

TESIS
CARRERA DE LICENCIATURA EN FÍSICA



**IMPLEMENTACIÓN DE
MICROBOBINAS PARA EL ESTUDIO
DE MATERIALES MAGNÉTICOS DE
TAMAÑOS MICROMÉTRICOS**

Romina Valeria Ibañez Bustos
Alumna

Dra. Moira I. Dolz
Directora

Dr. Federico J. Romá
Co-Director

Marzo de 2016

**FCFMyN
Universidad Nacional de San Luis
San Luis
Argentina**

"Porque comprendió tempranamente que todo hombre puede torcer su destino si cree y lucha hasta sus propias vergüenzas. Por eso decidió enrolarse en una vida repleta de pequeñas batallas, que le dieron la victoria de ser alguien verdadero con sus tesoros y miserias."

H.L.S.

A mi familia.

Resumen

En este trabajo de tesis se estudió e implementó una nueva técnica experimental para medir señales de muestras magnéticas mesoscópicas. Para ello se utilizó un nuevo dispositivo de tamaño micrométrico capaz de adaptarse como un magnetómetro de gran sensibilidad. El estudio de este micro-sensor se llevó adelante haciendo uso de micro-muestras superconductoras de diferentes tamaños y de geometría cuadrada, del material denominado $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ (BSCCO). En particular, se midió la temperatura crítica de transición desde el estado normal metálico al estado superconductor del BSCCO.

En el Capítulo 1, comenzamos haciendo una breve introducción para entender el comportamiento general de los materiales superconductores, su clasificación y sus diferentes características. Finalizamos haciendo hincapié en los superconductores tipo II de alta temperatura crítica, puntualizando en la descripción del más anisotrópico de esta familia, el BSCCO, y nos detenemos a explicar su diagrama de fases de campo magnético vs. temperatura, (H vs. T).

En el Capítulo 2, hacemos una descripción concisa de las diferentes técnicas experimentales que han sido desarrolladas hasta la actualidad. En una primera sección estudiamos aquellas técnicas estándares más conocidas en el ámbito de la física del magnetismo, mientras que en un segundo apartado mencionamos las principales características de las técnicas experimentales actuales para el estudio de muestras magnéticas mesoscópicas.

El micro-sensor y las muestras magnéticas que este trabajo de tesis hace referencia, se estudian en el Capítulo 3. Aquí ahondaremos acerca del proceso de micro-fabricación de dichas muestras superconductoras. Además, desarrollaremos el proceso de fabricación de nuestro dispositivo conformado por dos bobinas planares micrométricas y haremos un breve análisis cuali- y cuantitativo sobre su funcionamiento.

Durante el transcurso de este trabajo de tesis, se llevaron a cabo dos etapas experimentales, una a un nivel macroscópico y la segunda a un nivel microscópico. La primera etapa se describe en el Capítulo 4 donde a una escala adecuada y respetando las dimensiones y geometrías del nuevo sistema de micro-bobinas planares, se manufactura el dispositivo a escala macroscópica. Una etapa de caracterización del sensor como los diferentes protocolos de medición, haciendo uso de una muestra superconductora de alta temperatura crítica de tipo

comercial, se desarrollan en el mismo. Finalmente se muestran los resultados y conclusiones obtenidos.

La segunda etapa experimental, correspondiente al estudio a nivel microscópico, se desarrolla en el Capítulo 5. Éste cuenta con dos secciones principales, en la primera se mencionan los equipos utilizados en esta experiencia y se describen las técnicas de medición, como así también los diferentes protocolos experimentales. En cuanto a la segunda sección, en ella se exponen los resultados y las conclusiones que de ellos derivan.

En el último capítulo, se exponen las conclusiones generales de este trabajo experimental y las perspectivas futuras a tener en cuenta.

Índice general

Resumen	I
1. Introducción	1
1.1. Breve Reseña de la Superconductividad	1
1.2. Clasificación de los Superconductores	2
1.2.1. Comentarios sobre la Teoría de la Superconductividad	6
1.2.2. Superconductores de Alta Temperatura Crítica	7
2. Técnicas Experimentales	13
2.1. Métodos Experimentales Estándares	13
2.2. Métodos Experimentales para la Medición de Muestras Microscópicas	20
3. Técnicas de Microfabricación	27
3.1. Muestras Superconductoras Mesoscópicas	27
3.1.1. Litografía	27
3.1.2. Técnica de Microfabricación	30
3.2. Micro-bobinas planares	34
3.2.1. Fabricación	34
3.2.2. Funcionamiento de las Micro-bobinas	36
4. Experimento Macroscópico	41
4.1. Bobinas Planares Macroscópicas	41
4.2. Resultados y Conclusiones	45
5. Experimento Microscópico	49
5.1. Equipos y Técnicas de Medición	49
5.1.1. Criogenerador de Ciclo Cerrado	49
5.1.2. Medición de la Temperatura	52
5.1.3. Configuración Experimental	52
5.2. Resultados y Conclusiones	54
6. Conclusiones y Perspectivas Futuras	65
A. Sistema de Adquisición de Datos	69
Bibliografía	77
Agradecimientos	79

Capítulo 1

Introducción

El impacto que los materiales superconductores han tenido en los diversos campos de aplicación científico-tecnológica como así también en ámbitos comerciales, ha motivado la exploración en un terreno que la física del magnetismo ha estado silenciando a lo largo de todos estos años. La idea de indagar en lo desconocido acrecentó el interés en los científicos de todos los tiempos, ocasionando que cada vez existieran mayor cantidad de mentes enardecidas por develar el fenómeno de la superconductividad.

En el presente capítulo se pretende hacer una introducción acerca de los materiales superconductores y sus propiedades características. Comenzamos describiendo el crecimiento histórico en materia de investigación de dichos materiales, desde su descubrimiento hasta la actualidad. Proseguimos evaluando el desarrollo de ciertas teorías que nos permiten alcanzar un entendimiento “cualitativo”, en lo que a esta tesis respecta, de la fenomenología que los superconductores nos revelan para, finalmente, adentrarnos en el comportamiento de los materiales cerámicos (superconductores con estructura de perovskita) que sin duda alguna, es el tópico en boga en lo que a estos materiales se refiere.

1.1. Breve Reseña de la Superconductividad

El fenómeno de la superconductividad no fue descubierto hasta principios del siglo XX, momento en que la tecnología criogénica se desarrolló lo suficiente permitiendo alcanzar temperaturas de unos pocos Kelvin. Fue Heike Kammerlingh Onnes quien descubrió por vez primera la técnica de licuefacción del Helio gas [1].

La posibilidad de obtener Helio líquido no sólo fue interesante para el estudio del Helio en sí, sino que fue el puntapié para iniciar investigaciones en un nuevo campo de la física hasta ese entonces desconocido. Onnes y su equipo dedicaron su tiempo al estudio de la resistividad de varios metales en función de la temperatura. Entre los diversos materiales que investigaron, hallaron que en el mercurio

la resistividad caía a cero de manera abrupta a una temperatura cercana a los 4.2 K. Este estado de resistencia nula no lo presentan todos los materiales, y en los que lo hace, se produce a temperaturas inferiores a una temperatura crítica, a la que se produce un cambio de estado termodinámico. Este tipo de materiales se los denominó bajo el nombre de Superconductores y al estado de resistencia nula, estado superconductor declarándolo como un nuevo estado termodinámico de la materia.

Sin duda alguna, tal descubrimiento revolucionó la mente de los científicos de la época logrando que se sumergieran de lleno en este nuevo campo de investigación. A pesar del fervor que la superconductividad ocasionó, tuvieron que pasar veintidós años hasta que Meissner y Ochsenfeld, en 1933, descubrieran una característica esencial que diferencia a los materiales superconductores, de aquellos a los que se califica como conductor perfecto o de resistencia nula. A saber, los superconductores expulsan el campo magnético de su interior, de manera más precisa, son perfectos diamagnetos. Para ejemplificar tal distinción, supongamos que enfriamos un conductor perfecto con campo magnético aplicado hasta por debajo de la temperatura crítica. Como resultado se obtiene que en el conductor se inducen corrientes de tal manera que el campo magnético (diferente de cero) no cambia en su interior. El panorama para un material superconductor es muy diferente. Al disminuir su temperatura por debajo de la temperatura crítica con campo aplicado, se inducen corrientes en la superficie del superconductor que anulan el campo magnético en su interior [2]. Es decir, por debajo de la temperatura crítica, la totalidad del campo magnético es expulsado del material. Este fenómeno se lo conoce como efecto Meissner [3], y es la prueba que ratificó que el estado superconductor, es un estado termodinámico.

Luego se demostró que una forma de destruir el efecto Meissner, además del aumento progresivo de la temperatura del material, es mediante la aplicación de un campo magnético lo suficientemente alto.

La conductividad perfecta y el diamagnetismo perfecto son las características fundamentales de la superconductividad.

1.2. Clasificación de los Superconductores

Para poder entender la clasificación de los materiales superconductores y comprender su comportamiento ante la presencia de campos magnéticos externos, haremos un breve análisis basado en la teoría electromagnética.

Los problemas de magnetostática en el vacío pueden resolverse si conocemos el valor de la densidad de corriente $\vec{J}$ en todo el espacio.

1.2 Clasificación de los Superconductores

Para ello, utilizamos dos de las ecuaciones de Maxwell¹ [4]

$$\nabla \times \vec{B} = \frac{4\pi}{c} \vec{J} \quad (1.1)$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (1.2)$$

que junto con las condiciones de contorno que nos impone el problema, nos permiten obtener el valor de la densidad de flujo $\vec{B}$ en todo punto del espacio.

De manera más general, cuando analizamos los problemas del electromagnetismo en la materia, la densidad de corriente no se conoce en todo el espacio. Debido a su magnetización, la materia contribuye a la formación del campo magnético con la corriente ficticia $\vec{J}_M = c \nabla \times \vec{M}$, donde $\vec{M}$ es la magnetización en la materia. De esta manera la Ec. 1.1 se reescribe como

$$\nabla \times \vec{B} = \frac{4\pi}{c} (\vec{J} + \vec{J}_M)$$

Ésta es la Ley de Ampère generalizada donde $\vec{B}$ es ahora un valor promedio, denominado campo macrofísico, diferente del campo magnético local. Reacomodando estas últimas ecuaciones, llegamos a:

$$\nabla \times (\vec{B} - 4\pi \vec{M}) = \frac{4\pi}{c} \vec{J}$$

y definiendo el vector $\vec{H}$ como

$$\vec{H} = \vec{B} - 4\pi \vec{M} \quad (1.3)$$

la Ley de Ampère generalizada, queda

$$\nabla \times \vec{H} = \frac{4\pi}{c} \vec{J}$$

Ésta es una ecuación de Maxwell que indica que en todo punto donde exista o no materia, la densidad de rotación de $\vec{H}$ es proporcional a $\vec{J}$ en el punto.

Ahora, consideremos una región del espacio vacío donde existe un campo magnético aplicado $\vec{H}_a$. En esta región la inducción magnética es:

$$\vec{B}_a = \mu_0 \vec{H}_a$$

donde $\mu_0 = 1$ es la permeabilidad magnética en el vacío.

Si a continuación, insertamos un sólido magnético en la región de campo magnético, dentro de éste se generan campos $\vec{H}_i$ y $\vec{B}_i$ que difieren de los campos $\vec{H}_a$ y $\vec{B}_a$ respectivamente [5]. Tal diferencia se debe a los campos magnéticos producidos por los momentos

¹En unidades c.g.s

magnéticos en el sólido. Si el campo magnético es aplicado a lo largo del eje principal de un sólido simétrico, el campo $\vec{H}_i$ es de la forma:

$$\vec{H}_i = \vec{H}_a - N\vec{M}$$

donde N es el factor de desmagnetización que depende de la forma geométrica del sólido². La cantidad $N\vec{M}$ es el campo magnético producido por todos los momentos magnéticos en el sólido, al que también se lo identifica con el nombre de campo de desmagnetización $\vec{H}_d$, que indica el valor y dirección del campo necesario para compensar al campo inducido. Entonces

$$\vec{H}_d = N\vec{M} \quad (1.4)$$

Con este análisis previo, podemos centrarnos en el objetivo que este apartado pretende explicar.

Un estudio exhaustivo de los materiales superconductores permitió reconocer que no todos resultaban ser perfectos diamagnetos. La expulsión del campo magnético por parte del material, puede ser total o parcial; ésto dio lugar a una de las principales clasificaciones que se pueden hacer de estos materiales. Los superconductores tipo I, se caracterizan por la expulsión completa del campo magnético H , en cuyo diagrama de fases de H vs. T , tan sólo se advierten dos fases diferentes como se esquematiza en la Figura 1.1 (a). Si nos situamos a una temperatura T determinada en la región del estado Meissner, a medida que el campo aplicado H aumenta la inducción magnética B se mantiene constante e igual a cero; según Ec. 1.3, $\vec{H} = -4\pi\vec{M}$. Esto sucede hasta que el campo aplicado iguala en valor al campo crítico, $H_c(T)$, correspondiente a esa temperatura. A partir de allí, el campo penetra en el material ($\vec{B} = \vec{H}$), se destruye la superconductividad ($\vec{M} = 0$) y el sistema transiciona a la fase normal.

En el caso de los superconductores tipo II, el campo magnético puede penetrar de manera gradual en el material sin destruir la superconductividad. En la parte (b) de la Figura 1.1 se muestra el diagrama de fases de H vs. T para un superconductor tipo II. Este diagrama presenta una estructura muy diferente debido a la existencia de diversos estados termodinámicos donde se distinguen tres regiones principales:

Estado Meissner. Por debajo de la línea correspondiente a $H_{c1}(T)$, el superconductor tipo II presenta igual comportamiento que los superconductores tipo I, es decir, expulsa totalmente el campo magnético de su interior. En este estado el material no presenta resistencia.

Estado Mixto. Por encima de $H_{c1}(T)$, la energía del sistema disminuye al permitir que algunas líneas de flujo magnético

²Para una muestra con forma geométrica esférica, N vale $1/3$

1.2 Clasificación de los Superconductores

penetren en el material en forma de vórtices. Los vórtices son corrientes superconductoras que circulan alrededor de un núcleo de material normal. El campo H_{c1} está fuertemente asociado con el campo de penetración $H_p(\propto H_{c1})$, definido como el valor de campo magnético al cual penetra el primer vórtice. El flujo magnético de estos entes está cuantificado y vale $\phi_0 = hc/2e \propto 2.07 \times 10^{-7} \text{ gauss.cm}^2$. En esta región, la densidad de flujo magnético en el material, aumenta de forma gradual a medida que el campo aplicado crece. En la región delimitada por $H_{c1}(T)$ y $H_{c2}(T)$, los vórtices en el material interaccionan entre sí de forma repulsiva y al sistema le conviene, desde un punto de vista energético, crear una red de vórtices de simetría hexagonal conocida como red de Abrikosov.

Estado Normal. Por encima de la línea que se corresponde con $H_{c2}(T)$, el material recupera su estado normal metálico. Para ese valor del campo magnético aplicado, los núcleos de los vórtices entran en contacto, la magnetización del material cae a cero y el campo magnético penetra totalmente al material, es decir, $\vec{B} = \vec{H}_a$.

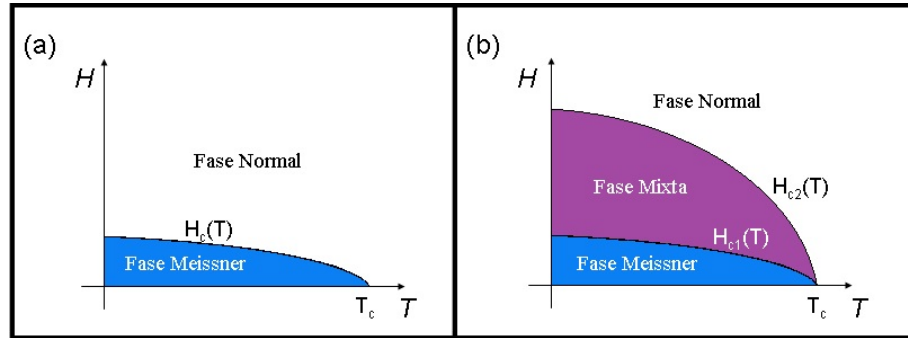


Figura 1.1: Diagrama de fases para material superconductor (a) tipo I y (b) tipo II.

Cuando por el material superconductor circula una corriente, los vórtices interaccionan con ella y se ejerce una fuerza de Lorentz perpendicular a la dirección de la corriente [6]. Dicha fuerza provoca el movimiento de la red de vórtices, dando como resultado la aparición de una resistividad finita. En la práctica, los materiales presentan defectos intrínsecos que al encontrarse distribuidos de manera aleatoria, provocan el anclaje de la red de vórtices evitando de esa manera su movimiento. Al sistema le conviene que los vórtices se sitúen en los defectos del material dado que en este caso, la pérdida en energía resulta ser menor a cuando un vórtice se sitúa en otra región, es decir, no invierten energía en destruir la superconductividad. Esto da la idea de que la energía interna del vórtice depende de su posición, exhibiendo mínimos en aquellos lugares donde el material presenta defectos. El anclaje o *pinning* de los vórtices, será efectivo hasta una

cierta corriente crítica en donde, la fuerza de anclaje debida a los defectos, compense la fuerza de Lorentz ejercida sobre los vórtices.

La característica de los materiales superconductores de poseer una resistividad nula, se encuentra limitada a tan sólo una región del diagrama de fases, el estado Meissner por debajo de H_{c1} . Sin embargo, como explicamos previamente, si el material se encuentra en el estado mixto y por él circula una corriente cuya magnitud es menor que el valor de corriente crítica, también presentará un estado de resistividad nula debido al estatismo de los vórtices. Esta propiedad en los materiales superconductores, fue el principal interés por el cual los científicos comenzaron el estudio de estos materiales donde su aplicación en diferentes campos tecnológicos, ha tenido un gran impacto desde su descubrimiento hasta la actualidad.

1.2.1. Comentarios sobre la Teoría de la Superconductividad

Fue en 1950 cuando Ginzburg y Landau, propusieron una descripción acertada de la superconductividad [7]. La teoría fenomenológica propuesta, describe la energía libre del sistema en el estado superconductor (F_s) mediante un desarrollo en serie en función de un parámetro de orden complejo $\Psi = |\Psi|e^{i\phi}$ que representa la función de onda de los electrones:

$$F_s = F_n + \alpha|\Psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\Psi|^4 + \frac{1}{2m}|(-i\hbar\nabla - \frac{2eA}{c})\Psi|^2 + \frac{b^2}{8\pi}$$

donde F_n hace referencia a la energía libre del estado normal, e y m representan la carga y masa efectiva del electrón, c es la velocidad de la luz, b es el campo magnético local, y α y β son variables dependientes del material en cuestión. El parámetro de orden complejo representa la función de onda para todos los electrones y su módulo al cuadrado se identifica con la densidad de electrones superconductores presentes en el material.

Ginzburg y Landau sugirieron en su teoría dos longitudes características, la longitud de penetración λ y la longitud de coherencia ξ . La primera representa la distancia en que las corrientes superconductoras inducidas en la superficie del material, atenúan el campo magnético aplicado; mientras que la segunda es definida como el radio característico de un vórtice, es decir, está íntimamente vinculada con la distancia en la cual la densidad de portadores superconductores decrece.

El cociente entre las dos longitudes características define un nuevo parámetro, $\kappa = \lambda/\xi$, denominado parámetro de Ginzburg-Landau. En una interfase entre un material superconductor y otro normal, κ , expresa una relación de competencia entre la expulsión del campo magnético y la destrucción de la superconductividad. Este concepto se puede visualizar mejor en el esquema de la Figura 1.2. En la situación (a) $\xi > \lambda$ y por lo tanto es una situación desfavorable para la formación

1.2 Clasificación de los Superconductores

de vórtices, indicando que se trata de un superconductor tipo I. En la situación (b), $\xi < \lambda$, favorece la formación de vórtices y por lo tanto este es el caso para un superconductor tipo II.

Gran parte de la literatura que estudia esta teoría fenomenológica, determina que si $\kappa < 1/\sqrt{2}$ el material en cuestión, se trata de un superconductor tipo I. Si $\kappa > 1/\sqrt{2}$, el material es un superconductor tipo II.

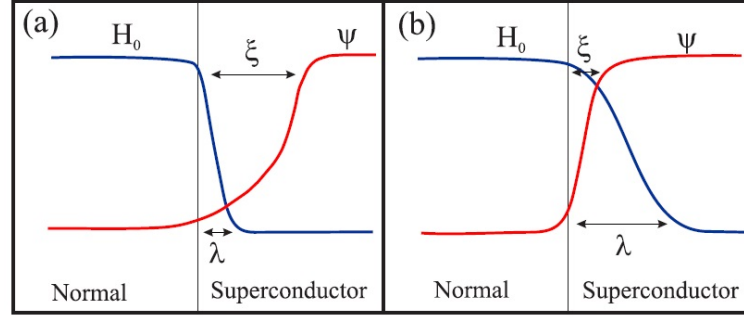


Figura 1.2: Esquema representativo para la competencia entre las longitudes λ y ξ en una interfase de material normal - material superconductor (a) $\xi > \lambda$ y (b) $\xi < \lambda$.

Haciendo hincapié en la temperatura crítica del material, dentro de los superconductores tipo II podemos encontrar dos clases diferentes de superconductores. Por un lado, los de baja temperatura crítica ($T_c < 25$ K) que fueron descritos mediante la teoría microscópica BCS, desarrollada por Bardeen, Cooper y Schrieffer que logró explicar cuali- y cuantitativamente, toda la fenomenología observada en estos materiales [8]. Y por otro, los superconductores de alta temperatura crítica, para los cuales aún en la actualidad, no existe una teoría que los respalde debido a su compleja estructura cristalográfica. Profundizaremos en la descripción de estos últimos, ya que en el desarrollo de este trabajo, se emplearon muestras magnéticas superconductoras de alta temperatura crítica.

1.2.2. Superconductores de Alta Temperatura Crítica

Los superconductores de alta temperatura crítica (SAT), fueron descubiertos en 1986 por J. Bednorz y K. Müller [9], cuando al investigar el comportamiento de los cupratos, encontraron que la T_c en estos materiales, ronda los 100 K.

Estos compuestos se caracterizan por poseer un valor de $\kappa \gg 1$, lo que los identifica como extremadamente del tipo II y gran parte de su enriquecedor pero complejo diagrama de fases, es ocupado por el estado mixto. Parámetros como desorden, fluctuaciones térmicas y anisotropía, alteran de manera determinante su diagrama de fases.

Formando parte de esta gran familia que conforman los SAT, se encuentra el compuesto $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ (BSCCO), que es

considerado como el más anisotrópico. Su estructura laminar está formada por una sucesión de planos superconductores de CuO_2 , todos paralelos entre sí, separados por regiones aislantes como puede observarse en la Figura 1.3. Cuando el BSCCO es sometido a un campo magnético, los vórtices en el material pueden figurarse como pequeños lazos de corriente ubicados en los planos superconductores, denominados vórtices panqueques [10]. Éstos se encuentran acoplados entre sí tanto por interacciones magnéticas, como también debido a espiras de corrientes no disipativas que se ubican entre los planos superconductores. A éstas últimas se las reconoce bajo el nombre de vórtices Josephson [11], y su origen se debe al desplazamiento entre vórtices panqueques de planos vecinos respecto de su posición de equilibrio.

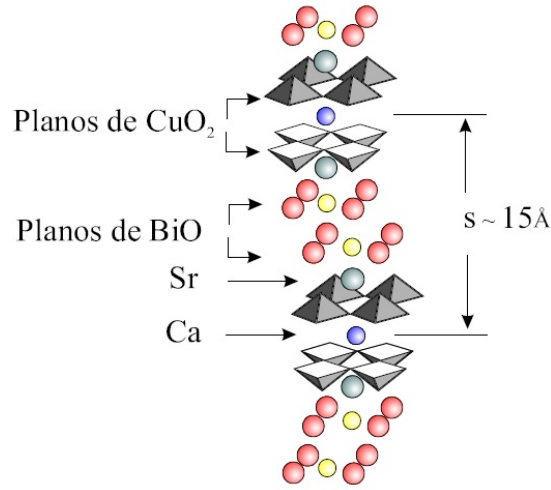


Figura 1.3: Estructura del superconductor de alta temperatura crítica $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$. Se puede observar que se trata de una estructura laminar con planos superconductores (CuO_2) paralelos entre sí, intercalados por planos de material aislante.

En la Figura 1.4 se representa el diagrama de fases de H vs. T del BSCCO [12] donde se distinguen tres fases de gran interés que tienen a los vórtices como principales protagonistas: sólido ordenado (*Bragg glass*), sólido desordenado (*Vortex glass*) y líquido de vórtices (*Vortex liquid*). Esta división en el estado mixto, es la consecuencia directa de la existencia de cuatro energías diferentes (térmica, de interacción entre vórtices, de anclaje debido a defectos intrínsecos del material y de acoplamiento entre planos) en las que profundizaremos a continuación:

Energía de Interacción entre Vórtices. Es la responsable de la formación del estado cristalino (red de Abrikosov). A bajos campos y temperaturas el material presenta un estado cuasi-ordenado, *Bragg glass* o Vidrio de Bragg, caracterizado por presentar tiempos de relajación largos [13, 14, 15]. Esto indica

1.2 Clasificación de los Superconductores

la existencia de muchos estados metaestables con igual energía, que se encuentran separados del estado fundamental por barreras divergentes. Dicho comportamiento se semeja al comportamiento dinámico de un vidrio y de allí el nombre de esta fase.

Energía de Anclaje. Debido a la azarosa distribución de defectos presentes en el material, esta energía es la encargada de promover la configuración de vórtices hacia una estructura más amorfa. Cuando un vórtice se sitúa sobre un defecto, existe una competencia entre la energía de anclaje y la energía elástica asociada a la deformación del vórtice. Esto señala que la permanencia del material en la fase sólida de vórtices, estará determinada no sólo por las diferentes energías que están en juego, sino también por el desorden que presenta el sistema y la elasticidad de los vórtices.

Al incrementar el desorden aumentando el campo magnético, la inducción magnética en el material crece y con ella la fuerza de anclaje. Esto provoca una desestabilización del vidrio de Bragg y mediante una transición de primer orden conocida bajo el nombre de transición orden-desorden, el material cambia de estado a uno llamado *Vortex glass* o vidrio de vórtices [16, 17, 18].

Energía Térmica. La temperatura es la principal causa por la que nuestros protagonistas se desplazan de su posición de equilibrio.

Como se explicó anteriormente, si nos situamos en una región de campos y temperaturas bajas del diagrama de fases, el material se encuentra en un estado cuasi-ordenado de vórtices. Si aumentamos la temperatura, se produce una transición de fase de primer orden conocida como *melting* [19], donde la estructura cuasi-ordenada sublima a un líquido de vórtices panqueques descorrelacionados, *Vortex liquid*.

En el diagrama de fases, se puede visualizar una línea punteada llamada línea de irreversibilidad. Para campos altos, ésta separa el sólido amorfo (vidrio de vórtices) del líquido de vórtices mientras que a bajos campos, coincide con la línea de *melting*.

Finalmente, si continuamos aumentando la temperatura el material pasa del estado mixto al estado normal metálico (*normal phase*), mediante una transición de fase de segundo orden a campo crítico $H_{c2}(T)$.

Hasta el momento, todas las explicaciones desarrolladas se apoyan en las dimensiones macroscópicas de los materiales superconductores. Mediante el desarrollo de nuevas técnicas experimentales, producto del gran avance científico-tecnológico, se obtuvo la posibilidad de sintetizar y manipular materiales micro- y nano-estructurados. En este novedoso “micro-mundo”, aparecen nuevos fenómenos físicos debido

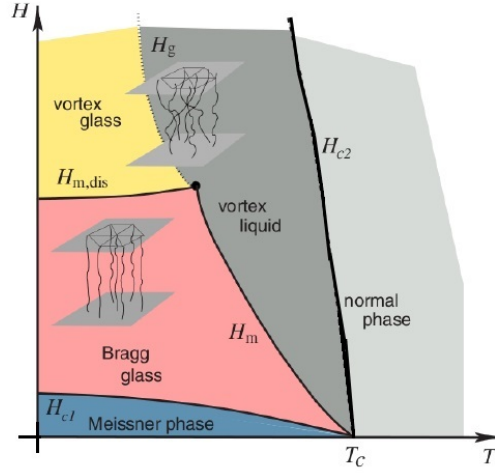


Figura 1.4: Diagrama de Fases del BSCCO. Debido a su anisotropía intrínseca, es la complejidad y su variedad de fases en el estado mixto que este superconductor posee.

a que los sistemas exhiben comportamientos diferentes cuando sus dimensiones se reducen a escalas muy pequeñas.

La mesoescala³ se encuentra entre la escala macro- y microscópica, es decir, es el terreno intermedio entre el mundo en el que vivimos y el mundo en que cada átomo se lo considera como una estructura discreta.

La ciencia mesoscópica se dedica al estudio de las propiedades de un material o fenómeno, a una escala de longitud, que prescinde del conocimiento en el comportamiento de átomos individuales. De manera más específica, la física mesoscópica se enfrenta al estudio de fenómenos que se ven alterados por efectos de tamaño. Sin embargo, la determinación a la cual un sistema presenta un comportamiento mesoscópico, está estrechamente vinculada con el material particular bajo estudio.

En el desarrollo de este trabajo utilizamos muestras superconductoras mesoscópicas, cuya respuesta magnética refleja diferencias representativas respecto del material masivo o *bulk* del que se obtuvieron. Por ejemplo, en Ref. [20], se caracterizaron discos superconductores de alta temperatura crítica de BSCCO de un micrón de espesor y diámetros de 20, 30, 40 y 50 micrones, y se estudió el efecto de tamaño en las transiciones de fase de primer orden características de este material: *melting* y orden-desorden. La detección de la respuesta magnética de estas muestras fue posible gracias a la implementación de micro-sensores *Hall* como magnetómetros de alta sensibilidad, con los cuales se pudo comprobar la persistencia de dichas transiciones en sistemas que presentan menos de 100 vórtices [20]. Se concluyó además, que la posición de la línea

³El prefijo meso- proviene del vocablo griego *mesos* que significa “medio”.

1.2 Clasificación de los Superconductores

de solidificación de vórtices es independiente del tamaño del sistema, mientras que el campo magnético al cual el sistema sólido ordenado de vórtices transiciona a un *vortex glass*, aumenta cuando disminuye el tamaño del sistema. Estos resultados pueden entenderse considerando que, al disminuir el diámetro de estos discos, se incrementa la relación superficie-volumen y por lo tanto disminuye la energía media de enlace entre vórtices. Como se mencionó anteriormente, no se observó un efecto de tamaño en la transición de fase *melting*. Ésto sustenta el escenario de que es una transición de desacoples entre vórtices panqueques [21], y por lo tanto que no depende de la densidad de vórtices vecinos en el mismo plano. Por el contrario, sí se observó un efecto de tamaño en la transición orden-desorden. Ésto se debe a que, la condición para que ocurra esta transición es que la energía elástica del sistema de vórtices (proporcional a la de enlace y al diámetro de la muestra) sea equilibrada por la energía vórtice-*pinning*. Como el *pinning* no varía significativamente por la fabricación de muestras, para alcanzar este equilibrio al disminuir el tamaño del sistema, el campo magnético al cual se produce la transición tiene que crecer para alcanzar la misma variación de energía de enlace.

Debido al reciente descubrimiento en materia de tecnologías y materiales a escalas mesoscópicas, es que el estudio sobre los fenómenos físicos observados en muestras magnéticas micro- y nanoestructuradas aún no se ha desarrollado lo suficiente, propulsando a indagar y desarrollar nuevas técnicas experimentales que permitan la obtención de señales magnéticas de aquellos materiales cuyas dimensiones han sido reducidas a niveles muy pequeños.

El diseño y manufactura de nuevos dispositivos nos permiten entender el comportamiento de los materiales superconductores a escalas micrométricas. En el próximo capítulo se desarrollan algunas de las técnicas experimentales reconocidas en la actualidad, y en el capítulo 3, profundizamos acerca de las etapas de diseño y fabricación del micro-sensor que en este trabajo implementamos.

Capítulo 2

Técnicas Experimentales

El estudio de los fenómenos magnéticos en los diferentes materiales es de gran interés debido al prominente impacto que han tenido en el desarrollo tecnológico. La evolución ininterrumpida en el área de la electrónica como así también en el campo de la medicina entre otras ramas de la ciencia, han sido impulsadas gracias a los conocimientos adquiridos en la física del magnetismo a lo largo de la historia.

Estos avances fueron posibles gracias a que diversas técnicas experimentales se fueron desarrollando con el paso de los años, permitiendo y perfeccionando la medición de las propiedades magnéticas de los materiales.

En el presente capítulo se presentan dos secciones. En la primera, se exponen tan sólo algunas de las innumerables técnicas experimentales existentes, sin llevar a cabo una descripción meticulosa de cada una de ellas; estas técnicas aparecen en la literatura y fueron extraídas del libro de Materiales Magnéticos de *Cullity* [5]. En la segunda sección, con igual calidad de sencillez que en la primera, se describe el funcionamiento de tres dispositivos capaces de detectar las señales magnéticas de materiales de tamaños micrométricos.

2.1. Métodos Experimentales Estándares

Método de Bobinas Compensadas

Este método consiste en el conexionado en serie de dos bobinados iguales pero con sentido de arrollamiento opuesto como se interpreta en el esquema de la Figura 2.1. Tal disposición de las bobinas permite que, ante la exposición de campos magnéticos alternos externos, se induzcan diferencias de potencial en las bobinas con diferente polaridad. Esto implica que al variar la magnitud del campo aplicado, lo que una bobina “percibe” es igual y opuesto a lo que experimenta la bobina restante, es decir, se compensan y el sistema se torna insensible a las variaciones de flujo del campo magnético externo. Si se deposita una muestra magnética en el interior de una de las bobinas que conforman este circuito, al variar el campo h_{ac} , la muestra

experimentará cambios en su magnetización generando variaciones de flujo magnético en la bobina y por ende, existirá una descompensación entre las señales del sistema. Por lo tanto, este sistema es capaz de detectar cambios en las propiedades magnéticas intrínsecas de la muestra. En el bosquejo de la figura se muestran las conexiones entre bobinas donde la señal es detectada por medio de un amplificador *lock-in*.

El amplificador *lock-in* es el instrumento adecuado cuando lo que se pretende medir son señales muy pequeñas en presencia de grandes ruidos. Un requerimiento básico para poder hacer uso de este dispositivo, es que la señal de entrada esté modulada o tenga una frecuencia de referencia conocida.

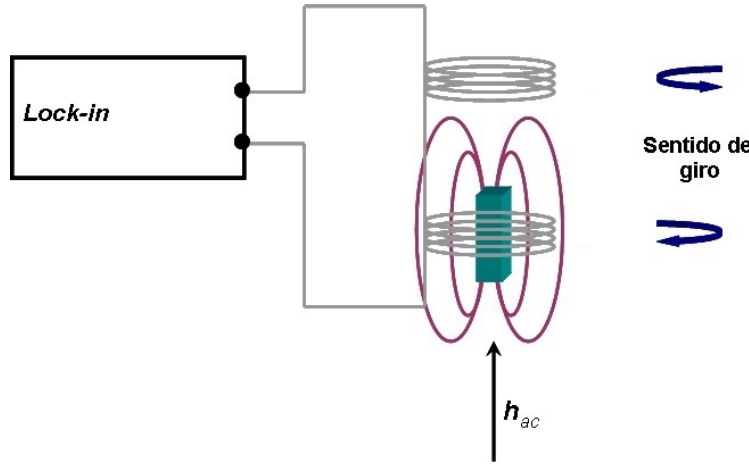


Figura 2.1: Diseño experimental del método de compensación. Dos bobinas de igual geometría se conectan en serie con sentidos de giro opuestos. Cambios en la magnetización de la muestra provocan variaciones de flujo en la bobina. El sistema es capaz de detectar la diferencia de señal entre ambas bobinas.

Método de Extracción

Esta técnica se basa en el cambio de flujo que experimenta una bobina cuando se remueve la muestra de su interior. Como se observa en la Figura 2.2, cuando el solenoide genera un campo magnético alterno, el flujo a través de las bobinas es¹

$$\phi_1 = BA = (H + 4\pi M)A$$

por Ec. 1.3. Como se habló en el capítulo anterior, cuando un sólido es sometido a un campo magnético externo se inducen campos en su interior y si la dirección del campo aplicado coincide con la dirección del eje principal del sólido, el valor del campo inducido en éste se obtiene de la Ec. 1.4. Por lo tanto, podemos reescribir la ecuación anterior como

$$\phi_1 = (H_a - H_d + 4\pi M)A = (H_a - N_d M + 4\pi M)A$$

¹Los desarrollos de este capítulo se realizan en unidades c.g.s.

2.1 Métodos Experimentales Estándares

donde H_a es el campo aplicado, H_d el campo de desmagnetización y N_d el factor geométrico de desmagnetización.

Si se extrae la muestra de la bobina, el flujo a través de ella ahora resulta ser

$$\phi_2 = H_a A$$

y por lo tanto, un fluxómetro conectado a la bobina indicará un valor que es proporcional a la variación del flujo magnético.

$$\phi_1 - \phi_2 = (4\pi - N_d)MA$$

De las ecuaciones anteriores podemos concluir que en este método, el cambio de flujo en las bobinas no depende del campo H y nos permite medir directamente la magnetización M .

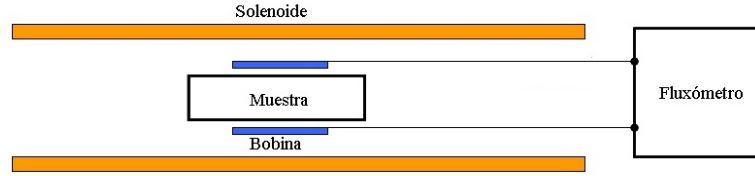


Figura 2.2: Esquema representativo del Método de Extracción

Otra alternativa posible del método de extracción, implica utilizar dos bobinas idénticas y situarlas simétricamente en el solenoide con sus ejes paralelos al campo, conectadas en serie y con sentido de bobinado opuesto, como en el caso del Método de Bobinas Compensadas expuesto anteriormente. Si ambas bobinas tienen la misma geometría, el área de ambas bobinas es igual, el cambio en H_a induce dos FEMs iguales y opuestas; el fluxímetro en este caso no indicará deflexión alguna. Si se retira la muestra de una bobina y se la introduce en la otra, la señal medida duplica su módulo respecto a la obtenida en la configuración con una sola bobina resultando de esa manera, un método más sensible.

Magnetómetro de Vibración (VSM)

El principio de funcionamiento del Magnetómetro de Vibración (VSM) es la Ley de Inducción de Faraday, la cual nos dice que un campo magnético variable genera un campo eléctrico. Éste, puede ser medido y por ende nos brinda información acerca del campo magnético.

La Figura 2.3 ilustra el esquema básico del VSM. Este magnetómetro consta de una barra de material no magnetizable donde en un extremo se coloca la muestra, mientras que en el otro se conecta un vibrador mecánico o parlante. La muestra es sometida a una oscilación armónica únicamente en el eje vertical, perpendicular

al campo magnético generado por el electroimán. En las cercanías del portamuestra se encuentran las bobinas de detección, cuyos ejes principales son paralelos al campo generado por el electroimán y además, presentan sentidos de bobinado opuestos. Es decir, las bobinas de detección se encuentran equilibradas de a pares y cancelan las señales producidas por las variaciones del campo magnético aplicado, semejante al método de bobinas compensadas descrito en la pág. 13. Producto del movimiento oscilatorio de la muestra, el campo magnético oscilante que ésta genera, induce una FEM alterna en las bobinas y la magnitud de la señal detectada es directamente proporcional al momento magnético de la muestra.

De manera más simple, el VSM se basa en el cambio de flujo que “sienten” las bobinas de detección cuando una muestra magnetizada vibra en las cercanías de estas.

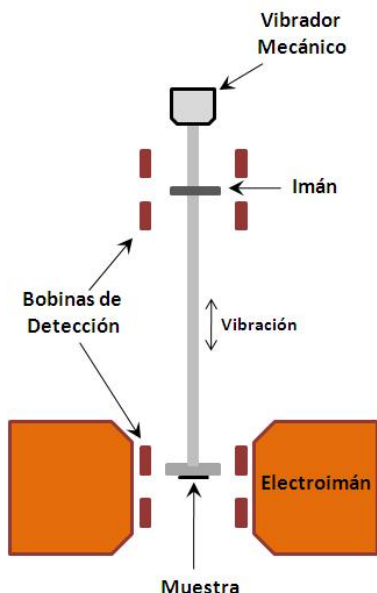


Figura 2.3: Diagrama básico del magnetómetro de muestra vibrante.

Un requerimiento fundamental del VSM es el control de la amplitud y la frecuencia de vibración. Para ello, como se observa en la Figura 2.3, existe un segundo conjunto de bobinas de detección ubicadas en las cercanías del vibrador mecánico. En el centro de este arreglo de bobinas, se encuentra la varilla a la que se acopla un pequeño imán permanente. La señal que es detectada por las bobinas colectoras, se la utiliza en un bucle de retro-alimentación para mantener la amplitud de vibración constante, o como referencia para medir en un amplificador *lock-in*.

Magnetómetro de Gradiente de Campo, AGM o AGFM

El AGM (*Alternating Gradient Magnetometer*), también conocido como AGFM (*Alternatin Gradient Field Magnetometer* o *Alternating Gradient Force Magnetometer*) es un magnetómetro cuyo principio de funcionamiento se basa en la generación de una fuerza oscilante que actúa sobre la muestra magnética que deseamos caracterizar. Esta fuerza es producto de la interacción entre la magnetización de la muestra y un gradiente de campo externo.

El esquema básico del magnetómetro se divide en la Figura 2.4. La muestra magnética se coloca en el extremo de una fibra y se la somete a un campo magnético DC generado por el electroimán. A este campo, se le acopla un gradiente de campo alterno producido por un par de bobinas idénticas que se encuentran separadas entre sí por una distancia igual a sus diámetros. La corriente que circula por una de ellas, es igual en magnitud pero con sentido de circulación contrario al de la bobina restante, generando de esta manera, un campo que se anula en el punto central (donde se coloca la muestra) pero con un gradiente de campo uniforme no nulo.

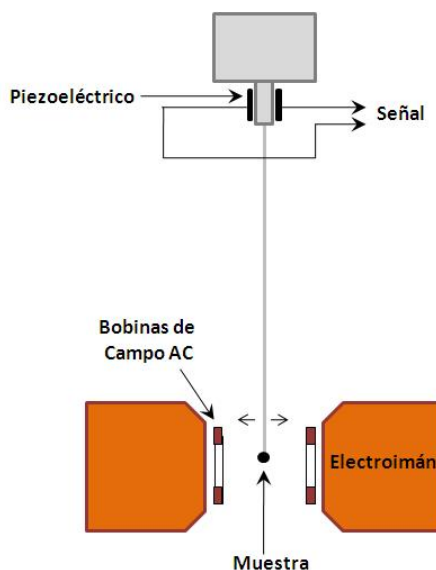


Figura 2.4: Esquema del magnetómetro de gradiente de campo, AGM.

Sobre la muestra magnetizada se ejerce una fuerza alterna producida por el gradiente de campo provocando que la fibra se flexione y comience a oscilar. Cuando se ajusta la frecuencia de vibración de la fibra a la frecuencia de resonancia del sistema, la amplitud de vibración crece considerablemente.

La función del cristal piezoeléctrico es la de generar tensiones proporcionales a la amplitud de vibración, que a su vez es proporcional al momento magnético de la muestra.

EL SQUID

El nombre de este magnetómetro comercial se debe al sensor de flujo magnético llamado SQUID (*Superconductor Quantum Interference Device*) [5] que posee en su equipamiento interno y que lo lleva a ser el magnetómetro comercial más sensible que se conoce actualmente. Un esquema muy simple de cómo está compuesto un SQUID se observa en la Figura 2.5. Este sistema consta de un par de bobinas de detección superconductoras en cuya posición central se coloca la muestra magnética que se pretende caracterizar. El portamuestra vibra a una dada frecuencia generando una tensión inducida en los extremos de las bobinas de detección, como respuesta a las perturbaciones del campo magnético local. Para detectar esta señal no se utiliza directamente un amplificador *lock-in*, como en el método de las bobinas compensadas, sino que se adosa un sistema de bobinas secundarias las cuales están acopladas inductivamente a un sensor SQUID.

El sensor SQUID es el sistema idóneo para medir campos magnéticos extremadamente pequeños. Se fabrica, básicamente, con una o dos junturas Josephson (J) que conforman un anillo superconductor (las junturas se esquematizan con una cruz). Una J consiste en dos regiones superconductoras débilmente acopladas por una pequeña barrera de material normal, donde algunos pares de Cooper pueden pasar por efecto túnel [22], aún a voltaje nulo.

Una corriente de polarización que fluye por este anillo formado por dos J idénticas, se divide de tal manera que pasan corrientes iguales por cada una de ellas. Un cambio en el flujo magnético, ϕ , a través del anillo genera una corriente entre los contactos extremos del anillo, de acuerdo a la Ley de Faraday. Esta corriente inducida se suma a la de polarización, aumentando la corriente total en una de las J y disminuyendo en la otra. Considerando que el flujo magnético dentro de un anillo superconductor está cuantizado [6], la corriente total que circula por el dispositivo es:

$$I_s \propto 2I_c \cos(\pi\phi/\phi_0)$$

donde I_c es la corriente crítica máxima de una juntura. La corriente superconductora, y por tanto la tensión en los extremos del SQUID, varía periódicamente con el flujo magnético aplicado, con un periodo de un cuanto de flujo. Por lo tanto, el SQUID funciona como un transductor altamente sensible de flujo magnético a tensión.

Existen dos modelos de SQUID, el que consta de dos J se denomina DC y el que consta de una sola, rf (radiofrecuencia). Sin querer profundizar en detalles que escapan a los fines del presente trabajo, a continuación se describirá brevemente el sistema de detección del SQUID DC. Se fija la corriente de polarización en un valor ligeramente mayor a $2I_c$ y de esta manera se opera al SQUID en la parte más pronunciada (y más sensible) de la curva V vs. ϕ_0 (ver Figura 2.6 donde se esquematiza esta curva para una dada J). Se monitorea

2.1 Métodos Experimentales Estándares

el cambio de voltaje en los extremos del SQUID y, mediante una retroalimentación externa, es posible mantener al SQUID en un punto fijo de dicha curva. La corriente de retroalimentación es entonces una medida de la variación de flujo magnético que atraviesa el SQUID, es decir, es un “detector de cero”. El sistema de detección correspondiente al SQUID rf es análogo al descrito, con la diferencia que la corriente inducida y el monitoreo se realizan con sistemas de bobinas acopladas inductivamente.

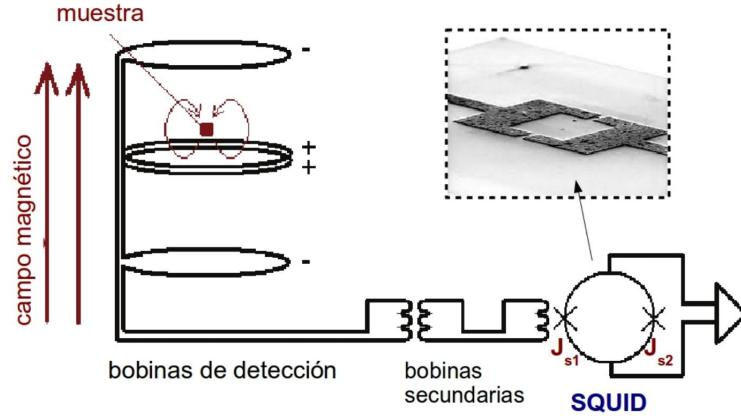


Figura 2.5: Esquema de un SQUID DC. Las junturas Josephson se esquematizan con cruces. Se puede observar una foto real de un sensor SQUID, obtenida mediante un microscopio electrónico de barrido, SEM.

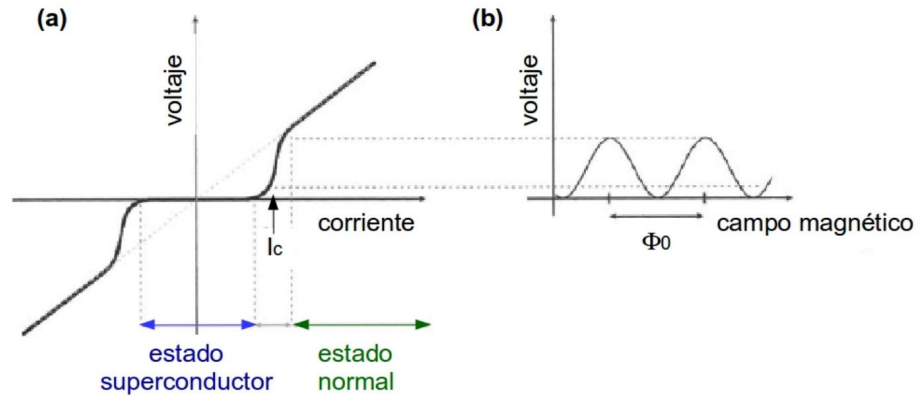


Figura 2.6: (a) Curva V vs I . I_c es la corriente de polarización en cada juntura Josephson que conforma al sensor SQUID. (b) Voltaje vs campo magnético externo aplicado para una corriente de polarización constante.

La excelente sensibilidad en flujo magnético de los SQUID se ve limitada por sus bobinas macroscópicas de detección, sin embargo se obtienen sensibilidades cercanas a 10^{-9} emu. Además, un obstáculo para utilizar este tipo de magnetómetro, es que es imprescindible el uso de la tecnología criogénica.

2.2. Métodos Experimentales para la Medición de Muestras Microscópicas

El principal objetivo de este trabajo es medir la respuesta magnética de materiales de tamaños micro-métricos. Para poder alcanzar tal propósito, es indispensable contar con instrumentos altamente sensibles y de dimensiones adecuadas que nos permitan interpretar las señales que este tipo de muestras generan.

Los magnetómetros convencionales que fueron descritos en la sección anterior, no son óptimos para cumplir con nuestro objetivo, dado que no han sido fabricados con la sensibilidad suficiente que requieren las muestras utilizadas en esta tesis. Por ejemplo, estos dispositivos presentan un ruido intrínseco cuya magnitud es del orden o mayor, que las señales que se pretenden medir. Además, la miniaturización de las muestras magnéticas es cada vez más pronunciada y se necesitan dispositivos e instrumentos acordes a ellas. Sin embargo, gracias al avance tecnológico en materia de micro-sensores, se ha podido llevar a cabo el estudio de materiales magnéticos de tamaños micrométricos.

Estos pequeños dispositivos cuentan con la sensibilidad y dimensiones apropiadas para poder ser manipulados como micro-magnetómetros, una característica de gran interés en la ciencia y tecnología actuales.

Dentro de la categoría de micro-sensores podemos encontrar: micro-electro-máquinas, micro-sensores Hall y micro-squid entre otros. En este apartado se realiza una descripción sencilla del funcionamiento de estos micro-instrumentos.

Micro-Electro-Máquinas

Los sistemas micro-electro-mecánicos o MEMS (Micro Electro-Mechanical Systems) más conocidos como micro-electro-máquinas, se las puede definir como dispositivos o estructuras que fueron miniaturizados mediante diferentes técnicas de micro-fabricación. La elección de una determinada técnica, dependerá del dispositivo que se pretenda fabricar y el uso al que estará destinado.

Las dimensiones físicas de los dispositivos MEMS pueden variar desde un micrómetro hasta varios milímetros. En esta escala de tamaños, el comportamiento de los sistemas cambia de manera significativa, debido a la importancia que adquiere la superficie del material respecto de su volumen. Fenómenos físicos de electrostática y viscosidad entre otros, son de carácter dominante a estos niveles.

Gracias al avance en el campo de semiconductores se han podido fabricar circuitos integrados con características tridimensionales e

2.2 Métodos Experimentales para la Medición de Muestras Microscópicas

incluso con piezas móviles. En el actual mundo de la electrónica, el silicio es el material más utilizado para la manufactura de estos dispositivos, debido a sus increíbles propiedades físicas. Por ejemplo, el silicio es un material que cumple casi a la perfección con la ley de Hooke, entonces cuando está en flexión prácticamente no hay histéresis y, por lo tanto, casi no hay disipación de energía. Si se necesita que el dispositivo realice movimientos repetitivos, este material es muy fiable.

No sólo el rendimiento de estas micro-máquinas es la característica que los distingue como excepcionales, sino también su método de producción donde se aprovecha las técnicas de fabricación por lotes a muy bajo costo.

Dentro de los dispositivos MEMS, podemos encontrar los micro-osciladores mecánicos de silicio como se muestra en la foto de la Figura 2.7. Estos MEMS fueron diseñados y utilizados por Dolz [23] y Antonio [24] para la medición de muestras magnéticas mesoscópicas. Las fotografías fueron obtenidas mediante el microscopio electrónico de barrido, SEM, del Instituto Balseiro. En la imagen (a) de la Figura 2.7 se pueden divisar dos nanotubos de manganina adheridos a la superficie del dispositivo; los ejes principales de los nanotubos son paralelos entre sí, pero perpendiculares al eje de rotación del micro-oscilador. En la Figura 2.7 (b) se puede visualizar el nanotubo de manganina con mayor detalle.

Estos micro-osciladores mecánicos poseen una gran sensibilidad ($\simeq 10^{-10}$ emu), su superficie es muy pequeña (de algunas centenas de micrones cuadrados) y además, consumen muy poca energía; propiedades que los torna competentes para la caracterización de muestras de dimensiones micrométricas. Una desventaja que presenta este dispositivo, es que las mediciones son indirectas, es decir, la respuesta magnética de una muestra debe interpretarse mediante algún modelo teórico simple. Además, es necesario una atmósfera de presión muy baja para el correcto funcionamiento del sistema, como así también un especial cuidado y limpieza de los MEMS.

Micro Sensores de Efecto Hall

Para lograr entender la base del funcionamiento de los micro sensores de efecto Hall, haremos una breve descripción del fenómeno físico que identifica tal dispositivo.

Cuando un haz de partículas cargadas pasa a través de una región de campo magnético externo, las fuerzas que actúan sobre las partículas desvían el haz de su trayectoria original. En 1879, Edwin H. Hall [25] descubre que cuando un material conductor es situado en una región de campo magnético cuya dirección es perpendicular a la dirección del haz de electrones, éstos se desvían y como consecuencia la carga en el material se redistribuye. Un extremo del conductor se cargará negativamente, mientras que en el

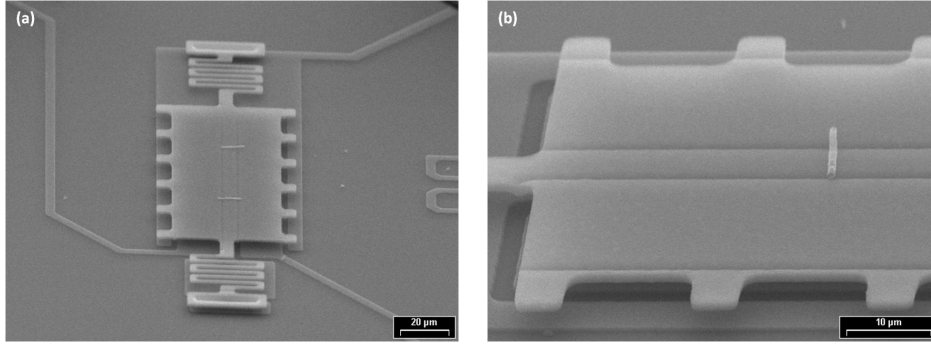


Figura 2.7: Micro-oscilador mecánico de Silicio utilizado para medir las respuestas magnéticas de muestras micrométricas [26]. En la fotografía (a) se visualizan dos nanotubos de manganina adheridos a la superficie del micro-oscilador. La imagen (b) es una ampliación de la foto de la izquierda, donde se observa con mayor precisión el nanotubo.

lado opuesto lo hará positivamente creando un campo eléctrico $\vec{E}$. El voltaje entre ambos extremos es lo que se denomina voltaje Hall, V_H . Se esquematiza el efecto en la Figura 2.8.

Como resultado, se obtiene que el voltaje Hall es

$$V_H = \frac{IB_z}{ned}$$

donde I es la corriente que circula en el conductor, B_z es la componente del campo magnético a lo largo del eje z y d es el espesor del film conductor. Es decir, V_H es directamente proporcional al campo magnético y a la corriente, e inversamente proporcional a la carga eléctrica e y a la densidad de portadores de carga n en el conductor.

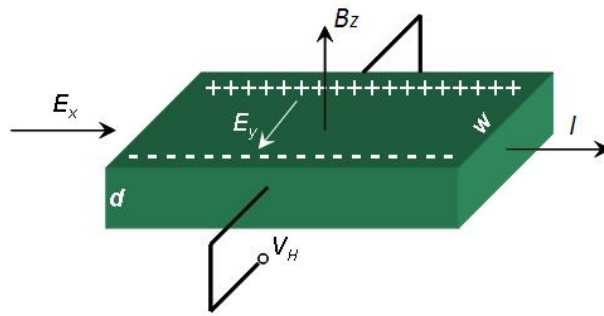


Figura 2.8: Esquema representativo del efecto Hall.

Dependiendo de las mediciones requeridas, algunos materiales muestran mejor el efecto Hall que otros. En particular, a bajas temperaturas, son idóneas las junturas de GaAs con AlGaAs (heteroestructuras de GaAs/AlGaAs) que generan una lámina delgada de electrones libres. Este gas bidimensional de electrones (2DEG), combinan pequeñas densidades n y una gran movilidad μ de portadores de carga, lo que implica una gran relación señal-ruido.

2.2 Métodos Experimentales para la Medición de Muestras Microscópicas

Estos micro-sensores, con áreas efectivas de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$ y una sensibilidad de 5 mG, fueron utilizados en Ref. [20] con el propósito de caracterizar muestras superconductoras mesoscópicas de BSCCO, como las estudiadas en esta tesis.

El montaje utilizado por Dolz *et al* [20], se muestra en la Figura 2.9. Éste es el montaje típico donde una muestra magnética es situada sobre la superficie de un sensor de efecto Hall, entonces el voltaje V_H es directamente proporcional a la inducción magnética B en la muestra. Aquí se observan los contactos I+ e I- que se los puede conectar a la salida de un generador o al oscilador interno de un amplificador *lock-in* para producir circulación de los portadores de carga en el micro-sensor, mientras que V+ y V- pueden ser conectados a la entrada del *lock-in* para medir el voltaje V_H .

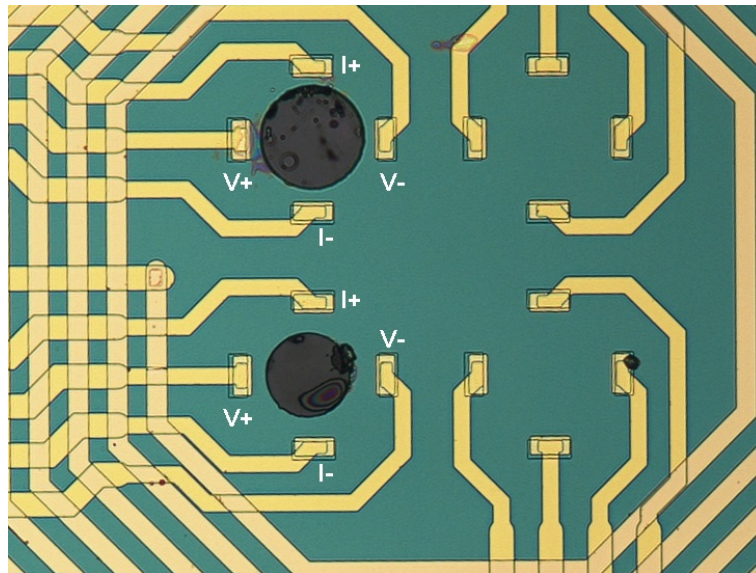


Figura 2.9: Micro-sensor Hall. Se pueden observar cuatro sensores independientes, dos de ellos con muestras superconductoras en su centro. Además, se detallan los contactos de conexión del micro-dispositivo.

Micro-SQUID

Otros magnetómetros de alta sensibilidad para medir la respuesta magnética son los *micro superconductor quantum interference device* o micro-SQUIDS (μ -S). Yamaguchi *et al* [27] fabricaron e implementaron el uso de un magnetómetro μ -S para el estudio del fenómeno de tunelamiento cuántico en muestras magnéticas de tamaños micro- y nano-métricos. En este apartado no pretendemos hacer un análisis de las investigaciones llevadas a cabo por Yamaguchi, sino que describiremos brevemente el mecanismo empleado para la manufactura de estos micro-magnetómetros. Expondremos además, algunas de las ventajas y desventajas que se hacen presentes al utilizarlos para el estudio de muestras magnéticas mesoscópicas.

En Ref. [27], se explica brevemente el proceso de fabricación de magnetómetros μ -S de superconductores de alta y baja temperatura crítica, HTS- μ -S y LTS- μ -S respectivamente. Para los HTS- μ -S, un film superconductor de YBCO fue depositado sobre un sustrato de $SrTiO_3$ mediante la técnica de *pulsed laser ablation*. El μ -S fue fabricado mediante técnicas de fotolitografía y ataque iónico, *ion milling dry etching*. Las dimensiones que obtuvieron para el dispositivo fueron de $4 \times 9 \mu m^2$ para el área encerrada por el anillo superconductor formado por dos junturas Josephson (J) de $2 \mu m$ de ancho. Un diseño del micro-sensor se representa en la Figura 2.10 (a).

Para el caso de los LTS- μ -S con *nano-bridges*, el proceso de fabricación fue el siguiente. Un film de Nb se depositó sobre un sustrato de Si mediante la técnica de *sputtering DC* y luego, mediante técnicas de fotolitografía y RIE (*reactive ion etching*) se forman líneas de $10 \mu m$ de ancho que encierran un área de $1 \times 1 \mu m^2$. Los dos *nano-bridges* fueron realizados mediante técnicas de FIB (*focused ion beam*) y sus dimensiones son de $300 nm$ de ancho. El diseño de este magnetómetro se muestra en la parte (b) de la Figura 2.10.

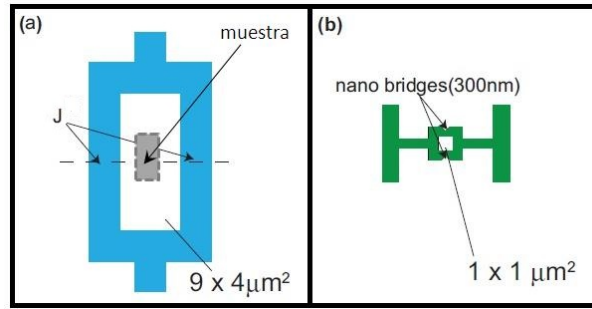


Figura 2.10: Diseño de los μ -S fabricados por Yagamuchi *et al* [27]. (a) μ -S de alta temperatura crítica de $9 \times 4 \mu m^2$ para el área central y $2 \mu m$ de ancho para J . (b) μ -S de baja temperatura crítica de $1 \times 1 \mu m^2$ para el área central y 2 *nano-bridges* de $300 nm$ de ancho. En ambos micro-sensores la muestra se coloca directamente en el *loop* del SQUID.

A diferencia de los SQUID comerciales, en los magnetómetros μ -S, la muestra es situada directamente en el *loop* del SQUID como se observa en la figura, y las variaciones en su flujo magnético es detectado por éste mismo. Esta característica es la que los distingue como altamente sensibles ($\simeq 10^{-9}$ emu), sin embargo sólo lo es para rangos de bajos campos y temperaturas. Según Ref. [27], los HTS- μ -S poseen esta gran sensibilidad para campos de hasta $120 mT$ y temperaturas entre $4.2 K$ y $70 K$, mientras que los LTS- μ -S se limitan a campos de hasta $30 mT$ y temperaturas que rondan los mK . Esto se transforma en una gran restricción del uso de estos dispositivos, para la medición de las respuestas magnéticas de nuestras muestras superconductoras. Como se indicará en el capítulo 5, en nuestros experimentos necesitamos controlar temperaturas por encima de los $80 K$.

2.2 Métodos Experimentales para la Medición de Muestras Microscópicas

En el próximo capítulo, haremos referencia al dispositivo que se implementará como micro-magnetómetro, constituyendo de esta forma una nueva técnica experimental para la medición de señales magnéticas de materiales de dimensiones micrométricas. También hablaremos acerca de las muestras superconductoras utilizadas en el desarrollo de este trabajo y de los diferentes procesos de micro-fabricación.

Capítulo 3

Técnicas de Microfabricación

En este capítulo expondremos y profundizaremos acerca de las diferentes técnicas de microfabricación y el proceso para obtener muestras magnéticas mesoscópicas de diversas formas geométricas, a partir de un material masivo o *bulk*. Además, se desarrolla con detenimiento el protocolo de diseño y manufactura del micro-sensor empleado en esta tesis, dos bobinas planares de tamaños microscópicos.

3.1. Muestras Superconductoras Mesoscópicas

Las muestras estudiadas en este trabajo, fueron fabricadas en la sala limpia del laboratorio de Bajas Temperaturas del Instituto Balseiro. Dichas muestras mesoscópicas se obtuvieron a partir de un cristal superconductor tipo II de alta temperatura crítica, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ (BSCCO) de dimensiones macroscópicas. En esta sección comenzamos desarrollando las diferentes técnicas de microfabricación que se emplearon, para culminar describiendo con detenimiento el protocolo de manufactura utilizado para sintetizar un disco superconductor microestructurado.

3.1.1. Litografía

La litografía es una técnica de impresión que permite transferir un determinado patrón a la superficie de un material sólido [28, 29]. Este proceso esencialmente consiste en depositar una delgada capa de resina sobre el sustrato o material que se pretende litografiar, luego se procede a exponer determinadas regiones de la muestra a un cierto tipo de radiación a la cual la resina es sensible, para luego llevar a cabo el proceso de revelado, es decir, para disolver la parte expuesta.

Existen dos diferentes tipos de técnicas litográficas, óptica y electrónica.

Litografía Óptica

También conocida como Fotolitografía, es una técnica que hace uso de polímeros sensibles a la radiación UV, y cuya solubilidad muestra una alteración en ciertos reveladores. Esta resina se deposita sobre la superficie de la muestra y a su vez, sobre ésta, una máscara cuyo patrón se desea transferir.

En el diagrama de la Figura 3.1 se representa el protocolo para llevar a cabo lo descrito anteriormente:

Deposición. Se deposita el material sobre un sustrato, generalmente de Silicio, y sobre éste la resina. Ésta última se coloca en forma de capa delgada mediante el proceso de centrifugado.

Exposición. En este punto se procede a exponer la resina a radiación UV a través de una máscara.

Revelado. Se sumerge el sistema en un revelador adecuado para disolver la porción de resina que quedó expuesta.

Ataque. Para remover el material no deseado (no protegido por la resina), se provoca el ataque físico de la muestra mediante iones de argón, Ar^+ (*dry etching*).

Resultado Final. La resina restante se disuelve en acetona. El diseño final de la muestra litografiada queda igual al de la máscara utilizada.

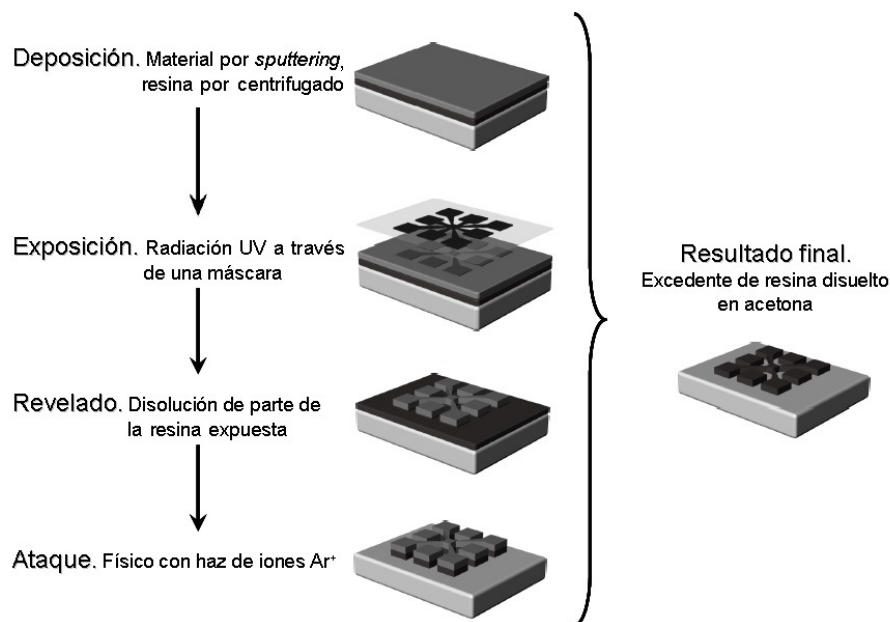


Figura 3.1: Esquema representativo de la técnica de litografía óptica

Este proceso litográfico permite resoluciones de hasta $1\ \mu\text{m}$ además de la factible exposición de áreas de hasta 5 cm de lado en tan sólo

3.1 Muestras Superconductoras Mesoscópicas

pocos segundos. Sin embargo, también presenta ciertos inconvenientes, uno de ellos es la elección apropiada y calidad de la máscara a utilizar, ya que a la hora de fotolitografiar se presentan factores tales como el área total de exposición, tamaño del patrón más pequeño, tiempo de fabricación de la máscara, etc. que requieren de un estudio previo para examinar qué tipo de máscara nos es conveniente. Además, el uso de determinada resina es primordial al momento de realizar una litografía óptica; existe una gran variedad de diferentes espesores (del orden de los μm), como así también de diferentes tiempos característicos de exposición y revelado (varía entre pocos segundos llegando a superar el minuto). De acuerdo a las exigencias del litografiado, se opta por una resina determinada.

Litografía Electrónica

Básicamente, el proceso de litografía electrónica es semejante al de litografía óptica a diferencia de que en la primera no se utilizan máscaras, sino que el diseño se realiza por computadora mediante un programa tipo CAD (*Computer Aided Design*). El protocolo litográfico es el siguiente: por medio del proceso de centrifugado se coloca una delgada capa de resina sensible a los electrones, luego se cocina para provocar la evaporación de los solventes y se comienza con el mecanismo de escritura mediante el haz de electrones de un microscopio electrónico de barrido, SEM. Finalmente en un revelador adecuado se disuelve la resina expuesta a la radiación.

La técnica de litografía electrónica posee varias limitaciones, el tiempo de escritura es una de ellas. El proceso de escritura es un proceso serial, es decir, se escribe de a un punto por vez, entonces de allí que el tiempo de escritura sea directamente proporcional al área expuesta; por ejemplo, para exponer un área de 1 mm^2 se necesitaría más de un día para llevar a cabo el proceso de escritura, indicando una gran limitación si se requiere de resultados en tiempos relativamente cortos.

Para fabricar las muestras superconductoras mesoscópicas que se utilizaron en el desarrollo de este trabajo, se hizo uso de la técnica de litografía electrónica sobre vidrio cromado para la creación de máscaras que luego se emplearon en el proceso fotolitográfico. Redes de círculos y cuadrados, son los que le dan forma a las máscaras que se divisan en la fotografía de la Figura 3.2. Las dimensiones tanto del diámetro de los círculos como del lado de los cuadrados, varían entre $10\text{ }\mu\text{m}$ y $50\text{ }\mu\text{m}$.

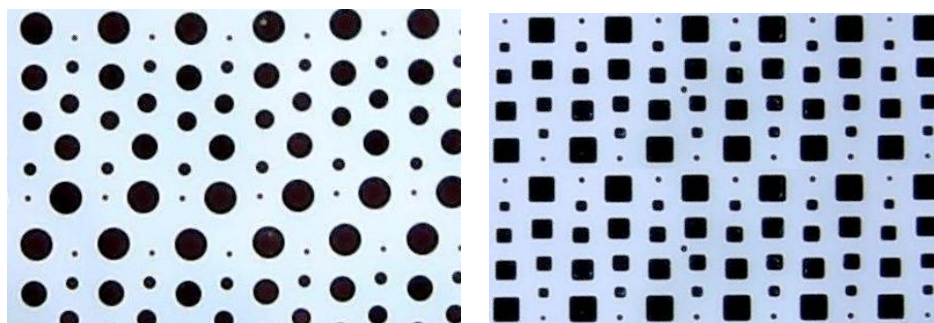


Figura 3.2: Máscaras utilizadas en el proceso de microfabricación de muestras superconductoras mesoscópicas. Éstas fueron obtenidas mediante la técnica de litografía electrónica. Las dimensiones de los patrones varían entre 10 y 50 micrones.

3.1.2. Técnica de Microfabricación

El proceso de microfabricación desarrollado por Dolz *et al* [23], de las muestras superconductoras empleadas en el transcurso de esta tesis, es el siguiente:

1. **Selección del monocristal.** El monocristal de BSCCO que se utilizó fue fabricado por M. Li [30] y su volumen es del orden de los mm^3 . Para su selección se aseguraron de que, bajo un microscopio óptico, una de sus caras refleje como un espejo para corroborar que dicha superficie es un plano de la muestra.
2. **Deposición del monocristal al sustrato.** Previo a adherir el monocristal al sustrato, se cercioraron que la superficie de éste último estuviese lo más limpia posible, clivando la superficie¹. Una vez realizado esto, fijaron el monocristal al sustrato por medio de pegamento cianocrilato conocido por su marca comercial “la gotita”.
3. **Litografía de los discos.** En este punto optaron por la técnica de litografía óptica principalmente porque el tiempo que el proceso conlleva, es de tan sólo unos minutos comparado con el de litografía electrónica que cuenta con varias horas de trabajo. El procedimiento que llevaron a cabo para realizar el litografiado de los discos está descrito en los tres primeros pasos de la Figura 3.1. Un ejemplo del sistema luego del revelado se muestra en las Figuras 3.3 y 3.4.
4. **Ataque iónico.** Este ítem se corresponde con el cuarto paso de la Figura 3.1. En esta etapa realizaron un *etching* físico mediante un cañón de iones de Ar^+ . Dado que éste mecanismo ataca a todos los materiales, escogieron una resina cuyo espesor era lo suficientemente grueso para evitar que cuando el haz de iones

¹Utilizando cinta adhesiva se quitan los planos más externos del cristal y de esta forma se obtiene una superficie homogénea y perfectamente plana.

3.1 Muestras Superconductoras Mesoscópicas

bombardeara la muestra, no atravesara la resina dañando de esta manera, al disco superconductor. La resina que utilizaron fue la AZ4620 con espesor de $\sim 5 \mu\text{m}$. Finalmente, quitaron esta última mediante su disolución en acetona. Ver Figuras 3.5, 3.6 y 3.7.

5. Clivaje de la muestra. Este punto representa la separación de los discos superconductores del resto del monocristal. Éste es un proceso muy artesanal que conlleva cierto tiempo, los detalles de su descripción se encuentran en Ref. [23].

En las fotografías que se muestran a continuación se visualiza parte del proceso descrito anteriormente. Éstas imágenes fueron obtenidas con el microscópio SEM del Instituto Balseiro.

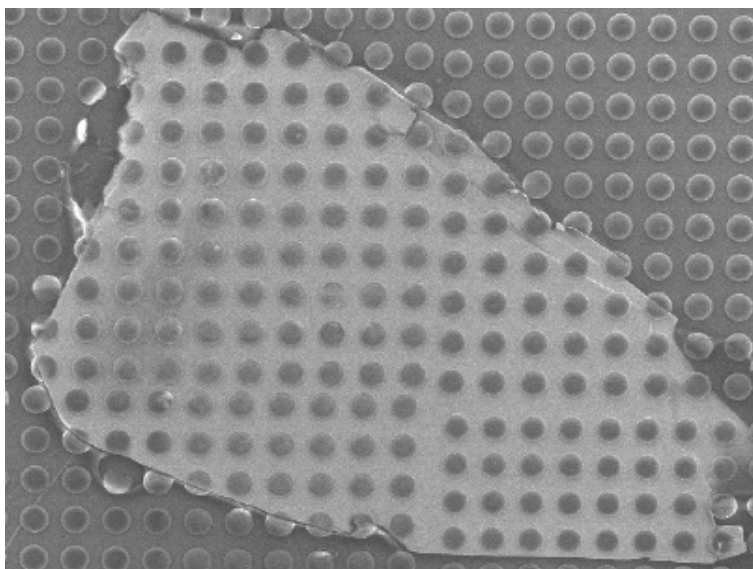


Figura 3.3: El triángulo que se observa corresponde al monocristal de BSCCO cuyas dimensiones son de aproximadamente 1.7 mm de largo y 1.2 mm de ancho máximo. Esta fotografía representa el estado de la fotolitografía justo después del revelado de la resina.

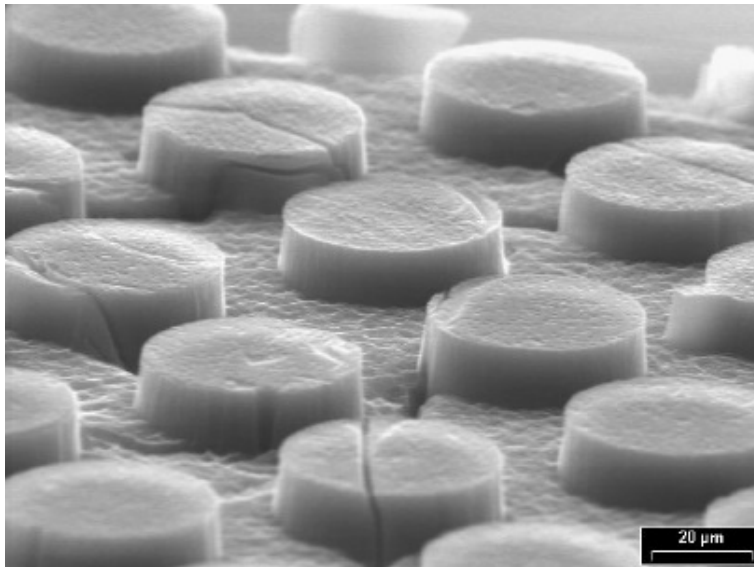


Figura 3.4: Esta foto es una reproducción de la imagen anterior desde una perspectiva diferente. Se observa con mayor detalle el perfil del monocristal luego de producida la etapa de revelado.

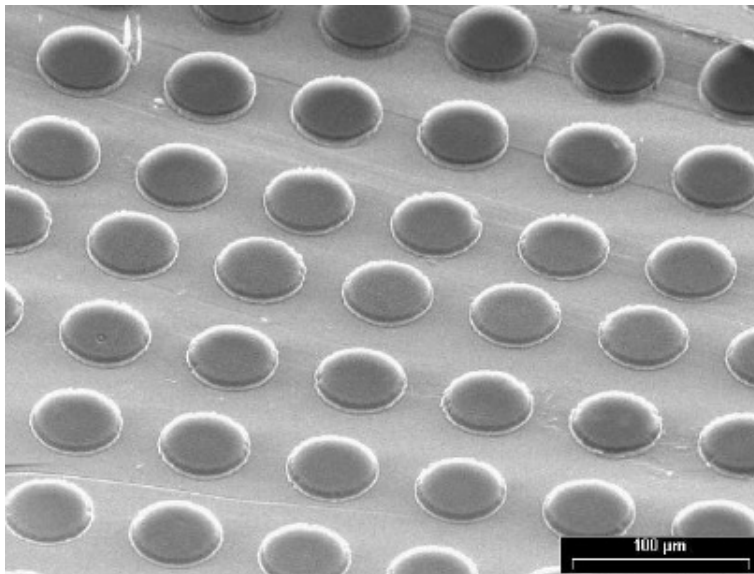


Figura 3.5: Se visualiza el estado del sistema luego de haber sometido al monocristal al proceso de ataque iónico. Se pueden divisar los discos superconductores protegidos por la resina, donde ésta última se corresponde con los círculos oscuros de la fotografía.

3.1 Muestras Superconductoras Mesoscópicas

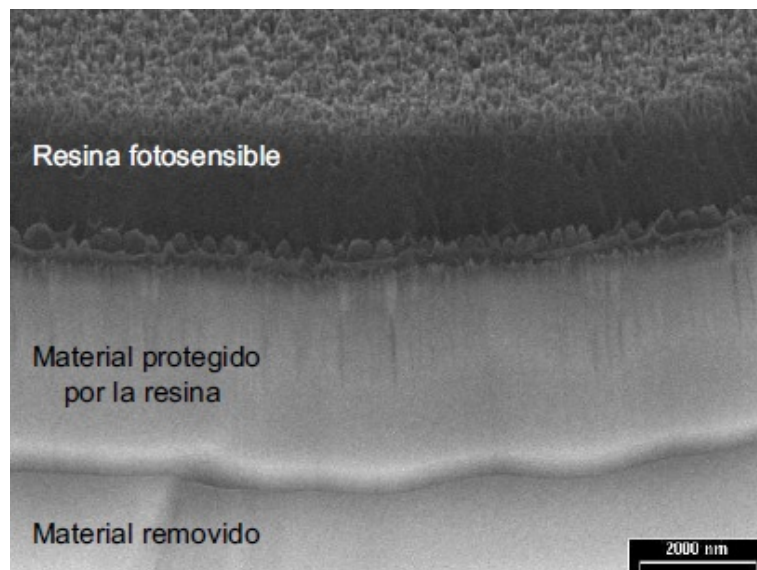


Figura 3.6: Ampliación de la fotografía anterior. Se muestra el perfil de uno de los discos que sobresale del monocristal de BSCCO. La altura de este disco (material protegido más resina fotosensible) es de aproximadamente $3.5\ \mu\text{m}$

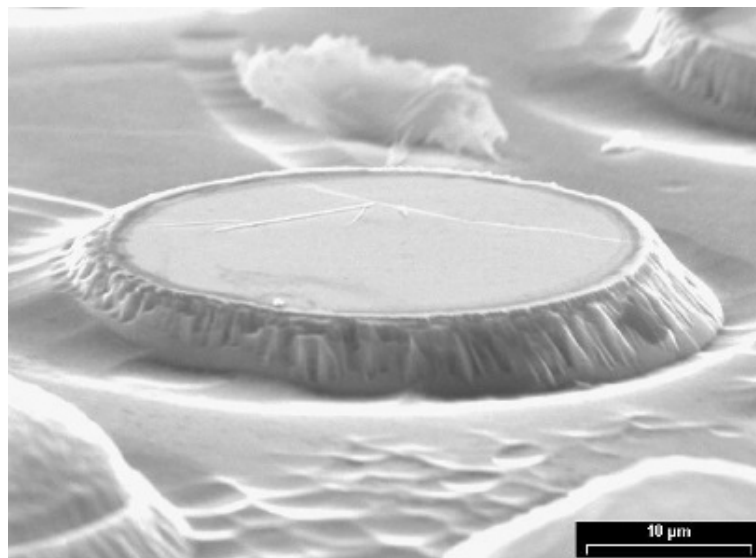


Figura 3.7: Esta imagen representa el estado final del proceso de litografía óptica, es decir, luego de haber disuelto los restos de resina en acetona.

3.2. Micro-bobinas planares

En esta sección detallamos el proceso de fabricación y el funcionamiento de nuestro micro-dispositivo, del que nos valemos para obtener y estudiar las respuestas magnéticas de las muestras mesoscópicas BSCCO que mencionamos en el apartado anterior.

Este micro-sensor consiste de dos bobinas planares de geometría octogonal, con dieciocho vueltas de enrollado cada una que se encuentran posicionadas una encima de la otra. La conexión física entre ellas, es una conexión en serie donde el sentido de enrollado de la micro-bobina superior difiere del de la micro-bobina inferior. Cada bobina posee su micro-contacto que facilita la conexión con los instrumentos de medición.

3.2.1. Fabricación

Las micro-bobinas fueron fabricadas mediante un proceso estándar denominado *Multi User MEMS Process* (MUMPS) que ofrece la empresa MEMSCAP [31]. El proceso básicamente consiste en la deposición de tres capas de silicio policristalino para contactos y estructuras móviles, que se encuentran separadas mediante dos capas de óxido de silicio a las que se denominan “material de sacrificio” y por último cuenta con una capa de metal destinada a los contactos. En la Tabla 3.2.1 se exponen los materiales utilizados en este proceso de microfabricación con sus respectivos nombres y espesores.

Visualizamos con mayor detalle el diseño del micro-sensor y los materiales utilizados para su fabricación en la Figura 3.8. En este punto es de gran importancia mencionar que nuestro dispositivo no cuenta con estructuras móviles y además, sólo fueron necesarias dos capas de silicio policristalino para su fabricación². Esto se debe a que en nuestro sistema existen sólo dos micro-bobinas (Poly0 y Poly2) que se disponen una frente a la otra, separadas entre sí por una distancia de $2.75\ \mu\text{m}$.

En la parte (a) de la Figura 3.8 se muestra el dispositivo visto desde arriba. La estructura del MEMS en sí, desde un punto de vista transversal, se observa en las partes restantes de la figura. El proceso de manufactura de las micro-bobinas se produce sobre un *wafer* de silicio fuertemente dopado con fósforo al que se le deposita, primero, una capa de nitruro de silicio mediante la técnica de deposición química gaseosa de baja presión (LPCVD). Esta capa sirve de aislante eléctrico. Luego, por medio de la misma técnica se deposita la primer capa de polisilicio denominada Poly0. En esta etapa, se realiza una litografía óptica para remover el material y que sólo permanezca el correspondiente al diseño. Se continúa con la deposición de óxido de silicio al que también se le aplica la técnica de fotolitografiado. De manera más general, a cada capa que conforma la estructura de las micro-bobinas se le realiza el

²Se prescinde de la capa Poly1 que se indica en la tabla 3.2.1.

3.2 Micro-bobinas planares

proceso de litografiado y remoción del material. Finalmente se deposita la capa de metal a través del método *lift-off*.

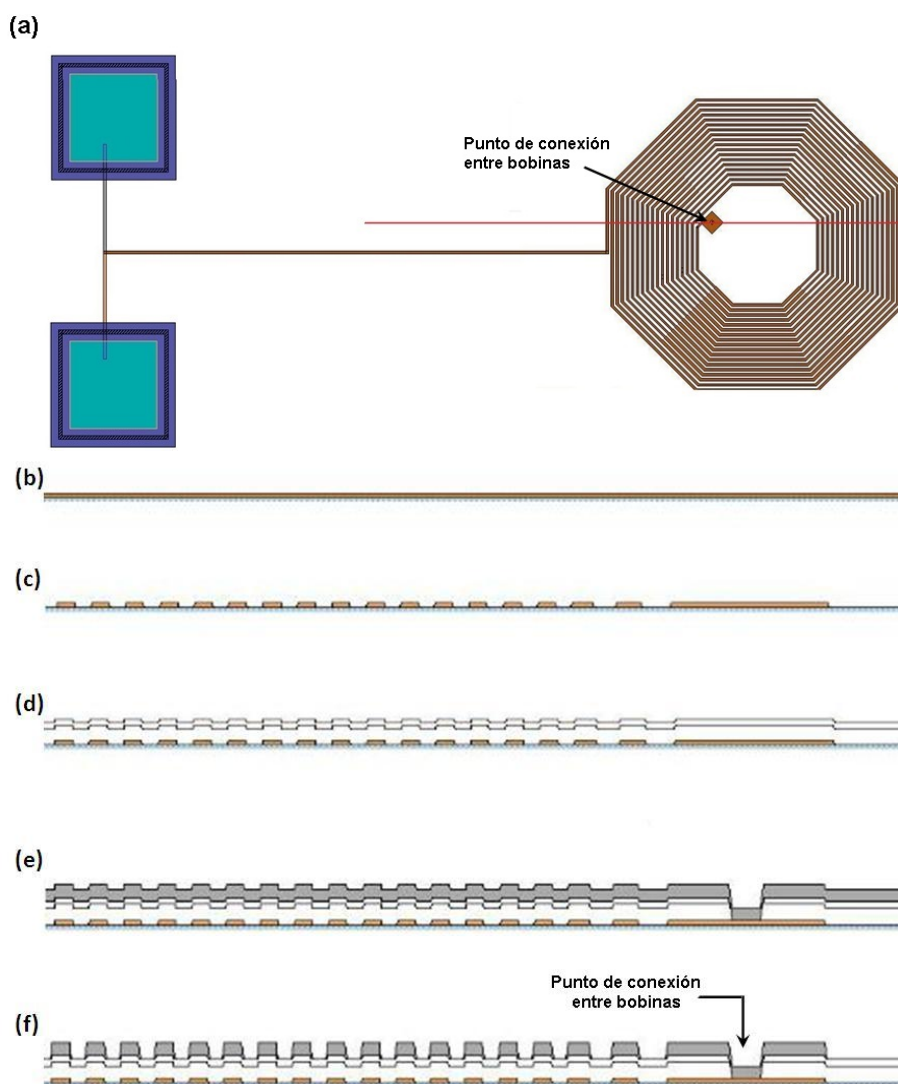


Figura 3.8: Proceso de microfabricación MUMPS. (a) Diseño de las micro-bobinas visto desde arriba. De (b) a (f) se muestra la perspectiva transversal del micro-sensor indicado con la línea roja en la primer imagen. (b) Se comienza con la deposición de silicio policristalino al que luego, (c), se le practica la técnica de litografía óptica. (d) Se deposita dos capas de óxido de silicio prescindiendo del material Poly1. (e) y (f) Se coloca una capa de material Poly2 y se le realiza una litografía óptica. La última capa del proceso es metálica y sólo se visualiza en los contactos cuadrados de la parte (a). Observar que los espesores de Poly0 y Poly2, correspondientes a las dos micro-bobinas, son diferentes tal y como se detalló en la tabla 3.2.1. También se puede visualizar el punto de conexión entre ambas bobinas que conforman nuestro dispositivo.

Material	Nombre	Espesor [μm]
Nitruro de Silicio	Nitride	0.6
Silicio policristalino	Poly 0	0.5
Óxido	First Oxide	2.0
Silicio policristalino	Poly 1	2.0
Óxido	Second Oxide	0.75
Silicio policristalino	Poly 2	1.5
Metal (Au)	Metal	0.5

Tabla 3.1: Nombres y espesores de los materiales utilizados en el proceso MUMPS en el orden de deposición estándar.

3.2.2. Funcionamiento de las Micro-bobinas

En la Figura 3.9 se muestran fotos del micro-sensor. Como comentamos en párrafos anteriores, las bobinas poseen una geometría octogonal; además, se encuentran situadas una encima de la otra y están conectadas en serie con sentido de giro opuesto. Esto implica que, ante la presencia de campos magnéticos alternos externos, los voltajes inducidos en las bobinas son iguales en magnitud pero de signos opuestos. Al colocar una muestra magnética sobre una de ellas, las FEMs inducidas se descompensan generando así una señal que depende de la capacidad de apantallamiento de dicha muestra. En simples palabras, el principio de funcionamiento básico de nuestro micro-sensor se respalda en la Ley de inducción de Faraday.

Para generar el campo magnético alterno, se fabricó una bobina de doscientas vueltas de bobinado y 8.7 mm de radio externo y se la posicionó frente al micro-sensor de manera que ambos fueran concéntricos. Esta bobina se alimentó por medio de un generador de funciones, programado para emitir una señal sinusoidal de tensiones y frecuencias de excitación ajustables.

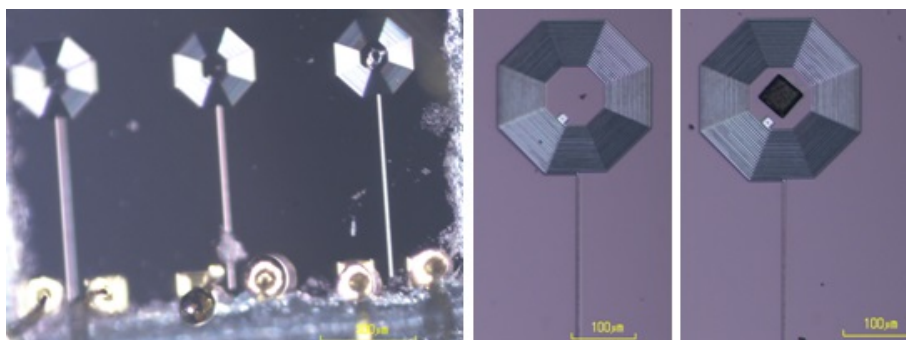


Figura 3.9: *Izquierda*, tres sistemas de micro-bobinas independientes. Se pueden observar los contactos de conexión. *Centro*, micro-bobina sin muestra. *Derecha*, micro-bobina con muestra superconductora ($Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$) en su centro.

3.2 Micro-bobinas planares

Deducción de Cálculos Teóricos.

Con lo explicado anteriormente, podemos decir que según la Ley de Faraday cuando la bobina de doscientas vueltas de enrollado genere un campo magnético alterno, sobre el sistema de micro-bobinas se inducirá una FEM ε cuya magnitud será directamente proporcional a la tensión y a la frecuencia de excitación de la bobina AC. Por medio de ecuaciones, esto se expresa de la siguiente manera:

Al campo magnético alterno generado por la bobina AC lo podemos escribir como

$$h_{ac-z} = \alpha I(t)$$

donde h_{ac-z} es la componente del campo magnético alterno a lo largo del eje z^3 , $I(t)$ es la corriente variable en el tiempo que circula por la bobina AC y α es una constante a conocer que depende de las características de la bobina AC.

Dadas las condiciones de nuestro problema, el flujo magnético promedio que atraviesa la superficie de “una” micro-bobina lo podemos escribir como

$$\phi(t) = \alpha I(t) 18\pi \langle r^2 \rangle$$

donde 18 es el número de espiras de la micro-bobina y $\langle r^2 \rangle$ es el valor medio del cuadrado del radio de la micro-bobina, que para mayor simplicidad en los cálculos, las consideramos como bobinas circulares.

Considerando que $I(t) = I_p \cos(\omega t)$ con ω dos π -veces la frecuencia f del generador, la ε_{ind} en las micro-bobinas es:

$$\varepsilon_{ind} = -\frac{\partial \phi(t)}{\partial t} = 18\alpha\pi \langle r^2 \rangle \omega I_p \sin(\omega t)$$

Escribiendo $\varepsilon_{ind} = \varepsilon_p \sin(\omega t)$, la ecuación anterior nos queda:

$$\varepsilon_p = 18\alpha\pi \langle r^2 \rangle \omega I_p \quad (3.1)$$

donde ε_p es el valor pico en la FEM inducida.

La Ec. 3.1 es la FEM que se induce en sólo una de las micro-bobinas. Consideremos el caso de nuestro sistema de dos micro-bobinas planares, donde la bobina superior contiene en su centro a la muestra superconductora. Identificamos a la bobina superior con la etiqueta “A”, mientras que a la bobina inferior la distinguimos por bobina “B”. Podemos considerar que la Ec. 3.1 es el valor de la FEM inducida en la micro-bobina superior cuando nuestra muestra se encuentra en el estado normal metálico, que de acuerdo a lo expresado en párrafos anteriores, a la micro-bobina inferior que no posee muestra superconductora en su centro, se le induce una FEM de igual valor pero con signo opuesto. Es decir, $\varepsilon_p = \varepsilon_{A-norm} = \varepsilon_B$, donde ε_p está dado por la Ec. 3.1.

³Sólo nos interesa esta componente, dado que el sistema conformado por el micro-sensor y la bobina AC, es un sistema concéntrico.

Cuando la temperatura del sistema se reduce por debajo de la temperatura crítica T_c , la muestra magnética se encuentra en la fase termodinámica superconductora. Ahora, la Ec. 3.1 no se corresponde con la FEM inducida en la bobina A. Suponiendo que en esta fase, la variación en la FEM sólo influye a la micro-bobina superior, tenemos que $\varepsilon_p = \varepsilon_B > \varepsilon_{A-spc}$. Consideremos la situación ideal en que la muestra superconductora expulsa la totalidad del campo magnético de su interior, entonces podemos escribir que el flujo magnético a través de la bobina A es

$$\phi(t) = \alpha I(t) \{18(\pi \langle r^2 \rangle - L^2)\}$$

donde L es el lado de la muestra superconductora cuya geometría es cuadrada, ver fotos de la Fig. 3.9. Por lo tanto, obtenemos que

$$\varepsilon_{A-spc} = \alpha \omega I_p \{18(\pi \langle r^2 \rangle - L^2)\} \quad (3.2)$$

donde ε_{A-spc} es la FEM inducida en la micro-bobina superior cuando la muestra en su centro se encuentra en el estado superconductor.

Finalmente, para obtener el valor de la FEM inducida en nuestro sensor (considerando las dos micro-bobinas) cuando la muestra magnética se encuentra en el estado superconductor, sólo basta con restar las ecuaciones 3.1 y 3.2 respectivamente. Por lo tanto,

$$\begin{aligned} \varepsilon_{sensor} &= \varepsilon_B - \varepsilon_{A-spc} = \varepsilon_{A-norm} - \varepsilon_{A-spc} \\ &= \alpha \omega I_p \{18\pi \langle r^2 \rangle - 18(\pi \langle r^2 \rangle - L^2)\} \\ &= 18\alpha \omega I_p L^2 \\ \varepsilon_{sensor} &= 36\pi \alpha L^2 \frac{f V_p}{R} \end{aligned} \quad (3.3)$$

donde f y V_p son los diferentes valores de frecuencia y tensión pico de excitación en que se programa el generador de funciones que alimenta la bobina AC y R es el valor de la resistencia limitadora que conectamos entre el generador y la bobina AC como se observa en la Figura 3.10. El valor de α fue obtenido experimentalmente la FEM que se induce en una espira de prueba de 0.76 mm de diámetro, situada ocupando la misma posición que el micro-sensor tiene frente a la bobina AC.

Por lo tanto, de la Ec. 3.3 concluimos que la señal que nos entrega el sensor es directamente proporcional a la tensión y frecuencia de excitación. Como nuestras muestras tiene un valor de L de 40 μm y 20 μm , el valor de ε_{sensor} estimado para la muestra superconductora de mayor lado es de 1 μV aproximadamente, mientras que para la muestra superconductora de menor tamaño se espera encontrar un salto en la señal que ronde los 0.25 μV .

Antes de comenzar a trabajar con el dispositivo que aquí describimos, se llevó a cabo una experiencia a un nivel macroscópico para ratificar toda la teoría que fundamentamos en

3.2 Micro-bobinas planares

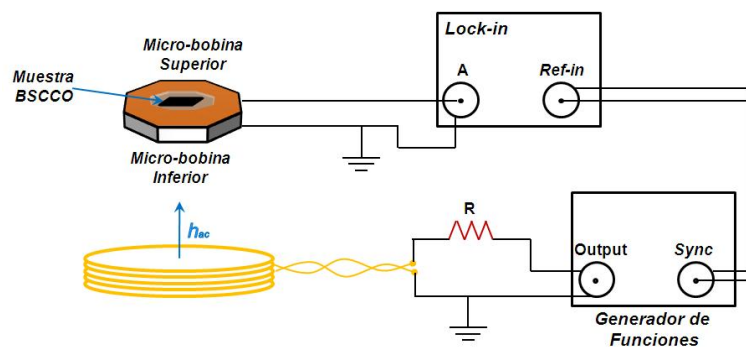


Figura 3.10: Esquema representativo de los diferentes dispositivos utilizados. Notar que las micro-bobinas no están a escala respecto de los restantes instrumentos diagramados.

esta última sección. Tal experimento macroscópico se describe en el siguiente capítulo donde también exponemos los resultados obtenidos.

Capítulo 4

Experimento Macroscópico

Este trabajo de tesis se orienta hacia el desarrollo e implementación de nuevas técnicas experimentales para el estudio de muestras magnéticas mesoscópicas. Para ello se diseñó y fabricó un nuevo sistema constituido por dos micro-bobinas planares que, como hemos comentado anteriormente, se lo desea implementar como magnetómetro de alta sensibilidad. En el capítulo 5 ahondaremos sobre la etapa de caracterización de este nuevo sistema. Ahora sólo recordamos brevemente que la configuración física de este micro-sensor consiste en su forma geométrica octogonal donde las micro-bobinas están situadas una encima de la otra y conectadas en serie con sentido de giro opuesto.

En el presente capítulo se diseña y fabrica a escala macroscópica un sistema de bobinas planares que reproduce a escala nuestro micro-sensor. Midiendo con este sistema la transición superconductora de una muestra circular de 2.3 cm de diámetro y 4 mm de espesor, es posible estimar la señales que se deberían medir en el experimento con las micro-bobinas.

4.1. Bobinas Planares Macroscópicas

Respetando el diseño de las micro-bobinas planares de 18 vueltas de bobinado, su tamaño de aproximadamente 235 micrones de diámetro externo y su forma geométrica octogonal, se diseñaron las macro-bobinas a una escala adecuada mediante el uso del programa *AutoCAD*. Se construyó la bobina a escala macroscópica mediante el “método de suministro de calor”, para el que se utilizó una placa de circuito impreso (PCB) de doble cara y papel *Press and Peel* (PNP). En la Figura 4.1 se muestran los pasos seguidos durante la fabricación.

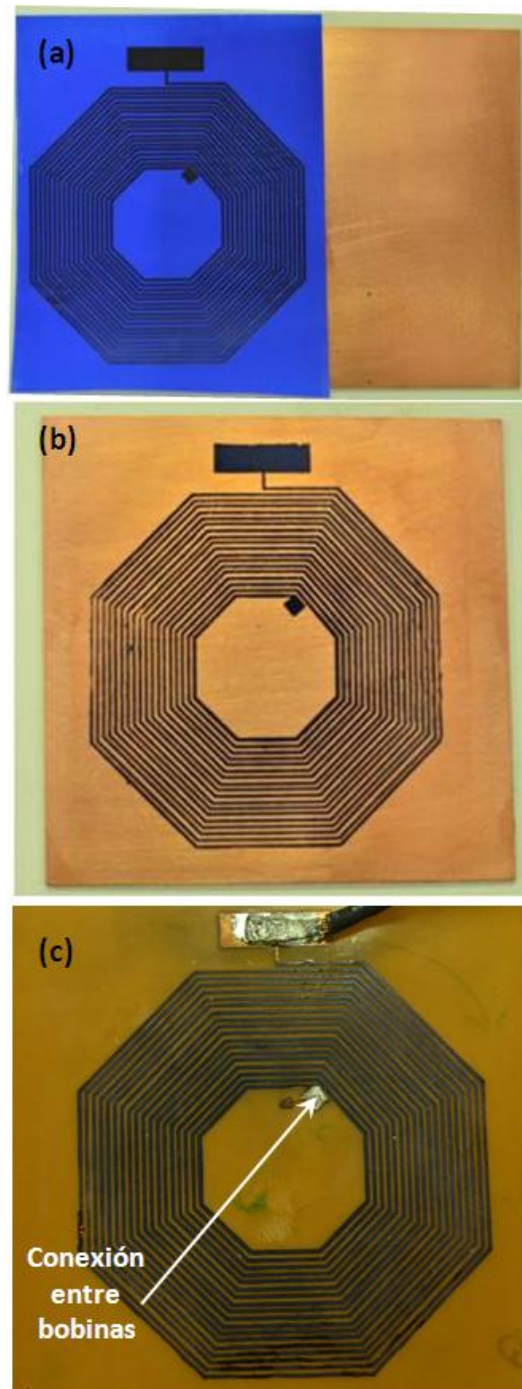


Figura 4.1: Proceso de fabricación de las bobinas planares. (a) Se pule la placa PCB hasta que el cobre pierda su brillantez. (b) Se stampa el diseño ya impreso en el papel PNP mediante el método de suministro de calor. Una vez realizado esto, se da comienzo al *etching* químico para quitar el excedente de cobre durante un tiempo aproximado de entre 5 y 7 minutos. Al finalizar, se enjuaga la PCB en agua para eliminar todos los posibles residuos del punto anterior. (c) Se concluye el proceso de fabricación con el conexionado de los contactos del dispositivo.

4.1 Bobinas Planares Macroscópicas

El proceso completo para la construcción de las bobinas es el siguiente:

Limpieza. Se lijó la PCB hasta que el cobre perdiera su brillantez. Una vez pulida, se pasó alcohol isopropílico sobre la superficie para eliminar todas las impurezas.

Deposición. Se colocó el diseño ya impreso en el papel PNP sobre la placa pulida, sujetándolo para impedir su movimiento, y con una plancha bien caliente se fijó el diseño del papel a la placa; fotos (a) y (b).

Etching químico. Una vez que se realizó el paso anterior sobre las dos caras de la placa de circuito impreso, teniendo la precaución de que ambas bobinas quedaran bien centradas, se procedió a quitar el excedente de cobre haciendo uso de cloruro férrico, dejando solamente el diseño de las bobinas sobre la superficie de la PCB; foto (c).

El *etching* químico consistió en sumergir la PCB en un recipiente con cloruro férrico teniendo la precaución de que no debería permanecer durante mucho tiempo en remojo (entre 5 y 7 minutos), dado que existía la posibilidad de que el cloruro atacara aquellas regiones de cobre donde se encontraba el diseño. Una vez que se extrajo la placa del cloruro, se la sumergió bajo agua corriente de la red para cortar con el *etching* químico.

Conexionado. Siguiendo el circuito de conexión de las micro-bobinas, a las bobinas creadas en esta etapa también se las conectó en serie y con sentido de giro opuesto. Se visualizan los contactos del dispositivo en la fotografía (c) de la Figura 4.1.

Finalmente, las medidas de las bobinas son:

- Diámetro interno (entre primeras espiras): (3.2 ± 0.1) cm
- Diámetro externo (entre espiras externas): (7.8 ± 0.1) cm
- Distancia entre bobinas: (1.58 ± 0.02) mm

De esta forma, nuestro sistema de bobinas planares representa al micro-sensor en una escala aproximada de 1:333.

La muestra magnética macroscópica utilizada es un superconductor tipo II de alta temperatura crítica ($T_c \simeq 100$ K), $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO); se trata de una muestra de tipo comercial que ya se encontraba disponible en el laboratorio.

Para generar un campo magnético alterno externo, se construyó una bobina de 4 cm de diámetro y de 40 vueltas de enrollado de cable de cobre de 0.55 mm de diámetro. Esta bobina externa se conectó en serie a una resistencia limitadora $R = 10 \Omega$ y

ésta, a la vez, al generador de funciones capaz de generar una señal alterna de 10 KHz y 0.2 Vpp (lo que equivale a un campo magnético en el centro de la bobina de 0.1 Oe).

Con esta configuración experimental se midió la respuesta de esta muestra en función de la temperatura. Para ello se utilizó un amplificador *lock-in Model 7280* de *Signal Recovery* cuya entrada de referencia se sincronizó con el generador de funciones; a las entradas A y B del *lock-in* se conectaron las bobinas planares. Al realizar dicho experimento, se pudo establecer la temperatura a la cual la muestra transiciona de un estado normal a uno superconductor, es decir, su temperatura crítica.

En esta etapa se llevó a cabo el siguiente protocolo de medición.

Setup experimental. Como se indica en la Figura 4.2, se conectaron las dos bobinas octogonales a las entradas A y B del amplificador *lock-in* y el punto medio entre ambas se conectó a tierra. Dado que las bobinas octogonales tienen sentido de giro diferente, la señal medida es la FEM inducida, ε_{ind} , en una de ellas menos la FEM inducida en la otra, es decir, A-B.

Sobre una de las bobinas octogonales se colocó la muestra superconductora (YBCO) en un recipiente con Nitrógeno Líquido de tal forma que quedara posicionado en el centro de las bobinas. Alrededor del recipiente que contiene la muestra magnética se situó la bobina generadora de campo magnético alterno que iba conectada al generador de funciones a través de una resistencia limitadora R .

Sobre una cara de la muestra superconductora se posicionó una termocupla con el fin de medir los cambios de temperatura experimentados por la muestra a medida que el Nitrógeno Líquido se evaporaba.

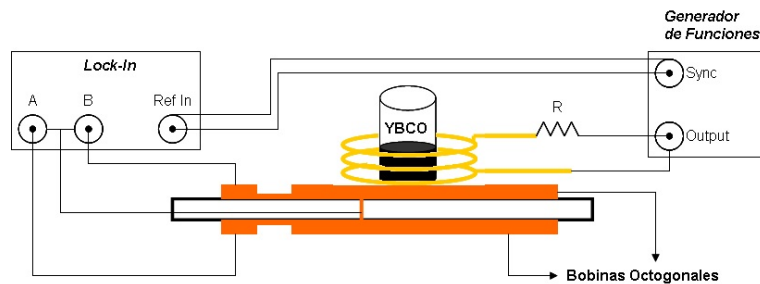


Figura 4.2: *Setup Experimental.* Se mide la diferencia entre las FEMs inducidas en cada bobina.

4.2. Resultados y Conclusiones

Se llevaron a cabo cuatro mediciones donde los datos obtenidos se presentan en las curvas de la Figura 4.3. Con el criterio del 50 % en la transición Normal-Superconductor, se observa que el rango de transición de la muestra va desde los 89 K hasta 110 K. El correspondiente tratamiento de los datos se muestra en la Figura 4.4 donde se gráfica la curva promedio normalizada, ε_{norm} , al máximo valor de la ε_{ind} ($\varepsilon_{norm} = \varepsilon_{ind}/\varepsilon_{max}$) en función de la temperatura. La temperatura crítica estimada es $T_c = (98 \pm 3)$ K.

Observando la Figura 4.3 vemos que el salto en la transición es aproximadamente 0.06 mV. Este valor no acuerda con el calculado a partir de la Ec. 3.3 el cual es del orden de 3 mV. La discrepancia entre el valor medido y el calculado se debe a que en el experimento la expulsión del flujo magnético por parte de la muestra YBCO afecta, en distintas proporciones, a ambas bobinas¹. De hecho, midiendo la señal en cada bobina por separado, se pudo determinar que en la superior (la bobina que posee la muestra) y en la inferior se registran saltos en la tensión inducida del orden de 0.93 mV y 0.87 mV, respectivamente. Es decir, la diferencia entre estas dos señales se corresponde con los 0.06 mV medidos originalmente. De no haber existido una expulsión de campo en la bobina inferior, notemos que la señal medida debería haber sido aproximadamente 1 mV, un valor que tiene el mismo orden de magnitud al calculado con la Ec. 3.3.

La muestra magnética utilizada en el desarrollo de esta experiencia, es el superconductor de alta temperatura crítica que se visualiza en la Figura 4.5. La misma posee geometría circular y posee 2.3 cm de diámetro y 4 mm de espesor. Su estado no es óptimo ya que la superficie presenta grandes irregularidades y ha sido afectada por diferentes factores, entre ellos, la humedad. Esto contribuye a una inhomogeneidad en la muestra capaz de provocar alteraciones en los resultados de las mediciones de temperatura crítica.

Un inconveniente es que en el proceso experimental, la muestra se enfría con Nitrógeno Líquido y se mide la temperatura crítica de transición a medida que el Nitrógeno se evapora. Durante el transcurso de las mediciones, el superconductor se calienta inhomogéneamente y por ende, las partes más calientes transicionan antes que el resto. Además, el método para medir la temperatura no es un método eficaz, debido a que sólo existe un pequeño contacto entre la termocupla y la superficie irregular de la muestra magnética.

¹Notar que la Ec. 3.3 es aproximada y supone implícitamente que la expulsión de campo se produce sólo sobre la bobina en la cual está depositada la muestra.

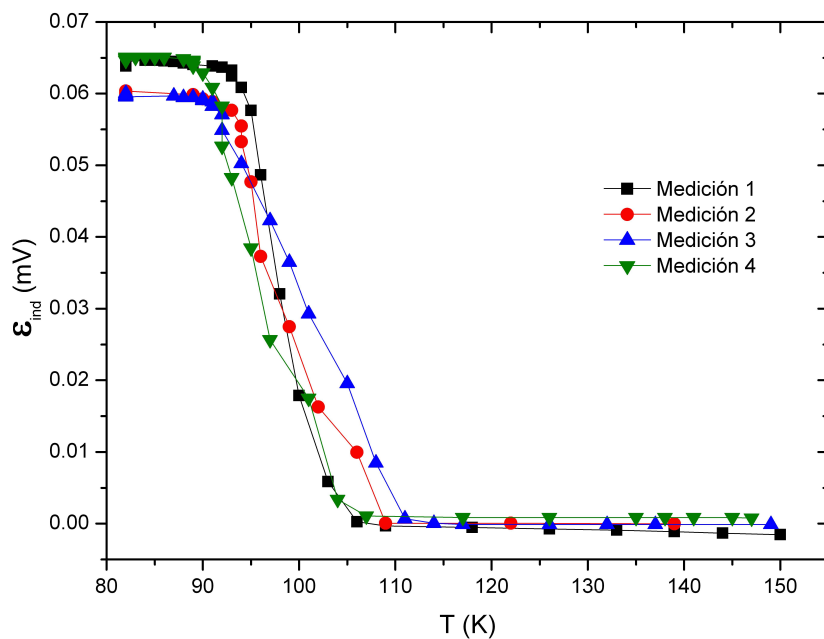


Figura 4.3: Gráfica de ε_{ind} vs. T para las diferentes curvas obtenidas.

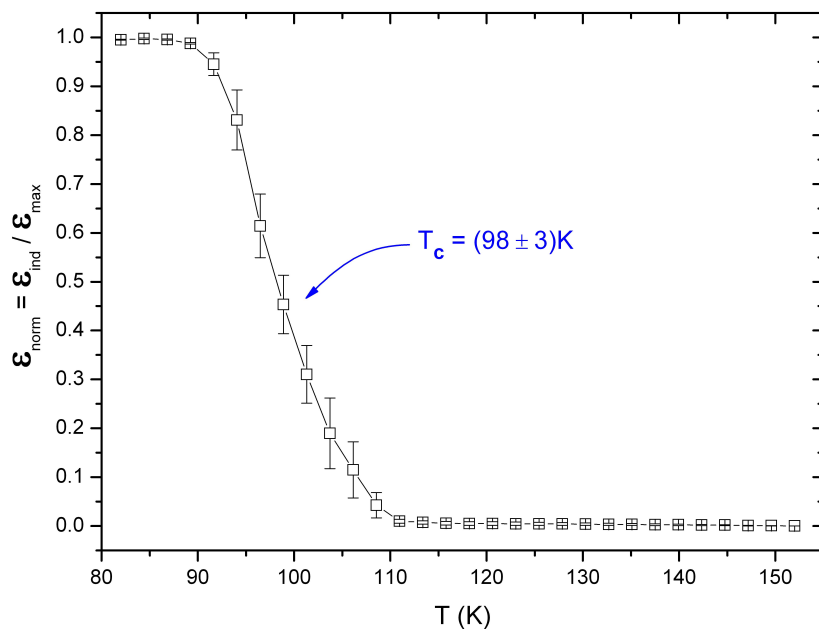


Figura 4.4: Curva promedio normalizada ε_{ind} vs. T . A partir de esta curva se determina una temperatura crítica de $T_c = (98 \pm 3)$ K.

4.2 Resultados y Conclusiones

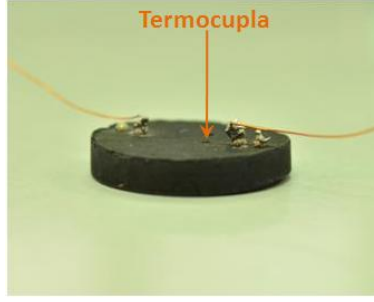


Figura 4.5: Muestra magnética utilizada en esta etapa. Se trata de un material superconductor de alta temperatura crítica denominado YBCO.

No obstante estos problemas, en nuestro experimento se pudo detectar la transición de fase a una temperatura crítica cercana a la del YBCO ($T_c \simeq 100$ K). Además, teniendo en cuenta las señales medidas aquí y suponiendo que en el experimento microscópico, que se describirá en el próximo capítulo, la expulsión por parte de la muestra en la bobina inferior es despreciable (esto se justificará más adelante), es posible inferir fácilmente la magnitud del salto en la tensión inducida que debería observarse en el experimento con el micro-sensor.

En particular, teniendo en cuenta los parámetros usados en ambos experimentos (en el experimento microscópico se usa una frecuencia 10 veces mayor y un campo AC con una intensidad 5 veces más grande) así como el cambio en el área de las muestras (el área de la muestra microscópica es 10^{-4} veces más pequeña), concluimos que la magnitud de las señales a detectar serán aproximadamente de $1 \mu\text{V}$.

Capítulo 5

Experimento Microscópico

En el presente capítulo exponemos la etapa de caracterización de nuestro nuevo micro-sensor. Se implementan dos configuraciones experimentales diferentes, la segunda de las cuales permite obtener la respuesta magnética de un material superconductor mesoscópico. Con este sistema se pudo medir la transición de dos muestras de diferentes tamaños.

En lo que sigue, se describirá cada setup experimental de manera más meticulosa y a la vez, se detallará el funcionamiento de todos los equipos utilizados en esta etapa y la forma en que se adquirieron los datos que se exhiben. Finalmente, se muestran los resultados obtenidos y las conclusiones acerca del funcionamiento de las micro-bobinas planares utilizadas como micro-magnetómetro.

5.1. Equipos y Técnicas de Medición

Para poder llevar a cabo el experimento a escala microscópica se utilizaron cuatro equipos que, de manera imprescindible, nos posibilitaron la obtención de los resultados que exponemos más adelante. Dos de ellos ya fueron presentados en la etapa experimental a escala macroscópica descrita en el Cap. 4, ellos son el amplificador *lock-in* y el generador de funciones, el resto los presentamos a continuación.

5.1.1. Criogenerador de Ciclo Cerrado

Todas las mediciones presentadas en esta etapa de la tesis, fueron realizadas en un criogenerador de ciclo cerrado de ^4He que nos permite alcanzar temperaturas de hasta 2.5 K. En la Figura 5.1 se pueden visualizar las diferentes partes que conforman el equipo:

- Dos conectores que vinculan el compresor de Helio y el criogenerador. El compresor comprime el Helio gas y por medio de un dispositivo *RunBox* se posibilita la entrada del Helio líquido hacia el cabezal del criogenerador.

- Una interfase que permite la conexión entre el criogenerador y la bomba de vacío turbo-mecánica. Ésta optimiza la reducción de presión en la región del portamuestras a presiones cercanas a 10^{-6} Torr.
- Una válvula de escape. Debido a que la presión podría aumentar al calentarse el equipo.
- Un calefactor que permite controlar la temperatura en el interior y un termómetro A.
- Una entrada de cables que es la conexión directa entre el exterior y el interior del criogenerador. Por un lado, se encuentran los cables que permiten la conexión del calefactor y el termómetro a un dispositivo externo llamado controlador de temperatura; por el otro, están disponibles los cables que optimizan las posibles conexiones que se desean realizar en el portamuestras del equipo. Estos últimos son de cobre y están entrelazados de a pares, se encuentran arrollados a lo largo del soporte del portamuestras y llegan hasta el portamuestra al que se conectan mediante conectores de oro.
- Dos camisas de cobertura. La más externa representa la camisa de vacío que aísla el interior del equipo de sus alrededores. La camisa de radiación tiene por objetivo, atenuar la radiación proveniente del exterior del equipo; se simboliza con un color anaranjado en el interior de la camisa de vacío.

El portamuestras del equipo demora aproximadamente dos horas en alcanzar los 2.5 K desde temperatura ambiente. Esto se debe a que el proceso de enfriamiento es un proceso indirecto, es decir, el *RunBox* es el dispositivo que posibilita la circulación del Helio líquido desde el compresor hasta el cabezal del criogenerador y de allí, por conducción se produce el enfriamiento del soporte del portamuestras y finalmente al portamuestras mismo donde se conecta nuestro sistema.

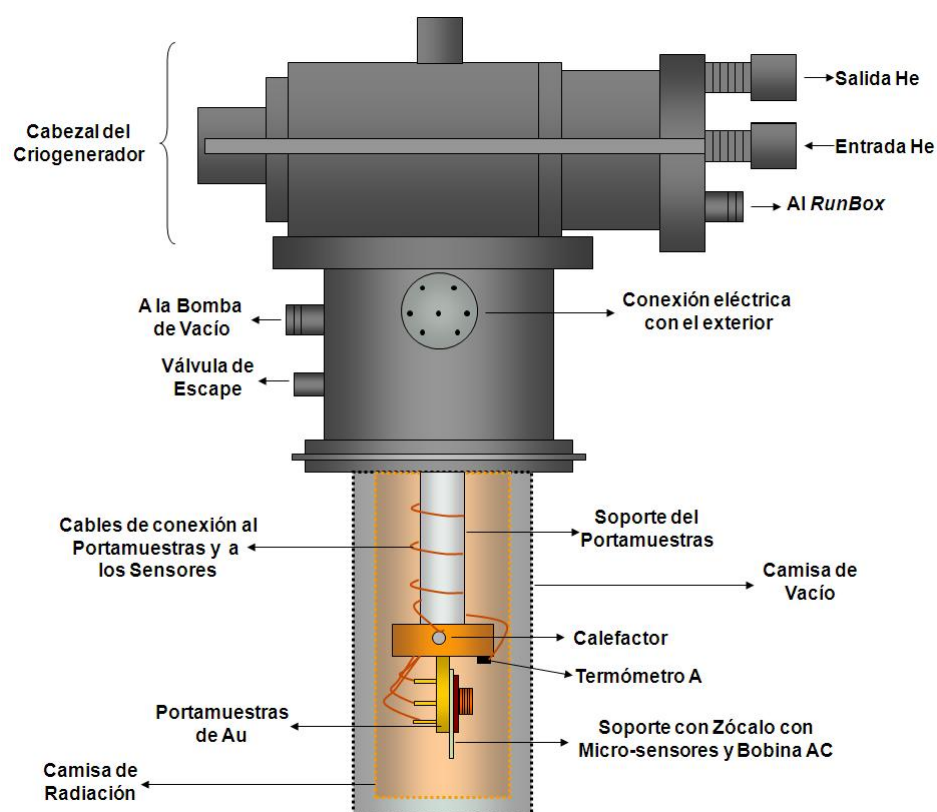


Figura 5.1: Esquema representativo del Criogenerador de Ciclo Cerrado. Se indican las diferentes partes que conforman el equipo. También se puede visualizar una representación del montaje de nuestro sistema en el portamuestras de Au.

5.1.2. Medición de la Temperatura

Se mide la temperatura del sistema mediante el Termómetro A de la Fig. 5.1, el cual es un termómetro Silicon Diode DT-670B-CU de *LakeShore Cryotronics* calibrado de fábrica. Como se mencionó anteriormente, éste se encuentra conectado al controlador de temperatura criogénico *Model 331S de LakeShore Cryotronics Inc.* cuya función es la de regular la temperatura del sistema a través de un calefactor que opera sobre el soporte del portamuestras mediante un protocolo tipo PID (*Proportional-Integral-Derivative*). De esta manera, el controlador junto con el termómetro y el calefactor permiten variar la temperatura del sistema consiguiendo, eficazmente, manipular tanto la velocidad de enfriamiento como la de calentamiento con gran precisión.

5.1.3. Configuración Experimental

En la Figura 5.1 se muestra el montaje de nuestro sistema en el equipo criogenerador. El *wafer* donde se sitúan las micro-bobinas se encuentra adherido a un zócalo de material dieléctrico cuya parte trasera se encuentra solidaria a una placa de bronce, que mediante pegamento *Insulating Varnish GE-7031* (más conocido como “7031”), se la adhiere al portamuestras de Au del criogenerador. Esta placa metálica, tiene como único objetivo asegurar el contacto térmico entre el zócalo donde se monta el sistema y el portamuestras del equipo. La bobina generadora de campo magnético alterno se la posiciona frente al micro-sensor de tal manera de que ambos sean concéntricos. Fue fabricada haciendo uso de cable de cobre de 0.2 mm de diámetro y consiste de doscientas vueltas de enrollado y 8.7 mm de radio externo. Esta bobina se conecta en serie a una resistencia limitadora, R , y es alimentada mediante un generador de funciones que se programó en diferentes frecuencias y tensiones de excitación. Para conocer la magnitud del campo magnético que dicha bobina generaba, se midió la FEM inducida en una pequeña espira de 0.38 mm de radio. Se obtuvo que el campo magnético era de aproximadamente 0.5 Oe para señales de 1 V_{pp} y 100 KHz de excitación.

A continuación se desarrollan las diferentes configuraciones experimentales utilizadas para la caracterización de nuestras muestras superconductoras mesoscópicas.

Setup Experimental 1. Este protocolo de medición es el equivalente al del Setup Experimental del Cap. 4, ver Fig. 3.10. Se conectó el sistema de micro-bobinas planares con la muestra superconductora de BSCCO en su centro, a la entrada del amplificador *lock-in* y se midió la señal eléctrica proveniente del sistema. La bobina de campo AC se la conectó al generador de funciones por medio de

5.1 Equipos y Técnicas de Medición

una resistencia limitadora de $127\ \Omega$ donde el campo magnético alterno aplicado era de aproximadamente $h_{ac} = 0.5$ Oe.

En este experimento no se pudo detectar el cambio en la respuesta magnética del sistema como pretendíamos. Recordemos que las micro-bobinas se encuentran sobre un zócalo de material dieléctrico al que se sueldan cables de cobre (propios del equipo) cuya longitud es mayor a un metro. Éstos a su vez, se encuentran trenzados de a pares y enrollados a lo largo del soporte del portamuestras que, en la parte superior del criogenerador, se comunican con el exterior del equipo para conectar finalmente a la entrada del *lock-in*. Como la resistividad del Cu y de las micro-bobinas depende fuertemente de la temperatura, la señal proveniente de este *background* presenta variaciones del orden de las decenas de μV dentro de un rango estrecho de temperatura. Estas señales enmascaran la respuesta magnética proveniente de la muestra, haciendo imposible detectarla.

Para resolver este inconveniente y mitigar la señal electromagnética de fondo, se conectaron dos sistemas de micro-bobinas planares en modo diferencial (*Setup Experimental 2.*), donde uno de ellos posee una muestra superconductora en su centro mientras que el otro no.

Setup Experimental 2. En la Figura 5.2, se esquematiza la disposición de dos sistemas independientes de micro-bobinas planares respecto de la bobina generadora de campo magnético alterno. Por cuestiones de simplicidad, en el esquema no se representa al criogenerador ni al sensor de temperatura. Notar que el sensor de la derecha posee una muestra magnética de BSCCO en su centro, mientras que el sensor de la izquierda no. Esto se debe a que la principal función del micro-sensor sin muestra es la de eliminar la señal electromagnética de fondo. Ambos sensores tienen conexiones similares, es decir, ambos se conectan mediante cables de Cu trenzados de a pares, que se enrollan a lo largo del soporte del portamuestras para alcanzar finalmente el conector superior del criogenerador desde donde se conectan al amplificador *lock-in*. Mediante cuadrados azules se representan los contactos de nuestros micro-sensores. Si observamos con más detalle, vemos que los contactos de la derecha de ambas micro-bobinas se encuentran conectados a una tierra en común. Esta tierra es el punto de conexión en común entre todos los equipos utilizados, es decir, la tierra del amplificador *lock-in*, la del generador de funciones, la del criogenerador y las tierras de nuestros micro-sensores están conectadas entre sí a un mismo punto. En cuanto a los contactos azules de la izquierda de ambos sistemas de micro-bobinas, se conectan a las diferentes entradas del amplificador *lock-in* programado en modo diferencial. La bobina con muestra magnética superconductora se conecta a la entrada A, mientras que la bobina sin muestra en su centro se conecta a la entrada B del amplificador. A su vez, el amplificador *lock-in* se conecta a un procesador tipo PC capaz de efectuar la tarea de adquisición de datos, ver Apéndice A.

Vale la aclaración de que, en la Figura 5.2, los dos micro-sensores no están a escala respecto de la bobina de campo AC, pues, esta última abarca una superficie 5000 veces mayor que la suma de las áreas cubiertas por ambos sensores.

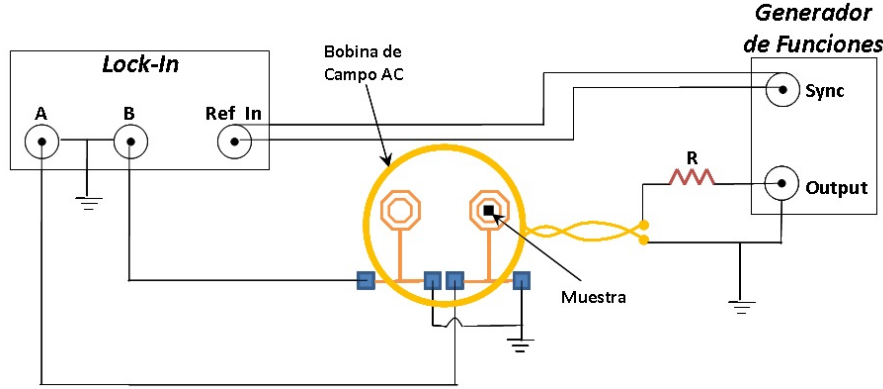


Figura 5.2: Boceto de la configuración experimental utilizada para llevar a cabo el experimento a escala microscópica. Para una mayor simplicidad en el esquema, los diseños de los diferentes elementos no se encuentra a escala y además, no se representa al criogenerador ni al sensor de temperatura.

Los resultados y curvas obtenidas para cada medición, como así también el análisis que de ellas se extrae, se exponen en la siguiente sección.

5.2. Resultados y Conclusiones

En esta sección se analizan los datos de los procesos de medición descritos en el apartado anterior.

En la Figura 5.3 se vislumbran las muestras superconductoras que fueron utilizadas en el desarrollo de esta tesis. Éstas se posicionaron en el centro de los micro-sensores haciendo uso de un micromanipulador hidráulico disponible en el Laboratorio de Bajas Temperaturas del Instituto Balseiro.

En las imágenes podemos observar que las muestras son cuadradas pero difieren en tamaño. Ambas poseen aproximadamente $1 \mu\text{m}$ de espesor, sin embargo, la de la izquierda tiene un lado de aproximadamente $40 \mu\text{m}$ mientras que la muestra de la derecha tiene $20 \mu\text{m}$, es decir, esta última posee un área cuatro veces menor. Al momento de llevar a cabo las mediciones, es de gran importancia tener presente la diferencia en las dimensiones de las muestras para poder estimar un valor aproximado de las señales magnéticas que se pretenden medir. Por ejemplo, como la muestra microscópica de mayor tamaño se corresponde a escala con el del superconductor estudiado en el Cap. 4¹, es de esperar que si no hay expulsión de campo en

¹Sin embargo la relación de aspecto de ambas muestras es diferente, siendo la microscópica más delgada respecto a su ancho que la macroscópica.

5.2 Resultados y Conclusiones

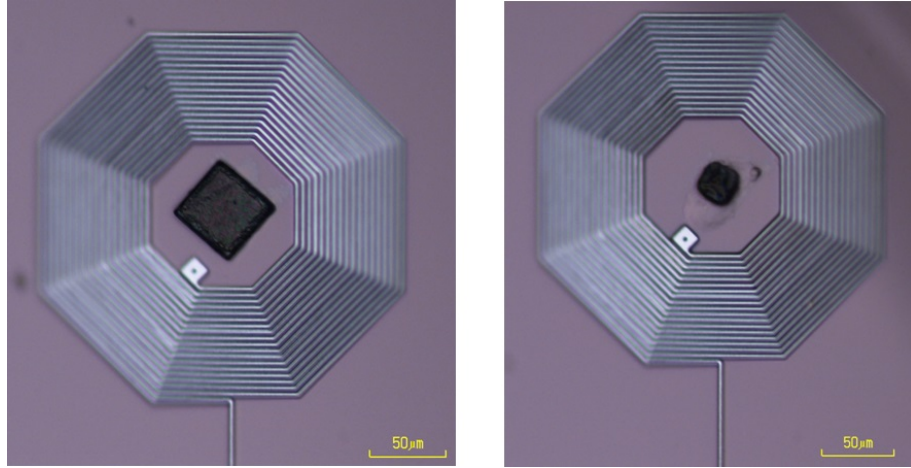


Figura 5.3: Muestras magnéticas utilizadas en el desarrollo de esta experiencia. Se trata del material superconductor tipo II de alta temperatura crítica $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$. Ambas muestras son de geometría cuadrada, poseen $1 \mu m$ de espesor pero difieren en tamaño, la muestra de la izquierda (derecha) tiene $40 \mu m$ ($20 \mu m$) de lado aproximadamente.

la bobina inferior la señal en la transición sea de aproximadamente $1 \mu V$. Por otro lado, siendo que el área de la muestra microscópica más pequeña es cuatro veces menor que la anterior, la señal esperada ronda los $0.25 \mu V$. Éste último valor se encuentra dentro del margen de ruido que nuestro sistema posee. Entonces, para poder observar la transición de fase de la muestra superconductora de menor tamaño y compararla con las señales obtenidas para la muestra magnética restante, se las sometió a campos magnéticos alternos cuyas diferencias en magnitudes compensaran las diferencias en los tamaños de las muestras. Según la Ec. 3.3, la señal que nuestro sistema de micro-sensores detecta, es directamente proporcional a la tensión y frecuencia de excitación de la bobina AC y al área de la muestra. Por lo tanto, al generador de funciones que alimentó la bobina de campo AC se lo programó con diferentes tensiones y frecuencias de excitación dependiendo del tamaño de la muestra a caracterizar. Cuando a la entrada A del amplificador *lock-in* conectamos el sistema de micro-bobinas con la muestra de mayor tamaño en su interior, a la bobina de campo AC se la excitó con una señal sinusoidal de 100 KHz y $1 V_{pp}$ ($h_{ac} = 0.5$ Oe), mientras que al conectar a la entrada del *lock-in* el micro-sensor con la muestra superconductora más pequeña, la bobina AC era alimentada con una señal de 200 KHz y $2 V_{pp}$ ($h_{ac} = 1$ Oe). De este modo, sobre el micro-sensor con muestra superconductora cuya superficie es cuatro veces menor que la otra, se induce una señal de magnitud similar a la percibida por el micro-sensor con la muestra superconductora restante.

Procedemos a exponer los resultados obtenidos de la muestra superconductora más grande. En los experimentos se varió la temperatura en un rango entre 115 K y 80 K, enfriando y calentando

el sistema en saltos de 1 K. Para cada valor de T , se deja que el sistema estabilice durante un tiempo de 40 minutos que, una vez transcurridos, se mide la señal inducida en nuestro sistema en el modo diferencial durante 5 minutos más y se calcula su valor promedio. Estos parámetros se obtuvieron a partir de la repetición de un experimento típico para diferentes velocidades de enfriamiento y calentamiento del sistema. Se concluyó que es necesario un tiempo mínimo de equilibrio de 40 minutos para que los resultados obtenidos sean reproducibles. Estos valores son atípicos y como se discutirá más adelante se originan en un contacto térmico deficiente entre nuestro sistema y el portamuestras del criogenerador.

En las Figuras 5.4 y 5.5 se exhiben las curvas obtenidas durante el ascenso y descenso de temperatura del sistema, respectivamente. Se observa un salto en la respuesta del sistema que se corresponde con la transición de fases del estado termodinámico superconductor al estado normal y viceversa. Siguiendo la misma metodología que para el caso del experimento macroscópico (ver sección 4.2), utilizando el criterio del 50 %, se obtiene que la temperatura crítica es de $T_c = (101.2 \pm 0.1)$ K cuando la temperatura del sistema disminuye y, $T_c = (101.8 \pm 0.2)$ K cuando aumenta. Es decir, detectamos una pequeña histéresis en la transición de fases del BSCCO en una región del diagrama de fases donde se espera que el sistema presente un comportamiento reversible.

Notemos que el cambio en la magnitud de la señal en los protocolos de medición bajando y subiendo temperatura son de $1.25 \mu\text{V}$ y $1.3 \mu\text{V}$, respectivamente. La magnitud de estos valores son del orden del μV como habíamos anticipado previamente suponiendo que la bobina inferior no se ve afectada por la expulsión del flujo magnético producido por la muestra durante la transición. Por otro lado, para verificar que la señal medida se corresponde con la transición de fase superconductora se varió a la mitad la tensión de excitación ($h_{ac} = 0.25 \text{ Oe}$) dejando invariable la frecuencia de excitación. Como se puede observar en las Figuras 5.4 y 5.5, el cambio en la señal del sistema se continúa observando, siendo el salto de la magnitud esperada (aproximadamente la mitad), lo que confirma nuestra hipótesis.

A su vez se ejecutó un experimento más para cerciorarnos de que nuestro sistema de dos micro-sensores en modo diferencial responde ante los cambios termodinámicos de las muestras, de manera que el salto en la señal obtenido se debe a la transición de fase del BSCCO y no se trata de un defecto en el sistema. Éste consistió en conectar dos micro-sensores también en modo diferencial, como indica la Fig. 5.2, pero ambos sin muestras en su interior. En este caso, en las mediciones obtenidas no se observó ningún salto en la señal del sistema, confirmando lo antes expuesto.

5.2 Resultados y Conclusiones

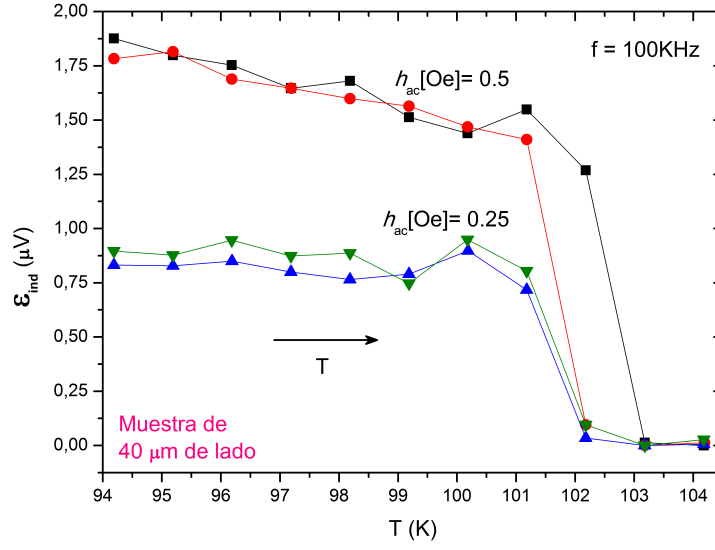


Figura 5.4: Curvas obtenidas durante el ascenso de temperatura. Se grafican los datos en bruto obtenidos en la medición para dos campos magnéticos AC de diferentes magnitudes, observándose que el sistema responde ante la variación de campos.

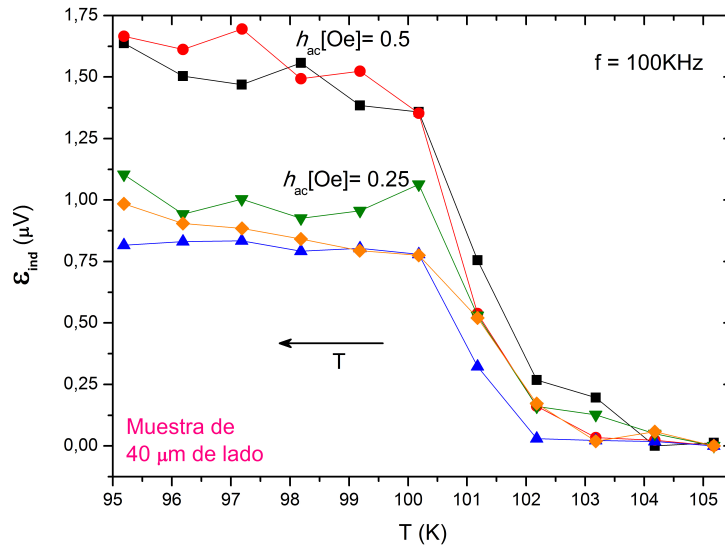


Figura 5.5: Curvas obtenidas durante el descenso de temperatura. Se grafican los datos en bruto obtenidos en la medición para dos campos magnéticos AC de diferentes magnitudes, observándose que el sistema responde ante la variación de campos.

Seguidamente, en la Figura 5.6 se exponen las curvas obtenidas luego de haber promediado y normalizado las mediciones realizadas en la muestra grande. Se pueden visualizar y comparar el ascenso y descenso en T , contemplando la histéresis en el sistema y obteniendo que la temperatura crítica promedio para esta muestra es de $T_c = (101.5 \pm 0.2)$ K. El ancho de la transición es de 2 K, un orden de magnitud menor que el observado en el experimento macroscópico. Este fenómeno se debe a que la muestra mesoscópica presenta una gran homogeneidad, mientras que la macroscópica es muy heterogénea: presenta irregularidades en su superficie y ha sido afectada por diversos factores físicos.

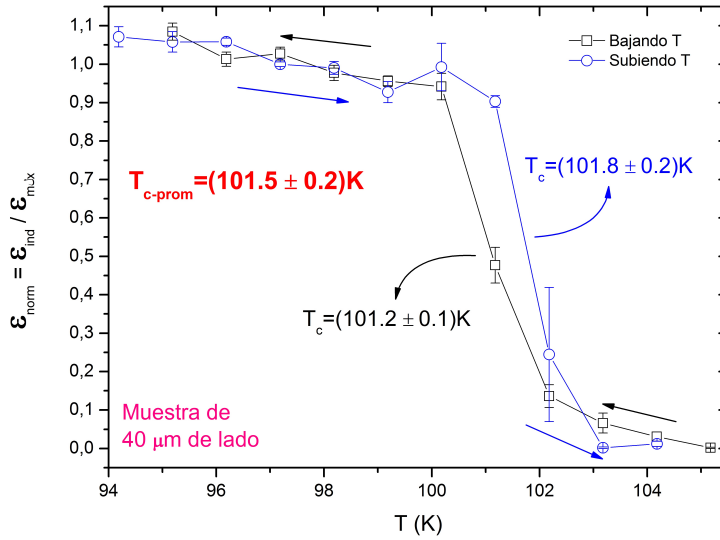


Figura 5.6: Curvas resultantes del tratamiento de datos de las mediciones realizadas con la muestra superconductora de mayor tamaño. Se obtiene que la $T_{c-prom} = (101.5 \pm 0.2)$ K

A continuación, se desarrollan los mismos experimentos para la muestra pequeña de BSCCO. Como se mencionó anteriormente, para este caso se eligieron valores de tensión y frecuencia de excitación con el fin de detectar señales de magnitudes similares a la muestra más grande. Las curvas de calentamiento y enfriamiento del sistema se exhiben en las Figuras 5.7 y 5.8 respectivamente. Aquí podemos distinguir que el cambio de magnitud en la señal durante la transición es de $1.5 \mu V$ cuando la temperatura del sistema aumenta y de aproximadamente $1.3 \mu V$ cuando disminuye. Estos valores son muy cercanos a los obtenidos en las mediciones con la muestra magnética más grande concluyendo que las diferencias de tamaños entre ellas, se compensan con la variación en la amplitud y frecuencia del campo magnético externo. En la Figura 5.9 se presentan las curvas normalizadas, de donde se extrae que la temperatura crítica es $T_c = (102.6 \pm 0.3)$ K.

5.2 Resultados y Conclusiones

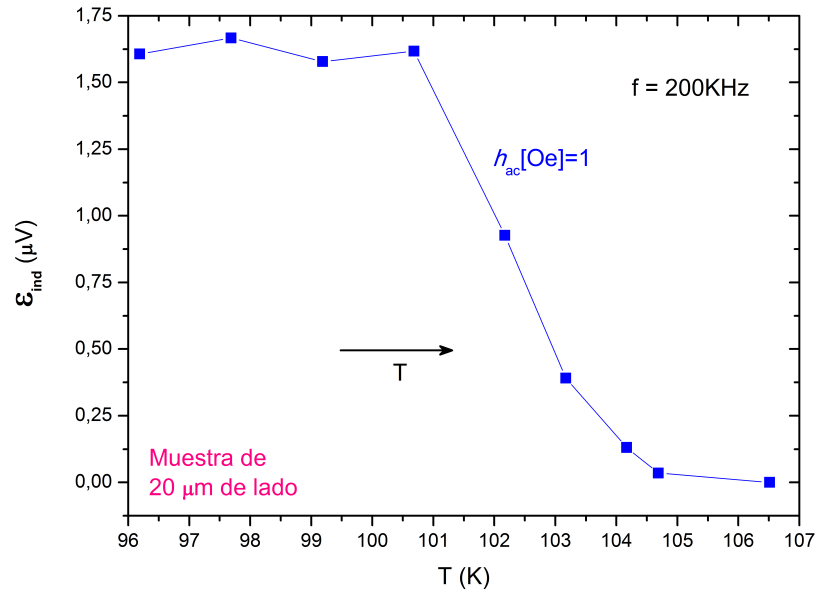


Figura 5.7: Curva medida durante el barrido subiendo T para la muestra superconductora de menor tamaño.

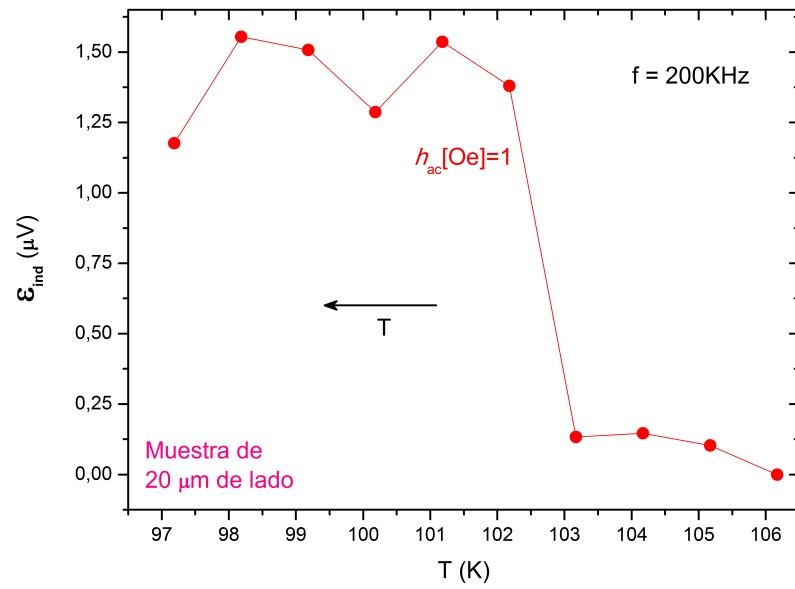


Figura 5.8: Curvas obtenidas durante el descenso en T para la muestra superconductora de menor tamaño.

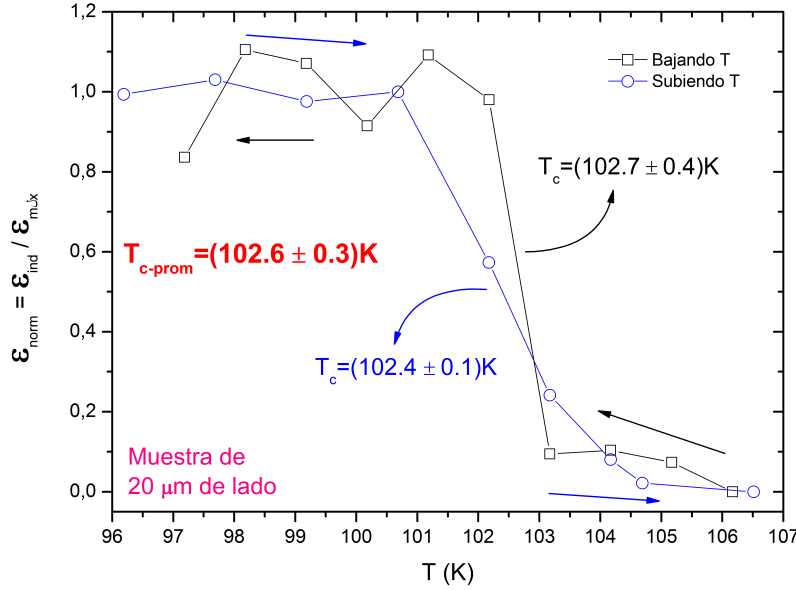


Figura 5.9: Se grafican las dos curvas obtenidas en el descenso y ascenso de temperatura para el BSCCO de menor tamaño. La temperatura crítica de transición es de $T_{c-prom} = (102.6 \pm 0.3) \text{ K}$

Como fue señalado previamente, en nuestras mediciones observamos un fenómeno de histéresis que de acuerdo a lo reportado en la literatura no debería existir. Además, en la Ref. [20] Dolz *et al* hallaron, haciendo uso de micro-sensores de efecto *Hall*, un valor para la temperatura crítica de estas mismas muestras cercana a 90 K, es decir, más de diez Kelvin por debajo de la T_c que aquí se encontró. Estas discrepancias probablemente están vinculadas a los elevados tiempos de estabilización que debieron utilizarse para equilibrar el sistema. En otras palabras, todos estos fenómenos podrían estar originados en un contacto térmico deficiente como fue conjeturado previamente. Para probar que esta hipótesis es correcta se realizó un último experimento que se detalla a continuación.

Dado que el zócalo donde se encuentra la muestra está construido con un material dieléctrico, es altamente probable que las deficiencias en el contacto térmico se deban a este componente. Nuestra hipótesis es que este material no sólo provoca que los tiempos de equilibrio sean atípicos, sino que posiblemente la muestra está equilibrando a una temperatura menor a la sensada por el termómetro A. Para corroborar lo expuesto anteriormente, se realizó el mismo experimento usando los mismos parámetros de tiempo (40 minutos de estabilización y 5 minutos de medición), midiendo la temperatura con un termómetro B adicional (perfectamente calibrado con el A), situado en el mismo lugar donde se encontraba la muestra superconductora.

En la Figura 5.10 se muestra cómo depende la temperatura del sensor B, T_B , con respecto a la del sensor A, T_A , tanto en el

5.2 Resultados y Conclusiones

protocolo de subida como de bajada. Podemos observar claramente tanto un fenómeno de histéresis, como un gradiente apreciable de temperatura, lo que corrobora que la muestra en nuestros experimentos estuvo equilibrando siempre a una temperatura menor. Si el contacto térmico entre ambos termómetros fuera perfecto, las mediciones experimentales deberían estar situadas sobre la línea punteada en dicha figura. Usando esta información se corrigieron los datos obtenidos previamente. En la Figura 5.11 se observa el resultado de este proceso para la muestra de mayor tamaño. Note que la histéresis ha desaparecido y la temperatura crítica ha disminuido apreciablemente a un valor de $T_c = (98 \pm 1)$ K. Haciendo esto mismo para la muestra más pequeña se obtiene el mismo resultado y una temperatura crítica de $T_c = (99 \pm 1)$ K. Los errores reportados son mayores que los mostrados anteriormente debido a que, realizando múltiples corridas de subida y bajada en T (no mostradas en la Figura 5.10 por simplicidad), se determinó que las curvas para cada protocolo por separado eran reproducibles dentro de un margen de temperatura de 1 K.

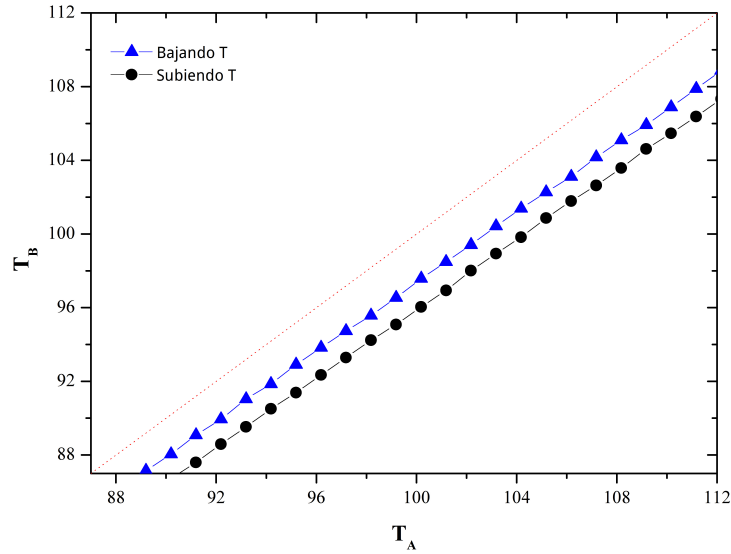


Figura 5.10: Curva T_B vs. T_A en los protocolos de disminución y aumento de T en el sistema.

Al comparar los valores de temperatura crítica obtenidos para ambas muestras, observamos que éstos coinciden dentro del error experimental y por lo tanto concluimos que no se aprecian efectos de tamaño finito. Dicho resultado está de acuerdo con lo reportado en la literatura [20] para la región del diagrama de fases del BSCCO que hemos explorado en nuestros experimentos. Sin embargo, estos valores de temperatura crítica no coinciden con el valor medido mediante

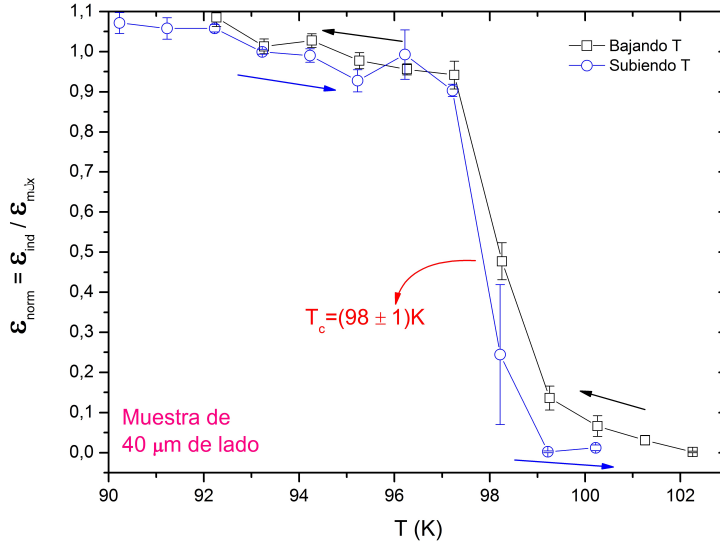


Figura 5.11: Se grafican las curvas promedio teniendo en cuenta el gradiente de temperatura entre los sensores. Se pueden comparar los resultados obtenidos durante el ascenso y descenso de temperatura de los micro-sensores que contienen la muestra superconductora de mayor tamaño, observándose una atenuación de la histéresis que el sistema mostraba anteriormente.

el uso de micro-sensores *Hall* ($T_c \approx 90$ K). Probablemente esta discrepancia se debe a que nuestro último experimento no es capaz de reproducir exactamente las condiciones experimentales a las que fue sometida la muestra. En otras palabras, como el sensor B tiene un tamaño considerablemente mayor que la muestra (aproximadamente 5 mm de diámetro) y se encuentra cableado al sistema de medición (lo que implica que posee un contacto térmico adicional), entonces es de esperar que bajo dichas condiciones la temperatura T_B no sea totalmente representativa de la temperatura real de la muestra. Como se detallará en las conclusiones de este trabajo es posible que diseñando un nuevo contacto térmico se subsane este último inconveniente.

Por último, estimamos la sensibilidad de nuestro micro-sensor. Si disminuyéramos de forma gradual el tamaño de la muestra superconductora, lógicamente en algún momento la transición quedaría totalmente enmascarada por el ruido electromagnético que se induce en el sistema. Observando la Fig. 5.8 podemos constatar que para la muestra más pequeña que hemos estudiado, el salto en la transición es del orden de $1.2 \mu\text{V}$ mientras que el ruido (que se hace evidente en esta curva por debajo de 102 K) tiene una amplitud de aproximadamente $0.3 \mu\text{V}$. Bajo estas mismas condiciones experimentales, la señal más pequeña que se podría detectar sería la de una muestra con un área cuatro veces menor, es decir, de unos $10 \mu\text{m}$ de lado. Considerando que dicha muestra debería excluir campos del orden de 1 Oe, y suponiendo que en su perímetro se induce

5.2 Resultados y Conclusiones

una corriente suficiente para apantallar completamente a este campo externo, entonces es fácil determinar que su magnetización máxima debería alcanzar un valor de 10^{-9} emu. Concluimos que la sensibilidad encontrada en nuestras micro-bobinas es similar a la que poseen otros micro-sensores como se detalló al final del Cap. 2.

Capítulo 6

Conclusiones y Perspectivas Futuras

En este trabajo final se implementó un nuevo micro-sensor constituido por dos micro-bobinas planares con el cual se midió la temperatura crítica de transición de una muestra superconductora mesoscópica de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (BSCCO). Dicho sensor fue micro-fabricado mediante un proceso estándar denominado *Multi User MEMS Process* (MUMPS) que ofrece la empresa MEMSCAP, mientras que las muestras fueron sintetizadas a partir de un monocristal mediante técnicas de litografía y ataque iónico.

Previo a la realización de este experimento microscópico se diseñó, fabricó e implementó una reproducción a escala macroscópica de todo el sistema. Como resultado, se demostró la viabilidad de la configuración experimental a pesar de que no es posible reproducir fielmente las señales que deberían medirse a escala microscópica. Esto se debe, probablemente, a que la relación entre el espesor de la muestra y la separación entre las bobinas en el experimento macroscópico es mucho mayor que en el microscópico, lo que seguramente propicia que la expulsión del flujo sea detectado por ambas bobinas (no así en el experimento microscópico).

Los resultados anteriores fueron imprescindibles para guiar los subsiguientes experimentos con los micro-sensores. De acuerdo a cálculos preliminares las señales a medir durante la transición de fase deberían ser del orden de $1 \mu V$. Como fue mostrado en el Cap. 5, una implementación directa del experimento no permite observar esta señal debido a que la misma queda enmascarada por una señal electromagnética de fondo (la cual dentro del rango de temperatura de interés tiene variaciones del orden de las decenas de μV). Este problema se solucionó implementando un segundo *setup* experimental, en el cual otro micro-sensor sin muestra se utilizó para eliminar dicho *background*. Con esta última configuración fue posible detectar la transición de fase de dos muestras superconductoras de BSCCO de diferentes tamaños.

Los datos obtenidos en estos experimentos presentan dos anomalías. Por un lado, se observa irreversibilidades en la transición de

fase que, de acuerdo a lo reportado en la literatura, no deberían existir. Además, los valores de temperatura crítica medidos son mayores y difieren un 10 % de los valores previamente establecidos. Estas discrepancias están originadas por un contacto térmico deficiente entre el sistema (micro-bobinas + muestra) y el portamuestra del criogenerador. Para comprobar esta suposición, se realizó un último experimento en el cual un segundo sensor de temperatura fue situado sobre las micro-bobinas intentando emular la configuración experimental en la que se encontraba la muestra. Gracias a este experimento se corrigió la histéresis previamente observada y además se determinó que las muestras se encontraban a temperaturas menores que las medidas por el termómetro principal. En conclusión, se pudo corroborar que la transición es reversible y además, comparando la temperatura crítica de ambas muestras, se determinó que no hay efectos de tamaño finito en dicha transición. No obstante, estas temperaturas críticas aún se encuentran por encima de los valores reportados en la literatura. Esta discrepancia se debe a que nuestro último experimento no es capaz de reproducir exactamente las condiciones experimentales a las que fue sometida la muestra.

Es importante resaltar que se logró la implementación de este nuevo micro-sensor como un micro-magnetómetro de alta sensibilidad. El mismo puede utilizarse para el estudio de muestras superconductoras de hasta $10\text{ }\mu\text{m}$ de lado como mínimo, lo que equivale a una sensibilidad de 10^{-9} emu. Este valor es del orden de magnitud de los magnetómetros más sensibles utilizados en la actualidad. Una vez solucionado los inconvenientes con el contacto térmico, con nuestro micro-sensor sería posible explorar el comportamiento magnético de estas muestras mesoscópicas sobre una región más amplia de su diagrama de fases.

Considerando los resultados obtenidos y las dificultades experimentales que se debieron superar para poder implementar este nuevo sistema de micro-bobinas, es posible enumerar una serie de características que se deberían incorporarse en futuros diseños. En particular, un nuevo micro-sensor debería:

- Estar constituido por un par de micro-bobinas posicionadas en un mismo plano una al lado de la otra (a diferencia de nuestro caso que se encuentran encimadas), de tal forma que la expulsión de campo de cualquier tipo y tamaño de muestra mesoscópica afecte únicamente a una sola de dichas bobinas.
- Incorporar conexiones adicionales para poder medir por separado las señales provenientes de cada micro-bobina que conforman al micro-sensor.
- Poseer un contacto térmico eficiente. Esto se podría lograr reemplazando el zócalo comercial utilizado en nuestros experimentos por un sustrato que sea un buen aislante eléctrico y conductor térmico como el zafiro.

-
- Incorporar en su estructura un sensor de temperatura el cual permitiría realizar mediciones confiables de la temperatura de la muestra.
 - Fabricarse considerando que es imprescindible utilizar simultáneamente un par de micro-sensores para eliminar la señal electromagnética de fondo.

Un punto de gran importancia a destacar es que, para llevar a cabo y hacer posible el desarrollo de este trabajo de tesis, se precisó de tiempos y esfuerzos de magnitudes considerables para poner a punto el equipo de medición. Además de la utilización del criogenerador por vez primera, la manipulación de los sensores y muestras magnéticas a escalas muy reducidas, nunca antes se había efectuado en nuestro laboratorio. De esta manera se concluye que, si bien hay procedimientos experimentales que precisan ser optimizados, durante el desarrollo de este trabajo se consiguió estudiar e implementar un nuevo dispositivo para la obtención y medición de señales magnéticas de muestras mesoscópicas del superconductor de alta temperatura crítica BSCCO.

Apéndice A

Sistema de Adquisición de Datos

Las mediciones que se realizaron fueron obtenidas por medio de una computadora tipo PC. Se escribió un programa en lenguaje *Python* para adquirir los datos provenientes del amplificador *lock-in* y del controlador de temperaturas. El amplificador fue utilizado para medir las señales de los diferentes sistemas de micro-bobinas planares empleados, a medida que se varíe la temperatura del sistema.

El programa utilizado para la adquisición de datos se lo puede interpretar mediante el diagrama de flujo que exponemos en la Figura A.1. En este programa el usuario puede ajustar, de acuerdo a sus pretensiones, los siguientes parámetros:

Temperatura Inicial. Es la temperatura a la cual el programa comienza con la adquisición de datos. En nuestro caso, si el experimento era bajando temperatura, seteábamos para este parámetro una temperatura por encima de 110 K, lo que servía para asegurarnos de que la muestra magnética se encontrara en el estado normal metálico, consideramos que para esta muestra $T_c \simeq 90$ K [20]; en el caso subiendo temperatura, generalmente ajustábamos como temperatura inicial un valor cercano a 80 K para cerciorarnos de que la muestra se encontrara en el estado termodinámico superconductor.

Tiempo de Equilibrio del Sistema. Es el tiempo especulado por el usuario en que el sistema alcanzará un estado estable. En el transcurso de este tiempo, el programa adquiere una cierta cantidad de muestras en tensión, provenientes de la lectura realizada por el amplificador, que se almacenan en un archivo al que luego el usuario puede recurrir en caso de ser necesario. Nosotros utilizamos un tiempo de 40 minutos para cerciorarnos que el sistema se encontrara en equilibrio.

Tiempo de Medición. Este tiempo comienza a contar una vez transcurrido el tiempo de equilibrio del sistema. Durante este tiempo el programa adquiere los datos arrojados por el *lock-in* y

una vez finalizado, realiza el cálculo del promedio y lo imprime por pantalla. Los resultados de cada cálculo de promedio que el programa realiza, se almacenan en un archivo principal que es diferente al del archivo obtenido durante el transcurso del tiempo de equilibrio. En nuestro caso, utilizamos 5 minutos para que el programa lleve a cabo la medición.



Figura A.1: Diagrama de flujo del programa utilizado para efectuar la adquisición de datos en la etapa experimental microscópica.

Salto en Temperatura. Es la variación en temperatura que experimentará el sistema una vez obtenida la medición en tensión impresa en pantalla. En nuestro experimento, cada salto en temperatura era de 1 K, es decir, el programa indica al *setpoint* del controlador de temperaturas que se incremente o decremente, dependiendo el barrido, en 1 K.

Estabilización de Temperatura. Es la cantidad de muestras en temperatura que el programa adquiere del controlador para estabilizar, dentro de un rango en T, a la siguiente temperatura luego de producido el salto. Establecimos para este parámetro,

una cantidad de diez muestras para la estabilización y un rango de 0.3 K.

Temperatura Final. Es la temperatura a la que el programa, luego de estabilizado el sistema y habiendo transcurrido el tiempo de medición, adquiere el último dato de la medición del sistema. Al igual que para el ajuste de temperatura inicial, el seteo de la temperatura final depende de si el barrido es bajando o subiendo temperatura.

A continuación se exhibe el programa en lenguaje *Python* utilizado en el desarrollo de este trabajo de tesis:

```
#!/usr/bin/env python

#-----
# Este código barre de T1 a T2, con un rango intermedio de Ta a Tb mas fino,
# y promedia la señal luego de encontrar cada temperatura (con una tolerancia T_tol)
# y de esperar un cierto tiempo (tiempo_espera) a que equilibre el sistema.
# En esta version se incluyen cuatro cosas:
# 1- El programa puede subir y bajar en temperatura
# 2- Espera a que se equilibre para medir el primer punto
# 3- Para enviar los comandos al lokin via el puerto serie se usa la rutina sendlockin:
#    son enviados caracter a caracter.
# 4- Se registran las temperaturas de dos sensores, A y B,
#    pero A sigue siendo la temperatura de referencia.
#----- Parametros del experimento -----
T1=115                # Temperatura inicial [K]
Ta=114                # Temperatura intermedia [K]
Tb=89                 # Temperatura intermedia [K]
T2=88                 # Temperatura final [K]
DeltaT=1              # Delta Temperatura [K]
DeltaTab=1            # Delta Temperatura [K]
t_muestreo=1          # Tiempo de muestreo [segundos]
tiempo_espera=40*60   # Tiempo de espera antes de medir [segundos]
tiempo_espera_inicial=40*60 # Tiempo de espera antes de medir el primer punto [segundos]
N_T=10                # Numero de muestras en Temperatura
N_V=300               # Numero de muestras en Tension
fileName='Hdc0_115-88.dat' # Archivo de salida
t_muestreo_tau=1      # Tiempo de muestreo para calcular tau [segundos]
fileTau='Hdc0_115-88_Tau_T' # Archivo de salida tau para cada T
#-----

T_tol=0.3              # Tolerancia en Temperatura [K]
te=0.1                 # Tiempo que se espera antes de medir [segundos]
Range=3                # Rango del heater: 0=off, 1=Low, 2=Med, 3=High
freqLockin=2000        # Frecuencia del Lock-in [Hz]
Vpp=1.0                # Vppaje de pico a pico [V]
final='.dat'
#----- Importa modulos -----
import serial
import time
import sys
import os
import numpy as np
import Gnuplot
from math import sqrt
#----- Promedio de temperatura -----
def promedioT(NumValues):
    aux=0
    for indT in range(0,NumValues):
        #..... Leo termometro input A .....
        spCont.write("KRDG? A\r\n")
        time.sleep(te)
        straux=spCont.read(spCont.inWaiting())
        #.....
        aux+=float(straux)
        time.sleep(t_muestreo)
    aux=aux/float(NumValues)
    return aux
```

```
#----- Promedio de temperatura sensor B-----
def promedioTB(NumValues):
    aux=0
    for indT in range(0,NumValues):
        #..... Leo termometro input B .....
        spCont.write("KRDG? B\r\n")
        time.sleep(te)
        straux=spCont.read(spCont.inWaiting())
        #.....
        aux+=float(straux)
        time.sleep(t_muestreo)
    aux=aux/float(NumValues)
    return aux

#----- manda comando a lockin -----
def sendlockin(send):
    for ind in range(len(send)):
        spLockin.write(send[ind])
        time.sleep(te)

    spLockin.write('\r\n')
    time.sleep(te)

#----- Promedio de tensiones -----
def promedioV(NumValues):
    mpauxz=np.zeros(6)
    mpauxz[0]=0
    mpauxz[1]=0
    mpauxz[2]=0
    mpauxz[3]=0
    mpauxz[4]=0
    mpauxz[5]=0
    for indV in range(0,NumValues):
        #..... Leo magnitud y fase .....
        sendlockin('MP.')
        time.sleep(te)
        mpaux_0=spLockin.read(spLockin.inWaiting()).split(',')
        #print "modulo=%f " % (float(mpaux_0[0])*1e6)
        mpauxz[0]+=float(mpaux_0[0])*1e6
        mpauxz[1]+=float(mpaux_0[1])
        mpauxz[2]+=float(mpaux_0[0])*float(mpaux_0[1])*1e12
        mpauxz[3]+=float(mpaux_0[1])*float(mpaux_0[1])
        #..... Leo X e Y .....
        sendlockin('XY.')
        time.sleep(te)
        mpaux_0=spLockin.read(spLockin.inWaiting()).split(',')
        #print "X=%f Y=%f " % (float(mpaux_0[0])*1e6,float(mpaux_0[1])*1e6)
        mpauxz[4]+=float(mpaux_0[0])*1e6
        mpauxz[5]+=float(mpaux_0[1])*1e6

        #.....
        #modulo=float(mpaux_0[0])*1e6
        #print "Modulo = %f" % modulo
        #.....
        time.sleep(t_muestreo)
        #.....
        mpauxz[0]=mpauxz[0]/float(NumValues) # Modulo promedio
        mpauxz[1]=mpauxz[1]/float(NumValues) # Fase promedio
        mpauxz[2]=mpauxz[2]/float(NumValues) # Modulo cuadrado promedio
        mpauxz[3]=mpauxz[3]/float(NumValues) # Fase cuadrado promedio
        mpauxz[4]=mpauxz[4]/float(NumValues) # Componente X promedio
        mpauxz[5]=mpauxz[5]/float(NumValues) # Componente Y promedio
    return mpauxz

#-----
def leer():
    mp=np.zeros(5)
    #..... Leo magnitud y fase .....
    sendlockin('MP.')
    time.sleep(te)
    mpaux_0=spLockin.read(spLockin.inWaiting()).split(',')
    mp[0]+=float(mpaux_0[0])*1e6
    mp[1]+=float(mpaux_0[1])
    #..... Leo X e Y .....
    sendlockin('XY.')
    time.sleep(te)
    mpaux_0=spLockin.read(spLockin.inWaiting()).split(',')
    mp[2]+=float(mpaux_0[0])*1e6
    mp[3]+=float(mpaux_0[1])*1e6
    #..... Leo termometro input A .....
    spCont.write("KRDG? A\r\n")
    time.sleep(te)
    mp[4]=float(spCont.read(spCont.inWaiting()))
    #.....
    return mp
```

```

#-----
def espera_mide_tau():
    salida=str(fileTau)
    salida+=str(T)
    salida+=str(final)
    fid=open(salida,'a')
    fid.write("t Mag Fase X Y T \n")
    fid.close()
    tf=ti=time.time()
    Vtau=np.zeros(5)
    while((tf-ti)<tiempo_espera):
        Vtau=leer()
        tf=time.time()
        # graba datos
        fid=open(salida,'a')
        fid.write("%f %f %f %f %f \n"%(tf-ti,Vtau[0],Vtau[1],Vtau[2],Vtau[3],Vtau[4]))
        fid.close()
        # cierra
        time.sleep(t_muestreo_tau)
        tf=time.time()

#-----
def espera_mide_tau_inicial():
    salida=str(fileTau)
    salida+=str(T)
    salida+=str(final)
    fid=open(salida,'a')
    fid.write("t Mag Fase X Y T \n")
    fid.close()
    tf=ti=time.time()
    Vtau=np.zeros(5)
    while((tf-ti)<tiempo_espera_inicial):
        Vtau=leer()
        tf=time.time()
        # graba datos
        fid=open(salida,'a')
        fid.write("%f %f %f %f %f \n"%(tf-ti,Vtau[0],Vtau[1],Vtau[2],Vtau[3],Vtau[4]))
        fid.close()
        # cierra
        time.sleep(t_muestreo_tau)
        tf=time.time()

#-----
#----- main -----
print "INICIO DEL PROGRAMA \r\n"

#-----
# >>> Configuracion controlador de temperatura <<<

# Configuracion del puerto serie del controlador de temperatura
spCont = serial.Serial(
    port = "/dev/ttyUSB1", # ver donde se conecta fisicamente este puerto
    baudrate = 9600,
    parity = serial.PARITY_ODD,
    stopbits = serial.STOPBITS_ONE,
    bytesize = serial.SEVENBITS,
    timeout = 1)

# chequeo conexion solicitando el ID
spCont.write('*IDN?\r\n')
time.sleep(te)
#imprime el ID.
print "Conversor ID: %s" %spCont.read(spCont.inWaiting())

# configuro modo remoto
spCont.write('MODE 1\r\n') # MODE 0: Local -- MODE 1: Remoto
time.sleep(te) #[segundos]

# Apago heater
spCont.write("Range 0\r\n") # Range: 0=off, 1=Low, 2=Med, 3=High
time.sleep(te) #[segundos]
#-----

```

```
#-----
# >>> Configuracion Lock-in <<<

# Configuracion del puerto serie para comunicarse con el lock-in
spLockin = serial.Serial(
    port = "/dev/ttyUSB0", # ver donde se conecta fisicamente este puerto
    baudrate = 9600,
    parity = serial.PARITY_NONE,
    stopbits = serial.STOPBITS_ONE,
    bytesize = serial.EIGHTBITS,
    timeout = 1)

# chequeo conexion solicitando el ID
sendlockin('ID')
time.sleep(1)
#imprime el ID
print "Lock-in ID: %s" %spLockin.read(spLockin.inWaiting())

#-----

#----- Configuracion archivo de datos -----
fid=open(fileName,'a')
fid.write("T Mag Mag2 Fase Fase2 X Y V TB \n")
fid.close()
#-----
sube=0
if(T1<T2):
    sube=1
    DeltaT=-DeltaT
    DeltaTab=-DeltaTab
if((sube==0 and Ta<Tb) or (sube==1 and Ta>Tb)):
    print "Temperaturas de trabajo mal configuradas..."
else:
    # Prendo heater
    spCont.write("Range %d\r\n" %Range)
    time.sleep(te)
    #-----
    T=T1
    while((T-Ta)*DeltaT>0):
        spCont.write("SETP 1,%.3f\r\n" % T) # SETP Loop, setpoint
        time.sleep(te)
        # Espero estabilizacion en Temperatura

        Taux1=0
        Taux2=0
        Taux3=0
        retry=0
        while True:
            Taux1=Taux2
            Taux2=Taux3
            Taux3=promedioT(N_T)
            retry+=1
            print "Temperatura = %f" % Taux3
            # Comprueba condicion de temperatura
            if(abs(T-Taux1) < T_tol) and (abs(T-Taux2) < T_tol) and (abs(T-Taux3) < T_tol): break
            if retry > 100: break # Rompe por TimeOut
        # comprobacion que el loop termino por estabilizacion de temperatura y no por timeout
        if retry < 100:
            #.....
            print "En equilibrio a temperatura T = %f" % Taux3
            print "Esperando para medir ....."
            if(T==T1):
                espera_mide_tau_inicial()
            else:
                espera_mide_tau()
            print "Midiendo ....."
            V0=promedioV(N_V)
            V6=sqrt(pow(V0[4],2)+pow(V0[5],2))
            T0 = promedioT(N_T)
            TB0 = promedioTB(N_T)
            print "Medicion: T=%f V=%f F=%f X=%f Y=%f V=%f " % (T0,V0[0],V0[1],V0[4],V0[5],V6)
            # graba datos
            fid=open(fileName,'a')
            fid.write("%f %f %f %f %f %f %f %f \n"%(T0,V0[0],V0[2],V0[1],V0[3],V0[4],V0[5],V6,TB0))
            fid.close()
            #.....
            T=T-DeltaT # configuro temperatura del proximo setPoint
```


Bibliografía

- [1] H. K. ONNES, Leiden Comm. 120b,122b,124c (1911).
- [2] F.S. HENYEY, Phys. Rev. Lett. **49**, 416 (1982).
- [3] W. MEISSNER y R. OCHSENFELD, Naturwissenschaften **21**, 787 (1933).
- [4] J. D. JACKSON, *Classical Electrodynamics* (John Wiley and Sons, Inc., New York, USA, 1975).
- [5] B.D. CULLITY y C.D. GRAHAM, *Introduction to Magnetic Materials*, 2da. edición (IEEE Press, New Jersey, 2009).
- [6] M. TINKHAM, *Introduction to Superconductivity*, 2da edición (McGraw-Hill, New York, New York, 1996).
- [7] V. L. GINZBURG y L. D. LANDAU, Zh. Eksperim. i Teor. Fiz. **20**, 1064 (1950).
- [8] J. BARDEEN, L. N. COOPER and J. R. SCHRIEFFER, Phys. Rev. Lett. **108**, 1175 (1957).
- [9] G. BEDNORZ y K. A. MÜLLER, Phys. B **64**, 189 (1986).
- [10] A. E. KOSHELEV y V. M. VINOKUR, Phys. Rev. B **57**, 8026 (1998).
- [11] A. E. KOSHELEV, L. I. GLAZMAN y A. I. LARKIN, Phys. Rev. B **53**, 2786 (1996).
- [12] H.G. KATZGRABER, D. WÜRTZ y G. BLATTER, Phys. Rev. B **75**, 214511 (2007).
- [13] T. NATTERMANN, Phys. Rev. Lett. **64**, 2454 (1990).
- [14] T. GIAMARCHI y P. L. DOUSSAL, Phys. Rev. Lett. **72**, 1530 (1994).
- [15] T. GIAMARCHI y P. L. DOUSSAL, Phys. Rev. B **52**, 1242 (1995).
- [16] R. CUBITT, E. M. FORGAN, G. YANG, S. L. LEE, D. M. PAUL, H. A. MOOK, M. YETHIRAJ, H. KES, T. W. LI, A. MENOVSKY, Z. TARNAWSKI y K. MORTENSEN, Nature **365**, 407 (1993).

-
- [17] B. KHAYKOVICH, E. ZELDOV, D. T. MAJER, W. LI, P. H. KES y M. KONCZYKOWSKI, Phys. Rev. Lett. **76**, 2555 (1996).
- [18] N. AVRAHAM, B. KHAYKEVICH, Y. MYASOEDOV, M. RAPPAPORT, H. SHTRIKMAN, D. FELDMAN, T. TAMEGAI, P. KES, L. MING, M. KONCZYKEWSKI, K. VANDER BEEK y E. ZELDOV, Nature **411**, 451 (2001).
- [19] H. PASTORIZA, M. F. GOFFMAN, A. ARRIBÉRE y F. DE LA CRUZ, Phys. Rev. Lett. **72**, 2951 (1994).
- [20] M.I. DOLZ, Y. FASANO, N. R. CEJAS BOLECEK, H. PASTORIZA, V. MOSSER, M. LI and M. KONCZYKOWSKI, Phys. Rev. Lett. **115**, 137003 (2015).
- [21] S. COLSON, M. KONCZYKOWSKI, M. B. GAIFULLIN, Y. MATSUDA, P. GIERŁOWSKI, M. LI, P. H. KES and C. J. VAN DER BEEK, Phys. Rev. Lett. **90**, 137002 (2003).
- [22] B. D. JOSEPHSON, Phys. Lett. **1**, 251 (1962).
- [23] M.I. DOLZ, Medición de Superconductores Mesoscópicos Mediante Micro-Electro-Máquinas, Tesis Doctoral, Instituto Balseiro, UNCuyo, Bariloche, Argentina, 2009.
- [24] D. ANTONIO Magnetómetros de Alta Sensibilidad Implementados con Micro-osciladores Mecánicos, Tesis Doctoral, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2009.
- [25] R. RESNICK, D. HALLIDAY, K.S. KRANE, *Physics, 5ta edición*, Vol. 2, (John Wiley and Sons, Inc., New York, USA, 2002).
- [26] M.I. DOLZ, W. BAST, D. ANTONIO, H. PASTORIZA, J. CURIALE, R. D. SÁNCHEZ, and A. G. LEYVA, *J. Appl. Phys.* **103**, 083909 (2008).
- [27] A. YAMAGUCHI, K. TAKEDA, T. MATSUMOTO, G. MOTOYAMA, S. KURIKI, S. KASHIWAYA, S. OHKOSHI and A. SUMIYAMA, J. Low Temp. Phys. **158**, 704-709 (2010).
- [28] G. T. KOVACS, *Micromachined Transducers Sourcebook*, 1 ed. (McGraw-Hill, New York, 1998).
- [29] M. MADOU, *Fundamentals of microfabrication*, 1 ed. (CRC Press, Boca Raton, 1997).
- [30] M. LI, *Kamerlingh Onnes Laboratorium, Rijksuniversiteit Leiden, 2300 RA Leiden, Netherlands*.
- [31] MEMSCAP Inc., Durham, NC 27703, USA.
<http://www.memscap.com>.

Agradecimientos

Agradecer, en primer lugar, a la Universidad Nacional de San Luis por haberme brindado una educación pública y gratuita.

Agradecer a mis directores, Moira y Fede, por la paciencia y predisposición para hacer de este trabajo algo posible. A Fede por ser un espía innato, el “Rial” de la física, que por medio de un cable de red me vigilaba constantemente diciendo “*Romina, no puedo ver los datos de...*”, recordándome de esa manera, que debía continuar trabajando. A la “cruel Moira” que lejos de ser una diosa griega y aún más lejos de ser cruel, me enseñó desde qué es eso de la “física experimental” hasta las mismísimas cosas de la vida que escapan a toda teoría, a todo experimento de laboratorio. Agradecerles por su generosidad, comprensión, y calidez humana, por las risas y el esfuerzo invertido.

A la gente del departamento de física, a los profesores por su predisposición y enseñanza a lo largo de todos estos años. En especial, agradecer a Sergio Calderon por colaborar en este trabajo y por ayudarme cada vez que lo necesitaba. A Daniel Linares, por motivarme a seguir a cada momento, a culminar este camino. A Silvina Guidugli por mostrarme la mejor cara de la docencia, por sus risas, por su energía.

A mis compañeros de cursada, Julián, José, Rodrigo y Lucía, que dejaron de ser compañeros para transformarse en muy buenos amigos. Por las charlas en las que no hablábamos de física, una especie de descanso cerveza viene, cerveza va.

A mis amigos del alma, al “Grupito Histórico” por conformar cada pieza del motor que me mueve. A Anita, que por más distancia que nos separe, siempre la encontré a mi lado aún en las situaciones más absurdas. A Tupac por contagiarme su risa, por sus delirios intempestivos pero sobre todo, por comprenderme siempre, inclusive en aquellos momentos en donde no merecía ser comprendida. A Agostina por su bondad innata, por ser esa persona colgada que aún en el punto cúspide de su “colgadez”, no permite que te enojés justamente porque te termina arrancando una sonrisa antes que cualquier insulto. A Romina por aguantarme desde el jardín de infantes hasta el día de hoy (y por aguantarla también), por ser esa especie de oído atento, esa consejera experimentada en la que siempre me respaldé aún cuando ella no lo sabía. A Jaime, por ser mi reflejo en el espejo de la vida, por

AGRADECIMIENTOS

absolutamente todas las charlas (birras por medio) en las diferentes plazas de San Luis, por compartir andanzas, idas y venidas, charlas y silencios. A ellos eternamente agradecida.

Finalmente, agradecer a mi familia por ser las emociones de cada día, estando cada segundo de la vida a mi lado, compartiendo lo mejor y lo peor de ella, lo mejor y lo peor de mí. A mis viejos, Mirta y Oscar, por enseñarme a dar mis primeros pasos, por soltar y empujarme a caminar en la vida, por ser ese ejemplo de lucha constante. A mi hermana por ser hermana, amiga, compañera, consejera, que siendo tan iguales pero a la vez tan diferentes, siempre me acepta tal cual soy. A Tobi, por ser esa persona no humana que llegó a nuestras vidas para colmarla de amor sincero. Agradecida a la vida por haber puesto a las mejores personas en mi camino.

A todas las personas que aquí nombré y a todos los que conocí en las diferentes etapas de mi vida, agradecerles sinceramente por acompañarme aún en efímeros momentos. Uno no se encuentra con las personas por mera casualidad, sino que ellas llegan a uno para completar un aprendizaje, para culminar un objetivo... *éste es el mío*.

Gracias a todos.

Romina.-