



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

REVISION

INFORME DIRIGIDO A LOS USUARIOS DE LOS
MAGNETÓMETROS SQUID

Contenido:

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

SIC-MF_2010.03.25-I19

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.

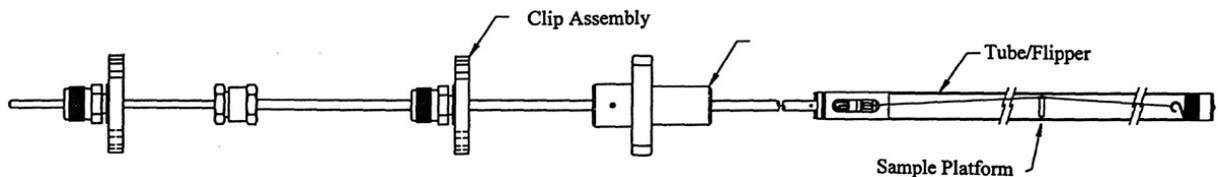


Figura1. Varilla del portamuestras para la opción de rotador.

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.

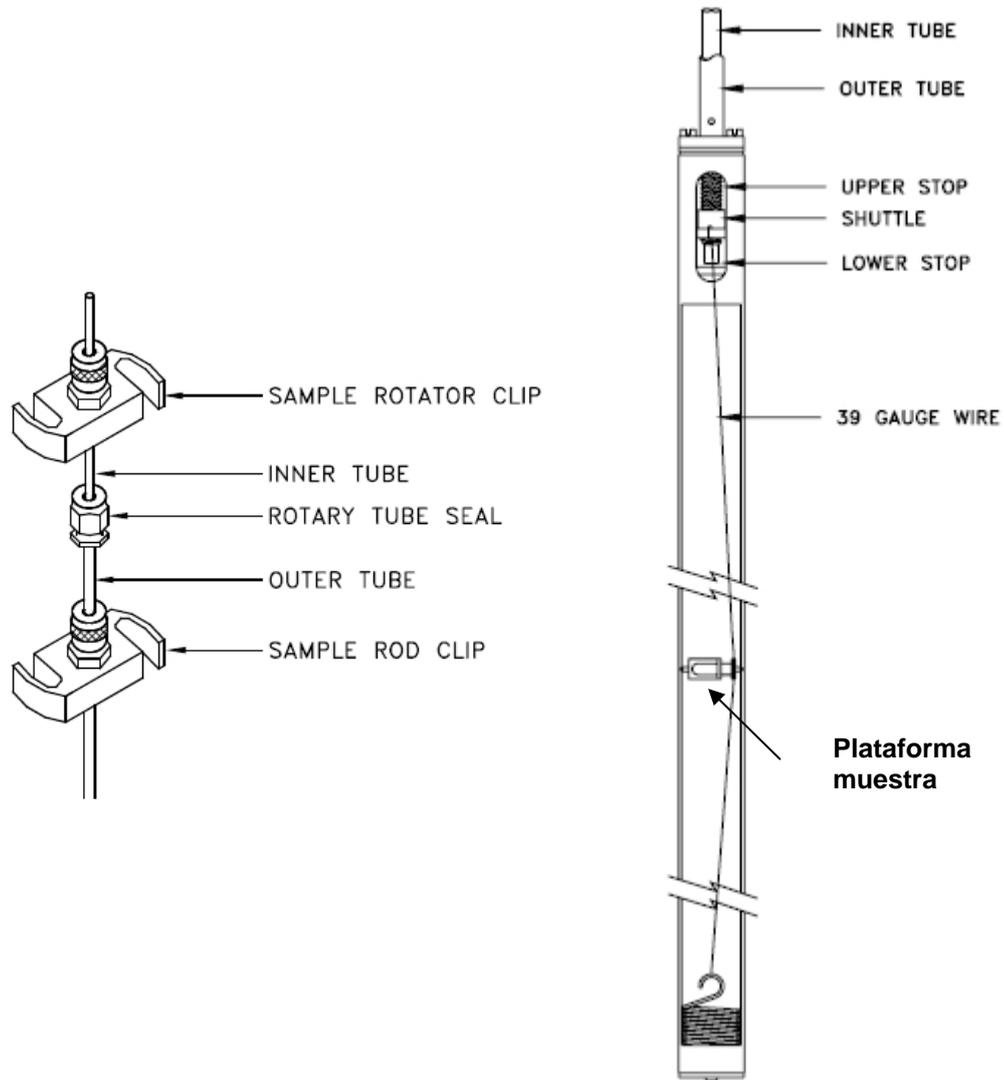


Figura2. Varilla del portamuestras para la opción de rotador. Izquierda, detalle de la parte de arriba donde se muestran los mecanismos de sujeción al motor vertical y horizontal. Derecha, detalle de la parte de abajo donde está la plataforma para poner la muestra y donde se muestra el mecanismo de rotación 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.¹

Caso de que se muevan se recomienda hacer un proceso de ir a un ángulo grande y volver a cero al menos un par de veces para que las medidas sean siempre reproducibles. Esta puede ser también una técnica usual antes de hacer medidas; ir a 90° por ejemplo, volver a 0°, volver a ir a 90° y volver a 0° antes de comenzar las medidas. Así se garantiza que se van a reproducir las condiciones de 0°. Si se va a comenzar la medida en otro ángulo, pues se hace de manera similar.

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

En una primera calibración se observó una contribución del portamuestras paramagnética, esto fue debido posiblemente a una contaminación del portamuestras. Esta calibración anterior no es válida.

Se han realizado nuevas medidas de la contribución del portamuestras tanto DC como AC. Se ha tenido cuidado de limpiar bien el portamuestras y de evitar posible problemas de modificación del centrado.

MEDIDAS DC

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

Se ha centrado con una grapa, lo que da un valor de centrado de 3.81 cm, estando el transporte vertical casi pegado al tornillo (a 2 mm). Después se ha medido sin la grapa., tanto en regresión lineal como iterativa para ver si hay algún efecto del centrado. Ambas medidas dan resultados similares

La contribución obtenida del portamuestras es diamagnética con una pequeña contribución ferromagnética, lo que sería de esperar para un portamuestras de cobre, que es diamagnético. La contribución ferromagnética que se satura a 2000 Oe puede ser debida a impurezas.

Quantum Design da una estimación de la contribución del portamuestras del rotador de $m = -10^{-3}$ emu a 5 T. .

Las medidas realizadas se encuentran en:

- DC: MPMS-XL (C:\USUARIOS\Calibrados\Rotador\M(H,300K).dc.dat). Medida de 0 a 5 T a 300 K, a 65° y 155° correspondiente a la plataforma paralela y perpendicular al campo respectivamente.
- DC: MPMS-XL (C:\USUARIOS\Calibrados\Rotador\M(500Oe,T).dc.dat). Medida a 500 Oe 5 a 300 K, a 65° y 155° correspondiente a la plataforma paralela y perpendicular al campo respectivamente.

No se aprecia gran variación con la orientación ni con la temperatura. Aparte de la contribución ferromagnética a bajo campo, la señal es negativa y lineal con el campo (ver Figura3).

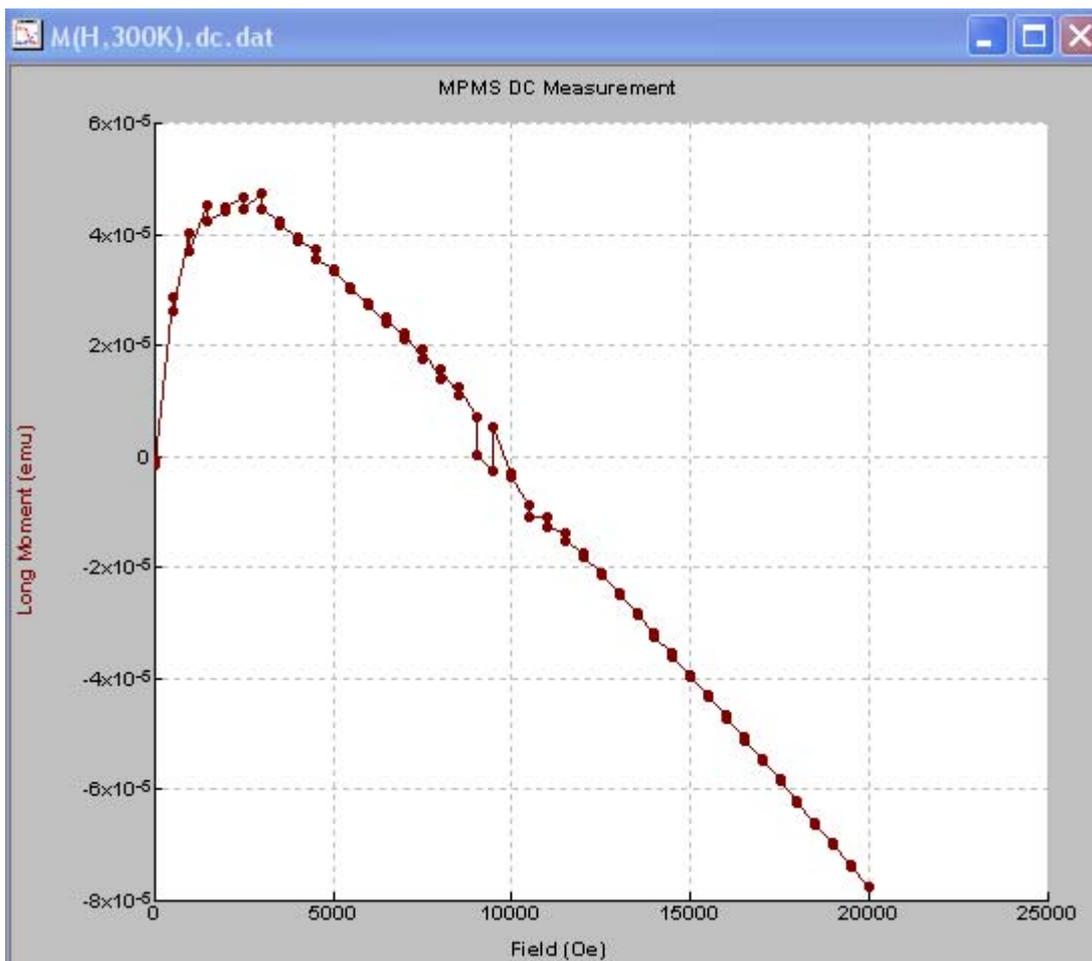


Figura3. Señal del portamuestras vacío a 300K con la plataforma en orientación paralela y perpendicular al campo.

La diferencia observada con la anterior calibración puede ser debida a que en el primer caso la plataforma estuviera contaminada con alguna sustancia que de la contribución paramagnética. De hecho no hubo problemas en encontrar el centro del portamuestras, y la contribución paramagnética es mayor que la diamagnética obtenida en esta última medida. No parece, en cualquier caso, ser debida a un efecto del centrado.

MEDIDAS AC

Las medidas realizadas se encuentran en:

- 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.
- AC: MPMS-XL (C:\USUARIOS\Calibrados\Rotador\M(500Oe,T).ac.dat). Medida AC a 500 Oe (campo DC), de 5 a 300 K, a 65° y 155° correspondiente a la plataforma paralela y perpendicular al campo respectivamente.

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 (ver Figura5).

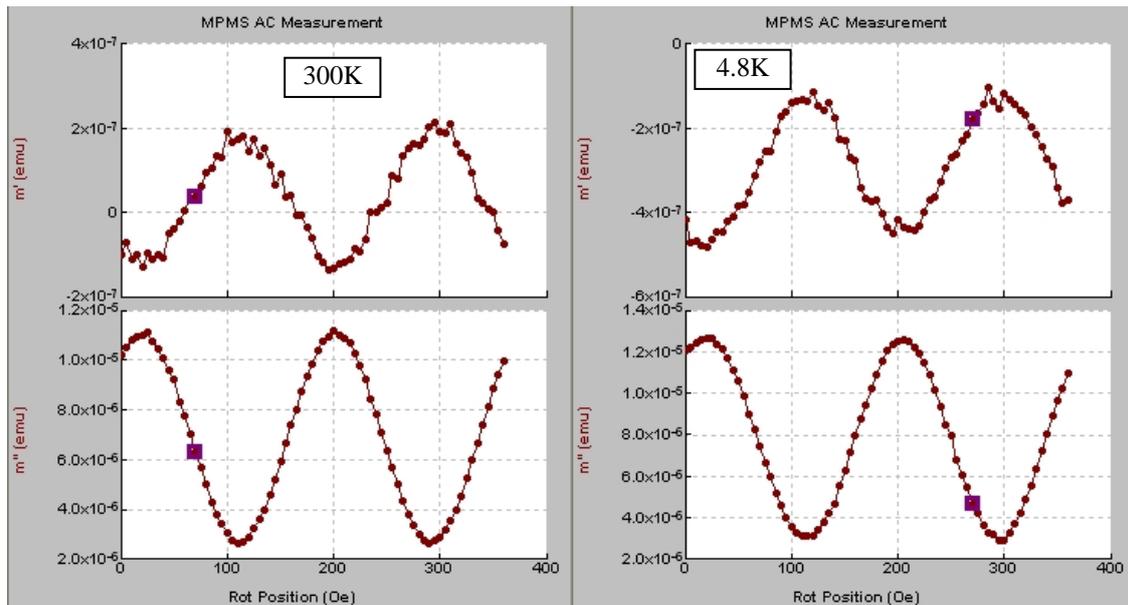


Figura5. Ejemplo de la contribución AC del portamuestras en función del ángulo. Izquierda: 300 K, Derecha: 4.8 K.

En el estudio de la variación de la señal con la T en el rango de 5K a 300K, no se observa una variación apreciable, tanto de la medida de la imanación como de la susceptibilidad. Aunque si que se ve un aumento tanto de las pérdidas como del momento a 65 ° por debajo de 60K (ver Figuras 6 y 7). El aumento es brusco, y por ahora no sabemos cual puede ser el origen (posible contaminación con oxígeno).

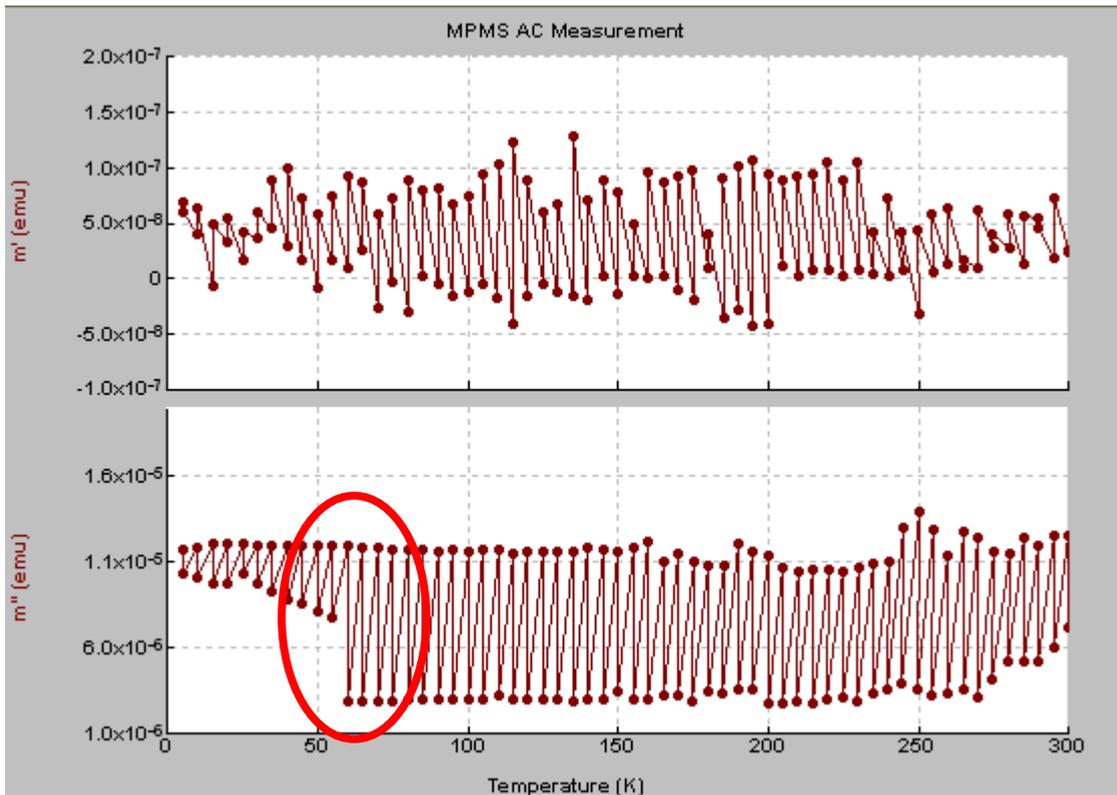


Figura6. Contribución AC del portamuestras en función de la T para dos orientaciones de la plataforma, paralela y perpendicular al campo magnético. $H_{dc} = 500$ Oe.

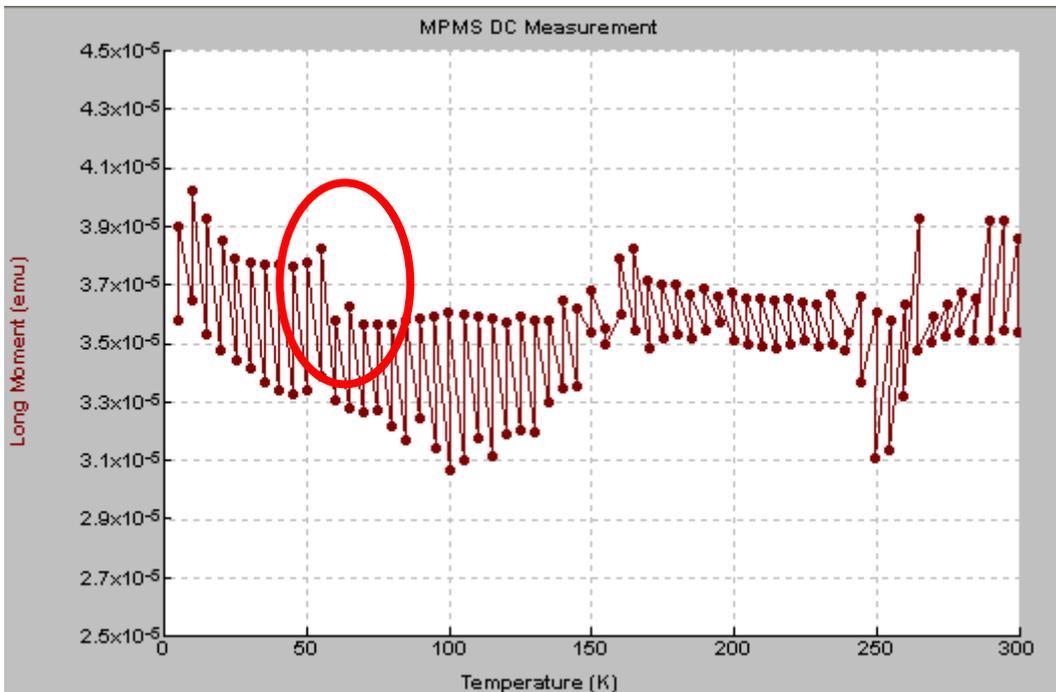


Figura7. Contribución DC del portamuestras en función de la T para dos orientaciones de la plataforma, paralela y perpendicular al campo magnético. $H_{dc} = 500$ Oe.

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.

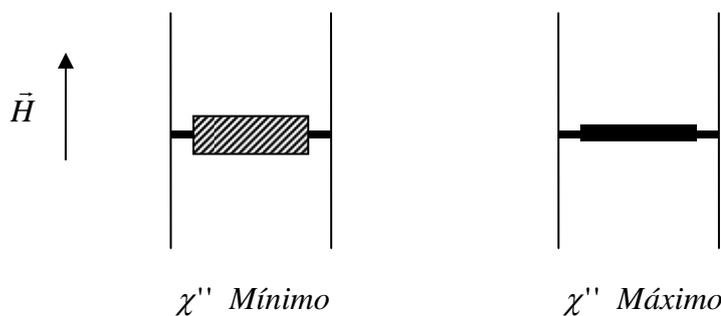


Figura1. Varilla del portamuestras para la opción de rotador.

4.3. Precauciones en el proceso de medida

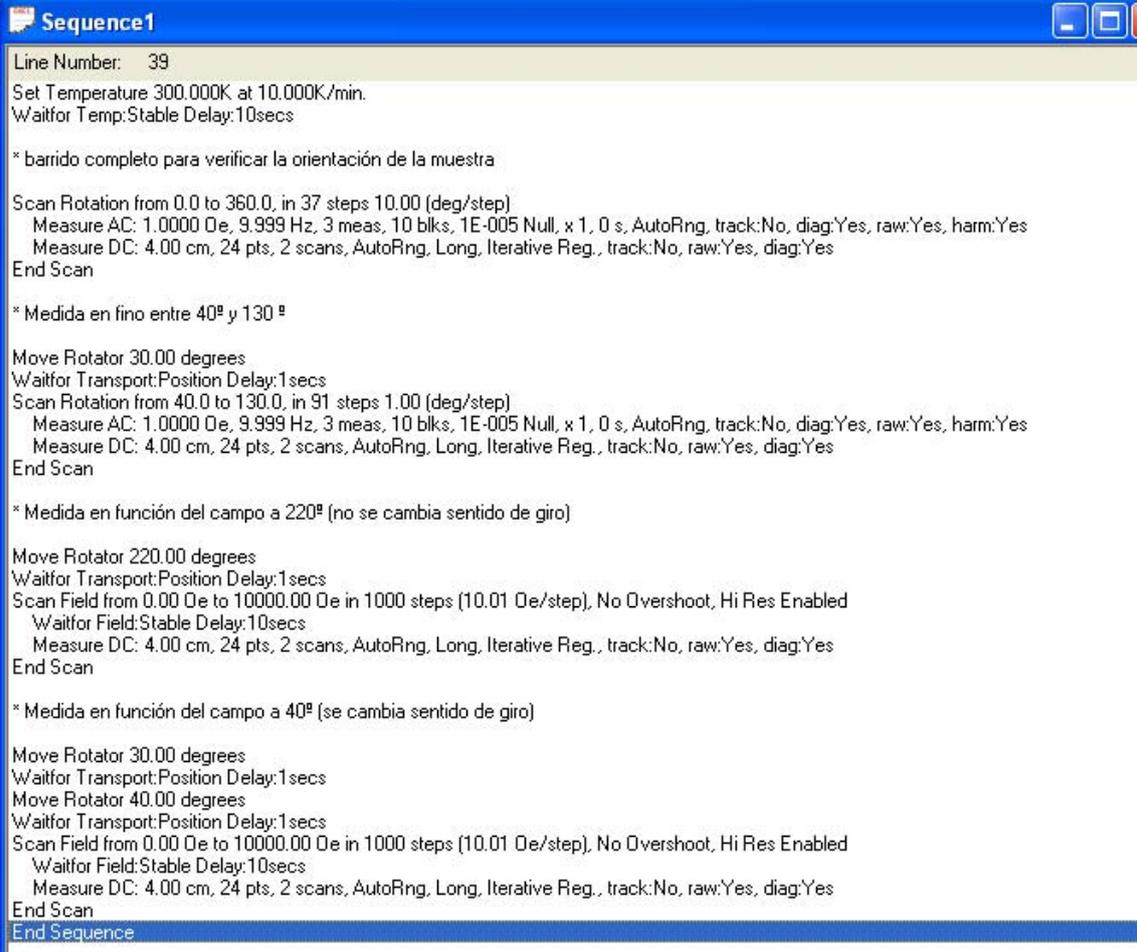
El mayor problema que puede ocurrir en las medidas con el rotador es la pérdida de la tensión del hilo en el rotador, lo que puede dar lugar a desajustes en el ángulo cuando se reanuda la medida. Para evitarlo hay que tener especial precaución, o tener en cuenta los siguientes casos:

- 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). O como se ha comentado anteriormente, ir a un ángulo mayor y volver a 0° varias veces para estar seguro de comenzar en las mismas condiciones, aunque en este caso se comenzará con el hilo ligeramente destensado.

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 40º y 130 º

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 220º (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 40º (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

```