

Implementación de un experimento de Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica en la Universidad de los Andes

Yván David Hernández Charpak

Directora: Paula Giraldo Gallo, PhD

13 de julio de 2020

Abstract

La espectroscopía de resonancia ultrasónica es una metodología experimental que identifica los modos de resonancia mecánica de un material cualquiera. La medición de dicho espectro de resonancias permite obtener el tensor de constantes elásticas de un material, con lo cual se puede acceder a información detallada sobre transiciones de fase, especialmente, su simetría. En este escrito se desarrolla con amplio detalle el proceso de diseño apto para su construcción en la Universidad de los Andes en Bogotá, Colombia. Se describen, adicionalmente, las bases del software disponible en la literatura para manejar este experimento, haciendo énfasis en las posibilidades de desarrollo en este tema para poder construir uno propio a la Universidad y al experimento.

Palabras Clave: Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica, ERU, RUS, Instrumentación científica, constantes elásticas, diseño de software, FPGA, LIA, RedPitaya.

ÍNDICE

1	Introducción	4
1.1	Marco teórico	5
1.1.1	Tensor elástico y Termodinámica	5
1.1.2	Técnica de la espectroscopía de Resonancia Ultrasónica	7
1.1.3	Obtención de las constantes elásticas a partir de un RUS	10
1.1.4	RUS en materiales fuertemente correlacionados	12
2	Diseño del experimento	15
2.1	Requerimientos y restricciones	15
2.2	Primera iteración de diseño	17
2.3	Segunda iteración de diseño	19
2.4	Diseño Final	21
3	Implementación de software y programación del RUS	24
3.1	Resonance Spectrometer de LANL	25
3.1.1	Tutorial y procedimiento para el uso del programa	25
3.1.2	Toma de un espectro	26
3.1.3	Funcionamiento	28
3.2	Lock In Amplifier	29
3.3	Software de la Universidad de los Andes	32
4	Conclusiones	33
5	Agradecimientos	34
6	Referencias	34
7	Anexos	37

1. INTRODUCCIÓN

La espectroscopía de resonancia ultrasónica (RUS por sus siglas en inglés) es un método que permite obtener las frecuencias de resonancia mecánica de una muestra sólida. Estas frecuencias dependen del tensor elástico del material, de su geometría macroscópica y de su densidad. En la geología permite identificar el tipo de roca, densidad y propiedades mecánicas [1, 2, 3] En Física, esta técnica permite determinar las constantes elásticas, así obteniendo información de las propiedades mecánicas de la muestra analizada. Esto permite obtener información detallada sobre la evolución de propiedades mecánicas de la muestra con la temperatura y otros parámetros de variación (Por ejemplo, campo magnético). Dichas propiedades están íntimamente relacionadas con las fuerzas de cohesión entre átomo y electrones, permitiendo obtener información sobre la variación de dichos parámetros microscópicos del material. Adicionalmente, esto permite obtener información sobre propiedades de transporte y disipación a través del ancho de los picos de resonancia [4]. Estos temas son de mayor interés en materiales que muestran fases en las que estas propiedades no son fácilmente medibles. Estos materiales se obtienen en general en muestras pequeñas (10mm), delicadas y de extremo valor [5].

Existen distintas técnicas de resonancia microscópica. Hay métodos no acústicos como el Brillouin scattering (BS), scattering inelástico de neutrones (INS) o técnicas de rayos X para determinar la velocidad del sonido y por consiguiente las constantes elásticas del material [4], también se puede usar espectroscopía de viscoelástica de banda ancha para obtener propiedades mecánicas como la atenuación lineal [6]. Sin embargo, la literatura afirma que ninguno de estos métodos tienen la precisión obtenida con un RUS. [4, 6] El BS obtiene un error del 1 % a altas frecuencias [4], el cual aumenta drásticamente cuando se han de tomar datos en bajas temperaturas. En contraste con RUS se pueden obtener errores del orden de 0.1 % en el espectro de resonancia, y por lo tanto, errores muy bajos en la determinación de las constantes elásticas de los materiales.

Está entonces justificado el interés en este instrumento. Este trabajo consiste en presentar las potencialidades de este experimento, el procedimiento de su diseño, construcción y futura instalación en la Universidad de los Andes. También realiza una revisión de los diferentes tipos de softwares y programas de control disponibles para realizar el experimento.

1.1. MARCO TEÓRICO

1.1.1. TENSOR ELÁSTICO Y TERMODINÁMICA

Al aplicar una fuerza sobre un sólido cristalino, este se deforma. El desarrollo detallado para describir la deformación de un cristal se realiza en el Cap. 22 de la referencia [7]. Se tiene por lo tanto un desplazamiento R de los ejes del sólido que se puede escribir

$$R = \mathbf{r}' - \mathbf{r} = x(\mathbf{x}' - \hat{\mathbf{x}}) + y(\mathbf{y}' - \hat{\mathbf{y}}) + z(\mathbf{z}' - \hat{\mathbf{z}})$$

dónde los apóstrofes corresponden a los nuevos ejes. Estos son dados por su deformación unitaria ϵ

$$\mathbf{x}' = (1 + \epsilon_{xx})\hat{\mathbf{x}} + \epsilon_{xy}\hat{\mathbf{y}} + \epsilon_{xz}\hat{\mathbf{z}}$$

$$\mathbf{y}' = \epsilon_{yx}\hat{\mathbf{x}} + (1 + \epsilon_{yy})\hat{\mathbf{y}} + \epsilon_{yz}\hat{\mathbf{z}}$$

$$\mathbf{z}' = \epsilon_{zx}\hat{\mathbf{x}} + \epsilon_{zy}\hat{\mathbf{y}} + (1 + \epsilon_{zz})\hat{\mathbf{z}}$$

Estas deformaciones se pueden transformar igualmente en el cambio de los ángulos entre los ejes. Se propone por lo tanto la siguiente transformación, la cuál permite escribir la deformación en todas las direcciones.

$$e_{xx} = \epsilon_{xx} \quad e_{xy} = \mathbf{x}' \cdot \mathbf{y}' = \epsilon_{yx} + \epsilon_{xy}$$

$$e_{yy} = \epsilon_{yy} \quad e_{yz} = \mathbf{y}' \cdot \mathbf{z}' = \epsilon_{zy} + \epsilon_{yz}$$

$$e_{zz} = \epsilon_{zz} \quad e_{zx} = \mathbf{z}' \cdot \mathbf{x}' = \epsilon_{xz} + \epsilon_{zx}$$

Considerando ahora que la deformación de un sólido se puede reducir a un set de resortes, buscando relacionar la fuerza aplicada con la deformación. Esto se hace usando la ley de Hooke y en un ambiente con ningún torque sino sólo deformación. Entonces, por ley de Hook se obtiene

$$X_x = C_{11}e_{xx} + C_{12}e_{yy} + C_{13}e_{zz} + C_{14}e_{yz} + C_{15}e_{zx} + C_{16}e_{xy}$$

$$Y_y = C_{21}e_{xx} + C_{22}e_{yy} + C_{23}e_{zz} + C_{24}e_{yz} + C_{25}e_{zx} + C_{26}e_{xy}$$

$$Z_z = C_{31}e_{xx} + C_{32}e_{yy} + C_{33}e_{zz} + C_{34}e_{yz} + C_{35}e_{zx} + C_{36}e_{xy}$$

$$Y_z = C_{41}e_{xx} + C_{42}e_{yy} + C_{43}e_{zz} + C_{44}e_{yz} + C_{45}e_{zx} + C_{46}e_{xy}$$

$$Z_x = C_{51}e_{xx} + C_{52}e_{yy} + C_{53}e_{zz} + C_{54}e_{yz} + C_{55}e_{zx} + C_{56}e_{xy}$$

$$X_y = C_{61}e_{xx} + C_{62}e_{yy} + C_{63}e_{zz} + C_{64}e_{yz} + C_{65}e_{zx} + C_{66}e_{xy}$$

Dónde la letra en mayúscula del lado izquierdo es la dirección de la fuerza y el índice indica la normal al plano de aplicación. Cada C de la derecha de las ecuaciones corresponde a la constante elástica (constante del resorte) del sólido en función de la dirección y el plano de apoyo de la fuerza [7]. Es posible entonces escribir la energía potencial de deformación como

$$U = \frac{1}{2} \sum_{\lambda=1}^6 \sum_{\mu=1}^6 C_{\lambda\mu} e_{\lambda} e_{\mu} \quad (1.1)$$

Teniendo en cuenta que $1 = xx$; $2 = yy$; $3 = zz$; $4 = yz$; $5 = zx$; $6 = xy$. Se tienen ciertas igualdades por la simetría de cada una estructura cristalina. Por ejemplo, si se tiene en cuenta que $C_{\alpha\beta} = C_{\beta\alpha}$ el número de constantes elásticas se reduce de 36 a 21. De la tabla en la figura 1.1 se ven las diferentes formas que puede tomar el tensor, puede en efecto pasar de 21 elementos (Estructura triclinica) a tan sólo 3 (Estructura cúbica).

Crystal class	Number of C_{ij}	List of elastic constants
Triclinic	21	All possible combinations
Monoclinic	13	$C_{11}; C_{12}; C_{13}; C_{16}; C_{22}; C_{23}; C_{26}; C_{33}; C_{36}; C_{44}; C_{45}; C_{55}; C_{66}$
Orthorhombic	9	$C_{11}; C_{12}; C_{13}; C_{22}; C_{23}; C_{33}; C_{44}; C_{55}; C_{66}$
Trigonal	6 or 7	$C_{11}; C_{33}; C_{44}; C_{13}; C_{12}; C_{14}; C_{25}$
Tetragonal	6	$C_{11}; C_{33}; C_{44}; C_{13}; C_{12}; C_{66}$
Hexagonal	5	$C_{11}; C_{33}; C_{44}; C_{12}; C_{14}$
Cubic	3	$C_{11}; C_{12}; C_{44}$
Isotropic	2	$C_{11}; C_{44}$

Figura 1.1: Número de constantes elásticas para cada estructura cristalina [7].

La importancia de este tensor es clara. Permite determinar ciertas propiedades macroscópicas muy importantes para la ingeniería como los módulos elásticos. Estos módulos permiten determinar el esfuerzo realizado en el interior de un material usando su deformación en la dirección. En el diseño de máquinas o estructuras estos esfuerzos permiten determinar si un material es apto o no para el proceso. Existen diferentes tipos de fallas, por lo que existen diferentes tipos de esfuerzos, los cuáles se pueden determinar usando

los módulos compresional y cortante. La propiedad más importante y más utilizada es el módulo de Young Y , el cual es una combinación del módulo compresional B y del módulo cortante G . Estos los podemos determinar usando el tensor elástico.

$$\begin{aligned} B &= \frac{1}{3}(C_{11} + 2C_{12}) \\ G &= \frac{1}{5}(3C_{44} + C_{11} - C_{12}) \\ Y &= \frac{9BG}{3B + G} \end{aligned} \tag{1.2}$$

Las constantes elásticas son también un resultado termodinámico importante por lo siguiente. De la ecuación 1.1 se tiene que la segunda derivada de la energía libre en función de la deformación.

$$C_{mn} = \frac{\partial^2 F}{\partial \epsilon_m \partial \epsilon_n} \tag{1.3}$$

Esto implica que una evolución, cambio, discontinuidad de esta energía se verá reflejado en las constantes elásticas. Por esto son un valor termodinámico para estudiar los eventos dónde esta energía se va a ver impactada como una transición de fase.

1.1.2. TÉCNICA DE LA ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA ULTRASÓNICA

El objetivo del experimento es obtener las frecuencias de resonancias mecánicas de un material. El resultado de esta espectroscopía es un barrido de frecuencias en el que se denotan grandes y afilados picos que indican las resonancias del material. La limpieza de la señal obtenida será directa consecuencia de la geometría de la pieza analizada, particularmente de los bordes de la muestra los cuales al ser más limpios permitirán un mejor acople con los transductores piezoeléctricos que generan las deformaciones mecánicas. La figura 1.2 permite esquematizar el experimento. El transductor piezoeléctrico es un material que tenga la propiedad de generar (y por lo tanto detectar) una vibración mecánica al aplicarle una diferencia de voltaje. Si esta señal es aplicada con cierta frecuencia la onda mecánica tendrá esta misma frecuencia sobre la muestra (denotada como Specimen en la figura 1.2) también. Al transductor piezoeléctrico se le induce una señal de voltaje construida con precisión tanto en frecuencia como en amplitud. El transductor genera la onda mecánica. A su vez el transductor de arriba se desplazará y generará una señal que será leída por un DAC.

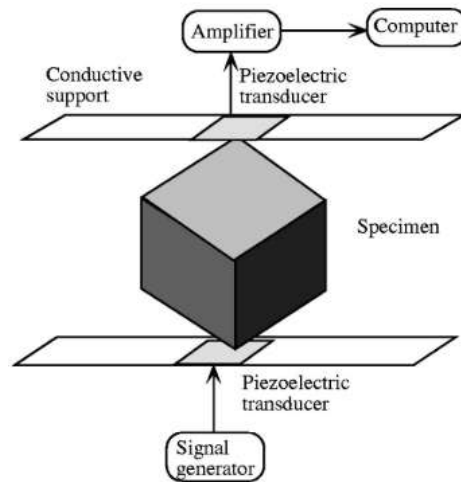


Figura 1.2: Diagrama de bloques del funcionamiento del experimento [6].

Dado que nuestro interés es medir las propiedades mecánicas del material en función de la temperatura o del campo magnético, se diseñó una caña adaptada a estar inmersa en un criostato de helio.

En la literatura, se han reportado cañas fabricadas en diversos materiales, incluyendo polímeros de ingeniería como el fibrado de vidrio G-10 o Vespel [1, 4]. La escogencia de este material es debido a su naturaleza polimérica, la cual es beneficiosa para la atenuación de vibraciones mecánicas y su facilidad de mecanizado. Este último es importante ya que hay que realizar ensambles precisos con los diferentes sistemas de control [8]. Este material permite igualmente construir efectivamente los soportes de los transductores que se ven en la figura 1.2 con, posteriormente un recubrimiento de oro para obtener un buen contacto eléctrico [8]. Para que el transductor de arriba pueda detectar más fácilmente las resonancias ha de estar en un soporte que se apoye únicamente sobre un pivote de rotación libre, de modo que no atenué las vibraciones de la muestra.

La electrónica del experimento tiene la necesidad de generar ondas eléctricas AC para excitar el transductor con un barrido de frecuencias, sin discontinuidades. Una alternativa de software libre realizado por el laboratorio de los Alamos implementa esta funcionalidad a través de un RedPitaya [9]. El RedPitaya es una tarjeta cuyo hardware se basa en una matriz de puertas lógicas programable (FPGA por sus siglas en inglés) y dos terminales convertidoras de analógico a digital de alto rendimiento (ADC) en el cual se pueden implementar varios equipos de laboratorio (Osiloscopio, fuente de voltaje, DAQ, etc.) solo

usando herramientas computacionales. La tarjeta es limitada por su propio hardware (velocidades de carga y descarga) y de sus dos salidas y entradas. El software de la referencia [9] permite hacer barridos desde las unidades de Hertz hasta la decena de MHz, el programa permite realizar igualmente el análisis de la señal, la determinación de picos y su seguimiento con un delta de temperatura. La detección de la señal la realiza el mismo RedPitaya [9]. Este software libre creado por Los Alamos National Laboratory puede ser descargado según lo reportado en [9].

Las obtención de claras frecuencias de resonancia de un material no dependen únicamente de la precisión y de la calidad del montaje, sino de la geometría del material. La preparación de la muestra a analizar es una parte importante del proceso. Si la geometría de la muestra tiene un eje paralelo a los ejes cristalográficos, la obtención de las constantes elásticas a partir del espectro de resonancias es menos propenso al error [8]. La literatura reporta que no es necesario pulir el material a espejo [8], pero si es importante asegurar una paralelidad y una perpendicularidad entre los ejes de la muestra como se ve en la figura 1.3 y que al menos uno de estos vaya en una dirección cristalográfica. Este es una desventaja de la técnica ya que no todos las muestras pueden manipularse para obtener este requerimiento.

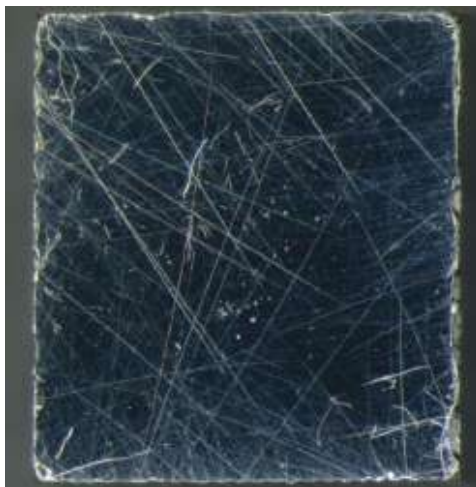


Figura 1.3: Muestra de URu₂Si₂ modificada y pulida para RUS [5]

1.1.3. OBTENCIÓN DE LAS CONSTANTES ELÁSTICAS A PARTIR DE UN RUS

El espectro de resonancias de un material permite obtener información importante para caracterizar las propiedades del mismo. Para poder entender el contexto de los artículos y descubrimientos hay que entender el contexto físico. Este se desarrolla de forma extensa por Migliori y Sarrao [8, 4].

El problema que se va a desarrollar es el denominado *directo*, este permite obtener las frecuencias de resonancia de un material a partir de las constantes elásticas. Sin embargo, en el experimento se obtienen las frecuencias de resonancia y lo que se ha de realizar es el problema *inverso*, descrito al final de esta sección de modo que se pueda obtener la información de las constantes elásticas del material.

Hay que primero establecer una forma geométrica para la muestra, ya sea cúbica, cilíndrica u otra, de volumen V . Esto para después establecer una superficie de extremos libres S . Con un Lagrangiano definido por

$$L = \int_V (KE - PE) dV \quad (1.4)$$

dónde KE es la densidad de energía cinética

$$KE = \frac{1}{2} \sum_i \rho \omega^2 u_i^2 \quad (1.5)$$

y PE la densidad de energía potencial

$$PE = \frac{1}{2} \sum_{i,j,k,l} c_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \quad (1.6)$$

Esta última ecuación asume que la relación entre los átomos del sistema es de resortes y ley de Hooke, por lo que la descripción del sistema es la de un oscilador armónico. Por ello, el *tensor elástico* permite definir las constantes que definen los osciladores y en un nivel macro, las constantes elásticas del material [4]. En las ecuaciones 1.5 y 1.6, u_i se refiere al desplazamiento en la dirección i , $c_{i,j,k,l}$ son los componentes del tensor elástico, ρ es la densidad, ω la frecuencia angular. El siguiente paso es de minimizar la energía en función del desplazamiento. Este desplazamiento u es arbitrario en V y en S , obtenemos entonces,

$$\delta L = \int_V \left[\sum_i \left(\rho \omega^2 u_i - \sum_{j,k,l} c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \right) \delta u_i \right] dV - \int_S \left[\sum_i \left(\sum_{j,k,l} \bar{n}_j c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right) du_i \right] dS = 0 \quad (1.7)$$

La ecuación 1.7 se refiere a los estados estacionarios del sistema y obtenemos del primer termino la ecuación de onda elástica y del segundo término una expresión de las condiciones de superficie, las cuáles son libres y en dirección a \bar{n} a S. Las referencias [4] y [8] explican por que las únicas soluciones a este sistema son con ω como las frecuencias de los modos normales del sistema. Para solucionar más facilmente este sistema se translada a una base distinta usando el método de Rayleigh-Ritz [8]. Se reescribe entonces el vector de desplazamiento como

$$\mathbf{u}_i = \mathbf{a}_{\lambda i} \phi_{\lambda} \quad (1.8)$$

donde ϕ son las funciones para la nueva base, que son potencias de las coordenadas cartesianas.

$$\phi_{\lambda} = x^l y^m z^n \quad (1.9)$$

con $\lambda = (l, m, n)$ estos siendo enteros positivos. Esto permite reescribir la ecuación 1.4 como

$$L = \frac{1}{2} \omega^2 \mathbf{a}^{-1} \mathbf{E} \mathbf{a} - \frac{1}{2} \mathbf{a}^{-1} \Gamma \mathbf{a} \quad (1.10)$$

Lo que lleva a la ecuación 1.7 a ser

$$\omega^2 \mathbf{E} \mathbf{a} = \Gamma \mathbf{a} \quad (1.11)$$

dónde la matriz \mathbf{E} contiene la información de la deformación y la matriz Γ contiene la información de la elasticidad del sistema. En la correcta base ϕ_{λ} los elementos matriciales de \mathbf{E} y de Γ serán de la forma $f(p, q, r) = \int_V x^p y^q z^r dV$ por lo que en el caso de un paralelepípedo de lados $2d_1, 2d_2, 2d_3$ se tiene que

$$f(p, q, r) = \frac{(2d_1^{p+1})(2d_2^{q+1})(2d_3^{r+1})}{(p+1)(q+1)(r+1)} \quad (1.12)$$

Ya con estos elementos y las frecuencias para que la ecuación 1.11 se satisfaga [4]. Obtenemos las siguientes relaciones que se resumen en la siguiente ecuación

$$\frac{\partial \omega^2}{\partial p} \mathbf{E} \mathbf{a} + \omega^2 \mathbf{E} \frac{\partial \mathbf{a}}{\partial p} + a \omega^2 \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial p} \mathbf{a} = \frac{\partial \Gamma}{\partial p} \mathbf{a} + \Gamma \frac{\partial \mathbf{a}}{\partial p} \quad (1.13)$$

dónde p puede ser un parámetro de la muestra cómo una constante elástica. De ahí la obtención de la frecuencia es clara.

El RUS se basa en realizar la inversa del problema directo. Una vez con las frecuencias medidas se han de variar las constantes elásticas para minimizar la siguiente función

$$F = \sum_i w_i (f_i - g_i)^2 \quad (1.14)$$

dónde w_i es un factor de peso entre 0 y 1/ g_i , $f_i = \omega_i/2\pi$ y g_i es la frecuencia medida. El objetivo es poder realizar el ajuste de la ecuación 1.13 minimizando la función F de la ecuación 1.14. La forma en que evolucionan las constantes puede variar. Pero el ajuste obtenido ha de minimizar la función F, esto es una metodología de mínimos cuadrados [4].

Este ajuste se puede hacer computacionalmente y comparar las constantes obtenidas con las medidas en direcciones determinadas con la maquinaria correspondiente realizando pruebas de compresión, tensión, etc.

Una vez con el adecuado ajuste se pueden determinar los diferentes módulos de elasticidad siguiendo la referencia [10] y la ecuación 1.2 :

$$A_{1g,1} = \frac{c_{11} + c_{12}}{2}$$

$$A_{1g,2} = c_{23}$$

$$A_{1g,3} = c_{33}$$

$$B_{1g} = \frac{c_{11} - c_{12}}{2}$$

$$B_{2g} = c_{66}$$

$$E_g = c_{44}$$

$$G_\nu = \frac{3c_{44} + c_{11} - c_{12}}{5}$$

dónde c son elementos del tensor de elasticidad ajustado a la estructura cristalina cómo se especifica en la figura 1.1.

Esto permite obtener una mejor comprensión de las aplicaciones del RUS.

1.1.4. RUS EN MATERIALES FUERTEMENTE CORRELACIONADOS

El uso más novedosa del RUS es la determinación de la simetría y dependencia funcional del parámetro de orden en una transición termodinámica. Gosh et al [5] presenta la relación entre las constantes elásticas y el parámetro de orden en el contexto de la teoría de transición de fase de Landau. Se tiene la expersión de la energía libre:

$$F = F_0(\phi_i) + F_{el}(\epsilon_\mu) + F_c(\phi_i, \epsilon_\mu) \quad (1.15)$$

Dónde ϕ es el parámetro de orden que se introduce al acercarse a una transición de fase, ϵ son las deformaciones en las μ direcciones, lo que hace de F_{el} la energía libre elástica y F_c la energía libre acoplada al término de la energía libre que se escribe

$$F_{el} = \frac{1}{2}(c_{A_{1g},1}\epsilon_{A_{1g},1}^2 + c_{A_{1g},2}\epsilon_{A_{1g},2}^2 + 2c_{A_{1g},3}\epsilon_{A_{1g},1}\epsilon_{A_{1g},2} + c_{B_{1g}}\epsilon_{B_{1g}}^2 + c_{Eg}|\epsilon_{Eg}|^2 + c_{B_{2g}}\epsilon_{B_{2g}}^2) \quad (1.16)$$

Es en el término de la energía acoplada, F_c de la ecuación 1.15, que el parámetro de orden ϕ va a influenciar las constantes elásticas. Dependiendo de la dimensionalidad de este parámetro la evolución de las constantes elásticas puede cambiar. Por lo tanto, al identificar la forma que evolucionan las constantes elásticas con el RUS, es posible describir la relación entre estas propiedades y el parámetro de orden. En efecto, los autores pueden afirmar que el parámetro de orden en la transición de fase al Hidden Order del URu₂Si₂ es un singlete, lo que lleva a que $F_0 = a\phi^2 + \frac{b}{2}\phi^4$. Los autores de dicha referencia proponen usar el RUS de la misma forma para explorar diversas transiciones de fase de las cuales se tiene poca información hoy día. Enfatizando que usando datos de RUS con una red neuronal adecuadamente entrenada sería posible concluir sobre la dimensionalidad de las transiciones de fase del Sr₂RuO₄, o también sobre la simetría del parámetro de orden del superconductor de alta temperatura YBa₂Cu₃O_{6,8} [5].

Otra información que pueden dar las constantes elásticas es sobre la estabilidad de componentes electrónicos como las valencias en transiciones de fase [11]. En efecto, Ramshaw et al [11] estudian cómo a partir de la evolución de las constantes elásticas y otras propiedades mecánicas del material se puede determinar la evolución de las propiedades electrónicas del material como lo muestra la Figura 1.4. Las figuras 1.4(E) y (F) que muestran en los colores claros, cómo se distorsiona la superficie de Fermi en función al rompimiento de la simetría en la dirección A_{1g} [11]. Esto se puede hacer a partir de las evoluciones mostradas en 1.4(A), (B), (C) y (D).

Un último ejemplo del uso del RUS en sistemas fuertemente correlacionados de gran interés es el de la referencia [12]. Shekhter et al identifican la existencia de anomalías en la evolución de las frecuencias de resonancias del YBa₂Cu₃O_{6+δ} (YBCO) con la temperatura. Estas anomalías en la evolución se pueden ver en la figura 1.5.

Su presencia permite sugerir una transición de fase a la temperatura a la que se da

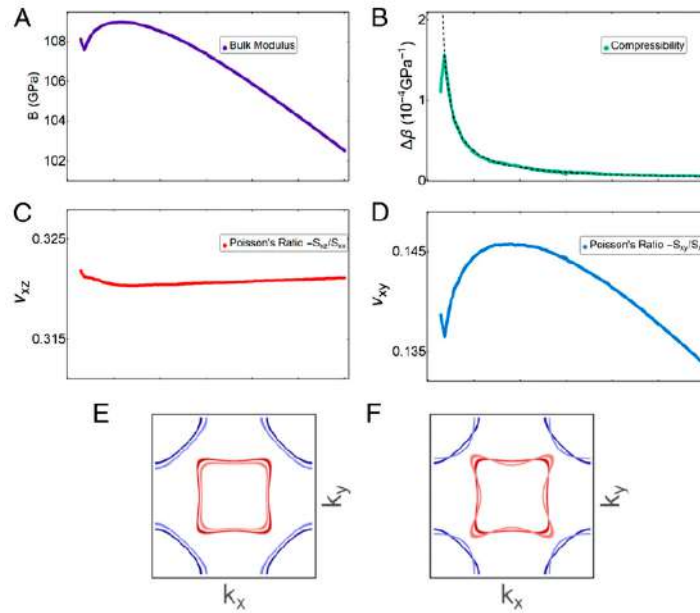


Figura 1.4: Evolución de propiedades mecánicas en el PuCoGa_5 en función de la temperatura, (A) muestra el módulo de elasticidad, (B) muestra el módulo de compresibilidad, (C) muestra el coeficiente de Poisson fuera del plano manteniéndose en valores muy típicos para metales, pero (D) muestra el valor del coeficiente en el plano y es anormalmente bajo. Las variaciones de las superficies de Fermi se ilustran en (E) y (F) [11]

esta discontinuidad en la evolución de la frecuencia de resonancia. Esta transición de fase se puede identificar gracias al RUS, pues el rompimiento de simetría es evidente gracias a la discontinuidad de la frecuencia que los autores encontraron.

El laboratorio de Materiales Cuánticos de la Universidad de los Andes se propone estudiar transiciones de fase de tipo de onda densidad de carga (CDW por sus siglas en inglés) con el montaje descrito en este trabajo. Una vez implementado, se busca analizar estas transiciones de fase en sistemas como los calcogenuros de metales de transición.

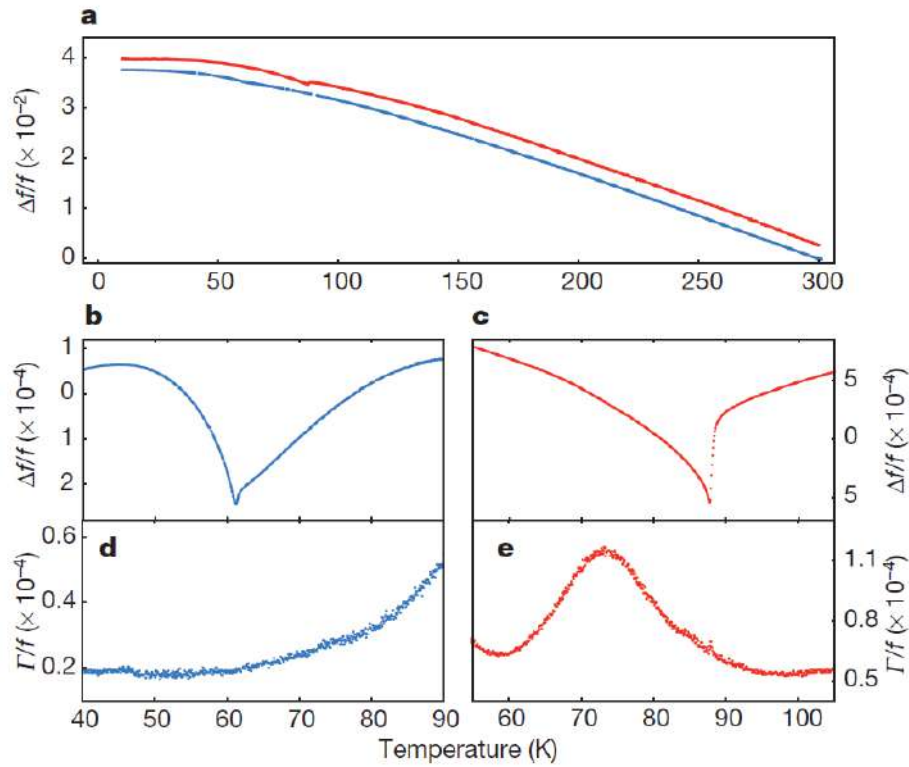


Figura 1.5: Evolución del una frecuencia f_i y del Γ correspondiente en la ecuación 1.11 en función con la temperatura [12]

2. DISEÑO DEL EXPERIMENTO

El propósito de este trabajo es entonces realizar el diseño de una caña de RUS, que será operada en un criostato de flujo de helio. Para esto, partimos de un diseño inicial con el cual se realizaron experimentos de RUS en el National High Magnetic Field Laboratory, Tallahassee (NHMFL), USA. Este diseño será optimizado en todos sus aspectos, y adaptado para operar en el sistema ya mencionado.

2.1. REQUERIMIENTOS Y RESTRICCIONES

El sistema de control de temperatura es un criostato tubular de flujo de helio de Janis Research, referenciado con el número STVP-200.

Obteniendo los planos de Janis Research directamente, figura 2.1 y por lo discutido

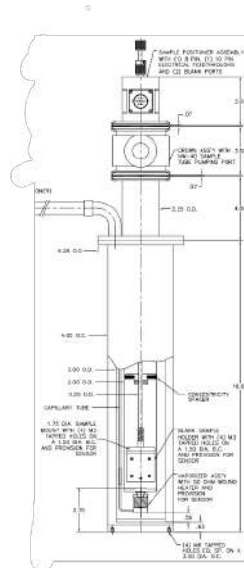


Figura 2.1: Criostato de Flujo de Janis Research STVP-200

en la sección 1.1 se determinan los siguientes requerimientos y restricciones para la caña:

- Dimensiones máximas de 1.75" de diámetro (44.45 mm) y un largo de (558.8 mm).
- Un material de fabricación que evite la propagación de las ondas mecánicas.
- Un material que sea aislante eléctrico.
- Un material sea mecanizable con las herramientas de un taller como el de la Universidad de los Andes equipado de fresa, torno e impresoras 3D.
- Un material de fabricación con un coeficiente de dilatación térmica mínimo. Esta caña va a recorrer un rango de temperaturas desde la ambiente (300 K) a la criogénica (3 K). Por el diseño ha de minimizar los esfuerzos residuales que tenga cada ciclo de trabajo (bajar y volver a subir la temperatura ambiente) en el material.

Como ya se mencionó en la sección 1.1, los materiales usados en la literatura son polímeros de ingeniería ya sean G-10 o Vespel. Estos especialmente, por sus bajos coeficientes térmicos, $\alpha = 1,49 * 10^{-5} K^{-1}$ [13] y $\alpha = 5,4 * 10^{-5} K^{-1}$ [14] respectivamente, por su mecanizado accesible y sus propiedades de aislantes eléctricos. Sin embargo, el resultado de dichos montajes exigían varias uniones de epóxicos y del uso de otros materiales (balso), no aptos para uso criogénico, pues el aislamiento mecánico en los polímeros de ingeniería es insuficiente, resultando en un montaje similar al de la figura 2.2. Esta interfaz entre el

balso, el G-10 y el epóxico generan tensiones residuales y por consiguiente, señales indeseadas como discontinuidades en la evolución del espectro de frecuencia en función de la temperatura.

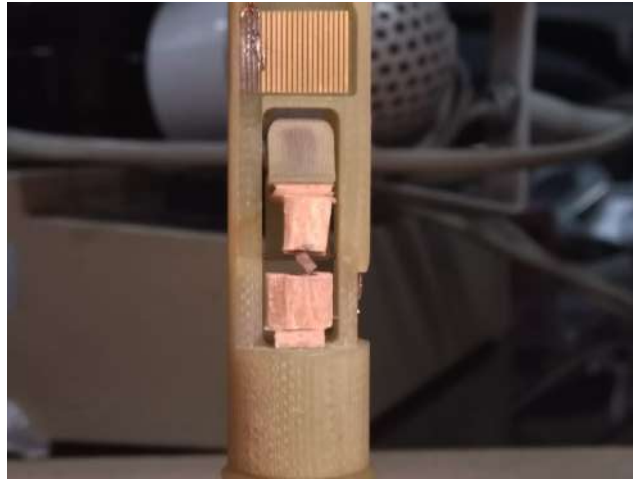


Figura 2.2: Portamuestras de la caña en G-10, fabricado previamente en el NHMFL. Se ven diferentes materiales con diferentes coeficientes de expansión térmica, que puedan generar tensiones residuales en la caña.

2.2. PRIMERA ITERACIÓN DE DISEÑO

Para la primera propuesta de diseño se buscó un material que cumpliera con los requerimientos descritos anteriormente. Los materiales cerámicos son una buena opción ya que su baja densidad y composición permiten muy bajos coeficientes de dilatación térmica, sin embargo su alta fragilidad los hace generalmente inaptos para mecanizar. La evolución de estos materiales ha llevado al desarrollo de cerámicos de ingeniería como el [MACOR](#), [MAXthal](#) o [Shapal](#) que son mecanizables con herramientas convencionales ya que su proceso de vitrificación es diferente y evita la propagación de las fracturas causadas por el mecanizado [15]. Por lo tanto, el MACOR es el material elegido para la fabricación de la caña, por cuestiones de precio comparado a sus competidores.

La caña fabricada en el NHMFL se basa en dos secciones, el cuerpo y el portamuestras. El cuerpo es la estructura que permite la ubicación del protamuestras en la zona de temperatura controlada. Suele ser delgado y adecuado para la transmisión de la informa-

ción del experimento, a través de cables coaxiales. El portamuestras es donde el experimento va a ocurrir. Este ha de tener el espacio para las conexiones y sensores que controlan y vigilan el experimento. La figura 2.2 muestra el portamuestras de la caña del NHMFL. En la figura 2.3, este se ubica en el extremo izquierdo, al final del cuerpo de la caña.

La figura 2.3 (b) muestra un diseño de 13mm de diámetro que se realizó tomando como base el diseño inicial de la caña fabricada en el NHMFL. La novedad del nuevo diseño realizado por nosotros recae en la eliminación del sistema de cuerdas para colgar el portamuestra, este se ve en el centro de la 2.3 (a). Todo esto, sin cambiar el portamuestra como tal ni las dimensiones de base. El objetivo de esta modificación es permitir la manufactura del diseño usando el MACOR, disminuyendo ángulos rectos, discontinuidades, etc.

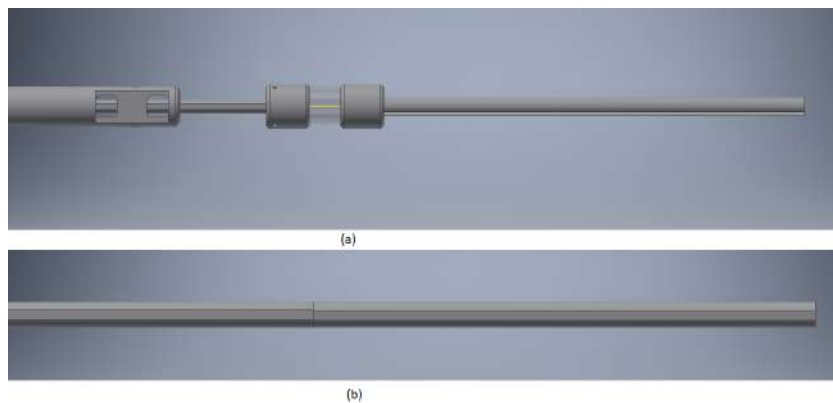


Figura 2.3: Cuerpos de las cañas. La caña correspondiente al antiguo modelo (a), presenta elementos complicados de manufacturar. La caña diseñada (b) es simplemente la unión de las partes para obtener la longitud necesaria.

Además de disminuir la complejidad del diseño para su manufactura, se le agregaron nuevas cosas. Una característica nueva es un tornillo pasante en el extremo del portamuestras. Este con el objetivo de sostener el soporte del transductor inferior, el cual en el modelo de caña del NHMFL se realizaba por medio de epóxico y balso como se ve en la figura 2.2. Esto constituía una gran desventaja por las tensiones residuales que acumulaba. Este cambio llevó a que existieran ciertos elementos con dimensiones menores a 1 mm. Estas dimensiones, al manufacturar un cerámico de ingeniería, representan un acumulador de esfuerzos y son aptas a fracturarse por esfuerzos residuales de la manufactura. Espesores y ranuras debajo de 1 mm representan un peligro para el diseño, una de estas se puede detallar en la Figura 2.4.

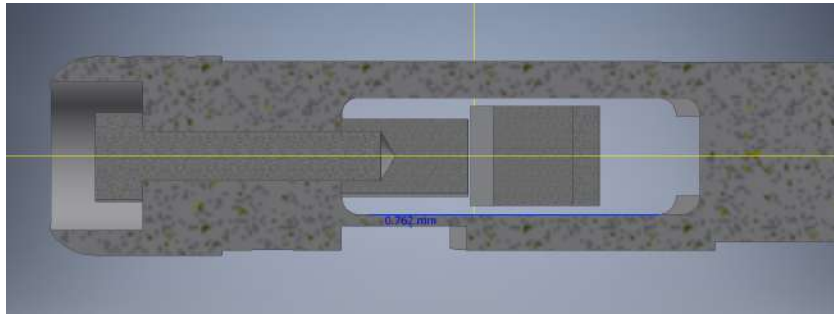


Figura 2.4: Sección longitudinal del portamuestra, mostrando una dimensión menor a 1 mm

Se tuvo que replantear el diseño del portamuestras con los comentarios del departamento de MicroMecánica del departamento de Física de la Unviersidad de los Andes.

2.3. SEGUNDA ITERACIÓN DE DISEÑO

La segunda iteración de diseño se concentró en el portamuestras. Las presentaciones disponibles del material escogido (MACOR) eran de 12 o 15 mm de diámetro. Por lo que se adaptó el diseño previo al de 15 mm. En equipo con el laboratorio de Micromecánica de la Universidad, se diseñó el modelo presentado en la figura 2.5. Al tener unos milímetros más de diámetro, el portamuestras es de 14 mm, evitando dimensiones menores a 1 mm y permitiendo diseñar los tornillos pequeños de una dimensión convencional (M6) para que la manufactura de estos tornillos sea asequible para el material disponible en el taller de la Universidad de los Andes.

Los detalles del plano inferior de la figura 2.5 se basan en las herramientas disponibles en el taller, resaltando que no hay dimensiones menores a 1 mm. A pesar de completar el diseño de la caña, falta adaptarla al criostato. La especificación de la entrada del criostato es una Sanitary Flange de 3" (SF3), siendo un estándar no manejado por la Universidad, no se disponía. Fue entonces necesaria una nueva iteración de diseño. Esta, con el objetivo de construir un adaptador de Sanitary Flange 3" al comercial KF 50, manteniendo adecuada la longitud del ensamble. Otro detalle adicional, es la conectividad a los transductores ya que en el diseño de la caña del NHMFL el balso permitía cierta modularidad, al permitir reemplazar los transductores montados en bases de balso. Ahora estas bases son de MACOR, obligando la creación de canaletas para conectar los transductores a los circuitos. Esta fue

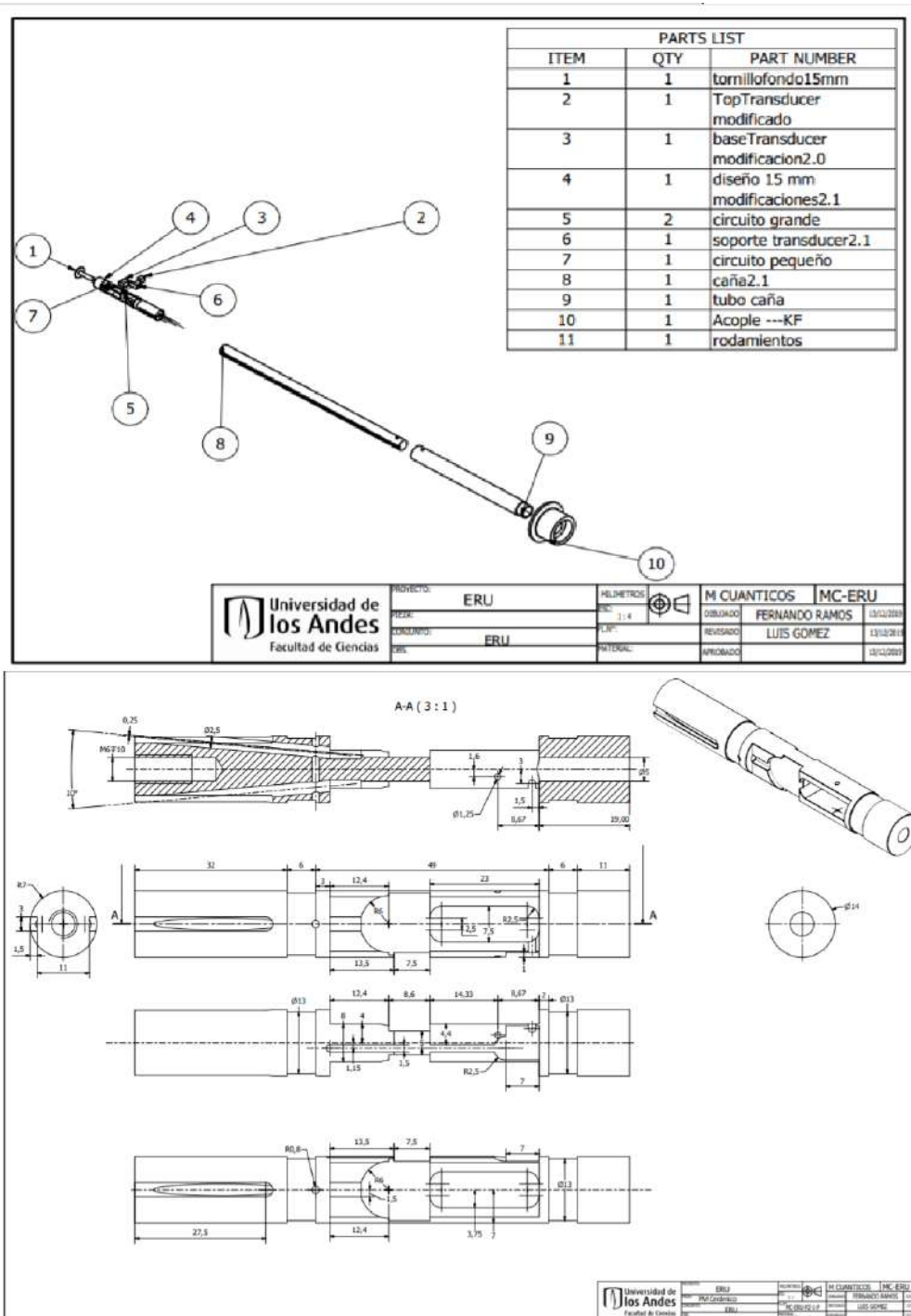


Figura 2.5: Superior: Ensamble de la caña completando la longitud necesaria.

Inferior: Plano detallado del portamuestra con un corte (A) longitudinal.

la última iteración al proceso de diseño permitiendo llegar al diseño final.

2.4. DISEÑO FINAL

Para la construcción del adaptador para la ubicación de la caña en la boca del criostato, se escogió el Duraluminio, ya que es un material que se puede manufacturar con alta tolerancia y es referenciado para aplicaciones de alto vacío. Además se consigue al nivel nacional haciéndolo ideal para el adaptador. El diseño revisado se presenta en la figura 2.6.

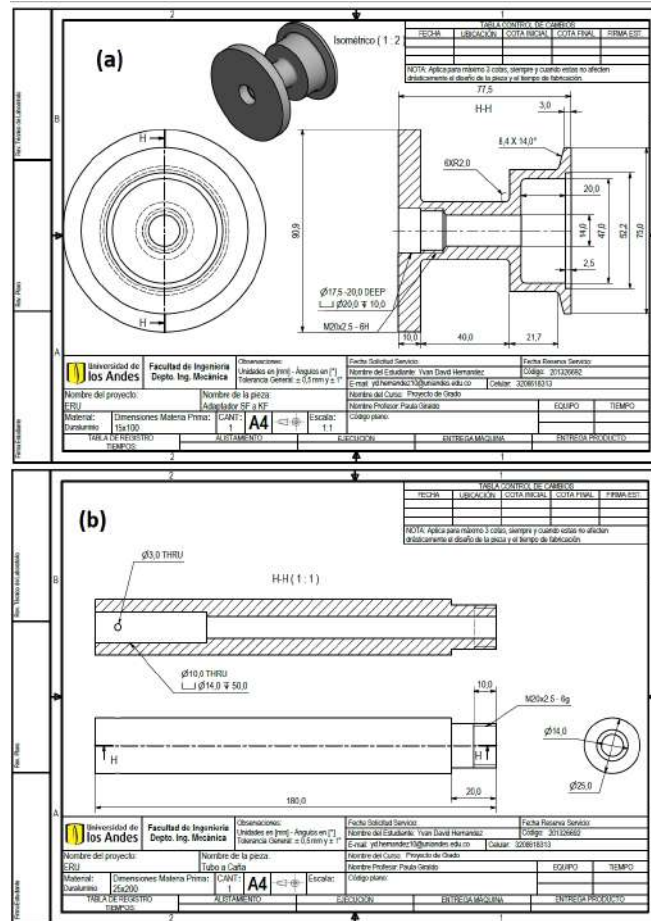


Figura 2.6: (a) Adaptador de Sanitary Flange 3" a KF 50 en Duraluminio

(b) Tubo de duraluminio para conectar la caña al adaptador.

El adaptador esta compuesto de dos partes que se enroscan, lo cual permite el fácil tránsito de los cables y un acople adecuado a la caña.

El ensamble final se observa en la figura 2.8. Este ensamble asegura las longitudes adecuadas para la ubicación de la muestra en la región de temperatura controlada, la cual se encuentra a 490 mm de la entrada del criostato.

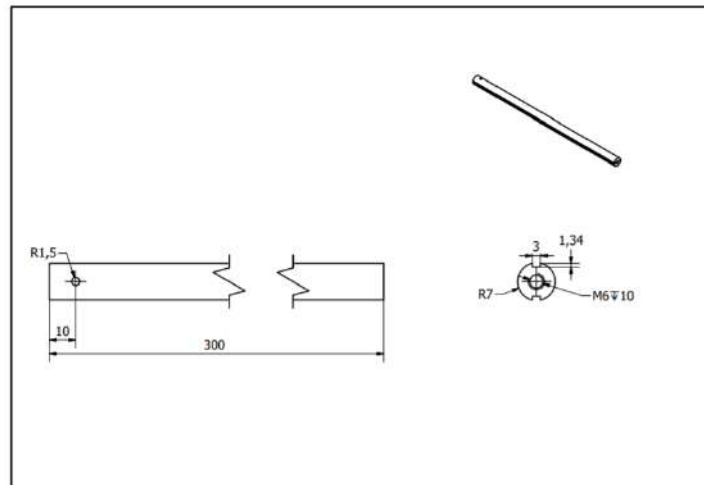


Figura 2.7: Cuerpo largo, de 30 cm, hecho en Macor

El portamuestras de la figura 2.5 se conecta al cuerpo de la caña (Figura 2.7) con un tornillo M6, como se ve en la figura 2.8 (b). A través de un pin transversal, se asegura el cuerpo al tubo de duraluminio de la figura 2.6 (b). Este tubo está roscado al adaptador SF3-KF50 que representa el final del ambiente vacío.

Como ya se mencionó, se definieron también con más cuidado las piezas que soportan los transductores. A estas se les diseñaron canaletas para poder guiar las conexiones del transductor. Estos transductores son discos de 1.5mm de diámetro y un espesor de 0.106 mm, según el fabricante Boston Piezo-Optics. Para poder funcionar correctamente, se ha de hacer contacto en cada uno de los discos opuestos. Los contactos superiores se realizan usando un sputtering de oro con el fin de que las superficies sean paralelas entre si y el inferior en el espacio disponible en la canaleta. Las canaletas se diseñaron en base a las herramientas disponibles al laboratorio, por lo que el ancho mínimo usado es de 1 mm. La 2.9 permite visualizar cómo la ubicación de las canaletas direccionan los cables hacia la parte trasera de montaje y así no interfieran con el posicionamiento de la muestra.

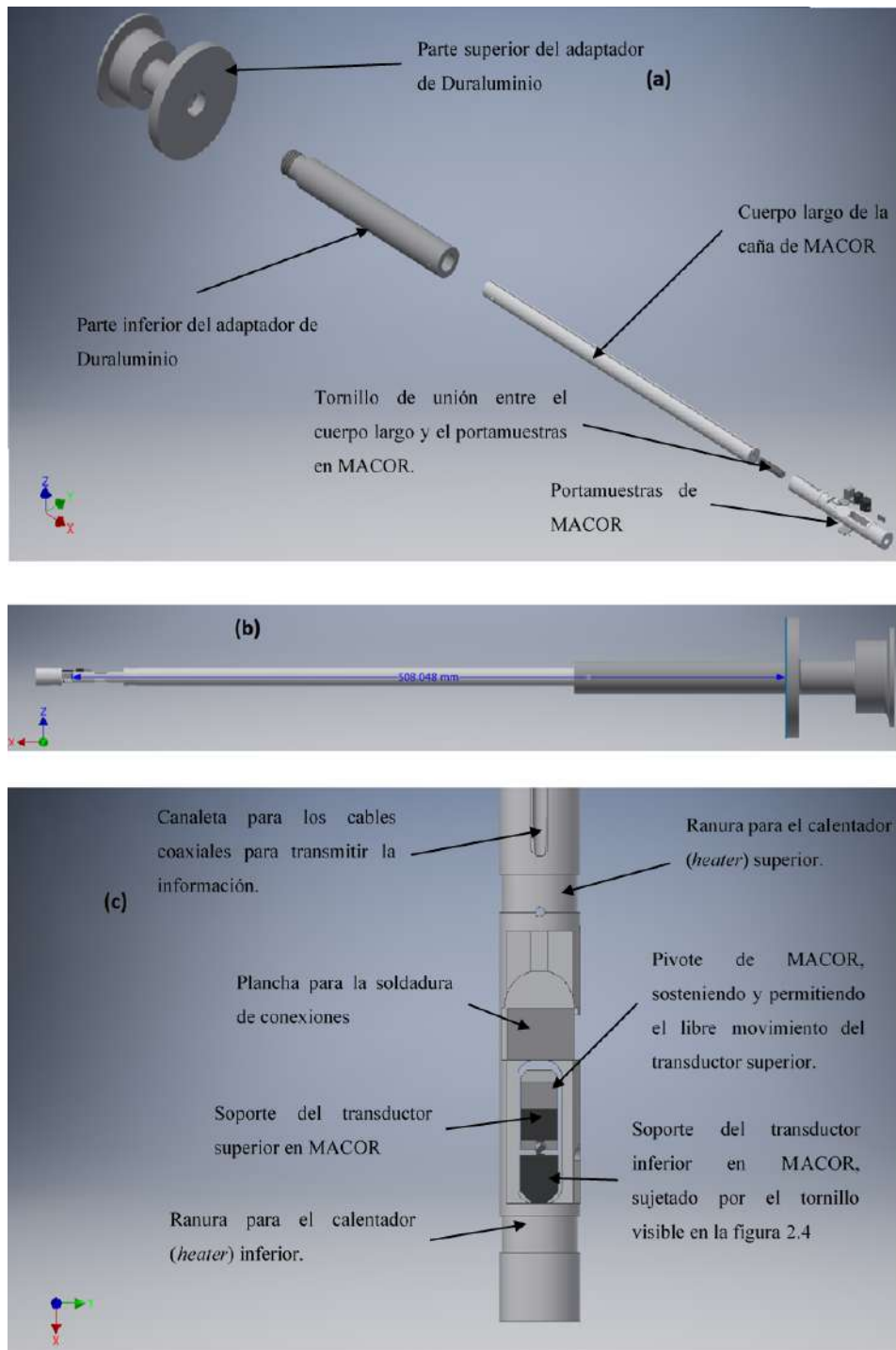


Figura 2.8: (a) Plano explosivo del ensamble final, evidenciando la unión entre el cuerpo y el portamuestras con el tornillo M6.
 (b) Ensamble final, con la longitud adecuada para ubicar la muestra en la región de temperatura controlada.
 (c) Detalle del portamuestras de la caña final sosteniendo una muestra.

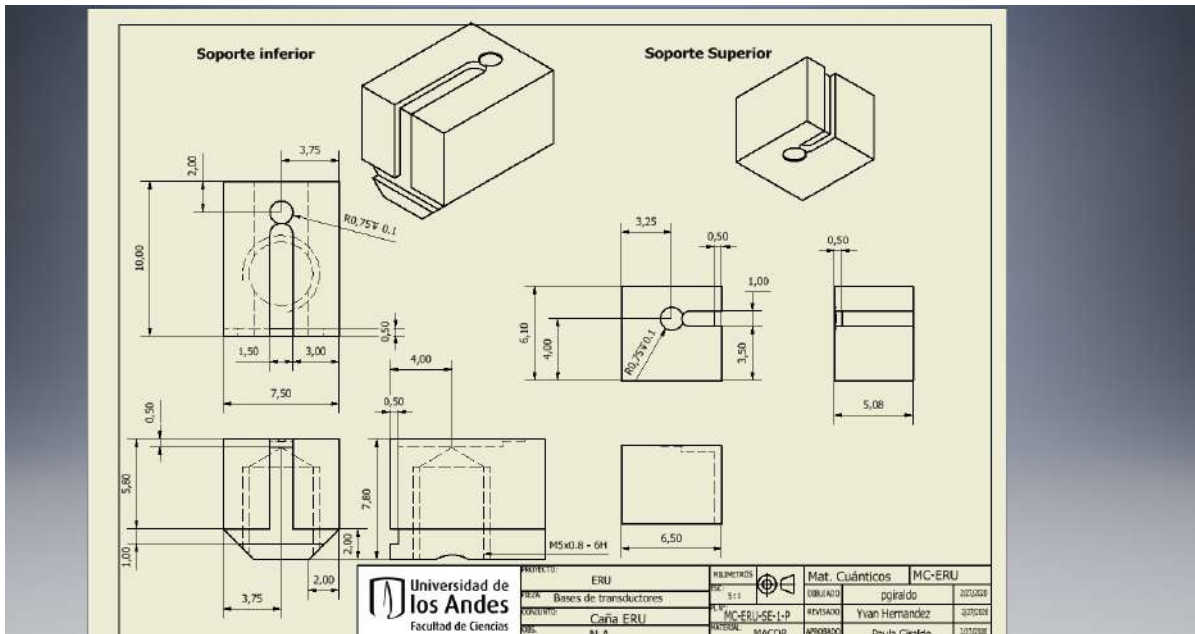


Figura 2.9: Soportes de los transductores superior e inferior.

3. IMPLEMENTACIÓN DE SOFTWARE Y PROGRAMACIÓN DEL RUS

Esta implementación de software corresponde a un primer avance en esta área y se espera proponer una base en la programación necesaria para operar óptimamente un experimento RUS. Se determinaron varias posibilidades para el software del RUS, la primera ya mencionada es el programa de LANL [9]. Sin embargo, este programa no es modificable y por lo tanto no es adaptable a nuevas versiones del experimento. Al ser un objetivo que este experimento tenga software adaptable, este programa no es una opción pero puede usarse como un modelo de lo que se busca en nuestro programa para RUS. Es importante entonces construir el programa teniendo en cuenta que se busca implementar inicialmente con el hardware Red Pitaya, y más adelante, con un equipo de mejor resolución en frecuencia y en razón señal/ruido, como el lock-in HPFL2 de Zurich Instruments. Este programa ha de tener un amplificador lock in (LIA por sus siglas en inglés) para así poder determinar las frecuencias presentes en la señal de entrada. Es también importante tener claro la generación de la onda referencia y cómo se usa con el LIA.

3.1. RESONANCE SPECTROMETER DE LANL

3.1.1. TUTORIAL Y PROCEDIMIENTO PARA EL USO DEL PROGRAMA

Para poder utilizar el software hay que hacer pasos previos, el primero, es descargar el archivo imagen [rus.img](#), descomprimirlo para copiarlo en una MicroSD usando un software apropiado como [Win32DiscImager](#). Esta MicroSD contiene el código que permite el programa de LabView comunicarse efectivamente con los VIs que a su vez comunican con el hardware en un idioma HDL. Esta tarjeta va dentro del RedPitaya.

El siguiente paso es descargar el programa. Para esto hay que descargar el [RunTime de Labview 2019](#) y el instalador del programa [ResonanceSpectrometer](#), descomprimirlo y correrlo. En el mismo repositorio está disponible un manual del programa.

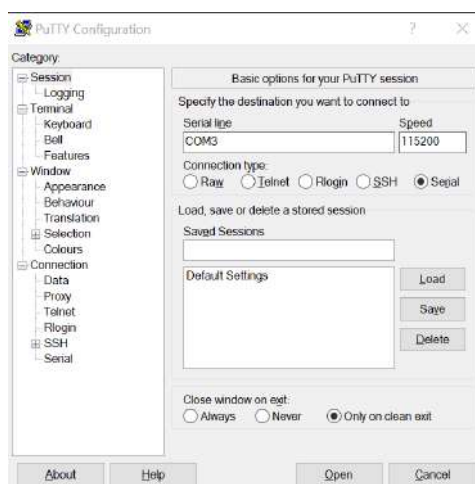


Figura 3.1: Ajustes de la ventana de PuTTY para poder comunicarse con el RedPitaya

Una vez este paso completado, ya está listo para conectarse. Para eso, se necesitan dos cables de Ethernet, uno para el computador y otro para el RedPitaya, hay que conectar los dos a la misma subred, pueden ser los puertos Ethernet en un mismo salón (de mismo color). Para conectarse correctamente el RedPitaya, hay que identificar su dirección IP. Con este fin, se conecta el computador y el RedPitaya directamente a través de un cable de microUSB tipo B (El conector usual de los celulares Android antes del USB tipo C) y un programa de lectura de software, SSH, como [PuTTY](#). Una vez identificado el puerto COM en el que está conectado el RedPitaya ([Panel de Control](#) >> [Administrador de dispositivos](#) >> [Puertos COM](#))

en general es el COM 3), se abre el PuTTY, en la opción SERIAL se agrega el puerto de comunicación y se ajusta la velocidad de comunicación a 115200, como se ve en la figura 3.1, click en Open. Se abre la terminal de comunicación con el RedPitaya.

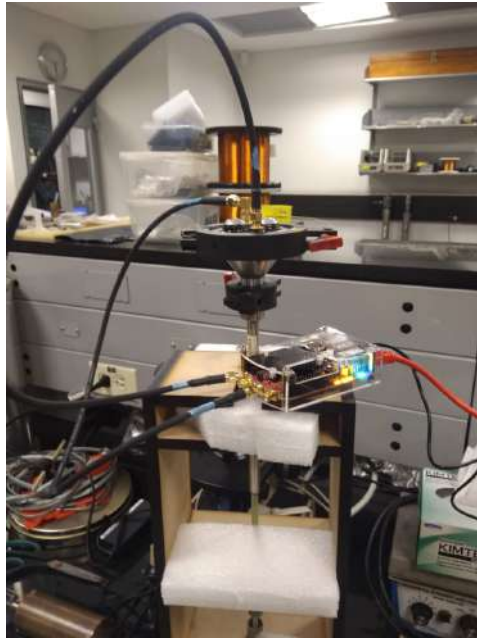


Figura 3.2: Montaje experimental completo, usando una caña de G-10

En esta terminal se va a revisar que la IP del RedPitaya. Lo primero es presionar la tecla **ENTER** del teclado, para poder ingresar las credenciales de usuario, el *User* es **root** y el *password* es **changeme**, se vuelve a presionar la tecla **ENTER**. El siguiente paso es ingresar el comando **ifconfig** seguido de **ENTER**, aparece entonces la dirección IP actual del RedPitaya.

Para finalmente hacer la conexión entre la dirección IP en el programa *Resonance Spectrometer*. Para esto, se abre el programa, entra en las configuraciones de la ventana *Spectrum Recorder* haciendo click en el engranaje a la derecha del nombre. Y en RedPitaya address copia la dirección IP.

3.1.2. TOMA DE UN ESPECTRO

Una vez ya conectado el RedPitaya al computador hay que conectarlo al experimento. La caña experimental tiene dos conectores SMA, uno para el transductor de abajo y otro

para arriba, el **Output 1** del RedPitaya ha de ir conectado con el SMA de **abajo**, el **Input 1** con el de **arriba**. Una vez conectados, como en la figura 3.2, se puede lanzar un toma de espectro el modulo de control del programa *Resonance Spectrometer*, haciendo click en *Start*.

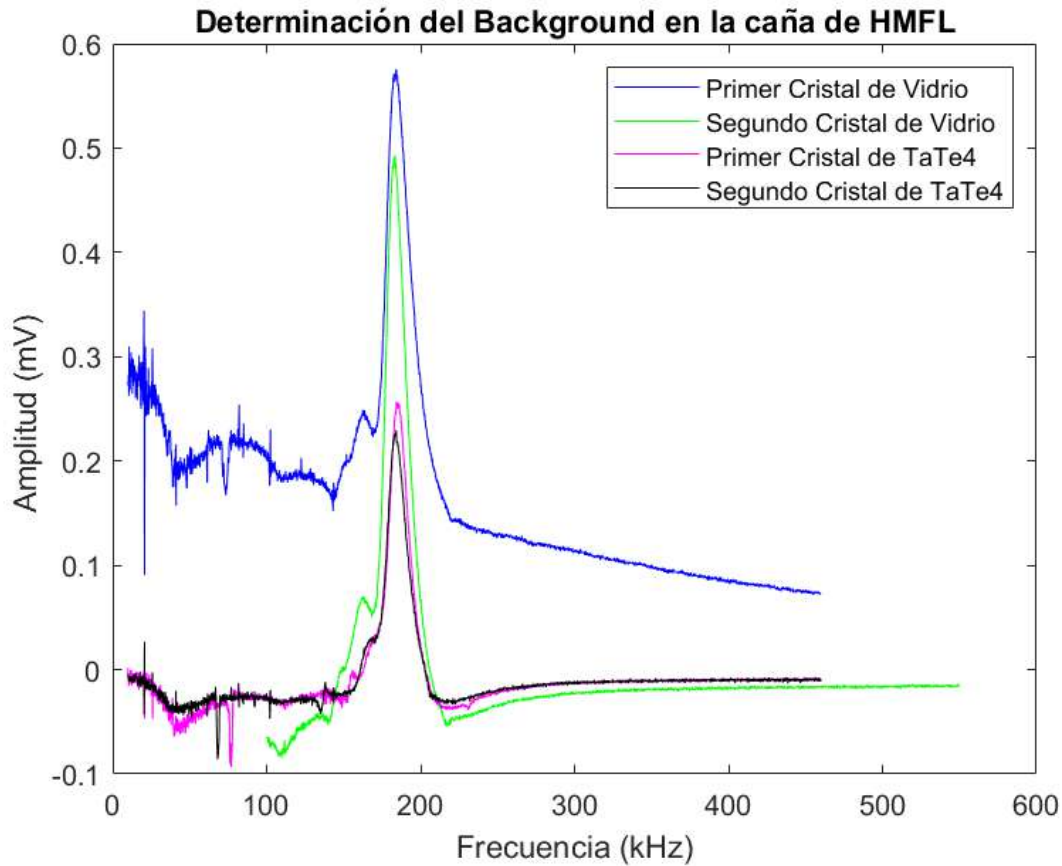


Figura 3.3: Cuatro barridos de frecuencia de cuatro diferentes muestras a bajas frecuencias a temperatura ambiente. El eje de las ordenadas corresponde al voltaje generado por el piezoeléctrico superior por causa de la vibración de la muestra.

A medida que se probó este montaje con dos cristales de vidrio y dos de $TaTe_4$ y geometrías variadas (sin pulir), se concluyó que el experimento deja un background en la señal que se manifiesta antes de los 500K Hz como se aprecia en la figura 3.3. En muestras de tamaños del orden del milímetro se esperan picos entre los cientos de hertz y unidades de megahertz, y dependen del tamaño y de las propiedades mecánicas de la muestra. La figura 3.3 presenta picos y movimientos parecidos en muestras muy diferentes por lo que se concluyó que son consecuentes del experimento y no de la muestra. Indagando en mayores

frecuencias (500kHz a 2 MHz) sobre las muestras de $TaTe_4$, los picos de resonancia no se detectaron por lo que es necesario una revisión de la electrónica de la caña HMFL, en especial la amplificación de la señal obtenida. Se obtuvieron entonces espectros que no evidencian resonancia, como se ve en la figura 3.4.

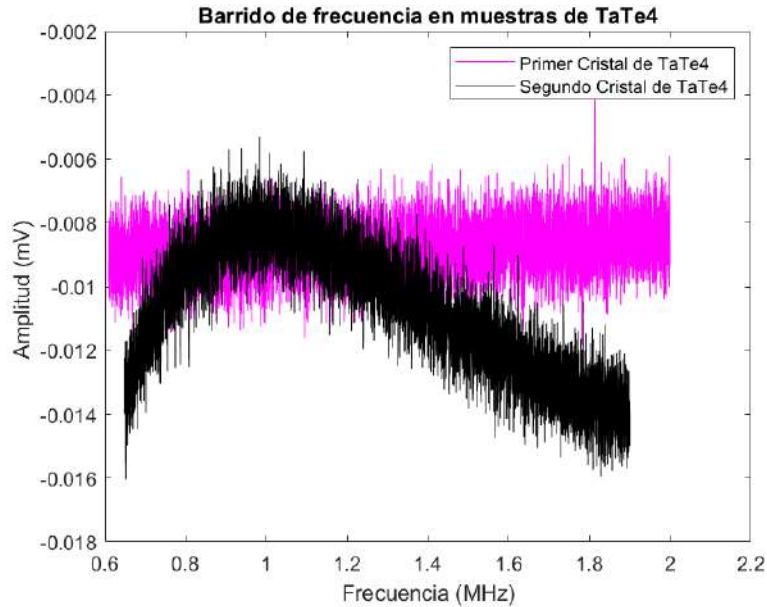


Figura 3.4: Dos barridos de frecuencia sobre muestras de $TaTe_4$ a altas frecuencias sin presentar ninguna resonancia clara de la muestra analizada.

3.1.3. FUNCIONAMIENTO

Este programa tiene dos ventanas o módulos en los que maneja, en el primero *Spectrum Recorder* la adquisición de datos y en el segundo *Resonance Detector* el procesamiento de estos [16].

Este programa comunica con el software subido a la SD del RedPitaya y al cual no tenemos acceso a ella. En la librería de instrumentos del programa encontramos que el RedPitaya cumple con tres funciones adicionales de además de generar el sweep de frecuencia, estos se ven en la figura 3.5.

La forma en que el programa toma los datos se basa en dos VI de LabView que comunica con el software subido al RedPitaya. Detalles claves para poder saber cómo el número de datos generados, la forma en que los genera y otras cosas son desconocidas ya

que el código del sweep esta se dirige únicamente al RedPitaya. Esto se observa en la indagación de los VIs del programa en LabView en la figura 7.3. Sin embargo, siguiendo ese camino se llega a ciertos VIs que pueden ser importantes al realizar su propio código para generar las ondas. VIs como el último VI de la figura 7.3, *CreateFrequency*, pero también *MergeOverlapRegions* entre otros.

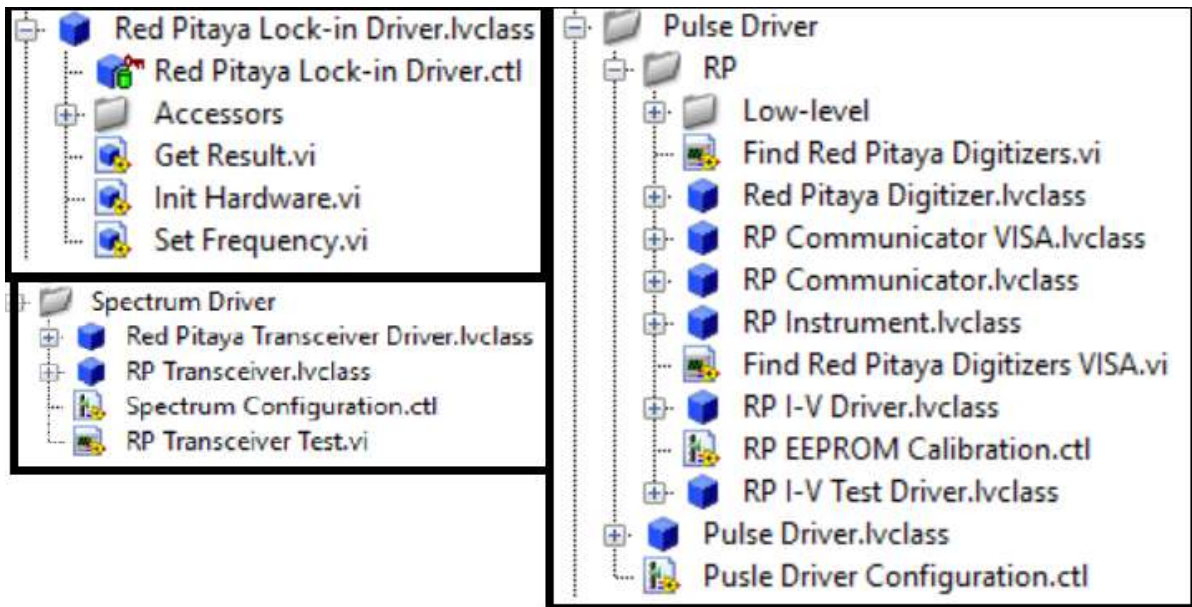


Figura 3.5: Roles adicionales realizados por el RedPitaya.

Un último elemento importante para entender el funcionamiento de la aplicación esta descrito en la figura 7.2. La descripción del paso a paso para tomar medidas por parte del autor permite ver que la sola inicialización de los instrumentos dentro del RedPitaya es suficiente para que realicen sus labores. Esto puede ser una guía importante para el programa escrito por la Universidad de los Andes ya que muestra que el procesamiento de los datos en tiempo real (LIA en especial).

3.2. LOCK IN AMPLIFIER

El objetivo del LIA es obtener desde una señal distrocionada por el ruido, una señal limpia a partir de información como frecuencia o periodo [17]. Lo que se obtiene del LIA es la amplitud y la fase con respecto a la señal de referencia, como se puede ver en la figura 3.6.

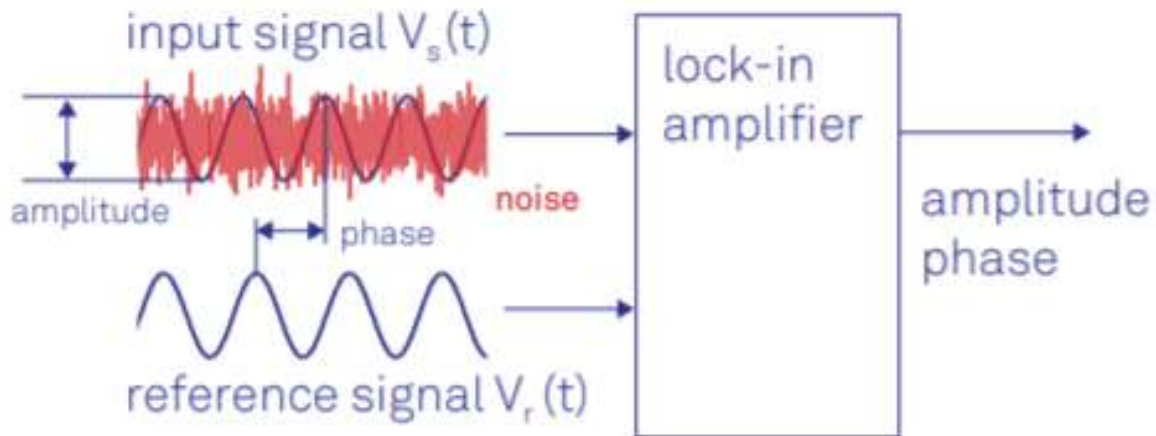


Figura 3.6: Entradas y salidas de un Lock in Amplifier [17]

La codificación de un Amplificador Lock In (LIA por sus siglas en inglés) para competir en un nivel científico pide una reprogramación a nivel FPGA del RedPitaya. Se encuentran en la literatura varios ejemplos cómo modificando el código que se comunica con el hardware se obtiene un rendimiento competitivo [9, 18, 19]. Esto se hace en la tarjeta SD del RedPitaya escribiendo el código en Vivado o VHDL, este es un idioma de descripción de hardware (HDL por sus siglas en inglés). Este idioma permite indicarle a la FPGA integrada (Xilinx ZYNQ XC7Z010) la forma de usar los convertidores digital a analógico (DAC por sus siglas en inglés) y los conectores analógico a digital (ADC)[18, 20].

La disponibilidad en la literatura de un LIA escrito en software completamente libre permite que una vez la comprensión del funcionamiento de este, se pueda modificar y construir sobre él [21]. Sin embargo, es posible comparar rendimiento y construcción con otros LIA construidos en el hardware de RedPitaya [19].

La figura 3.7 resume el flujo de la información en la tarjeta. Es importante resaltar que este modelo detecta la fase de una forma diferente a la que otras referencias, este multiplica las señales y las pasa por un filtro de respuesta de impulso infinito (IIR) mientras que los otros la pasan por un filtro de paso bajo (LPF) [17, 19].

Es también importante que incluso con todo el desarrollo en VHDL la medida de ruido introducido por el LIA de Warwick es muy superior al de un elemento comercial, co-

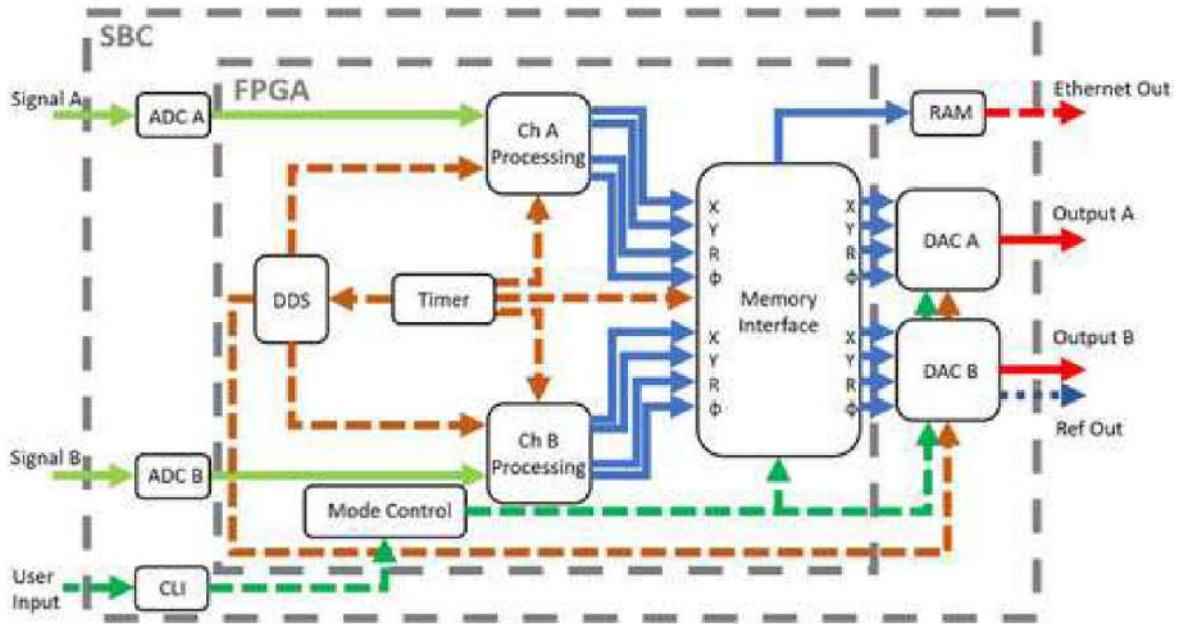


Figura 3.7: Estructura del Lock in Amplifier instalado en el RedPitaya por parte del grupo de Warwick. Las señales (en verde claro) son procesadas y multiplicadas por la señal generada en el sintetizador digital directo (DDS), esto dentro del canal procesador (A y B). El DDS es el que reparte el tiempo (marrón punteado) que se usa como referencia en la tarjeta. Por último, las señales multiplicadas se pasan por un filtro IIR. La señal filtrada (azul) pasan ya al centro de memoria y finalmente a la DAC y al Ethernet.[18]

mo ellos lo detallan, el LIA en el RedPitaya introduce $90nV/\sqrt{Hz}$ cuando un LIA comercial de Zurich Instruments (HF2LI) introduce $5nV/\sqrt{Hz}$.

Sin embargo, al ser modificable en su integralidad, este LIA es una opción económica de LIA en el laboratorio y en el uso del ERU. Ya entrado en el hardware, se observa que la velocidad del DAC en el RedPitaya permite hasta 125 Msps, por lo que es entonces razonable cargar los datos del sweep como una función arbitraria para que la FPGA las genere [20].

3.3. SOFTWARE DE LA UNIVERSIDAD DE LOS ANDES

La construcción de un software para hacer un ERU en la Universidad de los Andes tiene dos grandes etapas. La primera es determinar cómo va a ser la interacción entre el computador y el RedPitaya y la segunda es la programación de esta interacción. En este trabajo, se propone que, al poder modificar el código HDL del RedPitaya, se construya para que obtenga en un ciclo todos los puntos del computador para generar la onda original. De ahí, el RedPitaya las transmite al transductor y adquiere la señal de vuelta, la compara con la original (un LIA interno) devolviendo al computador la onda detectada, su desfase con la original y las diferencias en amplitud.

La figura 7.1 muestra un ejemplo realizado con los VIs originales del RedPitaya. En efecto, como con cualquier instrumento, se ha de inicializar y transmitir la onda arbitraria (la cantidad de puntos, *sampling info*, dependen de los límites del hardware y del VHDL que se programe, para generar un máximo de puntos). Para que este programa funcione el software dentro del RedPitaya ha de tomar esta onda, generarla en el canal 1 de *Output* y leer la respuesta en el canal 1 de *Input* compararlas a través de un LIA y transmitir al computador la fase y la amplitud de la onda leída. Esto es lo que se ha de programar en HDL.

Para verificar que la señal generada no presenta discontinuidades, se visualizó en la figura 3.8 los cambios de frecuencia de la señal producida. Se concluye que no parecen haber grandes discontinuidades entre una frecuencia y la otra, sin embargo hay que caracterizar el tiempo de respuesta y procesamiento del hardware del RedPitaya para que no hayan tiempos muertos entre un ciclo y el siguiente. Esto se ha de realizar con un osciloscopio y una programación HDL ya subida en el hardware pues esta es esencial en la velocidad de procesamiento de la señal.

Esta programación HDL se puede realizar en conjunto con el departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica de la Universidad de los Andes, en especial el grupo Centro de Microelectrónica de la Universidad de los Andes (CMUA) que trabaja en el diseño e implementación de sistemas de alta integración.

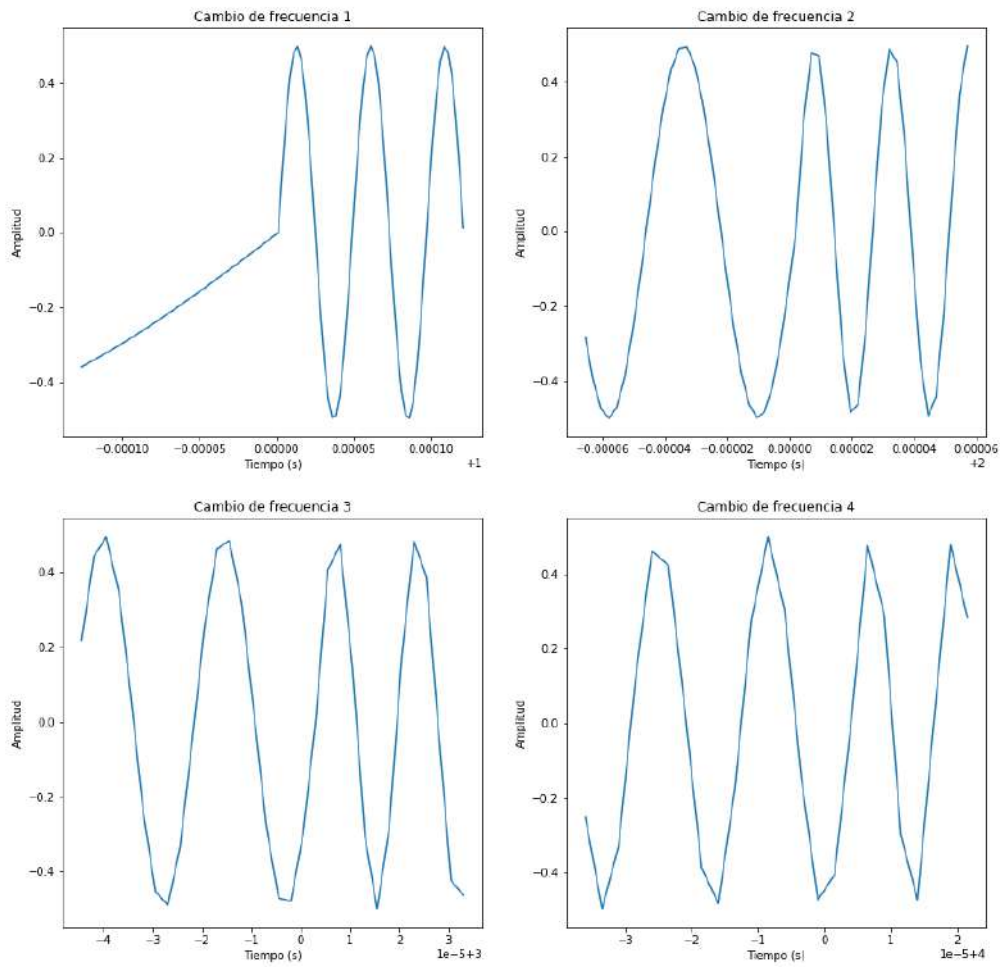


Figura 3.8: Visualización de las fronteras entre las señales generadas de diferentes frecuencias por el programa en la figura 7.1, pidiendo generar 5 espectros barriendo entre 10kHz y 100kHz

4. CONCLUSIONES

Al repasar las bases conceptuales de la física presente durante un experimento de espectroscopía de resonancia ultrasónica, se mencionó la potencialidad del experimento para explorar transiciones de fase de CDW.

En base al diseño previo de un experimento de ERU se creó un nuevo modelo mejorando aspectos de mecanizado, materiales y practicidad en el uso del experimento. Este diseño, realizado en tres iteraciones, está adaptado al nuevo criostato. Esto gracias a la continua retroalimentación del Taller de MicroMecánica de la Universidad de los Andes. Sin embargo, falta su montaje, conexión y prueba en manos del grupo de Materiales Cuánticos de la Universidad de los Andes.

Adicionalmente, se establecieron las bases para poder utilizar el software disponible para operar el experimento. Se presentaron también herramientas claves para construir el software propio de la universidad, necesario para operar este experimento. Esta programación, al ser de VHDL, se ha de planear con la colaboración del departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica de la Universidad de los Andes.

Por último se probó el funcionamiento del software (programa de LANL) con la caña anterior, obteniendo la posibilidad de medir resonancias mecánicas a temperaturas ambiente, mientras la construcción de la nueva caña y la llegada del criostato.

5. AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecerle a toda mi familia por su apoyo y paciencia, a los miembros del taller de micromecánica del Departamento de Física, en especial a Don Luis Gómez, al Ing. Jhonny Turizo del taller de electrónica del departamento. A Valentina Joya por todo su apoyo y consejo durante todo el proceso.

6. REFERENCIAS

- [1] TJ Ulrich, K. R. McCall, and R. A. Guyer. Determination of elastic moduli of rock samples using resonant ultrasound spectroscopy. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 111(4):1667–1674, 2002.

- [2] Brian Zadler, H L Le Rousseau, John A Scales, and Martin L Smith. Resonant ultrasound spectroscopy: Theory and application.
- [3] R. B. Schwarz and J. F. Vuorinen. Resonant ultrasound spectroscopy: Applications, current status and limitations. *Journal of Alloys and Compounds*, 310(1-2):243–250, 2000.
- [4] W. M. Visscher A. Migliori, J.L. Sarrao. Resonant ultrasound spectroscopic of the elastic moduli of solids. *PHYSICA B*, 183, 1992.
- [5] Sayak Ghosh, Michael Matty, Ryan Baumbach, Eric D. Bauer, K. A. Modic, Arkady Shekhter, J. A. Mydosh, Eun-Ah Kim, and B. J. Ramshaw. Single-Component Order Parameter in URu₂Si₂ Uncovered by Resonant Ultrasound Spectroscopy and Machine Learning. 21:1–10, 2019.
- [6] T. Lee, R. S. Lakes, and A. Lal. Resonant ultrasound spectroscopy for measurement of mechanical damping: Comparison with broadband viscoelastic spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*, 71(7):2855–2861, 2000.
- [7] Neil Ashcroft and David Mermin. *Solid State Physics*, 1976.
- [8] Albert Migliori and J. D. Maynard. Implementation of a modern resonant ultrasound spectroscopy system for the measurement of the elastic moduli of small solid specimens. *Review of Scientific Instruments*, 76(12):1–7, 2005.
- [9] Fedor F. Balakirev, Susan M. Ennaceur, Robert J. Migliori, Boris Maiorov, and Albert Migliori. Resonant ultrasound spectroscopy: The essential toolbox. *Review of Scientific Instruments*, 90(12), 2019.
- [10] C. Kittel. *Introduction to Solid State Physics*, volume 8. 1957.
- [11] B. J. Ramshaw, Arkady Shekhter, Ross D. McDonald, Jon B. Betts, J. N. Mitchell, P. H. Tobash, C. H. Mielke, E. D. Bauer, and Albert Migliori. Avoided valence transition in a plutonium superconductor. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 112(11):3285–3289, 2015.
- [12] Arkady Shekhter, B. J. Ramshaw, Ruixing Liang, W. N. Hardy, D. A. Bonn, Fedor F. Balakirev, Ross D. McDonald, Jon B. Betts, Scott C. Riggs, and Albert Migliori. Bounding the

- pseudogap with a line of phase transitions in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$. *Nature*, 498(7452):75–77, 2013.
- [13] Laminated Plastics. Technical data sheet. 41(0):2–4, 2014.
- [14] DuPont. Properties of DuPont VESPEL. page 44, 1995.
- [15] Corning Inc. MACOR, Machinable Glass Ceramic For Industrial Applications. *Brochure*, page 6, 2012.
- [16] Fedor F. Balakirev. Resonance Spectrometer, Available at: <https://github.com/ffb-LANL/resonant-ultrasound>, 2019.
- [17] Zurich Instruments. Principles of lock-in detection and the state of the art. *White Paper*, 2016.
- [18] G A Stimpson, M S Skilbeck, R L Patel, B L Green, and G W Morley. An Open-Source High-Frequency Lock-in Amplifier. pages 1–10, 2019.
- [19] L. H. Arnaldi. Implementation of an AXI-compliant lock-in amplifier on the redpitaya open source instrument. *2017 8th Argentine Symposium and Conference on Embedded Systems, CASE 2017*, (August), 2017.
- [20] Red Pitaya Corporation. Electrical schematics for Red Pitaya STEM 125-10. 2017.
- [21] G A Stimpson. RePLIA - FPGA Based Lock-in Amplifier; Available online : <https://github.com/WarwickEPR/RePLIA>, 2019.

7. ANEXOS

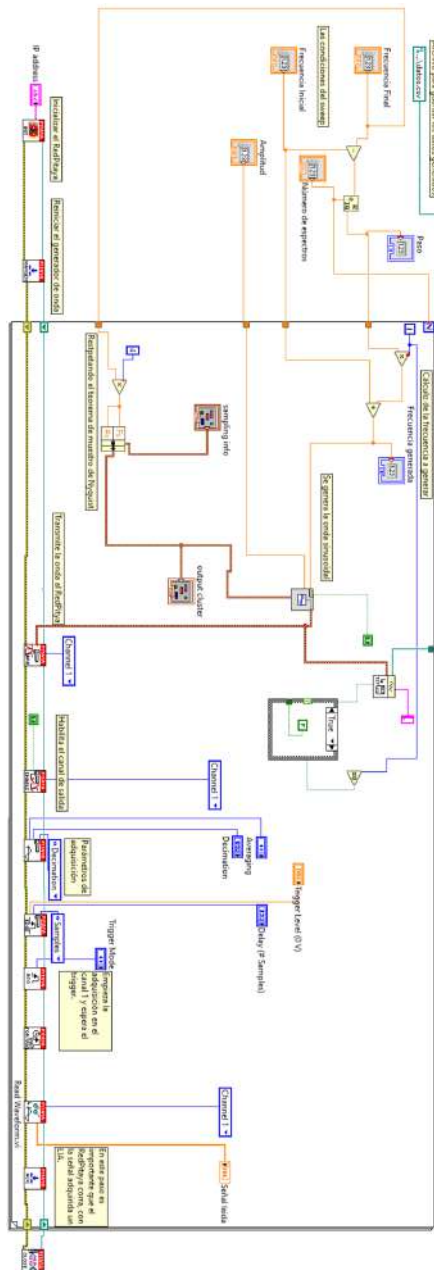


Figura 7.1: Programa realizado con los VIs del RedPitaya comercial en LabView 2019. Este programa realiza un sweep desde una frecuencia inicial a una final, se los transmite al RedPitaya y guarda los datos de la onda original. En cuanto al RedPitaya, procesa y genera la onda, seguido de la adquisición de los datos en el canal 1, ahí es dónde ha de ir un LIA para poder obtener en tiempo real la fase y la amplitud.

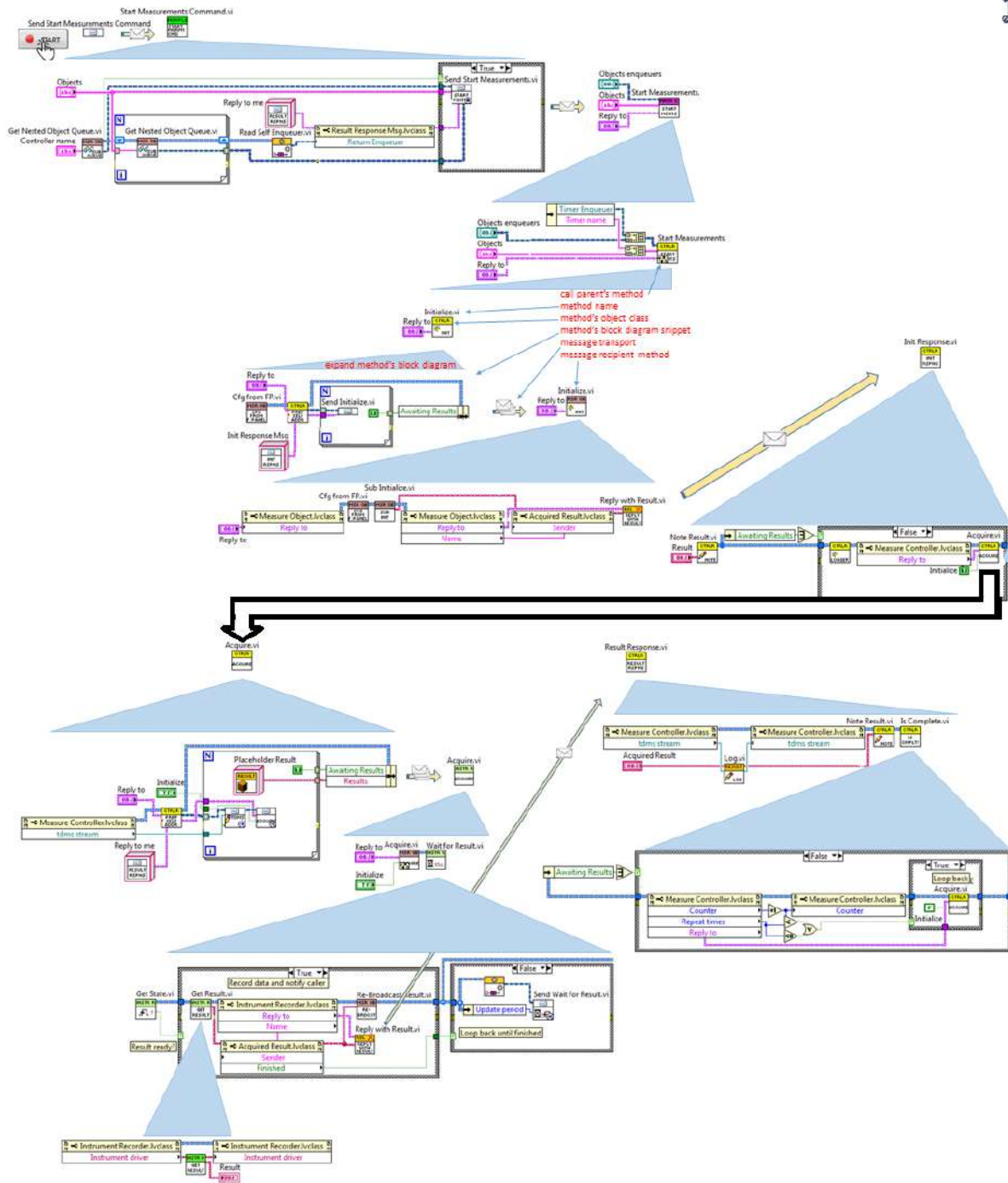


Figura 7.2: Documentación para entender el proceso de toma de datos del programa LANL [16].

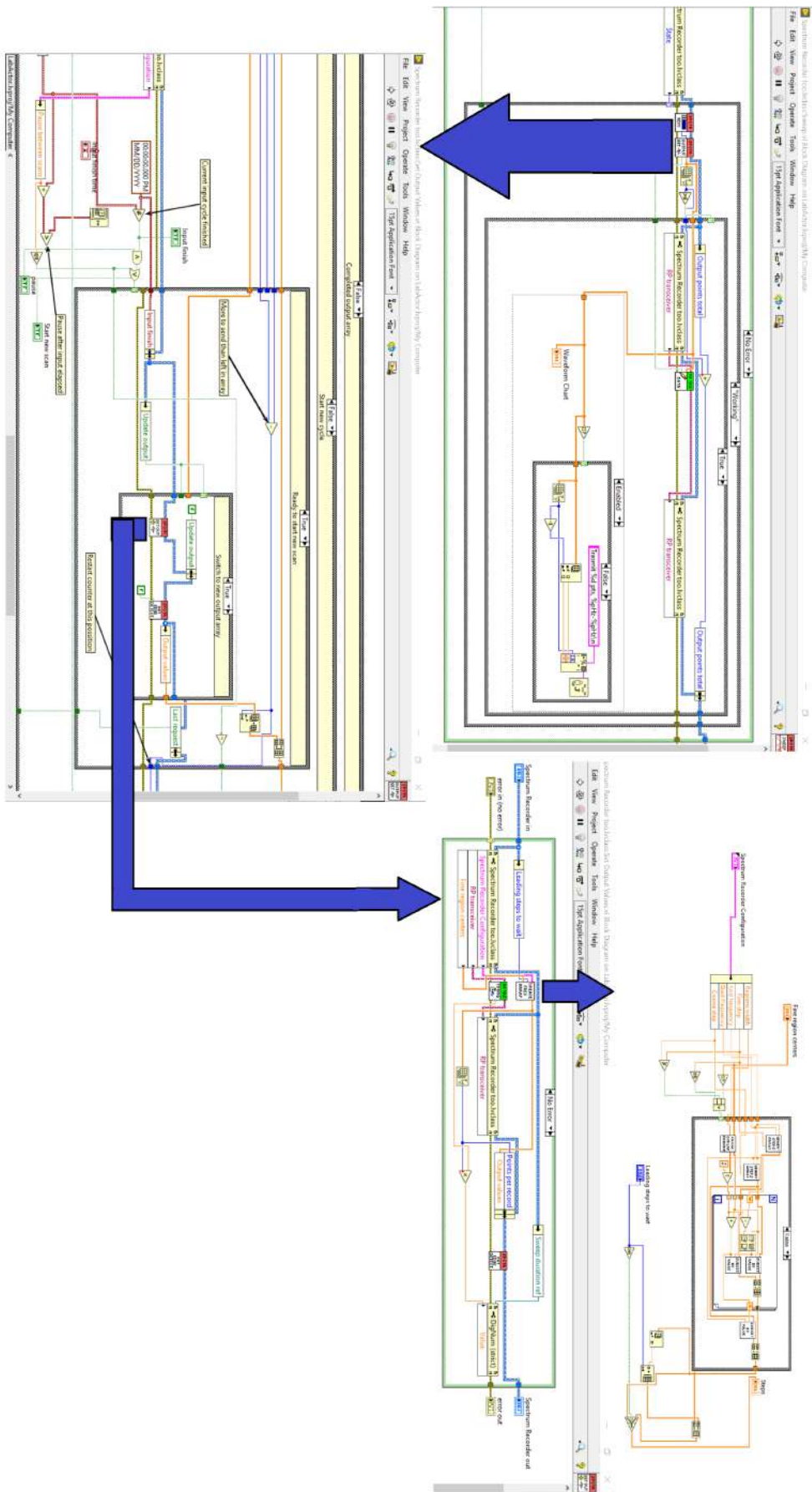


Figura 7.3: Serie de VIs usados para la realización de un Sweep en el programa del laboratorio LANL. En orden: Sweep.vi ; Get Output Values.vi ; Set Output Values.vi ; Create frequency array.vi [16]