



Servicios de Apoyo
a la Investigación
Universidad Zaragoza

SIC-MF-2011.11.23-I32

INFORME TÉCNICO SOBRE EL USO DEL HORNO-VSM EN LOS EQUIPOS PPMS

INFORME DIRIGIDO A LOS USUARIOS DE LOS
EQUIPOS PPMS

SIC-MF-2011.11.23-I32

Medidas Físicas

1. Introducción

La opción del horno-VSM permite extender el rango de medidas de imanación del PPMS hasta 1100 K, con velocidades de calentamiento de hasta 200 K/min. Con el horno instalado no se puede medir a temperaturas inferiores a 300 K.

Las muestras, en polvo, lámina o en pastilla, se pegan en la varilla portamuestras, que incorpora un calefactor en la zona de la muestra, calentándose únicamente una pequeña zona del portamuestras, lo que reduce enormemente los tiempos de termalización. La temperatura de referencia del sistema se toma de un termómetro en el dorso del mismo. El portamuestras se conecta a la varilla del horno VSM, que vibra dentro de las bobinas de detección.

Para la instalación de la muestra no es necesario que el sistema baje a temperatura ambiente, aunque es recomendable que esté a temperaturas cercanas a temperatura ambiente para prolongar la vida del portamuestras.

2. Instalación

2.1. Descripción del portamuestras

La varilla para la opción del horno-VSM es similar a una varilla para la opción VSM pero con un conector en el extremo superior (Figura1 (a)), que se inserta en el accesorio del horno instalado sobre el cabezal de transporte, y con un conector en el extremo inferior donde se acopla el portamuestras (stick) (Figura2 (b)). De esta manera se realiza el control y lectura del calefactor (heater) y termómetro del stick.

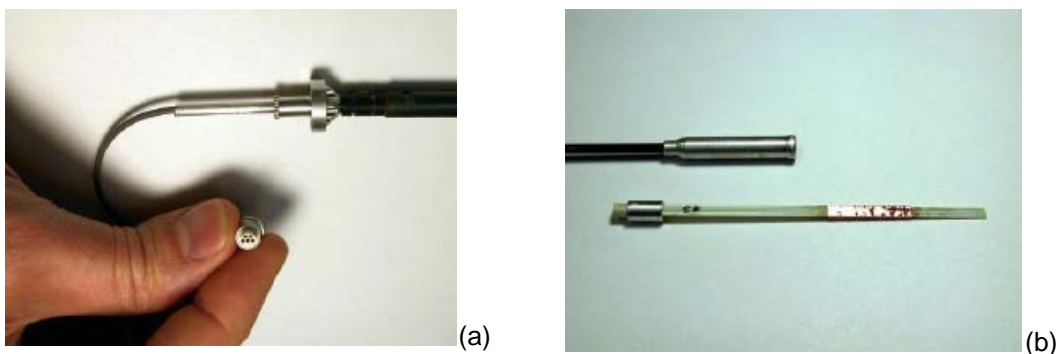


Figura1. Varilla de la opción horno para VSM. (a) Conector que se acopla al accesorio sobre el cabezal de transporte; (b) Conector del portamuestras; la varilla portamuestras o stick se muestra también en la imagen.

El stick, mostrado en la Figura1 (b) y Figura2, es de zirconia, aislante térmico. En la parte superior del stick se encuentra el calefactor de platino y en la posterior el termopar. La muestra debe colocarse sobre el calefactor.

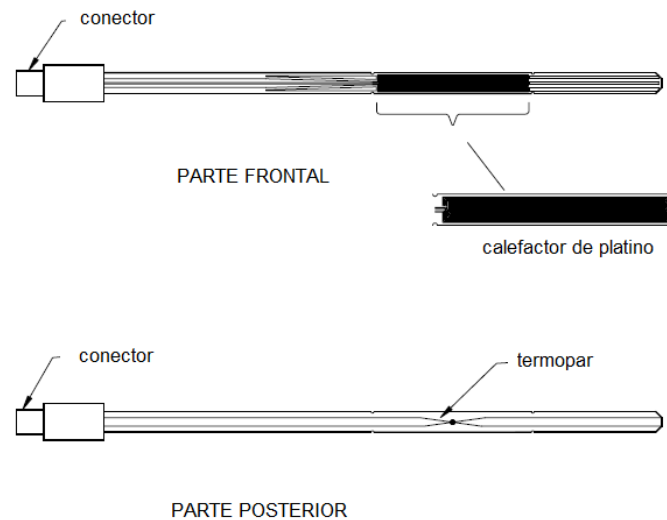


Figura2. Portamuestras. En la parte frontal se observa el calefactor de platino; en esta zona es donde se pega la muestra. En la parte posterior está el termopar.

2.2. Preparación e instalación de la muestra

La muestra ideal es una lámina delgada de 3 mm x 3 mm. En cualquier caso, debe tener una anchura máxima de 3 mm (anchura stick de 3.6 mm) un espesor inferior a 1 mm (gradiente térmico) y una longitud inferior a 4 mm (mejor precisión y uniformidad térmica).

La muestra se pega al stick con un cemento (ver Figura3) por lo que es recomendable que tenga una superficie plana para mejorar el contacto térmico. Una vez pegada la muestra se envuelve con una hoja de cobre que retiene el calor y reduce el gradiente térmico entre la muestra y el stick.

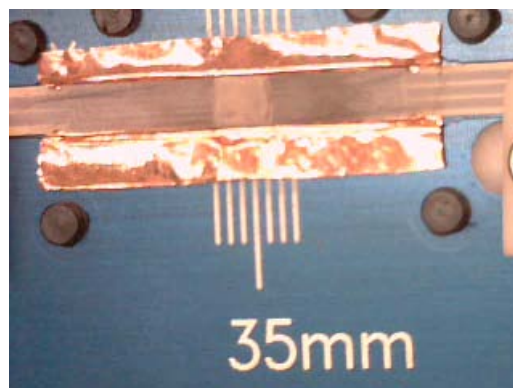


Figura3. Muestra pegada sobre el stick. La hoja del fondo es la lámina de cobre con la que se recubre la zona calefactada.

Es recomendable no tocar la parte posterior del stick donde está embebido el termopar.

Para montar la muestra seguir los pasos:

- i) Limpiar la superficie del stick donde se pega la muestra con un palillo de algodón humedecido en etanol (no limpiar por la parte del termopar). Tras varios usos es normal que el stick esté un poco ennegrecido.
- ii) Una vez seco, colocar el stick en la plataforma de montaje de muestras para horno-VSM situando el final del stick en la marca "0" de la plataforma (ver Figura4), con el heater en la cara superior. Fijar el stick a la plataforma con las dos pestañas de sujeción (girándolas).

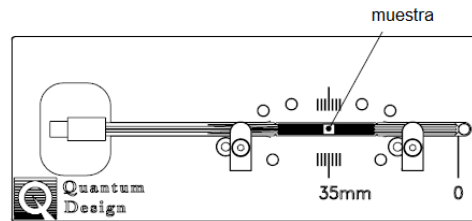


Figura4. Plataforma de montaje de muestras para horno-VSM

- iii) Remover el cemento con un palillo (debe estar un poco espeso, pero fluido) y aplicar una gota generosa sobre el stick a la altura de la marca "35 mm", donde irá colocada la muestra.
- iv) Antes de que comience a secarse el cemento, colocar la muestra encima de él y presionar con un palillo para que haga buen contacto la muestra con el heater; debe quedar un bordecito de cemento alrededor de la muestra. Cubrir con cemento la muestra (ver Figura3). Anotar la posición de la muestra u offset (debe ser entre 33 y 37 mm).

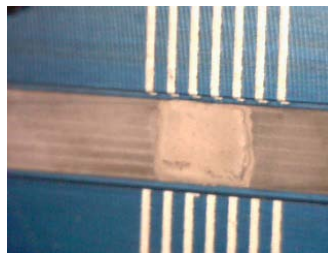


Figura5. Muestra sobre el heater, cubierta por cemento

- v) Retirar el stick de la plataforma y secar el cemento con una pistola de aire caliente unos 20 s. Comprobar, con un palillo, que el cemento está seco y la muestra está sujeta al stick.
- vi) Envolver la muestra con la lámina de Cu ayudándose con las pinzas de plástico. La lámina debe estar brillante (evitar tocarla con las manos). Para ello, primero colocar la hoja de cobre en la plataforma de montaje.
- vii) Colocar ahora el stick en la plataforma de montaje, con la muestra en la cara superior, sobre la hoja de cobre y fijarlo con las dos pestañas de sujeción (girándolas). Presionar sobre la zona del heater (por ejemplo con el dorso

plano de un palillo) para que se doble un poquito la hoja de cobre en torno al stick.

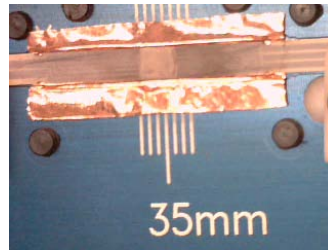


Figura6. Stick sobre la hoja de cobre con la que será envuelto

- viii) Doblar la hoja de cobre abrazando la muestra, con las pinzas de plástico, de forma ajustada. Alisar la hoja para que quede completamente adherida al stick y a la muestra. Pellizcar con las pinzas la hoja de cobre para sujetarla en las muescas del stick (marcadas como \wedge en la Figura7).¹

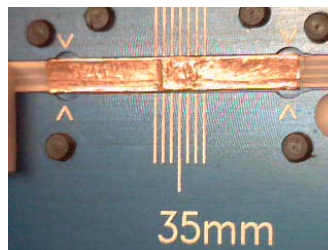


Figura7. Stick envuelto con la hoja de cobre

- ix) Retirar el stick de la plataforma y conectarlo a la varilla de la opción horno VSM.

2.3. Instalación de la muestra y opción horno VSM

La muestra se instala como con la opción VSM, siguiendo el wizard de instalación/desinstalación de muestra.

Durante el wizard de instalación al seleccionar Open Chamber el sistema va a temperatura ambiente, ventea la cámara y el motor sube a la posición de carga de la varilla. A continuación, después de insertar la varilla² y conectarla al accesorio sobre el cabezal de transporte, el wizard nos pregunta si queremos medir en VSM o en VSM con el horno. Debe seleccionarse la segunda opción. Seleccionar a continuación el fichero de datos.

¹ El uso de dos pantallas de cobre mejora aún más el acoplamiento térmico entre el heater y la muestra.

² La varilla se sujeta en la parte superior del cabezal por un pequeño imán (200 Oe) por lo que al introducir la muestra ésta pasará por un campo magnético de 200 Oe. En caso de necesitar que la muestra no sufra este campo en su instalación, contactar con el Servicio.

En el procedimiento de centrado seleccionar Scan for Sample Offset (centrado automático). Puede aceptarse el valor de offset del centrado automático o también puede cancelarse, bien para aplicar campo magnético y volver a hacer el centrado automático, bien para introducir el offset manualmente en la posición que nosotros consideremos que está la muestra. Durante la secuencia de medida no debe recentrarse la muestra (Touchdown OFF), ni siquiera en medidas en función de la temperatura, ya que en la opción horno-VSM la cámara de la muestra está torno a 300 K durante la medida.

Seleccionar a continuación Close Chamber. El motor hará un touchdown. El sistema debe estar a alto vacío (en realidad es suficiente que esté a 2 mTorr) para realizar las medidas con el horno.

Si se copia una secuencia de medida de VSM para utilizarla con el horno-VSM a más alta temperatura debe tenerse en cuenta que la amplitud de oscilación de la muestra, limitada a 5 mm para el VSM, está ahora limitada a 2 mm (valor por defecto). Además debe eliminarse de la secuencia el centrado durante la medida.

Para retirar la muestra se utiliza el wizard de instalación/desinstalación. Al seleccionar Open Chamber, el sistema va a temperatura ambiente, ventea la cámara y subirá el motor a la posición de carga. Cuando haya terminado, desconectar la varilla y retirarla.

2.4. Retirar la muestra

Recordar que es recomendable no tocar la parte posterior del stick donde está embebido el termopar.

Para desmontar la muestra seguir los pasos:

- i) Colocar el stick en la plataforma de montaje de muestras y sujetarla con las pestañas de sujeción. Abrir la lámina de Cu con las pinzas de plástico. Liberar el stick de las pestañas, retirar el stick y quitar la lámina de Cu.
- ii) Colocar el stick en la plataforma de montaje de muestras y sujetarla con las pestañas de sujeción. Reblandecer el cemento con etanol, utilizando un bastoncito de algodón humedecido en etanol.
- iii) Con un palillo de madera rascar el cemento para sacar la muestra (evitar utilizar herramientas metálicas que podrían dañar el heater). Terminar de limpiar el stick utilizando un bastoncito de algodón humedecido en etanol.

3. Calibración

3.1. Temperatura crítica de Ni y Fe

Para calibrar el termómetro del horno se ha medido una muestra patrón de Ni-Fe aplicando un campo de 100 Oe en un barrido de temperatura desde 300 a 1100 K a 15 K/min. La medida ha tomado 55 min.

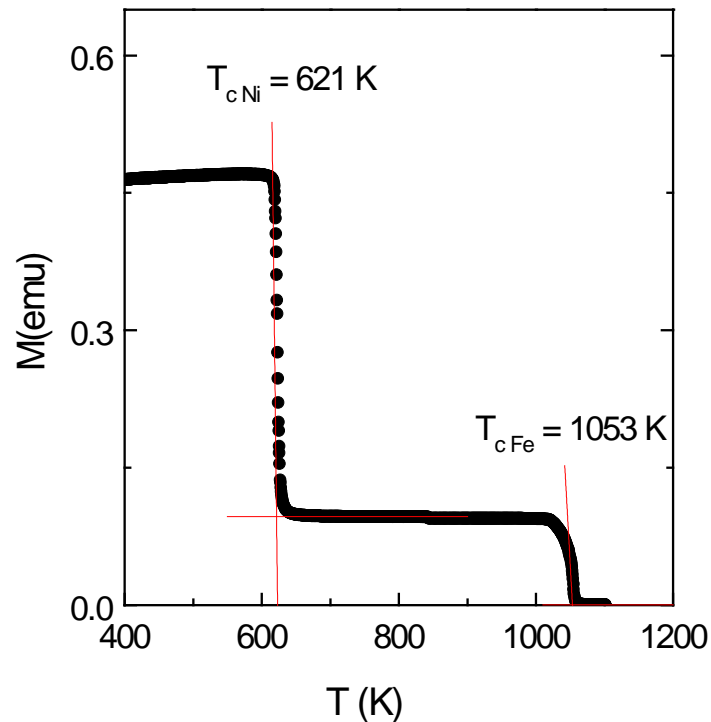


Figura8. $M(T)$ de la muestra patrón de Ni-Fe. La T_c estimada del Ni es de 621 K y la del Fe de 1053 K.

En la Figura8 se muestran las transiciones del Ni a 621 K y la del Fe a 1053 K. Los valores estimados en la literatura para la T_c del Ni y Fe son respectivamente, 627 K y 1043 K. Por tanto, con la opción horno VSM se ha determinado la transición del Ni y el Fe con un error en la temperatura de menos de un 1%.

Es interesante notar que, aunque el horno puede usarse hasta 1100 K, la vida media del stick disminuye al utilizarse hasta tan altas temperaturas.

Anexo I: cambio configuración para medir hasta 1100 K

1. Leer la SROM del modulo del horno (#12) utilizando el programa SROMcfg en la carpeta QDCAN.
2. Abrir el fichero y añadir las siguientes líneas:

```
[OvenLimits]
MaxTemperature=FLT:1120
MaxSetPoint=FLT:1100
```

Esto permite que el setpoint sea de hasta 1100 K y permitirá lecturas de temperatura de hasta 1120 K sin dar error (cuando aparece un mensaje de error se deshabilita el horno).

3. Guardar el fichero SROM y reprogramar de nuevo la SROM.
4. Reactivar de nuevo la opción VSM.