

INTRODUCCIÓN

1.1 Motivación

El valor de la resistividad ρ de un material y la forma de su dependencia térmica son función del tipo y número de centros dispersores electrónicos y de las propiedades de transporte del mismo [1]. El conocimiento de la resistividad ρ , en función de la temperatura T , permite investigar en detalle muchas propiedades físicas de un material, como por ejemplo la distancia energética entre bandas en un semiconductor. Por consiguiente, tanto para su caracterización como para el control de su composición y de las variables estructurales, es imprescindible obtener mediciones exactas y precisas de la conductividad del material. Necesariamente, estos requerimientos se trasladan a la capacidad que deben tener los instrumentos utilizados para brindar esa información.

En el caso particular de los materiales superconductores, la variación de varios órdenes de magnitud que sufre $\rho(T)$ en torno a la transición superconductora, impone criterios rigurosos en el diseño de un resistómetro tanto por los valores que es necesario medir como por el amplio rango de temperaturas que se debe cubrir. Es conveniente entonces que el equipo no sólo mida con precisión la temperatura crítica T_c a la que se produce la transición superconductora, sino que también permita registrar con exactitud la variación de $\rho(T)$ en el entorno de la misma, ya que del estudio de la forma de la curva se inferirán importantes propiedades del sistema bajo estudio.

La medición de resistividades en un rango de valores amplio presenta un considerable número de desafíos cuando se trata de desarrollar un instrumento capaz de efectuar medidas precisas. Los problemas tienen que ver con los instrumentos en sí y con la naturaleza de los errores inherentes a la magnitud a medir. Las principales

consideraciones que deben tenerse en cuenta son: la relación señal–ruido, la determinación del valor de la corriente aplicada y las dificultades que ocasionan las resistencias de contactos.

1.2. La medición de superconductividad en el Departamento de Física de la Facultad de Ciencias Exactas de la Universidad Nac. de La Plata

Con el descubrimiento de materiales superconductores con alta T_C surgió en todo del mundo un gran interés por su caracterización, y por la búsqueda de nuevos compuestos, dado su potencial tecnológico y por ende económico. En particular, a fines de la década del '80, en la Argentina se iniciaron líneas de investigación en base a estos sistemas en Bariloche [2], Buenos Aires [3] y La Plata [4], [5].

El procedimiento de medida utilizado hasta el presente en el Dpto. de Física de esta Universidad es básicamente manual [6]. La muestra a ensayar se desplaza a lo largo de una varilla dentada, uno de cuyos extremos está sumergido en nitrógeno líquido (77K). Las mediciones de resistencia se realizan en alterna (CA), con corrientes de 100 y 150 μA y el registro de temperatura es llevado a cabo con una termorresistencia PTC de platino, que impone un error de $\pm 1,8\text{K}$ a 50K y $\pm 0,1\text{K}$ a 300K. Con esta disposición, y la instrumentación disponible, la sensibilidad en la medición de resistencia se encuentra en el orden del $\text{m}\Omega$ y el error relativo es del orden del 10 %, prestaciones que se consideran insuficientes para las líneas de trabajo en curso. Además, actualmente se requiere preparar y caracterizar muestras superconductoras mediante diferentes técnicas, a menudo con atmósfera controlada. Por otra parte, las mediciones realizadas con la técnica descrita no cuentan con ningún tipo de automatización, y en consecuencia es imposible garantizar repetitividad.

1.3 Especificaciones requeridas

Las características generales del sistema requerido surgen entonces de la necesidad del Dpto. de Física de contar con un equipo capaz de medir y registrar $\rho(T)$ con las siguientes especificaciones:

- Atmósfera controlada. Es importante poder realizar medidas en condiciones que no alteren las características de la muestra, por ejemplo

atmósferas de gases inertes. En el caso de materiales sensibles a la atmósfera (óxidos, por ej.) es importante que sea posible correlacionar el resultado de una medida con una atmósfera determinada (He, Ar, N₂, O₂, etc.).

- Amplio rango de temperatura controlada (menor que 77K hasta temperatura ambiente).
- Sensibilidad y resolución del orden del $\mu\Omega$ en la medida de $\rho(T)$, y un error relativo menor que el 2%. Posibilidad de invertir el sentido de la corriente para evitar potenciales termoeléctricos (*fems*), tratados en detalle en la sección 9 del capítulo 3.
- Posibilidad de medir con técnicas de CC y de CA. La primera técnica se aplica para todo el rango de medida del equipo. Cuando los valores a medir con CC son comparables a las tensiones parásitas (ruido), la técnica de CA permite evitar dichas tensiones.
- Temperatura controlada entre 12K y ambiente, con una precisión de al menos 0.5K en todo el rango.
- Control y registro automatizado.
- Condiciones de seguridad ante fallas para personal y equipo.

Ante requisitos tan específicos no existe un equipo comercial integrado que satisfaga dichas especificaciones. Por lo tanto, se consideró necesario el estudio de la problemática de la medición de superconductividad, y el desarrollo del prototipo experimental de un instrumento de medida, trabajos que dieron lugar a la presente tesis.

1.4 Objetivos y alcance del presente trabajo

Este trabajo trata sobre la medición de conductividad en materiales superconductores. En su desarrollo se construyó un equipo, que sirvió para implementar un resistómetro que pueda ser utilizado en estudios de propiedades de transporte y en otro tipo de materiales que se encuentran en la física del estado sólido.

En el desarrollo del resistómetro fue necesario tener en cuenta numerosas restricciones impuestas por el tipo de fenómenos a estudiar. Por ejemplo, fue preciso considerar qué tipo de sistema refrigerador o calefactor se utilizará. Para la elección de

todos los instrumentos que forman parte del sistema, se debieron considerar no solamente los que pudieran parecer ideales por sus especificaciones, sino aquellos cuyas disponibilidades instrumentales y de infraestructura fuesen acordes con las posibilidades de realización del Laboratorio Nacional de Investigaciones y Servicios de Difracción (LANADI), donde se instalará el equipo.

Para la construcción del instrumento, objeto experimental de este trabajo, se eligió un sistema formado por un criógeno de ciclo cerrado de helio y un sistema versátil de adquisición de datos y control de temperatura. El criógeno permite variar y controlar la temperatura de la muestra en el rango de 300K a 12K. Como todo equipo que refrigera una muestra, el criógeno tiene un sistema de alto vacío imprescindible para aislarla del medio ambiente.

El sistema de adquisición está conformado por un multímetro digital y su correspondiente fuente de corriente en el caso de medidas en corriente continua, y por un amplificador lock-in cuando se efectúan medidas con corriente alterna. El control se lleva a cabo por medio de un sistema de cómputo con las interfaces adecuadas para el manejo de los instrumentos mencionados y del refrigerador. Para obtener el registro automático de los resultados, se desarrolló específicamente un programa que utiliza como medio físico de comunicación entre los instrumentos y la Computadora Personal (PC) una interfaz GPIB, norma IEEE-488 (*Ver sección 6.3*).

El método de medida, que depende de las características de la muestra a analizar, se eligió teniendo en cuenta la posible utilización del instrumento en la caracterización de materiales de muy distintas propiedades de transporte, que forman parte de proyectos a llevar a cabo en el laboratorio. El desarrollo se realizó dándole especial importancia no solamente a la versatilidad de magnitudes a medir mencionadas, sino también a la posibilidad de expandir el rango de temperaturas de medida.

1.5 Estructura de la tesis

El presente trabajo de Tesis se ha organizado partiendo de los principios teóricos que rigen los fenómenos y teniendo en cuenta las condiciones experimentales que debe cumplir todo equipo de precisión.

Luego de una sucinta descripción de los últimos avances en materia de superconductividad, tipos y modelos vigentes, introducimos la medición de resistencia

con corriente continua, la terminología utilizada, las técnicas y los equipos disponibles, y las consideraciones especiales para mediciones de baja señal.

En el capítulo 5 se realiza una breve descripción de las técnicas de medición en corriente alterna y, en especial, de los amplificadores lock-in, para finalizar con el diseño de un sistema de adquisición automática de medidas de resistividad en función de la temperatura, donde convergen todos los capítulos precedentes. En el capítulo 6 se hace especial énfasis en los detalles experimentales no mencionados hasta el momento, como el sistema criogénico, las etapas de vacío, una descripción del instrumental utilizado para la medición, registro y adquisición de datos y las técnicas de preparación de muestras.

Finalmente planteamos modificaciones, posibles ampliaciones o mejoras al equipo desarrollado en función del potencial del instrumental y de aplicaciones de la técnica en la actualidad. Para ello, se dedica por entero el capítulo 7, en el cual se incluyen además las conclusiones.

Por último, los apéndices son una profundización sobre tópicos puntuales.

