



Servicio General de Apoyo
a la Investigación - SAI

Universidad Zaragoza

Servicio de Medidas Físicas

SMF-2013.03.19-I34

ANEXO AL INFORME TÉCNICO SOBRE EL USO DEL FOSH EN LOS EQUIPOS MPMS

CALIBRACIÓN PORTAMUESTRAS

SMF-2013.03.19-I34

Servicio de Medidas Físicas
Olivier Roubeau

3. Calibración

3.1. Contribución del portamuestras

3.1.1. Introducción

Como ya se mostró en el informe FOSH, el portamuestras vacío está formado por el cup (sin muestra) + tapa + tubo de cuarzo protección fibra + cilindro cuarzo que rellena tubo,

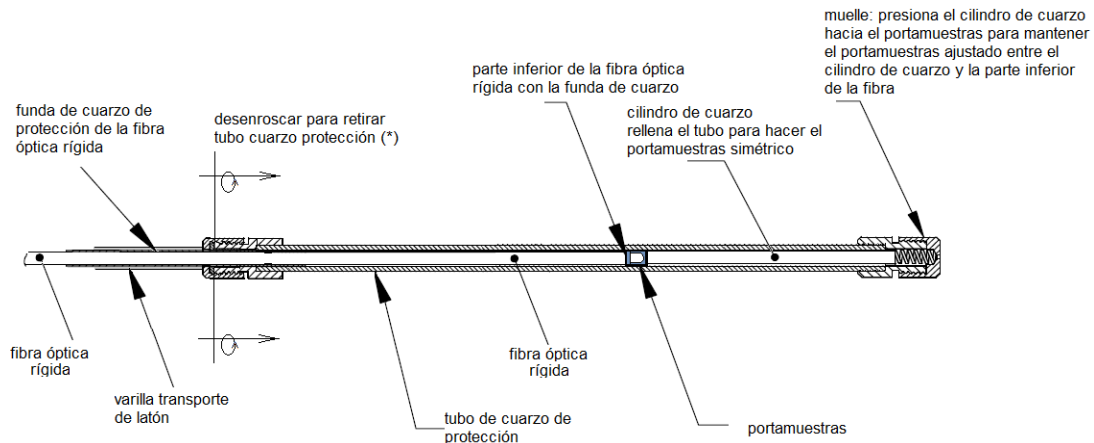


Figura2. Tubo portamuestras de la opción FOSH.

Presenta una contribución débil positiva ('antidiamagnética'), debido a la falta de cuarzo principalmente en el hueco del cup. Las isotermas que se mostraron en la Figura5, indicaban que el portamuestras tiene una susceptibilidad de 1.985×10^{-9} emu/Oe y 2.899×10^{-9} emu/Oe a 300 K y 10 K, respectivamente.

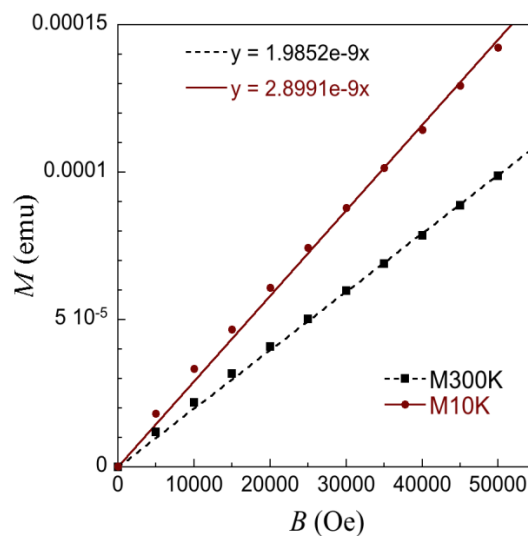


Figura5. Isotermas a 300 K y 10 K del portamuestras vacío reportado en el informe FOSH.

La susceptibilidad es inferior al aumentar la temperatura. Sin embargo, una señal 'antidiamagnética' es independiente de la temperatura, al proceder de una 'falta de material diamagnético'.

Esta dependencia con la temperatura puede deberse a una pequeña contaminación en el portamuestras bien porque no se haya limpiado totalmente antes de su caracterización vacío o porque el cuarzo presentara una pequeña contaminación de carácter paramagnético.

Otra posibilidad sería que esta dependencia con la temperatura apareciese por efecto de contracción del hueco (antidiamagnético) con la temperatura. Al aumentar la temperatura, el tubo de cuarzo de protección de la fibra, en la parte superior, y el cilindro de cuarzo que rellena el tubo por la parte inferior para hacer el portamuestras simétrico, dilatan su longitud, así como el cup dilata su tamaño, disminuyendo por lo tanto el 'volumen' del hueco que presenta esa señal antidiamagnética.

3.1.2. Experimental

Para analizar cualquier influencia de contaminación del portamuestras, se realizó una primera medida $M(T)$ a 10 kOe. A continuación, se ha limpiado cuidadosamente. El proceso se repite de nuevo, para realizar una tercera medida y comprobar la reproducibilidad.

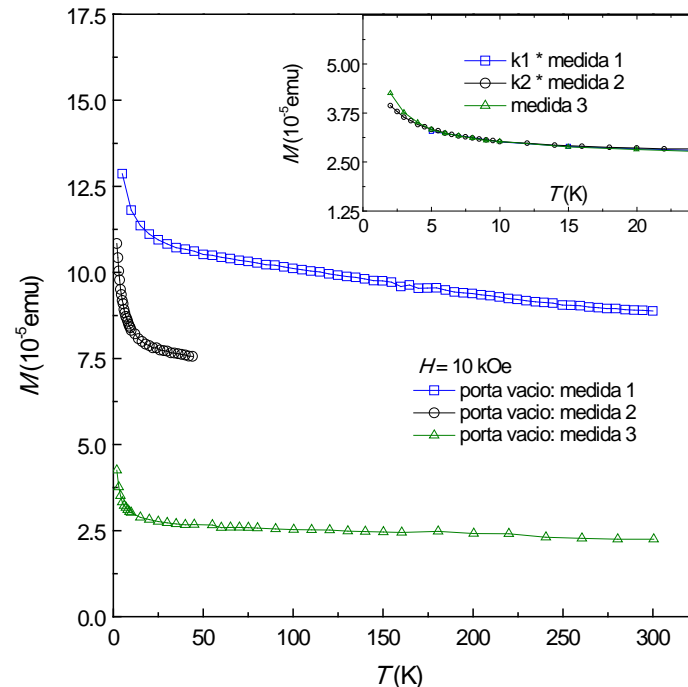


Figura9. $M(T)$ del portamuestras vacío a 10 kOe medido 3 veces diferentes. Para la medida 2 y medida 3 el portamuestras se ha desmontado y limpiado cuidadosamente. Inset: medida 1 y 2 multiplicadas por un factor de escala, se superponen con medida 3.

La imanación frente a la temperatura a 10 kOe muestra una dependencia de carácter paramagnético (Figura9). Además, la respuesta no es reproducible a pesar de medir exactamente el mismo portamuestras. Sin embargo coinciden si se multiplican por un factor de escala, i. e. $medida3 = k2*medida2=k1*medida1$, como si cada una de las medidas tuvieran 'diferente masa', o lo que sería lo mismo, diferente tamaño del hueco. Podemos concluir que la no reproducibilidad surge de la diferencia en el tamaño del hueco que se forma durante el montaje del portamuestras con el cup vacío, y que este efecto puede tenerse en cuenta con un factor de escala.

Utilizando otro cup recientemente adquirido por el servicio (Figura10) la respuesta sigue mostrando una dependencia de carácter paramagnético. Sin embargo no es escalable con la del otro cup, sugiriendo que el segundo cup tendría otras 'impurezas' con una dependencia con la temperatura diferente de la que tenía el primero.

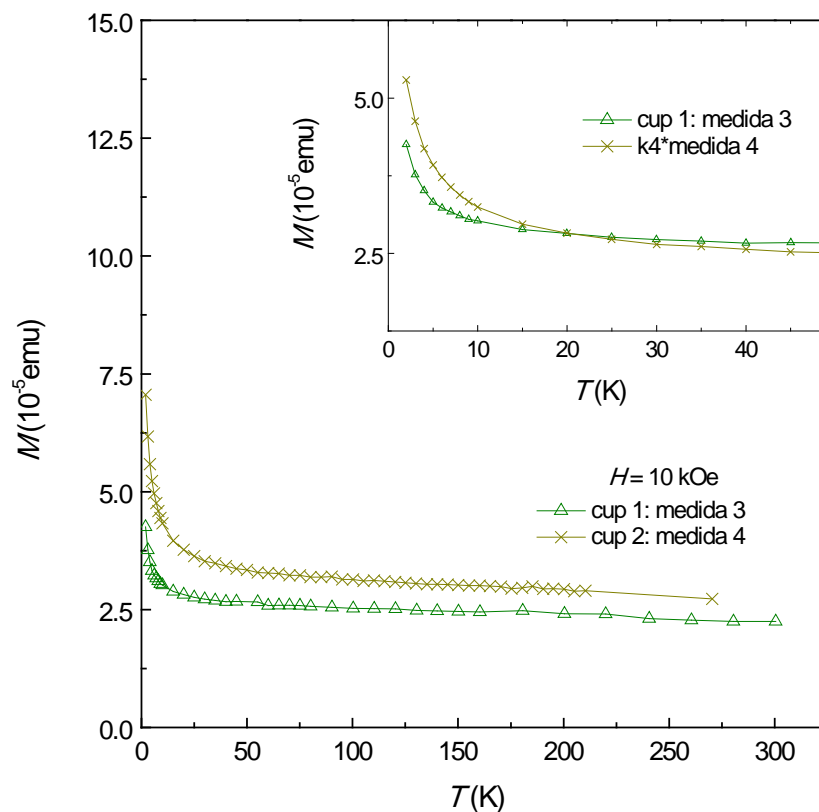


Figura10. $M(T)$ del portamuestras vacío con el cup 1 y con el cup 2, a 10 kOe. Inset: medida 3 del primer cup y la medida del segundo cup no escalan al multiplicarlas por un factor.

Por último, medimos sólo el cup (sin la tapa ni los tubos de cuarzo), insertado entre dos pajitas para eliminar cualquier contribución que no sea la del cuarzo del cup.

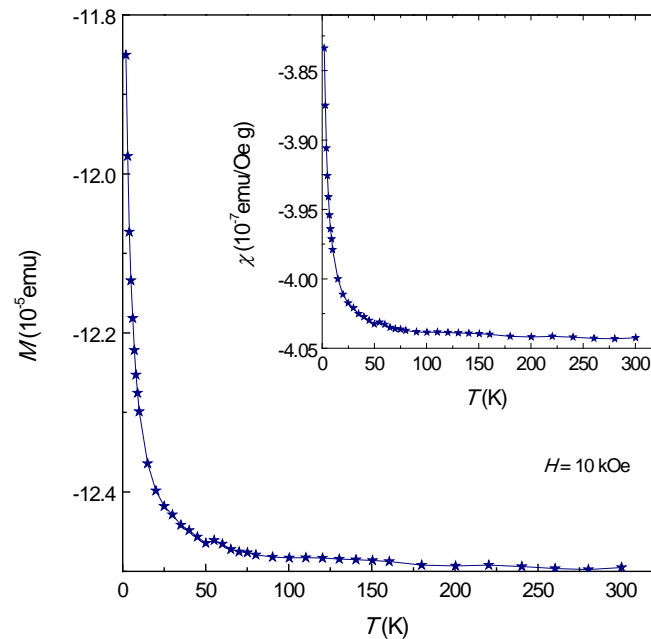


Figura 11. $M(T)$ del cup (30.91 mg), a 10 kOe. Inset: la susceptibilidad a 300 K, $\chi \sim -4.04 \times 10^{-7}$ emu/Oeg es del orden de la de las cápsulas portamuestras que se utilizan en medidas ordinarias en los equipos MPMS.

De nuevo la imanación presenta una dependencia con la temperatura de tipo paramagnético observado anteriormente (Figura 11). Esto sugiere que la respuesta paramagnética que se observa al medir el portamuestras de la opción FOSH vacío proviene de impurezas en el cuarzo utilizado para su construcción, y estará por tanto presente tanto en el cup, como en la tapa y en los tubos de cuarzo del portamuestras.

Cabe destacar que la susceptibilidad por gramo del cup $\chi \sim -4.04 \times 10^{-7}$ emu/Oe g es del orden de la de las cápsulas que se utilizan en medidas ordinarias en los equipos MPMS.

3.1.3. Conclusiones

La respuesta del portamuestras de la opción FOSH, con el cup vacío, tiene una dependencia con la temperatura de tipo paramagnético.

La magnitud no es reproducible, con una susceptibilidad del orden de, $\chi \sim 2.5 \times 10^{-9}$ a 12.5×10^{-9} emu/Oe. La diferencia en la reproducibilidad surge de la diferencia en el tamaño del hueco que se forma durante el montaje, por lo que su contribución puede obtenerse multiplicando por un factor de escala.

La respuesta utilizando otro cup no es escalable con la del primer cup, esto es, presenta diferente dependencia con la temperatura, por lo que debe caracterizarse el portamuestras con el cup vacío que vaya a utilizarse en cada proceso de medida.

La dependencia de carácter paramagnético proviene de impurezas en el cuarzo utilizado en su construcción. La susceptibilidad del cuarzo de uno de los cup es del orden de $\chi \sim - 4.04 \times 10^{-7}$ emu/Oe g.