



# INFORME TÉCNICO SOBRE EL USO DEL ROTADOR EN LOS EQUIPOS MPMS-5S Y MPMS-XL

---

INFORME DIRIGIDO A LOS USUARIOS DE LOS  
MAGNETÓMETROS SQUID

---

Contenido:

- [1. Introducción](#)
  - [2. Instalación](#)
  - [3. Calibración](#)
  - [4. Medidas](#)
- 

**SIC-MF-2008.03.12-I11**

A. Arauzo

Servicio de Instrumentación Científica – Área de Medidas Físicas. Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza.

## 1. Introducción

La opción de rotador de los equipos MPMS-5S o MPMS-XL, permite rotar la muestra alrededor de un eje horizontal (el campo magnético está en el eje vertical, o eje z).

Las muestras se colocan en una plataforma que puede girar de forma automatizada durante las medidas hasta 360 grados en pasos de 0.1 grados.

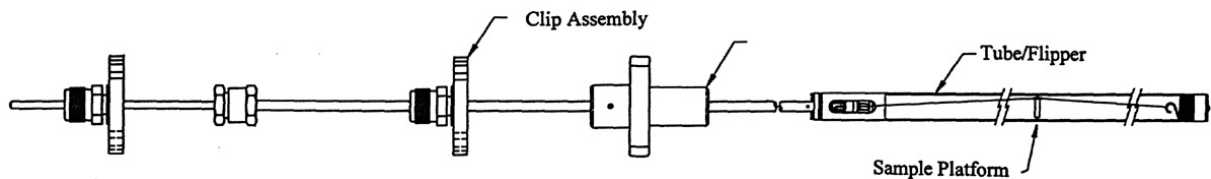
El portamuestras presenta una señal diamagnética de aproximadamente  $10^{-3}$  emu a 5 Tesla.

La instalación del portamuestras (cambio de muestra) se tiene que realizar a temperatura ambiente.

## 2. Instalación

### 2.1. Descripción portamuestras

La varilla del rotador es muy delicada, hay que tener especial cuidado en su manejo. Además, hay que sujetarla por la parte de acero para evitar que el tubo de latón se doble o se oxide.



*Figura1. Varilla del portamuestras para la opción de rotador.*

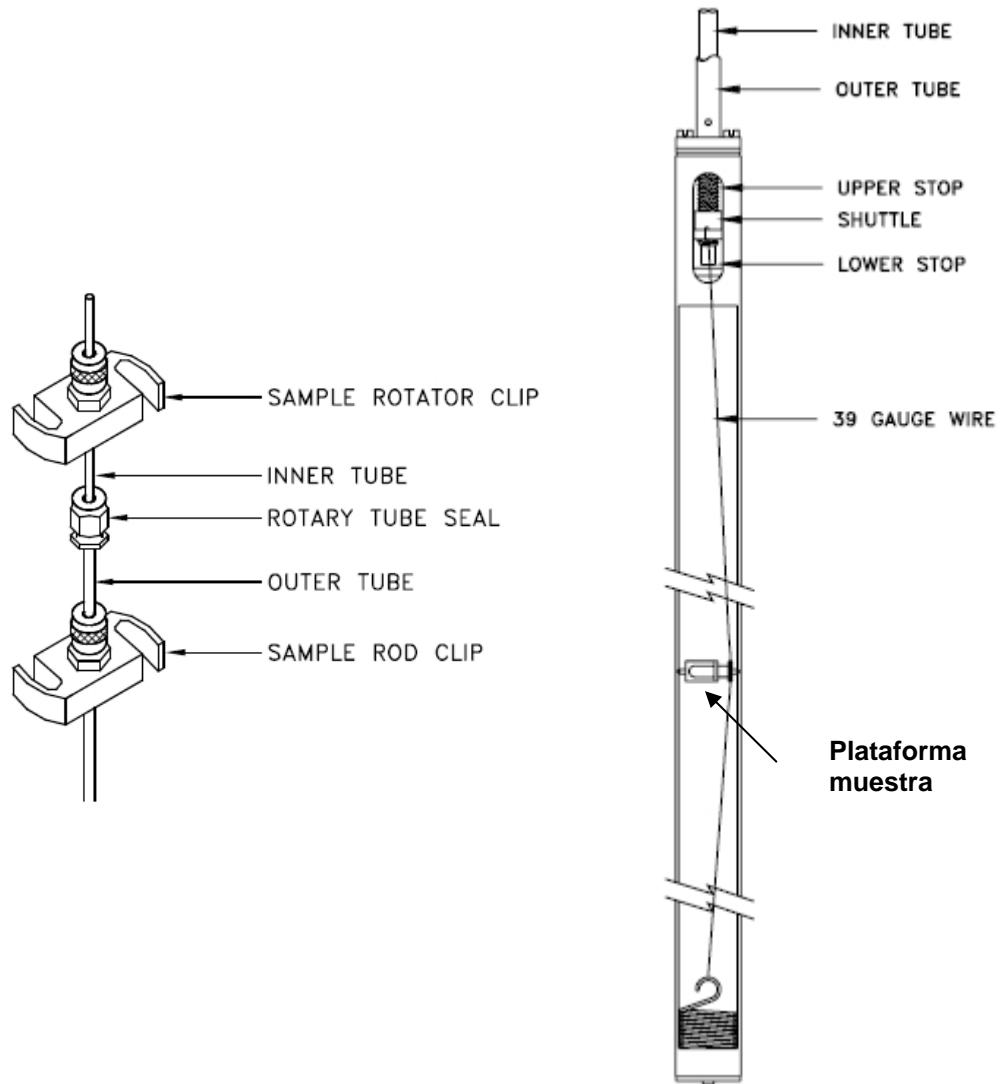
Tiene un tubo interno que es móvil y un tubo externo que está fijo y es del mismo diámetro que una varilla estándar. El tubo externo se fija al motor vertical del equipo de manera similar a como se hace con una varilla normal. El tubo interno se fija, a una altura superior, al motor del rotador. El movimiento del tubo interno se transmite a la plataforma donde se coloca la muestra a través de un cable y una polea.

El portamuestras presenta dos mariposas para fijar las dos varillas, la interna y la externa. La mariposa superior se fija al transporte del rotador y la inferior al transporte vertical.

La plataforma tiene unas dimensiones de **1.6 mm X 5.8 mm**, y el eje de giro está a unos 3-4 mm de la pared del portamuestras.

El portamuestras es muy delicado y hay que seguir las recomendaciones siguientes para su manejo:

- Sujetarlo de la parte de acero inoxidable. Evitar que se doble en la unión con la parte de latón.
- Evitar tocar con las manos la parte de debajo de la varilla. Es de cobre desoxigenado sin recubrir y se oxida al contacto con el ácido de la piel. Utilizar guantes para colocar la muestra.



*Figura2. Varilla del portamuestras para la opción de rotador. Izquierda, detalle de la parte de arriba donde se muestran los mecanismos de sujeción al motor vertical y horizontal. Derecha, detalle de la parte de abajo donde está la plataforma para poner la muestra y donde se muestra el mecanismo de rotación de la misma.*

## 2.2. Preparación muestra

La muestra tiene que ser lo suficientemente pequeña para que quepa en la plataforma y para que no obstruya el giro. Caso de que no sea posible tener una muestra lo suficientemente pequeña, se puede colocar en la plataforma una muestra mayor de forma que permita un giro parcial de la misma. En este caso hay que tener especial precaución tanto en la colocación como en la programación de la medida.

La muestra se puede pegar con grasa o kapton. Hay que tener especial cuidado en no manchar la polea con grasa, ya que al congelarse se podría forzar el hilo con la rotación y romperse.

Para colocar la muestra más fácilmente, girar la plataforma manualmente con la ayuda de la mariposa superior hasta que la plataforma esté paralela a la mesa.

### 2.3. Puesta a cero del transporte

El motor de la opción del rotador se adapta como un suplemento encima del transporte vertical. Una vez la opción montada y antes de instalar el portamuestras hay que inicializar el transporte horizontal, al igual que de manera ordinaria se hace con el vertical.

Para ello ir al menú de diagnóstico de transporte: Utilities > Diagnostics > Transport. Inicializar tanto el sample transport (vertical) como el Rotational Transport (horizontal).

### 2.4. Puesta a cero del rotador

El rotador tiene un recorrido de unos 360°, que corresponden a unas 12.5 vueltas completas de la varilla interna mediante el 'rotator clip', lo que supone aproximadamente 28°/vuelta. El recorrido total es de unas 14 vueltas.

Antes de la instalación del portamuestras hay que poner a cero el sistema rotatorio del mismo para poder tener todo el recorrido de 360° en el equipo y evitar que el motor pueda forzar el hilo por un desajuste de ángulo entre el SW y el HW. Para ello, se coloca el portamuestras encima de la mesa y se rota manualmente la mariposa superior en contra de las agujas del reloj hasta el tope, que coincide con la parte de abajo del tornillo de desplazamiento (shuttle lower stop). Después se rota aproximadamente un poco más de media vuelta en sentido contrario de manera que ambas mariposas quedan paralelas. Esta será la posición de cero grados para el SW.

Ahora ya se puede insertar la varilla. No hay que mover las mariposas, entran paralelas y se fijan al transporte con sus respectivos tornillos de sujección.<sup>1</sup>

La tensión del tornillo de la mariposa superior (rotator clip) no debería modificarse. Tiene que ser la justa para que la varilla no deslice en la rotación normal, pero no muy grande, de forma que, en caso de que se atasque el mecanismo y el motor siga forzando, llegue a deslizar y no rompa el cable que transmite la rotación a la plataforma.

## 3. Calibración

Se han realizado medidas de la contribución del portamuestras tanto DC como AC.

- DC: MPMS-5S (\usuarios\calibración\rotador\Calibración\_rotador.dc). Medida de 0 a 5 T a 300 K, 50 K, 10 K y 2 K, a 0°, 45° y 90°.

La contribución a 5T varía de  $2 \cdot 10^{-4}$  emu a 300 K a  $1.5 \cdot 10^{-4}$  emu a 2K. No se aprecia variación con la orientación. La señal es aproximadamente lineal con el campo magnético (ver Figura3).

---

<sup>1</sup> En este proceso, la ventana del portamuestras gira unos 90° respecto a la ventana de la precámara.

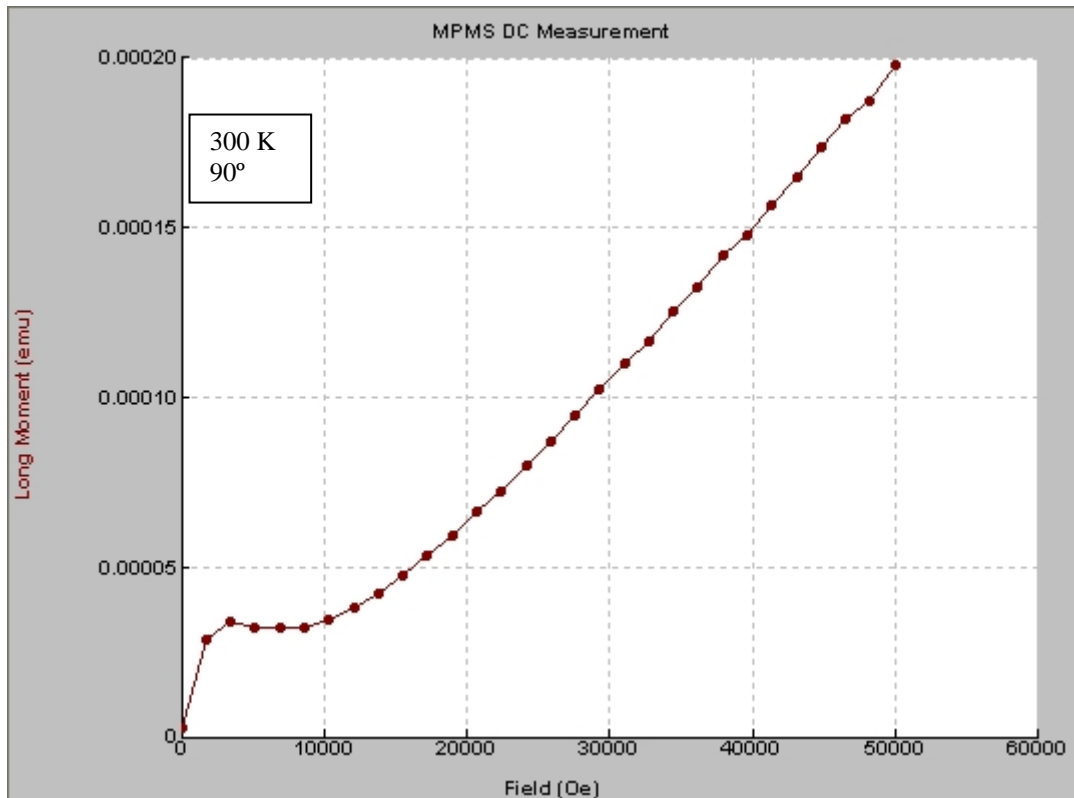


Figura3. Señal del portamuestras vacío a 300K y a una orientación de 90°.

- AC: MPMS-XL ((\usuarios\calibración\rotador\Ch070927A,B y C). Medidas de barrido en ángulo a 300 K y 4.8 K, a 976 Hz y función de la frecuencia.

La mayor contribución del portamuestras en las medidas AC es debida a la absorción por corrientes inducidas, que presenta una periodicidad rotacional con máximos que corresponden al máximo de absorción cuando la plataforma es perpendicular al campo AC. La parte real es del orden del nivel de ruido del sistema.

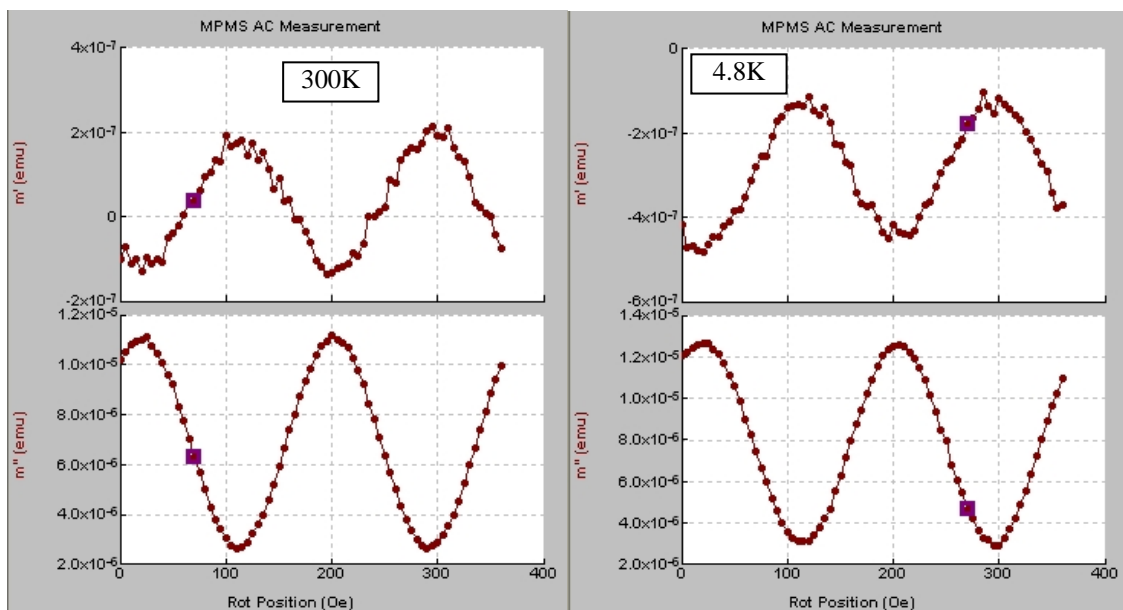


Figura4. Ejemplo de la contribución AC del portamuestras en función del ángulo. Izquierda: 300 K, Derecha: 4.8 K.

## 4. Medidas

### 4.1. Centrado

Cuando se realiza un centrado con un barrido completo de 0 a 12 cm ('full scan'), la plataforma con la muestra se encuentra en la posición de 3.6 cm.

### 4.2. Orientación de la muestra

Una forma de relacionar la orientación del cristal con la del portamuestras, es realizar una medida AC en función del ángulo a una temperatura o una frecuencia en la que la muestra no tenga contribución a  $X''$ . La contribución del portamuestras a  $X''$  presenta un máximo para la posición en la que el portamuestras es perpendicular al campo magnético externo.

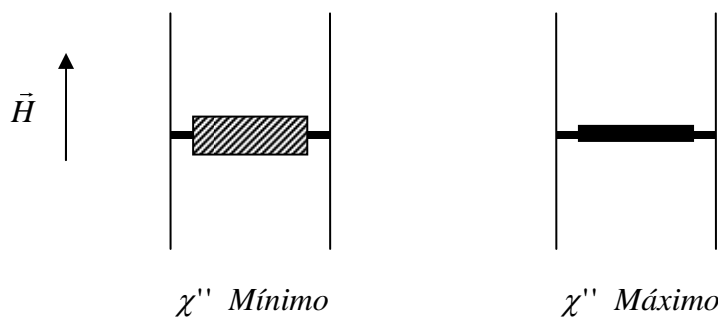


Figura1. Varilla del portamuestras para la opción de rotador.

### 4.3. Precauciones en el proceso de medida

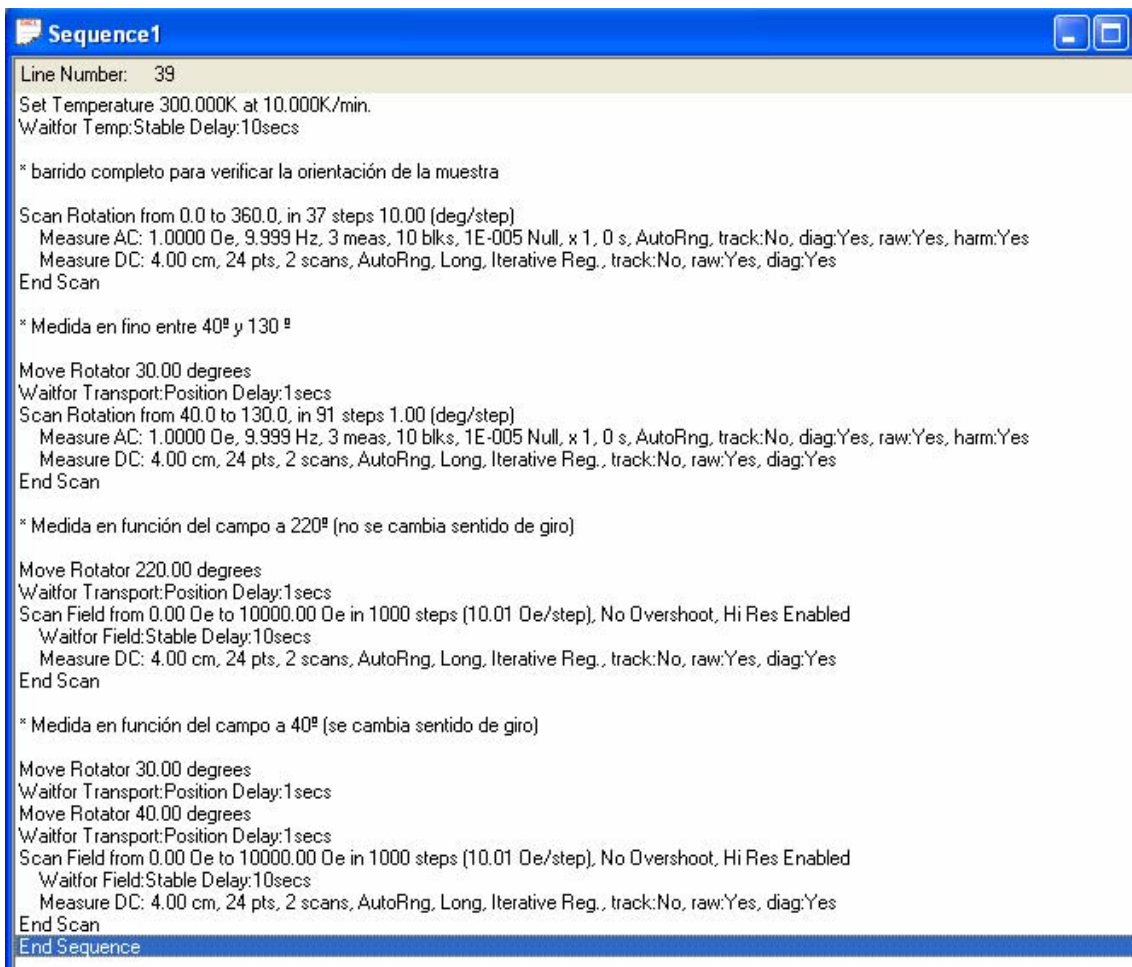
El mayor problema que puede ocurrir en las medidas con el rotador es la pérdida de la tensión del hilo en el rotador, lo que puede dar lugar a desajustes en el ángulo cuando se reanuda la medida. Para evitarlo hay que tener especial precaución, o tener en cuenta los siguientes casos:

- Cuando se aborta una medida de barrido en ángulo, puede ocurrir que al reanudarla se encuentre una variación de ángulo respecto a la medida anterior. Se observa un desfase respecto a la medida anterior de unos 5° que va disminuyendo hasta anularse en una extensión de unos 30°.
- Las medidas con variación de ángulo, se deben hacer siempre rotando en una misma dirección, bien aumentando o bien disminuyendo el ángulo. Si se quiere repetir una medida a un valor de ángulo anterior, hay que sobrepasar este ángulo unos 10° o más, antes de cambiar el sentido de la marcha. Según el manual, sino se hace así, puedes tener variaciones de unos 3°.
  - Por ejemplo: estoy haciendo una medida con un barrido entre 30° y 60° y quiero repetirla. El proceso es el siguiente:
    - Pongo 10° (desde 60°) (Diagnostic Commands -> Transport -> Move Rotator)
    - Medida en barrido entre 30° y 60°.

- Si se hace un barrido desde 0° y se quiere volver a empezar en 0°, hay que realizar el proceso manual de puesta a cero del rotador (ver párrafo 2.4). El SW no permite ir a valores negativos de ángulo, y para tensar el hilo en la dirección de rotación hay que hacerlo manualmente.
- Para evitar problemas de reproducibilidad en ángulo, conviene comenzar a medir en ángulos mayores de 10° (ver punto anterior).

#### 4.4. Secuencia Tipo

Un ejemplo de secuencia sería la siguiente:



```

Sequence1
Line Number: 39
Set Temperature 300.000K at 10.000K/min.
Waitfor Temp:Stable Delay:10secs

* barrido completo para verificar la orientación de la muestra

Scan Rotation from 0.0 to 360.0, in 37 steps 10.00 (deg/step)
  Measure AC: 1.0000 Oe, 9.999 Hz, 3 meas, 10 blks, 1E-005 Null, x 1, 0 s, AutoRng, track:No, diag:Yes, raw:Yes, harm:Yes
  Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 2 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:No, raw:Yes, diag:Yes
End Scan

* Medida en fino entre 40° y 130 °

Move Rotator 30.00 degrees
Waitfor Transport:Position Delay:1secs
Scan Rotation from 40.0 to 130.0, in 91 steps 1.00 (deg/step)
  Measure AC: 1.0000 Oe, 9.999 Hz, 3 meas, 10 blks, 1E-005 Null, x 1, 0 s, AutoRng, track:No, diag:Yes, raw:Yes, harm:Yes
  Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 2 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:No, raw:Yes, diag:Yes
End Scan

* Medida en función del campo a 220° (no se cambia sentido de giro)

Move Rotator 220.00 degrees
Waitfor Transport:Position Delay:1secs
Scan Field from 0.00 Oe to 10000.00 Oe in 1000 steps (10.01 Oe/step), No Overshoot, Hi Res Enabled
  Waitfor Field:Stable Delay:10secs
  Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 2 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:No, raw:Yes, diag:Yes
End Scan

* Medida en función del campo a 40° (se cambia sentido de giro)

Move Rotator 30.00 degrees
Waitfor Transport:Position Delay:1secs
Move Rotator 40.00 degrees
Waitfor Transport:Position Delay:1secs
Scan Field from 0.00 Oe to 10000.00 Oe in 1000 steps (10.01 Oe/step), No Overshoot, Hi Res Enabled
  Waitfor Field:Stable Delay:10secs
  Measure DC: 4.00 cm, 24 pts, 2 scans, AutoRng, Long, Iterative Reg., track:No, raw:Yes, diag:Yes
End Scan
End Sequence

```