida AC en 2 ciclos en el último scan (medida)

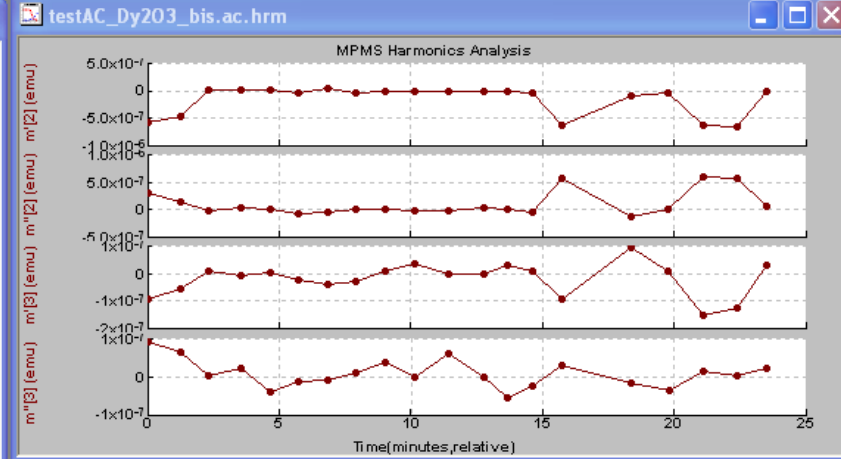
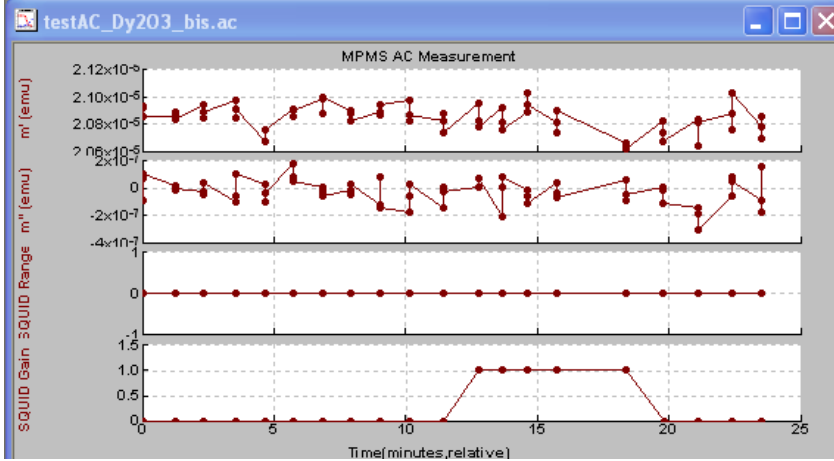
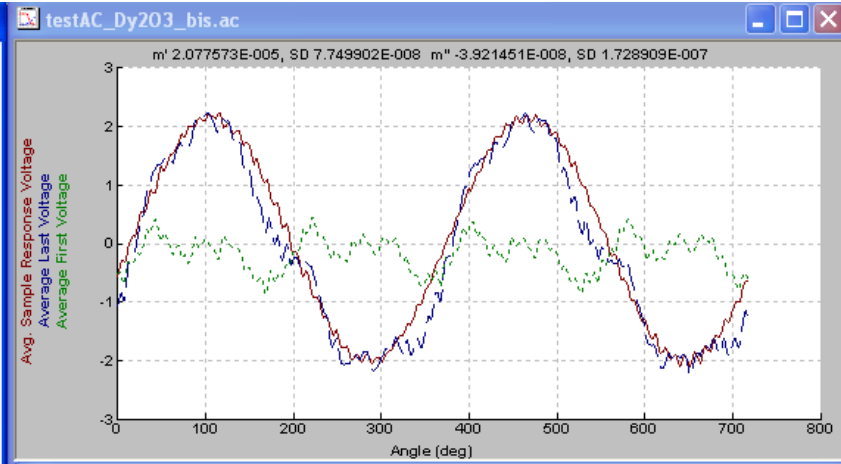
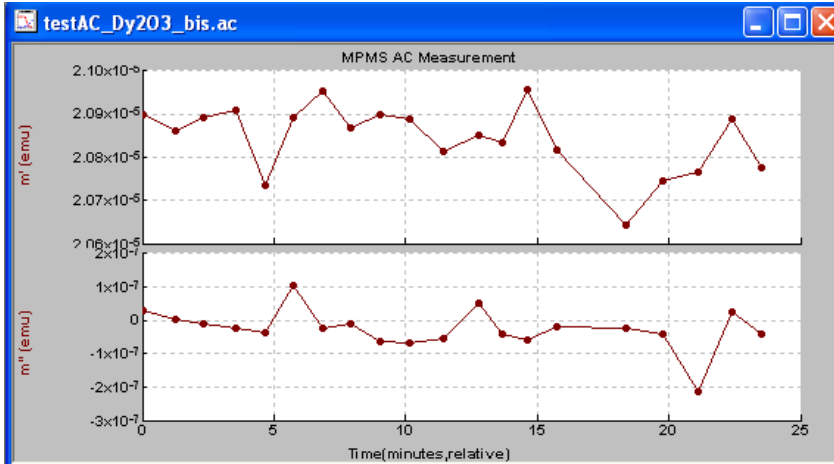
[Filename.ac.hrm](#)

Armónicos (solamente análisis cualitativo)

#### Control y Evaluación:

- Vigilar la aparición de errores de medida (event log)
  - Visualizar el last scan durante la medida
- Si se sospecha un problema  $\Rightarrow$  datos raw y diagnóstico

## RESULTADOS



# PROGRAMACIÓN DE SECUENCIAS DE MEDIDA

## Secuencia de Medida: Fichero secuencial de comandos

Tipos de Comandos:

**Sistema:** control H: set H, scan H

control T: set T, scan T

posición muestra: vertical, rotacional

run sequence

**Centrado:** parámetros, centrado, ajuste posición (AC, DC)

**Medida:** AC: medida, scan  $h_0$ , scan  $\omega$

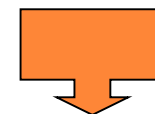
DC

Múltiple: para medidas DC o RSO

**Diagnóstico:** Calibración -> Tolerancia T (0.005 recomendado)

Data logging

Transporte



# PROGRAMACIÓN DE SECUENCIAS DE MEDIDA

## Recomendaciones:

- Incluir comentarios
- Medidas en función de la T
  - Medir subiendo la T
  - En modo 'settle' esperar 10" en condición de T estable antes de medir
  - Bajar  $T < 10\text{ K}$ 
    1. Estabilizar el sistema a 10 K
    2. Esperar 10"
    3. Bajar a la T deseada, estabilizar y esperar 10" antes de medir
- Medidas en función del H
  - Si es posible, usar siempre el mismo modo de aproximación:
    - Oscillate o no overshoot -> imán con corriente atrapada (modo por defecto)
    - Histéresis -> imán con corriente conducida
  - En medidas de alta sensibilidad, esperar unos segundos antes de medir



# PROGRAMACIÓN DE SECUENCIAS DE MEDIDA

## Recomendaciones:

- Para señales de baja intensidad realizar medidas múltiples
- Separar distintas medidas en distintos ficheros
- Terminar la secuencia:
  - Set T 10 K
  - Si se ha trabajado en modo atrapado, poner el H a cero:
    1. Set H = 10000 Oe en modo no overshoot (si se ha sobrepasado este valor)
    2. Esperar H estable
    3. Set H = 0 Oe en modo Oscillate
  - Si se ha trabajado en modo conducido (histéresis):
    1. Set H = 0 en modo histéresis
    2. Esperar H estable
    3. Set H = 0 en modo No overshoot

# PROGRAMACIÓN DE SECUENCIAS DE MEDIDA

## Ejemplos:

1. Combinación medidas AC y DC (mismo fichero)
2. Centrado
3. Scan AC( $h_0$ )
4. scanAC( $\omega$ )
5. Medidas en modo histéresis
6. Pequeña señal
7. FC/ZFC
8. RSO M(H)
9. RSO M(T)



TEORÍA

**FIN**