

UCH-FC

LIC-F

P 349

C

UNIVERSIDAD DE CHILE



35601201434036

UN EQUIPO DE MEDICION DE RESISTIVIDAD  
ELECTRICA A BAJAS TEMPERATURAS.



OCTAVIO PEÑA A.

Departamento de Física  
Facultad de Ciencias  
Universidad de Chile

UCH-F  
LIC-F  
P349  
C.1

El presente trabajo se presenta como requisito para optar al título de Licenciado en Física en la Facultad de Ciencias.

Santiago, octubre de 1972.

## INDICE.

	Página
INTRODUCCION .....	1
CAPITULO I.- DESCRIPCION DEL APARATO .....	2
A.- Cámara de intercambio	
B.- Portamuestras	
C.- Calefactor	
CAPITULO II.- MEDICION DE LA TEMPERATURA .....	5
CAPITULO III.- SISTEMAS DE MEDICION .....	7
A.- Método de cuatro puntas en corriente alterna	
B.- Fuentes de ruido	
C.- Circuito de medida	
D.- Mediciones típicas	
CAPITULO IV.- CAPACIDAD DE ENFRIAMIENTO, FUGAS DE CALOR, SISTEMAS DE CALEFACCION ....	12
1.- Capacidad de enfriamiento ....	12
A.- Capacidad de enfriamiento de la muestra	
B.- Capacidad de enfriamiento del baño	
2.- Fugas de calor .....	14
A.- Conducción de calor por sólidos	
B.- Conducción por gas residual	
C.- Conducción por radiación	
D.- Calentamiento por disipación eléctrica	
E.- Fuga total de calor	

3.- Calefacción de la muestra .....	18
FIGURAS Y ESQUEMAS .....	23
REFERENCIAS .....	34

### INTRODUCCION.-

El laboratorio de Bajas Temperaturas de la Facultad de Ciencias cuenta con un equipo de  $He^4$  -  $He^3$  para medir superconductividad. Este equipo, construido hace ya dos años, ha proporcionado muy buenos resultados en la medición de compuestos y aleaciones superconductores, con impurezas magnéticas. El problema de impurezas magnéticas a bajas concentraciones ha motivado el presente trabajo sobre medición de Resistividad Eléctrica a temperaturas de  $He$  líquido. Estas mediciones servirán de complemento a las mediciones de  $T_c$ , proporcionando mayores antecedentes sobre la naturaleza del acoplamiento impurezas-matriz.

El laboratorio contaba con la infraestructura necesaria. La parte mecánica del nuevo equipo se debió tan sólo adaptar al equipo de bombas y ternos refrigerantes ya existentes. Se construyó el aparato de medición para el rango de 1.5 - 100° K, usando una cámara de  $He^4$  con gas de intercambio. Se trabaja con muestras cilíndricas, aunque es posible medir también en películas delgadas. Se utiliza el método convencional de cuatro puntas, con técnica de corriente alterna, para medir la resistencia de la muestra. La temperatura es medida con un termoresistor de Ge calibrado inicialmente en el rango de 15 - 100° K, completando la calibración haciendo uso del equipo construido.

Valgan mis agradecimientos para los Drs. Al Sweedlar y Francis Leunier, bajo cuya dirección y experiencias pude llevar a efecto este trabajo. La constante discusión con ellos, unida al consejo y apoyo que me brindaron mis compañeros de trabajo, Ledos, Sergio Ortega y Miguel Roth, fueron elementos determinantes en los resultados obtenidos.

CAPITULO I.-DESCRIPCION DEL APARATO.-A.- Cámara de intercambio.-

El sistema de enfriamiento se basa esencialmente en el equipo de  $\text{He}^4$ - $\text{He}^3$  construido para el laboratorio de bajas temperaturas (ref.1). Se cuenta con un par de ternos concéntricos, uno para aire líquido (temperatura de ebullición de 83°K) y otro para  $\text{He}^4$  líquido (temperatura de ebullición de 4.2°K a presión atmosférica). El terno de  $\text{He}^3$  ha sido reemplazado por una cámara de experimentación con gas de intercambio (fig.1), por lo que se realizan mediciones sobre los 1.3°K.

La cámara de experimentación ha sido construida de acero inoxidable, de bajo coeficiente de conductividad térmica, con un diámetro interior de 1". Contiene en su interior el portamuestras sumergido en  $\text{He}^4$  gaseoso, que actúa como gas de intercambio, y que establece el contacto térmico entre el baño de  $\text{He}^4$  líquido exterior y las muestras. Las líneas de bombeo de la cámara de intercambio están reseñadas en la figura 2, y la línea completa de bombeo es modificada a la forma de la figura 3. La temperatura del baño externo es controlada por el bombeo sobre el líquido, reduciendo su presión de vapor, lo que permite una temperatura variable en el rango de 1.3 a 4.2°K.

B.- Portamuestras.- (fig.4)

Este consiste en un bloque de cobre macizo, en

el que van colocadas dos muestras y el termómetro de medición de temperaturas. La buena conductividad térmica del cobre permite establecer el equilibrio térmico rápidamente entre estos elementos. En este bloque de cobre se han colocado 8 pasantes, aislados eléctricamente del bloque, y que sirven para hacer las conexiones entre las muestras y el resto del equipo (estas conexiones han sido hechas de una vez para siempre, lo que garantiza la duración del equipo). El portamuestras propiamente tal (bloque de cobre) va colocado en el extremo de un tubo de acero inoxidable, de baja conductividad térmica para evitar fugas de calor (cap. IV). En el interior del tubo van colocados los cables conductores de la corriente y del voltaje de las muestras, del termómetro y del calefactor.

Para prevenir las fugas de calor a lo largo de los cables eléctricos de medición, se tomaron en cuenta los siguientes hechos:

i). uso de manganina de bajo coeficiente de conductividad térmica, en la medición del voltaje de las muestras y en el uso del termómetro (ver cap. II).

ii). la densidad de corriente que circula por la muestra es del orden de los  $10 \text{ amp/cm}^2$ , lo que para muestras típicas de  $1 \text{ mm}^2$  de área y 3 cm. de longitud, corresponde a una corriente de 200 mamp. o más. Como la resistencia del alambre de manganina de (i) es muy alta ( $\sim 7 \text{ ohm/pie}$ ), el paso de tal corriente sería una fuente de calor por sí sola, debido a la disipación eléctrica. Entonces, se prefiere usar alambre de cobre (#38 H.F.).

iii). tanto los cables de las muestras como los del termómetro homogeneizan su temperatura al llegar al porta -

muestras de cobre. Esto lo hacen mediante varias vueltas de los cables alrededor del bloque, usando un adhesivo de muy buena conductividad térmica, a la vez que aislante eléctrico (General Electric 7031).

Es importante señalar la versatilidad del portamuestras que permite determinar la resistividad en muestras cilíndricas de metales puros, compuestos o aleaciones, de aproximadamente 1 o 2 mm. de diámetro, y también la resistividad en películas delgadas depositadas por evaporación en placas de vidrio o cuarzo.

#### C.- Calefactor.

El portamuestras cuenta con un sistema de calefacción que consiste en nanganina de alta resistividad, enrollada en espiral en torno al portamuestras y conectada al exterior por un alambre de cobre (#38 HF). Este sistema permite, evacuando el gas de intercambio hasta unos pocos micrones ( $10/\text{Hg}$  o menos), elevar la temperatura de las muestras a  $100^\circ \text{K}$ .



## CAPITULO II.-

### MEDICION DE LA TEMPERATURA.-

Se dispone de un cristal de Germanio, de valores de 5.6 ohms a 100° K hasta los 18 kohms a 1.3° K. El circuito de medida está reseñado en la figura 5, y consta esencialmente de una fuente de pequeño voltaje (1.5 volts D.C.), el cristal de Ge y una resistencia standard. La caída de tensión en el semiconductor es comparada en un mili-micro-voltímetro (Keithley model 149) con la correspondiente tensión producida por las resistencias standard (década de resistencias, General Radio Co, de 0 a 10  $\Omega$  en intervalos de 1  $\Omega$ ).

El semiconductor de que disponemos es un cristal de germanio Cryocal modelo S/N 2403, calibrado de fábrica entre 15 y 100° K. Se procedió a calibrar el termómetro directamente entre 1.1 y 4.2° K, conociendo la presión de vapor del baño de He<sup>4</sup> líquido. La calibración de la zona intermedia se hizo por extrapolación de las curvas anteriores.

El chequeo posterior de esta calibración se realizó con puntos fijos, midiendo la resistividad de algunos elementos superconductores y detectando su temperatura de transición. Los elementos usados en esta re-calibración fueron Nb, Ta, V y Pb (\*), con sus respectivas  $T_c$  : 9.17, 4.39,

---

(\*) Los elementos usados (Nb, Ta, V) son de alta pureza (3n y 4n, del Laboratorio Alfa Inorganics), por lo que sus  $T_c$  no difieren mayormente de la literatura.

5.37, 7.19 ° K. Estos puntos correspondían justamente a la región extrapolada. El dibujo 6 nos muestra la calibración del termómetro Cryocal S/N 2403, la extrapolación y los puntos fijos  $T_0$ .

CAPITULO III.-

SISTEMA DE MEDICION.-

A.- Método de cuatro puntas en corriente alterna.-

El sistema de medición eléctrica se basa en la técnica de cuatro puntas: conociendo la tensión en la muestra, podemos determinar la resistencia eléctrica de la muestra, y por la forma geométrica podemos calcular su resistividad. La corriente está determinada, como es usual, por una (s) resistencia (s) patrón.

B.- Fuentes de ruido.-

La resistividad de las muestras por medir es, en general, bastante baja (a temperatura ambiente es del orden de 10 microhm-cm). Las variaciones interesantes de detectar son de un 5% o menos, para los casos más favorables. Esto redundará en señales muy bajas, del orden de los nanovolts. Es así, entonces, que el ruido juega un papel fundamental, por lo que es necesario disminuir las fuentes de ruido al máximo.

Además de los ruidos "obvios" que existen en todo tipo de circuitos (conexiones a tierra, blindajes, frecuencia de la línea, etc.) existen dos conceptos fundamentales que hay que dominar para ser capaces de medir experimentalmente una parte en  $10^5$ , como es el caso: el ruido térmico y el "noise Figure".

i). ruido térmico:

el mínimo ruido que siempre acompaña a una

señal es el ruido térmico ("thermal Noise"), que se desarrolla a través de la resistencia, y cuya magnitud es:

$$(1) \quad V = \sqrt{4 kT B R}$$

V en volts; k = constante de Boltzmann; T = temperatura absoluta a que está la muestra; R = resistencia de la fuente (Ohms); B = ancho de banda en que trabaja el amplificador que detecta la señal.

ii). Noise figure:

el ruido térmico de la muestra y el ruido que produce el amplificador a la salida están relacionados por el segundo concepto: el "noise figure" (NF), definido por:

$$NF \text{ (en decibeles)} = 20 \log_{10} \frac{\text{ruido (volts) producido por el amplificador a la salida}}{\text{ruido (volts) debido al ruido térmico}}$$

de donde el ruido total que se obtiene a la salida del amplificador es

$$(2) \quad \text{ruido total} = \text{ruido térmico} \times 10^{NF/20}$$

Es evidente de (2) que, para minimizar el ruido en el circuito, y siendo el ruido térmico muy difícil de disminuir (T y R son condiciones de trabajo; B depende del amplificador en un rango mínimo), debemos minimizar NF.

Cada amplificador y transformadores en general tienen sus curvas características, en que se definen "contornos de NF" en función de la frecuencia de trabajo y de la resistencia de la fuente. La figura 7 muestra los contor

nos de NF para el transformador de bajo ruido PAR, modelo AM-1 que usamos en nuestro circuito (datos obtenidos del manual del transformador).

A modo de ejemplo, veamos cuál sería el ruido total a la salida del transformador (detalles del circuito en párrafo C), al medir la resistencia de una muestra:

i). resistencia del circuito de medición (muestra más cables eléctricos) : 100 ohms aproximadamente.

ii). temperatura a que está el circuito: temperatura ambiente (parte del circuito está dentro del criostato, pero su contribución al ruido térmico es despreciable).

iii). B, ancho de banda del amplificador: está dado por  $1/4 TC$  (Hz) donde TC es la constante de tiempo.

Supongamos  $TC = 1$  seg. Luego,  $B = 0,25$  Hz

Entonces el ruido térmico (1) será

$$V = \sqrt{4 \times 1.38 \times 10^{-23} \times 3 \times 10^2 \times 0.25 \times 10^2}$$

$$\approx 0.7 \text{ nV.}$$

De la figura 7 vemos que, para una frecuencia de trabajo entre 100 Hz y 1 kHz, la resistencia óptima de la fuente será entre 10 y 100 ohms para minimizar NF (menor que 1 decibel). De (2) vemos que el ruido total es entonces prácticamente igual al ruido térmico. El ruido térmico total obtenido a la salida del amplificador será aproximadamente de 20 nV.

En nuestro caso, para poder adaptar la impedancia de la fuente a las condiciones de trabajo sólo necesitamos ajustar la razón de vueltas del transformador AM-1 (párrafo C).

De estos dos ruidos, sólo podemos eliminar fácilmente el segundo, adecuando convenientemente las condiciones de trabajo (frecuencia de entrada y resistencia equivalente del circuito) a las características del transformador de bajo ruido y del preamplificador.

C.- Circuito de medida (\*): (figura 8).-

Se dispone de un oscilador Wavetek, modelo 130, en un rango variable de 0.2 Hz a 2 megahz, aislado del circuito por un transformador Gertch #ST 100 que impide que la señal continua se mezcle con la alterna que entra al circuito. La muestra y los resistores standard se colocan en serie, de modo que la corriente que circula por la muestra queda determinada por la tensión sobre los resistores standard. Estos constituyen un juego de valores 0.01; 0.1; 0.5; 1 y 10 ohms, modelo #RF4R de la compañía Electro Scientific Ind.. La señal (tensión en las muestras y en los resistores) es seleccionada por un selector de la compañía Centralab de 12 posiciones y dos polos, y llevada a los aparatos electrónicos de detección.

Estos aparatos son:

i). un transformador de bajo ruido, PAR (Princeton Applied Research Corporation), modelo AM-1 con características óptimas de trabajo en el rango de 100 a 1 KHz e impedancia del circuito de 100 ohms aprox. (fig.7). Razón de vueltas 1 : 100. Además permite modificar la razón de vueltas para adaptar impedancias,

ii). un preamplificador modelo 112 PAR, de bajo

---

(\*) el circuito fue suministrado gentilmente por el Dr. Brian Kaple.

ruido, que permite amplificar la señal con un máximo de amplificación y un mínimo de amplificación del ruido, al acoplar las impedancias del circuito y del amplificador. Ganancia fija de 100.

iii). un amplificador Lock-In, PAR modelo 122 (5 Hz a 50 KHz). Este amplificador permite seleccionar sólo la componente fundamental de señales ruidosas al mezclarlas con una señal de referencia de la misma frecuencia. Un detector de fase mezcla la señal con el voltaje de referencia, sustrayendo y restando sus frecuencias. La suma de las frecuencias es eliminada con un filtro de paso bajo, permitiendo sólo el paso de la frecuencia de diferencia (permitido por el ancho de banda a que se trabaja). En particular, la diferencia cero es la correspondiente a la componente fundamental de la señal.

iv). un voltímetro digital de 5 cifras (a llegar en un futuro próximo) Hewlett-Packard modelo 3460 B. Este voltímetro tiene el propósito de determinar con exactitud variaciones de una parte en  $10^5$ . Temporalmente se está haciendo uso de un voltímetro digital (Hewlett Packard modelo 3430-A) que permite detectar una parte en mil (0.1 mV sobre 100 mV).

Tanto el transformador de bajo ruido como el preamplificador trabajan con las mismas características del Lock-In Amplifier, ya que fueron diseñados con tal propósito.

La señal es llevada al transformador AI-1, amplificada en su primera etapa por el preamplificador, y amplificada posteriormente por el Lock-In, que selecciona sólo las componentes interesantes para la medición.

Otro elemento en este circuito es un potenciómetro (Helipot de 30 Kohms) conectado a tierra según lo indica la figura 8. Este potenciómetro permite mover la tierra a lo largo de la muestra (ref.2) y es ajustado al mínimo de ruido.

D.- Mediciones típicas.-

Algunos valores típicos de mediciones hechas con el equipo se dan a continuación (medición de la temperatura de transición del Tantalio, Ta: fig.12)

+ Controles del amplificador Lock-In PAR:

sensitivity range : 2 mV  
frequency : 115 Hz  
Phase : 0,5 °  
reference mode : selective external  
Time constant : 1 sec.  
reference level :  $10^{-1}$

- + presión del gas de intercambio :  $\sim$  5 micrones de Hg
- + resistencia del termómetro durante la transición : 895-900 ohms  $\pm$ 1
- + señal de la muestra en  $T = T_c$  : 3.69  $\pm$ 0.02 Volts
- + razón de señal a ruido : 180:1
- + resistencia de la muestra de Ta para  $T = T_c$  : 3.71 mohm.  $\pm$ 0.06
- + temperatura de transición  $T_c$  del Ta : 4.39°K. Esta temperatura nos servirá posteriormente para calibrar el termómetro.

Las figuras 9, 10, 11 y 12 muestran las primeras transiciones superconductoras logradas con el equipo, correspondientes a vanadio V, niobio Nb, tantalio Ta y una película delgada de plomo Pb.



CAPITULO IV.-

CAPACIDAD DE ENFRIAMIENTO, FUGAS DE CALOR, SISTEMA DE CALE-  
FACCION.-

1.- Capacidad de enfriamiento.

A.- Capacidad de enfriamiento de la muestra:

Para superficies aproximadamente paralelas, a temperaturas  $T_1$  y  $T_2$  ( $T_2 > T_1$ ), con un gas entre ambas a presión  $P_{mm}$  (expresada en mm. de Hg), el flujo de calor desde la pared caliente a la más fría es (ref.4)

$$(3) \quad \dot{Q} = 0.028 \alpha_o P_{mm} (T_2 - T_1) \text{ W/cm}^2$$

donde  $\alpha_o < 0.5$  para metales, y 0.028 es la constante para el He como gas residual.

En nuestro caso, el portamuestras se encuentra a temperatura de nitrógeno en los momentos en que incorporamos He<sup>4</sup> líquido al sistema. Se establece así un gradiente de temperatura entre la muestra ( $\sim 80^\circ\text{K}$ ) y el baño exterior, que actúa como "reservoir". En la cámara de intercambio se trabaja con una presión de He gaseoso de 100 micrones de Hg aproximadamente. El área de contacto del portamuestras con el gas es de  $10 \text{ cm}^2$  aproximadamente. En estas condiciones el flujo de calor extraído de la muestra será del orden de 800 miliwatts.

Si suponemos que la variación de temperatura de la muestra está dada por

$$(\dot{T}) = \frac{(\dot{Q})}{m C_v}$$



obtenemos una variación promedio de aproximadamente 50 a 100 m°K/seg. Este valor no es afectado notablemente por las fugas de calor, que ascienden a unos 100 mwatts (párrafo IV, 2).

B.- Capacidad de enfriamiento del baño:

La línea de bombeo sobre el baño de He<sup>4</sup> ha sido estudiada (ref.1) y se ha demostrado que tiene una velocidad final de 540 lts/min.

Al incorporarle la cámara de experimentación, estamos en presencia de una nueva línea, formada por el espacio comprendido entre el termo de He<sup>4</sup> y la cámara de vacío. Este espacio actúa como una línea de largo 70 cms. y radio 2,5 cm., de donde la conductancia (ref.3) de todo el sistema será ahora de 10 lts/seg., reduciendo la velocidad de bombeo final a 460 lts/min.

Esta nueva velocidad nos limita la capacidad de enfriamiento del baño de He<sup>4</sup>. La potencia está dada por (ref. 4)

$$P = \frac{S H_v}{V_m} \text{ (Watts)} \sim 25 \text{ Watts.}$$

con S : velocidad de bombeo (lts/seg.);  $V_m$  : volumen molar de He<sup>4</sup> (lts.);  $H_v$  : calor de vaporización para el He<sup>4</sup>  
( $\sim 80 \frac{\text{Watts seg.}}{\text{mol}}$ )

Con estos valores el tiempo calculado para bajar la temperatura del baño de 4 a 2°K aumenta de 150 segundos (ref.1) a 200 segundos.

## 2.- Fugas de calor.

Un aspecto importante en la construcción de un equipo de criogénesis es la capacidad de alcanzar equilibrio en la temperatura. Para esto es necesario adecuar la capacidad de enfriamiento del equipo con la transferencia o "fugas" de calor hacia la muestra.

Existen cuatro procesos importantes (ref.4), responsables de la conducción de calor a bajas temperaturas, a saber; conducción por sólidos, conducción por gas residual, transferencia de calor por radiación y calentamiento por disipación eléctrica. Analizaremos éstos con relativo detalle, y demostraremos que la energía que recibe la muestra desde el exterior es mucho menor que la que extraemos de ella al enfriar.

### A.- Conducción de calor por sólidos:

Para una barra sólida, de sección A, coeficiente de conductividad térmica  $\lambda = \lambda(T)$  del sólido, sometido a un gradiente de temperatura  $\frac{\partial T}{\partial x}$ , el flujo de calor

$$\dot{Q} = \frac{dQ}{dt} \quad \text{está dado por}$$

$$\dot{Q} = \lambda(T) A \frac{\partial T}{\partial x}$$

en particular, para una barra de sección uniforme y longitud L, con sus extremos a temperaturas  $T_2 > T_1$ , se tiene

$$(4) \quad \dot{Q} = \frac{A}{L} \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT$$

Para efectos prácticos en criogénesis  $T_2$  y  $T_1$  son ciertas temperaturas fijas (ambiente, He<sup>4</sup> líquido, etc.).

de donde es conveniente definir un coeficiente de conductividad térmica medio  $\bar{\lambda}$

$$(5) \quad \bar{\lambda} = \frac{\int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT}{T_2 - T_1}$$

con lo que (4) queda

$$(6) \quad \dot{Q} = \frac{A}{L} \bar{\lambda} (T_2 - T_1)$$

Valores de  $\bar{\lambda}$ , para  $T_2$  y  $T_1$  dados se encuentran en Tabla XIII, pág. 216, ref. 4.

En nuestro equipo, existen dos medios en que el calor puede afluir hacia la muestra por esta causa: un tubo de acero inoxidable, que sostiene el portamuestras y los cables eléctricos que llegan a la muestra y al termómetro.

i). tubo de acero inoxidable:

largo  $L = 120$  cm.;  $r = 0.5$  cm.;  $\Delta r = 0.1$  cm.;

$A = 2 \pi r \Delta r \sim 0.3$  cm<sup>2</sup>

$T_2 - T_1 \sim 300^\circ\text{K}$

$\bar{\lambda} = 0.103 \frac{\text{Watt}}{\text{cm } ^\circ\text{K}}$

de donde

$$\dot{Q} \sim 70 \text{ mW}$$

ii). cables de cobre (4 cables de corriente para dos muestras):

# 38 H.F. ;

$r = 0.1$  mm. =  $10^{-2}$  cm  $\Rightarrow A \sim 10^{-4}$  cm<sup>2</sup>

$L = 130$  cm. ;  $T_2 - T_1 \sim 300^\circ\text{K}$  ;  $\bar{\lambda} \sim 5 \frac{\text{Watt}}{\text{cm } ^\circ\text{K}}$

de donde

$\dot{Q} \sim 1 \text{ mW}$  para cada cable de cobre.

iii). cables de manganina (8 cables para dos muestras y el termómetro):

manganina: ned-nylon; 7.321 ohm/pie; California Fine Wire Co.

$$r \sim 0.2 \text{ mm.} \quad \Rightarrow \quad A \sim 10^{-3} \text{ cm}^2$$

$$L = 120 \text{ cm.} \quad T_2 - T_1 \sim 300 \text{ }^\circ\text{K}$$

el coeficiente  $\bar{\lambda}$  de la manganina no aparece en tablas pero se puede estimar en  $0.2 \frac{\text{Watt}}{\text{cm } ^\circ\text{K}}$ , valor que asume el Constantano para  $\Delta T \sim 300^\circ\text{K}$  (la conductividad térmica  $\lambda$  para manganin y constantan son similares para bajas temperaturas) luego

$\dot{Q} \sim 0.5 \text{ mW}$  para cada cable de manganina.

En total, el flujo de calor hacia la muestra por conducción a través de sólidos es del orden de

$\dot{Q} \sim 80 \text{ milliwatts.}$

#### B.- Conducción por gas residual:

Una vez alcanzada las temperaturas bajo He líquido, el mismo gas de intercambio actúa como gas residual para la conducción de calor desde el baño exterior ( $4.2 \text{ }^\circ\text{K}$ ) hacia la muestra. Entonces (3) es también válida, pero en nuestro caso  $\dot{Q}$  es ahora totalmente despreciable, pues  $P_{\text{um}}$  es muy baja (menor que  $0.1 \text{ mm Hg}$ ) y la pared exterior está sumergida en el baño de  $\text{He}^4$  líquido ( $1.5 < T_2 < 4.2 \text{ }^\circ\text{K}$ ).

Para el caso del baño de  $\text{He}^4$ , aislado con vacío del baño de  $\text{N}_2$  líquido, se ha calculado (ref.1) que las fugas son del orden de 28 mwatts. Para los efectos de la muestra estas fugas del baño externo no influyen.

C.- Conducción por radiación:

Entendemos por conducción por radiación a la absorción de la radiación por un cuerpo negro. Este flujo de calor debe depender obviamente de la diferencia de temperaturas entre estos dos cuerpos (en realidad, como  $T_2^4 - T_1^4$ ; ref.4). En nuestro caso es despreciable pues el portamuestras está a la temperatura del baño exterior de He<sup>4</sup>.

D.- Calentamiento por disipación eléctrica:

Los cables de medición de voltajes en las muestras y en el termómetro no disipan calor pues la corriente que circula por ellos es despreciable. No es ése el caso de los cables de la corriente. Así, por ejemplo, por la muestra circulan hasta un máximo de 100 mamp., pero su resistividad es muy baja a temperaturas de He líquido ( $\rho \sim 100 \mu\Omega\text{-cm}$  o menos).

En tal caso

$$\dot{Q} = I^2 R \quad ; \quad I < 100 \text{ mamp.}; \quad R < 10 \text{ m}\Omega$$

o sea

$$\dot{Q} \sim 0.1 \text{ mW.}$$

La contribución del cobre es despreciable pues su resistividad decrece rápidamente con la temperatura.

E.- Fuga total de calor:

Es así que, en la peor de las situaciones habrá un flujo total de calor de 100 miliwatts o menos hacia la muestra. La capacidad de enfriamiento ascendía, sin embargo, a unos 800 miliwatts. No existe, entonces, problema alguno para enfriar la muestra.

### 3.- Calefacción de la muestra.

El sistema de calefacción de la muestra consiste en una resistencia de aproximadamente 1 kilohm (manganina 30.26 ohm/pie. California Fine Wire Co.) enrollada en torno al portamuestras. La potencia disipada por el calefactor permite variar gradualmente la temperatura de la muestra, mediante una presión muy pequeña (aprox. 10 micrones) de gas de intercambio.

La variación de temperatura del bloque de cobre, donde va colocada la muestra, está dada por

$$(7) \quad \Delta T = \frac{\Delta Q}{m C_V}$$

donde  $m$  : masa de cobre (portamuestras + calefactor);  $C_V$  : calor específico del cobre  $C_V(T)$ ;  $\Delta Q$  : cantidad de calor entregada al cobre para subir su temperatura en  $\Delta T$ .

(7) se convierte en

$$(8) \quad \frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{\dot{Q}}{m C_V(T)}$$

donde ahora  $\dot{Q}$  es la energía que se le entrega al bloque de cobre, dada por el calefactor por disipación eléctrica

$$(9) \quad \dot{Q} = I^2 R$$

$I$  : corriente del calefactor ;  $R$  : resistencia del calefactor. De donde (8) queda

$$(10) \quad \frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{I^2 R}{m C_V(T)}$$

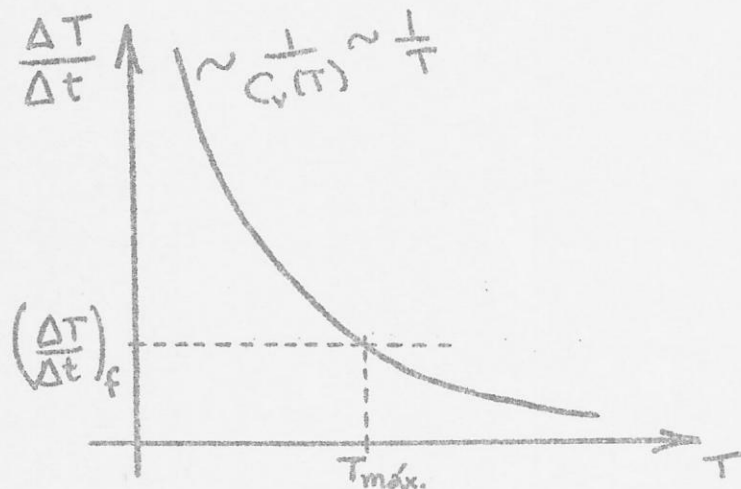
En la práctica, sin embargo, debemos agregar un término correspondiente a fugas de calor; en este caso, el

enfriamiento de la muestra (por estar aún sumergida en un gas de intercambio, aunque a baja presión) actúa contra la velocidad de calefacción. Luego (10) se modifica en

$$(11) \quad \frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{\dot{Q}}{m c_v(T)} - \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_f$$

Este término aditivo obviamente nos limitará la capacidad de calefacción de la muestra.

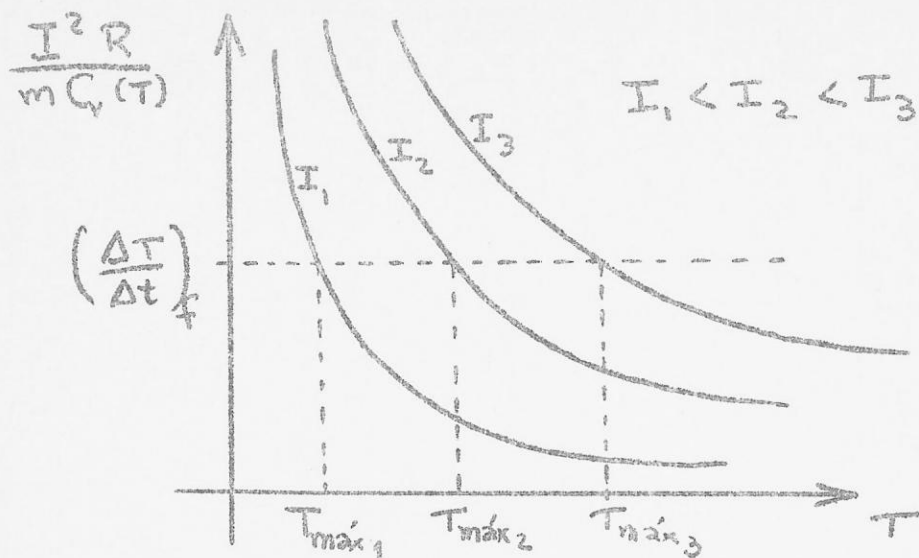
Gráficamente (11) es del tipo



$T_{max}$  define una temperatura de equilibrio, en que el enfriamiento de la muestra por el baño se iguala al calentamiento por el calefactor. Es fácil ver que distintos valores de la presión  $P_1$  del gas de intercambio están representados por rectas horizontales  $\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_f$ , definiendo nuevas temperaturas de equilibrio  $T_{max,i}$ .

Al mismo tiempo los valores de  $\dot{Q} = I^2 R$ , para distintas corrientes  $I$  del calefactor, definen una familia de curvas del tipo  $\sim \frac{1}{T}$ . Gráficamente se trata de la situación siguiente

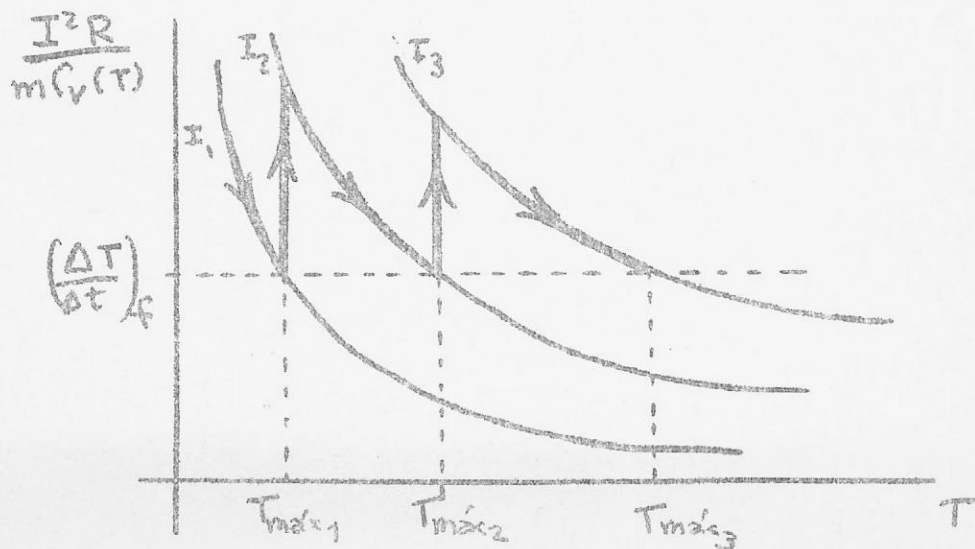




para una presión  $P_1$  de gas de intercambio dada.

Esto define temperaturas de equilibrio  $T_{\max, 1, 2, 3}$  en torno a las cuales podemos asegurar que el ciclo de calentamiento y enfriamiento de la muestra es reversible, es decir, se pueden reproducir los puntos  $\beta = \beta(T)$ . Esto nos suministra un procedimiento experimental rápido y seguro para alcanzar las temperaturas de equilibrio que se deseen al pasar de una curva a otra, variando la corriente de calefactor.

El procedimiento gráfico sería el siguiente



Algunos valores obtenidos con este procedimiento, variando la corriente del calefactor hasta 35 mamp.:

i). presión: bajo 1 micrón.

$I_{\text{calef.}}$ (mamp.)	$R_{\text{term.}}$ (ohms)	$T_{\text{equil}}$ (°K)
5	120	10
10	55	15
20	50	18 (+)

ii). presión: aprox. 5 micrones.

$I_c$	$R_t$	$T_e$
5	780	5
10	400	7
15	170	8
25	40	20 (++)
35	23	30 (+)

NOTA:

Las temperaturas (+) son puntos en que el ciclo es irreversible; (++) : poco reversible. Esto significa que al desconectar el calefactor la muestra no se enfría inmediatamente. La causa de esto es la presión muy baja del gas de intercambio que impide un equilibrio rápido entre el calefactor y el por tamuestras. Por otro lado, si aumentamos la presión del gas, la muestra se demora en calentar pues la recta  $(\frac{\Delta T}{\Delta t})_f$  del gráfico anterior se desplaza hacia arriba, y las temperaturas de equilibrio son más bajas (la corriente del calefactor está limitada por el circuito de calefacción). Una tercera variable en el sistema de calefacción es la posición del por tamuestras con respecto al nivel de He líquido. Lejos del ba=

ño (15 o 20 cm.) es posible calentar reversiblemente a temperaturas superiores a los 60°K, con corrientes de unos 50 miliamp. En este aspecto aún estamos trabajando para obtener un conjunto de puntos como referencias para experiencias posteriores.

FIGURAS Y ESQUEMAS.

- 1).- Termo de He<sup>4</sup> y cámara de experimentación.
- 2).- Línea de bombeo de la cámara de experimentación.
- 3).- Línea de bombeo completa (modificaciones a esquema #3. ref.1).
- 4).- Portamuestras.
- 5).- Circuito de medida para un cryoresister de Germanio.
- 6).- Curva de calibración del termómetro (rango 1.5 - 100°K).
- 7).- Contornos de Noise Figure. Transformador PAR, modelo AM-1.
- 8).- Circuito y equipo de medición de resistividad eléctrica.
- 9).- Transición superconductora del Niobio Nb.
- 10).- Transición superconductora del Plomo Pb. Película delgada.
- 11).- Transición superconductora del Vanadio V.
- 12).- Transición superconductora del Tantalio Ta.

figura 1.- Termo de He<sup>4</sup> y cámara de experimentación

al sistema  
eléctrico

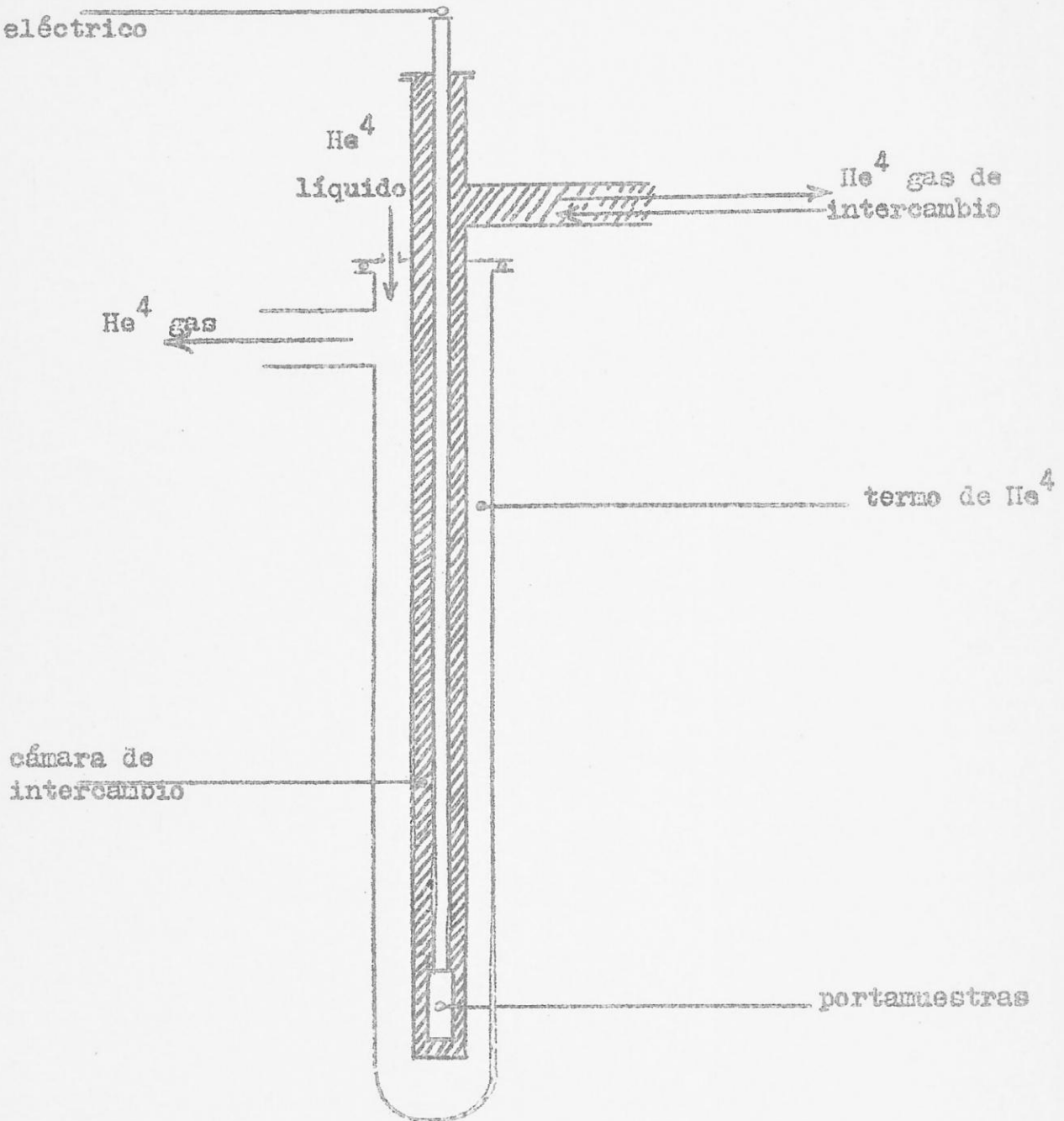
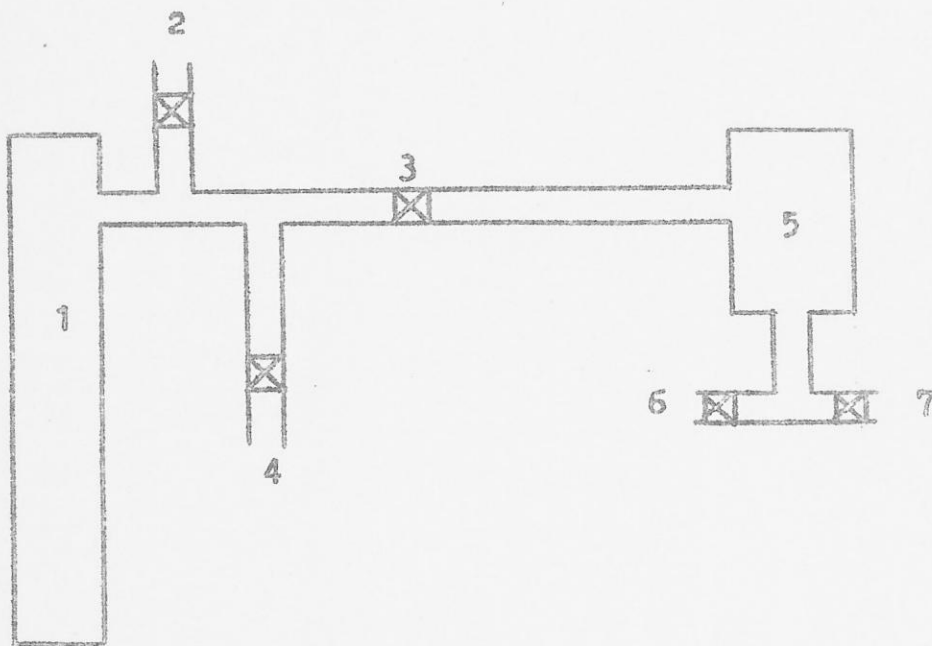
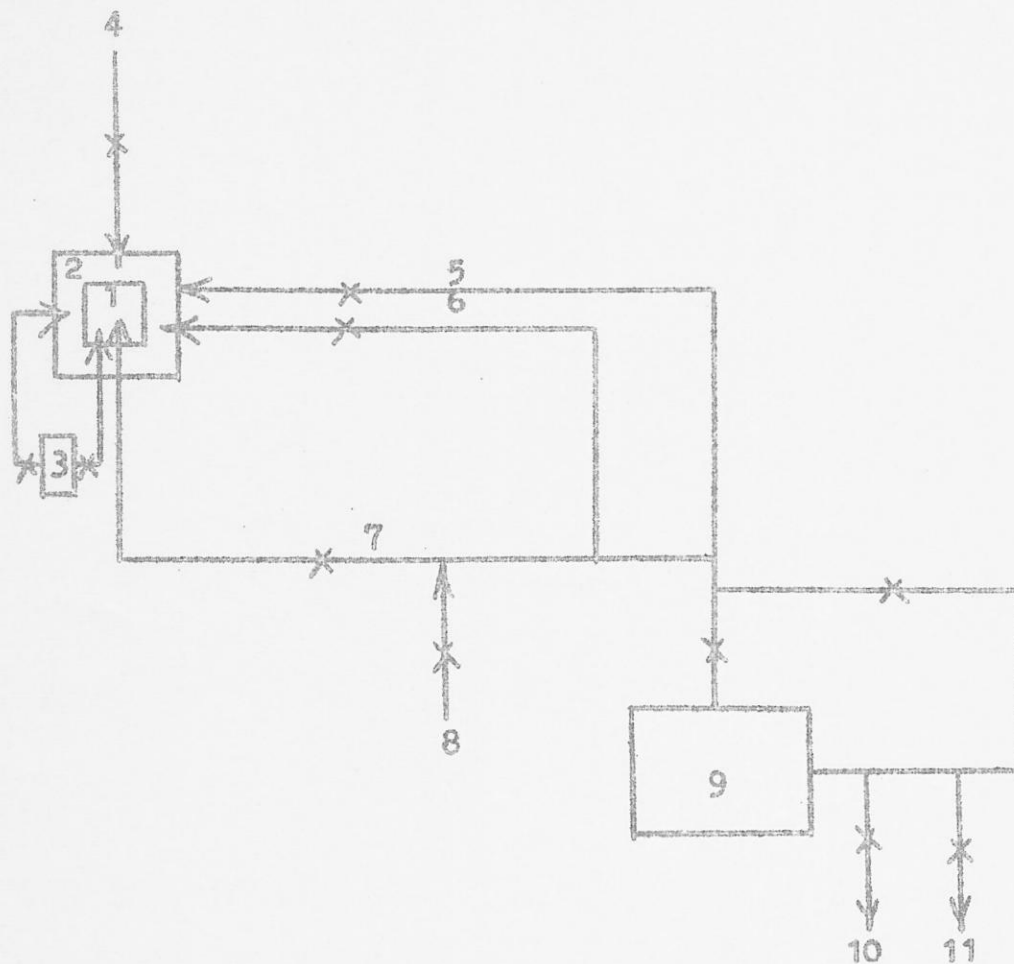


figura 2.- Línea de bombeo de la cámara de experimentación



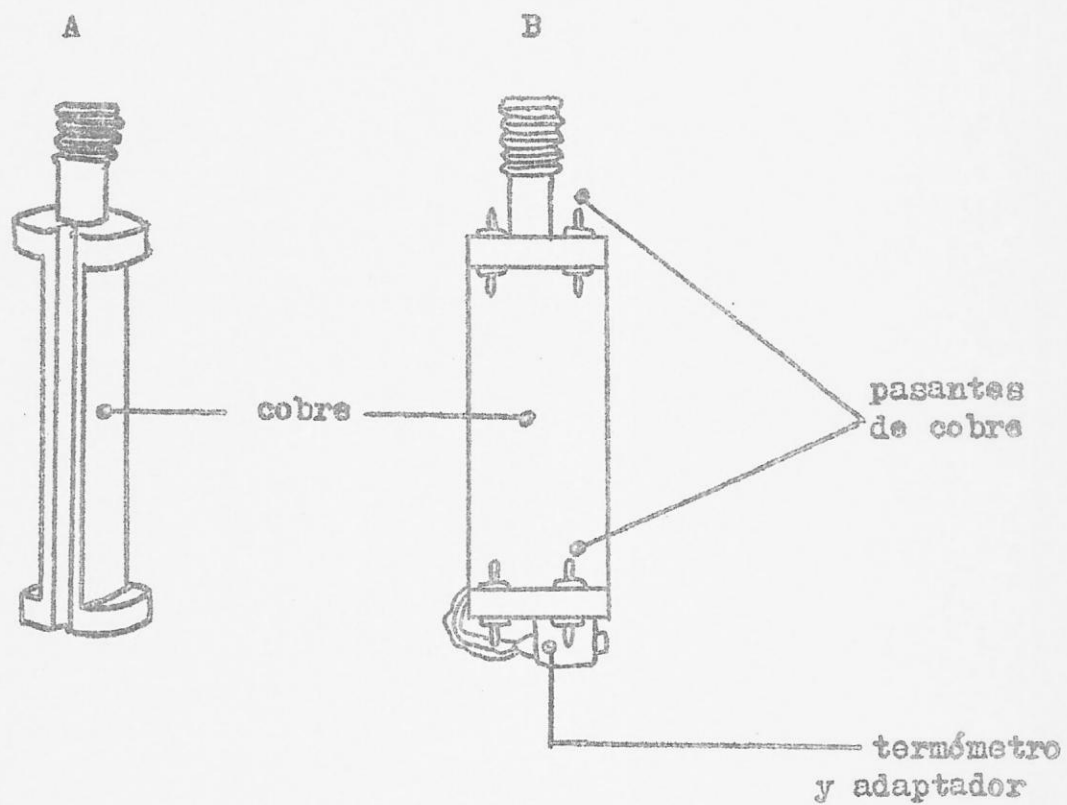
- 1: cámara de experimentación
- 2: conexión a los manómetros
- 3: válvula para bombeo del gas de intercambio
- 4: entrada de He<sup>4</sup>: gas de intercambio y sobrepresión
- 5: bomba mecánica
- 6: salida al aire
- 7: salida al recuperador

figura 3.- Línea de bombeo completa



- 1: cámara de intercambio
- 2: termo de He<sup>4</sup>
- 3: manómetro de He<sup>4</sup>. Conectado independientemente a 2 y 1
- 4: entrada de He<sup>4</sup> líquido
- 5: línea de bombeo espacio vacío de He<sup>4</sup>
- 6: línea de bombeo termo de He<sup>4</sup>
- 7: Línea de bombeo cámara de intercambio
- 8: entrada de sobrepresión de He<sup>4</sup>
- 9: bomba mecánica
- 10: entrada de aire
- 11: salida al recuperador de He<sup>4</sup>

figura 4.- Portamuestras

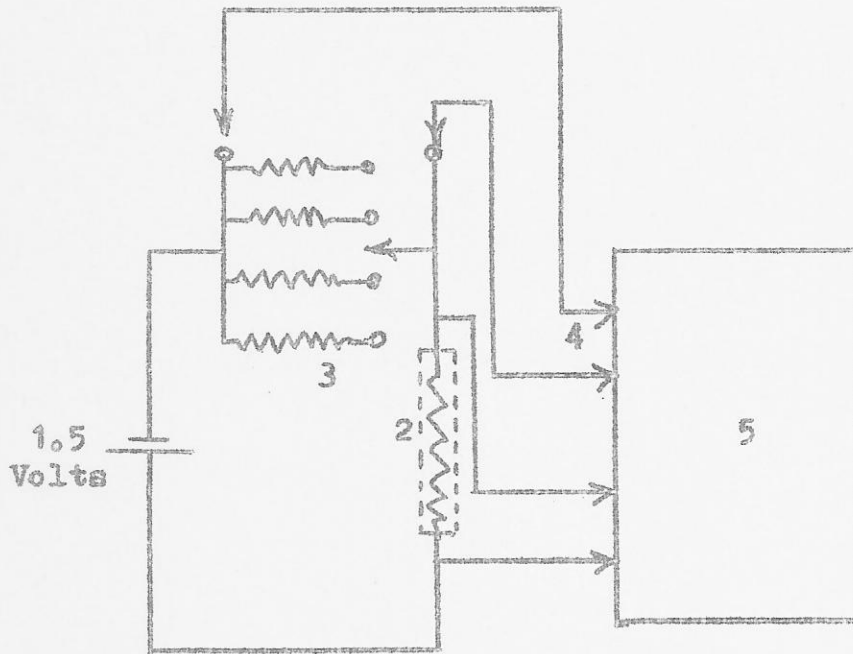


A : bloque de cobre

B : portamuestras, termómetro y pasantes eléctricos



figura 5.- Circuito de medida para un cryoresister de Ge



- 2 : cryoresister
- 3: década de resistencias patrón
- 4 : monitor de corriente
- 5 : mili-micro voltímetro

figura 6.- Curva de calibración del termómetro

Resistencia Ge  
(ohms)

Cryocal S/N 2403

△	Ta	4.39° K
○	V	5.37° K
•	Nb	9.17° K
x	Pb	7.19° K

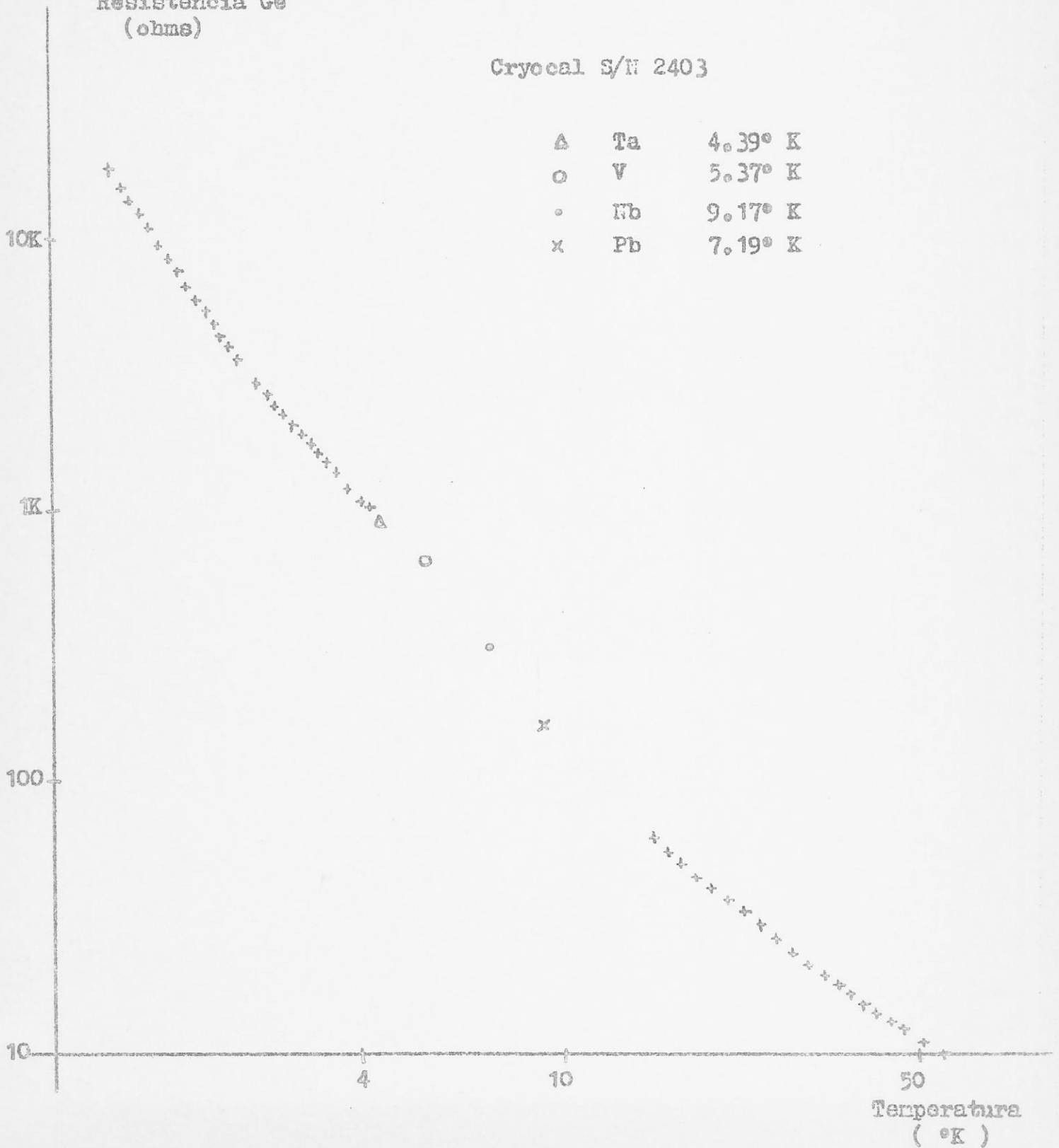
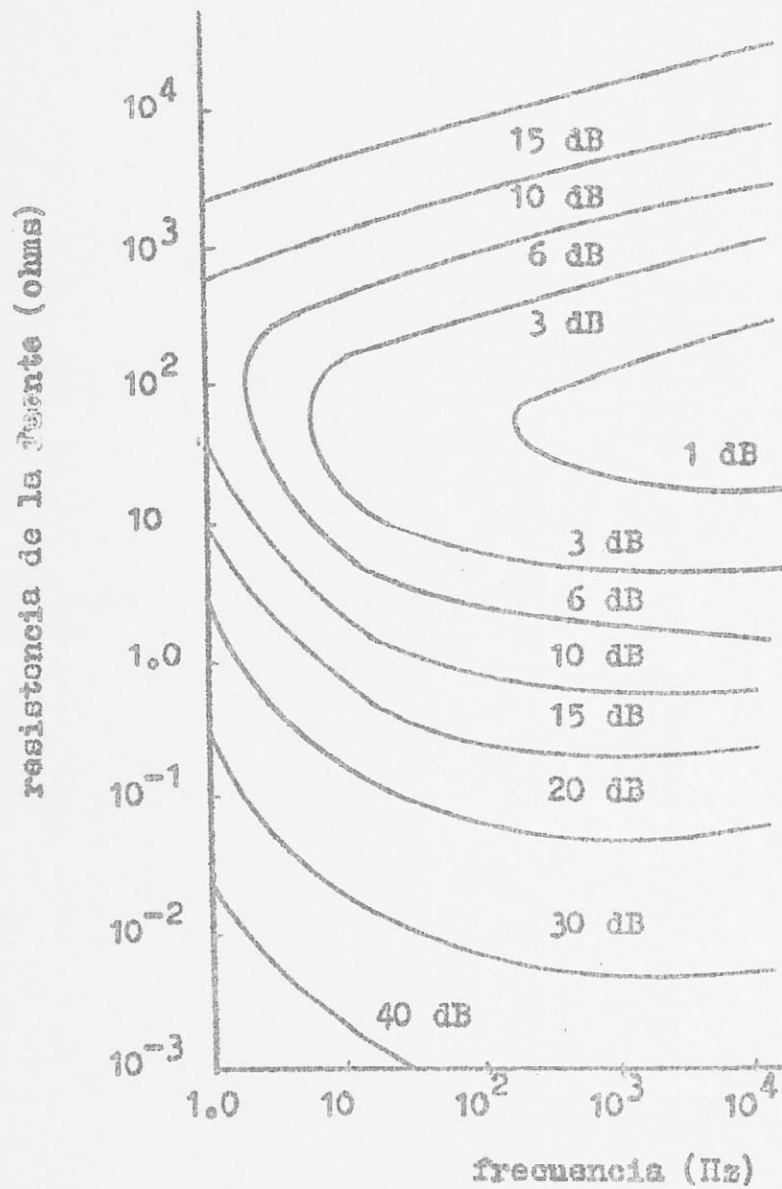
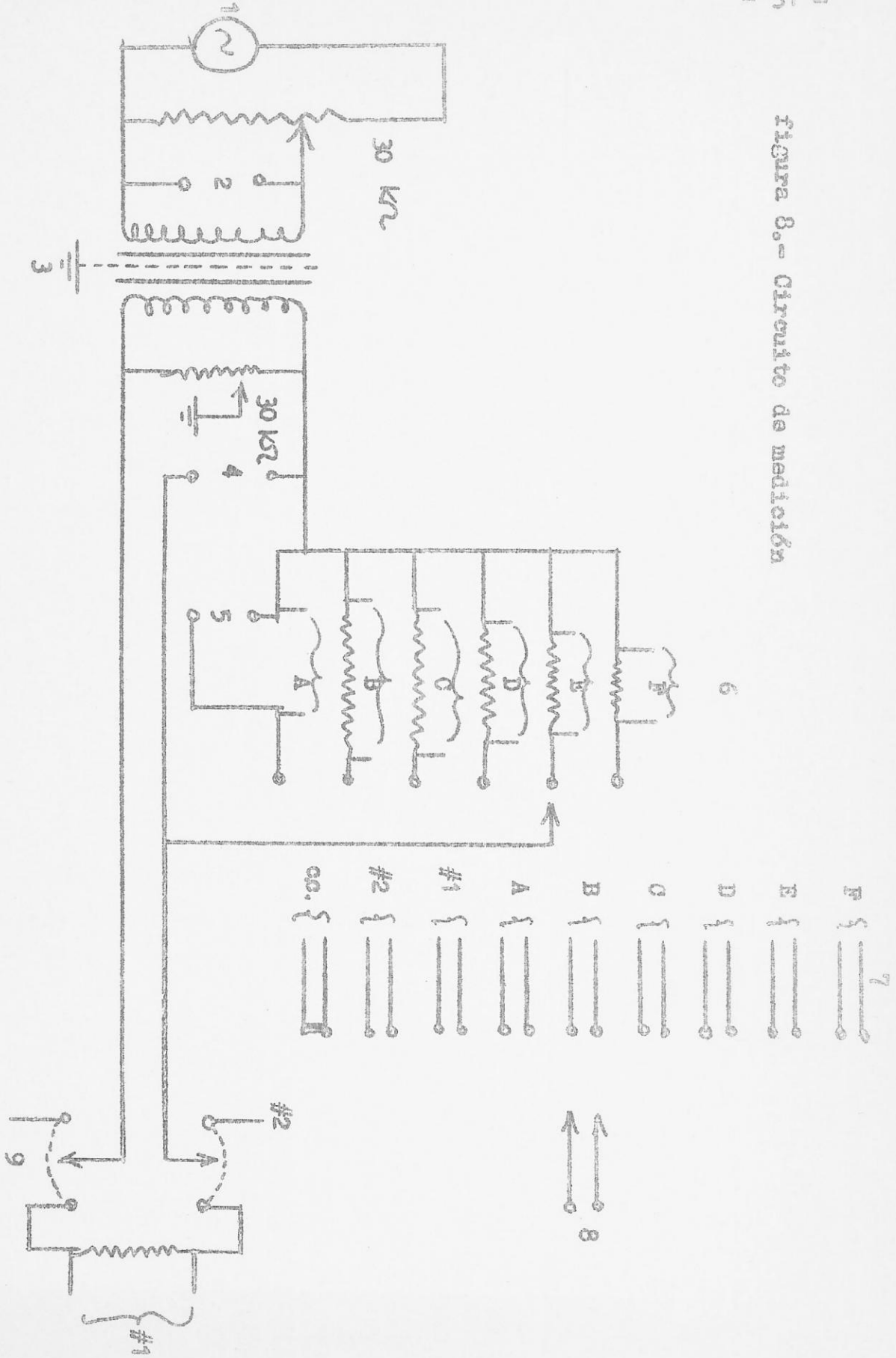


figura 7.- Contornos de Noise Figure (PAR Transf. AM-1)



NOTA: El gráfico fue obtenido del Manual de Instrucciones para el transformador de bajo ruido PAR Modelo AM-1

Figura 8.- Circuito de medicao

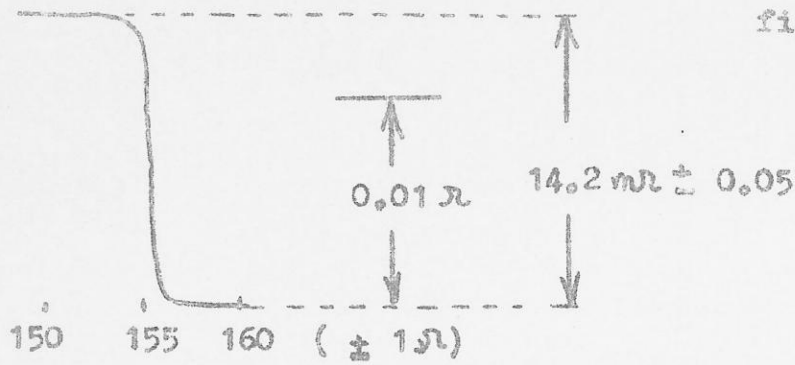


- 1 : oscilador Wavetek
  - 2 : voltaje de referencia auxiliar
  - 3 : transformador de aislación
  - 4 : monitor auxiliar de corriente
  - 5 : década de resistencias (auxiliar)
  - 6 : selector de resistencias patrón
  - 7 : selector de señales
  - 8 : salida al transformador de bajo ruido, preamplificador y amplificador
  - 9 : selector de corriente para muestras #1 y #2
- 

- A : década
- B : 0.01  $\Omega$
- C : 0.1  $\Omega$
- D : 0.5  $\Omega$
- E : 1  $\Omega$
- F : 10  $\Omega$
- #1 : muestra número 1
- #2 : muestra número 2
- cc : corto circuito

Pb :  $T_c = 9.17^\circ\text{K}$

figura 9.- Niobio



Pb :  $T_c = 7.19^\circ\text{K}$

figura 10.- Plomo (película delgada)

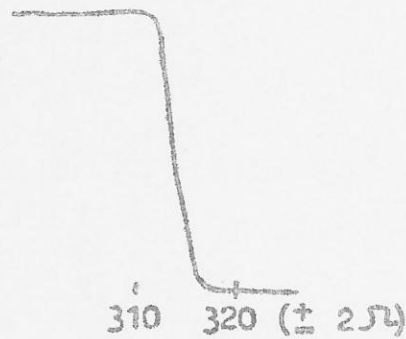


figura 11.- Vanadio

V :  $T_c = 5.37^\circ\text{K}$

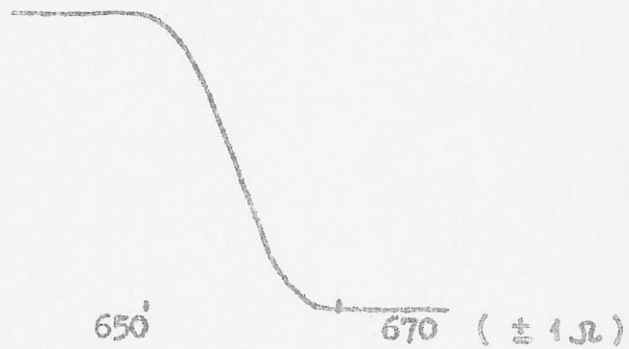


figura 12.- Tantalio

Ta :  $T_c = 4.39^\circ\text{K}$



REFERENCIAS.

- 1).- ROTH, MIGUEL : "Un criostato de He<sup>4</sup> - He<sup>3</sup> para temperaturas de hasta 0.3° K". Memoria de Licenciatura en Física. Facultad de Ciencias. Universidad de Chile.
- 2).- WEBB, G.W. : Phys. Rev. 181 , 3 (1969)
- 3).- DUSHLIANN, J. : "Scientific Foundations of Vacuum Techniques" John Wiley. Capítulo 2.
- 4).- WHITE, G.K. : "Experimental techniques in low temperature Physics" (2<sup>nd</sup> ed.) Oxford. Clarendon Press. 1968. Capítulo VII.