



Servicios de Apoyo
a la Investigación
Universidad Zaragoza

SIC-MF-2011.09.30-I23

INFORME TÉCNICO SOBRE EL USO DE LA CELDA DE PRESIÓN EN LOS EQUIPOS MPMS-5S Y MPMS-XL

INFORME DIRIGIDO A LOS USUARIOS DE LOS
MAGNETÓMETROS SQUID

SIC-MF-2011.09.30-I23

Medidas Físicas

1. Introducción

La celda de presión es un portamuestras cilíndrico de BeCu para los equipos MPMS (5S o XL) que permite ejercer una presión sobre una muestra sin necesidad de una prensa hidráulica. Una vez aplicada una determinada presión, la celda se instala en el equipo con unos adaptadores adicionales que la sujetan a la varilla de transporte. Puede utilizarse en todo el rango de campo y temperaturas que permiten los equipos MPMS.

La máxima presión que puede aplicarse es de 1.3 GPa.

Para aumentar el valor de la presión aplicada a la muestra debe sacarse el portamuestras del equipo, modificar la presión en la celda, y volver a instalar el portamuestras en el equipo. Para la instalación del portamuestras (cambio de muestra y cambio de presión) no es necesario subir a temperatura ambiente.

Es compatible con la opción RSO e incompatible con la opción del horno.

2. Instalación

2.1. Descripción del portamuestras

La celda de presión consta de un conjunto de piezas de teflón para alojar la muestra y un conjunto de piezas de BeCu para aplicar la presión sobre la muestra (ver Figura1). El diseño se ha realizado mayormente en BeCu para tener una contribución magnética lo más uniforme y pequeña posible. La muestra se coloca en un tubo de teflón que se aloja en el cilindro central.

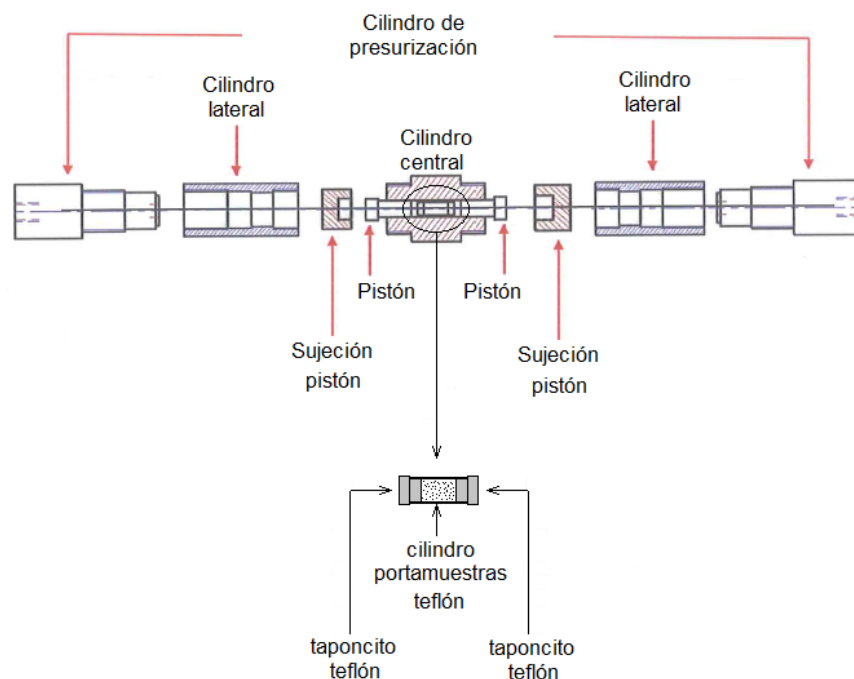


Figura1. Celda de presión.

El espacio para la muestra corresponde al diámetro interno del cilindro portamuestras de teflón: 1.7 ó 2.2 mm (hay dos portas disponibles, de 2.1 y 2.6 mm, respectivamente) y una longitud de 4.5 a 5 mm.

Tras aplicar la presión a la celda se acoplan unas extensiones laterales a la celda de presión que permiten sujetarla a la varilla de transporte (normal o RSO) como se muestra en la Figura2.

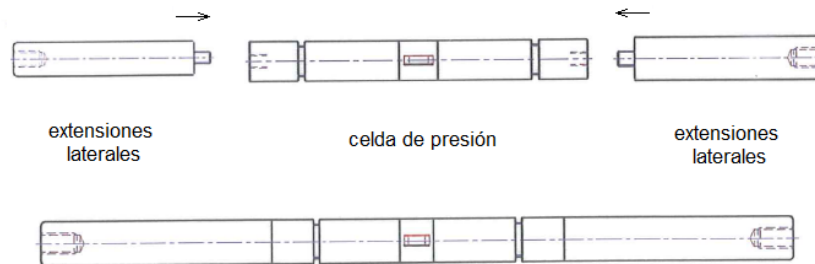


Figura2. Celda de presión con las extensiones laterales para acoplarla a la varilla de transporte.

2.2. Preparación e instalación de la muestra

Es recomendable durante el proceso de instalación y desinstalación de la muestra realizarlo sobre una superficie plana con bordes que eviten que las piezas rueden y caigan.

1. Seleccionar el tubo portamuestras de teflón que se va a utilizar (de 2.1 ó de 2.6 mm) y cortarlo a una longitud de 4.5 a 5 mm (puede tener una longitud de hasta 7 mm pero la presión máxima que podrá ejercerse será menor). Para realizar un corte 'limpio' y perpendicular a la longitud del tubo puede utilizarse un accesorio que viene con la celda.
2. Insertar uno de los tapones de teflón en un extremo. Antes de insertar el tapón de teflón, revisarlo cuidadosamente para verificar que no está dañado por el uso.
3. Insertar el conjunto tuboteflón+tapónteflón dentro del cilindro central, empujándolo con una varilla, hasta que el conjunto quede localizado en el cilindro como se muestra en la Figura3 (todavía no se ha instalado la muestra).

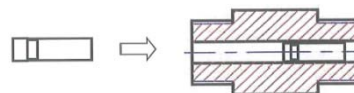


Figura3. Proceso de instalación del tubo de teflón y tapón en el cilindro central.

Si el tapón de teflón entra con dificultad, insertarlo (sin el tubo de teflón) en el cilindro central y sacarlo varias veces hasta que deslice bien, ayudándote de una varilla.

4. Insertar en el tubo de teflón la muestra, el manómetro y el aceite de transmisión de presión (con una jeringuilla). Es suficiente incluir un trocito de 1 mm de manómetro, bien de Sn o de Pb. Recordar dejar espacio para colocar el otro taponcito de teflón. El tubo de teflón debe rellenarse con toda la muestra que sea posible para minimizar la cantidad de medio de transmisión de presión a añadir para llenar el tubo.
5. Colocar el otro taponcito de teflón en el tubo de teflón; limpiar el exceso de aceite.
6. Utilizando la varilla, se empuja el tubo de teflón, deslizando suavemente, hasta colocarlo aproximadamente en el centro del cilindro central.
7. Coloca en los laterales del cilindro central los dos pistones (ver Figura4).

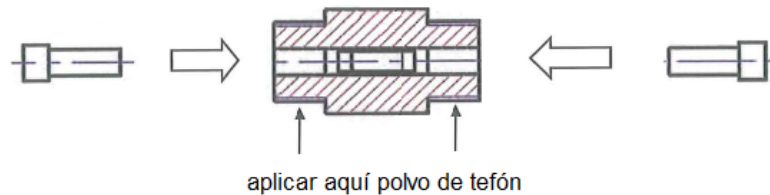


Figura4. Instalación de los pistones.

8. Aplicar con un palillo una fina capa de polvo de teflón en el cilindro central como se muestra en la Figura4. El polvo de teflón permite que la pieza de sujeción del pistón se ajuste al cilindro central. Colocar las piezas de sujeción del pistón.
9. Colocar los cilindros laterales ajustándolos completamente a la celda central. Atención a la orientación de los mismos, ya que no son simétricos.
10. Aplicar con un palillo una fina capa de polvo de teflón en los cilindros de presurización, antes de insertarlos en los cilindros laterales (ver Figura5).

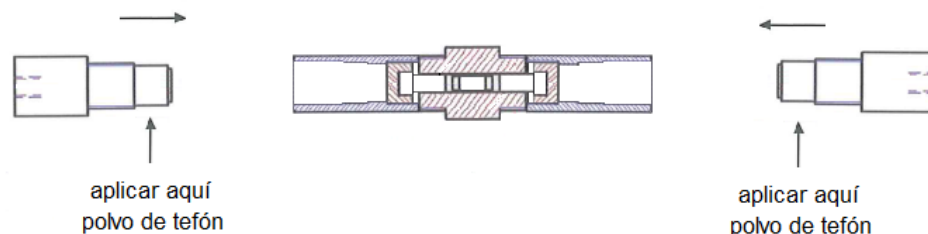


Figura5. Instalación de los cilindros de presurización.

11. Desenrosca uno de los cilindros de presurización un par de vueltas y rosca completamente el otro cilindro de presurización (debería roscar suavemente, indicando que los pistones, la pieza de sujeción de los pistones y el cilindro de teflón deslizan apropiadamente). Desenrosca el cilindro de presurización roscado completamente unas tres vueltas. Rosca completamente ahora el otro cilindro de presurización, verificando que rosca suavemente. Realizar este proceso de mover hacia delante y hacia atrás los pistones, la pieza de sujeción de los pistones y el cilindro de teflón unas tres veces. A continuación, roscar a mano ambos cilindros de

presurización completamente de forma que la muestra quede centrada en el cilindro central (el espacio entre el cilindro de presurización y el cilindro lateral será el mismo en ambos lados de la celda, ver Figura6).

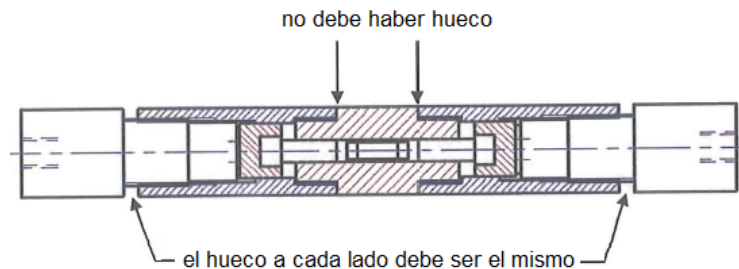


Figura6. Ajuste del cilindro portamuestras de teflón.

2.3. Presurización de la muestra

Antes de presurizar la muestra es recomendable caracterizar la transición del manómetro para determinar la temperatura crítica a presión cero (ver sección 3). Además, es recomendable medir la longitud de la celda para utilizarla como referencia de presión cero.

Para presurizar la muestra:

1. Insertar la celda de presión en la pinza. Ajustar los dos tornillos de sujeción; el tercer tornillo es para abrir la pinza (ver Figura7).

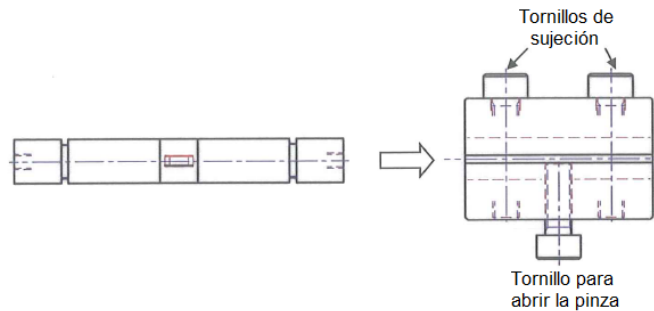


Figura7. Pinza de sujeción de la celda de presión para presurizar la muestra.

2. Colocar a ambos lados de la pinza las llaves de presurización (ver Figura8).

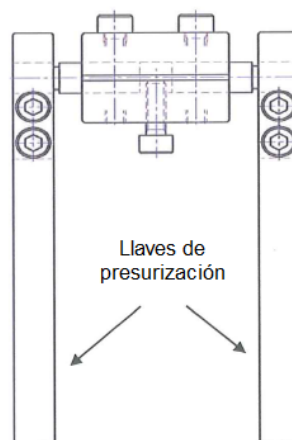


Figura8. Llaves de presurización de la celda de presión

3. Gira una de las llaves 90°. Cada rotación de 90° de la llave representa una compresión de la celda de 0.1 mm. A continuación, gira la otra llave rotándola 90°. Rotar despacio para evitar el torque de la celda.
4. Continúa presurizando la celda girando alternativamente cada llave en pasos de 90°. La máxima compresión de la celda es de 2 mm (1.3 GPa). Debe considerarse que para presiones superiores a 1 GPa los pistones pueden deformarse, por lo que para estas presiones son de un solo uso (para presiones inferiores a 1 GPa son reutilizables).

Una vez aplicada la presión deseada, liberar la celda de la pinza, medir la longitud de la celda, y roscar los adaptadores para la varilla de transporte (Figura2).

Para retirar la muestra de la celda de presión, la celda se sujeta en la pinza y se despresuriza con las llaves de presurización, desenroscándolas en sentido contrario. El resto de las piezas pueden desenroscarse manualmente. Si se han aplicado presiones de más de 1 GPa los pistones pueden haberse deformado y será necesario utilizar unos alicates para sacarlos del cilindro central.

3. Determinación de la presión aplicada

Para determinar la presión aplicada se mide la temperatura de transición superconductor T_c del manómetro. Una vez determinada la T_c , el desplazamiento de la temperatura de transición está relacionada con el cambio en presión de la siguiente manera:

$$dT_c/dP \text{ (K/GPa)} = -0.379 \text{ K/GPa, para el manómetro de Pb}$$

$$dT_c/dP \text{ (K/GPa)} = -0.489 \text{ K/GPa, para el manómetro de Sn}$$

Utilizando el valor de T_c a presión cero para los manómetros de Pb y Sn, 7.19 K y 3.72 K, respectivamente, puede determinarse la presión en la muestra.

El manómetro de Sn tiene mayor sensibilidad, pero la T_c es menor y cuesta más estabilizar la temperatura para medir la transición. Hay que tener en cuenta que hay que termalizar el portamuestras completo de la celda de presión, que supone una masa considerable.

La temperatura de transición se verá modificada por la presencia de un campo magnético. Este puede ser debido al campo residual del imán o por la remanencia de la muestra. Por ejemplo, un campo residual de 5 Oe puede modificar la T_c del Sn unos 30 mK, que correspondería a un cambio en presión de 0.08 GPa. Además, debe considerarse que la dependencia de la presión con la temperatura es despreciable para temperaturas de medida inferiores a 70 K. Para medidas a alta temperatura puede utilizarse como manómetro una muestra con transición ferromagnética en torno a temperatura ambiente, por ejemplo el Gd ($T_{c(P=0)} = 300 \text{ K}$; $dT_c/dP \text{ (K/GPa)} = 12.2 \text{ K/GPa}$).

Antes de medir la temperatura de transición del manómetro, es recomendable medir la longitud de la celda como referencia de la presión esperada. Para el manómetro de Pb la

presión, determinada midiendo la temperatura de transición, respecto a la compresión de la celda se muestra en la Figura9.

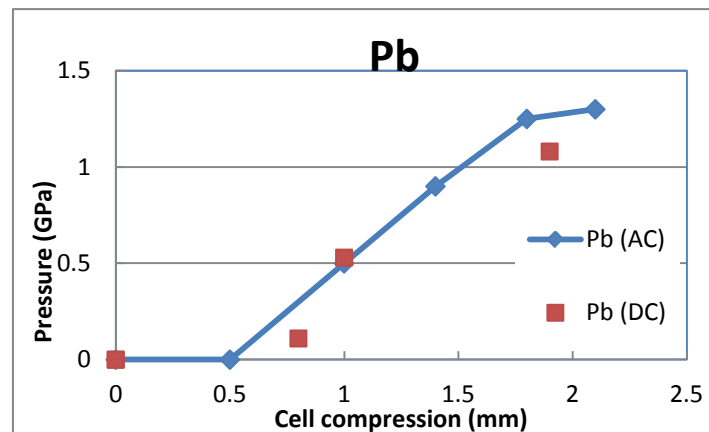


Figura9. Presión según compresión de la celda para el manómetro de Pb.

La medida de la temperatura de transición puede realizarse con medidas AC o con medidas DC (las AC darán una transición más definida). Para el manómetro de Pb es suficiente medir en el rango de 6.6 a 7.3 K para encontrar la transición.

3.1. Determinación T_c con medidas DC

Realizar un Reset del imán. Centrar la muestra en DC con 1 Oe.

Para determinar T_c , medir $m(T)$ aplicando un campo de 1 Oe. Utilizar pasos de temperatura de 0.02 K, con una velocidad de 0.1 K/min. Antes de realizar la medida, debe esperarse unos 60 s a que la temperatura esté estable.

3.2. Determinación T_c con medidas AC

Realizar un Reset del imán. Centrar la muestra en DC con 1 Oe.

Para determinar T_c , medir $\chi(T)$ con una amplitud AC de 0.3 Oe, a 0.9 Hz, 5 bloques y 2 barridos. Utilizar pasos de temperatura de 0.02 K, con una velocidad de 0.1 K/min. Antes de realizar la medida, debe esperarse unos 60 s a que la temperatura esté estable.