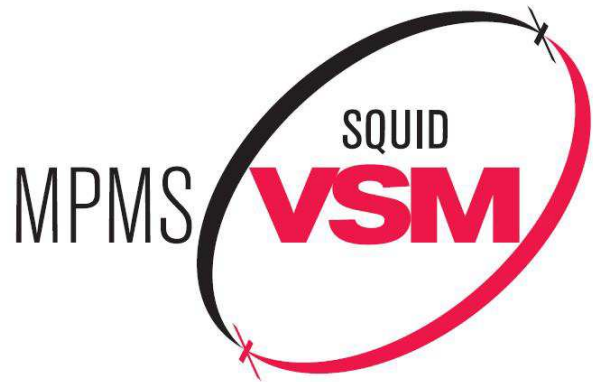


---

# MPMS<sup>3</sup> Introduction

---



MPMS<sup>®</sup>3



# Contents

---

- ◆MPMS『3』とは？
- ◆装置概要
  - ハードウェア外観 (CANタワー、電源類、プローブ)
  - プローブ詳細
  - トランスポート
  - 信号検出系 (SQUID)
  - ポンプコンソール (ヘリウムガス循環)
- ◆主な装置の仕様
  - 温度の制御 / 磁場の制御
- ◆高感度検出方法
  - DC SQUID & 2nd Order Gradiometer
- ◆ソフトウェア外観
  - MultiVu外観・制御 (Services.exeとは)
  - サンプル交換ウィザード
  - 測定シーケンス
- ◆一般的な測定方法
  - M vs H および M vs T
  - 付属の標準サンプルについて (Pd, Er:YAG)
- ◆サンプルの測定
  - サンプルマウントの種類と方法
  - シーケンス作成
- ◆測定時にご注意いただきたい点
  - 再現性と条件固定について
    - 初期磁場 / 初期温度
    - シーケンスの固定
  - Magnet Reset
- ◆使用終了時の設定
- ◆測定データの吸い出し
  - 測定データ(.dat)
- ◆トラブル時の解析データ
  - ・測定データ (.dat)
  - ・ログファイル (BRLog.dat)
  - ・EVENT.LOG
  - ・測定シーケンス (.seq)
- ◆リモートコントロールについて
  - TeamViewer

# Agenda

---

- インTRODクシヨN
- ハードウェアの概要
- 装置の仕様
- 測定原理
- ソフトウェア外観
- 一般的な測定方法



# Introduction

---

## MPMS<sup>®</sup>3とは?

- 磁気特性測定装置の最高峰 (QD30年に及ぶ開発実績)
- 誰もが使える 1.8K におけるサンプル自動測定
  - より高感度に, より高速に, より使いやすく

## 本装置で出来ることは?

- 環境変化による(微小な)磁気モーメントの変化を測定する  
たとえば? 温度依存性、磁場依存性、(光依存性)

# Magnetic Property Measurement System



1984

Mark I

ステップスキャン

(測定は遅いが、信頼性の高いデータで定評)

1995

XL

DC スキャン

RSO スキャン

(より速い測定が可能に、測定モードが選択可)

2006

SQUID-VSM

VSM, 冷却系の変更

QuickSwitch®

(非常に早い磁場と温度の制御が可能になる)

2013

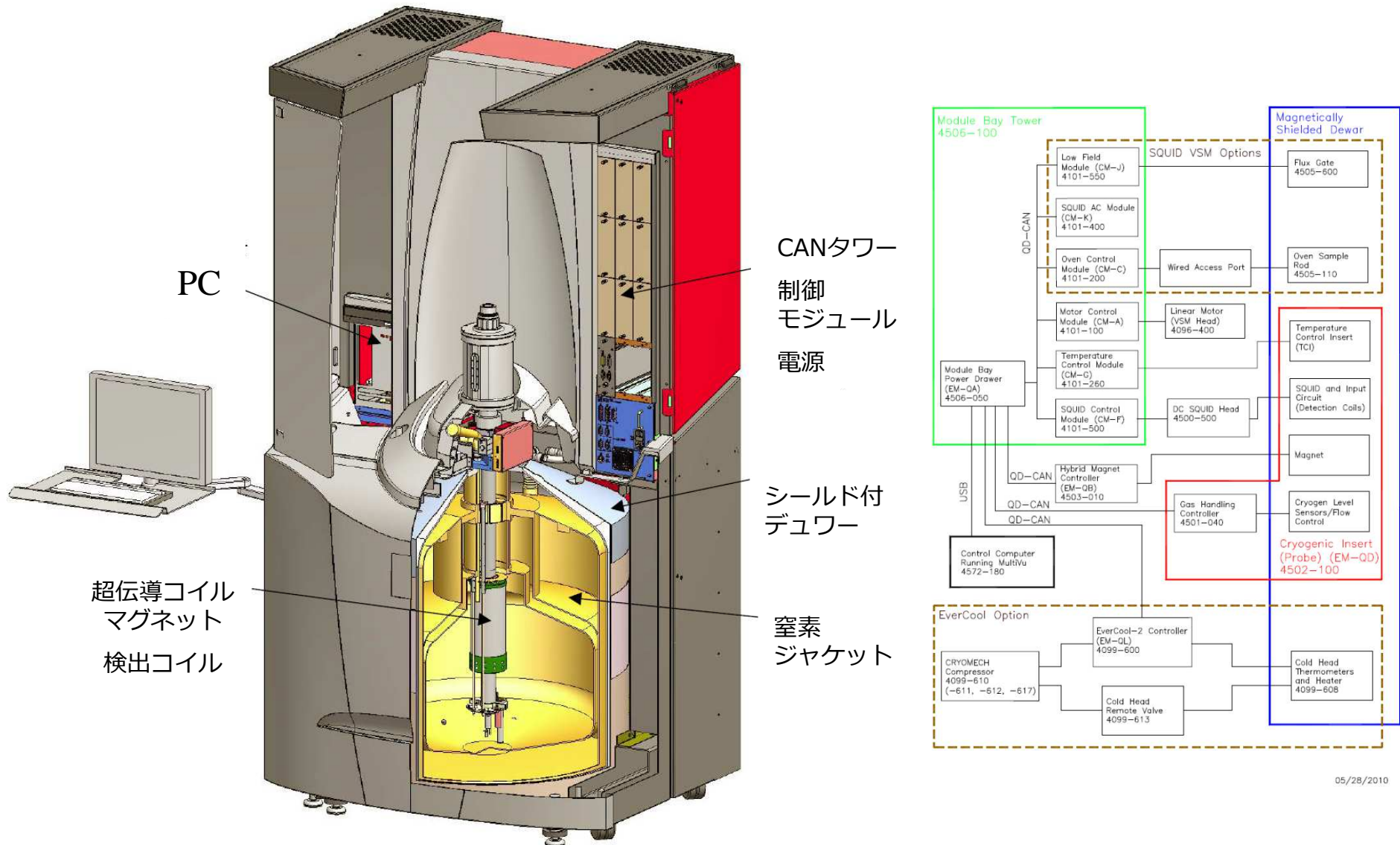
MPMS 3

DC スキャンモード  
生データの取得

オプションの増設

PPMSでの磁化測定用にVSMモーターが開発される

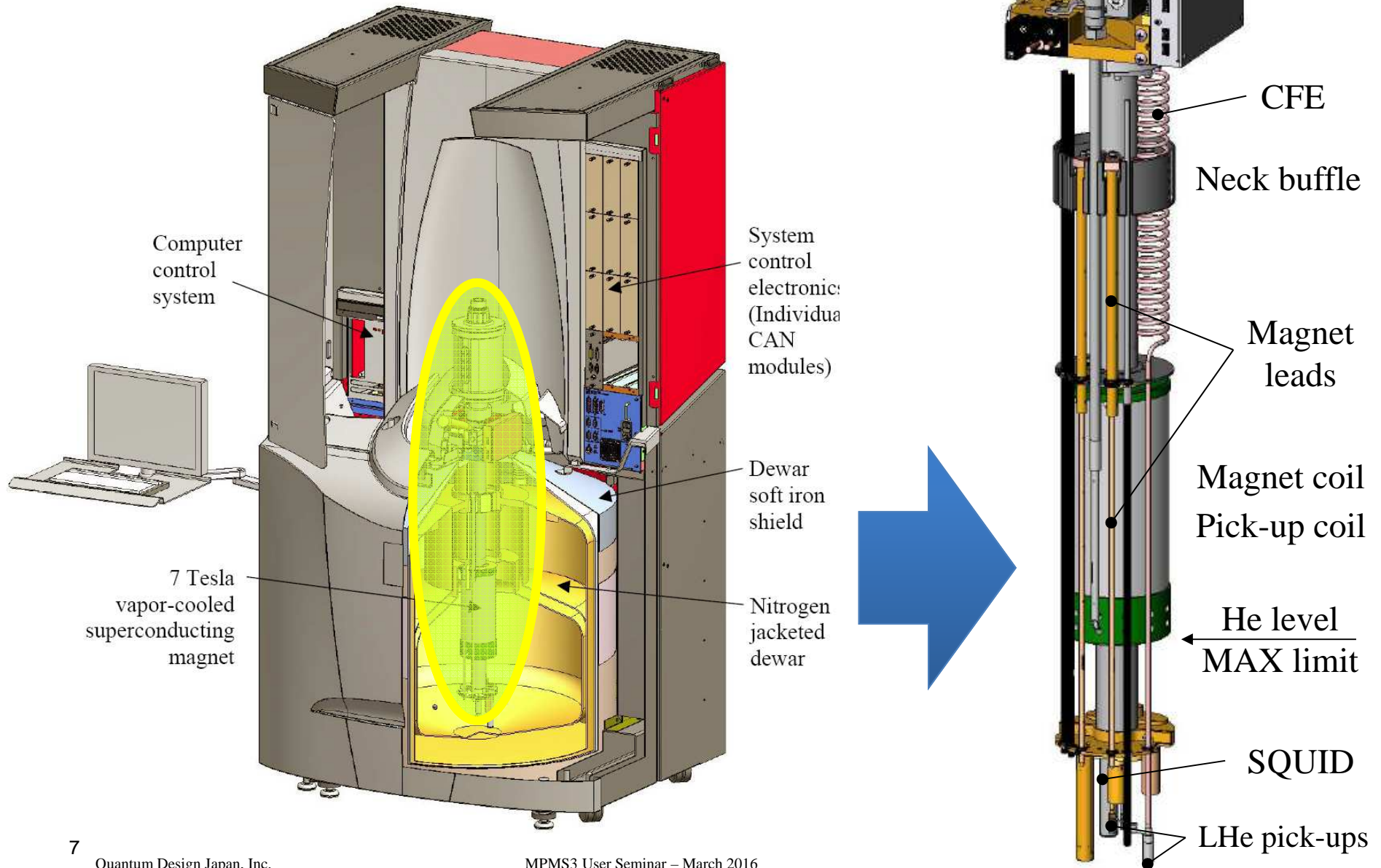
# Hardware and System Combination



05/28/2010



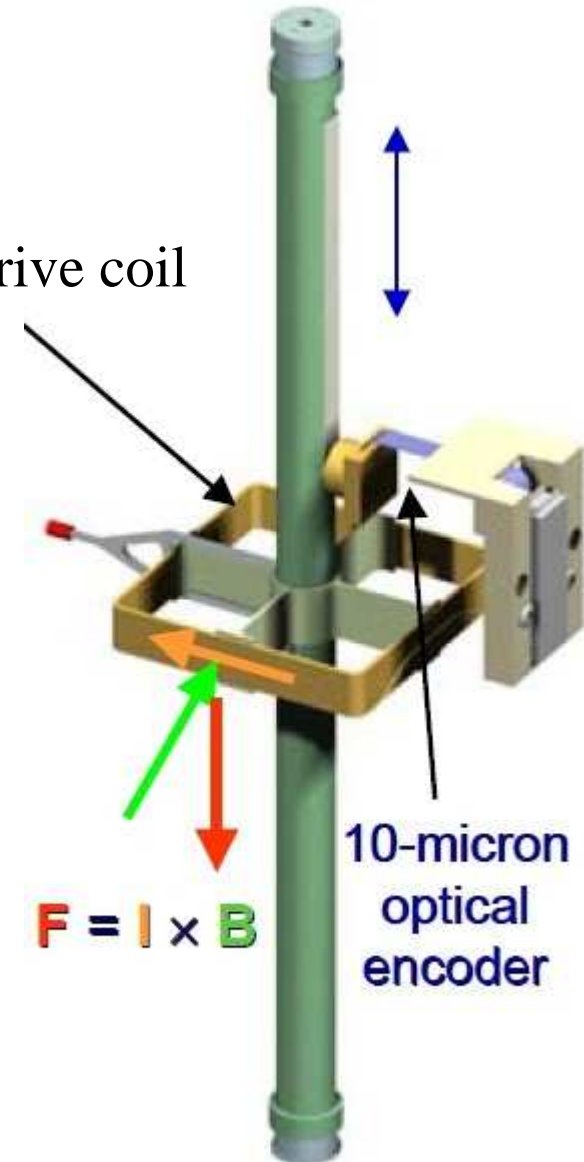
# Probe (sample conditioner)



# Transport



48-turn drive coil





# Agenda

---

- インTRODクシヨN
- ハードウェアの概要
- **装置の仕様**
- **測定原理**
- ソフトウェア外観
- 一般的な測定方法



# Specifications

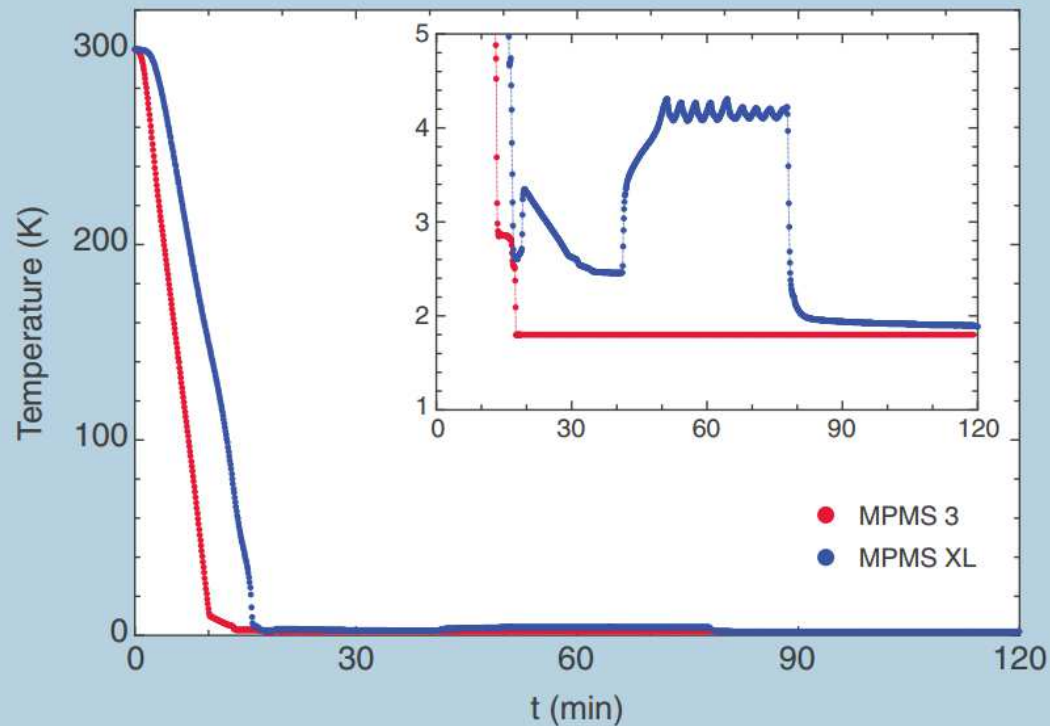
---

- 温度範囲 **1.8 K – 400 K** (*< 1000 K oven*)
- 冷却速度 **0.01 K/min – 30 K/min**  
***RT => 1.8 K in 30 min !!***
- 磁場範囲 **± 70,000 Oe** (*7 Tesla*)
- 印加速度 **≤ 700 Oe/s**
- 残留磁場 **≤ | 30 Oe |**
- BG磁化 **≤ 1x10<sup>-8</sup> emu** (*≤ 2500 Oe, 10s*)  
**≤ 8x10<sup>-8</sup> emu** (*> 2500 Oe, 10s*)
- 最大測定磁化 **2 ~ 3 emu**

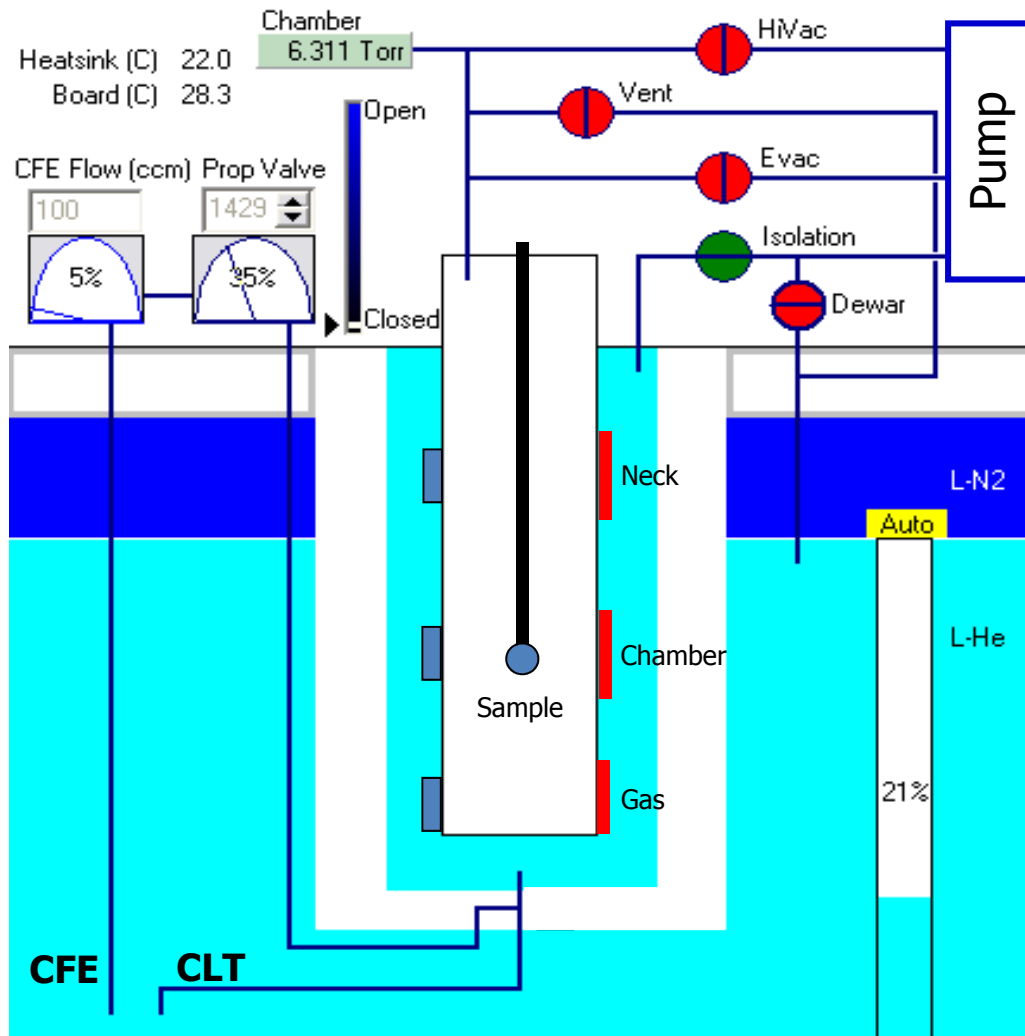
# Specifications

- 温度範囲 **1.8 K – 400 K** (*< 1000 K oven*)
- 冷却速度 **0.01 K/min – 30 K/min**

***RT => 1.8 K in 30 min !!***



# Cryostat Control & Sample Chamber Ctrl



サンプル冷却器系

ヘリウムガス冷却

CFEフロー > 10 K で作用

CLTフロー ≤ 10 K で使用

“System Temperature”

⇒ サンプルの推定温度

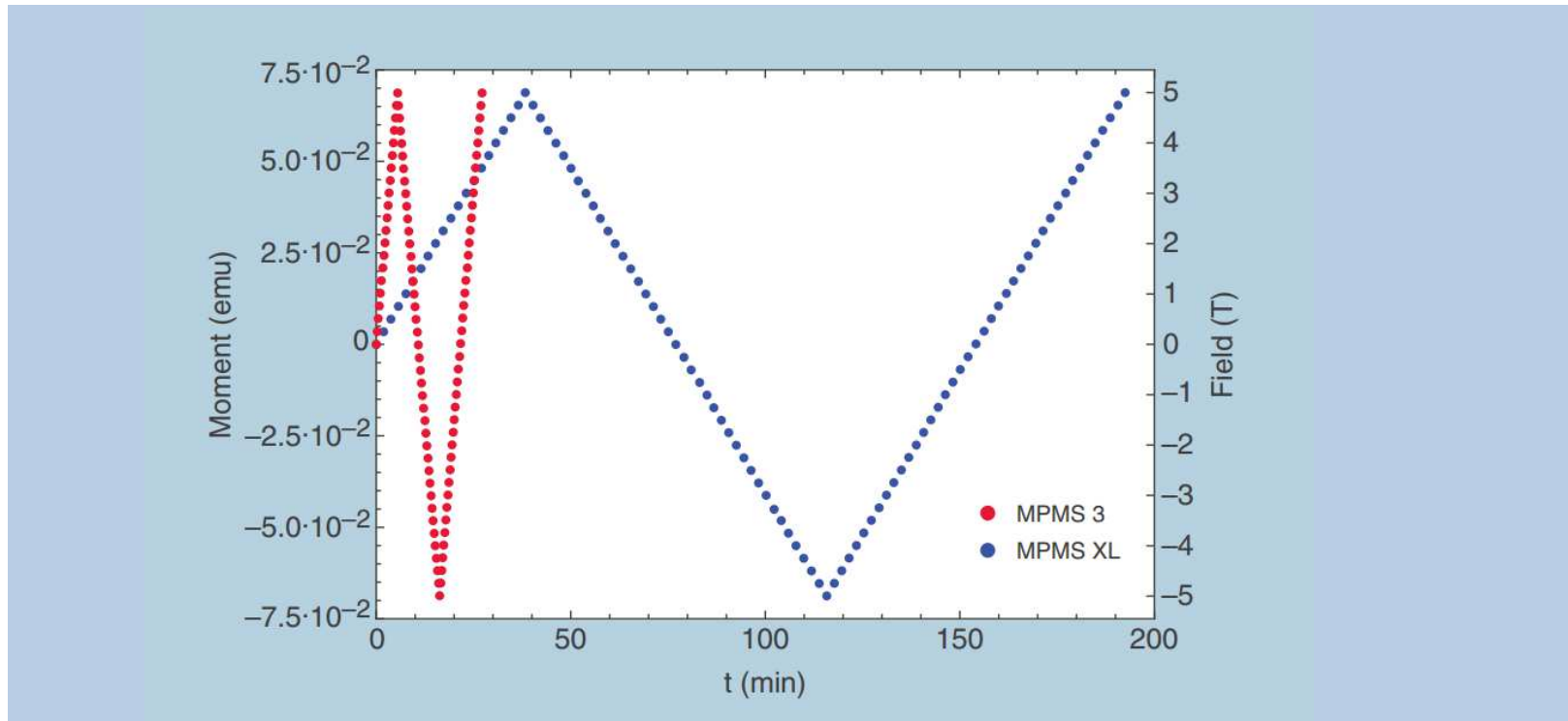
温度安定性 (Stable) ~ mK

# Specifications

---

- 温度範囲 **1.8 K – 400 K** (*< 1000 K oven*)
- 冷却速度 **0.01 K/min – 30 K/min**  
*RT => 1.8 K in 30 min !!*
- 磁場範囲 **± 70,000 Oe** (*7 Tesla*)
- 印加速度 **≤ 700 Oe/s**
- 残留磁場 **≤ | 30 Oe |**
- BG磁化 **≤ 1x10<sup>-8</sup> emu** (*≤ 2500 Oe, 10s*)  
**≤ 8x10<sup>-8</sup> emu** (*> 2500 Oe, 10s*)
- 最大測定磁化 **2 ~ 3 emu**

# Specifications



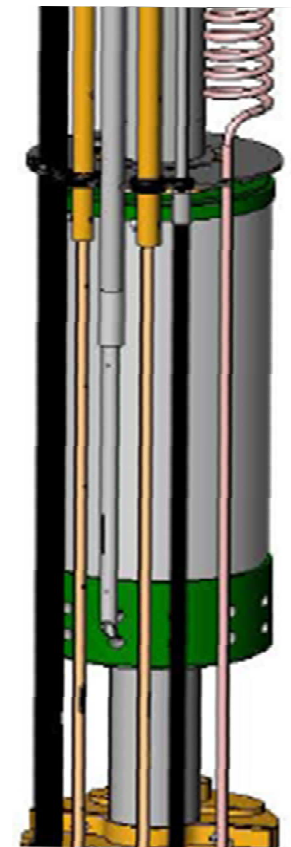
- BG磁化  $\leq 1 \times 10^{-8}$  emu ( $\leq 2500$  Oe, 10s)  
 $\leq 8 \times 10^{-8}$  emu ( $> 2500$  Oe, 10s)
- 最大測定磁化  $2 \sim 3$  emu



# Magnet Configuration

- 7 Tesla Solenoid Coil
- 常にマグネットと電源が接続されてた  
『ドリブンモード』、永久電流モード無し
- ガスヘリウムを利用したコイル冷却手法
- 軸方向に±2cm の範囲で0.01%の磁場均一性  
(磁場は下から上が正)
- ULFオプション用のコイル内蔵
- ACオプション用のコイル内蔵

Helium level 100%



# Field Control with 7T Solenoid Coil

ドリブンモードである代わりに  
独自開発の“Quick Switch”を使用

- Fast ramping 700 Oe/s
  - Slow ramping 0.1 Oe/s
- ✓ Quick switch®
- Low noise
  - Small L.He consumption
- ✓ Hybrid Magnet Controller  
“D” control / “A” feedback
- Smooth current ramp
  - Fast stabilization

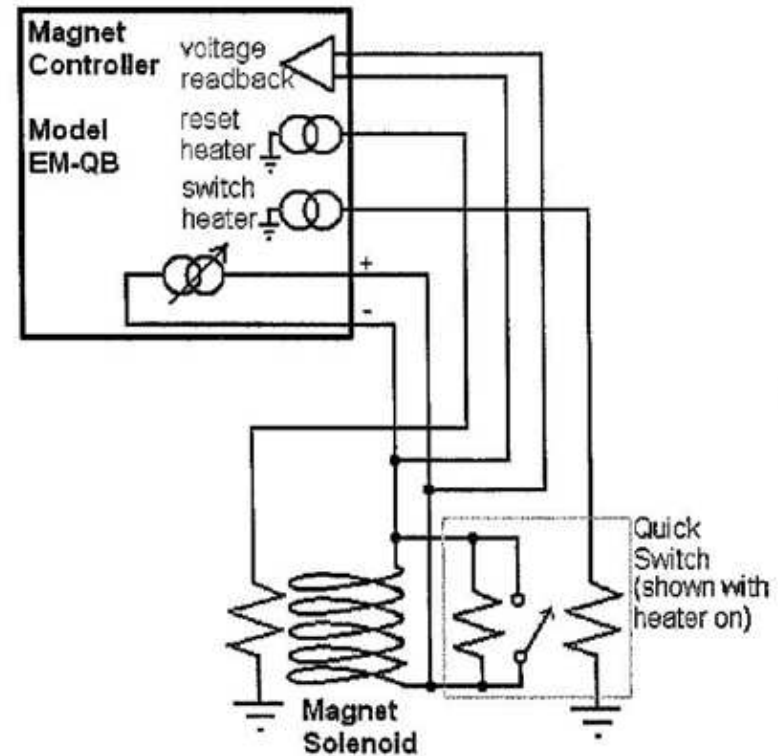
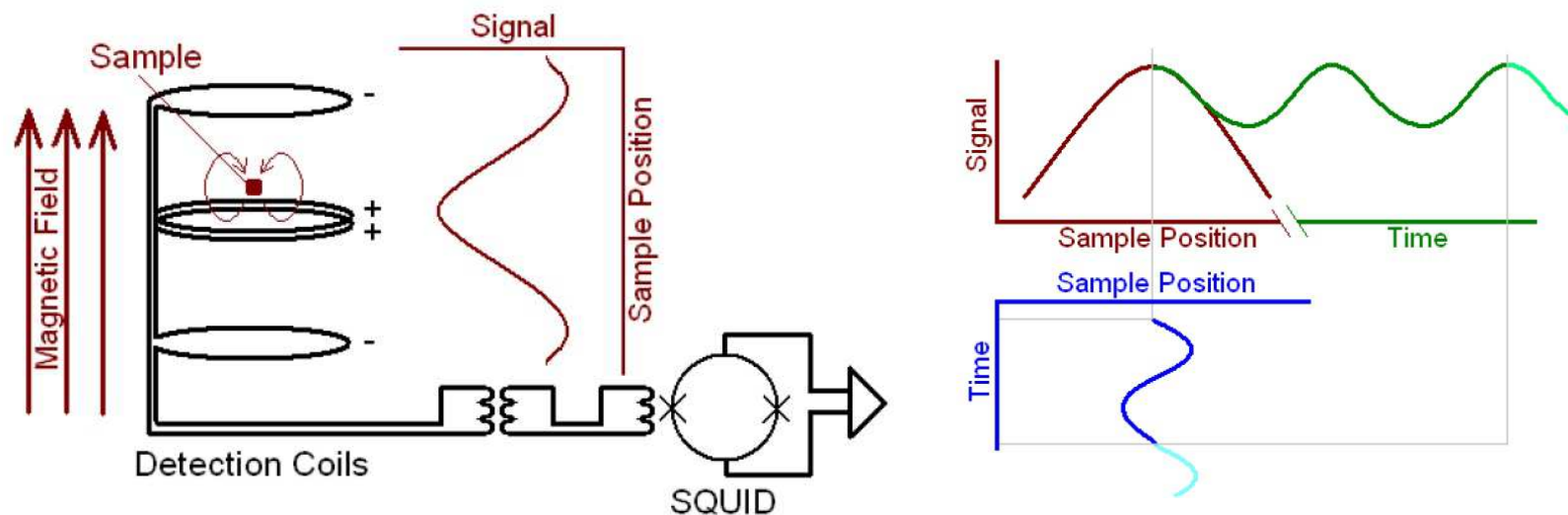


Figure 3-7. Magnet Control Diagram.

# S-VSM vs. Standard VSM vs. "DC-scan"

	SVSM	"standard" VSM	MPMS
<b>Detection</b>	Lock-in on $2f$ signal vs. time based on sinusoidal sample motion	Lock-in on $1f$ signal vs. time based on sinusoidal sample motion	Fit to <b>dc</b> signal vs. position

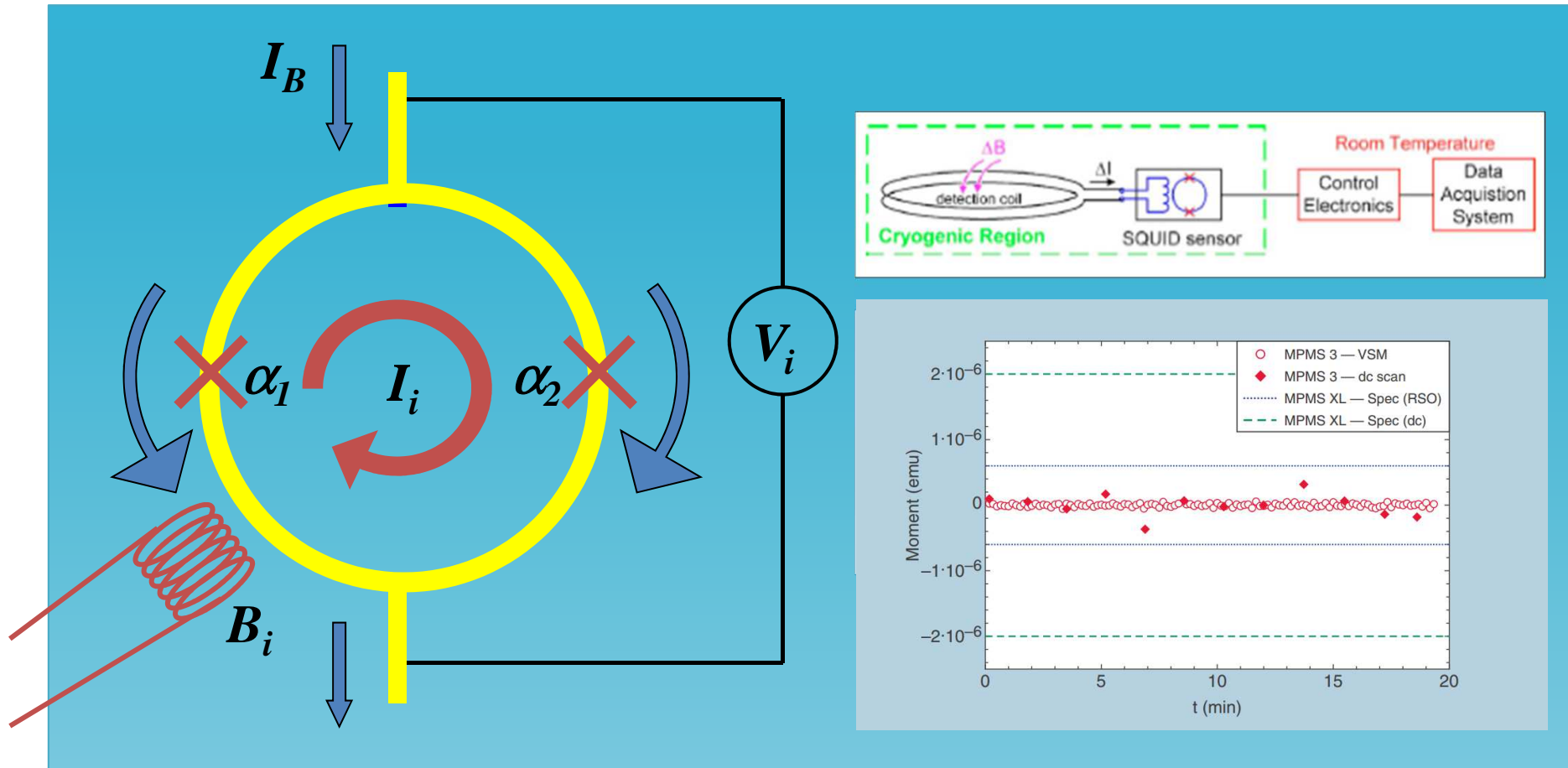


SQUID detection schematic.

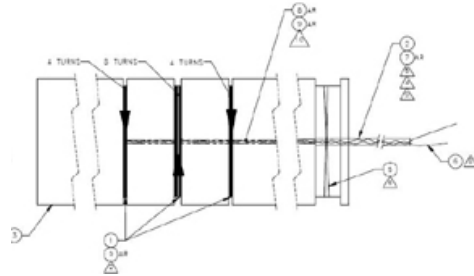
# SQUID (Superconducting QUantum Interference Device)

超伝導量子干渉磁束計

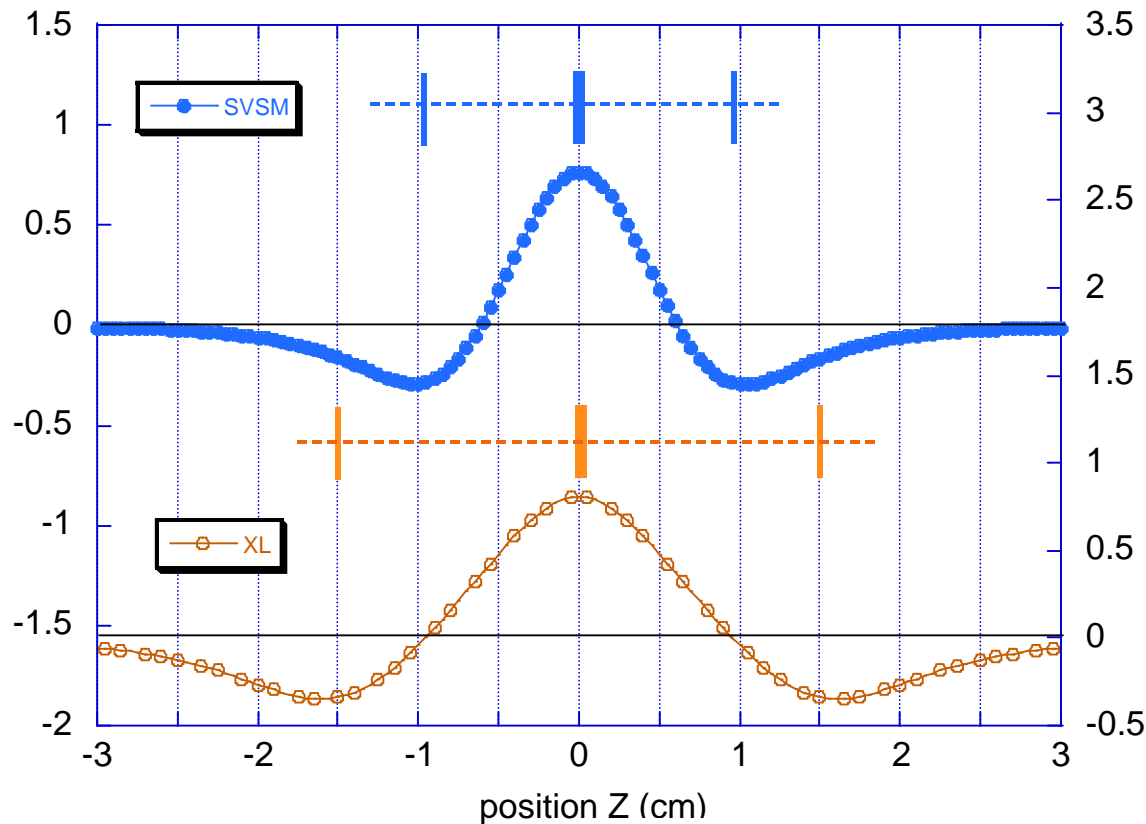
*as one of the most sensitive  $\Delta B$  to  $\Delta V$  converter*



# 2<sup>nd</sup> Order Gradiometer



SQUID Voltage as a Function of Dipole Position



- 巻方向が逆

- ⇒ フィッティングカーブ

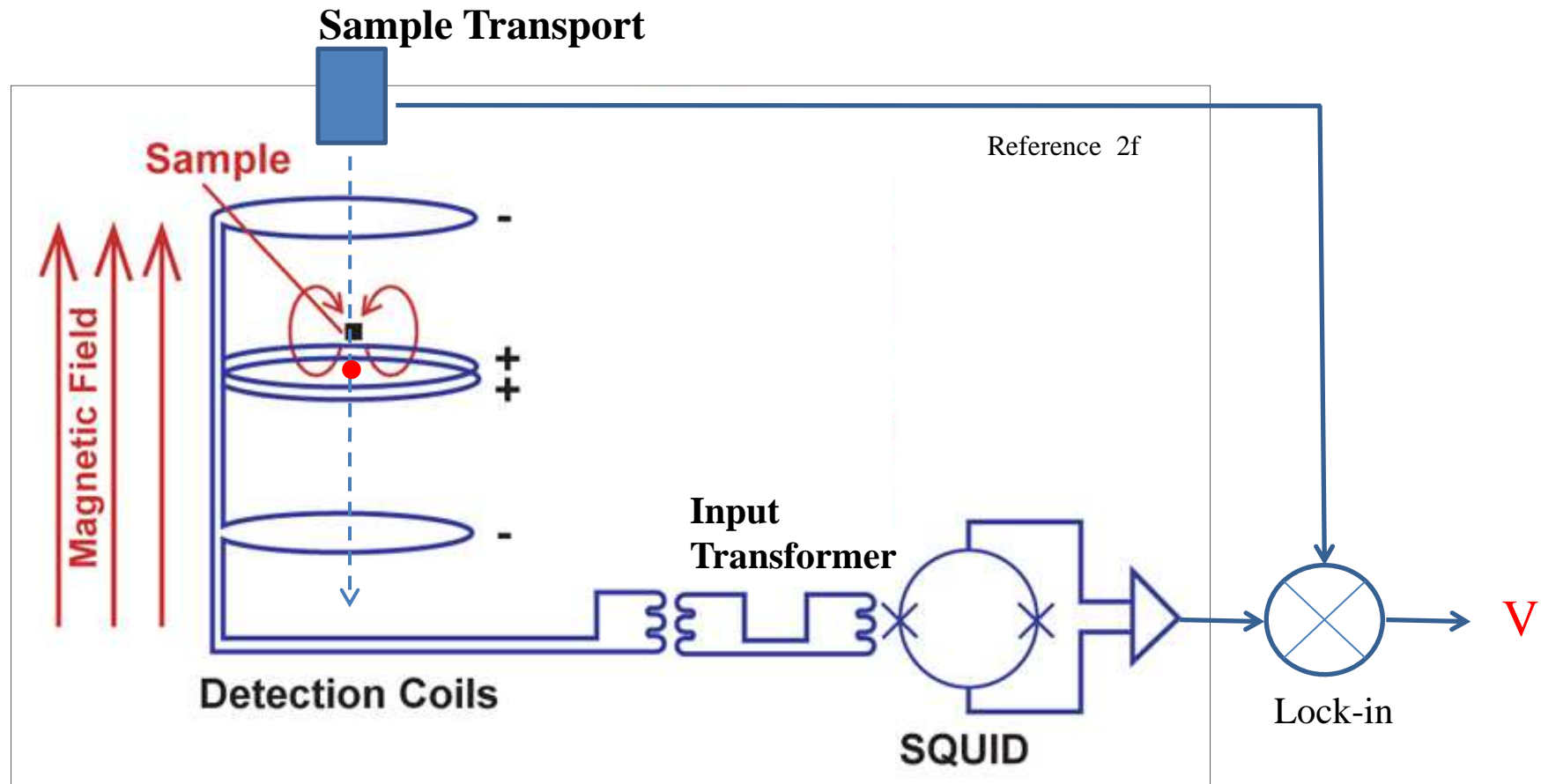
- ⇒ 生データから良悪判断

- 外乱に強い

- ⇒ 高精度・高感度

# VSM Measurement Mode (SVSM)

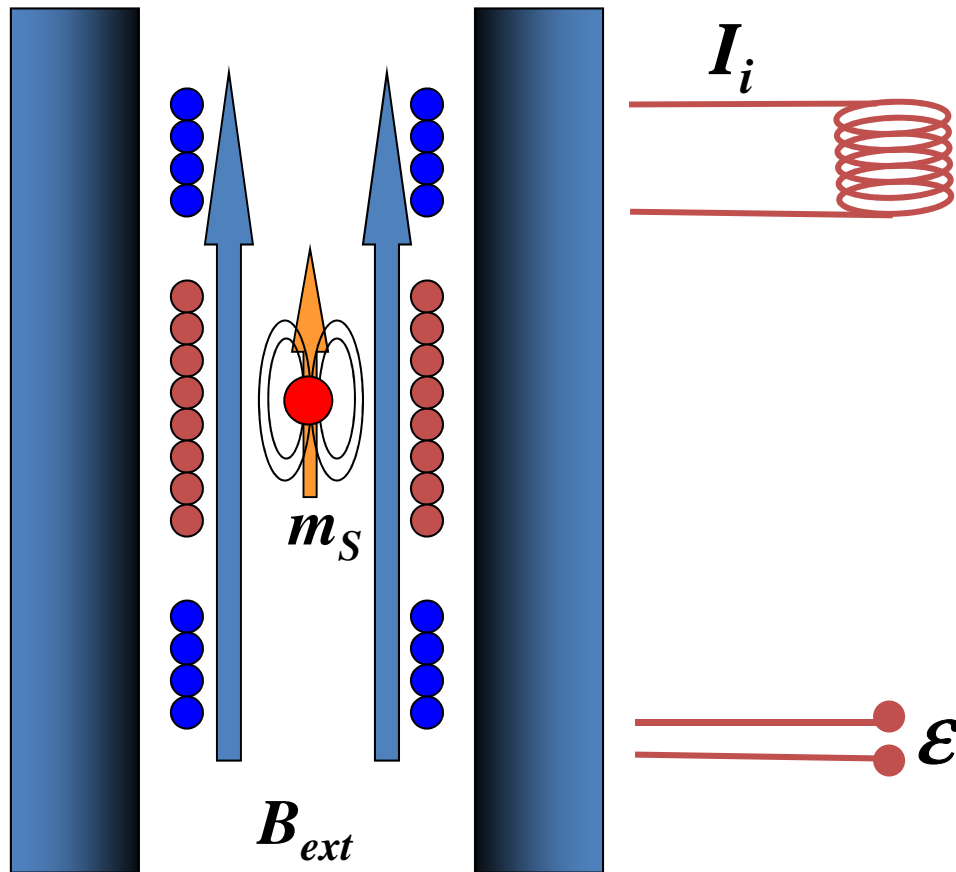
- 最も高感度で磁化の小さいサンプルでも測定可能
- 温度変化測定時により有効
- サンプルの固定は“しっかり”と、サンプル形状効果に注意





# VSM Measurement Mode (SVSM)

## VSM



*Sample oscillates with frequency  $f$  and amplitude  $A$*

*SQUID-VSM:  
Superconducting  
gradiometer*

$$I_i \sim m_s \sim A^2$$

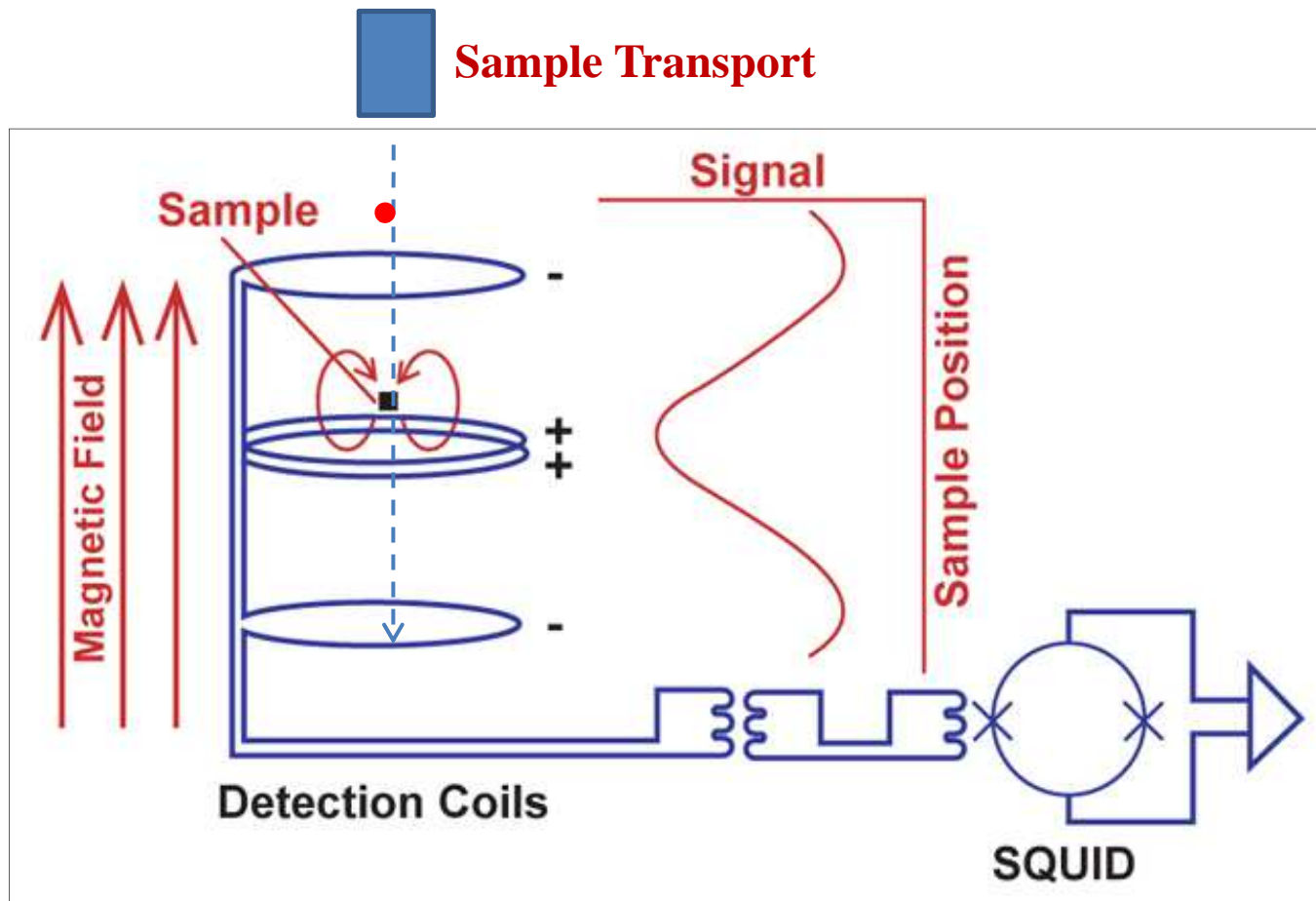
*Frequency independent*

*"Standard" VSM:  
Normal gradiometer*

$$\mathcal{E} = -\frac{d\Phi_B}{dt} \sim f \times A$$

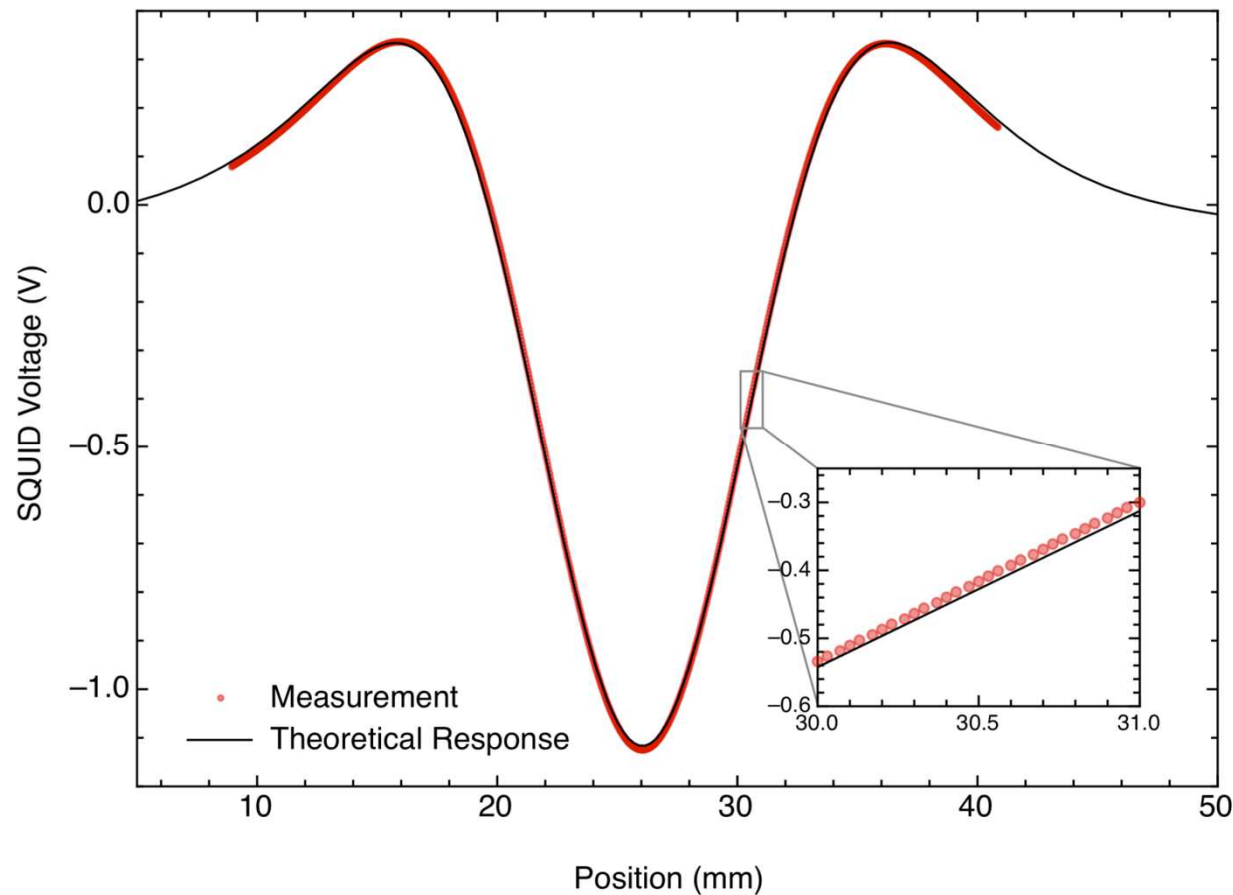
# DC-scan Measurement mode

- 生データの確認が可能
- サンプルの固定が容易で、ストローをホルダーとして使用可
- ゆっくり、バックグラウンドの差し引きが必要な場合も



# DC-scan Measurement mode

- Looking at a single DC scan wave form:



## 測定時変更パラメータ

- Scan Length
- Scan Time

## 生データ

- 200 points/scan

(Background Subtract)

# Agenda

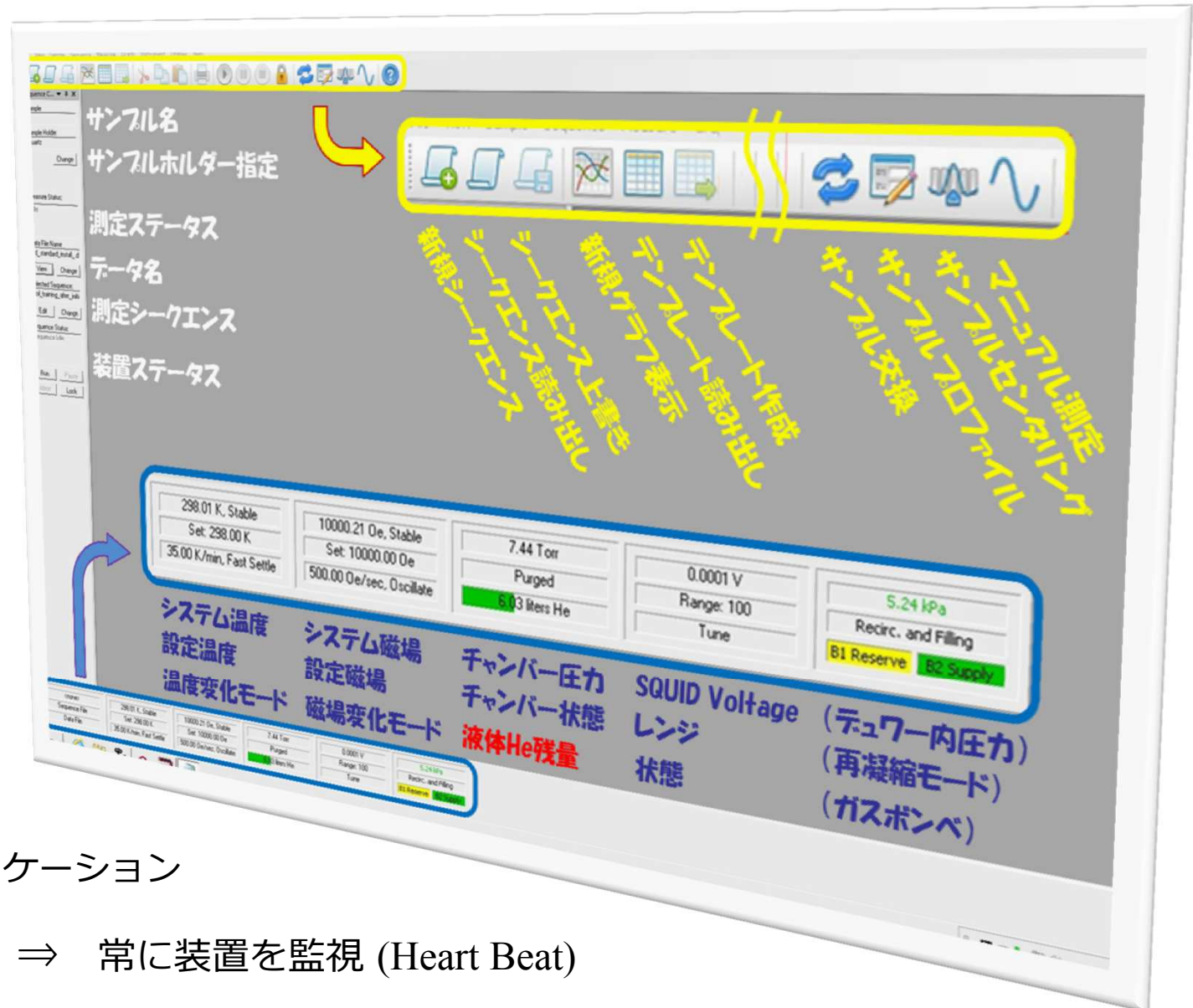
---

- インTRODクシヨN
- ハードウェアの概要
- 装置の仕様
- 測定原理
- **ソフトウェア外観**
- **一般的な測定方法**



# MultiVu (2.3.10.0) – MPMS3

- システム温度制御
- システム磁場制御
- サンプル室制御
- SQUID制御
- シークエンス作成
- 自動測定
- データ閲覧
- グラフ描画
- オプション類制御



## ◆ Windows BG アプリケーション

- MPMS3 Services ⇒ 常に装置を監視 (Heart Beat)
- CAN Manager

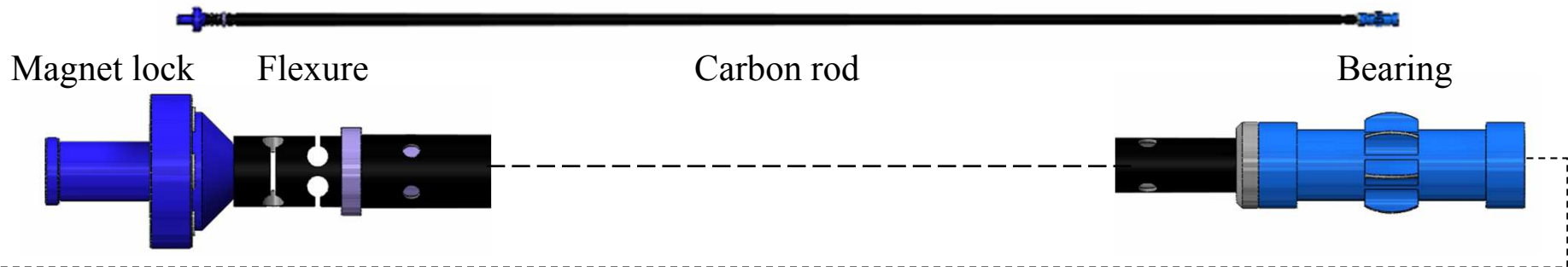
# Measurements - contents

---

- 測定準備
  - Sample rod and sample holder
  - Sample size, shape, form
  - Sample mounting and background contributions
- 測定モード
  - DC scan
  - (VSM)
- 一般的な測定 ( M(H), ZFC/FC and M(T) sequences)
  - 温調制御
  - 磁場制御
- 標準サンプルについて
  - Pd standard
  - Er:YAG sandard
  - In standard



# Sample Preparation



## 石英ホルダー (半月柱型)

磁化率が非常に低い、壊れやすい → 小さいモーメント + 高い感度で使用



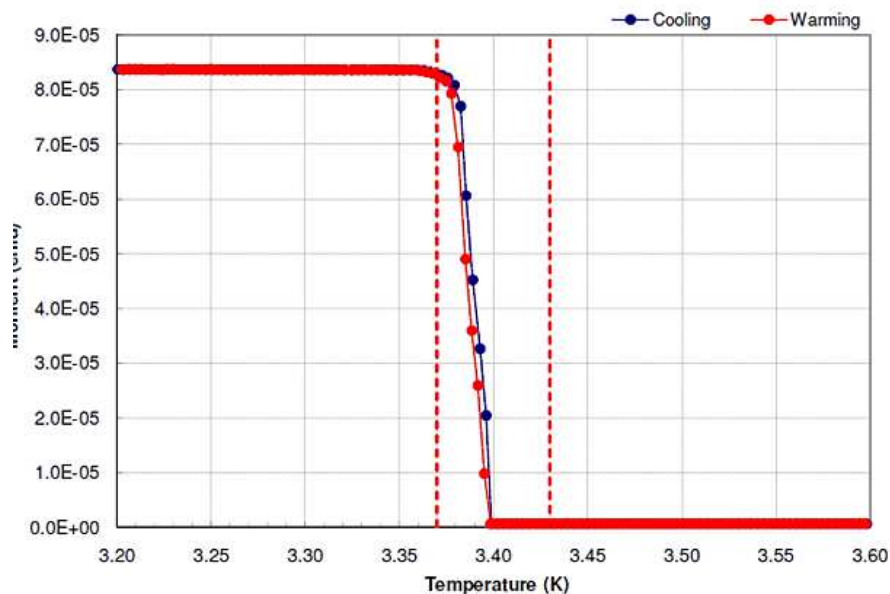
## 真鍮ホルダー (船型)

石英に比べ丈夫だが、 $10^{-6}$  emu 程度のバックグラウンド → 大きいモーメント



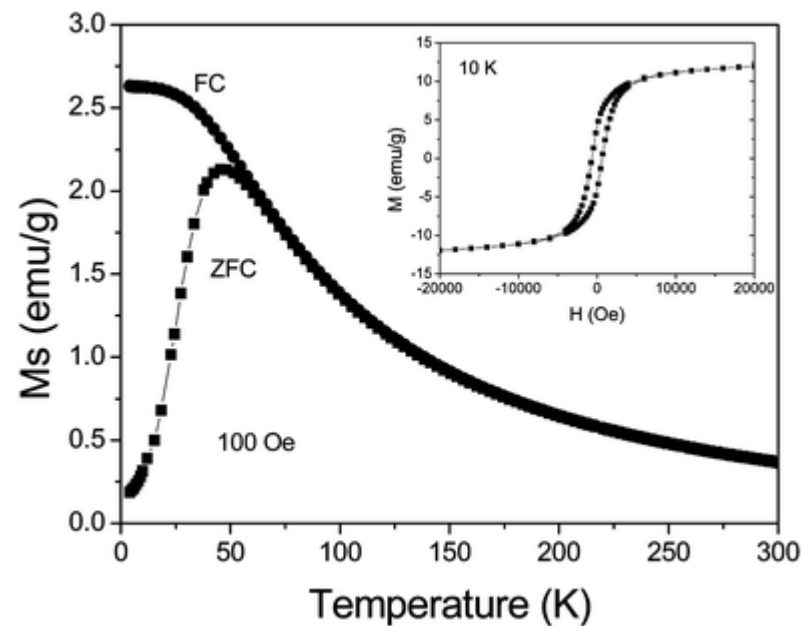
# Typical measurements

- モーメントの温度変化  
(*Moment vs Temp.*, MT測定)



- 相転移温度測定
- 磁化ふるまいの温度依存性

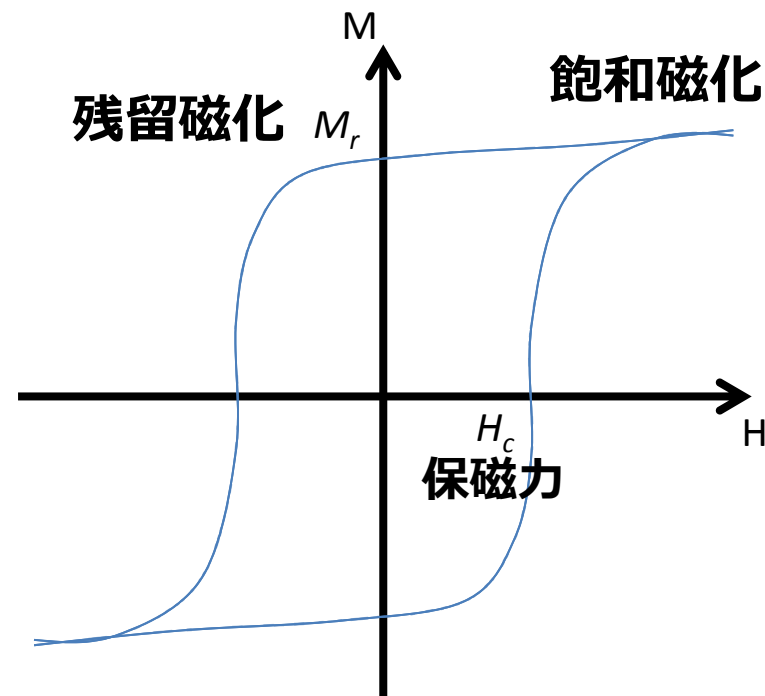
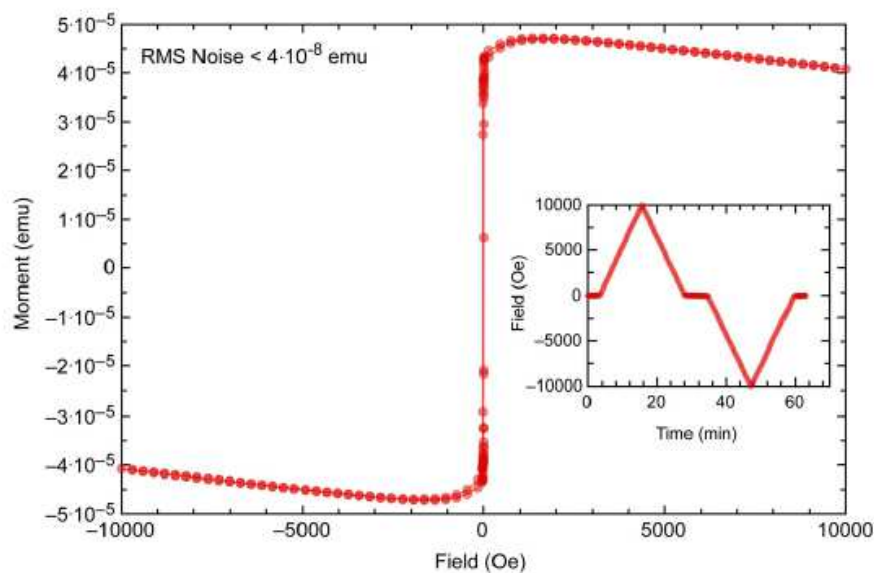
- 磁場中冷却とゼロ磁場冷却  
(*ZFC vs FC*)



- 超伝導体のマイスナー効果
- ピン止め効果

# Typical measurements

- **モーメントの磁場変化**  
(*Moment vs Field, M(H)測定*)



- 磁場相転移の観察
- 磁化ふるまいの磁場依存性

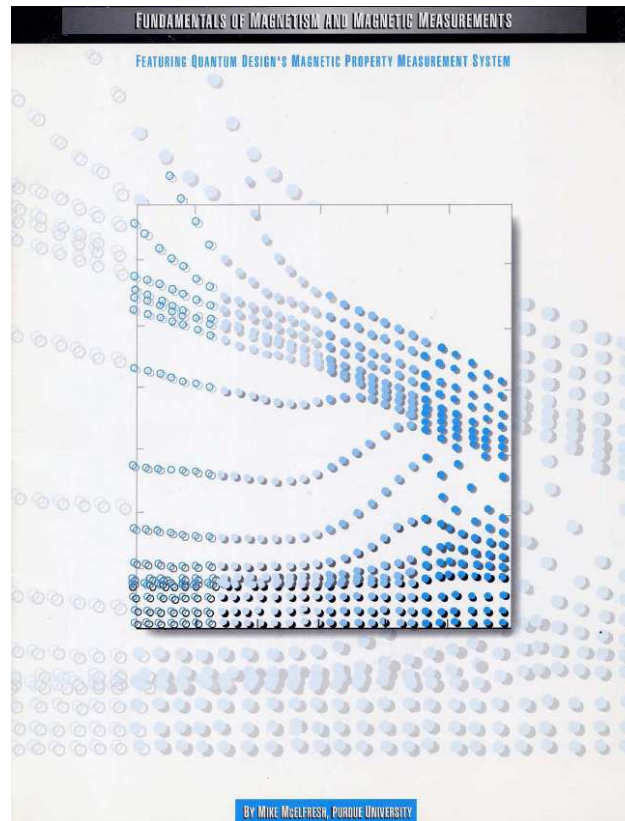
- 反磁性
- 常磁性 / 強磁性
- 超伝導体の臨界磁場

# [MPMS3] VSM vs. DC Scan

	Pros	Cons	When to use
VSM mode	<p>Fast;</p> <p>Constant field and temperature;</p>	<p>No raw data for post processing;</p> <p>Force on sample;</p>	<p>Preliminary study to quickly gain the main picture;</p> <p>Measurement where high point density is desired (e.g. to define an irreversible point)</p> <p>Batch measurement for a large sample series;</p> <p>Sample with strong hysteresis such as superconductors and soft magnets;</p>
DC Scan Mode	<p>Raw data collected for modeling or diagnosis;</p> <p>Gentle on sample;</p>	<p>Slower;</p> <p>Moving sample in field and temperature variation</p>	<p>Close study of anomalies where modeling maybe necessary;</p> <p>Sophisticated background subtraction needed;</p> <p>Liquid samples;</p> <p>Straw sample holder;</p>

# *Fundamentals in Magnetism and magnetic measurements*

---



<http://www.qdusa.com/sitedocs/appNotes/mpms/FundPrimer.pdf>

# Agenda

---

- **実際のサンプル測定**
  - サンプルマウント
  - マニュアル測定 / 測定シーケンスの作成



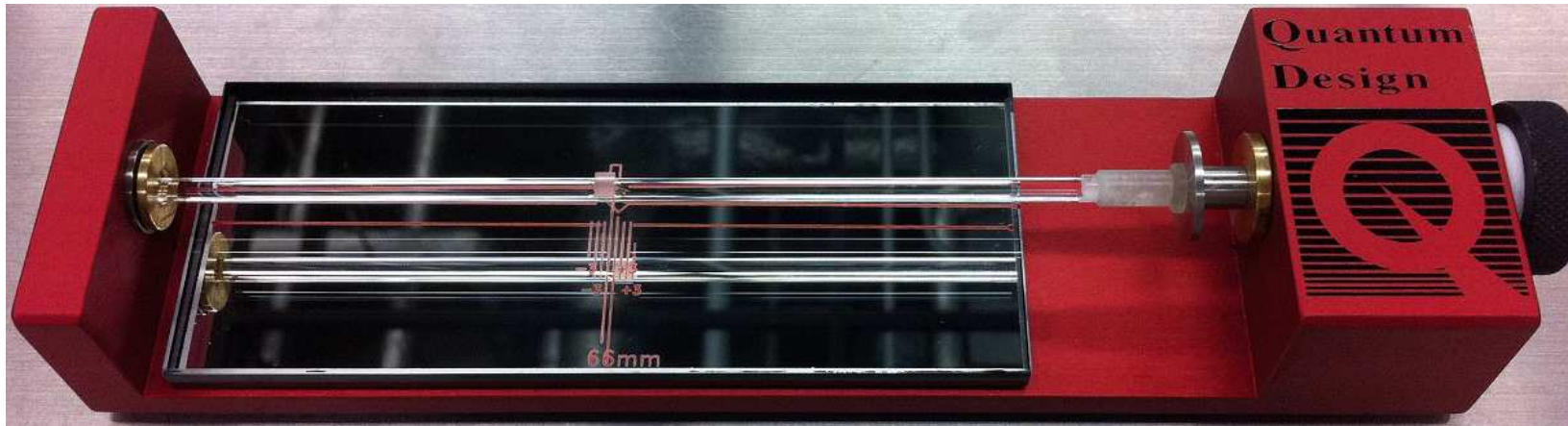
# Sample Preparation

---

- 形状、大きさ
  - 測定誤差(測定不能)の原因になるため、注意すること  
試料の大きさは **5mm以内** にすること  
形状効果によって計算値と異なる場合がある  
→ **アプリケーションノート1500-015を参照**
- 位置合わせ
  - 試料固定時に中心位置にしっかり合わせる
  - 検出コイルの中心に試料が来るように合わせる(Sample Location)  
→ **アプリケーションノート1500-010を参照**
- 測定条件
  - 磁場変化の測定時は **Sweepモードを使用しない**
  - 試料のモーメントが小さい場合は振幅、積算時間および回数を延ばす

# Sample Preparation

- 固定方法
  - i. 石英ホルダー



サンプルホルダーをSample Mount Stationにセットする



接着剤を数滴塗る



試料を張り付ける

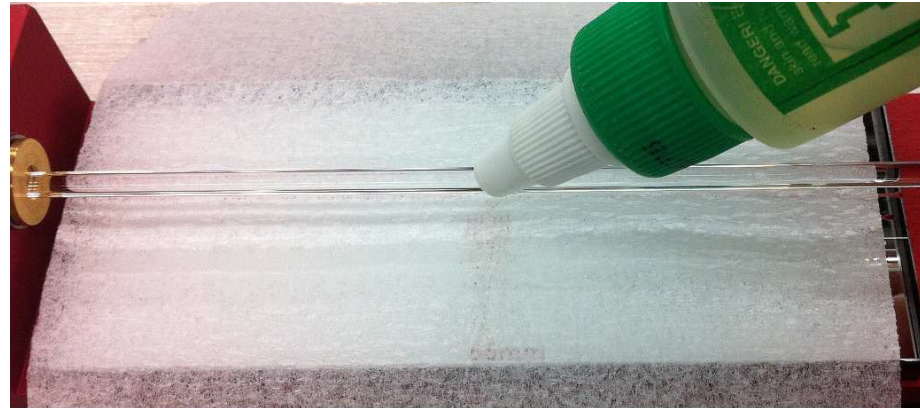


待機中で十分に乾燥、試料室に入れ数回パーズを行い更に乾燥



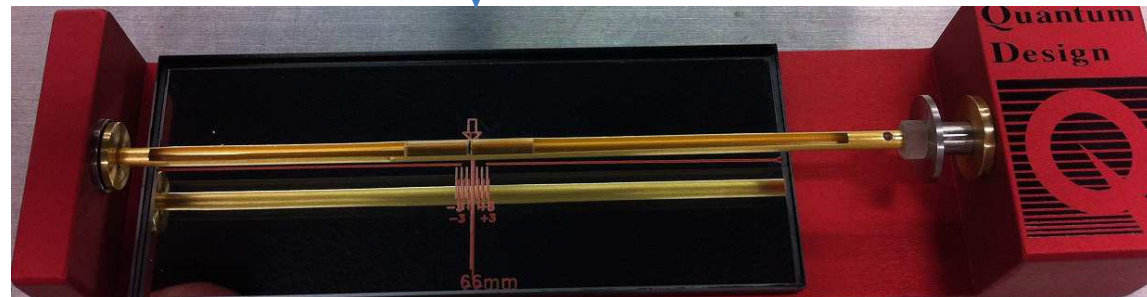
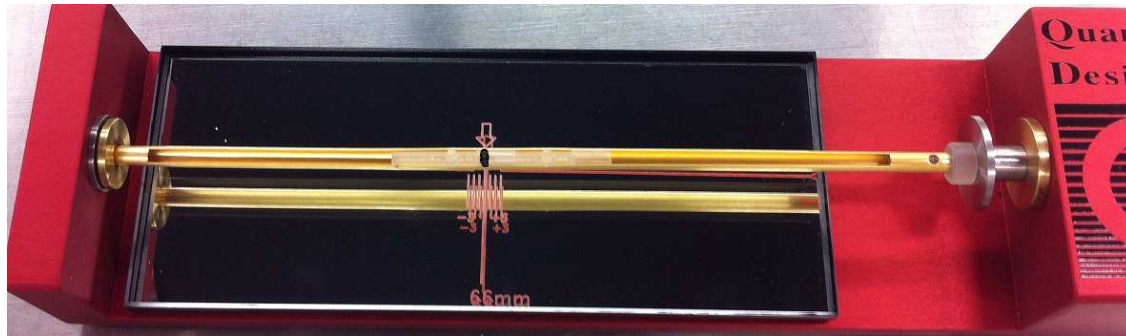
# Sample Preparation

- 固定方法
  - i. 石英ホルダー

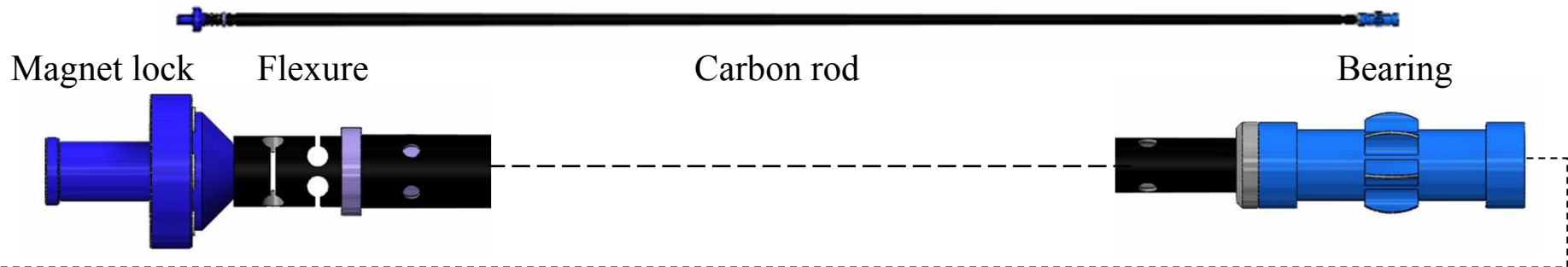


# Sample Preparation

- 固定方法
  - ii. 真鍮ホルダー



# Sample Preparation



## 石英ホルダー (半月柱型)

磁化率が非常に低い、壊れやすい → 小さいモーメント + 高い感度で使用

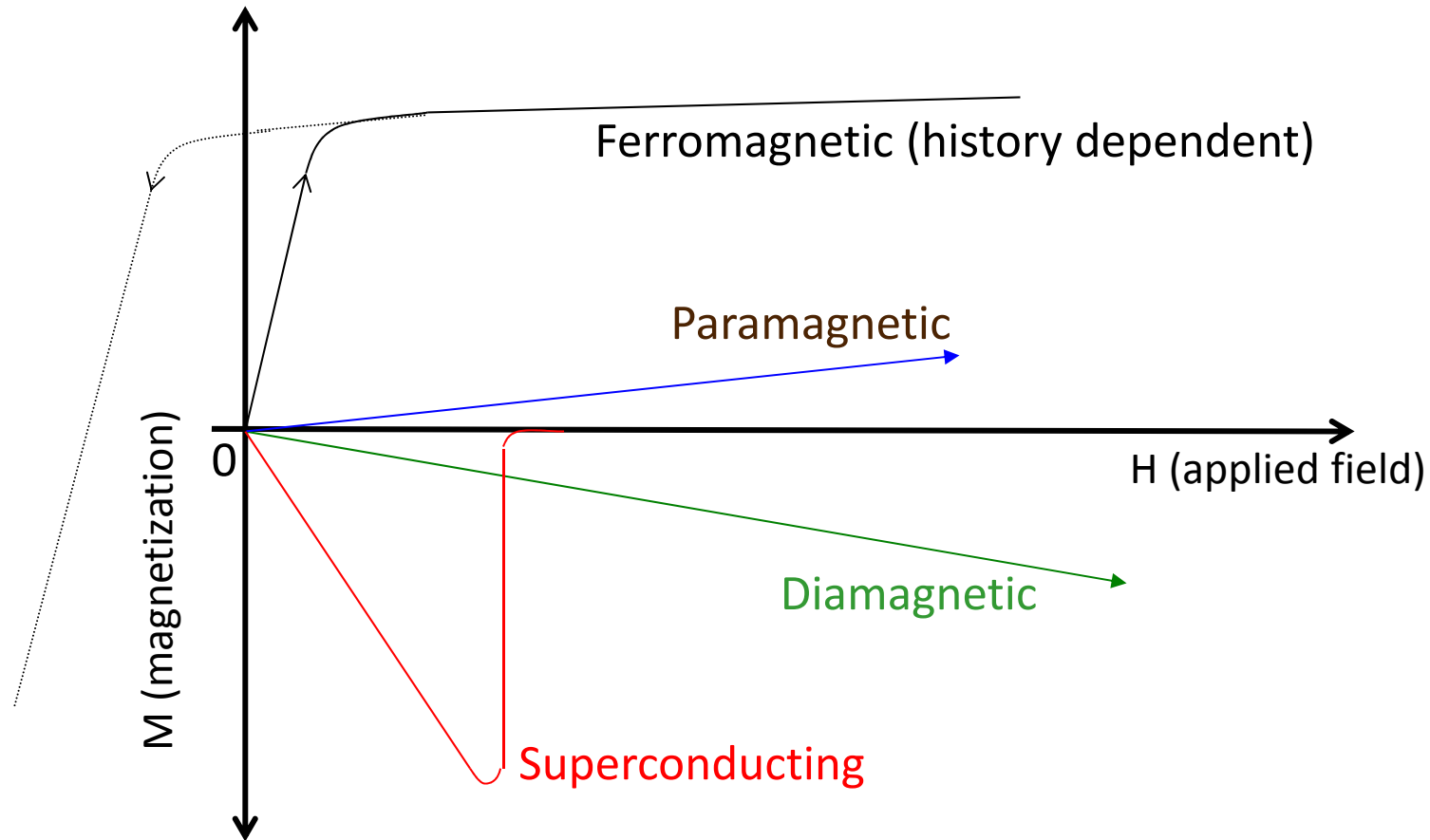


## 真鍮ホルダー (船型)

石英に比べ丈夫だが、 $10^{-6}$  emu 程度のバックグラウンド → 大きいモーメント



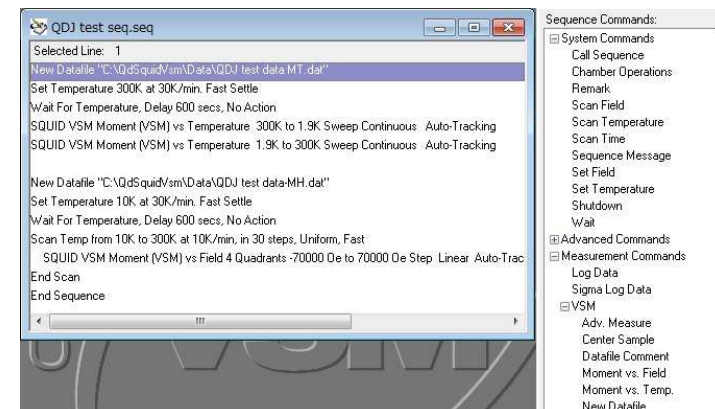
# Magnetization in Applied Field: "M vs H"



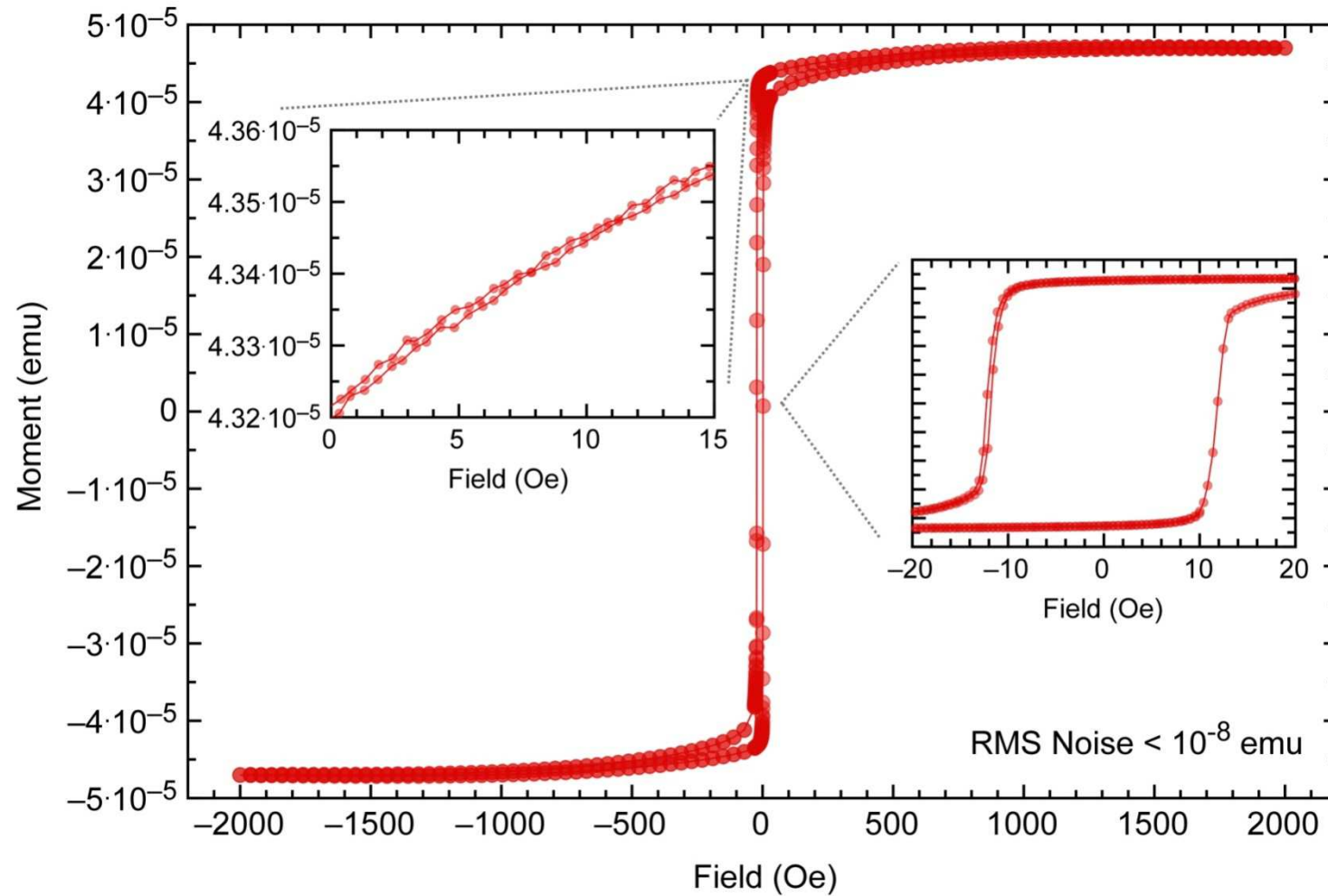
# Sequences

- 測定データ保存先の設定
- 残留磁場に気を付ける  
(Ramp in Oscillate mode, **Magnet Reset**)
- 磁場の設定は Stabilize at each field のみ
- 温度の設定は Sweep(速い)、 Stepwise(正確)
- シーケンスを開始するときの初期状態は？
- 室温から10K以下の低温にする場合は10KでStable 後 600秒以上待ってから下げる
- シーケンス終了時の温度、磁場の設定

- Magnet Reset.seqの作成



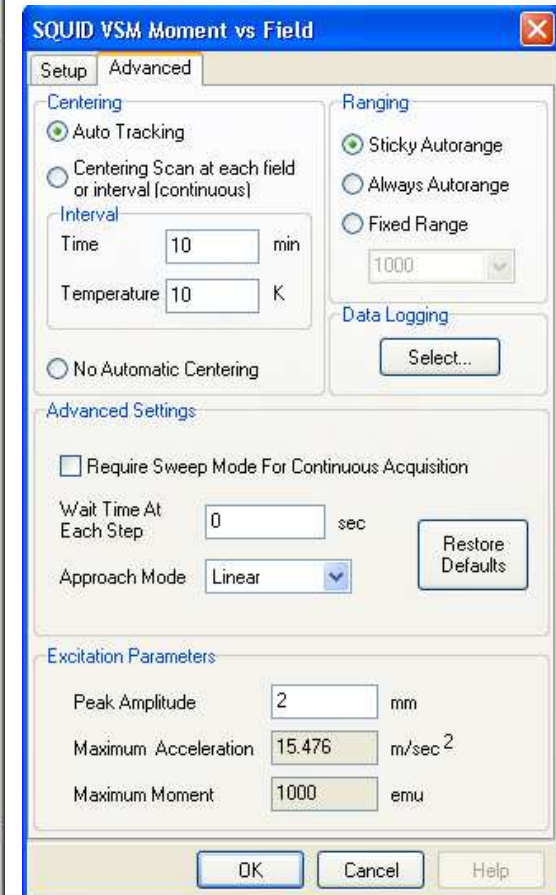
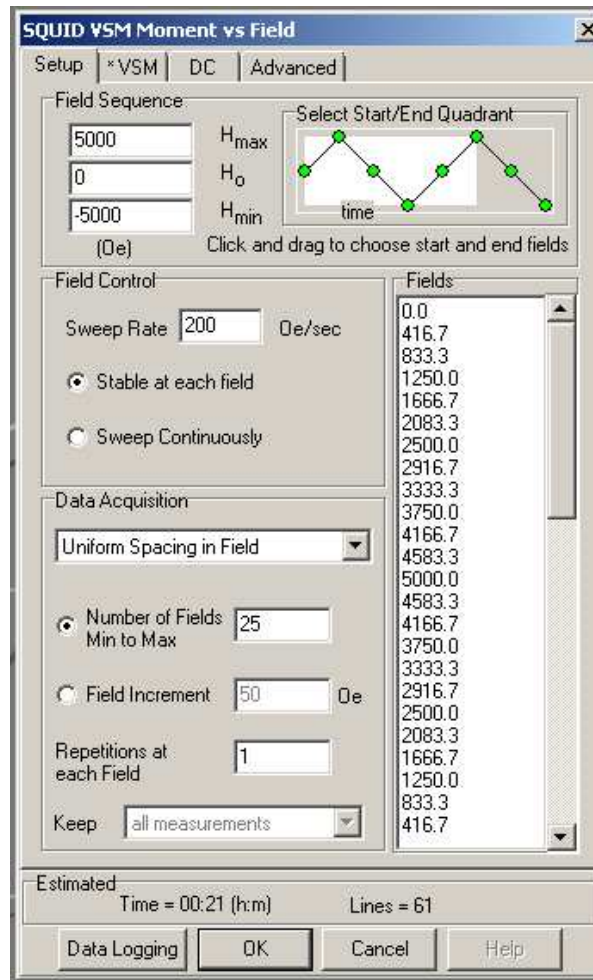
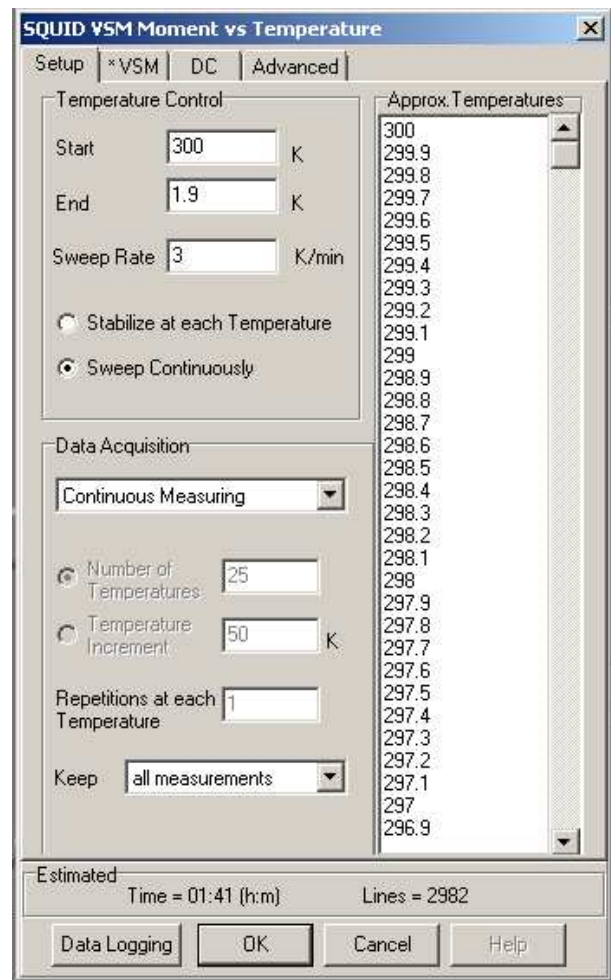
# ''M vs H'' measurement (NiFe @ 5K)





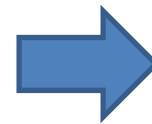
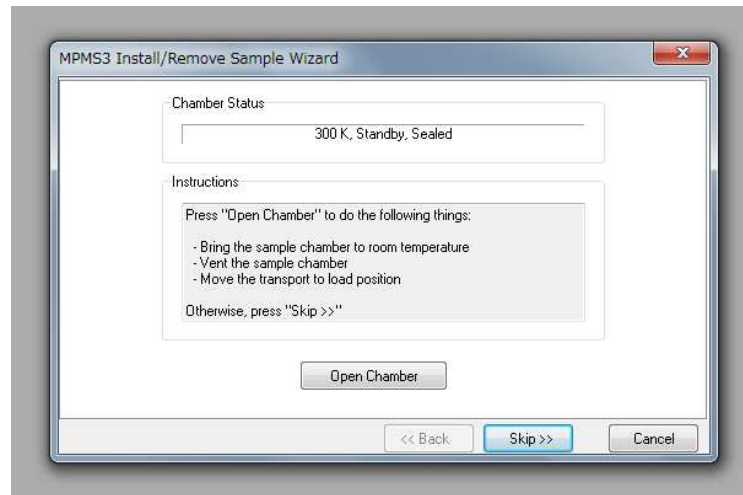
# Sequence command dialog window

→ Use  $M(H)$  and  $M(T)$  loop generator

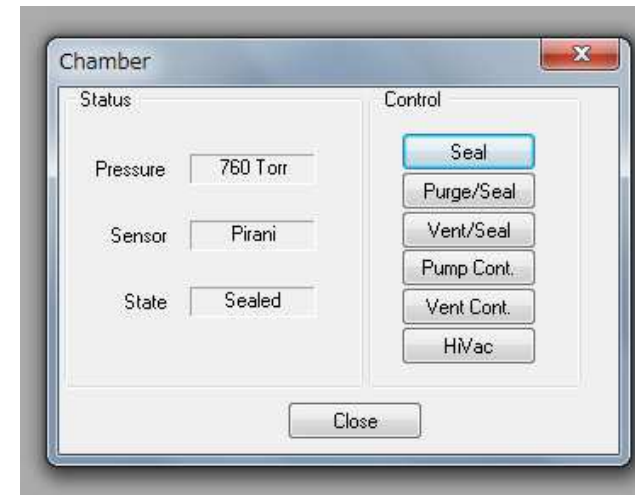


# Post Measurement - Analysis

サンプル取出し



Purge & seal



**Data:** C:\¥QdSquidVsm¥Data  
**Sequence:** C:\¥QdSquidVsm¥Sequence  
**Qmap:** C:\¥QdSquidVsm¥Qmaps  
**BRLog:** C:\¥QdSquidVsm¥MultiVu¥BRLog.dat  
**EVENT.LOG:** C:\¥QdSquidVsm¥MultiVu¥EVENT.LOG  
**ZipLog:** C:\¥QDLogs



# Latest Options for MPMS3

---

- MPMS3に対応したオプション
  - AC
  - Ultra Low field
  - Oven
  - FOSH
  - Rotator
  - ETO



# MPMS3 options: OVEN

- **Principle of Operation**

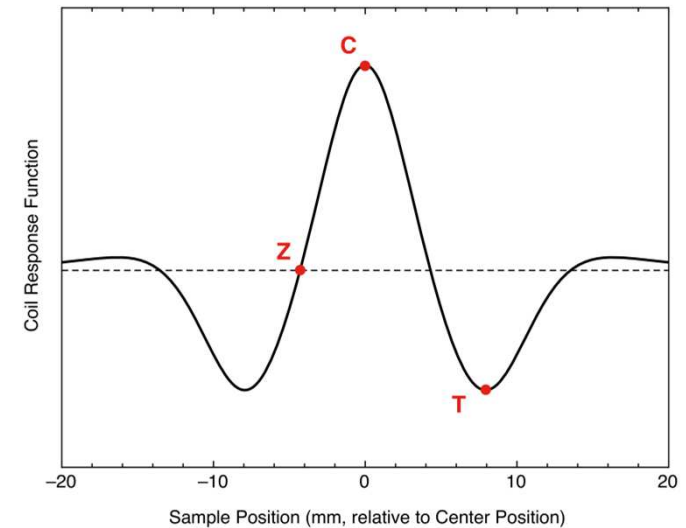
- AC module measures AC response as seen by the SQUID when applying AC field
- Measurement performed at multiple locations (Z,C,T) in gradiometer to remove drifts and background signals

- **Option hardware** (in-field upgrade available)

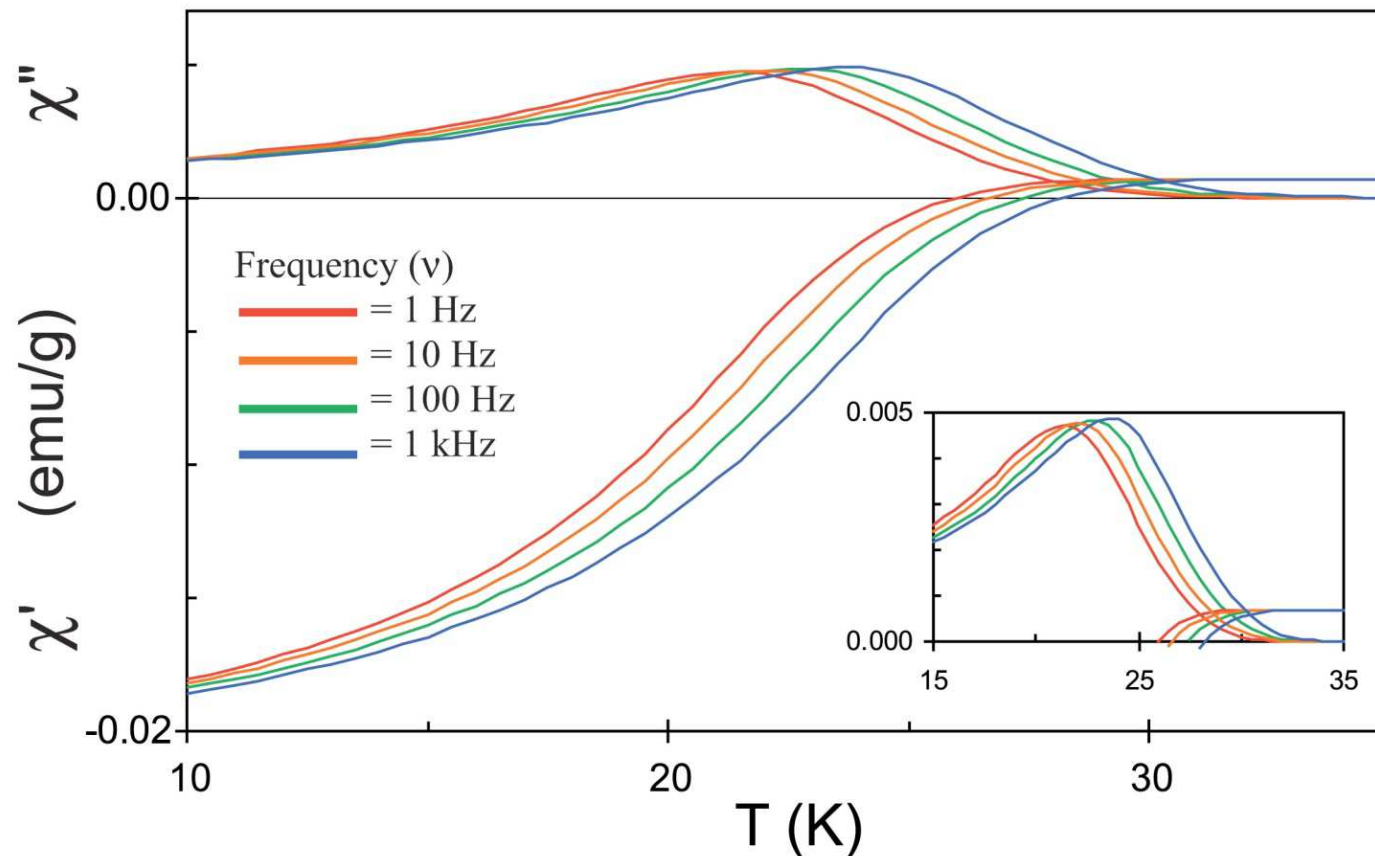
- AC module
- Two separate coils in magnet for AC field and background signal compensation

- **Specifications**

- Frequency range 0.1Hz-1kHz
- AC amplitude 0.1 Oe up to 10 Oe
- Sensitivity  $\leq 5 \times 10^{-8}$  emu
- $\leq \pm 1\%$  (moment),  $\leq \pm 0.5^\circ$  (phase)



# AC: Frequency dependence (Superconducting transitions)



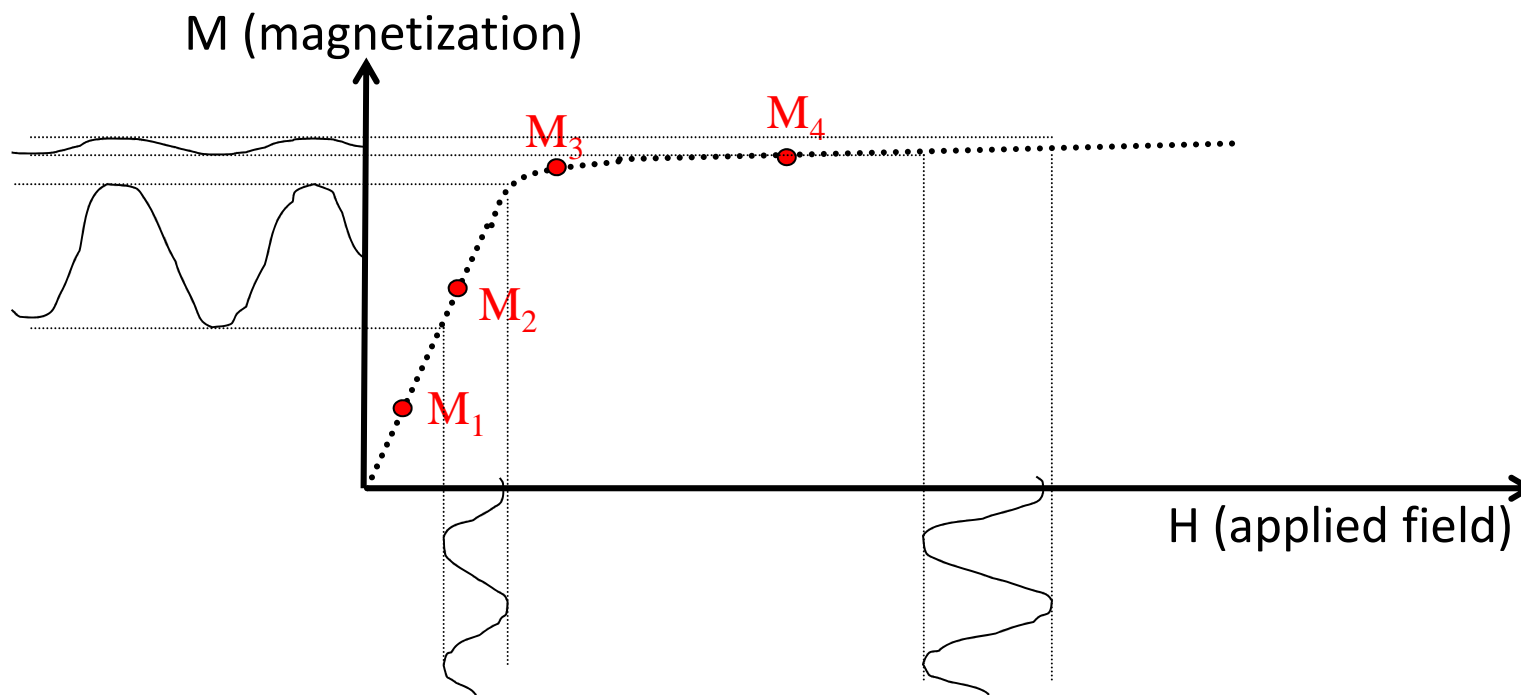
AC Susceptibility  $\chi(T, f)$   $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$

# Distinction between DC and AC measurement

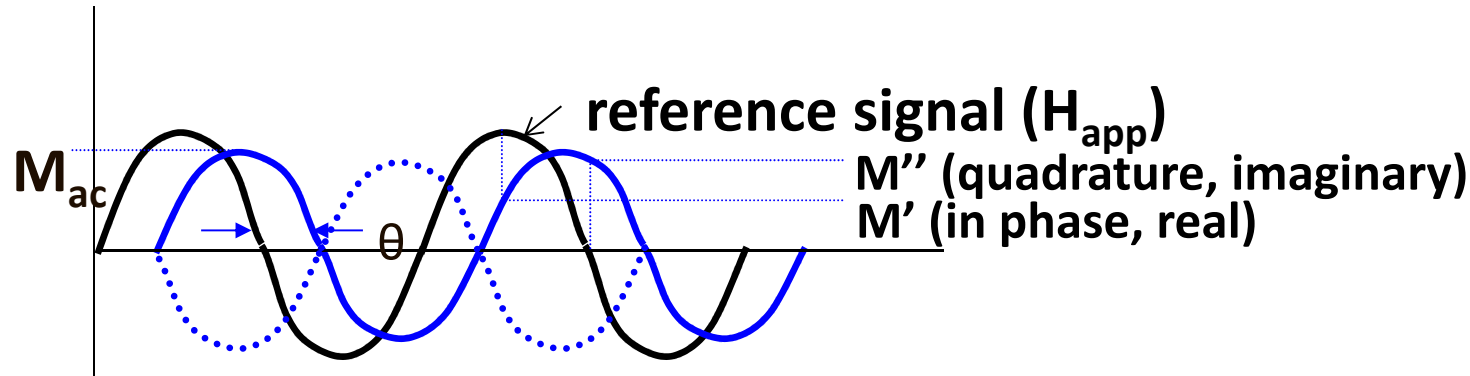
“Susceptibility” =  $\chi$  = slope of M/H curve

Absolute  $\chi_{DC}$  vs. local  $\chi_{ac}$ ...

they are not the same [ $\chi_{ac} = dM/dH$ ]



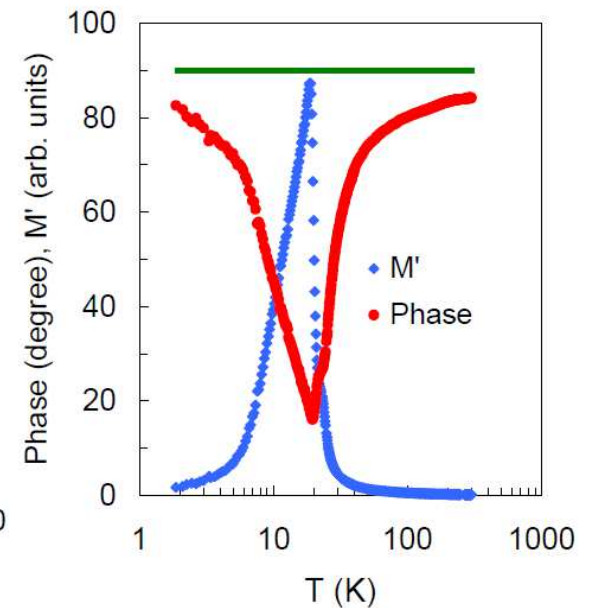
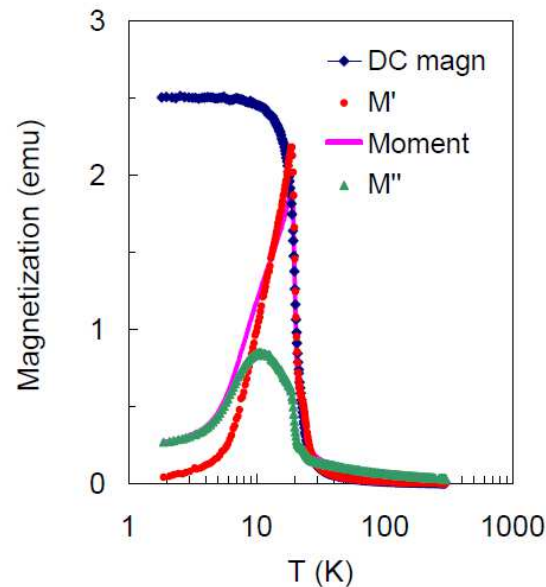
# AC magnetometry



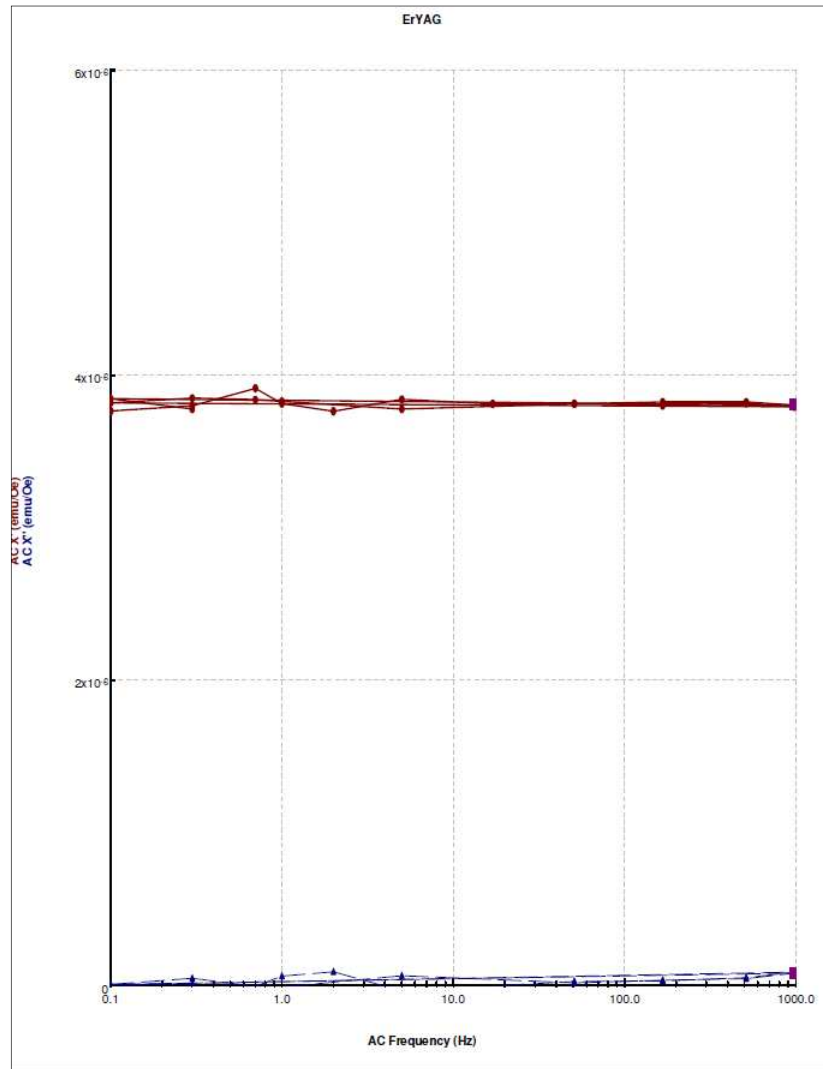
- $\text{Pr}_{0.75}\text{La}_{0.25}\text{Ni}$
- Ferromagnetic metal with  $T_c$  around 19.5 K
- Both  $\chi'$  and phase  $\varphi$  shows maxima close to  $T_c$
- Huge  $\chi''$  in phase transition region due to eddy current heating

Ref:

[http://einrichtungen.ph.tum.de/E21/uebungen/magnetismus/ws03\\_04/skript/Mag0304\\_6.pdf](http://einrichtungen.ph.tum.de/E21/uebungen/magnetismus/ws03_04/skript/Mag0304_6.pdf)



# AC calibration standard sample



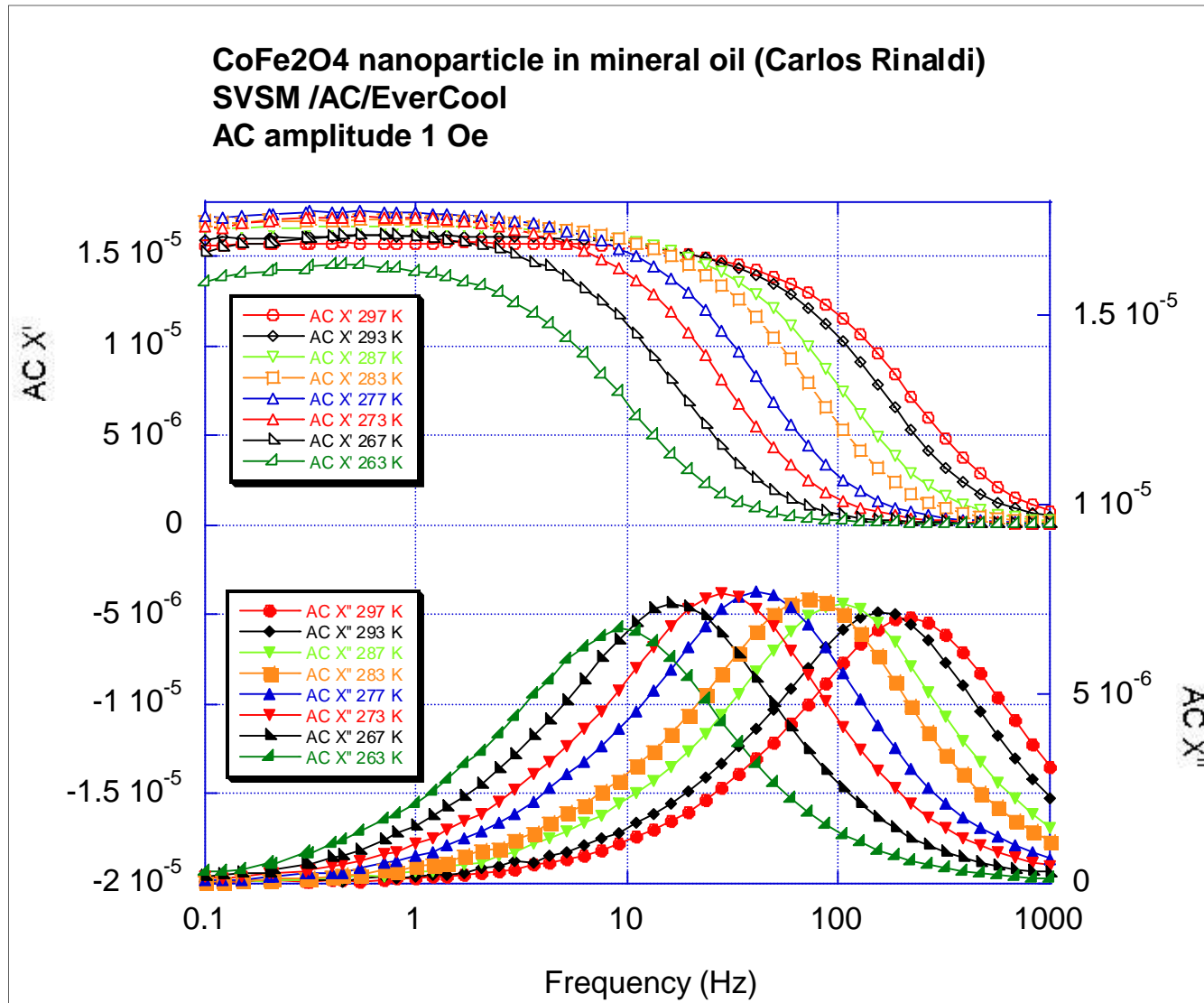
✓ Er:YAG  
Paramagnetic  
insulator

✓  $\chi'' = 0$

✓ AC = DC

✓ Frequency  
independent

# Measurement Parameters (AC)



# MPMS3 options: OVEN

- **Principle of Operation**

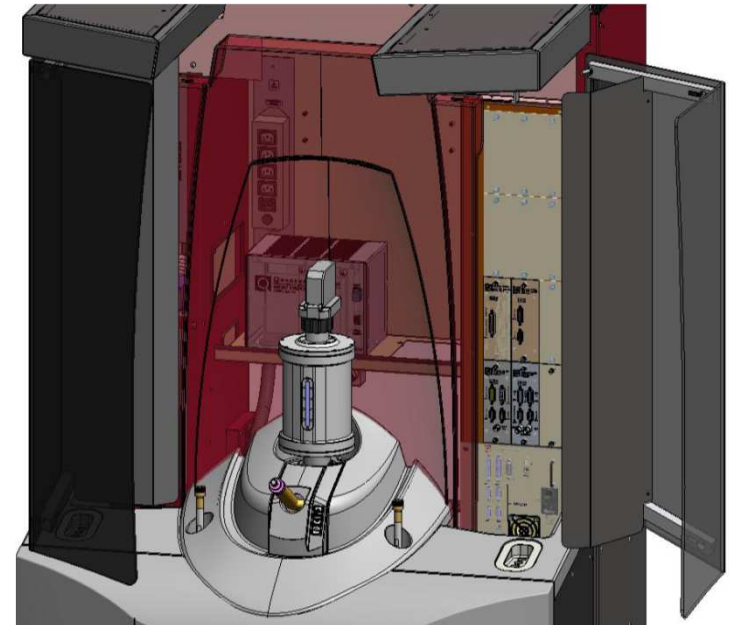
Sample is mounted on heater stick which locally heats up the sample in high vacuum while the chamber is held at 280 K

- **Option hardware** (in-field upgrade available)

- High Vacuum Unit
- Oven sample rod & wired access port
- Oven module
- Oven heater sticks and mounting station

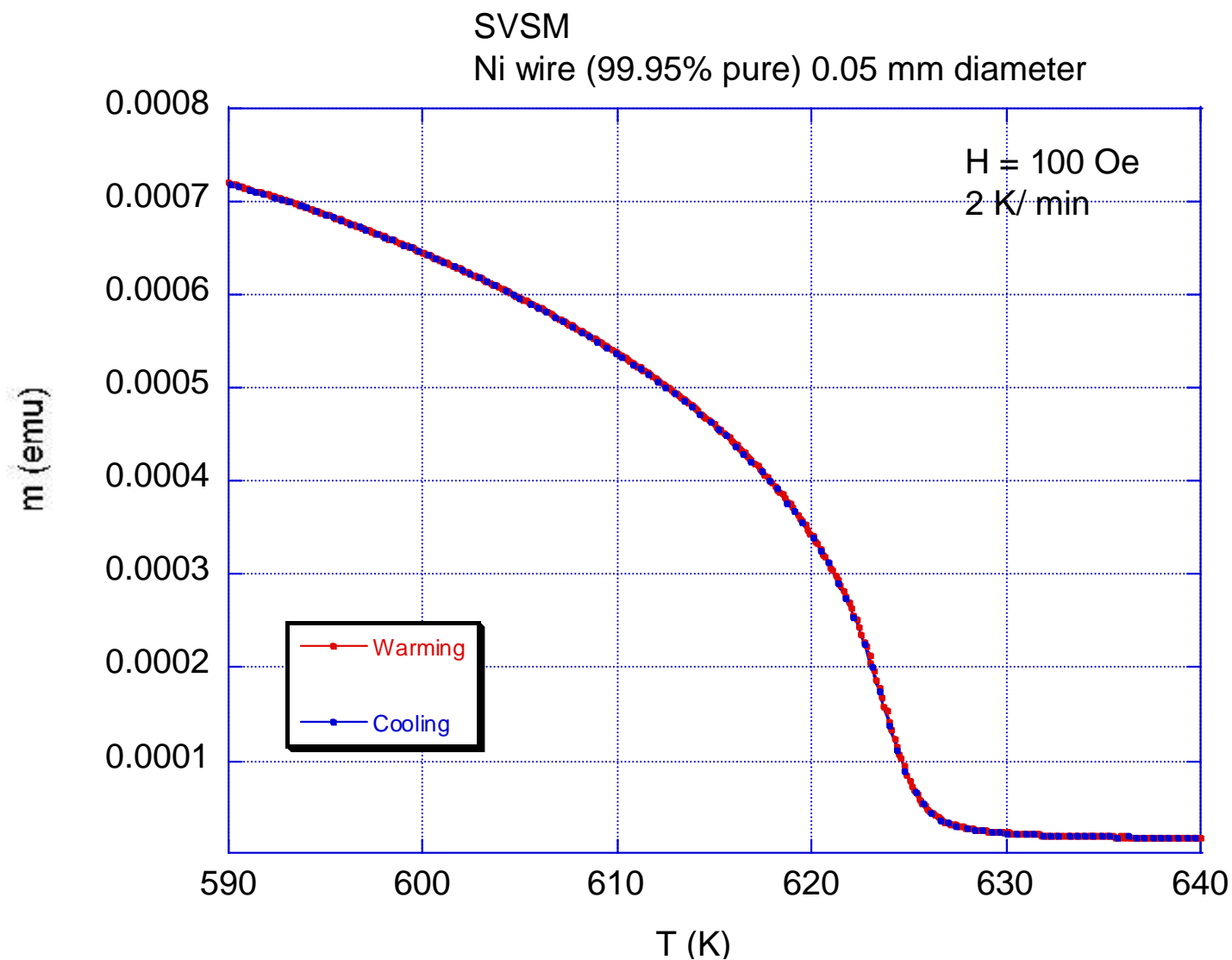
- **Specifications**

- T-range 300-1000K
- Sensitivity  $<10^{-6}$  emu

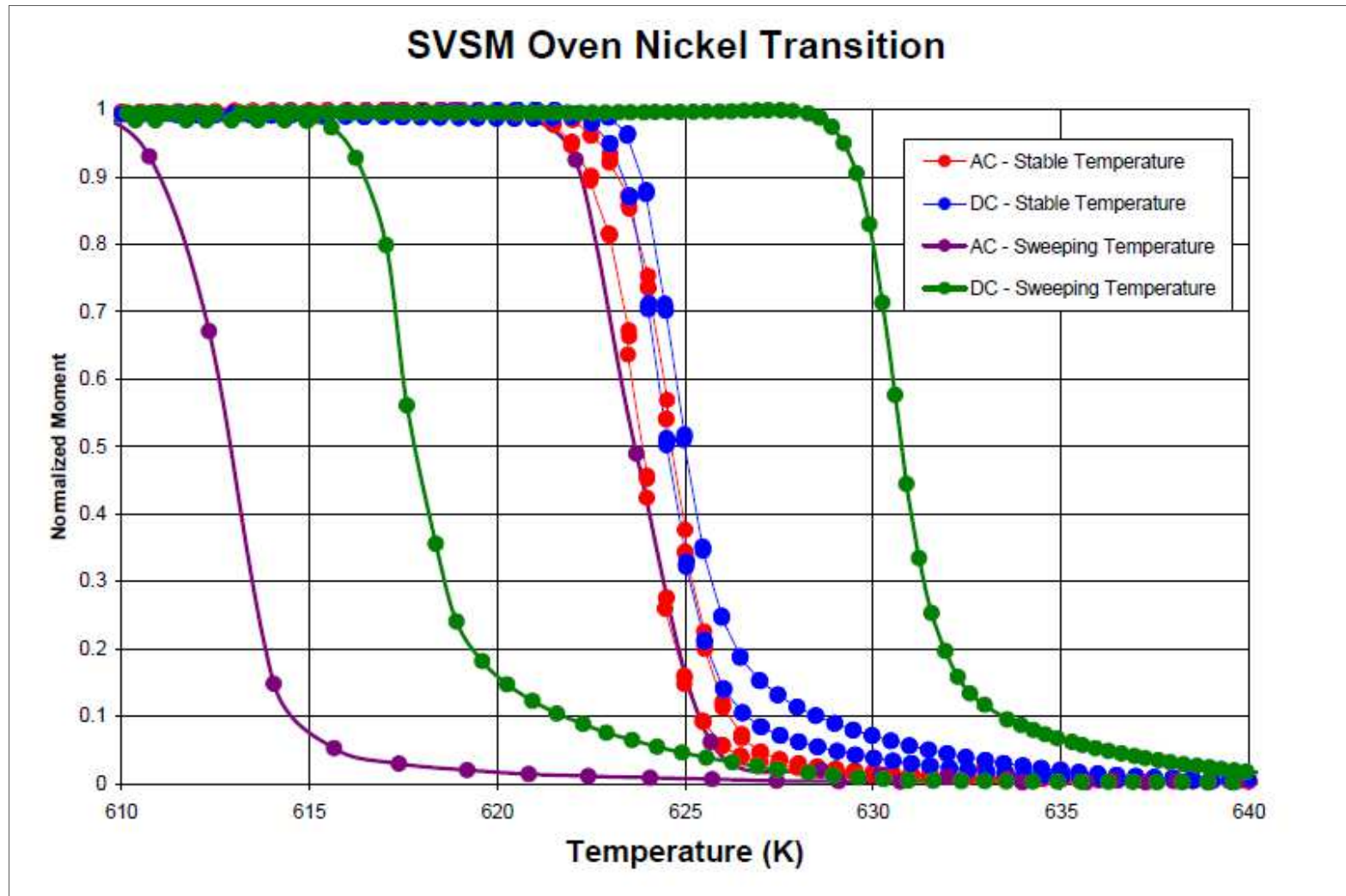




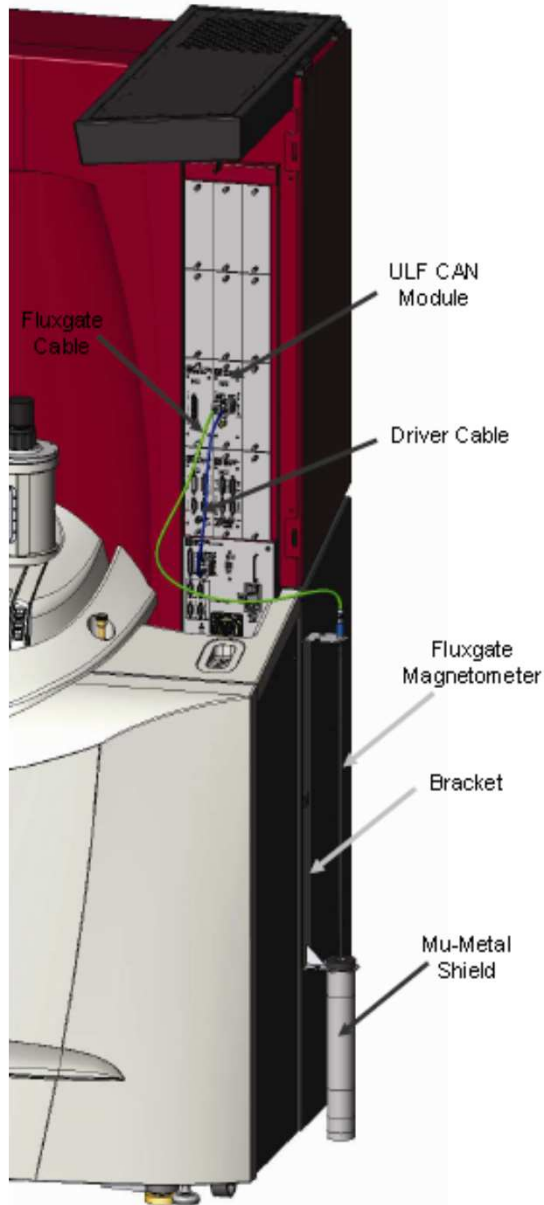
# OVEN



# MPMS3 options: AC + OVEN



# MPMS3 options: Ultra Low Field (ULF)



- **Principle of Operation**

ULF wizard

- profiles field inside sample volume using flux gate
- adjusts current in compensation coils to achieve requested field value and uniformity (iterating as required)

- **Option hardware** (in-field upgrade available)

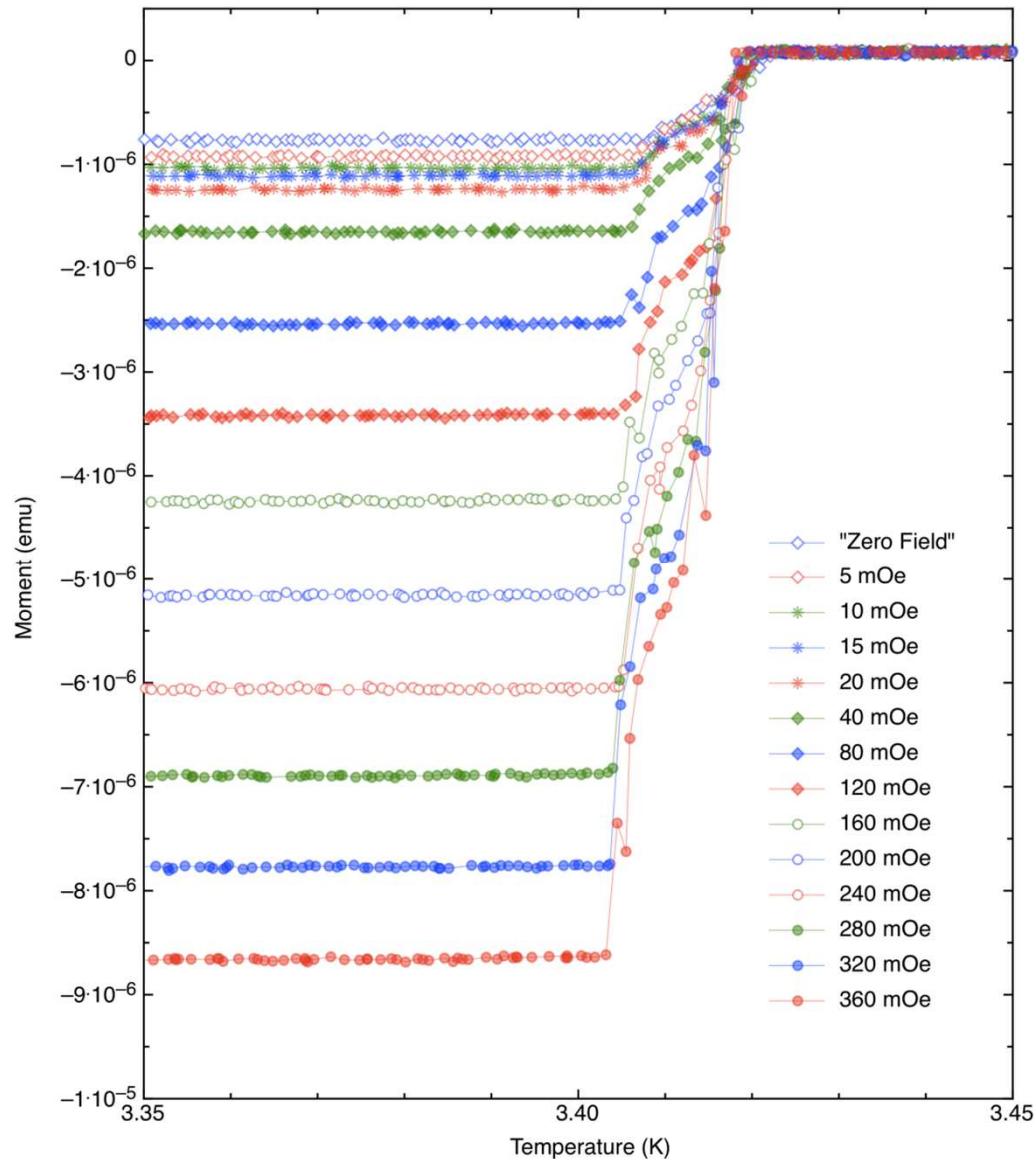
- Flux gate (and  $\mu$ -metal shield storage)
- ULF module
- Two separate coils in magnet for field offset and curvature compensation

- **Specifications**

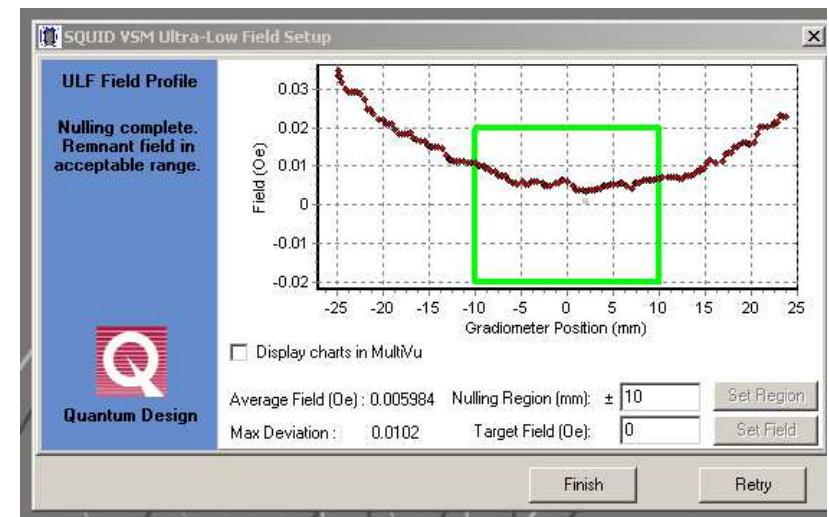
- Field Uniformity  $\pm 0.05$  Gauss
- Target Field Range  $\pm 5$  Gauss

# ULF

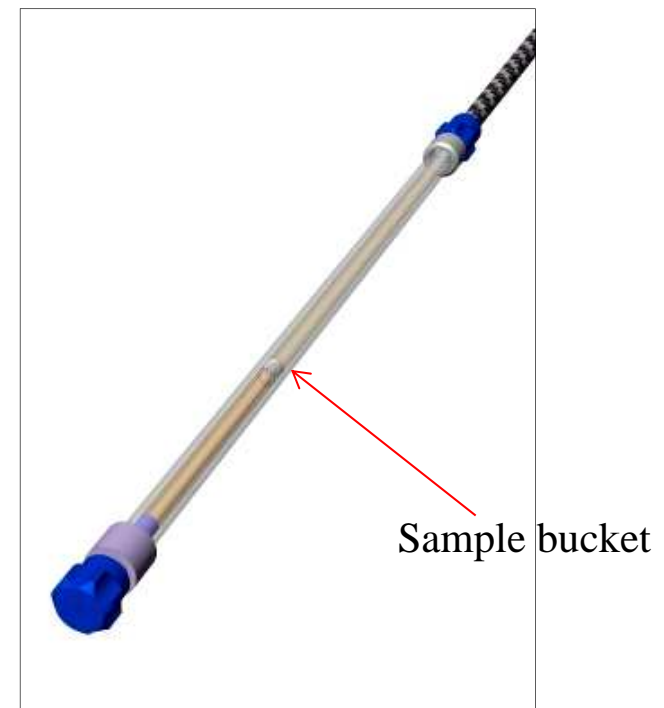
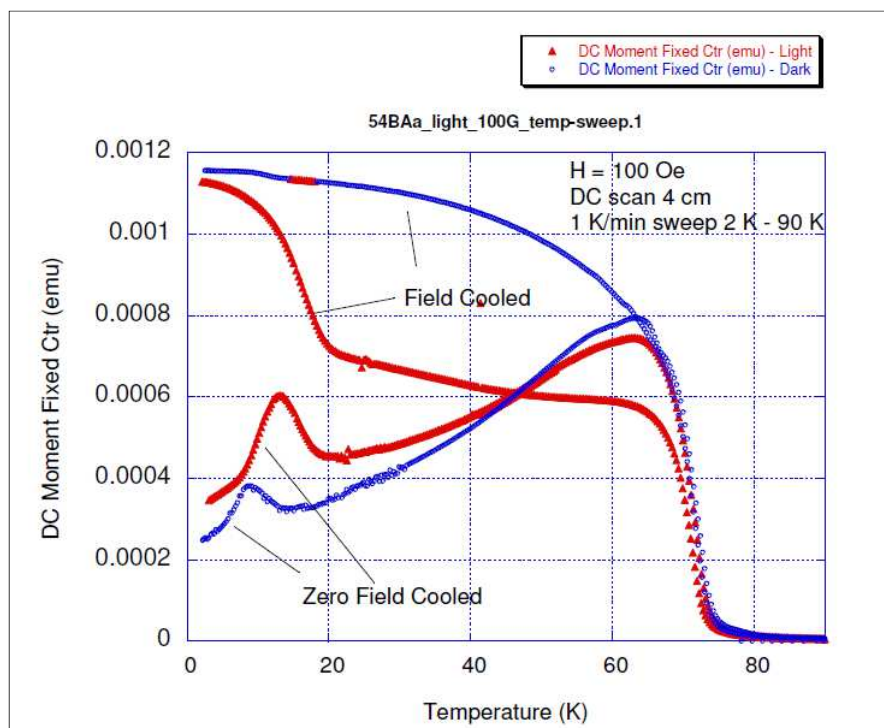
Indium Transition (MvsT with 30mK/min)



- Uniformity better than 50 mOe; Field setting accuracy  $\pm (2 \text{ mOe} + 0.5\% \text{ of set field})$  with a range of  $\pm 20 \text{ Oe}$
- Allows for more detailed field dependence studies at low fields
- Data shows exceptional control & stability over both field and temperature

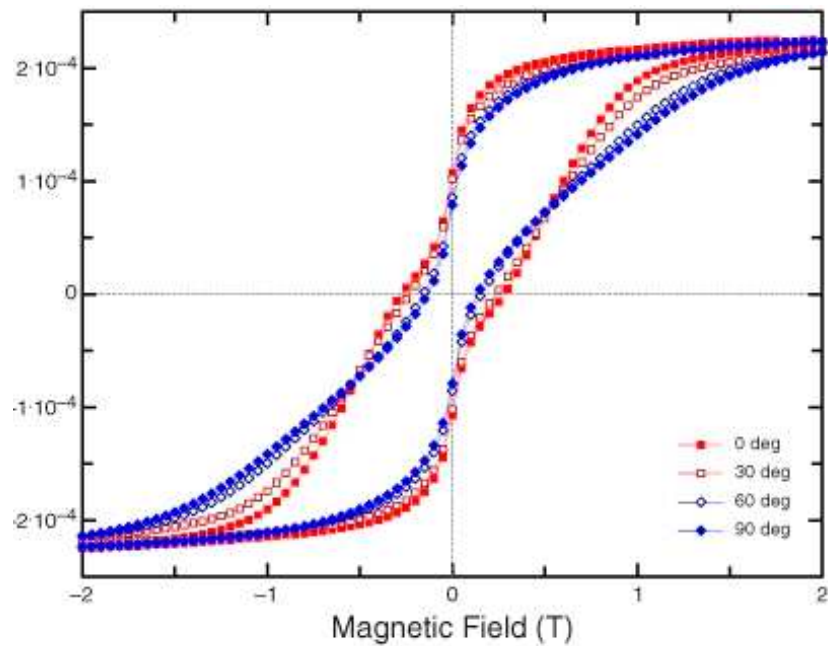


# MPMS3 options: FOSH



- Allows sample to be illuminated by an external light source while making magnetic measurements
- IR to UV spectrum
- Sample bucket 1.6 mm diameter and 1.6 mm deep

# MPMS3 options: Sample Rotater



- Allows sample to be rotated 360 degrees at all temperatures and fields
- Less than 1 degree resolution

# Summary

単純なルーティーン測定  
の高速化



煩雑なパラメータ設定は  
装置がすべて肩代わりします

高感度測定に向けて

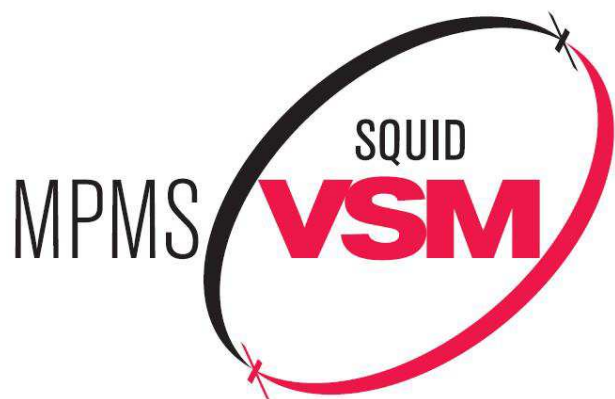
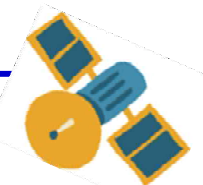


サンプル固定が重要

Quantum Design Japan  
サポートチーム



より迅速なサポートTeam  
リモートアクセス

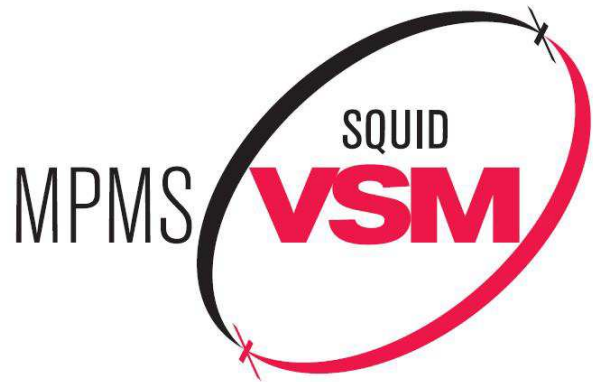


MPMS<sup>®</sup> 3

今後ともよろしくお願ひ致します



# MPMS3 Introduction



MPMS<sup>®</sup>3





# Maintenance

---

- ほこり
  - 万病のもとです。
- サンプルチャンバー内の清掃
  - 常にきれいに、壁面が汚いとノイズの原因にも
- ポンプ
  - ロータリーポンプのオイルチェック
  - ボールゲージにオイルを溜めない
- 排気ライン
  - 排気のゴムホースとインラインバルブのチェック
- O-リング
  - トランスファーラインとインサート
  - 排気系統
  - **トランスポートトップ (サンプル交換口)**

# Trouble Shoot 1

---

- 測定中にノイズが出る
  - ホルダー、ロッドが破損している → **ホルダー、ロッド確認**
  - 試料の固定がうまく行っていない → **試料固定確認**
  - サンプルチャンバー内部が汚い → **チャンバー内清掃**
  - チャンバー内部に空気がリークしている  
酸素ピークの有無確認 → **O-リング確認**
- サンプル温度が安定しない
  - 液体窒素が不足している → **窒素の確認、補充**
  - 測定を行うと温度が上昇する → **サンプルホルダの確認**
  - CLTインピーダンスブロック → **ボールゲージ流量確認**
  - ポンプのオイルが無い → **オイル確認、補充**

# Trouble Shoot 2

---

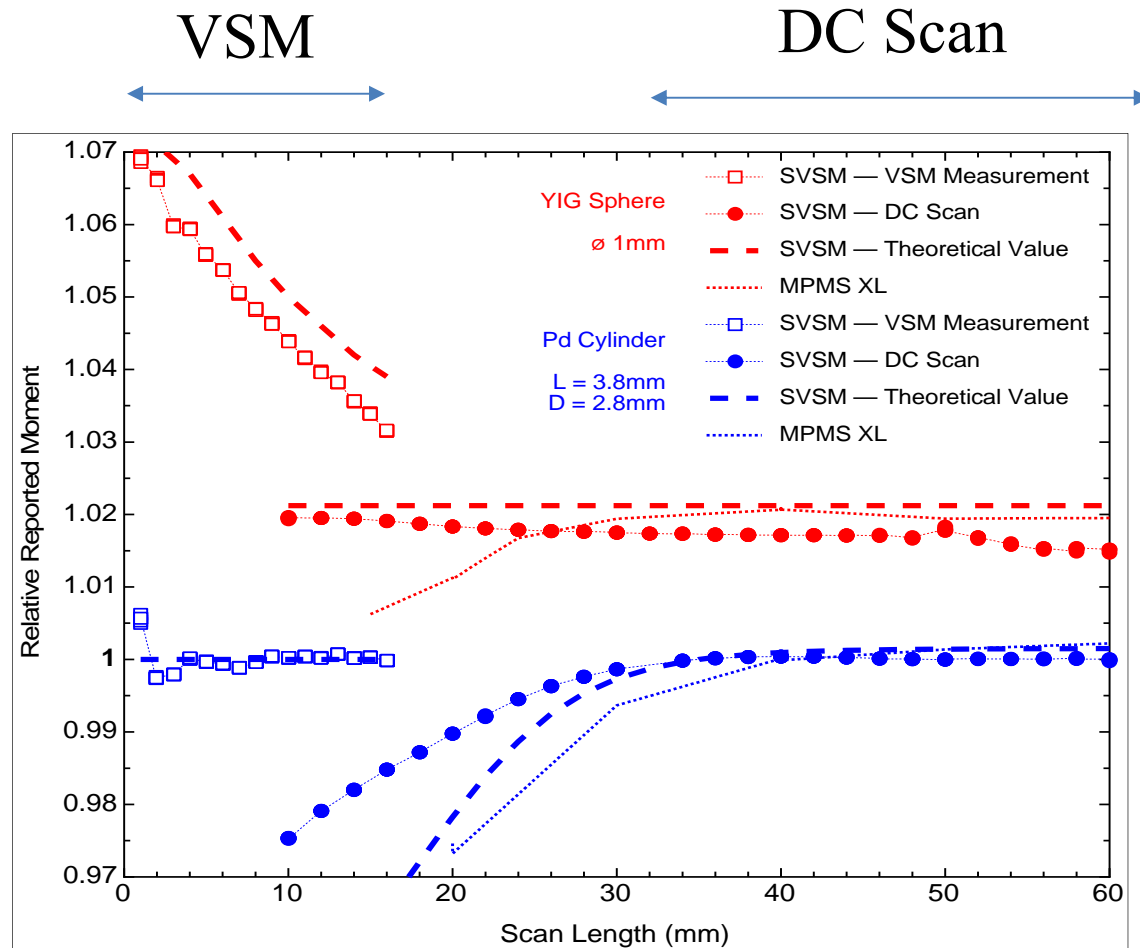
- 降温レートが低い ( $\ll 20K/min$ )
  - CFEインピーダンスブロック or ポンプ劣化  
→ CFEフロー、ボールゲージチェック
- 残留磁場が大きい
  - 直前の磁場の履歴による  
→ オシレートモード、マグネットリセットを使用する
- ソフトウェア不具合
  - フリーズ → 装置、PCの再起動
  - 明らかなバグ → 管理者に説明して弊社サービスまで
  - CANの通信障害 → ウィルス対策ソフトやドライバ干渉

# 'True' Moment

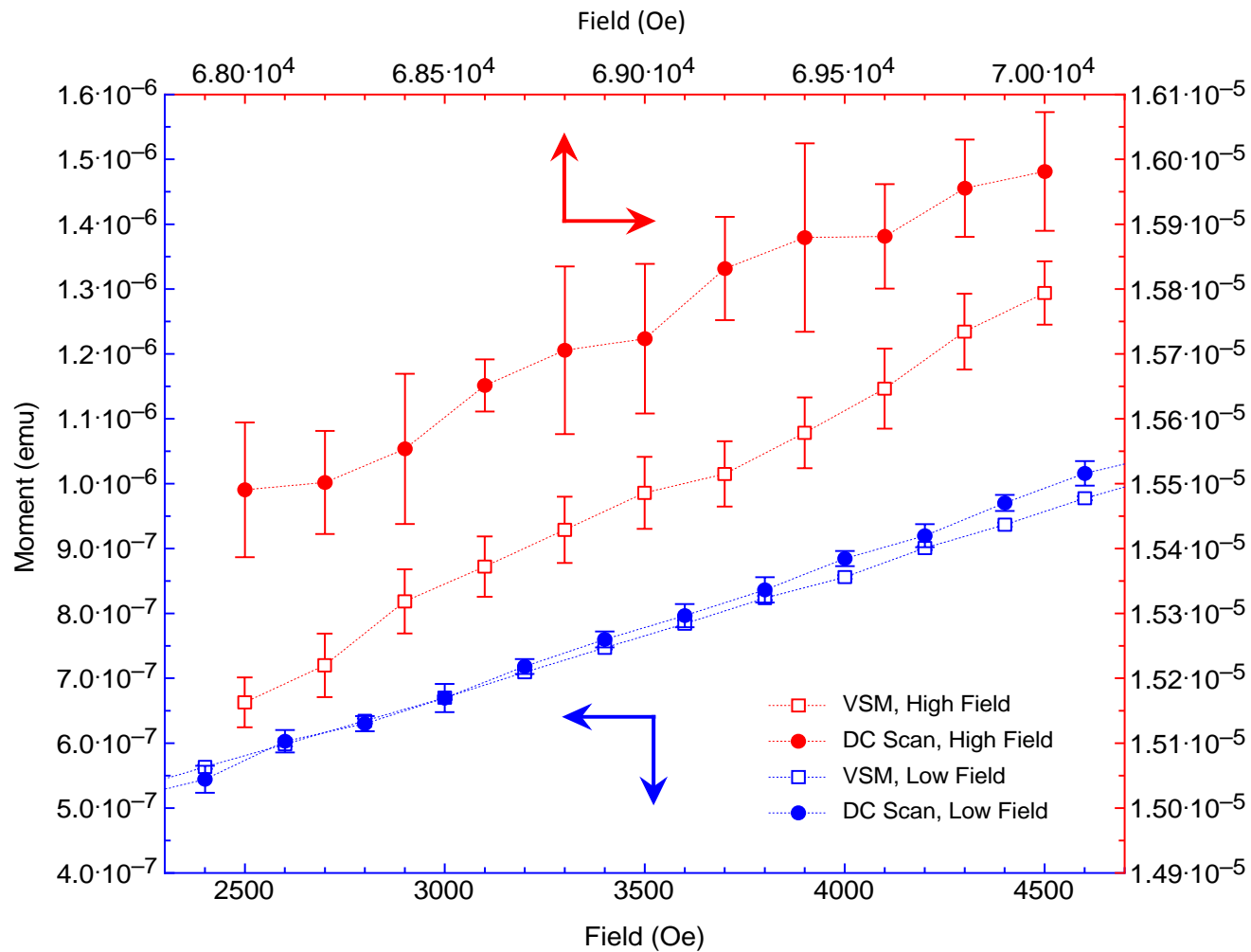
NIST YIG standard



QD Pd standard  
- True Value



# Resolution at Low & High Magnetic Field



# Drift

