



# INFORME TÉCNICO SOBRE EL USO DE LA CELDA DE PRESIÓN EN EL EQUIPO PPMS

---

INFORME dirigido a los USUARIOS de los equipos PPMS

*Ana Arauzo*

*Servicio de Medidas Físicas*

*Universidad de Zaragoza*

Zaragoza, 20.08.2015

## 1. Introducción

La celda de presión del PPMS se adquirió a finales del 2010. El modelo, HPC-30, es una celda de CuBe comercializada por QD Japan para el PPMS. Permite realizar medidas de Resistividad DC y ACT hasta 3.0 GPa. Tiene disponible hasta 10 conexiones para contactar la muestra y un manómetro. También dispone de un termómetro integrado para determinar la temperatura de la muestra con mayor precisión.

## 2. Descripción de la celda

Las distintas partes y detalles del montaje se pueden encontrar en el manual suministrado con la opción.

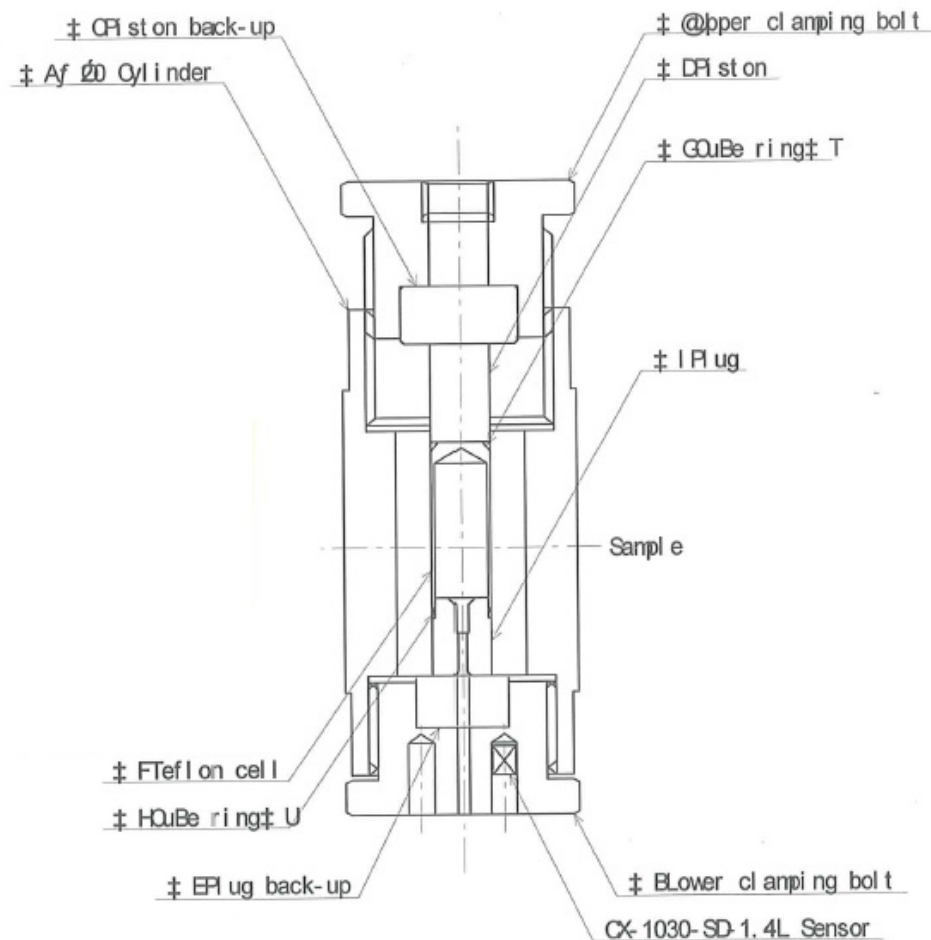


Figura 1. Esquema descriptivo de la celda de presión.

### 3. Montaje y Medidas

Debido a la complejidad del montaje, la celda no se ha usado hasta ahora (Junio – Agosto 2015), cuando por solicitud y colaboración de Jolanta Stankiewick se ha dado su primer uso a la celda y se ha podido testear la opción.

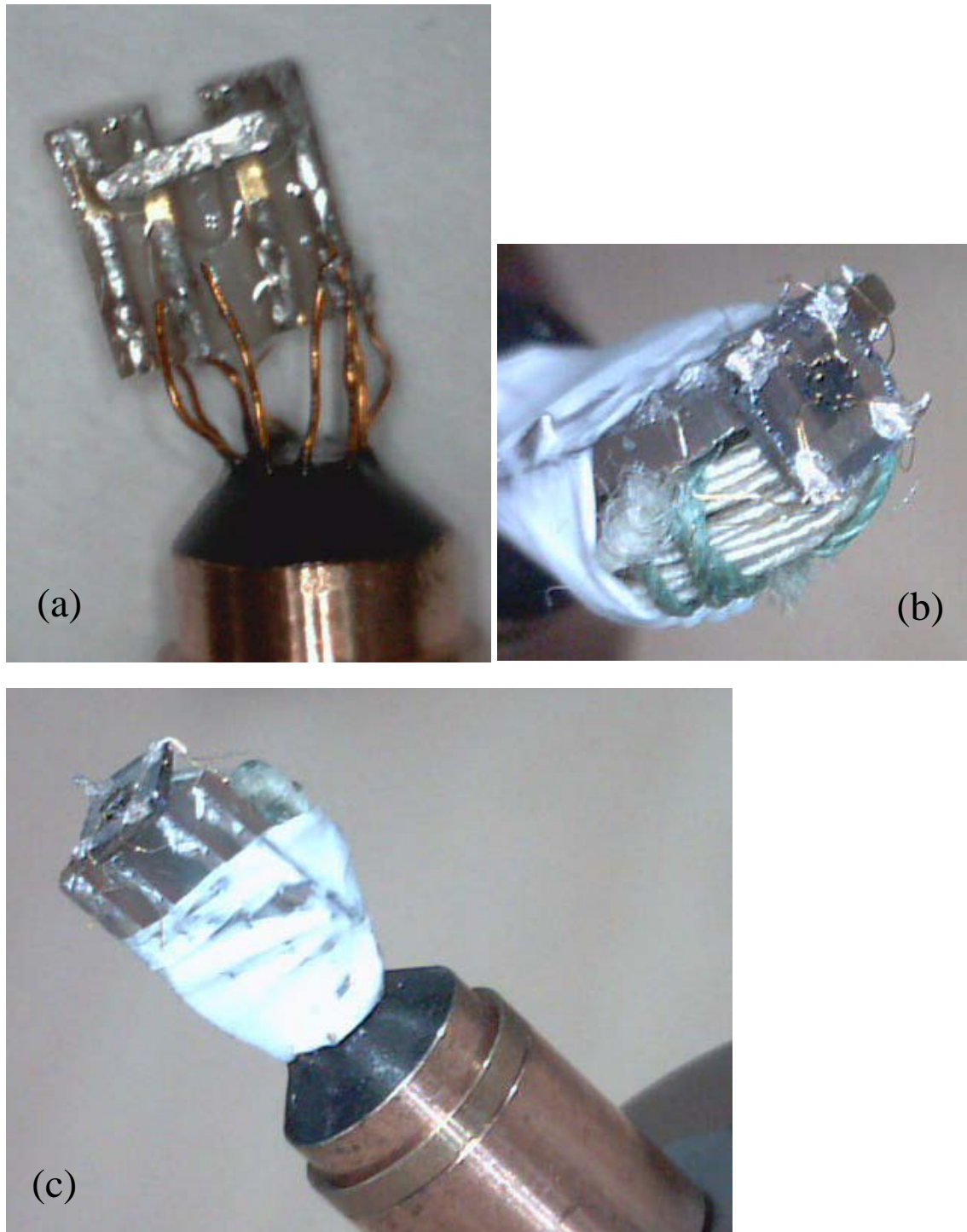
Se ha podido comprobar que la celda permite medidas de resistividad hasta 3 GPa, aunque hay varias precauciones y complicaciones en el montaje que hay que tener en cuenta.



*Figura 2. Izquierda: Foto de la celda completamente montada ya en el portamuestras del PPMS. Derecha: Enrique Guerrero y Jolanta Stankiewicz mostrando el resultado del montaje.*

#### 3.1. Montaje de la muestra

Siguiendo las instrucciones del manual, se usa uno de los tapones tipo feed-through para conectar la muestra. Se tiene 5 pares de cable de 127  $\mu\text{m}$  trenzado para hacer los contactos. Normalmente se utilizan 4 para medir el manómetro por 4 puntos y otros 4-6 para contactar la muestra. Se ponen varios contactos, ya que es posible que algún contacto se rompa durante el procedimiento de montaje, presurización y despresurización.



*Figura 3. Fotos con detalles del montaje de los contactos en la muestra: a) Contactos y placa de montaje para el sensor y la muestra; b) Muestra montada por cuatro contactos y bobina de manganita usada como sensor de  $P$ , ambas conectadas a la placa de montaje; c) Vista general del tapon tipo feed-through con la placa de montaje con la muestra y el sensor.*

Se puede usar un trozo de hilo de Sn o Pb como manómetro de baja temperatura o una bobina de manganita para obtener la presión a RT. Se recomienda usar el Sn para

medidas en DC, ya que tiene una mayor resistencia que el hilo de Pb. La  $T_c$  del estaño es de 3.7K. Para las medidas de ACT, donde se puede aplicar más corriente, se puede usar el hilo de Pb. Aún usando el hilo de Sn, se tiene dificultad para observar la  $T_c$  debido al bajo valor de la resistencia.

Se obtiene, para un trozo de unos 4 mm una resistencia a RT de  $1\text{m}\Omega$ . Al bajar T para observar la  $T_c$ , se observa un pequeño salto que se identifica como la transición, pero la resistencia es de  $4\ \mu\Omega$  y está en el límite de detección de la opción de resistividad DC. Hay que tomar la medida con la máxima corriente, 5 mA y con un promedio de 50". Otra opción, es poner más hilo haciendo un bucle para tener mayor resistencia.

Si se opta por la bobina de manganita, se puede obtener la relación entre el cambio en la resistencia a temperatura ambiente con la presión aplicada de la siguiente expresión:<sup>1</sup>

$$P(\text{GPa}) = \frac{\Delta R}{R} * 41.93$$

Se tiene un espacio total de unos 11 mm para meter la muestra, pudiéndose usar las plaquitas ya preparadas con los contactos o no.

En todo el proceso de montaje hay que verificar los contactos en la muestra ya que es fácil de romper alguno de los contactos.

**Al montar la celda en el pedestal para aplicar presión, hay que tener mucho cuidado con los cables, asegurar que estén en la guía.** Debido a que se quedó una parte del recorrido pillado entre el pedestal y la celda, se han roto al aplicar presión. Se ha quitado el termómetro de la celda y se han reparado los de la muestra.

El termómetro de la celda es un Cernox 540, con una resistencia de  $41.4\ \Omega$ . Está pendiente de reparar el cableado.

---

<sup>1</sup> Comparison of pressures at 300 K and liquid helium temperatures using a clamp-type Bomb. W. M. Becker, Kuong Hoo, and P.G. Winchell Rev. Sci. Instrum., Vol. 47, No.5, May 1976



*Figura 4. Foto de la celda montada en el pedestal para aplicar P. Los cables salen por la guía.*



*Figura 5. Foto de base del pedestal donde se ve el efecto de aplicar presión cuando los cables no están bien posicionados en el hueco de salida.*

La presión se aplica con una prensa hidráulica, CDM-10PAS, con una máxima presión nominal de 70MPa. La presión en la celda,  $P$ , viene dada por la relación:

$$P = 74 \times p$$

Con lo que podríamos aplicar hasta 5.18 GPa en la celda. Aunque la máxima presión de la celda está dada por 3 GPa, que equivale a aplicar 40 MPa con la prensa.

Por ejemplo para una presión de 15 MPa en la prensa (no hay mucha precisión en el valor), se tendría una presión en la celda de 1.04 GPa. Se esperaría ver desplazarse la transición del Sn, de 3.72K a 3.23K.

$$P(\text{GPa}) = (3.72 - T_c)/0.495$$

En la medida se obtiene una  $T_c$  a baja  $T$  de 3.5K, lo que equivale a 0.6 GPa, en vez de 1.04 GPa. Aparte del error en la lectura de presión en la prensa, hay un efecto de disminución de la presión de RT a baja  $T$ .

Para aplicar presión en la celda se utiliza un pistón que empuja el piston back-up y presiona la celda de teflón donde está la muestra. Para fijar la presión, hay que roscar la parte superior, por lo que los cables que conectan la muestra y el sensor giran en el proceso. Si estos cables son suficientemente largos, pueden estar soldados en el puck y girar en el proceso, pero esto puede forzar más aún estos cables y romper algún contacto. **Se recomienda desoldar y soldar los contactos en el puck cada vez que haya que aplicar una nueva presión.**

Una vez aplicada la presión hay que introducir la celda en el PPMS con el 'insertion tool'. Aquí nos encontramos con el problema de la longitud de la celda. El insertion tool tiene unos 60 mm de hueco para portamuestras, y la celda tiene una longitud mayor cuando no se ha presurizado. Se ha modificado uno de los 'insertion tools' del SMF para poder acomodar la celda en toda su longitud. Se ha quitado el tornillo de sujeción del muelle, tipo 'allen', y se ha puesto un tornillo de cabeza plana que no quita espacio. Aún así, es posible hacer presión en el cableado y romper los contactos en el proceso de instalación.

Los cables del 'feed-through plug' son especialmente sensibles a la rotura, debido a su rigidez, a la manipulación y a la torsión a la que están sometidos, y a que el diseño de la celda hace que se encuentren presionados contra el 'insertion tool' en el proceso de instalación en el PPMS, o contra los bordes de la misma. No hay ninguna ranura o hendidura que proteja los cables contra posibles golpes laterales de la celda, con lo que es relativamente fácil seccionarlos contra el canto de la celda.



Figura 6. Fotos de los cables de contacto que salen de la celda por la parte superior.

### 3.2. Medidas

Se han realizado varias medidas bajo  $P$  en dos montajes. En ambos casos se han usado los tres canales de resistividad para medir la muestra, resistividad y Hall, compartiendo el canal 3 para la medida de la resistencia de la bobina.

La muestra se ha contactado por 4 puntos en configuración Van der Paw (muestra cuadrada con contactos en las esquinas), con lo que ha sido necesario usar 2 canales para la medida de la resistencia de la muestra y un tercero para la medida del efecto Hall. La asignación de canales y la selección de la medida del canal 3 (entre  $R$  Hall de la muestra y la  $R$  del manómetro) se ha realizado mediante cableado externo usando la caja de conexiones.

En la primera tanda de medidas se ha usado un sensor de Sn. Se midió a varias presiones, y al despresurizar la celda se rompieron varios contactos de la muestra.

Se preparó una segunda muestra, esta vez con un manómetro con una bobina de manganita preparada por Jolanta. Se midió la  $R$  del sensor desde temperatura ambiente hasta baja  $T$ , donde ya se utilizó el ch3 para medir la resistencia Hall de la muestra.

Los valores de la resistencia de la bobina de manganita han dado valores de presión a temperatura ambiente muy similares a los calculados con la lectura de la bomba de presión para bajas presiones.

La resistencia a  $P=0$  y  $RT$  de la bobina es de  $21.959 \Omega$ . La relación entre las presiones aplicadas y las medidas con el manómetro se muestran en la Tabla1 y en la Figura7.



Tabla 1. Valores de presiones aplicadas con la prensa y estimadas con el sensor de P de manganita.

Prensa	Prensa	Manganita
F (MPa)	p-300K (GPa)	p-300 K (GPa)
0.00	0.00	0.00
2.50	0.19	0.18
4.50	0.33	0.30
5.00	0.37	0.34
6.00	0.44	0.44
7.97	0.59	0.57
9.00	0.67	0.59
11.62	0.86	0.82
12.00	0.89	0.75
14.20	1.05	0.88
16.10	1.19	1.02
18.00	1.33	1.07
20.00	1.48	1.21
22.00	1.63	1.31
23.50	1.74	1.40
26.00	1.92	1.53
28.00	2.07	1.61
30.50	2.26	1.71
34.00	2.52	1.87

Estos valores son bastante similares a bajas presiones, con lo que se podría estimar de forma relativamente precisa el valor de la presión a temperatura ambiente de la medida del sensor de presión de la bomba. La mayor limitación es la resolución del manómetro de la bomba. Para presiones mayores de 1GPa, la desviación que se observa es cada vez mayor y es necesario el uso de un manómetro. En cualquier caso es conveniente el uso adicional de un manómetro dentro de la celda, por monitorizar que no ha habido ningún problema de despresurización.

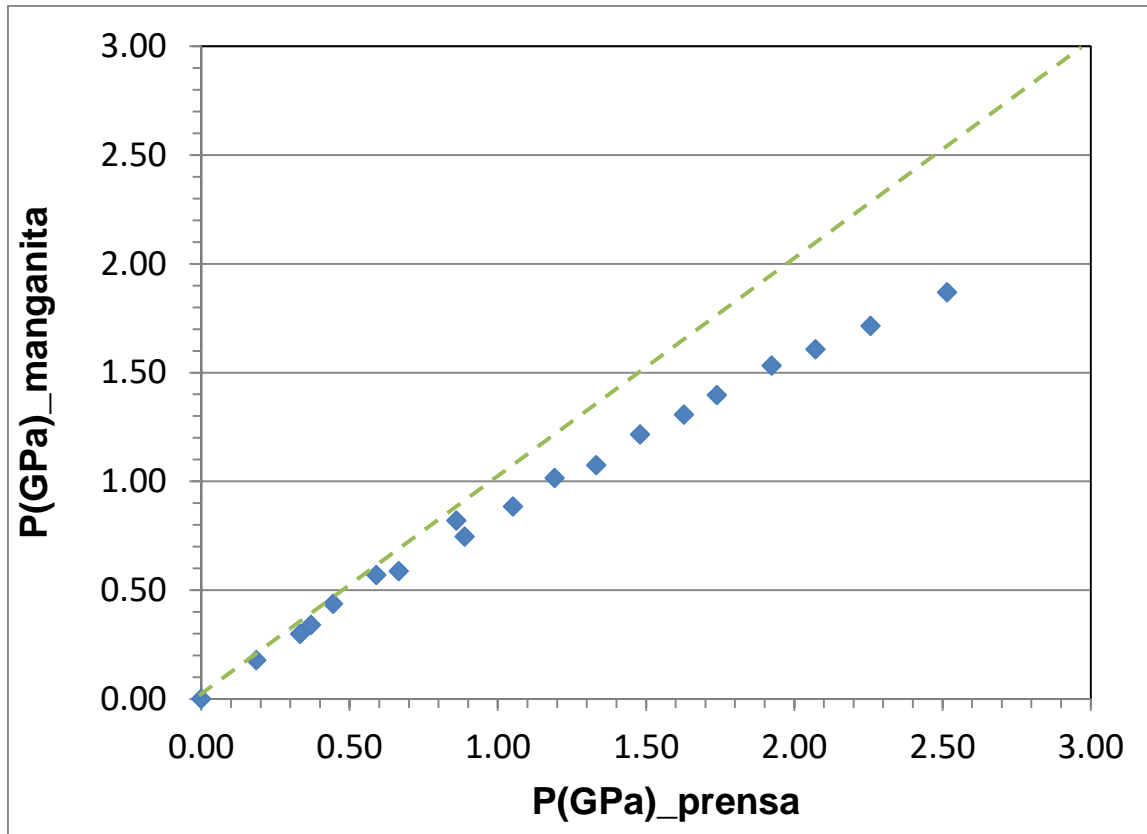


Figura 7. Relación entre la presión determinada con la bobina de manganita y la nominal de la prensa.

Al bajar la  $T$ , la presión disminuye. Ver figura8 donde se muestran los valores medidos de la presión con el sensor de bobina de manganita para distintos valores de presión aplicada a 300K.

Se observa que la presión apenas varía entre 0 y aproximadamente 100K, aumentando después linealmente con la temperatura. La pendiente de la curva parece variar en función de la presión. Por ejemplo para el caso de 0.84 GPa, se obtiene la siguiente relación:  $P(\text{GPa}) = 0.0012T + 0.4867$ , o teniendo en cuenta que la presión es constante entre 0 y 100K, la presión para temperaturas  $T > 100\text{K}$  sería  $P(\text{GPa}) = 0.6067 + 0.0012(T-100)$ .

Los valores de la presión en función de la temperatura para las medidas realizadas con el sensor de Sn se pueden determinar de esta manera. Se considera constante hasta 100K el valor medido a baja  $T$ , correspondiente a la  $T_c$  del Sn. Para temperaturas entre 100K y RT, se tiene una dependencia lineal con la temperatura, siendo el valor de presión a temperatura ambiente el medido con la bomba de presión. Los valores estimados de la presión con la temperatura (tres mayores presiones) se muestran en la gráfica junto con los valores experimentales (tres menores presiones).

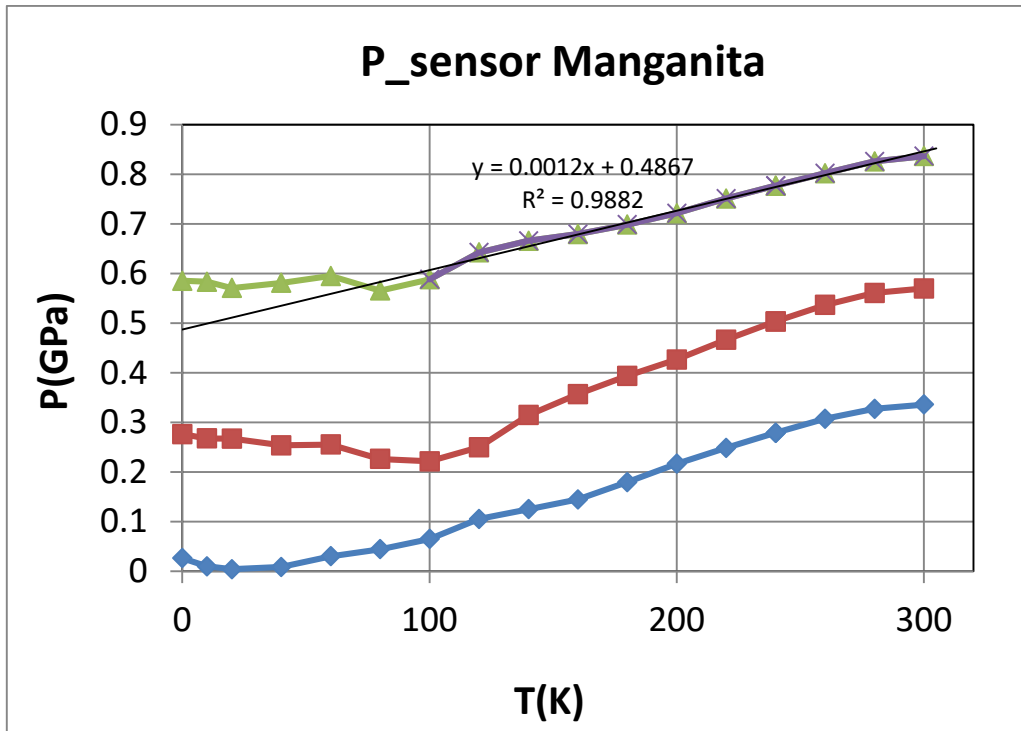


Figura 8. Variación con la temperatura de la presión en el sensor de manganita para distintos valores de presión inicial a 300 K. Rango de bajas presiones.

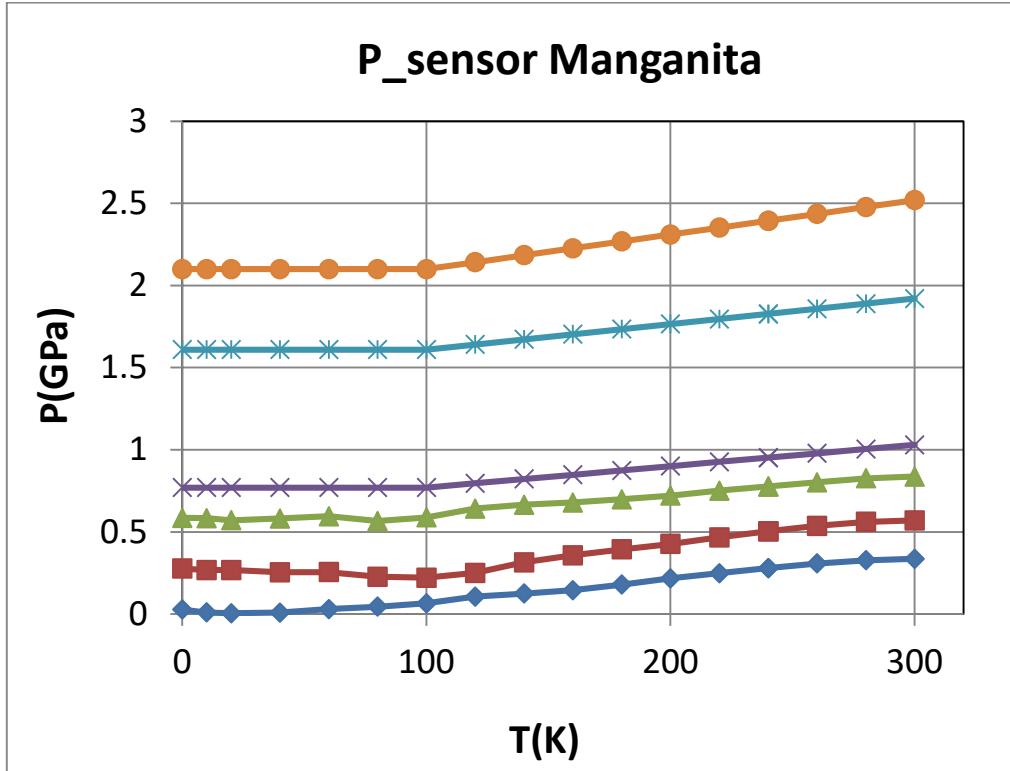


Figura 9. Variación con la temperatura de la presión en el sensor de manganita para distintos valores de presión inicial a 300 K. Rango de bajas hasta altas presiones.

Teniendo en cuenta que la presión es constante a  $T < 100\text{K}$  y a mayores temperaturas tiene una dependencia lineal con la temperatura, podemos obtener la curva  $P(T)$  para cualquier presión de la relación entre los valores medidos a RT y baja  $T$ . En la figura 10 se muestra los valores medidos a RT y baja  $T$  tanto con el sensor de manganita (tres menores), como con el Sn (tres mayores). En este último caso el valor a temperatura ambiente es el dado por la bomba de presión.

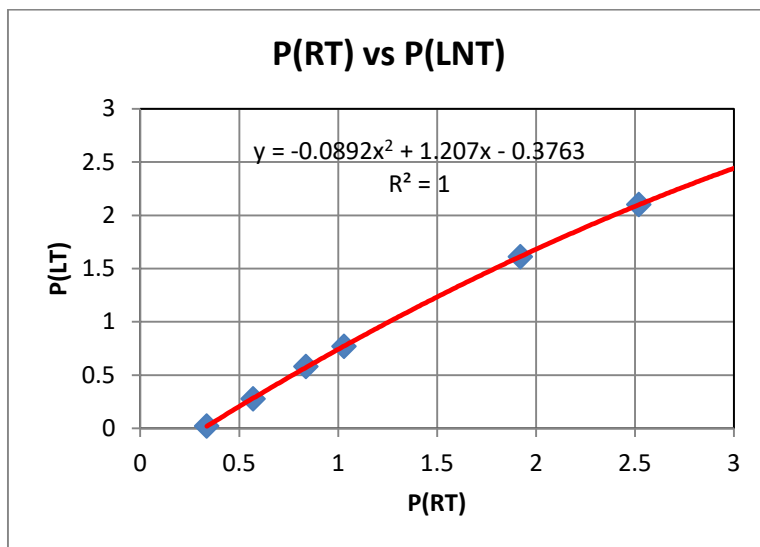


Figura 10. Relación entre los valores de presión a baja temperatura y a temperatura ambiente.

Del ajuste de los datos experimentales se obtiene la siguiente relación:

$$P(LT) = -0.376 + 1.207 \cdot P(300K) - 0.089 \cdot P(300K)^2$$