

27  
Zuj



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE INGENIERIA

**Diseño y construcción de un  
detector bolométrico superconductor**

**T E S I S**  
Que para obtener el Título de:  
**INGENIERO MECANICO ELECTRICISTA**  
P r e s e n t a:

**HECTOR FILIBERTO BENITEZ CARIÑO**

Director de Tesis: Dr. Roberto Escudero Derat

**1996**



**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*A mis padres*

*A mis maestros*

# C O N T E N I D O

	página
i Definición del problema	2
<b>I El estado superconductor</b>	
1. Marco histórico	3
2. Propiedades físicas de los superconductores	6
2.1 Resistividad cero	6
2.2 El efecto Meissner y la levitación	7
3. Efectos que destruyen la superconductividad	8
4. Superconductores tipo I y tipo II	9
4.1 Superconductores tipo I	9
4.2 Superconductores tipo II	10
5. Termodinámica de la transición	11
6. Teorías de la superconductividad	14
6.1 Introducción	14
6.2 Teoría BCS	15
6.2.1 Predicciones de la teoría BCS	16
7. El superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	18
7.1 Introducción	18
7.2 El compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	18
8. Referencias	21
<b>II Teoría de los detectores de radiación superconductores</b>	
1. Introducción	22
2. Respuesta térmica y no equilibrada de superconductores	23
2.1 Introducción	23
2.2 Detectores térmicos	25
2.2.1 Bolómetros superconductores	25
2.3 Microbolómetros y arreglos de detectores	29
2.4 Respuesta no equilibrada	30
2.5 Modelado de propiedades físicas y diseño	32
2.5.1 Propiedades ópticas	32
3. Refrigeración y control de la temperatura	33
4. Referencias	34

	página
<b>III Diseño del bolómetro superconductor</b>	
1. Procesamiento de películas delgadas de alta $T_c$	35
1.1 Introducción	35
1.2 Ablación por láser	36
1.3 Sustratos	38
2. Diseño del bolómetro superconductor	41
3. Referencias	48
<b>IV Experimental</b>	
1. Síntesis del material $YBa_2Cu_3O_{7-x}$	50
2. Caracterización de películas delgadas de alta $T_c$	52
3. Control de la temperatura en el punto medio de la transición	53
4. Experimentos en el crióstato con gas de intercambio	54
5. Experimentos en el crióstato de vidrio	56
6. Medición de la potencia de las fuentes de radiación	57
7. Resultados	59
8. Referencias	62
<b>V Conclusiones</b>	63
<b>Apéndice A-I Modelado térmico de la respuesta óptica</b>	66
<b>Apéndice A-II Consideraciones especiales para mediciones de baja resistencia</b>	68
<b>Apéndice A-III Sistemas criogénicos y consideraciones técnicas</b>	71
<b>Apéndice A-IV Programa GWBASIC para la adquisición de datos</b>	74
<b>Apéndice A-V Dibujos de las piezas construidas para el "Dewar" de vidrio</b>	79

## DEFINICION DEL PROBLEMA

En la actualidad existen varios tipos de detectores infrarrojos como el detector piroeléctrico, la termopila o el termopar. Existen también los detectores en base a semiconductores tales como los de Silicio o los de Germanio; todos estos dispositivos operan a temperatura ambiente. Por otra parte, existen también otros tipos de detectores que trabajan a temperaturas del helio líquido, como los detectores de contacto Josephson, los detectores superconductores de uniones tunel y también detectores en base a películas delgadas de NbN. El primer tipo mencionado tiene la ventaja de no requerir equipos adicionales para operarse pero a la vez está limitado por los niveles de ruido tan altos que hay a temperatura ambiente. En cambio, para los detectores que operan a baja temperatura, ese problema no es tan severo. A temperaturas del helio, los niveles de ruido disminuyen diez veces, y a temperaturas del nitrógeno, el ruido se reduce por un factor de dos.\* Esta característica permite construir detectores altamente sensibles y sin una influencia notable del ruido Johnson o del ruido  $1/f$ .

El anuncio por parte de Bednorz y Müller en 1986 de los superconductores de alta temperatura provocó un gran entusiasmo y una intensa actividad para encontrar aplicaciones del nuevo descubrimiento. Una de las primeras aplicaciones propuestas fue la construcción de detectores ópticos, específicamente detectores infrarrojos. Se pensó que los superconductores usados como detectores infrarrojos darían ventajas sobre los detectores convencionales basados en semiconductores. En particular, la creencia de que los superconductores de alta temperatura podían tener una brecha de energía más grande que la de los superconductores metálicos pero más pequeña que para la mayoría de los semiconductores planteó la posibilidad de detección de radiación de onda larga a las temperaturas del nitrógeno líquido. Además, el abrupto cambio de resistencia con respecto a la temperatura en la transición superconductora podía ser susceptible de ser utilizado como un detector térmico basado en un efecto bolométrico (un resistor dependiente de la temperatura).

Para longitudes de onda  $< 20 \mu m$ , detectores infrarrojos fotovoltaicos como los de HgCdTe dan excelente desempeño a 77 K. Para longitudes de onda  $> 20 \mu m$  la sensibilidad de los detectores basados en semiconductores y a temperaturas superiores a 77 K decrece notablemente y se usan detectores térmicos a temperatura ambiente como el detector piroeléctrico, la termopila o la celda Golay. Las limitaciones de uno y otro tipo de detectores plantean la conveniencia del estudio de un detector en base a superconductores de alta temperatura. Un detector bolométrico respondería a longitudes de onda  $> 20 \mu m$  y operaría a temperaturas cercanas a las del nitrógeno líquido (los superconductores de alta temperatura tienen temperaturas críticas mayores de 90 K). Adicionalmente, la superconductividad de alta temperatura tiene dos importantes potenciales: primero, la electrónica superconductora es la única tecnología que ofrece un buen desempeño a altas velocidades y bajo consumo de potencia, y segundo, la pequeña brecha de energía en los materiales de alta  $T_c$  ofrece la posibilidad de detección en banda amplia.

Por todas las razones mencionadas, se pensó en realizar un estudio sobre este tópico y presentarlo como un interesante tema de tesis. En este documento se describen los detalles técnicos que se tuvieron que salvar para cumplir con el objetivo planteado.

\*Low level measurements. Keithley Instruments. Ohio 1992.

## CAPITULO I

### EL ESTADO SUPERCONDUCTOR

#### 1. MARCO HISTORICO

La fascinación de la superconductividad está asociada con las palabras cero, perfecto e infinito. En el lenguaje de la superconductividad, "perfecto" se refiere a la expulsión del campo magnético de un pedazo de material que se ha vuelto superconductor, "infinita" es la conductancia eléctrica y "cero" es la resistividad.

La superconductividad fue descubierta por el fisico holandés Heike Kamerlingh Onnes. A principios del presente siglo, Kamerlingh Onnes logró la entonces difícil proeza de licuar el helio. La habilidad para alcanzar temperaturas de unos cuantos grados kelvin (el helio hierve a 4.2 K a la presión atmosférica) abrió la posibilidad para el estudio de la materia a bajas temperaturas. Kamerlingh Onnes explotó su nueva herramienta midiendo la resistencia eléctrica de algunos metales. En 1911 cuando estaba midiendo la resistencia del mercurio él encontró un resultado asombroso. Aproximadamente a 4 K la resistividad del mercurio abruptamente cayó por abajo de la sensibilidad de sus instrumentos (ver figura I.1). El mercurio no fue el único material que presentó este comportamiento. Otros metales exhibieron el mismo efecto a temperaturas de unos cuantos grados kelvin. Esta propiedad fue reconocida como un nuevo estado de la materia, el estado superconductor.

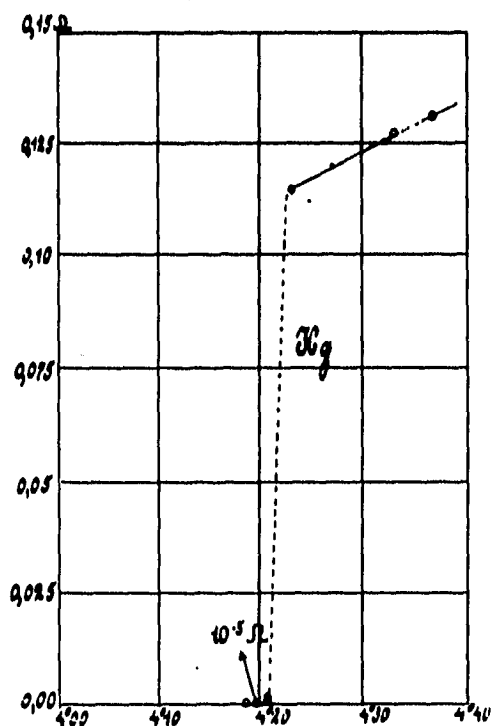


Fig. I.1 Datos experimentales de Kamerlingh Onnes, los cuales mostraron la transición del estado resistivo al estado superconductor para una muestra de mercurio.

La superconductividad es una propiedad que tienen ciertos materiales por la que su resistencia a la corriente directa disminuye abruptamente a cero a una temperatura denominada temperatura crítica  $T_c$ . La transición al estado superconductor puede ser muy aguda, por ejemplo, en el Galio puro, esta ocurre en menos de  $10^{-5}$  K [9]. Por otra parte, en algunas aleaciones la región de transición puede tener anchos de 0.1 K y en los materiales cerámicos es del orden de 2 K. La agudeza de la transición indica que el estado superconductor es un nuevo estado de la materia.

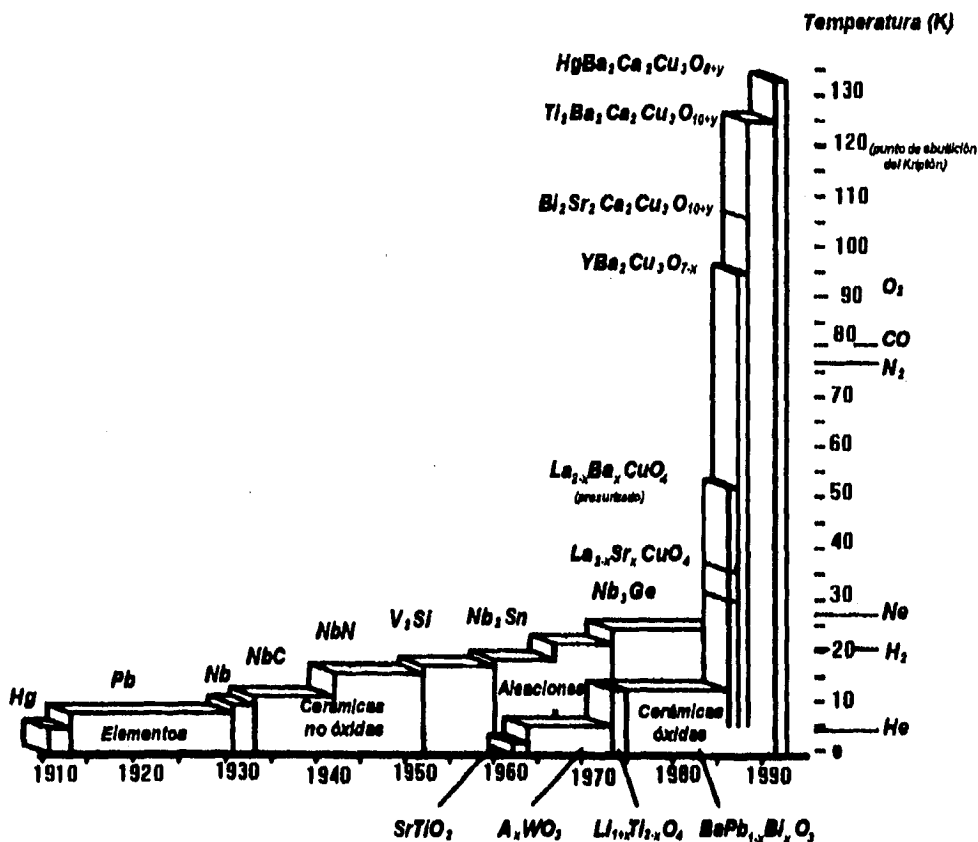


Fig. I.2 Historia de las temperaturas críticas superconductoras en metales, cerámicas no óxidas, aleaciones y cerámicas óxidas.



La superconductividad fue primero observada en el Mercurio en 1911. Posteriormente se encontraron más de 20 elementos metálicos que exhibían también esta propiedad. El aluminio, por ejemplo, tiene una  $T_C$  de 1.17 K, el plomo posee una  $T_C$  de 7.20 K y el niobio una  $T_C$  de 9.26 K. Las aleaciones, por otra parte, tienen temperaturas de transición mayores que las de los elementos. Por ejemplo, en 1959, la aleación binaria  $Nb_3Sn$  fue medida y se encontró una temperatura crítica de 18 K. Poco tiempo después fueron preparadas aleaciones ternarias con temperaturas críticas mayores:  $Nb_3(Al_{0.8}Ge_{0.2})$  con una  $T_C$  de 20.05 K y  $Nb_{12}Al_3Ge$  con una  $T_C$  de 20.8 K. Antes de la revolución traída por el descubrimiento de los superconductores de alta temperatura en 1986, una película delgada de  $Nb_3Ge$  exhibió una temperatura récord de 23.3 K.

Después de muchos años de búsqueda de los investigadores por materiales con más altas temperaturas críticas, en 1986 Georg Johann Bednorz y K. Alex Müller descubrieron superconductividad en el compuesto  $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ , el cual tiene una  $T_C$  del orden de 30 K. Trabajos subsecuentes mostraron que un sistema similar, el  $La_{2-x}Sr_xCuO_4$  tenía una  $T_C$  ligeramente mayor. Un año después, se produjo el  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (Y123); este compuesto tuvo una  $T_C$  del orden de 93 K y fue anunciado por Wu et al. en 1987 [2]. Al año siguiente fue descubierto otro nuevo compuesto superconductor, el Bi-Sr-Ca-Cu-O. Las fórmulas de las dos fases superconductoras son  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$  (B2212) y  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+y}$  (Bi2223) con temperaturas críticas de 80 K y 110 K respectivamente. Poco tiempo después, se encontró todavía un incremento en la  $T_C$  en el compuesto  $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$  (Tl2223); este material tiene una  $T_C$  de 125 K. En 1993, un compuesto similar, el  $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+y}$  fue caracterizado midiéndose una temperatura crítica de 133 K [3]. La historia del incremento en la temperatura crítica superconductoras medida en varios materiales se resume en la fig.I.2.

Actualmente, los investigadores continúan trabajando para sintetizar materiales con temperaturas críticas más altas y, de hecho, no se puede descartar la posibilidad de fabricar superconductores con temperaturas críticas cercanas a la temperatura ambiente.

## 2. PROPIEDADES FISICAS DE LOS SUPERCONDUCTORES

### 2.1 Resistividad cero

El paso de un material al estado superconductor se caracteriza por un cambio abrupto en su resistividad, de tal forma que esta se hace cero a temperaturas menores que la temperatura crítica  $T_c$ . En materiales conductores comunes los electrones en movimiento encuentran una resistencia. El origen de esa resistencia es la dispersión de los electrones debida a los átomos. La dispersión ocurre porque los átomos están vibrando (a temperaturas mayores que 0 K siempre hay vibración atómica) y porque hay defectos en la red cristalina. Los defectos ocurren en varias formas. Por ejemplo, cuando en la red cristalina un átomo es sustituido por otro, se tiene una impureza de tipo sustitucional; cuando un átomo se desplaza a una posición que no ocuparía normalmente se tiene lo que se llama una impureza tipo intersticial o bien cuando hay ausencia de átomos en la red se tiene una vacancia. La figura I.3 muestra la resistencia de un material superconductor como función de la temperatura. En cuanto la muestra es enfriada hay una ligera disminución en la resistencia; con menos energía disponible los átomos vibran menos causando menos dispersión. En un metal normal esta disminución cesa a muy bajas temperaturas cuando la dispersión es originada por los defectos. Lo que caracteriza al estado superconductor es que la resistividad se reduce a cero a una temperatura llamada temperatura crítica. A temperaturas menores que  $T_c$  la resistividad de un superconductor se vuelve muy pequeña; de hecho, se han medido valores menores de  $10^{-23} \Omega\text{-cm}$  en superconductores de baja temperatura crítica [4].

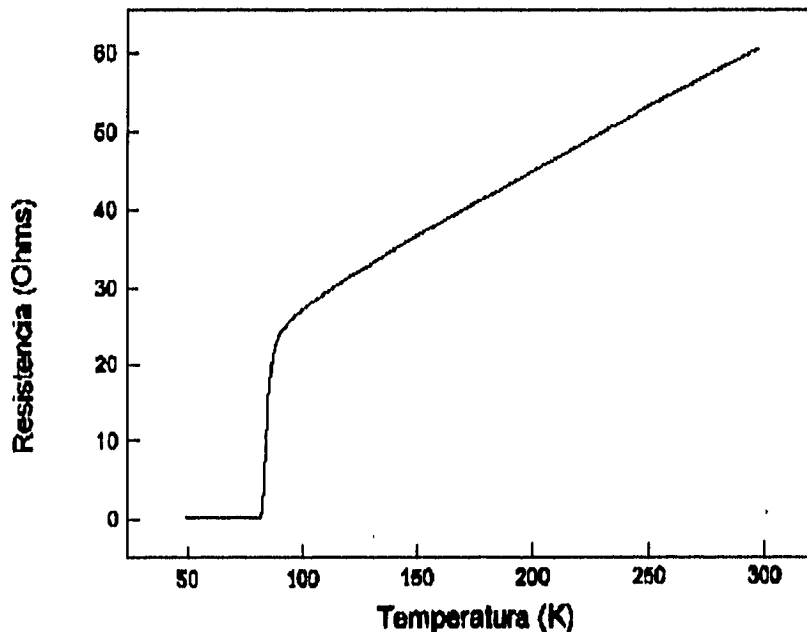
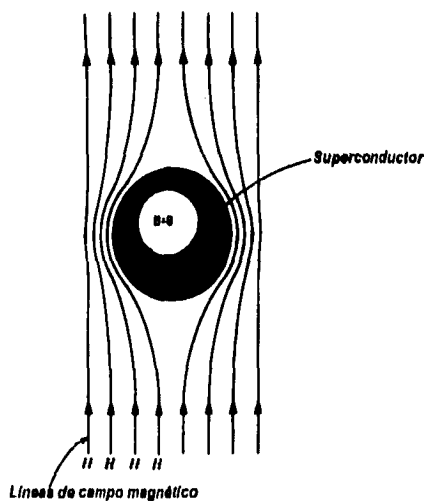


Fig. I.3 Comportamiento de la resistencia con respecto a la temperatura para una cerámica superconductora.

## 2.2 El efecto Meissner y la levitación

Además del flujo de corriente sin resistencia, la otra característica de un material superconductor es que este se vuelve un diamagneto perfecto. La expulsión del campo magnético del interior del material conforme este pasa del estado normal al estado superconductor se ilustra en la figura I.4. La relación entre el fenómeno eléctrico y magnético se demuestra precisamente con el experimento del efecto Meissner. En un experimento típico del efecto Meissner se comienza enfriando una pastilla de material superconductor hasta una temperatura menor que su temperatura crítica. Si en ese momento se coloca un imán ligero y con un campo suficientemente alto, el imán permanecerá en el aire, i.e., levitará. El imán permanecerá en el aire siempre que el material este superconduciendo; una vez que el material se calienta, volverá al estado normal y el imán no seguirá levitando.

Tratemos de explicar el fenómeno. El electromagnetismo clásico nos dice que conforme el imán se aproxima al material, se inducirán corrientes en la superficie de este último. Puesto que el superconductor no tiene resistencia, esta corriente permanece incluso después que el imán queda inmóvil. Esta es una supercorriente. La supercorriente a su vez produce un campo magnético. El campo magnético creado tiene la intensidad y la geometría exactas que cancelan completamente los efectos del campo magnético externo. El interior del superconductor es por tanto un diamagneto perfecto. Fuera del superconductor, sin embargo, el campo del imán y el campo inducido en el superconductor se repelen entre sí como lo harían los polos norte y sur de un imán común. El resultado es que el imán queda suspendido en el aire y su posición queda determinada por el equilibrio entre la fuerza gravitacional y la fuerza magnética repulsiva.



**Fig. I.4** El efecto Meissner: cuando un superconductor está a una temperatura menor que su temperatura crítica y se le aplica un campo magnético se comporta como un diamagneto perfecto.

### 3. EFECTOS QUE DESTRUYEN LA SUPERCONDUCTIVIDAD

Existen dos formas principales de destruir la fase superconductor. Los superconductores vuelven al estado normal si se les aplica un campo magnético muy intenso o bien si se les hace pasar una corriente muy alta.

Un campo magnético suficientemente alto destruirá la fase superconductor. El umbral o valor crítico del campo magnético aplicado para la destrucción del estado superconductor se llama campo magnético crítico, se denota como  $H_c(T)$  y es una función de la temperatura. La dependencia del campo magnético con respecto a la temperatura se describe con la siguiente expresión y se muestra gráficamente en la figura I.5.

$$H_c(T) = H_0(1 - (T/T_c)^2), \quad H_0 \text{ es el valor de } H_c(T) \text{ a } T=0 \text{ K.}$$

Abajo de la curva el material está en el estado superconductor, pero si se aplica un campo magnético mayor que el campo crítico, el material retorna al estado normal.

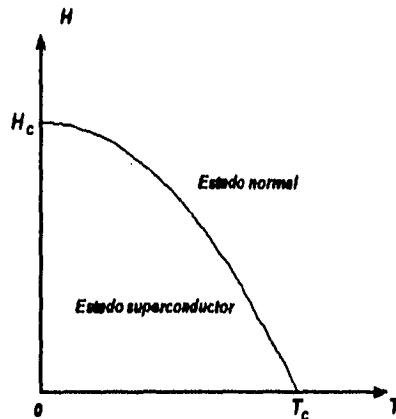


Fig. I.5 Dependencia del campo magnético crítico con respecto a la temperatura.

En forma similar, si el material superconductor está soportando una corriente, el campo magnético generado por dicha corriente, suprimirá el estado superconductor. Hay una corriente crítica arriba de la cual se puede recobrar nuevamente el estado normal. La magnitud de esta corriente y la geometría de la muestra determinan una densidad de corriente crítica  $J_c$ . Si la muestra está además en un campo magnético externo,  $J_c$  será reducida aún más. Tecnológicamente esto es importante para la construcción de imanes superconductores, donde es indeseable tener "hot spots" (puntos en el devanado donde el campo magnético es localmente mayor que en el resto del alambre) porque el superconductor volverá al estado normal. Algunos de los compuestos y aleaciones de baja  $T_c$  pueden transportar más de 100 A en un alambre de 1 mm de diámetro antes de volverse "normales" y se usan generalmente para imanes superconductores que son comerciales en la actualidad [8].

## 4. SUPERCONDUCTORES TIPO I Y TIPO II

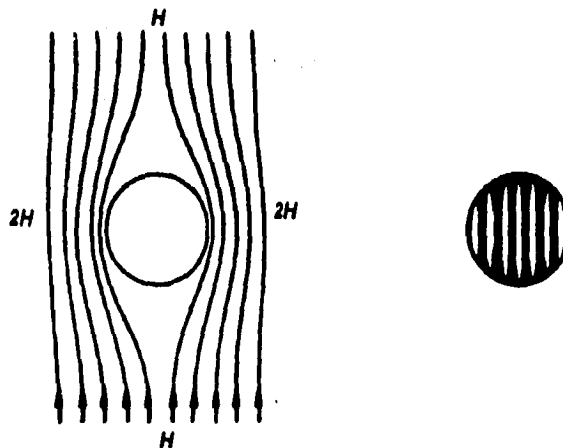
En términos de sus características magnéticas, existen dos tipos de materiales superconductores. Para describirlos, consideremos muestras en forma de cilindros con el campo magnético aplicado  $H$  paralelo a su eje.

### 4.1 Superconductores tipo I

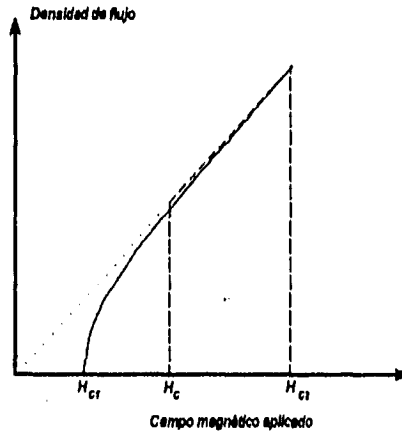
Cuando el campo magnético aplicado es menor que el campo crítico hay solamente corrientes superficiales y el flujo magnético no penetra al volumen de la muestra, por lo tanto el material se comporta como un diamagneto perfecto. Recordando que  $B = H + 4\pi M$  (Sistema cgs) donde  $B$  es el campo de inducción,  $H$  es el campo magnético externo y  $M$  es la magnetización tendríamos que si el flujo no penetra al interior de la muestra,  $B = 0$ , lo que implica que  $H = -4\pi M$  y por lo tanto, la susceptibilidad magnética  $\chi = M/H = M/(-4\pi M) = -1/(4\pi)$ , lo que implica que en el estado superconductor y bajo un campo magnético menor que el campo crítico, el material se comporta como un diamagneto perfecto.

Cuando el campo magnético excede  $H_c$ , el volumen completo de la muestra se vuelve normal, el campo penetra completamente la muestra, la magnetización es cero y la resistencia aumenta desde cero hasta algún valor finito.

En materiales del tipo I podemos observar un estado intermedio (no confundir con el estado de vórtices en los materiales tipo II). El estado intermedio ocurre debido a la geometría de la muestra. Por ejemplo, en la figura I.6 se muestra el eje del cilindro de una muestra perpendicular al campo aplicado  $H$ . Puesto que la muestra está superconduciendo no hay campo dentro de ésta y las líneas de flujo se concentran en el ecuador del cilindro; en éstas posiciones el campo es  $2H$  [7]. Cuando  $H(T)$  llega a  $H_c/2$  esta parte del espécimen se vuelve normal mientras que el resto es aún superconductor. El estado intermedio ocurre en materiales del tipo I y se caracteriza por regiones de dimensiones macroscópicas ( $10^{-2}$  cm) que se vuelven normales. Estas regiones dependen de la forma de la muestra y de la dirección de  $H$ .



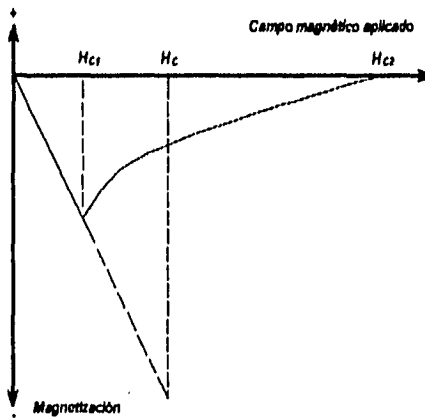
**Fig. I.6** Los superconductores tipo I presentan un estado intermedio que consiste de zonas de material superconductor y zonas de material "normales" debido a la concentración de líneas de flujo.



**Fig. I.7** Densidad de flujo dentro de superconductores tipo I (línea discontinua) y tipo II (línea continua) en un campo magnético aplicado.

#### 4.2 Superconductores tipo II

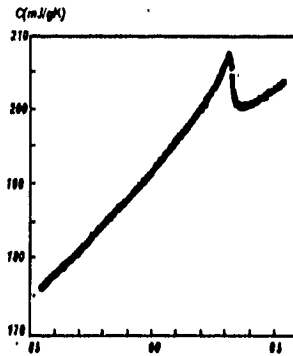
Los materiales tipo II son más complejos que los tipo I. En los materiales tipo II, bajo un campo crítico  $H_{c1}$ , no hay penetración del flujo. Arriba de un campo crítico  $H_{c2}$  hay una penetración completa del flujo y el material es totalmente normal. Sin embargo, entre  $H_{c1}$  y  $H_{c2}$ , se presenta un estado "mixto" o estado de vórtices. El estado mixto se caracteriza por tener resistencia cero pero penetración parcial del flujo; el flujo penetra en la forma de filamentos delgados. Dentro de estos filamentos, el campo es alto y el material es normal ( $\rho \neq 0$ ); fuera de ellos, el material es superconductor. La razón por la que el material tiene aún resistencia cero es porque la corriente continúa fluyendo a través de las regiones superconductoras. Es importante decir que los superconductores de alta temperatura crítica son del tipo II. La densidad de flujo y la magnetización en función del campo magnético aplicado a superconductores se muestran en las figuras I.7 y I.8 respectivamente.



**Fig. I.8** Magnetización de superconductores tipo I (línea discontinua) y tipo II (línea continua) en un campo magnético aplicado.

## 5. TERMODINAMICA DE LA TRANSICION

El fenómeno superconductor además de ser una manifestación eléctrica y magnética está relacionado con procesos termodinámicos. Cuando se mide el calor específico de un superconductor cerca de su temperatura crítica, se ve que existe una discontinuidad (ver figura I.9).



**Fig. I.9** Calor específico del Y123 en la vecindad de la transición superconductor [5].

En virtud de la reversibilidad del cambio de fase entre los estados normal y superconductor es posible aplicar la termodinámica para estudiar el fenómeno. Una diferencial de la energía libre de Gibbs está definida como [8]:

$$dG = -MdH \quad \text{I.1}$$

Donde  $G$  es la energía libre de Gibbs,  $H$  es el campo magnético externo y  $M$  es la magnetización.

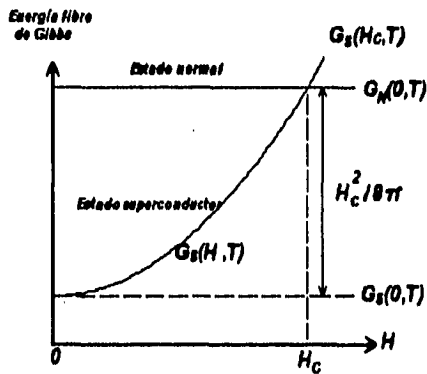
En el estado superconductor es válida la siguiente relación (ver figura I.10):

$$G_s(H_c, T) - G_s(0, T) = dG = -MdH$$

En esta ecuación, el subíndice  $s$  se refiere al estado superconductor,  $H_c$  es el campo crítico y  $T$  es la temperatura.

Para el caso de superconductores tipo I, el campo magnético externo  $H$  produce una magnetización negativa de tal forma que la inducción  $B$  se hace cero, esto es,

$$B = H + 4\pi M, \quad B = 0, \Rightarrow M = -H/4\pi$$



**Fig. I.10** Energía libre de Gibbs contra campo magnético en los estados normal y superconductor.

Por lo tanto,

$$G_S(H_C, T) - G_S(0, T) = - \int_0^{H_C} \left( -\frac{H}{4\pi} \right) dH = \frac{1}{4\pi} \int_0^{H_C} H dH$$

$$G_S(H_C, T) - G_S(0, T) = H_C^2 / 8\pi$$

$$G_S(H_C, T) = G_S(0, T) + H_C^2 / 8\pi \tag{I.2}$$

Para la mayoría de los superconductores, el estado normal es paramagnético y la magnetización es pequeña comparada con la del estado superconductor. Por lo tanto, considerando que la magnetización no es importante en el estado normal, tenemos:

$$G_N(H_C, T) - G_N(0, T) = 0 \tag{I.3}$$

donde el subíndice  $N$  se refiere al estado normal.

Al campo crítico  $H_C$ , para el cual hay un equilibrio entre el estado normal y el estado superconductor, la energía libre de Gibbs debe ser igual, esto es,

$$G_N(H_C, T) = G_S(H_C, T) \tag{I.4}$$

Tomando en cuenta las ecuaciones I.2, I.3 y I.4, la diferencia de energía libre  $\Delta G$  entre los dos estados y bajo un campo magnético cero es igual a:



$$\begin{aligned}\Delta G &= G_N(0, T) - G_S(0, T) = G_N(H_c, T) - G_S(0, T) = \\ &= G_S(H_c, T) - G_S(0, T) = \frac{1}{8\pi} H_c^2\end{aligned}$$

Físicamente, la cantidad  $H_c^2/8\pi$  representa la energía magnética recibida por el superconductor cuando el campo aumenta desde cero hasta un valor que elimina completamente la superconductividad. Este campo es  $H_c$  para los superconductores tipo I y  $H_{c1}$  para los superconductores tipo II.

Para superconductores tipo I se deducen de la ecuación anterior dos resultados importantes:

Usando  $S = -\frac{\partial G}{\partial T}$ , se observa que la diferencia de entropías entre los estados normal y superconductor, bajo campo magnético cero es:

$$S_S - S_N = \frac{1}{4\pi} H_c \frac{dH_c}{dT} \quad \text{I.5}$$

Por otra parte, el calor latente de la transición se puede escribir como

$$L = T(S_S - S_N)$$

$$L = \frac{T}{4\pi} H_c \frac{dH_c}{dT} \quad \text{I.6}$$

Usando  $C = T \frac{\partial S}{\partial T}$ , la diferencia de calor específico entre los estados normal y superconductor, bajo campo magnético cero es:

$$c_N - c_S = \frac{-T}{4\pi} \left( H_c \frac{d^2 H_c}{dT^2} + \left( \frac{dH_c}{dT} \right)^2 \right) \quad \text{I.7}$$

Las ecuaciones I.5, I.6 y I.7 permiten hacer las siguientes deducciones:

- i) El calor latente (ecuación I.6) se anula a dos temperaturas:  $T = 0$  y  $T = T_c$ . Una transición que toma lugar sin calor latente es una transición de segundo orden.
- ii) Para  $0 < T < T_c$ ,  $dH/dT$  es negativo, de tal forma que la diferencia de entropías en este intervalo es negativa (ecuación I.5). Por lo tanto, el estado superconductor es más ordenado que el estado normal.
- iii) A  $T = T_c$  la diferencia de calor específico entre los dos estados es finita (ecuación I.7), esto significa que hay una discontinuidad en la curva de calor específico contra temperatura, como se ve en la figura I.9.

## 6. TEORIAS DE LA SUPERCONDUCTIVIDAD

### 6.1 Introducción

En 1957, casi medio siglo después del descubrimiento del fenómeno, se propuso una teoría de la superconductividad. Esta teoría desarrollada por John Bardeen, Leon N. Cooper y Robert Schrieffer (teoría BCS) explica ciertos hechos experimentales en los superconductores de baja  $T_C$  pero no es totalmente aplicable a los materiales de alta temperatura crítica.

La teoría BCS asume que existe una brecha de energía de los electrones entre los estados normal y superconductor. También se basa en la suposición de que hay una interacción atractiva entre los electrones que resulta de un intercambio de fonones y sólo se da cuando la diferencia de energía entre los estados electrónicos es menor que la energía del fonón  $\hbar\omega_D$ . Es favorable formar una fase superconductor cuando esta interacción atractiva domina la interacción repulsiva de Coulomb. Los electrones que interactúan en esta forma son llamados pares de Cooper. Los dos electrones pueden experimentar una atracción pareciendo violar las leyes que conocemos acerca de las interacciones electrostáticas elementales. La llave de la interacción se da a través de la red. Los iones positivos cuyas posiciones están fijas en la malla, están presentes en cualquier metal, sus electrones de valencia han sido removidos de sus órbitas y se mueven ahora libremente. Puesto que los iones son más masivos que los electrones se mueven mucho más lentamente y este grupo de cargas desplazadas persiste el tiempo suficiente para atraer un segundo electrón, formando un par de Cooper. Una característica importante de estos pares es que sus espines están apareados y su momento combinado no afecta la dispersión del electrón. Así, la dispersión no propicia la transferencia de energía entre los electrones y la red, que es la causa de la resistencia en un conductor normal.

Una forma análoga de imaginarse estos pares es recordando las moléculas diatómicas. Tales moléculas pueden ser disociadas si hay energía suficiente para romper el enlace. El valor de  $T_C$  es un reflejo de esta energía; en cuanto un superconductor se calienta el número de pares de Cooper disminuye tanto como la temperatura se aproxime a  $T_C^-$  (por  $T_C^-$  entendemos el rango de temperaturas muy cercanas pero menores que  $T_C$ ).

La temperatura no es el único parámetro experimental que puede afectar la formación de pares de Cooper. Cuando se aplican campos magnéticos a un superconductor, se inducirán corrientes en su superficie. Si estos campos son suficientemente intensos pueden dar suficiente energía al superconductor originando que los pares de Cooper se disocien y que el material vuelva al estado normal.

La teoría BCS es satisfactoria para los superconductores de baja temperatura crítica bajas pero no se sabe si sea aplicable a los óxidos superconductores. Por esta razón, los investigadores piensan que deben existir otros mecanismos que expliquen más adecuadamente el fenómeno.

## 6.2 Teoría BCS

De acuerdo a principios básicos de interacciones electrónicas, entre dos electrones existe una fuerza repulsiva, la fuerza de Coulomb. Sin embargo, los otros  $10^{23}$  electrones/cm<sup>3</sup> (en un metal, la densidad volumétrica de carga es aproximadamente  $10^{23}$  electrones/cm<sup>3</sup>) actúan para disminuir esta interacción, particularmente a grandes distancias. Esta interacción de Coulomb significativamente disminuida es la razón por la que la aproximación del electrón aislado es muy útil. A pesar de lo anterior, incluso con la disminución, la interacción neta entre cualquier par de electrones es repulsiva. Para producir un nuevo estado de energía más bajo lo que se necesita es alguna fuerza atractiva débil entre al menos algunos pares de electrones.

La interacción de Fröhlich ( Interacción electrón-fonón)

Un electrón libre en un cristal perfecto se propaga libremente sin atenuación, sin embargo, la periodicidad perfecta se rompe a causa de las vibraciones térmicas de los átomos. Esta desviación parcial de la periodicidad origina que la función de onda del electrón tenga cierta probabilidad de ser reflejada o dispersada. Puesto que el electrón está interactuando con los átomos vibrantes, esta interacción se llama interacción electrón-fonón.

En 1952 Fröhlich señaló que la interacción electrón-fonón da un mecanismo para una atracción débil entre dos electrones. La figura I.11 muestra cómo un electrón atraerá los iones positivos que están a su alrededor. A este fenómeno se le llama polarización de la red. Esto incrementa ligeramente la densidad de iones positivos en la vecindad del electrón y otros electrones en esta zona serán atraídos a causa de la densidad tan alta de carga positiva. Por tanto, los electrones se atraen entre sí vía el movimiento de iones. En la figura I.12 se muestra gráficamente esta interacción. Un electrón de vector de onda  $\mathbf{k}_1$  emite un fonón de vector de onda  $\mathbf{q}$  y es dispersado a un estado con vector de onda  $\mathbf{k}_1'$  tal que  $\mathbf{k}_1 = \mathbf{k}_1' + \mathbf{q}$ . En la misma forma, el fonón es absorbido por un segundo electrón lo cual cambia su vector de onda de  $\mathbf{k}_2$  a  $\mathbf{k}_2'$ , ambos procesos conservan la cantidad de movimiento del cristal.

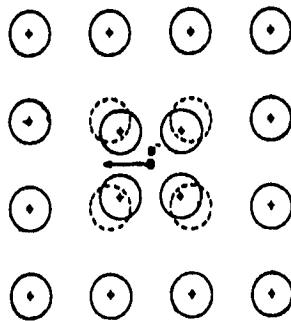
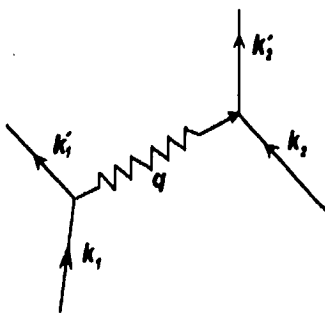


Fig. I.11 Polarización de la red en las cercanías del electrón.

Si decimos que las energías del electrón antes y después de la dispersión son  $E_1$  y  $E_1'$  respectivamente, cálculos detallados muestran que esta interacción electrón fonón produce una atracción entre dos electrones cuando  $E_1 - E_1' < \hbar\omega_D$  (la energía del fonón). Por supuesto, la repulsión de Coulomb aún existe pero esta interacción electrón fonón permite la posibilidad de una interacción neta atractiva entre dos electrones.

Fröhlich dijo que esta fuerza neta atractiva podría producir otro estado de energía para los electrones, este nuevo estado estaría separado del estado normal por una brecha de energía.



**Fig. I.12** Una interacción electrón-electrón transmitida por un fonón.

### 6.2.1 Predicciones de la teoría BCS

En 1957 Bardeen, Cooper y Schrieffer publicaron sus resultados. Los principales postulados de su teoría son los siguientes:

La brecha de energía

La brecha de energía a  $T=0$  K se denota como  $2\Delta_0$  y está dada por la siguiente relación:

$$\frac{2\Delta_0}{K_B T_C} = 3.5$$

En esta expresión,  $K_B$  es la constante de Boltzmann y  $T_C$  es la temperatura crítica. La ecuación anterior se cumple para varios elementos metálicos y solamente para los elementos Hg y Pb hay una pequeña diferencia entre los valores calculados y los medidos experimentalmente. La tabla siguiente muestra valores de  $2\Delta_0 / K_B T_C$  para algunos elementos metálicos.

Elemento	$2\Delta_0 / K_B T_C$	Elemento	$2\Delta_0 / K_B T_C$	Elemento	$2\Delta_0 / K_B T_C$
Al	3.4	Sn	3.5	Zn	3.2
Cd	3.2	Ta	3.6	Hg	4.6
In	3.6	Tl	3.6	Pb	4.3
Nb	3.8	V	3.4		

La teoría BCS también da una expresión para calcular la dependencia de la brecha de energía con respecto a la temperatura. Para la razón  $\Delta/\Delta_0$  y para  $T \approx T_c$ , se tiene la ecuación:

$$\frac{\Delta}{\Delta_0} = 1.74 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{1/2}$$

**El campo crítico**

La teoría BCS predice una dependencia del campo crítico con respecto a la temperatura. Los resultados de la teoría BCS junto con resultados recientes, nuevamente coinciden, excepto para superconductores fuertemente acoplados\*. A bajas temperaturas ( $T \ll T_c$ ),

$$H_c = H_0(1 - 1.07(T/T_c)^2)$$

mientras que cuando  $T \approx T_c$

$$H_c = 1.82 H_0(1 - T/T_c)$$

donde,  $H_0 = H_c(T)$  a  $T=0$  K

**La capacidad calorífica**

Las mediciones térmicas en los superconductores revelan un fenómeno termodinámico. La teoría BCS afirma que la diferencia entre el calor específico electrónico en los estados normal y superconductor a la temperatura crítica cumple la siguiente relación

$$\frac{C_s - C_n}{C_n} = 1.43$$

donde  $C_s$  es el calor específico en el estado superconductor y  $C_n$  es el calor específico en el estado normal.

Todas las ecuaciones anteriores son muy útiles para evaluar materiales caracterizados a diferentes temperaturas. Además, la teoría BCS también da explicaciones para otros parámetros observados en la superconductividad tales como el efecto Meissner, la profundidad de penetración y la longitud de coherencia. La teoría BCS es totalmente aplicable a los superconductores de baja temperatura crítica pero no explica ciertos fenómenos observados en los superconductores cerámicos. Por la razón anterior, los investigadores trabajan en la actualidad para desarrollar una teoría más general que les permita entender el fenómeno.

\* En algunos metales la interacción electrón-fonón es muy fuerte, dichos materiales son llamados superconductores fuertemente acoplados.

## 7. EL SUPERCONDUCTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

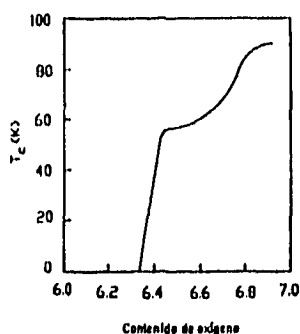
### 7.1 Introducción

El entusiasmo por la superconductividad se intensificó en 1986 cuando Müller y Bednorz de los laboratorios de la IBM en Zürich sintetizaron una cerámica, el óxido de cobrelantano-bario, cuya temperatura crítica fue del orden de 30 K. Muchos expertos consideraron el hecho con cierto escepticismo, pero muchos otros se dieron a la tarea de seguir experimentando con los nuevos materiales. En Febrero de 1987 y casi simultáneamente, Chu en Houston y Zha Zhong-Xian en Beijing produjeron una nueva cerámica superconductora, el óxido de cobre-itrio-bario, cuya temperatura crítica fue del aproximadamente 93 K. A principios de 1988, unos investigadores japoneses mostraron que el compuesto  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  tenía una  $T_C$  de 110 K. En el mismo año, se dió a conocer un material con una temperatura de transición aún mayor: el  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ , cuya temperatura crítica es de 125 K.

La característica común que tienen estos compuestos es que sus estructuras son en capas, todos son óxidos de cobre, todos ellos contienen planos de Cu-O y además, todos ellos contienen portadores de carga positiva (huecos). A diferencia de los compuestos de baja temperatura crítica, en los materiales cerámicos, la técnica de preparación influye en propiedades como la temperatura crítica y la densidad de corriente crítica. Por ejemplo, la densidad de corriente crítica a 77 K de materiales policristalinos rara vez excede los  $10^3$  A/cm<sup>2</sup>, mientras que monocristales de alta calidad crecidos epitaxialmente sobre sustratos de  $\text{SrTiO}_3$  o  $\text{MgO}$  pueden tener densidades de corriente crítica del orden de  $10^6$  a  $10^7$  A/cm<sup>2</sup>. Es importante enfatizar que las cerámicas de alta temperatura son inherentemente frágiles. Enseguida, se dan las características generales del material  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ , que es el material que nos interesa para nuestro estudio.

### 7.2 El compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

La estructura cristalina del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  se muestra en la figura I.14. El contenido de oxígeno del Y123 se estima por métodos químicos. Dichos métodos indican que el material no es un compuesto estequiométrico: en lugar de tener un número entero de oxígenos, el mejor material superconductor parece tener valores de  $x$  cercanos a 0.1 [8]. La figura I.13 muestra que si el contenido de oxígeno se varía,  $T_C$  se maximiza cuando  $x$  tiende a 0.1.



**Fig. I.13** Variación de la temperatura de transición contra la concentración de oxígeno para el material Y123 [4].

Los compuestos no estequiométricos como el Y123 son comunes en el Estado Sólido y esa característica refleja la química asociada con defectos en la estructura.

### Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

Ya que la estructura de un sólido está íntimamente relacionada a sus características físicas, la difracción de rayos X juega un importante papel en la caracterización del Y123. La estructura del Y123 pertenece a la familia de las perovskitas. Las perovskitas se caracterizan por tener una relación de dos átomos metálicos por cada tres átomos de oxígeno. Compuestos con la estructura perovskita son  $\text{CaTiO}_3$  ( $\text{Ca}^{2+}, \text{Ti}^{4+}$ ),  $\text{NaNbO}_3$  ( $\text{Na}^+, \text{Nb}^{5+}$ ),  $\text{LaAlO}_3$  ( $\text{La}^{3+}, \text{Al}^{3+}$ ), entre otros. En estas perovskitas, los estados de oxidación de los metales deberán sumar +6 para dar un compuesto eléctricamente neutro.

La estructura cristalina del Y123 se muestra en la figura I.14. Como se observa, la estructura contiene planos con los elementos cobre y oxígeno. Además, la estructura tiene cadenas de cobre y oxígeno alternadas. Cuando  $x=1$  en la fórmula, las cadenas de  $\text{CuO}$  están completamente ausentes. En ese caso, no hay diferencia en las direcciones  $x$  e  $y$ ; la estructura es tetragonal ( $a = b \neq c$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ). El material  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$  es un aislante eléctrico.

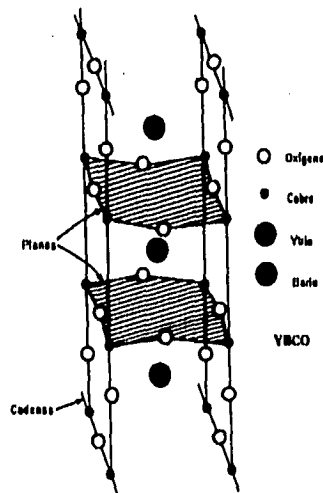


Fig. I.14 Estructura cristalina del Y123.

Cuando se agrega oxígeno al Y123, átomos adicionales ocupan los sitios en las cadenas de  $\text{CuO}$ . El oxígeno agregado actúa como una impureza aceptora en un semiconductor y agrega huecos al cristal. Algunos de estos huecos están en los planos de  $\text{CuO}_2$  pero a bajas concentraciones no hay conducción.

El  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  permanece como un aislador antiferromagnético hasta que  $x$  decrece a 0.6. Cuando el oxígeno adicional corresponde a  $x=0.6$  ocurren dos cambios importantes: hay una transición en la estructura, de tetragonal cambia a ortorrómbica y ocurre la transición de aislador a metal.

En el Y123 esta transición ocurre a altas temperaturas, i.e.,  $350\text{ }^\circ\text{C} < T < 750\text{ }^\circ\text{C}$  [4]. En este caso, la transición involucra un cambio en el contenido de oxígeno. Por ejemplo, en el enfriamiento ya sea en aire o en oxígeno, hay un incremento en la concentración de oxígeno. La fase de alta temperatura es tetragonal y la resistividad a temperatura ambiente es tipo semiconductor, es decir, la resistencia es relativamente grande y decrece incrementando la temperatura. Por otra parte, el comportamiento metálico se encuentra en la fase ortorrómbica de baja temperatura. Esta es la fase superconductor que se forma únicamente en un ambiente de oxígeno, el cual se absorbe durante la transformación de fase.

Para  $x$ 's ligeramente menores que 0.6, el Y123 metálico da una transición superconductor aproximadamente a 40 K, pero conforme  $x$  decrece  $T_c$  se incrementa y alcanza un valor máximo de 93 K a  $x=0.1$ . Se ha probado que es imposible preparar  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  con valores de  $x$  menores de 0.1 [8].

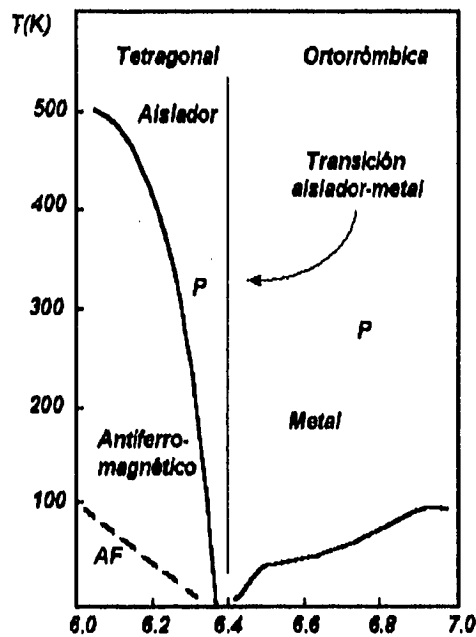


Fig. I.15 Diagrama de fase para el Y123 [6].

Las condiciones bajo las cuales se forman las fases superconductoras en los óxidos de cobre han sido investigadas por varios grupos. Los diagramas de fase del compuesto Y123 así como otros materiales cerámicos han sido investigadas bajo diferentes condiciones de temperatura, composición y presión. En particular, del diagrama de fase del Y123 (ver figura I.15 ) se observa que existen no sólo una sino tres transiciones de fase: una transición antiferromagnética a paramagnética, otra transición de la estructura de tetragonal a ortorrónica y una tercera transición metal-aislador. Las transiciones mencionadas dependen de la temperatura y del nivel de "dopado" del material. En el Y123, incrementando la concentración de huecos asociada con la no estequiometría del oxígeno ocurre una transición de fase de un aislador antiferromagnético a un metal que exhibe superconductividad a 93 K [6].



## 8. Referencias

1. M.K. Wu, J.R. Ashburn, C.J. Torny, P.H. Hor, R.L. Meng, L. Gao, Z.J. Huang, Y.Q. Wang and C.W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 908 (1987).
2. A. Shilling, M. Cantoni, J.D. Guo and H.R. Ott, *Nature* **363**, 56 (1993).
3. Vidali Gianfranco. *Superconductivity: The next revolution?*, Cambridge Press University, Great Britain 1993.
4. A. Bourdillon and N. X. Tan Bourdillon, *High temperature superconductors: Processing and science*. Academic Press, Inc. USA 1994.
5. R. Liang, P. Dosanjh, D. A. Brown, D.J. Baar, J.F. Carolan and W.N. Hardy, *Physica C* **195**, 51 (1992).
6. A. C. Vajpei and G. S. Upadhyaya, *Powder processing of high-Tc superconductors*. Trans Tech Publications. Ltd USA 1992.
7. L. Solymar and D. Walsh, *Lectures on the electrical properties of materials*, Oxford University Press, Fifth edition, England 1993.
8. *Solid State Physics*, J. R. Hook, H. E. Hall, Second Edition, John Wiley and Sons, Great Britain 1991.
9. *Solid State Physics*, Gerald Burns, Academic Press, USA 1990.

## CAPITULO II

### TEORIA DE LOS DETECTORES DE RADIACION SUPERCONDUCTORES

#### 1. INTRODUCCION

Cualquier medición que involucre radiación infrarroja necesita medios para su detección. Las cantidades de energía que se detectan generalmente son muy pequeñas, ya sea porque la fuente está a una distancia considerable y subtende un ángulo sólido pequeño, como en algunas aplicaciones militares o astronómicas, o bien, porque el ancho de banda del espectro que se está observando es muy estrecho, como en algunas aplicaciones espectroscópicas.

Todos los detectores convierten una señal de radiación incidente en una salida eléctrica. Esta señal de salida estará compuesta de dos partes, la respuesta del detector a la radiación incidente, y fluctuaciones aleatorias conocidas como ruido.

La radiación infrarroja se puede detectar ya sea observando el aumento en la temperatura de un cuerpo expuesto a la radiación (detectores térmicos) o bien, midiendo los efectos debidos a la interacción de fotones infrarrojos con los electrones presentes en el detector (detectores cuánticos). Herschel descubrió la radiación infrarroja en 1880 notando el incremento de la temperatura de un termómetro cuando este era expuesto a radiación más allá del rojo del espectro. A partir de entonces se han desarrollado detectores térmicos mucho más sensibles y con velocidades de respuesta mayores tales como los termopares y los bolómetros.

En todos los detectores infrarrojos, se mide un cambio en alguna propiedad del material sobre el cual incide la radiación. Este cambio se puede medir en forma de una señal continua, o más comúnmente, el haz de radiación incidente se varía periódicamente para dar una señal de radiación alterna. El corte de la señal se lleva a cabo por medio de un obturador mecánico, el cual puede ser un disco rotatorio con orificios, o bien por medio de una veleta osciladora. Este método de detección ofrece ventajas sobre el método con una señal directa. La más importante es el rechazo de radiación no deseada del resto del equipo. Otras ventajas son:

- i) Las señales de AC son más fáciles de amplificar que las de DC.
- ii) Cualquier variación en el tiempo del cero del detector se rechaza automáticamente.
- iii) Para ciertos tipos de detectores el ruido se puede reducir trabajando a una frecuencia de corte razonablemente grande.

Independientemente de su tamaño y forma un detector se caracteriza por cuatro cantidades importantes:

- Constante de tiempo de la respuesta.
- Responsividad, generalmente dada como una señal en volts, generada por un Watt de radiación incidente.
- Respuesta espectral.
- Potencia equivalente de ruido.

## 2. RESPUESTA TERMICA Y NO EQUILBRADA DE SUPERCONDUCTORES PARA DETECTORES DE RADIACION

### 2.1 Introducción

El descubrimiento de la superconductividad de alta temperatura por parte de Bednorz y Müller en 1986 generó interés y una gran carrera para encontrar aplicaciones del nuevo descubrimiento. Una de las primeras aplicaciones que se propusieron fue la construcción de detectores ópticos, en particular, detectores infrarrojos. Esta primera propuesta fue natural ya que los detectores infrarrojos operan a temperaturas del nitrógeno líquido, justamente en el intervalo en el que los superconductores de alta temperatura crítica tienen su transición. Enomoto y Murakami [1] hicieron las primeras mediciones de la fotorespuesta del  $\text{BaPb}_{0.7}\text{Bi}_{0.3}\text{O}_3$  y reportaron resultados alentadores. Inmediatamente después fueron publicados varios artículos sobre la fotorespuesta de diferentes estructuras de detectores hechos con materiales de alta temperatura crítica.

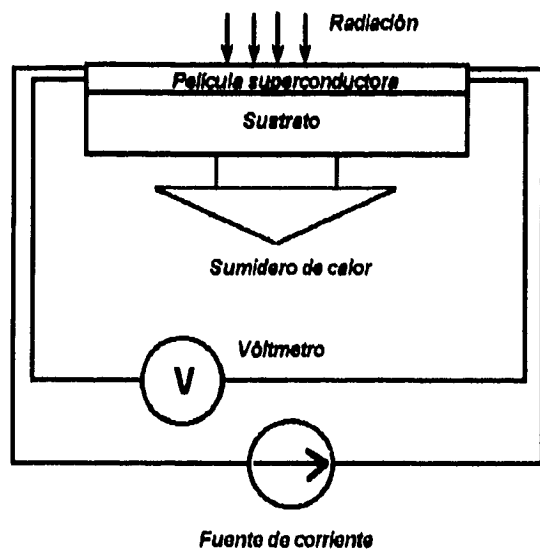
Actualmente, uno de los campos más promisorios de los materiales superconductores es la construcción de detectores de radiación óptica altamente sensibles. Tales detectores tienen varias aplicaciones, incluyendo radiometría espacial para observaciones planetarias, comunicaciones ópticas, imagenología por medios térmicos para aplicaciones biomédicas y militares, espectroscopía y pirometría o mediciones de temperatura sin contacto, entre otras.

Para longitudes de onda  $\lambda < 20\mu\text{m}$ , los detectores infrarrojos fotovoltaicos tales como los  $\text{HgCdTe}$  tienen un buen desempeño a 77 K. Para longitudes de onda  $\lambda > 20\mu\text{m}$ , la sensibilidad de detectores semiconductores a una temperatura mayor o igual a 77 K es muy pobre y por esta razón, se usan detectores térmicos a temperatura ambiente tales como los piroeléctricos o las celdas Golay; es en este rango de longitudes de onda donde se podrían usar convenientemente los bolómetros enfriados con nitrógeno líquido.

Los superconductores de alta temperatura crítica tienen dos ventajas adicionales: primero, la electrónica superconductora es la única tecnología que ofrece altas velocidades de respuesta a muy baja potencia, y segundo, la brecha de energías tan pequeña en los materiales de alta temperatura crítica ofrece la posibilidad de foto detección en un ancho de banda amplio.

La figura II.1 es el esquema de un detector de radiación superconductor. Una corriente de "bias" se aplica a una película superconductora y un voltímetro mide el voltaje a través de la misma película. La señal de voltaje inducida por la radiación incidente se llama respuesta óptica o fotorespuesta. La respuesta óptica de los superconductores se puede dividir en dos categorías. Una es térmica o bolométrica, y se debe al cambio de temperatura causado por el efecto de calentamiento por la radiación incidente. Este cambio de temperatura introduce un cambio medible en algunas propiedades físicas, por ejemplo, la resistencia eléctrica del material en la transición del estado normal al estado superconductor. El otro tipo de respuesta es la no bolométrica o no equilibrada, la cual ocurre a temperaturas menores que la temperatura de transición. En este caso, los fotones incidentes rompen los pares superconductores, los pares de Cooper y causan un incremento en la densidad de cuasipartículas\*. La respuesta no equilibrada es extremadamente rápida y se puede usar para construir detectores de radiación rápidos y altamente sensibles.

Hay muchos desafíos en la investigación sobre las respuestas térmicas y no equilibradas de superconductores y en el desarrollo de detectores de radiación superconductores. Se requiere modelado térmico y óptico para predecir la respuesta dinámica del detector. Para hacer un diseño térmico es necesario determinar propiedades termofísicas tales como la absorbancia y la conductividad térmica de las películas superconductoras y de los sustratos a las temperaturas de operación. Ahora bien, puesto que el detector operará a temperaturas criogénicas, los métodos de enfriamiento y el control de la temperatura son esenciales para alcanzar la estabilidad de la temperatura que se requiere.



**Fig II.1** Esquema de un detector de radiación superconductor.

\*Cuando se rompe un par electrónico, los electrones perderán la propiedad de cantidad de movimiento igual y opuesto y se comportarán "casi" como electrones libres y por esta razón se les conoce como cuasipartículas. Se entiende por cuasipartícula, un electrón en el estado  $\langle k, 1/2 \rangle$ , mientras que el estado complementario  $\langle -k, -1/2 \rangle$  está vacío.

## 2.2 DETECTORES TERMICOS

### 2.2.1 Bolómetros superconductores

Un bolómetro mide la radiación incidente detectando un cambio en la resistencia eléctrica resultante de un cambio de temperatura debido al efecto de calentamiento por la radiación incidente. Como se muestra en la figura II.1, la radiación incide sobre la película superconductora causando que la temperatura del conjunto película-sustrato varíe con respecto a la temperatura estabilizada del sumidero de calor. Se aplica una fuente de corriente constante y un voltmetro mide el voltaje a través de la película. Un bolómetro superconductor hace uso de la dependencia de la resistencia con respecto a la temperatura en la región de la transición. La figura II.2 ilustra el mecanismo de operación de un bolómetro superconductor: la respuesta de voltaje es proporcional a la derivada de la resistencia con respecto a la temperatura. La ley de Ohm da el cambio de voltaje en la película superconductora como:

$$\Delta V = I \frac{dR}{dT} \Delta T$$

II.1

En esta ecuación  $\Delta V$  es el incremento de voltaje,  $I$  es la corriente de "bias",  $R$  es la resistencia eléctrica del superconductor,  $T$  es la temperatura y  $\Delta T$  es la diferencia de temperatura entre el conjunto sustrato-película y el disipador de calor.

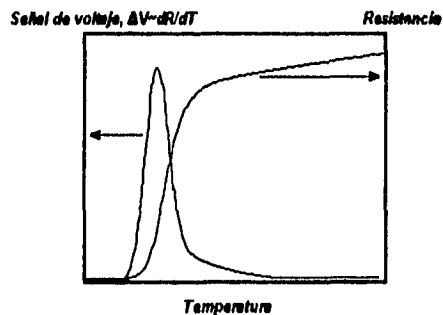


Fig. II.2 Mecanismo de operación de un bolómetro superconductor.

El proceso de transferencia de calor en el sistema detector frecuentemente se simplifica si usamos un modelo de parámetros concentrados, i.e., una capacidad calorífica  $C$  conectada a un sumidero de calor a través de una conductancia térmica  $G$ . Si la radiación incidente es de potencia  $P$  y está modulada a una frecuencia angular  $\omega_m$ , la ecuación de conducción de calor queda así [25]:

$$C \frac{d\Delta T}{dt} + G\Delta T = I^2 R + \alpha P(1 + \cos \omega_m t) \quad \text{II.2}$$

donde  $\alpha$  es la absorbancia del detector,  $I^2 R$  es la potencia de Joule de calentamiento y  $\Delta T$  es el incremento de temperatura. La solución general de la ecuación (2) es [25]:

$$\Delta T = \frac{\alpha P \cos(\omega_m t - \tan^{-1} \omega_m \tau)}{G(1 + \omega_m^2 \tau^2)^{1/2}} + \frac{\alpha P + I^2 R}{G} \quad \text{II.3}$$

donde  $\tau = C/G$  es la constante de tiempo del detector y  $G$  es la conductancia térmica de la película al cuerpo del sustrato. El segundo término en la ecuación II.3 no depende del tiempo y frecuentemente se ignora puesto que en la mayoría de las aplicaciones sólo nos interesa el cambio de la temperatura con respecto al tiempo. Este término determina la temperatura promedio del detector y, por lo tanto, es importante para el modelado térmico y el diseño.

La figura de mérito más importante de todo detector es la responsividad, ésta se define como la razón de la amplitud del voltaje de salida a la amplitud de la potencia de la radiación incidente.

De las ecuaciones II.1 y II.3, se ve que el módulo del incremento de temperatura está dado por:

$$\Delta T = \frac{\alpha P}{G(1 + \omega_m^2 \tau^2)^{1/2}}$$

$$\Delta T = \frac{\alpha P}{G(1 + \omega_m^2 \tau^2)^{1/2}} = \frac{\Delta V}{I(dR/dT)}$$

$$\Rightarrow \frac{\Delta V}{P} = \frac{\alpha I(dR/dT)}{G(1 + \omega_m^2 \tau^2)^{1/2}}$$

Responsividad

$$S = \frac{\alpha \beta R}{G(1 + \omega_m^2 \tau^2)^{1/2}} \quad (\text{V/W})$$

II.4

donde  $\beta = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = \text{TCR (1/K)}$  "Thermal Coefficient of Resistance"

La ecuación II.4 muestra que la responsividad es dependiente de la frecuencia. Además, se ve que la responsividad es proporcional al TCR y es inversamente proporcional a la conductancia G. Una alta responsividad se asocia con un TCR alto y un excelente aislamiento térmico. De la definición de constante de tiempo se ve también que dada una pequeña conductancia térmica, es necesario tener una pequeña capacidad calorífica, con el fin de lograr un tiempo de respuesta pequeño.

Sin el uso de los superconductores, la tecnología de los bolómetros estaba limitada al uso de materiales con bajos TCR's, en el rango de  $0.002 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a  $0.003 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a temperatura ambiente y valores ligeramente bajos a temperaturas del nitrógeno. Los semiconductores pueden tener TCR más altos pero tienen altas resistencias, lo que los limita en la construcción de arreglos de microbolómetros. Sin embargo, el cambio en resistencia en la transición de un superconductor puede ser muy abrupto y se puede usar esa característica porque en la región de la transición, el TCR es alto. De hecho, se pueden lograr TCR's del orden de  $0.5 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  en un rango de temperatura de unos cuantos grados en materiales superconductores de alta  $T_c$ . La temperatura se controla de tal manera que el sentido ocurre para una resistencia en la que el TCR es máximo.

Otro factor que afecta la responsividad está relacionado con las propiedades térmicas del bolómetro. Un desempeño óptimo se logra con constantes de tiempo tales que  $\omega\tau = 1$  (el valor de 3 dB de la responsividad equivale a la condición  $\omega\tau = 1$ ) donde  $\omega = 2\pi f$  y  $f$  es el número de cuadros por segundo. En sistemas de Televisión,  $f$  es típicamente 30 Hz, lo que implica que las constantes de tiempo deben ser del orden de 5.5 ms. Ahora bien, puesto que la masa térmica (capacidad calorífica) de la estructura para un tamaño dado de detector es fija, la variable que más influencia la responsividad es la conductancia térmica. Para lograr una alta responsividad se tiene que considerar el diseño del pixel y su fabricación, con objeto de minimizar la capacidad calorífica del conjunto película-sustrato y a la vez, la conductancia térmica de la película al sustrato. Dispositivos de unas cuantas micras cuadradas de área y películas con espesores de unos miles de Angstroms tienen conductancias térmicas del orden de  $3 \times 10^{-7} \text{ W/K}$  y capacidades caloríficas de  $1.5 \times 10^{-9} \text{ J/K}$ , lo que produce constantes de tiempo del orden requerido.

Otro factor importante en el desempeño de un bolómetro es la potencia equivalente de ruido (NEP). La potencia equivalente de ruido es la potencia de radiación requerida para generar un voltaje igual al voltaje de ruido. El cuadrado de la potencia equivalente de ruido se obtiene sumando las contribuciones de las fuentes de ruido fundamentales [2,3,4,5]:

$$NEP^2 = \frac{8\sigma_{s-n} k_B A T_b^5}{\alpha} + \frac{4k_B T G}{\alpha^2} + \frac{4k_B T R}{S^2} + \frac{4k_B T_a R_a}{S^2} + \frac{\gamma^2 R^2}{\omega_m S^2}$$

El primer término es el ruido de fondo calculado para una fuente de cuerpo negro hemisférica en todo el espectro.  $K_B$  es la constante de Boltzmann,  $\sigma_{s-B}$  es la constante de Stefan-Boltzmann,  $A$  es el área sensible de detección,  $T_b$  es la temperatura de fondo y  $\alpha$  es la absorbancia del detector.

El segundo término es el ruido fonónico causado por el intercambio aleatorio de energía entre el elemento detector y el disipador de calor a través de la conductancia térmica.  $T$  es la temperatura del detector y  $G$  es la conductancia térmica.

El tercer y cuarto término son los ruidos de Johnson del bolómetro y del amplificador respectivamente.  $R_a$  y  $T_a$  son la resistencia y la temperatura de operación del amplificador y  $S$  es la responsividad.  $T$  y  $R$  son la temperatura y la resistencia del elemento detector.

El último término es el ruido  $1/f$ , donde  $\gamma$  es una constante experimental,  $I$  es la corriente de "bias" y  $\omega_m$  es la frecuencia angular de la radiación. Muchos investigadores han medido ruido  $1/f$  en películas superconductoras tanto de alta como de baja temperatura. Para los superconductores de alta temperatura crítica este ruido se atribuye a la granularidad de la película y es más notable en la región de transición y en películas no orientadas.

Otra figura de mérito de un detector es la detectividad  $D^*$ , la cual se define como:

$$D^*=A^{1/2}/NEP$$

donde  $A$  es el área del elemento sensible y  $NEP$  es la potencia equivalente de ruido.

El concepto de bolómetro no es nuevo, Brasunas y Lakew [6] construyeron un bolómetro superconductor compuesto usando una película de  $YBa_2Cu_3O_7$  sobre un sustrato de  $LaAlO_3$ , su espesor fue  $75 \mu m$ . La constante de tiempo de este bolómetro fue 150 ms y  $D^*$  fue  $1.5 \times 10^6 \text{ mHz}^{1/2} \text{W}^{-1}$  a 5 Hz. Verghese et al. [7] fabricaron un bolómetro superconductor con una  $NEP$  de  $2.4 \times 10^{-11} \text{ WHz}^{-1/2}$  a 10 Hz y con una constante de tiempo de 55 ms. Una película epitaxial de  $Y123$  se depositó sobre un sustrato de zafiro con una capa "buffer" de  $SrTiO_3$ . El sustrato se adelgazó hasta  $20 \mu m$  después de la deposición, con el objeto de reducir la capacidad calorífica. Mediciones espectrales usando un espectrómetro de transformada de Fourier mostraron que este bolómetro tuvo sensibilidad desde el visible hasta más allá del lejano infrarrojo [7].

Varios grupos de investigadores han observado respuesta bolométrica rápida del orden de los nanosegundos usando radiación de sincrotrón y láser pulsado, en el rango de longitudes del onda del visible al infrarrojo [8,9,10].



### 2.3 MICROBOLOMETROS SUPERCONDUCTORES Y ARREGLOS DE DETECTORES

Hu y Richards[11] analizaron microbolómetros superconductores acoplados a antenas. Estos detectores se diseñaron para aplicaciones en la región de las microondas y el lejano infrarrojo. Nahum et al. [12] fabricaron un microbolómetro usando una película de Y123 con un área de  $6 \times 13 \mu\text{m}^2$  sobre un sustrato de YSZ (Yttria-Stabilized Zirconia). La NEP fue de  $4.5 \times 10^{-12} \text{ WHz}^{-1/2}$  a frecuencias de modulación de 10 kHz. Li et al. [13] probaron microbolómetros de Y123 fabricados sobre sustratos de YSZ usando como fuente de radiación el haz modulado de un láser de Argón,  $\lambda = 0.514 \mu\text{m}$ . Ellos obtuvieron una responsividad de  $1000 \text{ VW}^{-1}$  para una película de  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}^2$ . El tiempo de respuesta disminuyó conforme la frecuencia se incrementó desde 100 hasta 4000 Hz.

Tal vez el avance más prominente en el área de los bolómetros superconductores es la fabricación de dichos dispositivos sobre sustratos de silicio, puesto que estas estructuras tienen potencial para formar arreglos de imagenología infrarroja y son ideales para la electrónica superconductora-semiconductora integrada. Stratton et al. [14] diseñaron y construyeron un bolómetro con dichas características; una membrana de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  se depositó sobre un sustrato de silicio y la parte central del sustrato de silicio se removió por un método químico. El proceso dejó una membrana de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  suspendida sobre un sustrato de silicio. La capa "buffer" de YSZ y la película de  $\text{DyBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  se depositaron sobre la membrana de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . El espesor de la película superconductora fue 300 nm y el de la capa de YSZ fue 60 nm. Las dimensiones laterales del dispositivo fueron  $75 \times 75 \mu\text{m}^2$ . Esta estructura resultó con una capacidad calorífica pequeña y un buen aislamiento térmico, por lo que ellos obtuvieron una responsividad de  $800 \text{ V/W}$  y constante de tiempo de 1 ms.

Johnson et al. [15] reportaron un arreglo de detectores de Y123 construidos por micromaquinado de silicio. Un detector lineal conteniendo 12 pixeles se formó sobre una membrana de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de 300 nm. Cada pixel tuvo  $1.05 \mu\text{m}$  de espesor y un área de  $85 \times 115 \mu\text{m}^2$ . El meandro de Y123 fue grabado sobre cada pixel con  $4 \mu\text{m}$  de ancho y 1.1 mm de largo. La conductancia térmica del elemento detector al sustrato a temperaturas de 70-90 K fue calculada resultando un valor de  $2 \times 10^{-7} \text{ W/K}$  y la constante de tiempo fue 24 ms. Johnson y sus colaboradores también encontraron que el ruido en los microbolómetros se debió principalmente al ruido debido a los contactos de Au/Y123. Si el ruido debido a esta causa pudiera ser eliminado, la NEP se reduciría hasta  $9 \times 10^{-13} \text{ WHz}^{-1/2}$ . Estos resultados hacen los microbolómetros de alta temperatura comparables con los arreglos de HgCdTe. Además, los bolómetros superconductores construidos con la tecnología superconductora no son costosos y son sensibles a longitudes de onda mayores.

## 2.4 RESPUESTA NO EQUILIBRADA

Gilabert [18], Kruse [3] y Frenkel [19] resumieron estudios sobre la respuesta no equilibrada de superconductores. La respuesta no equilibrada de películas superconductoras de baja  $T_c$  se debe a la generación de cuasipartículas, las cuales, a su vez, pueden causar la supresión de la brecha de energía. Las uniones Josephson superconductoras de baja  $T_c$  que emplean un mecanismo ya sea bolométrico o no bolométrico prometen ser útiles para detectores altamente sensibles [20-22].

La respuesta no bolométrica sucede en tiempos muy cortos y a temperaturas mucho menores que la temperatura crítica. Más aún, la magnitud de la respuesta no equilibrada no es proporcional a  $dR/dT$ . El fenómeno se atribuye a dispersión inelástica electrón-electrón en un tiempo del orden de los picosegundos. Las cuasipartículas que se generan interactúan con fonones a través de dispersión inelástica electrón-fonón. Se cree que el mecanismo de disipación se debe a la supresión de la brecha de energías en forma similar a como sucede en los superconductores de baja  $T_c$ , o bien, debido al movimiento de vórtices. La reducción en la densidad del número de electrones superconductores inducida por los fotones puede causar también un cambio en la inductancia cinética, el cual se puede usar para estudiar la dinámica no equilibrada y para construir detectores de radiación altamente sensibles.

La figura II.3 ilustra las interacciones no equilibradas entre fotones, pares de Cooper, cuasipartículas, fonones y vórtices. Estos procesos se podrían explicar de la siguiente manera: los fotones interactúan con los pares de Cooper y las cuasipartículas creando cuasipartículas de más alta energía. La interacción electrón-fotón sucede en menos de 1 fs [24]. Las cuasipartículas de alta energía continúan rompiendo pares de Cooper y crean más cuasipartículas. Las cuasipartículas interactúan con los fonones a través de la emisión y absorción de fonones. Los fonones de alta energía rompen pares de Cooper. Las cuasipartículas se recombinan para formar pares de Cooper y crear fonones. Las cuasipartículas y fonones activan el movimiento de vórtices, lo cual causa disipación. Los fonones escapan de la película hacia el sustrato en un tiempo típico del orden de los nanosegundos.

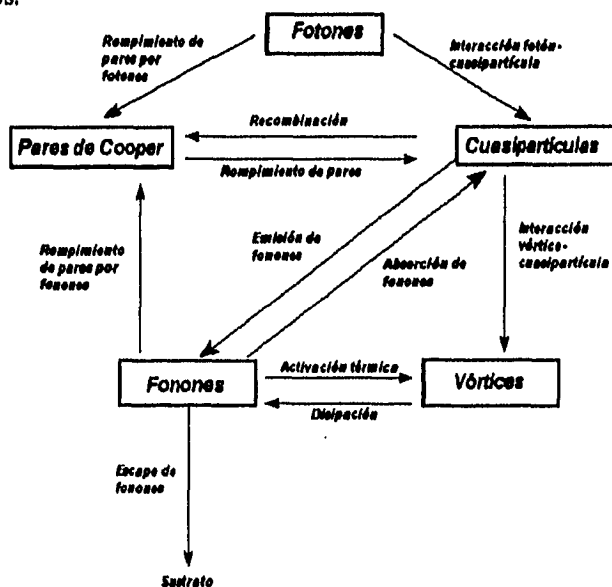


Fig II.3 Interacciones no equilibradas en una película superconductora.

Nebosis et al. [26] obtuvieron una respuesta de 120 ps usando un detector de tiras delgadas con una película de Y123 de 70 nm de espesor a temperaturas entre 78 K y 79.5 K. Ellos usaron un láser con radiación de longitudes de onda en el rango de 46.5 a 400  $\mu\text{m}$ . La responsividad y la NEP fueron  $1 \text{ mVW}^{-1}$  y  $5 \times 10^{-7} \text{ WHz}^{-1/2}$  respectivamente, las cuales son comparables con otros detectores en el lejano infrarrojo.

Ghis et al. [27] recientemente hicieron mediciones del orden de los picosegundos en una película epitaxial de Y123 de eje-c. Ellos observaron una respuesta con un tiempo de subida de 12 ps y ancho de 29 ps en una película de 30 nm de espesor y polarizada con una corriente de "bias" de 25 mA y operando a 50 K. La fuente de radiación fue un pulso de láser de 1.5 ps con una longitud de onda de 1.06  $\mu\text{m}$  y un flujo de energía de  $1 \mu\text{J} / \text{cm}^2$  por pulso.

Los mecanismos de las interacciones electrón-vórtices, fonones-vórtices y disipación de vórtices no han sido comprendidos totalmente. Se requiere más investigación sobre la sensibilidad y el tiempo de respuesta puesto que esto facilitará la realización práctica de dispositivos.

## 2.5 MODELADO DE PROPIEDADES FÍSICAS Y DISEÑO

### 2.5.1 Propiedades ópticas

El conocimiento de las constantes ópticas de los materiales detectores es crucial para el diseño de los detectores superconductores. Las constantes ópticas se extraen de la medición de la reflectancia, la transmitancia y la absorbancia del conjunto película-sustrato.

Sin un diseño apropiado, un detector con materiales de alta  $T_C$  que use el conjunto sustrato-película como elemento sensor puede no ser un detector de banda amplia porque la absorbancia es una función de la longitud de onda de la radiación incidente. La absorbancia en las regiones de 10-13  $\mu\text{m}$ , 25-34  $\mu\text{m}$  y 60-100  $\mu\text{m}$  se incrementa notablemente si se disminuye el espesor de la película, como se ve en la figura II.4. Esto implica que la responsividad de un detector infrarrojo se puede incrementar reduciendo el espesor de la película. Para películas de Y123 sobre sustratos de silicio, la optimización del diseño del detector requiere de la determinación de la absorbancia de las estructuras de Y123/YSZ/Si. Zhang y Flik [16] presentaron un método para calcular precisamente esa absorbancia. La transmitancia es la misma mientras que la reflectancia del lado del silicio es menor que la reflectancia del lado de la película. Por tanto, la absorbancia se mejora si la radiación incide sobre el sustrato de silicio. Otras mediciones realizadas por Zhang y Flik muestran la absorbancia calculada para diferentes espesores de película, a una temperatura de 78 K y para radiación incidente sobre el sustrato de silicio. Conforme el espesor de la película se incrementa, la transmitancia decrece y la reflectancia aumenta. Películas de 20 nm de espesor exhibieron la más alta absorbancia, que fue de 0.4 para longitudes de onda entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ . Los datos mencionados se basaron en las constantes ópticas obtenidas de Y123 sobre un sustrato de  $\text{LaAlO}_3$ . Con objeto de diseñar dispositivos eficientes, se deben investigar más profundamente los efectos del espesor de la película y la microestructura sobre las constantes ópticas de los detectores.

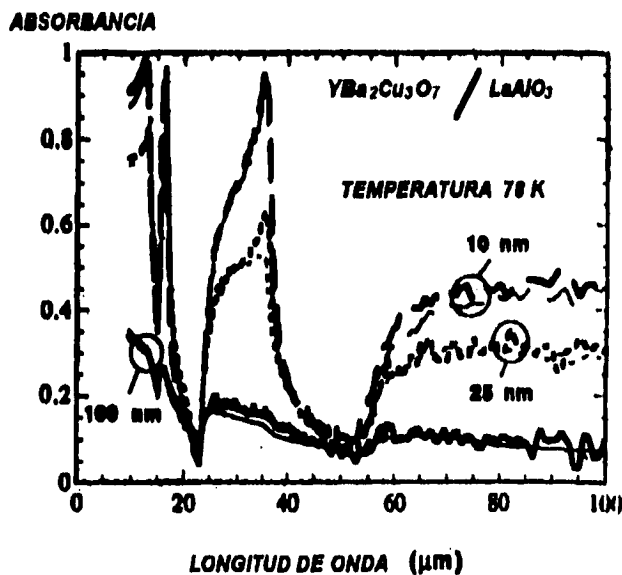


Fig. II.4 Absorbancia de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$  sobre  $\text{LaAlO}_3$  a 78 K para diferentes espesores de película, obtenida con el modelo propuesto por Flik et al. [17].

### 3. REFRIGERACION Y CONTROL DE LA TEMPERATURA

Se requiere refrigeración criogénica para lograr las temperaturas de operación de los detectores superconductores. En los laboratorios de investigación generalmente están disponibles helio y nitrógeno líquidos, pero en muchas aplicaciones es preferible usar sistemas de refrigeración de ciclo cerrado [23]. En el caso de los detectores superconductores se requiere mantener la temperatura del dispositivo en un punto que no necesariamente corresponde al punto de ebullición del nitrógeno, por esta razón es mejor contar con un sistema de refrigeración que permita obtener cualquier temperatura deseada.

El control de la temperatura de un criostato puede llevarse a cabo por varios métodos y con varios grados de eficiencia, dependiendo de la aplicación de que se trate. Una medida de la eficiencia es la amplitud de la región de temperaturas sobre la que debe operar el controlador y el tamaño de las fluctuaciones de temperatura en cualquier punto de esa región. Los métodos más comúnmente usados son (1) control de la presión de vapor y (2) control por calentamiento eléctrico. La regulación de temperatura fuera de los rangos cubiertos por la presión de vapor de los gases licuados presenta varias dificultades, lo que limita este tipo de control de temperatura. Sin embargo, el método por calentamiento eléctrico es más fácil de implementar y se puede tener tanta precisión como se desee en un rango amplio de temperaturas. Cuando se usa el método por calentamiento eléctrico, se controla el suministro de energía eléctrica con objeto de mantener en el portamuestras una temperatura  $T$  mayor que la temperatura del baño criogénico. Para ello, se requiere un medidor de temperatura (un termopar, un termómetro de resistencia o un sensor tipo diodo) que da información con la cual se determina la regulación manual o automática de la corriente eléctrica que se aplica al calefactor. La mayoría de los sistemas automáticos de control operan en forma continua, lo cual tiene más ventajas que los controles tipo "on-off" (los controles tipo "on-off" no responden a cambios rápidos en temperatura).

Con el control por calentamiento eléctrico se puede lograr una estabilidad de la temperatura del orden de los mK. Sin embargo, usando un puente de corriente alterna se puede tener mayor estabilidad. De hecho, con los puentes de corriente alterna se puede alcanzar una estabilidad en temperatura de hasta 0.1 mK [23].

La estabilidad y el control de la temperatura son esenciales en los estudios a bajas temperaturas. Particularmente, para aplicaciones bolométricas se debe controlar con gran precisión la temperatura en el punto medio de la región de transición (el ancho de la transición en películas de alta calidad es menor que 1 K) ya que de esto depende la sensibilidad de los dispositivos.

#### 4. Referencias

1. Y. Enomoto and T. Murakami, *J. Appl. Phys.* **59**, 3807 (1986).
2. P.L. Richards, J. Clarke, R. Leoni, Ph. Lerch, S. Verghese, M.R. Beasley, T.H. Geballe, R.H. Hammond, P. Rosenthal and S.R. Spielman, *Appl. Phys. Lett.* **54**, 283 (1989).
3. P. W. Kruse, *Semicond. Sci. Technol.* **5**, S229 (1990).
4. F. J. Low and A. R. Hoffman, *Appl. Opt.* **2**, 649 (1963).
5. R.C. Jones, *Proc. IRE* **47**, 1481 (1959).
6. J. Brasunas and B. Lakew, *Proc. SPIE* **1477**, 166 (1991).
7. S. Verghese, P. L. Richards, K. Char and S. A. Sachtjen, *IEEE Trans. Magn.* **27**, 3077 (1991).
8. G. L. Carr, M. Quijada, D. B. Tanner, C. J. Hirschmugl, G. P. Williams, S. Etemad, B. Dutta, F. DeRosa, A. Inam, T. Venkatesan and X. Xi, *Appl. Phys. Lett.* **57**, 2725 (1990).
9. C. G. Levey, S. Etemad, and A. Inam., *Appl. Phys. Lett.* **60**, 126 (1992).
10. M. Lindgren, H. Ahlberg, A. Larsson, S.T. Eng and M. Danerud, *Phys. Scr.* **44**, 105 (1991).
11. Q. Hu and P. L. Richards, *Appl. Phys. Lett.* **55**, 2444 (1989).
12. M. Nahum, Q. Hu, P. L. Richards, S. A. Sachtjen, N. Newman and B. F. Cole, *IEEE Trans. Magn.* **27**, 3081 (1991).
13. K. Li, J. E. Johnson and B. W. Aker, *J. Appl. Phys. Lett.* **73**, 1531 (1993).
14. T. G. Stratton, B. E. Cole, P. W. Kruse, R.A. Wood, K. Beauchamp, T. F. Wang, B. Johnson and A. M. Goldman, *Appl. Phys. Lett.* **57**, 99 (1990).
15. B. R. Johnson, T. Ohnstein, C. J. Han, R. Higashi, P. W. Kruse, R. A. Wood, H. Marsh and S. B. Dunham, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **3**, 2856 (1993).
16. Z. M. Zhang and M. Flik, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **3**, 1604, (1993).
17. M. I. Flik, Z. M. Zhang, K. E. Goodson, M. P. Siegal and J. M. Phillips, *Phys. Rev. B*, **46**, 5606 (1992).
18. A. Gilabert, *Ann. Phys. Fr.* **15**, 255 (1990).
19. A. Frenkel, *Physica C* **180**, 251 (1991).
20. M. Leung, U. Strom, J. C. Cultberson, J. H. Claassen, S. A. Wolf and R. W. Simon, *Appl. Phys. Lett.* **50**, 1961 (1987).
21. D. P. Osterman, P. Marr, H. Dang, C. T. Yao and M. Radparvar, *IEEE Trans. Magn.* **27**, 2681 (1991).
22. D. P. Osterman, R. Patt and R. Madhavrao, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **3**, 2860 (1993).
23. White, G. K., *Experimental techniques in low temperature Physics*, Oxford University Press, third edition, Great Britain 1989.
24. N. Bluzer et al., *J. Appl. Phys.* **71**, 1336 (1992).
25. Z. M. Zhang et al., *Journal of superconductivity*, Vol. 7, No. 6, 1994. pp. 871-884
26. R. S. Nebosis et al., *J. Appl. Phys.* **72**, 5496 (1992)
27. A. Ghis et al., *Appl. Phys. Lett.* **63**, 551 (1993).

## CAPITULO III

### DISEÑO DEL BOLOMETRO SUPERCONDUCTOR

#### 1. PROCESAMIENTO DE PELICULAS DELGADAS DE ALTA $T_c$

##### 1.1 Introducción

La fabricación de películas delgadas de alta temperatura está dirigida básicamente a la construcción de componentes electrónicos. Puesto que muchas de las aplicaciones potenciales de la superconductividad están relacionadas con el campo de la electrónica (en la construcción de dispositivos tanto activos como pasivos), se ha hecho un intenso trabajo sobre películas delgadas. En vista de que el número de materiales de alta  $T_c$  es muy grande, la producción de películas para aplicaciones electrónicas debe tomar en consideración varios factores, entre los cuales están la homogeneidad de la composición, la calidad de las superficies, la deposición en grandes áreas, la compatibilidad del sustrato, etc.

Los métodos más comúnmente usados para el procesamiento de películas delgadas son los siguientes:

- "Sputtering".
- Evaporación "flash".
- Evaporación reactiva activada.
- Deposición de vapor química metal-orgánica.
- Deposición por láser pulsado (ablación por láser).

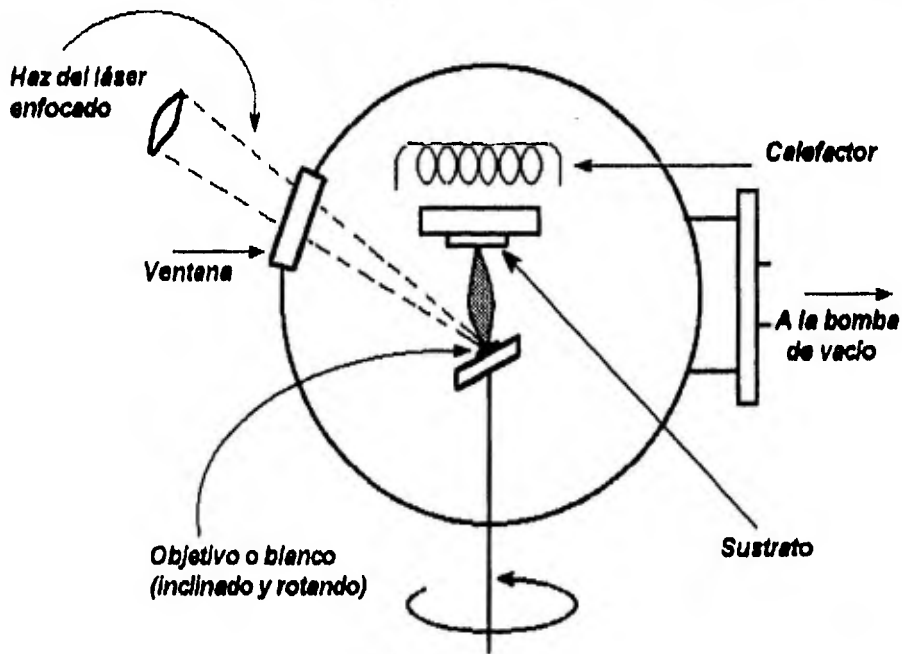
Las técnicas para depositar películas delgadas se han utilizado desde antes del descubrimiento de la superconductividad. Las características de procesamiento de esas técnicas convencionales son muy conocidas y ese conocimiento puede ser usado para producir películas superconductoras que en un futuro tengan aplicaciones electrónicas.

Sin embargo, la deposición de materiales de alta  $T_c$  tiene sus propios problemas: la mayoría de ellos debidos a que los nuevos materiales son complejos, tienen varios componentes y son muy sensibles a la composición y a la estequiometría. Estos factores influyen las propiedades eléctricas de las películas. Cada proceso de deposición se ve afectado por los factores mencionados y tiene sus propios beneficios y desventajas.

Uno de los desarrollos importantes en los años recientes fue el mejoramiento de las técnicas para producir películas superconductoras "in situ" (la deposición de la película es completada en un solo proceso), comparado a las técnicas "post-anneal" usadas anteriormente (donde una película no conductora se produce primero y en una segunda etapa se le somete a un proceso de recocido para formar la fase superconductora). Esta tendencia se observa para todas las tecnologías de procesamiento de películas y tiene los objetivos básicos de reducir los tiempos de procesamiento, producir películas con superficies lisas, reducir contaminación, crecer multicapas y otros factores relevantes. Enseguida, se describen las bases de una de las técnicas más usadas para depositar películas delgadas de alta calidad: la deposición por láser pulsado, también conocida como ablación por láser.

## 1.2 Ablación por láser

La técnica de ablación por láser ha experimentado importantes desarrollos en los últimos años debido al progreso de la deposición por láser pulsado (PLD). En esta técnica (ver figura III.1) un láser "excimer" se enfoca para lograr una densidad de energía  $>1 \text{ J/cm}^2$  (típicamente  $3 \text{ J/cm}^2$ ) [28]. El haz del láser entra a una cámara de vacío a través de una ventana y se enfoca en un objetivo o blanco del material a ser depositado. El objetivo está inclinado y rotando para conseguir una "ablación" uniforme del mismo (cada pulso de láser causa evaporación y fusión localizadas, lo que deja cráteres en el objetivo; el cráter contiene material fundido resolidificado con varias fases, por lo que el objetivo debe moverse para preservar la estequiometría de la película). Durante la evaporación, por el efecto de la energía del láser, la materia emitida forma una pluma que lleva el material al sustrato (las especies extirpadas incluyendo átomos, moléculas y radicales son transferidos al sustrato, siendo la emisión máxima en la dirección normal a la superficie del objetivo). El sustrato es calentado para permitir el crecimiento epitaxial de la película. Con la técnica PLD se alcanzan velocidades de deposición de hasta  $10 \text{ nm/s}$  [28]. El proceso trabaja en alto vacío así como con ambientes de oxígeno. En esta técnica se usan una amplia variedad de láseres, por ejemplo, el Nd:YAG, el de  $\text{CO}_2$  y el UV. Este último es considerado el láser más apropiado para la deposición de películas delgadas de óxidos debido a su corta longitud de onda, lo cual, junto con ancho de pulso breves, produce la mejor calidad de película [37].



**Fig. III.1** Equipo usado para el procesamiento de películas delgadas de alta  $T_c$  por la técnica de ablación por láser.



Una de las ventajas más importantes de la técnica PLD es el hecho de que se deposita una película de exactamente la misma composición del objetivo (excepto el oxígeno, el cual se agrega como un gas reactivo); así, no existe distorsión en la composición de la película y el objetivo, como sucede en otras técnicas. Observando la composición tan compleja de los superconductores y los requerimientos de una estequiometría exacta respecto a los componentes metálicos (más importante para la calidad de la superficie de la película que para la superconductancia) así como la habilidad para depositar películas superconductoras estequiométricas, la técnica PLD es uno de los métodos más promisorios para la deposición de películas de alta  $T_c$ . Sin embargo, algunas de las desventajas de esta técnica son (1) la emisión de materia líquida desde el objetivo se incorpora en el crecimiento de la película, lo cual afecta la calidad de la superficie; y (2) la geometría tan aguda que concentra la pluma de emisión a un área de sustrato pequeña, complica la deposición en grandes áreas [36]. A pesar de esas desventajas, se han integrado exitosamente películas delgadas superconductoras por el método PLD en dispositivos electrónicos como filtros pasivos para microondas y elementos Josephson activos [38].

La investigación en películas delgadas de alta  $T_c$  se ha venido realizando desde hace más de cinco años. Dicha investigación se ha concentrado en el  $YBa_2Cu_3O_{7-y}$  porque este compuesto es relativamente fácil de preparar como una sola fase y porque su temperatura de transición (90-95 K) es suficientemente alta como para ser usado en aplicaciones a las temperaturas del nitrógeno líquido. Es posible obtener una temperatura de transición mayor con superconductores basados en talio o bismuto, pero debido a la coexistencia de varias fases en estos sistemas, la obtención de una fase pura es difícil, especialmente para los compuestos basados en bismuto. Para el caso de los compuestos basados en talio, el proceso se complica por la toxicidad y volatilidad de este último. Por todo lo anterior, se puede decir que la investigación en este campo está todavía en su etapa inicial.

### 1.3 SUSTRATOS

Entre las consideraciones más importantes en el procesamiento de películas delgadas de calidad está la selección del material del sustrato. La tecnología actual de dispositivos electrónicos requiere obleas de sustrato de hasta 100 mm de diámetro. La compatibilidad química entre la película superconductora y el sustrato es un aspecto muy importante a considerar en la elección de un sustrato. A las altas temperaturas a las que se procesan las películas delgadas ocurren reacciones químicas no deseadas. Los componentes del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  (YBCO) reaccionan con muchos sustratos que de otra forma podrían ser buenos candidatos. Por ejemplo, el zafiro  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es de considerable interés por su constante dieléctrica relativa baja (aproximadamente 9.34 [26]) y existen comercialmente obleas con diámetros grandes. Sin embargo, el zafiro reacciona con el YBCO, y por ello se requiere depositar una película de MgO o  $\text{LaAlO}_3$  sobre el zafiro para poder formar películas delgadas de alta calidad. Consideraciones físicas adicionales para la selección del sustrato incluyen su perfección cristalina, estabilidad ambiental, propiedades mecánicas, disponibilidad en grandes áreas, etc.

En general, un sustrato de alta calidad debe tener las siguientes características:

- Una superficie limpia, pulida, libre de "twins"\* y otras inhomogeneidades estructurales\*\*.
- Correspondencia entre su coeficiente de expansión térmica y el de la película.
- Compatibilidad de sus parámetros de red y los de la película.
- Compatibilidad química.
- Propiedades dieléctricas apropiadas a las aplicaciones requeridas.
- No transiciones de fase dentro del régimen de temperaturas requerido para el procesamiento de la película.
- Integrable con la tecnología de semiconductores (es deseable que los componentes superconductores puedan ser integrados a dispositivos electrónicos convencionales crecidos sobre Si o GaAs).

El requerimiento de compatibilidad de los coeficientes de expansión térmica del sustrato y el material superconductor es necesario independientemente que se trate o no de un sistema epitaxial. En el caso del YBCO esta condición es particularmente importante porque en general, los materiales de alta  $T_c$  son cerámicas y como tales son muy frágiles.

\* Los "Twins" son regiones simétricas de un cristal que están orientadas en direcciones diferentes. Los "twins" ocurren porque: (a) la celda unitaria es rectangular o (b) la celda unitaria es rómbica.

\*\* Inhomogeneidades estructurales son, por ejemplo, granos desalineados rotacionalmente, granos desalineados axialmente, fronteras de grano, uniones delgadas, entre otras.

En la tabla III.1 se listan las propiedades de algunos sustratos usados comúnmente.

**Tabla III.1.** Propiedades de sustratos para películas de alta  $T_c$  [28].

Sustrato	Estructura	a(nm)	$\epsilon_r$	$\tan \delta$	$\alpha(ppm)$	Punto de fusión
SrTiO <sub>3</sub>	Cúbica (perovskita)	0.3905	>1000	>2000	10	2080 °C
LaAlO <sub>3</sub>	Romboédrica (perovskita)	0.3793	26	6	10	2100 °C
LaGaO <sub>3</sub>	Ortorrónica (perovskita)	0.3890	26	-10	-10	1750 °C
MgO	Cúbica	0.4213	10	91	12	2800 °C
YSZ	Cúbica	0.5140	25	54	10	2700 °C
Zafiro	Trigonal	0.4758	9	<1	7	1370 °C
Si	Cúbica (diamante)	0.5431	12	<1	4	1150 °C
GaAs	Cúbica	0.5650	13	-	10	1238 °C

Nota: a es el parámetro de red a;  $\alpha$ : es el coeficiente de expansión térmica;  $\epsilon_r$  es la constante dieléctrica relativa y  $\tan \delta$  es la tangente de pérdidas (generalmente en la banda X y a una temperatura de 300 K)

La composición y estructura del sustrato afecta las propiedades de las películas superconductoras. Los factores más importantes incluyen las interacciones película-sustrato, el acoplamiento de parámetros de red y la compatibilidad de los coeficientes de expansión térmica. El material del sustrato deberá ser químicamente estable en el rango de temperaturas necesario para la deposición. Para aplicaciones electrónicas, el sustrato deberá tener una constante dieléctrica relativa muy baja ( $<20$ ) y pérdidas mínimas en la región de las microondas ( $\tan \delta < 10^{-3}$ ). Se ha estudiado un gran número de sustratos, los más populares se presentan en la tabla III.1. Entre estos sustratos, el SrTiO<sub>3</sub>, la YSZ, el LaAlO<sub>3</sub> y el LaGaO<sub>3</sub> han dado los mejores resultados con películas de Y123. Los sustratos mencionados tienen varias limitaciones y para muchas aplicaciones sería deseable depositar películas de alta temperatura sobre sustratos importantes tecnológicamente como Si, SiO<sub>2</sub> o GaAs. Sin embargo, es difícil crecer películas de alta  $T_c$  sobre estos sustratos.

La principal razón es la reacción química entre la película delgada y el sustrato; y además, la diferencia de coeficientes de expansión térmica de materiales de alta  $T_c$  y estos sustratos es muy grande. Por lo tanto, la tendencia en el futuro será el uso de capas "buffer".

Como se mencionó arriba algunos sustratos reaccionan químicamente con materiales cerámicos de alta  $T_c$ . Para superar esta limitación, se han desarrollado capas "buffer". Las capas "buffer" se depositan entre el sustrato y la película superconductora. Dicha capa "buffer", al igual que los sustratos debe satisfacer ciertas condiciones:

- No reactividad química con respecto al sustrato o a la película superconductora.
- Parámetros de red compatibles con los de la película superconductora.
- Propiedades dieléctricas aceptables.
- Facilidad de preparación en forma de película delgada.

Las capas "buffer" son necesarias por dos razones: para reducir los efectos de la desigualdad de parámetros de red, para reducir la contaminación de la película por parte del sustrato y para minimizar los efectos de la diferencia de coeficientes de expansión térmica del sustrato y la película de alta  $T_c$ . Un ejemplo de la conveniencia de usar las capas "buffer" es el caso del silicio. El silicio es incompatible con películas epitaxiales de alta  $T_c$  crecidas directamente sobre su superficie porque la difusión del silicio, que ocurre durante la deposición "in situ" o el recocido "ex situ" degrada las propiedades superconductoras de la película. Además, se ha probado que películas de YBCO sobre sustratos de silicio incluso con una capa buffer de YSZ (Yttria-Stabilized Zirconia) desarrollan fracturas y grietas cuando su grosor excede los 50 nm [6]. Esto se debe a la diferencia que existe entre los coeficientes de expansión térmica del silicio y el YBCO.

Muchas capas "buffer" han sido investigadas, incluyendo el MgO [30], el  $Y_2O_3$  [31], y el  $CeO_2$  [29]. En particular, el compuesto  $CeO_2$  tiene un uso cada vez más frecuente como capa "buffer" para la preparación de películas delgadas de  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  y  $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$  crecidas sobre sustratos de zafiro [32].

## 2. DISEÑO DEL BOLÓMETRO SUPERCONDUCTOR

El concepto de bolómetro superconductor usando materiales de baja temperatura crítica fue dado a conocer por Milton [1], Fuson [2] y Clarke [3]. Posteriormente Richards et al. [4,5] analizaron el comportamiento de un bolómetro superconductor contruido con materiales cerámicos de alta temperatura crítica. Verguese et al. [6] propusieron el uso de películas delgadas de materiales superconductores de alta  $T_c$  como detectores ópticos en el cercano y lejano infrarrojos.

Los bolómetros son dispositivos que operan en el borde de la transición superconductor. Sabemos que la resistencia de un material de alta temperatura disminuye abruptamente a cero precisamente a la temperatura de transición. La luz absorbida por un elemento sensible induce un aumento de temperatura del material, lo cual está asociado con un incremento en su resistencia. La respuesta del detector es máxima en el punto de mayor pendiente en la curva de resistencia contra temperatura. Este es el principio fundamental de operación pero además de esta idea básica se requiere una gran cantidad de detalles técnicos para hacer estos dispositivos competitivos con los detectores disponibles comercialmente.

Los parámetros más importantes en la evaluación de bolómetros superconductores son la responsividad, la constante de tiempo y la potencia equivalente de ruido. Estos tres parámetros se ven afectados por la capacidad calorífica del dispositivo y su conductancia térmica al sumidero de calor. La responsividad  $S$  y la constante de tiempo  $\tau = C/G$  son inversamente proporcionales a la conductancia térmica. Además  $\tau$  es proporcional a la capacidad calorífica  $C$ . El ruido y la responsividad están también influenciados por la calidad de la película. La potencia equivalente de ruido puede ser reducida si se usan películas delgadas epitaxiales. En comparación con películas policristalinas, el ruido intrínseco creado por las uniones delgadas, fronteras de grano y defectos en general, se reduce en películas delgadas epitaxiales lo que resulta en una potencia equivalente de ruido menor [7,8].

Con el advenimiento de métodos para crecer películas epitaxiales de YBCO sobre silicio (con una capa "buffer", por supuesto), las propiedades ópticas (en el infrarrojo) y térmicas de este sustrato prometen mejoras en el diseño de bolómetros superconductores de alta temperatura [11]. La transmisión óptica del silicio permitiría un diseño óptico diferente, por ejemplo, iluminación por la parte posterior. Actualmente sólo el silicio permite la transmisión de radiación en longitudes de onda que van desde el medio hasta el lejano infrarrojo [12].

El silicio es un sustrato ideal para la fabricación de arreglos de microbolómetros por las siguientes razones [13]:

- Alta conductividad térmica: La conductividad térmica del silicio a 90 K iguala a la del zafiro y es superada únicamente por unos cuantos materiales (el diamante, por ejemplo), los cuales no soportan el crecimiento epitaxial del YBCO.
- Transparencia al infrarrojo. El silicio es el único sustrato transparente a longitudes de onda que van desde el infrarrojo cercano hasta el submilimétrico a 77 K [14,15].
- Tecnología de obleas altamente desarrollada. Los sustratos de silicio tienen el potencial para lograr arreglos de detectores integrados con electrónica de silicio convencional. Adicionalmente, las obleas de silicio son casi ilimitadas en su potencial para adelgazarse o grabarse por los métodos de micromaquinado.

- Síntesis de películas de alta Tc de calidad. El silicio permite el crecimiento de películas de YBCO epitaxiales de alta calidad usando la técnica de deposición por láser pulsado.

Adicionalmente, el uso de la tecnología de procesamiento de silicio para fabricar arreglos de bolómetros superconductores resulta menos costoso en comparación con los arreglos existentes de HgCdTe\*. El fabricar estructuras sobre silicio permite la integración de la electrónica de lectura, sustratos baratos y el uso de técnicas de procesamiento de silicio estándares [17].

Por todas las razones anteriores, el sustrato elegido para el arreglo de detectores es silicio. Ahora bien, una vez elegido el sustrato se asume que el material del elemento detector es un superconductor de alta temperatura crítica. Este material es  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . De hecho, el Itrio puede ser sustituido por alguno de los siguientes lantánidos: Er, Dy, Nd, Sm, Gd, Eu, Dy, Ho, Er, Tm, Yb o Lu, sin afectar notablemente la temperatura de transición.

Conociendo los materiales del sustrato y la película delgada es necesario analizar su compatibilidad. Los coeficientes de expansión térmica del Si y el YBCO son  $3.8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  y  $11 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ , respectivamente [19]. Por otra parte, el YBCO reacciona químicamente con el silicio a las temperaturas de crecimiento de la película [18]. Los dos problemas anteriores son eliminados parcialmente depositando entre el Si y el YBCO una capa "buffer". La capa "buffer" debe cumplir además con la condición de que sus parámetros de red sean compatibles con los del material de la película delgada. Tomando en cuenta estas restricciones, se puede proponer una capa "buffer" de alguno de los siguientes compuestos:

- YSZ (Ytria-Stabilized Zirconia  $(\text{Y}_2\text{O}_3)_x(\text{ZrO}_2)_{1-x}$ )
- $\text{CeO}_2$
- $\text{Y}_2\text{O}_3$

La estructura cristalina del YBCO superconductor es del tipo ortorrómbica con parámetros de red  $a=0.382 \text{ nm}$ ,  $b=0.388 \text{ nm}$ ,  $c=1.168 \text{ nm}$  [19]. La YSZ tiene una estructura cúbica con parámetro de red  $a=0.514 \text{ nm}$ , que es muy cercano a la diagonal del plano a-b del YBCO. El coeficiente de expansión térmica del YBCO en el plano a-b es  $1.1 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  y el de la YSZ es  $1.1 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  [19]. La permitividad dieléctrica relativa reportada está en el rango de 27-33 [20,21,22].

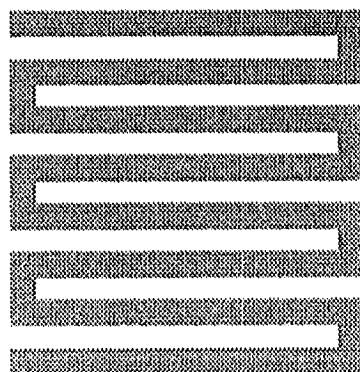
El óxido de cerio es otra alternativa como capa "buffer". El  $\text{CeO}_2$  tiene una simetría cúbica con parámetro de red  $a=0.541 \text{ nm}$ . Su coeficiente de expansión térmica es  $9.9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  y tiene una permitividad dieléctrica relativa del orden de 20 [19].

\* Actualmente, para aplicaciones a Imagenología, se utilizan arreglos de detectores de HgCdTe (PV), los cuales operan a 77 K. Su desventaja es que no responden a longitudes de onda mayores de  $14 \mu\text{m}$ , son costosos y no es posible construir arreglos de más de  $128 \times 128$  "píxeles" [29].

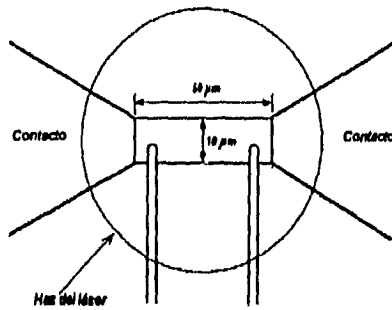
El  $\text{CeO}_2$  tiene ventajas potenciales sobre la YSZ desde el punto de vista de películas delgadas. Primera, un compuesto binario es más fácil de reproducir, además el  $\text{CeO}_2$  exhibe sólo simetría cúbica mientras que la YSZ puede presentarse en forma cúbica o romboédrica. La única dificultad en crecer  $\text{CeO}_2$  es eliminar las inclusiones de bloques orientados (111) en película orientada (100). Este problema ha sido común en varias técnicas de preparación de películas de  $\text{CeO}_2$  sobre zafiro, incluyendo ablación por láser, deposición vapor químico metal-orgánico y "sputtering" reactivo de RF y DC.

El uso de la capa "buffer" evita la reacción entre el YBCO y el Si y permite el acoplamiento de parámetros de red, pero existe otra limitación: puesto que hay una diferencia entre los coeficientes de expansión del YBCO y el silicio, las películas superconductoras deben ser crecidas con espesores menores de 50 nm para evitar fracturas o grietas [6].

Tomando en cuenta todas las consideraciones anteriores es posible diseñar el dispositivo. El primer elemento que se necesita es una oblea de silicio (100) el cual será preadegazado a un espesor de 75  $\mu\text{m}$  y dimensiones laterales 1 cm x 1 cm. Es importante hacer notar que se requiere una preparación previa de la oblea porque que todas las superficies de silicio están cubiertas con un óxido nativo que estropea el crecimiento epitaxial [12]. Sobre la oblea de Silicio se depositará "in situ" por la técnica de deposición por láser pulsado una película de YSZ con espesor de 40 nm. Sobre la capa buffer de YSZ se depositará una película delgada de  $\text{CeO}_2$  con un espesor de 20 nm. Y finalmente por la misma técnica de deposición por láser pulsado se crecerá una película epitaxial de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  con un espesor de 40 nm. Una vez que se tiene la estructura multicapas se depositarán 6 contactos de plata con un espesor de 50 nm.



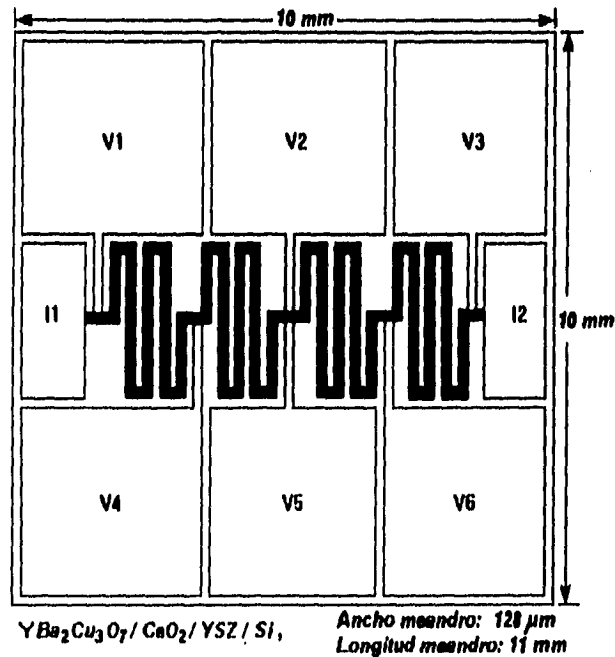
**Fig. III.2** Esquema de un dispositivo tipo meandro.



**Fig. III.3** Esquema de un dispositivo tipo puente.

Posteriormente, se grabará el YBCO con objeto de formar los cuatro elementos detectores usando técnicas de litografía óptica estándares.

Cada pixel tiene la forma de un meandro (el diagrama de una estructura tipo meandro se muestra en la figura III.2). Se usa un meandro porque tiene una mayor área sensible y porque tiene mayor resistencia -comparado con un micropuente (un dibujo de una estructura tipo micropuente se ve en la figura III.3). El hecho de que un meandro tenga una alta resistencia permite el uso de corrientes de "bias" pequeñas, que se usan generalmente para polarizar las muestras. La máscara para el arreglo de cuatro "pixeles" se muestra en la figura III.4.



**Fig. III.4** Máscara para el arreglo lineal de cuatro microbolómetros superconductores.



Una vez grabados los cuatro pixeles se procede a optimizar cada uno de los pixeles; la intención es que los microbolómetros sean libremente soportados, es decir, estarán únicamente soportados por dos de sus extremos y la parte central quedará suspendida. Para eliminar la capa de  $\text{CeO}_2$  y la de YSZ se puede usar la técnica de ataque químico por haz de iones de Argón ( $\text{Ar}^+$  "ion beam etching"), Y para eliminar el silicio se emplea la técnica de ataque químico por plasma isotrópico. La secuencia completa del proceso de fabricación del arreglo de cuatro pixeles se ilustra en serie de figuras III.5.

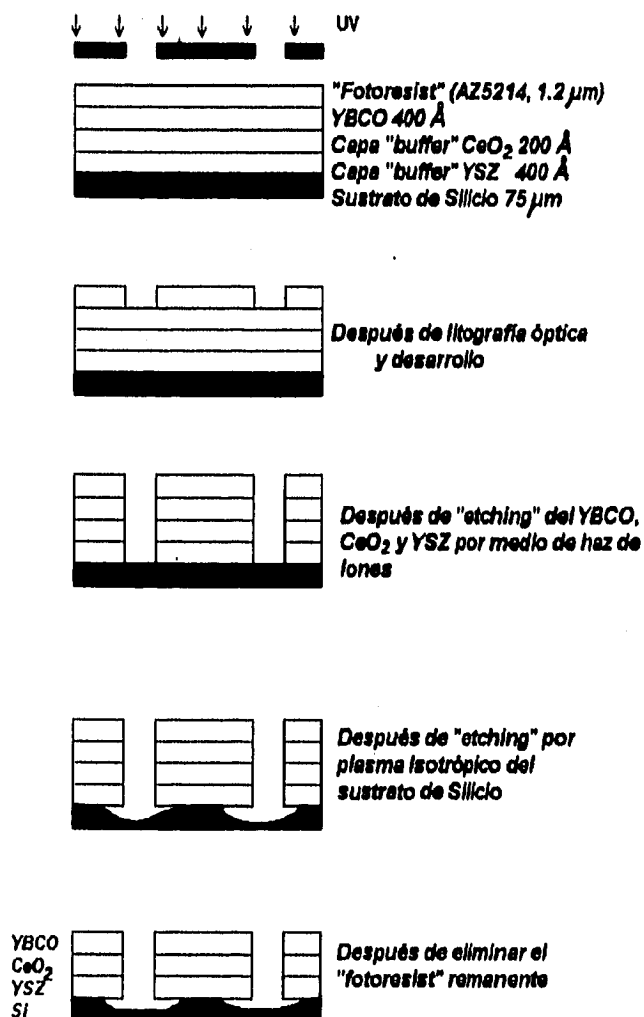


Fig. III.5 Secuencia del proceso de fabricación de un bolómetro libremente soportado.

En cuanto el dispositivo se retira de la cámara de crecimiento se pueden pegar 6 alambres de oro de  $32 \mu\text{m}$  de diámetro usando pintura de plata. Los alambres de los extremos se conectan a una fuente de corriente y los restantes, (que puede ser cualquier par de contactos, por ejemplo, 1 y 4, 2 y 5 o 3 y 6, dependiendo del elemento que se quiera medir) se conectan a un voltímetro, un osciloscopio o un amplificador lock-in.

Con objeto de mejorar la detección se puede usar la configuración "hanging"; esta configuración reduce la resistencia de contacto térmica en la interface detector/dedo frío del crióstato. La configuración "hanging" se muestra en la figura III.6.

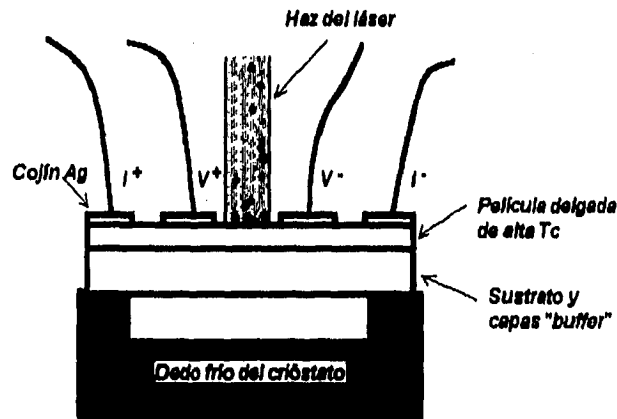
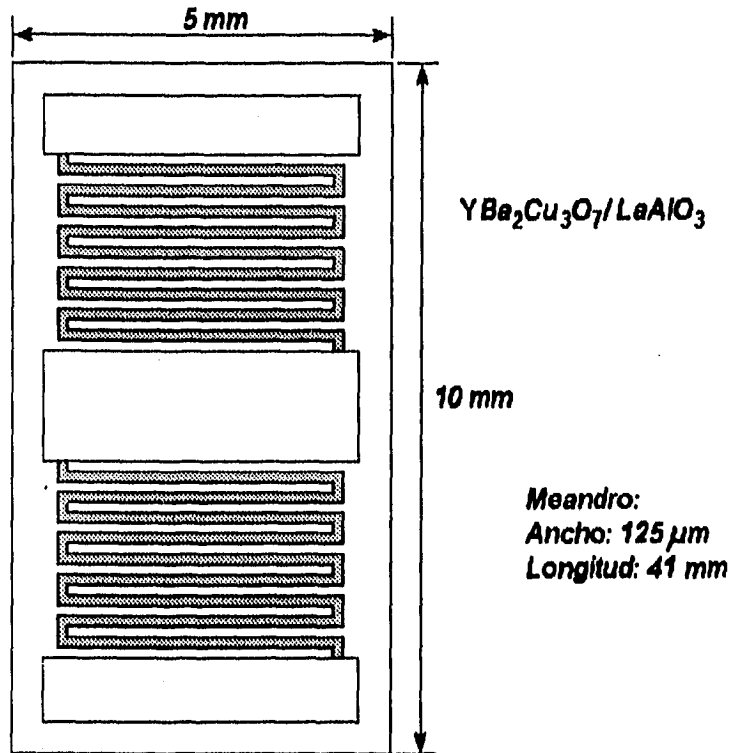


Fig. III.6 Detector en configuración "hanging" para reducir la resistencia térmica en la interface detector/dedo frío del crióstato.

Otra opción para construir el dispositivo es usar sustratos convencionales, como por ejemplo MgO o  $\text{LaAlO}_3$ . Antes de pasar a esta etapa es conveniente revisar algunas de las propiedades de estos sustratos.

Los aluminatos de tierras raras como el  $\text{LaAlO}_3$  (LAO) tienen una estructura cristalina perovskita. El LAO exhibe una estructura cúbica a altas temperaturas. Sin embargo si se enfría a unos  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  su estructura cambia a romboédrica con parámetro de red  $a=0.379 \text{ nm}$  y  $\alpha = 90^\circ 5'$  y puede ser considerada como pseudocúbica. Este comportamiento es favorable para el crecimiento epitaxial de películas de YBCO orientadas eje-c sobre los planos (001) y (110). Su coeficiente de expansión térmica es  $10 \times 10^{-6}$  [35].

El óxido de magnesio es otro sustrato adecuado para crecer películas epitaxiales de YBCO. La estructura cúbica del óxido de magnesio ( $a=0.421 \text{ nm}$ ) no se acopla muy bien a la estructura ortorrómbica del YBCO. El coeficiente de expansión térmica del MgO es  $1.38 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  [19]. Se pueden obtener cristales de óxido de magnesio libres de "twins". El MgO revela una  $\epsilon_r$  del orden de 9.6-10 en una banda amplia de frecuencias incluyendo las microondas [19]. Las desventajas del MgO son la pérdida de rigidez mecánica y tamaño de sustratos pequeño. De hecho, la mayoría de las muestras monocristalinas de alta calidad de MgO tienen un área de sustrato del orden de  $5 \text{ cm}^2$  [19].



**Fig. III.7** Máscara para el arreglo de dos microbolómetros.

De las dos opciones anteriores se elige  $\text{LaAlO}_3$  por dos razones: primera, existe compatibilidad de parámetros de red entre la película y el sustrato y segunda, los coeficientes de expansión térmica de película y sustrato son prácticamente iguales. Se propone un sustrato de LAO adelgazado a  $500 \mu\text{m}$  y dimensiones laterales de  $1 \text{ cm} \times 0.5 \text{ cm}$ . Por la técnica de ablación por láser, se depositará una película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  con un espesor de  $60 \text{ nm}$ . En este caso, no hay limitaciones respecto al espesor de la película pero se elige un espesor pequeño con objeto de minimizar la capacidad calorífica del conjunto película-sustrato.

Por medio de litografía óptica se grabarán dos meandros de YBCO de 8 vueltas cada uno, estos meandros precisamente constituirán los elementos detectores. La máscara se muestra en la figura III.7. Finalmente, se depositarán 3 "pads" de plata usando la misma técnica de deposición.

### 3. Referencias.

1. R. M. Milton, Chem. Rev. **39**, 419 (1946).
2. N. Fuson, J. Opt. Soc. Amer. **38**, 845 (1948).
3. J. Clarke et al., J. Appl. Phys. **48**, 4865 (1977).
4. P. L. Richards and S. Verghese, IEEE Trans. Magn. **25**, 1335 (1989).
5. P. L. Richards et al., Appl. Phys. Lett. **55**, 283 (1989).
6. Verghese et al., "Feasibility of infrared imaging arrays using high-Tc superconducting bolometers", J. Appl. Phys. **71**, (1992), pp. 2491-2498.
7. Rosenthal P, Hammond R. H., Beasley M. R., Leonl R., Lerch P. and Clarke J., IEEE Trans. Magn. (1989), **25**, pp 973-975.
8. Lacoé R. C. Hurrell J. P., Springer K., Raistrick I. D., Hu R., Burch J. F. and Simon R. S., IEEE Trans. Magn. (1991) **MAG 27**, pp 2832-2835.
9. D. K. Fork, D. B. Fenner, G.A.N. Connell, J. M. Phillips and T.H. Geballe, "Epitaxial Ytria-Stabilized zirconia H Hydrogen terminated Si by pulsed laser deposition", Appl. Phys. Lett. , **57** (1990), pp. 1137-1139.
10. Q. Li, D. B. Fenner, R. Barton, J. M. Phillips, G. A. N. Connell, J. B. Boyce and T. H. Geballe, "High critical currents in strained epitaxial YBCO on Si", Appl. Phys. Lett., **57** (1990), pp. 1161-1163.
11. Q. Li, D. B. Fenner, M. E. Johansson, D. G. Hamblen, W. D. Hamblen and P. W. Morrison, "Epitaxial superconductor film growth on ultrathin silicon wafers for infrared detection", to be published in MRS Vol. 275.
12. D. B. Fenner, Q. Li, W. D. Hamblen, M. E. Johansson, D. G. Hambleb and L. Lynds, "Optical and thermal performance advantages for silicon substrates in YBCO bolometers", IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 3, No. 1, March 1993.
13. Q. Li, D. B. Fenner, W. D Hamblen and D. G. Hamblen, "Epitaxial YBCO bolometers on micromachined windows in silicon wafers", Appl. Phys. Lett. **62** (19), pp. 2428-2430.
14. K. Karrai, E. J. Choi, F. Dunmore, S. Liu, H. D. Drew, Q. Li, D. B. Fenner, Y. D. Zhu and F. C. Zhang, Phys. Rev. Lett. **69**, 152 (1992).
15. K. Karrai, E. J. Choi, F. Dunmore, S. Liu, X. Ying, Q. Li, T. Venkatesan, H. D. Drew, Q. Li and D. B. Fenner, Phys. Rev. Lett. **69**, 355 (1992).
16. D. B. Fenner, Q. Li, W. D. Hamblen, M. E. Johansson, D. G. Hamblen and L. Lynds. "Optical and thermal performance advantages for silicon substrates in YBCO bolometer devices", IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 3, No. 1, March 1993, pp. 2104-2106.
17. B. R. Johnson, T. Ohnstein, C. J. Hau, R. Higashi, P. W. Kruse, R. A. Wood, H. Marsch and S. B. Dunham, IEEE Trans. Appl. Supercond. , Vol. 3, No.1 March 1993, pp. 2856-2859.
18. D. B. Fenner, A. M. Bianco, D. K. Fork, G. A. N. Connell, J. B. Boyce, F. A. Ponce and J. C. Tramontana, "Reactions at the interfaces on thin films of YBCO and ZrO<sub>2</sub> oxides with Si substrates", J. Appl. Pyhs. Vol. 69, pp. 2176-2182, 1991.
19. E.K. Hollmann, O. G.Vendik, A .G. Zaitsev and. B. T. Melekh, "Substrates for high-Tc superconductor microwave integrated circuits", Supercond. Sci. and. Tech. , 7(1994), pp. 604-622.
20. Talvacchio J., Wagner R. G. and Talisa S. H., 1991, Microwave J., June **105**.
21. Samara G. A., 1990, J. Appl. Phys. **68**, 4214.

22. Smith P. A. and Davis L. E. 1992 Electron. Lett. 28, 424
23. Microoptics Technologies Inc., Middleton, WI 53562.
24. D. K. Fork, A. Barrera, T. H. Geballe, A. M. Viano and. D. B. Fenner, "Reaction patterning of YBCO films on Si", Appl. Phys. Lett. 57 (23), 1990.
25. C. A. Copetti, H. Soltner, J. Schubert, W. Sander, O. Hollricher, Ch. Buchal, H. Schulz , N. Tellmann and N. Klein, "High quality epitaxy of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  on silicon-on-sapphire with the multiple buffer layer YSZ/ $\text{CeO}_2$ ",
26. High temperature superconducting materials. Science and engineering. New Concepts and technology. Donglu Shi Ed. Pergamon, Great Britain 1995.
27. High temperature superconducting microwave circuits. Zhi Yuan Shen. Artech House USA 1994.
28. High temperature superconductors: Processing and science. A. Bourdillon and N. X Tan X. Bourdillon, Academic Press, USA 1994.
29. Wu, X. D., R. C. Dye, R. E. Muenchausen, S. R. Foltyn, M. Aley, A. D. Rollet, A. R. García and N. S. Nogar, "Epitaxial  $\text{CeO}_2$  films as a buffer layer for high temperature superconductors", Appl. Phys. Lett. Vol. 58, 1991, pp. 2165-2167.
30. Berezin, A. B., C. W Yuan and A. L. de Lozanne, "  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-w}$  thin films grown on sapphire with epitaxial MgO buffer layers", Appl. Phys. Lett. Vol. 57 , 1990, pp. 90-92.
31. Wu. X. D., L. Luo, R. Muenchausen. S. R. Foltyn, R. C. Dye and N. S. Nogar, "new buffer materials for high  $T_c$  superconducting thin films", J. Electron. Mater., Vol. 21, 1992, pp.495-498.
32. Holstei, W. L., L. A. Parisi, D. W. face, X. D. Wu, S. R. Foltyn, and R. E. Muenchausen , "Superconducting epitaxial  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  films on sapphire with cerium oxide buffer layers", Appl. Phys. Lett. Vol. 61, 1992, pp. 982-984.
33. Roland Barth, Jorg Siewert, Bernd Spangenberg, Christian Jaekel, Heinrich Kurz, Werner Prusseit and Helmut Kinder, "Free-standing epitaxial  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-w}$  microbolometers on silicon substrates", Cryogenics 1994, Vol. 34, ICEC suplement, 871-873.
34. R. E. McMurray, Jr. "Infrared detector requirements which drive cryogenic development", Cryogenics 1994, Vol. 34, Number 5, pp. 425-429.
35. Ramesh R., Inam A., Bonner W. A. England P., Wilkens B. J. Meagher B. J., Nazar L., Wu X. D. Hedge M. S., Chang C. C., Venkatesan T. and Pdamsee H., 1989, Appl. Phys. Lett. 55, 1138.
36. J. Cheung and J. Horwitz, MRS Bull. 17, 30 (1992).
37. G. Koran, A. Gupta, R. J. Baserman, M. I. Lutchye and R. B. Laibowitz, Appl. Phys. Lett. 55, 2450 (1989).
38. D. B. Chrisey and A. Inam, MRS Bull 17, 37 (1992).
39. C. H. Stoessel, R. F. Bunshah, S. Prakash, and H. R. Fetterman, J. of Supercond. , Vol. 6, No. 1, 1993, pp. 1-17.

## CAPITULO IV

### EXPERIMENTAL

En este capítulo describiré los principales resultados del trabajo experimental que llevé a cabo en los laboratorios del Departamento de Estado Sólido y Criogenia del Instituto de Investigaciones en Materiales.

#### 1. SINTESIS Y CARACTERIZACION DE LA CERAMICA $YBa_2Cu_3O_{7-y}$

La primera actividad práctica que desarrollé fue la síntesis y caracterización del superconductor  $YBa_2Cu_3O_{7-y}$  (Y123). El método más común en la preparación del Y123 es el método por reacción en estado sólido. En este proceso todos los precursores son óxidos metálicos o carbonatos. Para preparar una muestra en bulto de Y123 usualmente se realiza el siguiente procedimiento. Se pesan cantidades estequiométricas de  $BaCO_3$ ,  $Y_2O_3$  y  $CuO$  para obtener una pastilla de cierto peso (generalmente se hacen muestras de 2 gramos). Posteriormente, se mezclan los reactivos en un mortero de ágata durante media hora, de tal forma que se obtenga un polvo fino de color uniforme. Enseguida, el polvo se compacta por medio de una prensa hidráulica y posteriormente se le somete a una serie de tratamientos:

- Calcinado en aire durante doce horas a 900 °C.
- Pulverizado y mezclado durante una hora. Prensado.
- Calcinación en aire durante doce horas a 900 °C.
- Pulverizado y mezclado durante una hora. Prensado.
- Calcinación en aire durante doce horas a 900 °C.
- Pulverizado y mezclado durante una hora.
- Sinterizado a 920 °C durante cuatro horas.
- Pulverización y mezclado durante una hora.
- Recocido a 440 °C en atmósfera de oxígeno durante 24 horas (flujo de oxígeno de 2 ft<sup>3</sup>/h)
- Enfriamiento. Descenso lento de la temperatura del horno hasta temperatura ambiente, con el mismo flujo de oxígeno.

Una vez concluida esta serie de tratamientos se procede a caracterizar el material para verificar que en realidad se tiene la fase deseada. El método que se usa es difracción por rayos X. Al caracterizar la muestra se corrobora que efectivamente se trataba del material deseado. Una vez que se sabe que se tiene la fase superconductora se procede a caracterizar físicamente el material. Un parámetro importante en todo superconductor es su temperatura crítica, la cual puede ser determinada midiendo la dependencia de la resistividad del material con respecto a la temperatura. En este experimento se conoce la temperatura de transición superconductora. Para realizar la medición de resistencia contra temperatura se usa la técnica de medición a cuatro puntas. Para detalles de esta técnica ver apéndice A-I.

Usando la técnica de cuatro puntas se caracterizó la muestra superconductor. Para obtener la curva de resistencia contra temperatura de las muestras se utiliza un refrigerador de ciclo cerrado de helio (este equipo es capaz de bajar la temperatura de la muestra hasta 25 K). Una vez pegados los alambres a la muestra usando pintura de plata, los alambres externos se conectan a una fuente de corriente (por ejemplo, Lake Shore o Valhalla 2701C) y el par de alambres interiores se conectan a un multímetro (HP 3478-A) y la muestra se adhiere al dedo frío del refrigerador por medio de una grasa de alta conductividad térmica. Posteriormente, se procede a evacuar la cámara de vacío con una bomba mecánica y después con una bomba de difusión. En cuanto se tiene un nivel adecuado de vacío, se puede operar el compresor y la temperatura empieza a bajar. Los datos de temperatura y voltaje en la muestra son enviados a una computadora personal a través del HP-IB "Hewlett-Packard Interface Bus". La computadora personal procesa los datos por medio de un programa en Qbasic. Conforme la computadora toma los datos, los despliega en el monitor y al mismo tiempo los almacena en un archivo tipo ASCII. Cuando se requiere mayor precisión en la medición (en particular cuando se trata de caracterizar materiales superconductores), se usa un aparato más sensible, el Détecteur multifunction. Sea cual fuere el equipo utilizado, al caracterizar la muestra se obtuvo una temperatura crítica de 90 K. La gráfica de resistencia en función de la temperatura para la muestra de YBCO en bulto se observa en la figura IV.1.

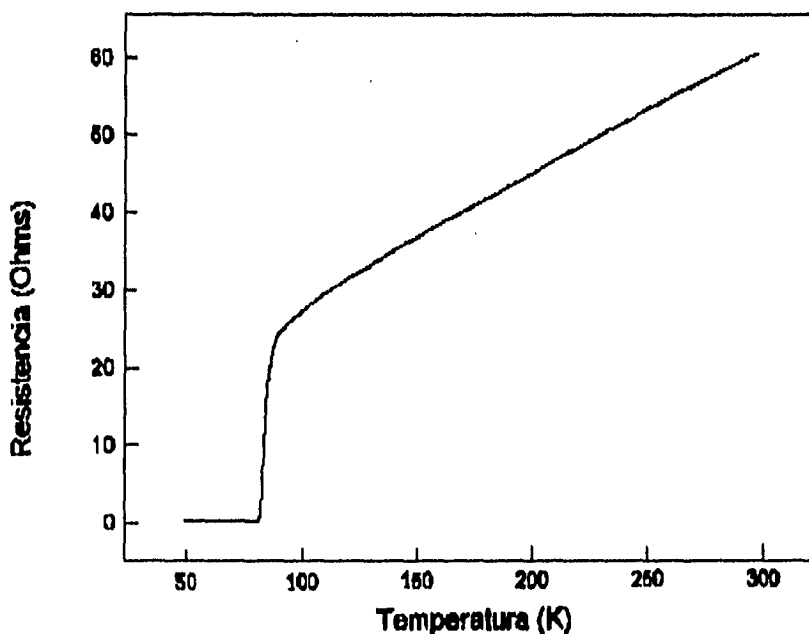


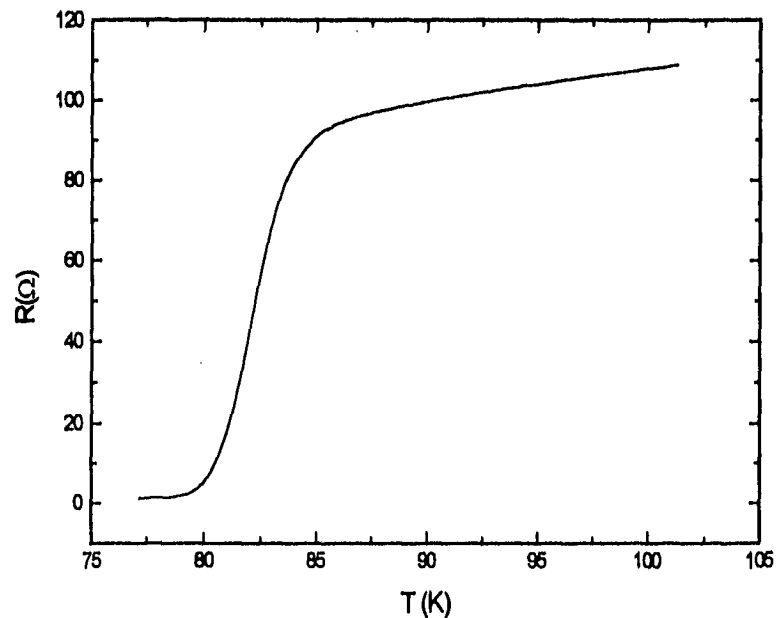
Fig. IV.1 Comportamiento típico de la resistencia con respecto a la temperatura para una muestra de YBCO en bulto.

## 2. CARACTERIZACION DE PELICULAS DELGADAS DE ALTA $T_c$

La siguiente etapa en el estudio del bolómetro superconductor fue la caracterización de películas delgadas de alta temperatura crítica en el mismo aparato, el refrigerador de helio. Se realizaron varios experimentos; aquí se presentan los datos correspondientes a uno solo de ellos. Para ese experimento en particular, la muestra usada fue una película de  $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-w}$  con un espesor de 200 nm depositada sobre un sustrato de  $\text{SrTiO}_3$  con un espesor de 1 mm. El área de la muestra fue 0.5 cm x 0.5 cm.

En forma similar a la caracterización de materiales en bulto, para medir la resistencia de la película delgada se aplican cuatro contactos de plata, la muestra se pega al dedo frío del refrigerador de helio por medio de una grasa de alta conductividad térmica y se sigue el mismo procedimiento para bajar la temperatura.

La gráfica de resistencia contra temperatura obtenida para la muestra de  $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}/\text{SrTiO}_3$  se muestra en la figura IV.2. Se efectuaron varias mediciones con películas de diversas dimensiones y los resultados fueron similares. La temperatura crítica depende ligeramente de la corriente de "bias" pero la variación es muy pequeña. Temperaturas críticas del orden de 90 K y anchos de la transición del orden de 2 K fueron típicos.

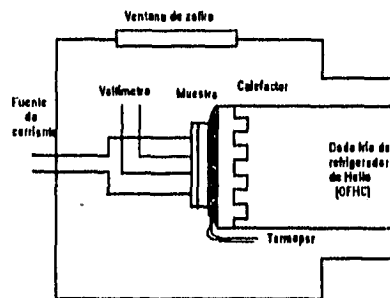


**Fig. IV.2** Resistencia contra temperatura en la región de la transición para una película delgada de  $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{SrTiO}_3$ .



### 3. CONTROL DE TEMPERATURA EN EL PUNTO MEDIO DE LA TRANSICION

Una parte fundamental para el funcionamiento del detector es el control de la temperatura. El siguiente paso en el estudio del detector fue precisamente cómo controlar la temperatura en el punto medio de la transición. El refrigerador de ciclo cerrado de helio tiene un sistema que permite monitorear y controlar la temperatura del dedo frío. El control de temperatura se realiza por medio de una resistencia de calentamiento de  $43.5 \Omega$  a la cual se aplica un voltaje máximo de 33 V. Para sensar la temperatura del dedo frío se usa un termopar de Oro-Cromel. El termopar y la resistencia de calentamiento se conectan al controlador de temperatura del refrigerador de helio. La disposición de los elementos anteriores en el dedo frío del refrigerador de helio se muestra en la figura IV.3.



**Fig. IV.3** Elementos asociados al dedo frío del refrigerador de helio.

En un experimento típico se pegan los cuatro contactos a la muestra, se coloca la muestra en el dedo frío, se cierra la cámara de vacío, se evacúa con la bomba mecánica, posteriormente con la bomba de difusión y por último se enciende el compresor. En ese punto empieza a bajar la temperatura. Se permite que la temperatura disminuya hasta una temperatura menor que la temperatura de transición y una vez que ya se ha registrado el punto de mayor pendiente en la curva se puede aumentar la temperatura por medio del controlador. En cuanto se ha alcanzado el punto de referencia "set point" se puede hacer incidir la radiación. Como fuente de radiación se usó un diodo láser con una longitud de onda de 660 nm y una potencia máxima de 1 mW (en realidad al medir la potencia del diodo láser se obtuvo un valor de  $30 \mu W$ ).

Se efectuaron varios experimentos con objeto de controlar la temperatura pero debido a la falta de estabilidad y precisión del controlador no fue posible observar la respuesta del detector. Una desventaja del refrigerador de Helio es su constante vibración a causa del compresor que está próximo a la cámara de vacío. Otra limitación de este tipo de equipo es la estabilidad en temperatura; el controlador de temperatura del refrigerador de helio sólo garantiza una estabilidad en la temperatura de 0.1 K. En la región de la transición (que en una película de alta calidad tiene un ancho de 1.5 o 2 K) una variación de 0.1 K implica un cambio notable en resistencia y la sensibilidad del detector depende directamente de la estabilidad en la temperatura. Además, independientemente de estar operando el calentador, el compresor sigue funcionando y la temperatura continua disminuyendo hasta un mínimo de 25 K, lo que hace difícil la tarea para el controlador. Por todas las razones anteriores se decidió utilizar un equipo alternativo: un crióstato con gas de intercambio.

#### 4. EXPERIMENTOS EN EL CRIOSTATO CON GAS DE INTERCAMBIO

En un crióstato con gas de intercambio no existen vibraciones debidas a compresores e incluso una vez que se ha hecho un vacío suficiente, se puede dejar de operar la bomba de vacío para evitar precisamente el ruido debido a vibraciones y campos magnéticos originados por el compresor. Otra ventaja del crióstato con gas de intercambio es que si se usa nitrógeno como líquido criogénico, la temperatura mínima a la que se puede llegar la muestra es 77 K, que es muy próxima a 90 K, y en el momento de alcanzar el equilibrio térmico con el líquido criogénico, se controla la temperatura para llevarla hasta el punto medio de la transición. Para mayor detalle sobre los crióstatos y los líquidos criogénicos ver apéndice A-III.

El quipo que se usó en los experimentos fue precisamente un crióstato de gas de intercambio y como líquido criogénico se utilizó nitrógeno. El crióstato con que se cuenta el en laboratorio está formado por dos cámaras de acero inoxidable. En la figura IV.4 se muestra un esquema simplificado del crióstato usado. Para controlar la temperatura se usó un controlador de temperatura autosintonizable Lake Shore. Este equipo especifica una estabilidad de la temperatura de 0.025 K. El equipo mencionado usa como sensor un diodo de silicio polarizado en directa y como calefactor emplea una resistencia de 25  $\Omega$ . El calefactor puede operarse en tres escalas diferentes: baja, media y alta. En la escala baja se hace circular por el calefactor una corriente máxima de 100 mA, en la escala media 330 mA y en la escala alta 1 A; todas las escalas con un voltaje máximo de 25 V.

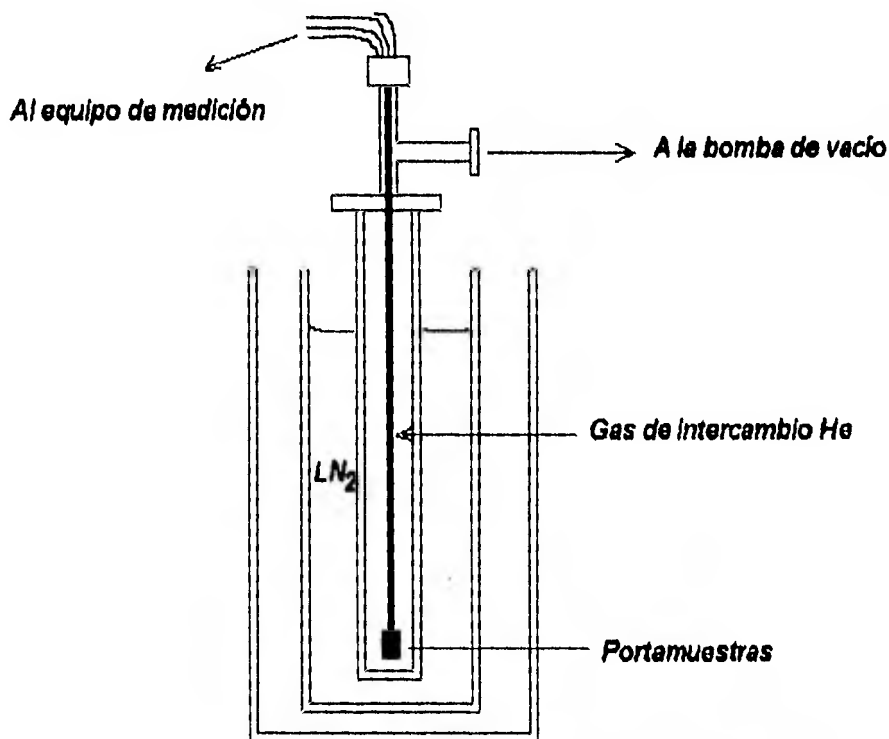


Fig IV.4 Esquema de un crióstato con gas de intercambio.

El portamuestras utilizado en el crióstato es una pieza de cobre OFHC (Oxygen Free High-conductivity Copper) sobre el cual se colocaron los siguientes elementos:

- Sensor tipo diodo de Silicio
- Calefactor (varias vueltas de alambre nicromel con una resistencia total de  $25 \Omega$ ).
- Muestra
- Fibra óptica para transmitir la radiación de la fuente hasta la muestra.  
(fibra óptica monomodo con un hilo de  $62 \mu m$  de diámetro).

En la figura IV.5 se ve la disposición de estos elementos.

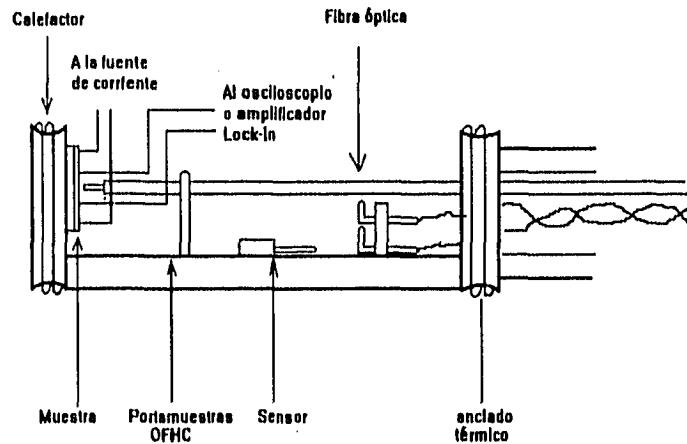


Fig. IV.5 Diagrama mostrando los elementos del portamuestras.

Para bajar la temperatura en el interior del crióstato, primero se evacúa la cámara con una bomba mecánica hasta lograr un vacío de  $10^{-3}$  Torr. Una vez que se ha hecho el vacío, se llena la primera cámara del crióstato con nitrógeno líquido. En ese momento la temperatura comienza a disminuir. Para acelerar la bajada, se puede introducir el gas de intercambio. Cuando se realiza esta operación, la temperatura del portamuestras baja rápidamente hasta alcanzar el equilibrio con el líquido criogénico (el gas de intercambio tiene una alta conductividad térmica y está libre de humedad). En cuanto se alcanza la temperatura mínima se puede operar nuevamente la bomba de vacío para evacuar el gas y restaurar el aislamiento térmico.

Se realizaron varias mediciones en el crióstato con gas de intercambio. Fue posible bajar la temperatura del portamuestras hasta 77 K, un nivel suficiente como para estudiar al YBCO en la transición superconductor (la temperatura crítica del YBCO es de 90 K aproximadamente). En cuanto se alcanza el equilibrio térmico con el líquido criogénico se procede a aumentar la temperatura del portamuestras operando el controlador de temperatura en la escala "LOW" del calefactor con el fin de evitar variaciones bruscas en la temperatura. A pesar de que el controlador de temperatura es autosintonizable se elige el modo manual de fijar los parámetros P, I y D\* del controlador porque el modo autosintonizable no permite alcanzar la estabilidad de temperatura requerida.

\*Los parámetros P, I y D son respectivamente la ganancia, la constante de tiempo del integrador y la constante de tiempo del derivador del bloque controlador.

Una vez que la temperatura del portamuestras se estabiliza en el punto de máxima pendiente de la curva de resistencia contra temperatura se envía la radiación a la muestra concentrando el haz del láser en el núcleo de la fibra óptica por medio de una lente convergente. No se observó respuesta con esta fuente, se usó incluso una fuente la luz más intensa pero aún así no se observó variación en el voltaje de la muestra al aplicar la luz. Se sospechó entonces que tal vez la fibra se había dañado por lo que para probar su funcionamiento se dejó calentar el portamuestras y se envió luz a través de la fibra (a temperatura ambiente); la fibra funcionaba correctamente. Se concluyó que la fibra no funciona adecuadamente a baja temperatura.

## 5. EXPERIMENTOS EN EL CRIÓSTATO DE VIDRIO

En vista de los resultados obtenidos con este crióstato se buscaron otras opciones. En el laboratorio existe un "Dewar" de vidrio: las dos cámaras son de vidrio aluminizado y tienen dos franjas transparentes. Precisamente por esas dos franjas se puede enviar la luz hasta la muestra. En la figura IV.6 se ve un diagrama de este tipo de crióstato.

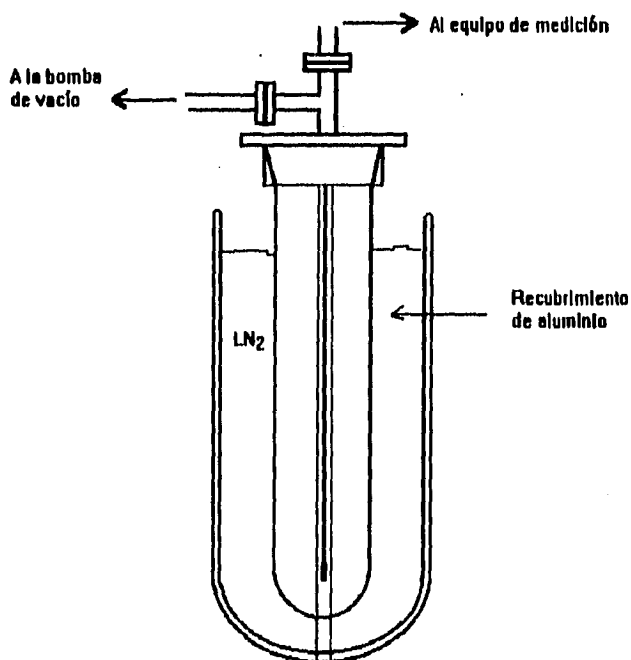


Fig. IV.6 Esquema de un crióstato usando el "Dewar" de vidrio.

El crióstato de vidrio mencionado tenía sólo las dos cámaras y no contaba con una pieza para colocar el portamuestras, conectar la línea de vacío y sellarlo por la parte superior, por lo que se mandó construir a los talleres del Instituto (en el apéndice A-V se muestran los dibujos de las piezas mencionadas). Las piezas son de latón de 5 mm de espesor y sellan con el "Dewar" por medio de unos O-rings. El vacío se hizo con una bomba mecánica capaz de alcanzar una presión de hasta  $10^{-3}$  Torr. Como líquido criogénico se usó nitrógeno.

El procedimiento para enfriar la muestra fue similar al usado en el otro crióstato. Como primer paso se evacúa la cámara interior y el espacio que existe entre las paredes de esa cámara. En el momento de alcanzar una presión de vacío de 25 pulgadas de Hg se agrega el nitrógeno y la temperatura comienza a bajar.

Por supuesto, se debe polarizar la muestra con una fuente de corriente y medir la caída de voltaje en los contactos internos con un voltímetro. La temperatura se monitorea con el controlador de temperatura Lake Shore. Los datos de temperatura, corriente de "bias" y voltaje en la muestra son enviados a una computadora HP 9121 a través del HP-IB "Hewlett Packard Interface Bus". La disposición de todos estos elementos se ve en la figura IV.7. Para la adquisición y presentación gráfica de los datos se elaboró un programa en Gwbasic (ver apéndice A-IV). Este programa lee el valor del voltaje en la muestra cada 0.5 K o 0.1 K dependiendo de la elección y al mismo tiempo almacena los datos en un archivo ASCII que es enviado posteriormente a una PC Acer vía una interface RS232. En dicha PC se realiza el tratamiento y procesamiento de los datos con el programa Origin.

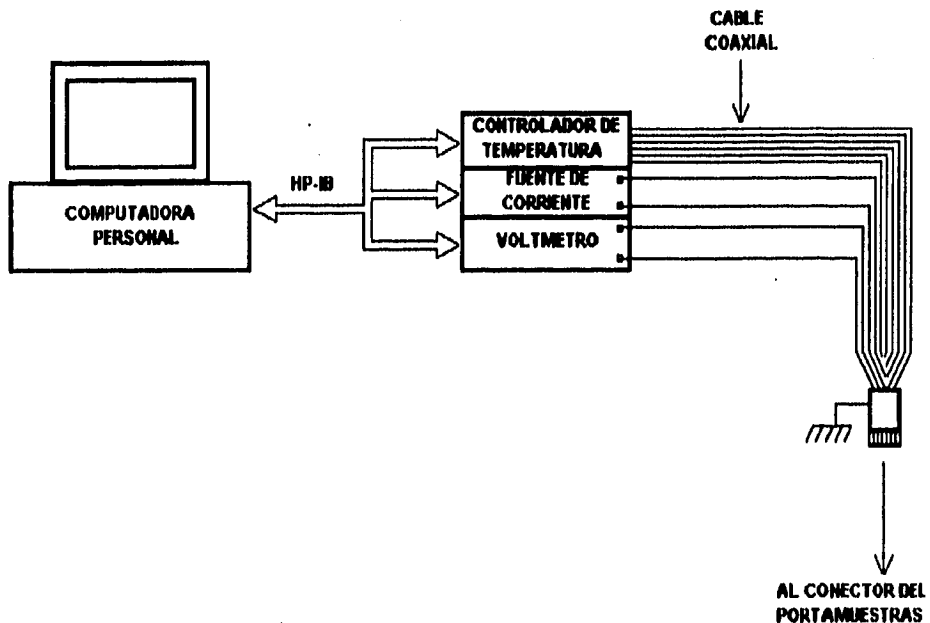


Fig. IV.7 Diagrama de conexiones eléctricas.

## 6. MEDICION DE LA POTENCIA DE LAS FUENTES DE RADIACION

Los resultados del experimentales en este tipo de crióstato fueron exitosos: Por primera vez se logró observar la respuesta del detector a la radiación de un láser de He-Ne con una potencia de 0.8 mW.

La potencia del láser se midió con un detector de Silicio tipo IR9002 , conociendo la respuesta relativa a la longitud de onda de la radiación (factor adimensional) y la sensibilidad espectral (en Amperes/Watt). Haciendo incidir el haz del láser en forma perpendicular al área sensible del detector y colocando un amperímetro en serie se mide una corriente directa que afectada por el factor de respuesta relativa y sensibilidad espectral dan un valor de potencia en Watts. En particular, para los láseres con los que se experimentó se obtuvieron los siguientes resultados:

Cuando se hace incidir la radiación del láser He-Ne sobre el detector de silicio y se mide la corriente con un multímetro digital HP 3478-A se obtiene un valor máximo de 0.5 mA.

$$I=0.5 \text{ mA}$$

aplicando el factor de respuesta relativa (0.74 para una longitud de onda de 633 nm) se tiene  $I=0.74(0.5\text{mA})=0.37 \text{ mA}$

y multiplicando por la sensibilidad espectral 0.5 A/W se tiene:

$$\text{Potencia: } P=0.37 \text{ mA}(1 \text{ Watt}/0.5 \text{ A})= 0.74 \text{ mW}$$

Cuando se aplica el diodo láser al detector de Silicio y se mide la corriente se obtiene un valor de  $20 \mu\text{A}$ .

$$I=20 \mu\text{A}$$

afectando por el factor de respuesta relativa (0.75 para una longitud de onda de 670 nm) se tiene:

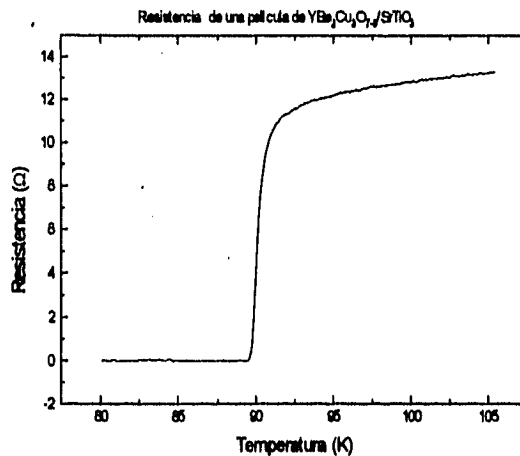
$$I=20 \times 10^{-6} \text{ A} (0.75)= 15 \mu\text{A}$$

y usando usando la misma sensibilidad espectral (0.5A/W) tenemos:

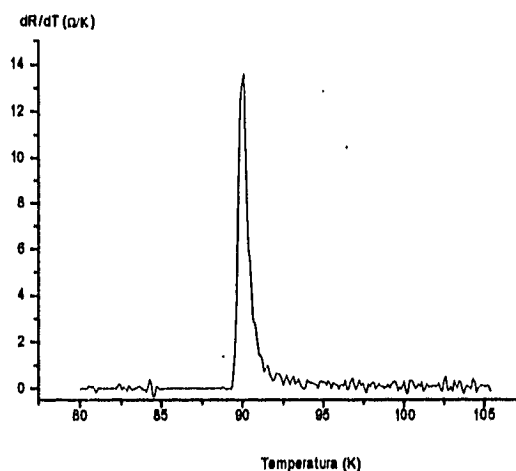
$$P=15 \times 10^{-6} \text{ A} (1 \text{ Watt}/0.5 \text{ A})=30 \mu\text{W}$$

## 7. RESULTADOS

Uno de los experimentos iniciales que se realizaron en el crióstato de vidrio fue obtener la respuesta del detector para temperaturas en la vecindad de la transición. Las condiciones de ese primer experimento fueron las siguientes: la muestra fue una película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  con un espesor de 200 nm, depositada sobre un sustrato de  $\text{SrTiO}_3$  con un espesor de 1 mm, el área de la muestra fue 4 mm x 4 mm y se polarizó con una corriente de 0.1 mA y como fuente de radiación se usó un láser de He-Ne con una potencia máxima de 0.8 mW. A partir de ese experimento se observó que existe un máximo en la respuesta a una temperatura que corresponde al punto de mayor pendiente ( $T=89.93$  K) en la curva de resistencia contra temperatura. En la figuras IV.8, IV.9 y IV.10 se muestran respectivamente la curva de resistencia contra temperatura, la derivada de la resistencia con respecto a la temperatura (calculada numéricamente con el programa Origin) y la respuesta óptica del detector como una función de la temperatura (medida experimentalmente)



**Fig. IV.8** Resistencia contra temperatura en la región de la transición para la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{SrTiO}_3$ .

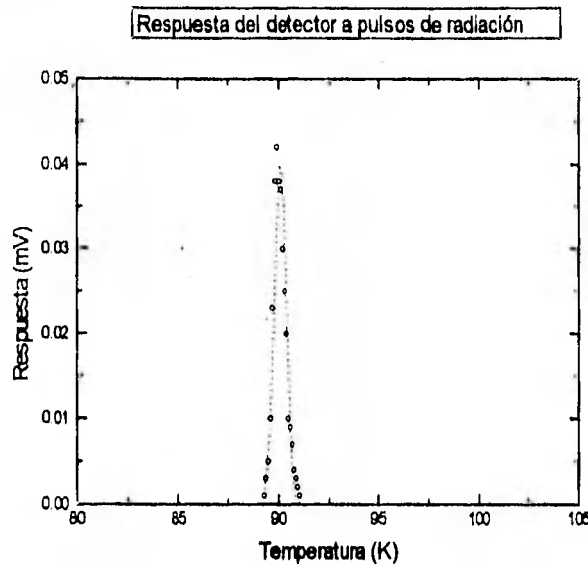


**Fig. IV.9** Derivada de la resistencia con respecto a la temperatura para la misma muestra (calculada numéricamente con el programa Origin).

Como se observa, la respuesta del detector, coincide aproximadamente con la derivada de la resistencia con respecto a la temperatura, como se predice en el modelo de parámetros concentrados:

$$R = \frac{\beta RI}{G(1 + \omega^2)^{1/2}}, \quad \text{donde } \beta = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT}$$

Un segundo experimento, consistió en la medición de la constante de tiempo del detector. Para hacer esa medición, se controló la temperatura de la muestra en el punto de máxima pendiente ( $T=89.93 \text{ K}$ ). Se aplicaron pulsos con duración de 1 segundo, y la respuesta del detector se observó en un osciloscopio. La constante de tiempo resultó ser de aproximadamente 50 ms.



**Fig. IV.10** Respuesta del detector a pulsos de radiación, en la vecindad de la transición superconductor.

En esta etapa, es conveniente confrontar los resultados experimentales con los cálculos teóricos que se obtienen a partir de un modelado térmico del dispositivo. En base a ese modelo térmico (ver apéndice A-I) es posible calcular el incremento de temperatura que se espera para una muestra específica; en nuestro caso, esta muestra fue de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-w}/\text{SrTiO}_3$ .

Para el  $\text{SrTiO}_3$  [1,2]:

$$K = 0.19 \quad \text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$$

$$c\rho = 1.17 \quad \text{JK}^{-1}\text{cm}^{-3}$$

$$\kappa = 0.16 \quad \text{cm}^2\text{s}^{-1}$$



usando como fuente de radiación un láser de He-Ne con una potencia máxima de 1 mW cuyo diámetro de haz es 4 mm, se tiene una densidad de potencia F igual a:

$$F=P/A=7.957 \text{ mW/cm}^2$$

y con pulsos con duración de 1 segundo, tenemos que el incremento de temperatura (ver apéndice A-I) es:

$$\Delta T(x=0, t=\tau) = 2F\left(\frac{\tau}{\pi Kc\rho}\right)^{1/2}$$

$$\Delta T = \frac{2}{\sqrt{\pi}} F\left(\frac{\tau}{Kc\rho}\right)^{1/2}$$

$$\Delta T = 19.044 \text{ mK}$$

Este es el incremento de temperatura en la película delgada al enviar un pulso con las características mencionadas. Vemos qué incremento de temperatura se obtuvo a partir de las mediciones.

A partir de los datos de resistencia contra temperatura de la muestra, se calculó numéricamente la derivada de la resistencia con respecto a la temperatura con el programa Origin (ver figura IV.8 ). De la figura IV.8 se ve que  $dR/dT_{\text{máx}}=14 \text{ } \Omega / K$ . Ahora bien, sabemos que el incremento de temperatura de la película en función del incremento de voltaje, la derivada de la resistencia con respecto a la temperatura y la corriente de "bias" está dado por la expresión (ver ecuación II.1):

$$\Delta T = \frac{\Delta V}{I(dR/dT)}$$

$$\Delta T = 0.042\text{mV}/((0.1 \text{ mA})(14 \text{ } \Omega / K))=30 \text{ mK}$$

Como se observa, existe concordancia entre los valores calculados y los resultados experimentales. Evidentemente, el incremento de temperatura "experimental" no se midió directamente, sino que fue calculado a partir del incremento de voltaje en la muestra. Por otra parte, el modelo térmico utilizado es un modelo muy simplificado y el cálculo no es del todo exacto. La diferencia se atribuye a estos dos factores.

## 8. Referencias

1. Y. Suemune, J. Phys. Soc. Jpn. **20**, 174 (1965).
2. E Hegenbarth, Phys. Statu Solidi **2**, 1544 (1962).

## CAPITULO V

### CONCLUSIONES

Se han estudiado los aspectos fundamentales del funcionamiento de bolómetros superconductores de alta temperatura. La idea básica de operación del detector es simple: una película resistiva mantenida cerca de su temperatura de transición es extremadamente sensible a cambios en temperatura. La luz absorbida por una película delgada induce un aumento de temperatura que está asociado con un incremento en la resistencia del material. Además de esta idea fundamental se tienen que tomar en cuenta muchos detalles con objeto de obtener la respuesta de un detector de este tipo. En nuestro caso, el problema inicial consistió en lograr el control de temperatura del portamuestras y en consecuencia de la muestra. Inicialmente se experimentó con el controlador de temperatura del refrigerador de ciclo cerrado de helio, pero el control no fue eficiente debido entre otras causas a la vibraciones causadas por el compresor, a la gran masa del dedo frío y a la poca estabilidad de temperatura que puede lograr el controlador (0.1 K). A partir de los cálculos arrojados por el modelo térmico y también a partir de la respuesta medida experimentalmente se observa que el incremento de temperatura de la película como resultado de la radiación es del orden de 30 mK. Si el controlador garantiza una estabilidad de la temperatura de 0.1 K es obvio que no es posible observar respuesta a la radiación porque los cambios en temperatura del portamuestras son en magnitud tres veces mayores que el incremento mencionado. Por tanto, se hizo necesario experimentar con otro sistema que no tuviese las limitaciones del refrigerador de helio. Este sistema fue un crióstato con gas de intercambio. La única desventaja de este tipo de sistema es que no se tiene acceso directo a la muestra, porque el portamuestras está en el interior de dos cámaras de acero inoxidable. Tratamos de resolver el problema enviando la luz desde el exterior a través de una fibra óptica. Los experimentos realizados mostraron ciertos progresos pero no del todo satisfactorios. Un avance notable con este crióstato fue el control de la temperatura, utilizando un controlador de temperatura autosintonizable 330 de Lake Shore. Con este equipo fue posible controlar la temperatura en el punto deseado y con la estabilidad necesaria para los experimentos. En cuanto se lograba la estabilización de la temperatura en el punto medio de la transición, se enviaba la luz del láser a través de la fibra óptica. Se repitió el experimento varias veces y con distintas fuentes pero no se observó respuesta.

Con los experimentos en el crióstato se reconoció la ventaja de usar un aparato de este tipo en lugar de un refrigerador de helio de ciclo cerrado. El problema que se presentaba en ese momento era cómo enviar la luz hasta la muestra. Definitivamente, con el crióstato con gas de intercambio no sería posible tener acceso directo a la muestra, por lo que se buscaron otras opciones. Afortunadamente, en el laboratorio existe un "Dewar" especialmente diseñado para realizar estudios de tipo óptico: el "Dewar" tiene dos cámaras de vidrio recubiertas con aluminio y con dos franjas transparentes por donde se puede hacer llegar la luz hasta la muestra. Existe reflexión y absorción por parte de las paredes del crióstato y también por parte del nitrógeno, pero consideramos que esas pérdidas son mínimas.

Se hicieron los experimentos con el crióstato de vidrio obteniéndose la respuesta del dispositivo. Se realizaron únicamente dos experimentos: en uno de ellos, se midió la respuesta a temperaturas cercanas al punto medio de la transición y el otro consistió en medir el tiempo de respuesta del dispositivo. La constante de tiempo del detector fue aproximadamente 50 ms, un tiempo muy grande si consideramos que para los sistemas de Televisión se requeriría un tiempo de respuesta del orden de 5 ms. Este problema se puede solucionar eligiendo un sustrato más delgado y un área del "pixel" más pequeña. En el capítulo III se propone un diseño que toma en cuenta estas consideraciones con el objeto de construir un detector eficiente.

Para el análisis completo de los bolómetros superconductores se deberán realizar experimentos como los siguientes: medición de niveles de ruido en términos de corrientes de "bias", frecuencia de "chopping" y temperatura; medición de la respuesta en función de la corriente de "bias" y a diferentes temperaturas, observación de la respuesta no equilibrada (que se presenta a temperaturas por debajo de la transición y es mucho más rápida que la bolométrica), medición de la detectividad, determinación de las propiedades ópticas del conjunto película-sustrato y otras mediciones, las cuales permitirán caracterizar totalmente al detector. Se avanzó una parte sustancial en lo referente a las características que debe tener un bolómetro superconductor: un sustrato lo más delgado posible para minimizar la capacidad calorífica, una conductancia térmica de la película al cuerpo del sustrato mínima (para lograr un tiempo de respuesta pequeño), una película superconductora de alta calidad (orientada eje-c y con anchos de transición no mayores de 2 K).

En el capítulo III se propone el diseño de un detector experimental de 4 pixeles. La construcción de este detector requiere de tecnología que no tiene actualmente en el país, pero existe la opción de construir el dispositivo en colaboración con alguna universidad extranjera. El equipo que se requeriría para medir y caracterizar al detector está disponible en el Instituto: se necesita un crióstato de vidrio como el usado en los experimentos, equipo electrónico como fuentes de corriente, analizadores de espectro, amplificadores de bajo ruido, una computadora personal, un láser de pequeña potencia ( $\mu W$  o  $mW$ ) y un controlador de temperatura.

Actualmente hay muchos desafíos y oportunidades en la investigación de la respuesta tanto bolométrica como la no equilibrada de superconductores así como también en su aplicación al desarrollo de detectores de radiación. Para diseñar un detector de calidad se requiere un modelo térmico para predecir la respuesta dinámica de los detectores. Para elaborar un diseño térmico es necesario determinar propiedades como la absorbancia y la conductividad térmica tanto de los sustratos como de las películas superconductoras. Además, puesto que el detector operará a temperaturas criogénicas, es esencial desarrollar técnicas efectivas de enfriamiento y control de temperatura para lograr la estabilidad de temperatura requerida. El perfeccionamiento de las técnicas de microfabricación y grabado abrirán la posibilidad de construir no sólo microbolómetros sino arreglos de detectores usando películas superconductoras sobre sustratos de silicio, es decir, integrar la electrónica convencional con los nuevos materiales.

Se requiere una investigación más profunda sobre los mecanismos de la respuesta no equilibrada puesto que estos permitirían la construcción de detectores sensibles a una amplia banda del espectro y con tiempos de respuesta del orden de los picosegundos (los teóricos dicen que la respuesta no equilibrada se presenta a temperaturas menores que la temperatura crítica y es mucho más rápida que la respuesta bolométrica). Otra ventaja de este nuevo tipo de dispositivos es que son más baratos que sus competidores más cercanos, los arreglos de HgCdTe. Otro aspecto que se debe estudiar más profundamente son las técnicas para crecer películas delgadas que exhiban menos ruido, porque la sensibilidad del detector depende en gran parte de la calidad de la película y de la compatibilidad con el sustrato. Considero que el tema es importante tecnológicamente y tiene potencial para ser investigado en el futuro.

Finalmente me gustaría agradecer al Dr. Roberto Escudero por sus valiosas discusiones y comentarios así como el apoyo brindado por el Instituto para la realización de este trabajo.

## APENDICE A-I

### Modelado térmico de la respuesta óptica

El aumento de temperatura debido a la radiación puede ser estimado a partir de un modelo de transferencia de calor, donde un pulso óptico de duración  $\tau$  proporciona calor (energía óptica absorbida) a una tasa constante  $F$  por unidad de tiempo por unidad de área a una película superconductora muy delgada que está depositada sobre un sustrato semiinfinito (ver figura A-I.1). Se desprecia la transferencia de calor lateral en el sustrato y en la película y también la resistencia de frontera entre la película y el sustrato, asumiendo que estos dos factores se compensan entre sí (son opuestos en signo y tienen aproximadamente la misma magnitud).

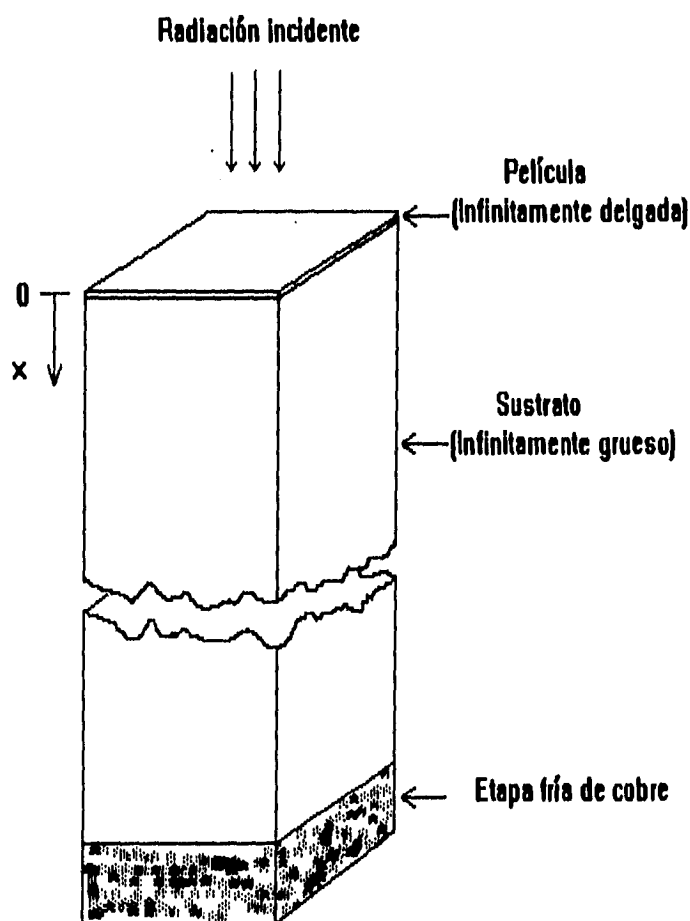


Fig A-I.1 Modelo de transferencia de calor para calcular el incremento de temperatura debido a radiación láser de una película delgada de YBCO sobre un sustrato semiinfinito.

El incremento de la temperatura  $\Delta T$  como una función del tiempo  $t$  y la coordenada  $x$  (en la dirección perpendicular al plano de la película) está dada por [1]:

$$\Delta T = 2F\left(\frac{t}{Kc\rho}\right)^{1/2} \text{ierfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\kappa t}}\right)$$

donde  $K$ ,  $c$  y  $\rho$  son la conductividad térmica, el calor específico y la densidad del sustrato, respectivamente y  $\kappa = \frac{K}{c\rho}$  es la difusividad o conductividad termométrica.

La temperatura a  $x=0$  (superficie de la película) está dada por:

$$\Delta T = 2F\left(\frac{t}{Kc\rho}\right)^{1/2} \text{ierfc}(0);$$

$$\Delta T = 2F\left(\frac{t}{Kc\rho}\right)^{1/2} \frac{1}{\sqrt{\pi}}$$

$$\Delta T = 2F\left(\frac{t}{\pi Kc\rho}\right)^{1/2}$$

El aumento de temperatura  $\Delta T$  en la película superconductora ( $x=0$ ) al final del pulso óptico  $t = \tau$  está dado por:

$$\Delta T(x=0, t=\tau) = 2F\left(\frac{\tau}{\pi Kc\rho}\right)^{1/2}$$

$$\Delta T = \frac{2}{\sqrt{\pi}} F\left(\frac{\tau}{Kc\rho}\right)^{1/2}$$

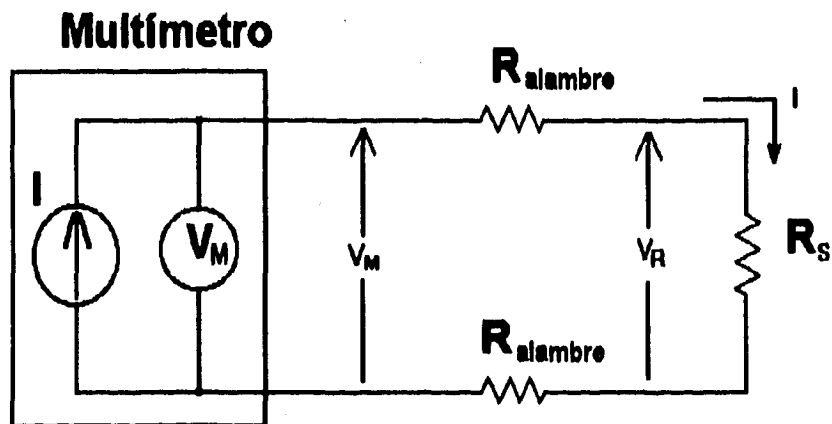
## APENDICE A-II

### Consideraciones especiales para mediciones de baja resistencia.

#### Métodos de medición de bajas resistencias.

Las mediciones de resistencia en el rango normal ( $>10 \Omega$ ) son realizadas generalmente usando el método de 2 puntas mostrado en la figura A-II.1. La corriente de prueba es aplicada a través de los alambres de prueba y la resistencia a ser medida. El voltímetro entonces mide la caída de voltaje a través de la resistencia a través del mismo par de alambres y calcula la resistencia de acuerdo a estos valores.

El principal problema con el método de 2 puntas aplicado a mediciones de baja resistencia es la resistencia de los alambres. Puesto que la corriente de prueba causa una pequeña pero significativa caída de voltaje en las resistencias de los alambres, el voltaje  $V_M$  medido por el voltímetro no será exactamente el mismo que el voltaje a través de la resistencia  $R_s$ , por lo que resultan errores considerables. Las resistencias típicas de los alambres están en el rango de  $0.01 \Omega$  a  $1 \Omega$ , lo cual significa que es difícil obtener mediciones precisas en el rango de  $10 \Omega$  a  $1000 \Omega$  empleando esta técnica\*.



$V_M$ : Voltaje medido por el multímetro

$V_R$ : Voltaje a través de la resistencia

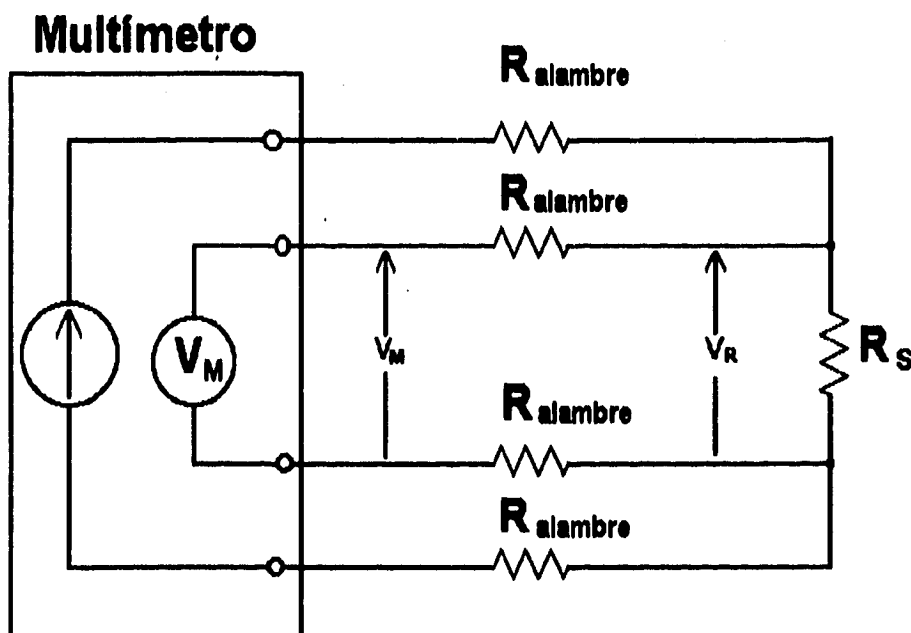
Resistencia medida:  $V_M/I = R_s + (2 \cdot R_{alambre})$

Fig. A-II.1 Medición de resistencia a dos puntas.

\* Low level measurements. Keithley Instruments. Ohio 1992



A causa de las limitaciones del método de 2 puntas, se prefiere la conexión a 4 puntas para mediciones de baja resistencia. Con esta configuración (ver figura A-II.2), la corriente de prueba es aplicada a través de la resistencia desconocida  $R_s$  por medio un par de alambres, mientras que el voltaje  $V_M$  es medido a través de otro par de alambres conocidos como alambres de sensado. A pesar de que fluye una pequeña corriente a través de los alambres de sensado, ésta es suficientemente pequeña (típicamente pA o menor) y para fines prácticos se desprecia. Puesto que la caída de voltaje en los alambres de sensado es despreciable, el voltaje  $V_M$  medido por el voltmetro es esencialmente el mismo que el voltaje medido  $V_R$  en la resistencia  $R_s$ . En consecuencia, el valor de la resistencia puede ser determinado mucho más precisamente que con el método de 2 puntas. Al emplear el método de 4 puntas, la resistividad se calcula de la siguiente forma:



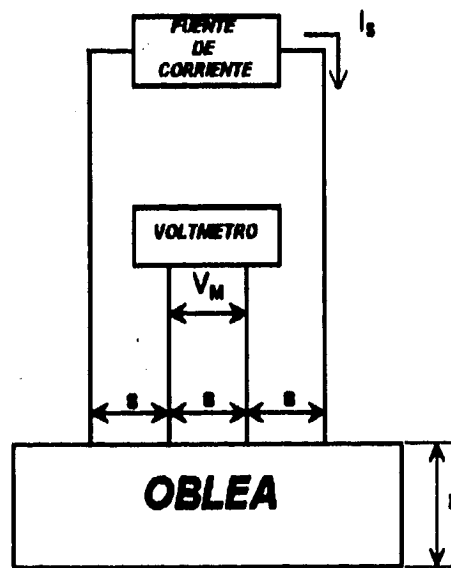
$V_M$ : Voltaje medido por el multímetro  
 $V_R$ : Voltaje a través de la resistencia  
 Puesto que la corriente de sensado es despreciable,  
 $V_M = V_R$  y la resistencia medida es:  $V_M / I = V_R / I$

Fig. A-II.2 Medición de resistencia a cuatro puntas.

Para materiales en bulto ( $t \gg s$ ) la resistividad se calcula con la fórmula:

$$\rho = 2 \pi s \frac{V_M}{I_s}$$

donde  $\rho (\Omega - cm)$  es la resistividad,  $s (cm)$  es el espaciamento entre contactos,  $V_M (Volts)$  es el voltaje medido e  $I_s (Amperes)$  es la corriente de "bias".



$$\rho = \left( \frac{\pi t}{Ln2} \right) \left( \frac{V_M}{I_s} \right)$$

Fig. A-II.3 Medición a cuatro puntas de la resistividad de una oblea.

Para capas delgadas ( $t \ll s$ ), la resistividad se calcula con esta otra fórmula:

$$\rho = \left( \frac{\pi t}{Ln2} \right) \left( \frac{V_M}{I_s} \right)$$

donde nuevamente  $\rho (\Omega - cm)$  es la resistividad,  $t (cm)$  es el espesor de la muestra,  $V_M (Volts)$  es el voltaje medido e  $I_s (Amperes)$  es la corriente de "bias".

## APENDICE A-III

### Sistemas criogénicos y consideraciones técnicas.

Esta parte, introduce algunas consideraciones experimentales que son relevantes para las mediciones de superconductores de alta temperatura. Tales consideraciones están relacionadas con aparatos experimentales como los criostatos y la termometría.

#### Líquidos criogénicos

Con objeto de observar el comportamiento a baja temperatura de los materiales es necesario enfriar la muestra muy por abajo de la temperatura ambiente. Tal proceso se puede llevar a cabo usando un sistema mecánico de enfriamiento como un refrigerador, o bien, por enfriamiento directo con fluidos fríos conocidos como líquidos criogénicos.

Los refrigeradores de ciclo cerrado simples pueden producir temperaturas hasta de 8 K y permiten realizar mediciones a baja temperatura. La desventaja de la mayoría de estos equipos es que la geometría de su construcción, la cual se requiere para enfriar, no es muy apropiada para realizar ciertas mediciones. Por esta razón, la mayoría de los experimentos con materiales de alta temperatura se hacen usando líquidos criogénicos.

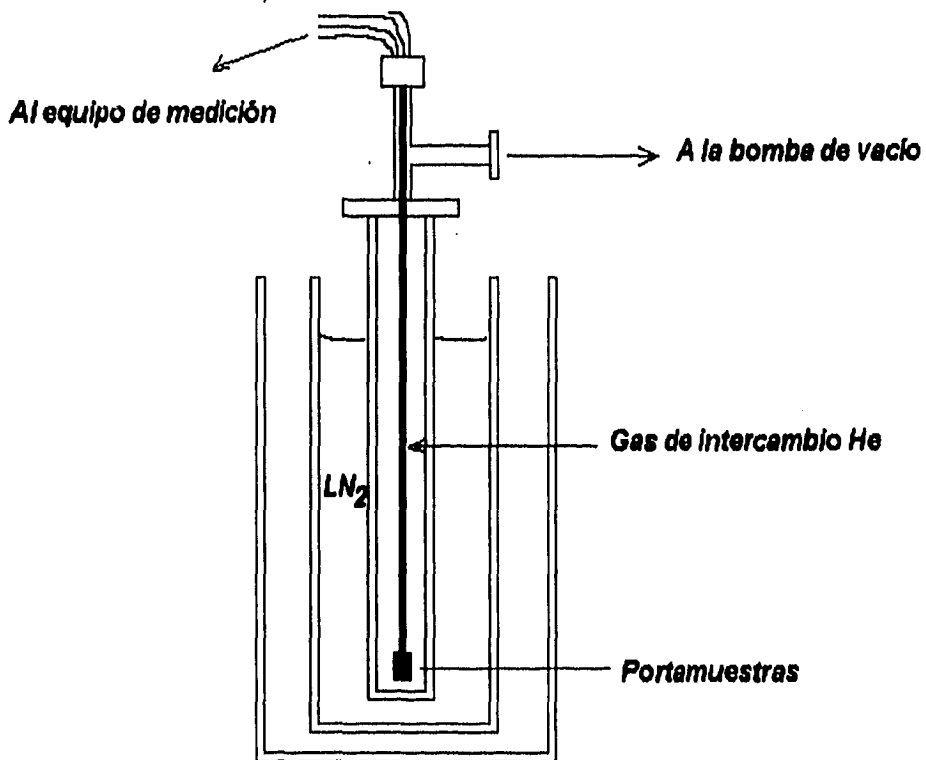
Los líquidos criogénicos más comunes son el nitrógeno, el cual tiene un punto de ebullición de 77 K, y el helio, cuyo punto de ebullición es 4.2 K. Puesto que las temperaturas de transición de los materiales de alta  $T_c$  son mayores que 77 K, el nitrógeno líquido es suficiente para producir las temperaturas necesarias para la mayoría de estos experimentos. Sin embargo, para mediciones en muestras con temperaturas de transición menores o bajo campos magnéticos intensos (cuando la transición resistiva se puede extender a temperaturas menores) será necesario utilizar helio líquido.

El nitrógeno líquido es producido licuando aire lo cual lo hace relativamente barato. Por otra parte, la producción y almacenamiento de helio líquido son completamente diferentes. Puesto que hay muy poco helio disponible en la atmósfera, este se obtiene de "reservoirs" de gas subterráneos.

Para manejar este tipo de líquidos es necesario tomar medidas de seguridad. El peligro más obvio es, por supuesto, que los líquidos están a temperaturas extremadamente bajas, por lo cual se recomiendan procedimientos para garantizar la seguridad del personal que los maneja. Se deben usar guantes pero no muy apretados sobre las manos, para evitar que se atrape líquido y entre en contacto con la piel. Los ojos y la cara deben ser protegidos con gafas de seguridad y con una máscara especial. También, el uso de calzado adecuado y ropa no apretada prevendrá una exposición peligrosa de la piel al líquido frío, si hubiera un derrame. Puesto que la razón de expansión volumétrica de gas a líquido es muy grande (del orden de 700 para el nitrógeno y 760 para el helio), una pequeña cantidad de líquido puede desplazar un gran volumen de aire y así reducir la concentración de oxígeno en el laboratorio. Para protegerse de esto, uno debe usar los líquidos criogénicos en lugares bien ventilados.

### Crióstatos con gas de intercambio.

El más simple de los crióstatos es un sistema con gas de intercambio. El crióstato se enfría colocándolo en un "reservoir" de helio líquido mientras que la conexión térmica entre el "reservoir" y el portamuestras se da a través del gas de intercambio que rodea al portamuestras. Este gas se necesita para dar una unión térmica al helio líquido con objeto de enfriar la muestra a una velocidad determinada. Una vez que se ha llegado al equilibrio térmico será necesario reducir la cantidad de gas para dar suficiente aislamiento térmico y permitir el acceso a cierto rango de temperaturas introduciendo un calefactor montado directamente en el portamuestras. La ventaja principal del crióstato de gas de intercambio es su bajo costo y su estabilidad mecánica, necesaria para realizar este tipo de experimentos. En la figura A-III.1 se ve el esquema de un crióstato con gas de intercambio.



**Fig A-III.1** Esquema de un crióstato con gas de intercambio.

## Termometría

El principio básico de la termometría es medir una propiedad física de un material que cambia significativamente en el rango de temperaturas de interés pero que es independiente de otros parámetros externos. Para mediciones de superconductores a baja temperatura, los termómetros usan propiedades eléctricas de los materiales como la resistencia o la capacitancia. Tales sensores pueden ser calibrados con estándares para que ofrezcan una lectura de temperatura lo más exacta posible. La conexión de un controlador de temperatura a un sensor da una lectura de la temperatura así como una realimentación al controlador, para regular la temperatura en el punto deseado. La selección de un termómetro para una aplicación en particular debe basarse en factores como la sensibilidad sobre el rango de temperaturas de interés, la reproducibilidad de las lecturas, cualquier dependencia de un campo magnético, la geometría y el tamaño del sensor, etc. La lista que sigue abajo da algunos detalles de los termómetros de uso común para mediciones a baja temperatura.

**Sensores tipo diodo (silicio, germanio):** se mide el voltaje en directa para una corriente de "bias" constante (e.g.  $10 \mu A$ ). Ese voltaje se incrementa monótonamente al disminuir la temperatura. Este tipo de sensores se pueden usar en rangos de temperatura amplios, pero las lecturas dependen de la orientación del sensor con respecto al campo magnético y también pueden variar a baja temperatura y bajo el efecto de campos magnéticos.

**Termómetro de resistencia de platino:** La resistencia es medida usando la configuración a 4 puntas. Esta disminuye monótonamente disminuyendo la temperatura. Este tipo de termómetros tienen poca sensibilidad a temperaturas menores que 40 K, pero a temperaturas mayores, la dependencia del campo magnético es baja.

**Termómetro tipo termopar:** El tipo más común es el formado por un alambre de oro y uno de cromel. Si se desea usarles para controlar temperatura, son poco precisos, y no garantizan una adecuada estabilidad de la temperatura.

**APENDICE A-IV**  
**Programa para la adquisición de datos experimentales**

```
10 CLS
20 LOCATE 12, 35: PRINT " Just a minute..."
30 'Copyright Hewlett-Packard 1984,1985
40 '
50 'Set up program for MS-DOS HP-IB I/O library
60 'for use independent of the PC instrument bus system
70 '
80 DEF SEG
90 CLEAR, &HFE00
100 I=HFE00
110 '
120 'PCIB.DIR$ represents the directory where the library files
130 'are located
140 'PCIB is an external environment variable which should be set from MS-DOS
150 'i.e. A:>set PCIB=A:\LIB
160 '
170 'If there is insufficient environment space direct assignments
180 'can be made here, i.e.
190 'PCIB.DIR$="A:\LIB"
200 'Using the environment variable is the preferred method
210 '
220 PCIB.DIR$=ENVIRON$("PCIB")
230 I$=PCIB.DIR$+"\PCIBILC.BLD"
240 BLOAD I$, &HFEOO
250 CALL I(PCIB:DIR$,I%,J%)
260 PCIB:SEG=I%
270 IF J%=0 THEN GOTO 340
280 PRINT "Unable to load.";
290 PRINT " (Error.":J%:")"
300 STOP
310 '
320 ' Define entry points for setup routines
330 '
340 'DEF SEG = PCIB.SEG
350 O.S. =5
360 C.S. = 10
370 I. V. =15
380 I.C.=20
```

```

400 LD.FILE=30
410 GET.MEM=35
420 L.S=40
430 PANELS=45
440 '
450 'Establish error variables and ON ERROR branching
460 '
470 'DEF.ERR=50
480 PCIB.ERR$=STRING$(64,32)
490 PCIB.NAME$=STRING$(16,32)
500 CALL DEF.ERR(PCIB.ERR,PCIB.ERR$,PCIB.NAME$,PCIB.GLBERR)
510 PCIB.BASERR=255
520 ON ERROR GOTO 840
530 '
540 J=-1
550 I$=PCIB.DIR$+"HPIB.SYN"
560 CALL O.S(I$)
570 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
580 '
590 'Determine entry points for HP-IB library routines
600 '
610 I=0
620 CALL I.V(I,IOABORT, IOCLEAR,IOCONTROL,IOENTER)
630 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
640 CALL I.V(I, IOENTERA, IOENTERS, IOEOI, IOEOL)
650 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
660 CALL I.V(I, IOGETTERM, IOLLOCKOUT, IOLOCAL, IOMATCH)
670 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
680 CALL I.V(I, IOOUTPUT, IOOUTPUTA, IOOUTPUTS, IOPPOLL)
690 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
700 CALL I.V(I, IOPPOLL, IOPPOLLU, IOREMOTE, IORESET)
710 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
720 CALL I.V(I, IOSEND, IOSPELL, IOSTATUS, IOTIMEOUT)
730 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
740 CALL I.V(I, IOTRIGGER,J,J,J)
750 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
760 CALL C.S
770 I$=PCIB.DIR$+"HPIB.PLD"
780 CALL L.P(I$)
790 IF PCIB.ERR<>0 THEN ERROR PCIB.BASERR
800 GOTO 970
810 '
820 'Error handling routine
830 '
840 IF ERR=PCIB.BASERR THEN GOTO 870

```

```

850 PRINT "BASIC error #";ERR;," occurred in line ";ERL
860 STOP
870 TMPERR=PCIB.ERR
880 IF TEMPERR=0 THEN TMPERR=PCIB.GLBERR
890 PRINT "PC instrument error #"; TMPERR;" detected at line";ERL
900 PRINT "Error: "; PCIB.ERR$'
910 STOP
920 '
930 'COMMON declarations are needed if your program is going to chain
940 'to other programs . When chaining, be sure to call DEF.ERR as
950 'well upon entering the chained-to program
960 '
970 COMMON PCIB.DIR$,PCIB.SEG
980 COMMON LD.FILE, GET.MEM, PANELS, DEF.ERR
990 COMMON PCIB.BASERR, PCIB.ERR, PCIB.ERR$, PCIB.NAMES$,PCIB.GLBERR
1000 COMMON IOABORT, IOCLEAR, IOCONTROL,IOENTER, IOENTERA,
IOENTERS, IOEOI, IOEOL, IOGETTERM, IOLLOCKOUT, IOLOCAL, IOMATCH,
IOOUTPUT, IOOUTPUTS, IOPPOLL, IOPPOLLC, IOPPOLLU, IOREMOTE,
IORESET, IOSEND, IOS POLL, IOSTATUS, IOTIMEOUT, IOTRIGGER
1010 '
1020 FALSE=0
1030 TRUE = NOT FALSE
1040 NOERR=0
1050 EUNKNOWN=100001!
1060 ESEL=100002!
1070 ERANGE=100003!
1080 ETIME= 100004!
1090 ECTRL= 100005!
1100 EPASS= 100006!
1110 ENUM=100007!
1120 EADOR=100008!
1130 COMMON FALSE, TRUE, NOERR, EUNKNOWN, ESEL, ERANGE, ETIME,
ECTRL, EPASS, ENUM, EADOR
1140 '
1150 'End program Set-up
1160 'User program can begin past this point
1170 '
1180 'PROGRAM FOR ACQUIRING DATA FROM RESISTANCE VERSUS
1190 'TEMPERATURE MEASUREMENT OF MATERIALS BY THE FOUR-WIRE
1200 'TECHNIQUE. IT TAKES DATA FROM A 2701-C VALHALLA CURRENT
1230 'SOURCE, FROM A LAKE SHORE 330 AUTOTUNING TEMPERATURE
1240 'CONTROLLER AND FROM A HP 3456-A DIGITAL VOLTMETER. THE
1241 'PROGRAM ALSO NEEDS MAXIMUM RESISTANCE DATA.
1242 'THE PROGRAM IS DESIGNED FOR PLOTTING DATA DOWN TO 75 K
1250 CS=710:CALL IOENTER(CS,I)

```



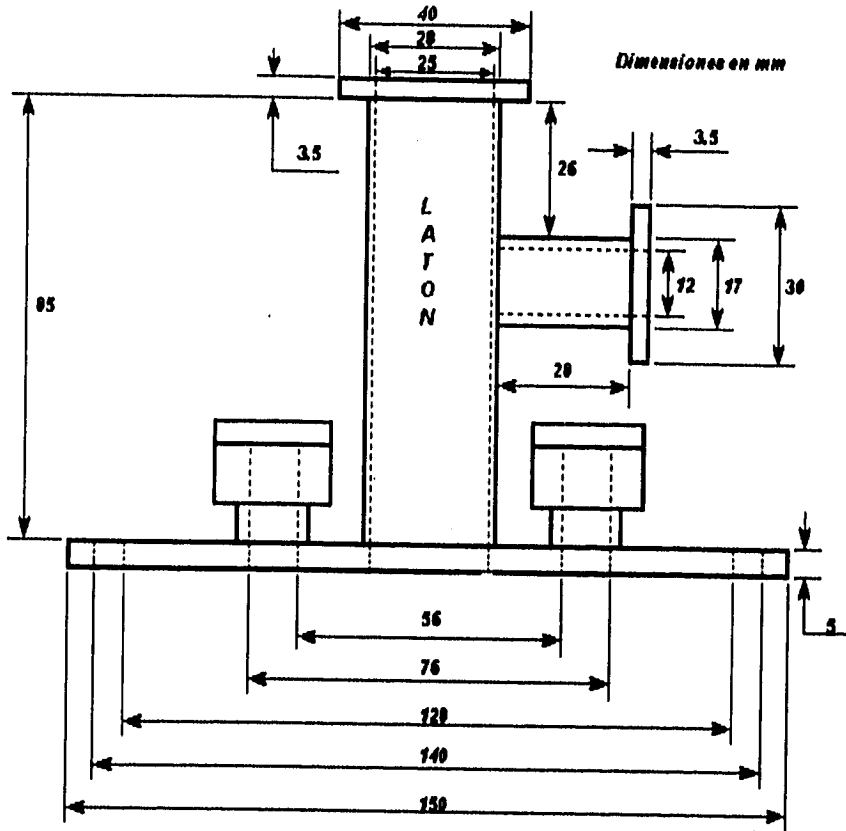
```

1260 CLS
1270 INPUT "NOMBRE DEL ARCHIVO (NOMBRE.EXT)";AS
1280 INPUT " RESISTENCIA MÁXIMA (OHMS)";RA
1290 INPUT "INTERVALO DE TEMPERATURA ENTRE CADA LECTURA";DT
1300 INPUT "RANGO DE GRAFICACION 77K-300K/ 75K-100K";RANS
1310 CLS:KEY OFF
1320 LINE (0,0)-(500,0): LINE (500,0)-(500,295)
1330 LINE (500,295)-(0,295):LINE (0,295)-(0,0)
1340 IF RANS="77K-300K" THEN GOSUB 1600
1350 IF RANS="75K-100K" THEN GOSUB 1680
1360 LOCATE 1,1:PRINT "R"
1370 LOCATE 20,78:PRINT "T"
1380 DVM=720:ATC=706
1390 FS="FIRAN5T1Z1D1"
1400 L=LEN(FS)
1410 CALL IOOUTPUT(DVM,FS,L)
1420 OPEN "O", #2, AS
1430 GOSUB 1570
1440 IF ABS(TN-T)<DT THEN 1550
1450 R=V:TN=T
1460 R=1000*V/I:TN=T
1470 IF R<0 THEN R=0
1480 PRINT #2, TN,R
1490 LOCATE 23,1: PRINT "
1500 LOCATE 23,1: PRINT "T=";T;"K"
1510 LOCATE 23,18: PRINT "R=";R;"OHM"
1520 IF RANS="77K-300K" THEN PSET (2.2*TN-167,295-295*R/RA)
1530 IF RANS="75K-100K" THEN PSET( 20(TN,295-295*R/RA)
1540 IF T<0 THEN CLOSE #2: GOTO 1560
1550 GOTO 1430
1560 END
1570 CALL IOENTER(DVM,V)
1580 CALL IOENTER(ATC,T)
1590 RETURN
1600 LINE (361,295)-(361,285)
1610 LINE (229,295)-(229,285)
1620 LINE (97,295)-(97,285)
1630 LOCATE 22,13:PRINT "120"
1640 LOCATE 22,35:PRINT "180"
1650 LOCATE 22,57:PRINT "240"
1660 LOCATE 22,78:PRINT "300"
1670 RETURN
1680 LINE (400,295)-(400,285)
1690 LINE (300,295)-(300,285)
1700 LINE (200,295)-(200,285)

```

1710 LINE (100,295)-(100,285)  
1720 LOCATE 22,14:PRINT "80"  
1730 LOCATE 22,31:PRINT "85"  
1740 LOCATE 22,47:PRINT "90"  
1750 LOCATE 22,64:PRINT "95"  
1760 LOCATE 22,78:PRINT "100"  
1770 RETURN

**APENDICE A-V**  
**Dibujos de las piezas construidas para el "Dewar" de vidrio.**



**ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

Dimensiones en mm

