

CRIOSTATO PARA EL ESTUDIO DE LA MAGNETIZACION SUPERCONDUCTORA

N.R. Silva y T. Akachi

Centro de Investigación de Materiales
Universidad Nacional Autónoma de México
(recibido 11 de octubre, 1977)

ABSTRACT

We report a cryostat to measure the magnetization in superconducting samples. The magnetization was obtained by electronically integrating the variable magnetic flux. We show the magnetization curves obtained in a Nb-50%Ti sample.

RESUMEN

Se reporta un crióstato para realizar medidas de magnetización en muestras superconductoras. La magnetización fue obtenida integrando electrónicamente el flujo magnético variable. Se muestran curvas de magnetización obtenidas en una muestra de Nb-50%Ti.

I. INTRODUCCION

La superconductividad es un fenómeno que se caracteriza principalmente por dos propiedades: la ausencia de resistencia eléctrica para temperaturas por debajo de la llamada temperatura crítica de transición $T_C^{(1)}$, y el efecto Meissner⁽²⁾, que consiste en la expulsión del flujo magnético del interior del superconductor (excepto en una capa muy delgada en la superficie del superconductor, del orden de 10^{-5} cm, llamada profundidad de penetración).

Los materiales superconductores se clasifican en dos tipos o clases: Superconductores tipo I, que exhiben el efecto Meissner, y Superconductores tipo II en los que el efecto Meissner es incompleto.

Un superconductor tipo I es perfectamente diamagnético; es decir,

en el estado superconductor no existe una densidad de flujo magnético \vec{B} interno debido a la existencia de corrientes superficiales que dan a la muestra una magnetización exactamente igual y opuesta a la del campo aplicado. Esta magnetización negativa desaparece cuando la intensidad del campo aplicado alcanza un cierto valor bien definido llamado campo crítico H_C . La figura 1a representa esquemáticamente una curva de magnetización en la que se muestra el comportamiento magnético de un superconductor tipo I; vemos que presenta una intensidad de campo crítico H_C bien definida y una curva de magnetización reversible. Tanto la temperatura crítica como el campo magnético crítico son características propias de cada material superconductor. Experimentalmente se observa que H_C es función de la temperatura, su relación aproximada se puede expresar en la forma

$$H_C(T) = H_C(0) \{1 - (T/T_C)^2\} .$$

Se tiene que existe un límite para la densidad de corriente de transporte sin resistencia que puede soportar un superconductor sin pasar al estado normal⁽³⁾. Al valor límite de densidad de corriente sin resistencia se le llama densidad de corriente crítica \vec{J}_C . El comportamiento de los superconductores tipo I fue explicado con gran detalle y éxito por la teoría microscópica BCS⁽⁴⁾.

Los superconductores tipo II poseen dos valores de campo crítico que se conocen como campo crítico inferior H_{C_1} y campo crítico superior H_{C_2} . Para valores del campo aplicado menores que H_{C_1} la muestra presenta un diamagnetismo perfecto (efecto Meissner), cuando el campo aplicado alcanza el valor H_{C_2} la muestra pasa al estado normal. En el intervalo entre H_{C_1} y H_{C_2} , conocido como estado mixto, el flujo magnético penetra en el interior de la muestra en forma de cuantos de flujo, de valor $(hc/2e) = 2.07 \times 10^{-7}$ gauss·cm², formando éstos una red perfectamente triangular. La curva de magnetización para un superconductor tipo II exhibe reversibilidad como se muestra esquemáticamente en la figura 1b. Este comportamiento magnético de los superconductores tipo II fue teóricamente explicado por Ginzburg-Landau⁽⁵⁾, Abrikosov⁽⁶⁾ y Gor'kov⁽⁷⁾ (teoría GLAG). Uno de los primeros experimentos que mostró la existencia de los dos campos críticos H_{C_1} y H_{C_2} , fue realizado por Shubnikov y colaborado-

res⁽⁸⁾ en muestras de Pb-Tl y Pb-In. La observación directa del arreglo periódico de las líneas de flujo fue hecha por Criber y colaboradores⁽⁹⁾ en aleaciones Pb-Bi, y por Essmann y Trauble⁽¹⁰⁾ en Nb y Pb-4%In.

Experimentalmente se observó que cuando un número apreciable de imperfecciones de red cristalina se introducen en un superconductor tipo II, la curva de magnetización presenta un comportamiento diferente al predicho por la teoría GLAG. Cuando el campo externo se incrementa desde cero, la muestra presenta un diamagnetismo perfecto hasta alcanzar H_{c1} ; pero por arriba de este valor, al seguir incrementando la magnitud del campo, la

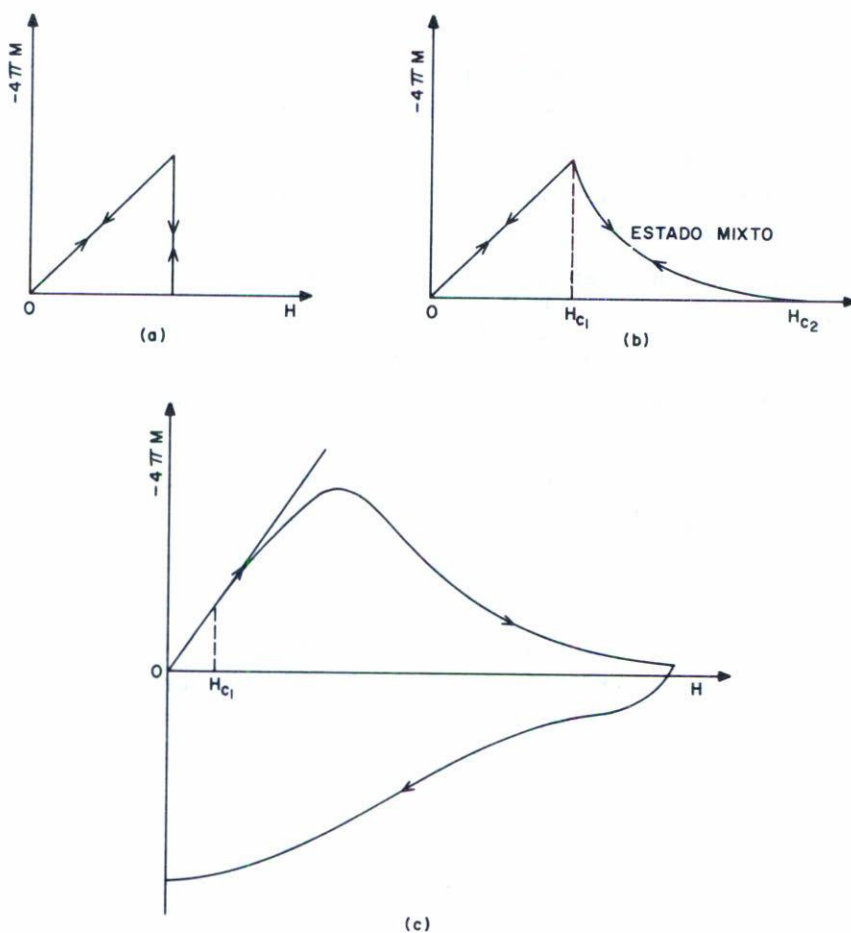


Fig. 1. Variación esquemática de la magnetización $-4\pi M$ vs. el campo H aplicado en a) superconductor tipo I ideal, b) superconductor tipo II ideal, c) superconductor tipo II duro.

magnetización se desvía gradualmente de la línea del diamagnetismo perfecto, después de alcanzar un máximo la magnetización empieza a disminuir y el estado superconductor desaparece en H_{C_2} . Cuando el campo se invierte la curva de magnetización exhibe histéresis, como se muestra en la figura 1c. En presencia de imperfecciones en la red cristalina, los cuantos de flujo no son libres de moverse a través de la muestra y son prendidos o atrapados por las imperfecciones. A los defectos de la red responsables de ello se les denomina en forma general como sitios de prendimiento. A los superconductores tipo II con centros de prendimiento a menudo se les llama superconductores duros y a aquéllos con valores altos de H_{C_2} se les llama superconductores de campo alto.

El primer modelo fenomenológico que permite predecir el comportamiento magnético de los superconductores duros fue propuesto por Bean⁽¹¹⁾ y se llama Modelo del Estado Crítico. La premisa básica de este modelo es considerar que cualquier cambio en el campo magnético aplicado origina que la densidad de flujo magnético \vec{B} en el interior de la muestra cambia, hasta que en todo punto cercano a la superficie del superconductor, $\text{rot } \vec{B}$ es igual al valor crítico $\frac{4\pi}{c} \vec{J}_c$; es decir, la densidad de flujo magnético \vec{B} induce corrientes hasta la densidad de corriente crítica \vec{J}_c . Bean considera que la densidad de corriente crítica \vec{J}_c es independiente del campo.

El Modelo del Estado Crítico está en buen acuerdo con la curva de magnetización de una muestra de $V_3\text{Ga}$ ⁽¹²⁾ en la región de campo bajo ($0 \leq H \leq 2H_c$). Esta concordancia implica que el concepto de la densidad de corriente crítica puede ser válido para los superconductores duros. No se espera que haya concordancia para valores altos del campo aplicado, donde no se cumple la condición de que la densidad de corriente sea independiente del campo. Se puede decir que el Modelo del Estado Crítico da una descripción satisfactoria de las características magnéticas de los superconductores tipo II no-ideales.

De lo arriba expuesto, se puede ver que una de las formas de analizar el comportamiento magnético de los superconductores es mediante la magnetización. Con el propósito de estudiar la magnetización superconductor se construyó un dispositivo que está previsto para analizar diferentes tipos de muestras, dentro de un amplio intervalo de temperaturas y de campos magnéticos. En la sección II se describen el crióstato y los sistemas auxiliares, explicándose someramente su funcionamiento y en la sección III la obtención de las curvas de magnetización.

II. DESCRIPCIÓN DEL CRIÓSTATO Y SISTEMAS AUXILIARES

La figura 2 representa esquemáticamente el conjunto completo de Dewar, bobina superconductora y crióstato. La figura 3 muestra al crióstato y a continuación describiremos cada una de sus partes y funciones.

La brida de latón A es el sostén del crióstato y sirve a la vez como tapa del vaso para el He líquido del Dewar; a través de esta brida se efectúan, por medio de tubos de acero inoxidable de pared delgada,

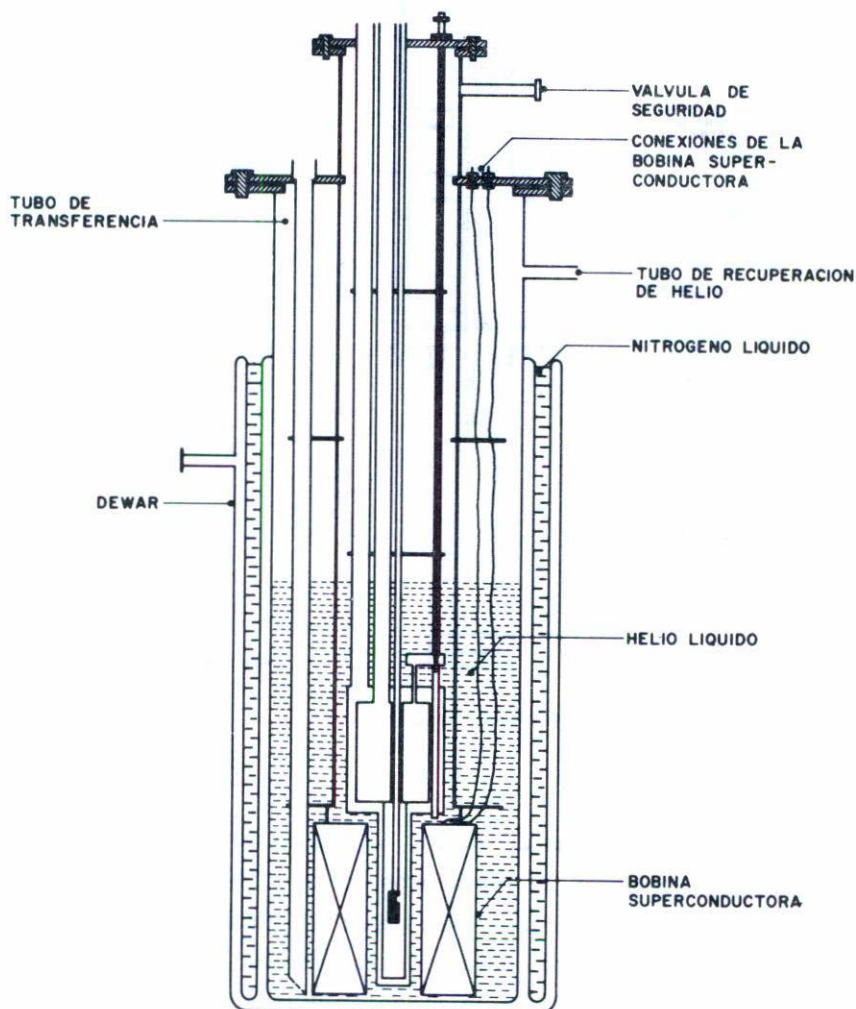


Fig. 2. Representación esquemática del dispositivo experimental completo mostrando el Dewar, la bobina superconductora y el crióstato.

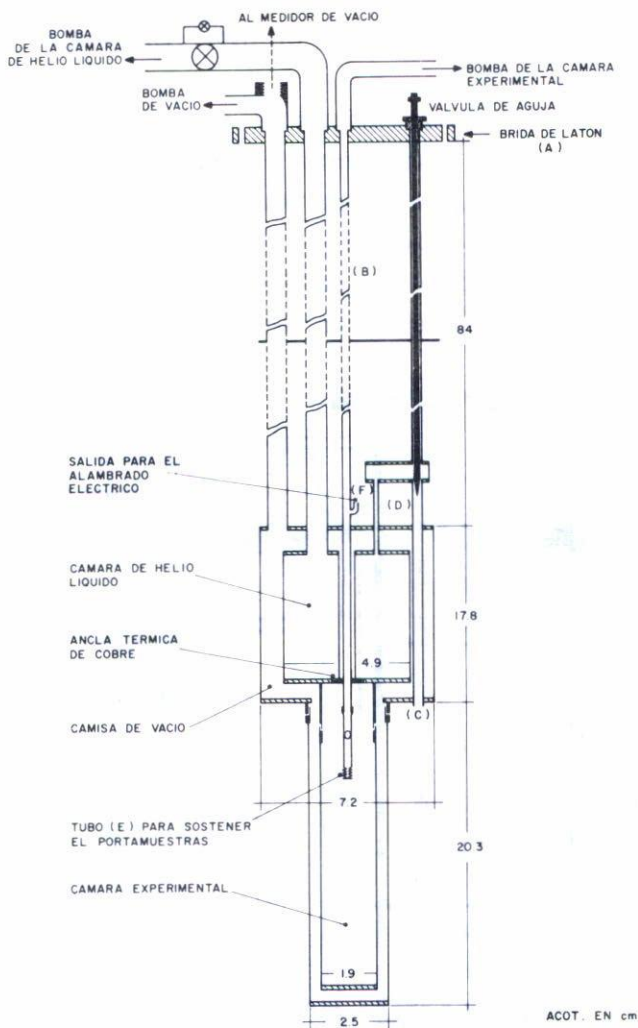


Fig. 3. Diagrama del crióstato

las conexiones hacia la camisa de vacío, la cámara de He líquido y la cámara experimental. Además se instalaron sobre la brida una válvula de aguja, atravesadores eléctricos para pasar el alambrado eléctrico de la parte interna del crióstato hacia el exterior del Dewar y dos entradas tapables que se utilizan para la transferencia de N_2 líquido (preenfriamiento) y del He líquido, así como para la medición del nivel de He líquido dentro del vaso Dewar.

Los alambres de cobre parten de los atravesadores, introduciéndose en el baño principal de He líquido para que disipen su calor, y pasan a través del tubo F (sellado al vacío) hacia el tubo B, que llega al interior de la cámara experimental.

En la figura 3 se observa que la camisa de vacío rodea tanto a la cámara de He líquido como a la cámara experimental, aislándolas térmicamente del baño principal de He líquido. El bombeo sobre la camisa de vacío se efectúa a través del tubo que parte de la camisa hacia la brida A y que se conecta a un sistema de bombeo.

En la cámara de He líquido se deposita el He líquido que sirve para enfriar la muestra por debajo de los 4.2 K. Para la obtención de temperaturas inferiores a los 4.2 K se efectúa un bombeo sobre la cámara abatiendo la presión del líquido y por lo tanto disminuyendo su temperatura. La velocidad de bombeo se regula mediante dos válvulas que sirven para estabilizar el sistema a temperaturas intermedias entre 1.2 K y 4.2 K.

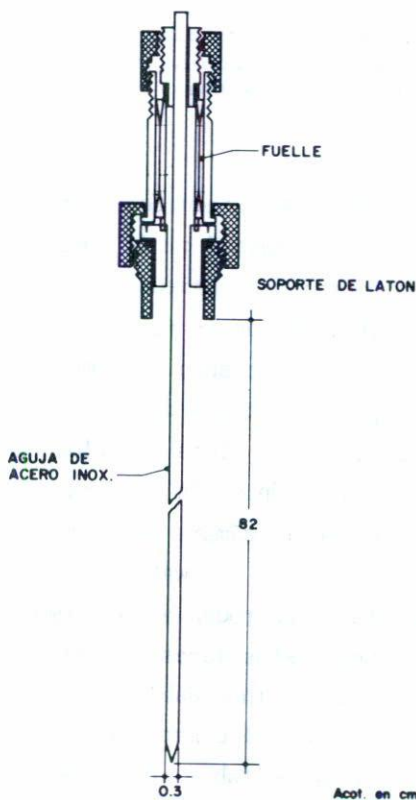


Fig. 4. Diagrama de la válvula de aguja

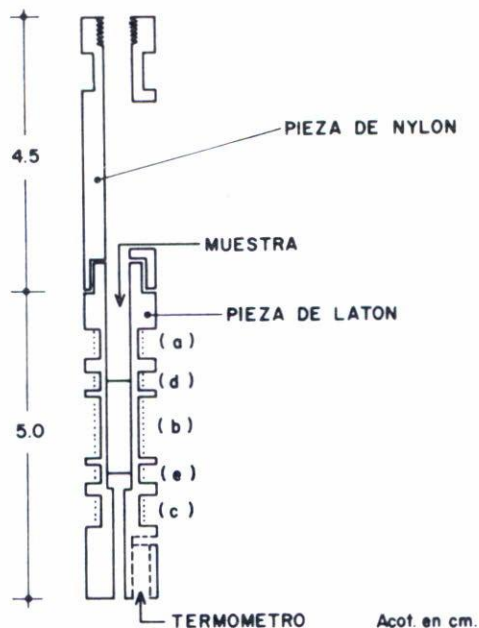


Fig. 5. Diagrama del portamuestras señalando el sistema de detección de la magnetización formado por la bobina a b c, las bobinas de calefacción d e, el termómetro y la muestra.

Debido a que la bobina superconductora proporciona una región homogénea de campo en aproximadamente 5 cm de longitud, el sistema de detección está construido sobre una longitud de aproximadamente 3 cm y distribuido en la forma indicada en la figura 5. La posición del portamuestras, dentro de la región homogénea de campo, la regula una pieza de nylon que lo une con la parte inferior del tubo B del crióstato, mediante el tubo E. La presencia de la pieza de nylon es útil pues, además, en el proceso de desmagnetización de la muestra evita en gran parte la evaporación del He líquido de la cámara de He líquido pues posee una conductividad térmica baja (1.3×10^{-4} watt/cm.K).

La parte del crióstato que rodea al portamuestras la constituyen dos latas cilíndricas. Como estas latas van dentro de la bobina superconductora se hicieron de acero inoxidable no magnético de pared delgada para no alterar apreciablemente el campo externo que se aplica a la muestra. Estas piezas son desmontables para facilitar la operación del intercambio de muestras y se sueldan con metal de Wood.

III. OBTENCION DE CURVAS DE MAGNETIZACION

El sistema de detección de la magnetización (figura 5) consta de las bobinas a, b y c hechas con alambre de cobre calibre 42. Las bobinas a y c están enrolladas en la misma dirección formando una bobina de 4000 espiras en total y la bobina b, dentro de la que se coloca la muestra, posee 4000 espiras y está enrollada en dirección contraria a la de las bobinas a y c.

Un incremento continuo del campo magnético aplicado a las bobinas desarrollará una f.e.m. a través de cada una de ellas, proporcional a la razón de cambio de la densidad de flujo magnético que las atraviesa. La f.e.m. inducida en las bobinas a y c será proporcional a la razón de cambio del campo externo aplicado, mientras que la f.e.m. inducida en la bobina b, que contiene a la muestra, será proporcional a la razón de cambio de la densidad de flujo magnético que pasa a través de sus espiras; pero ya que las bobinas a y c están enrolladas en sentido contrario a b, la f.e.m. neta a través de todas las bobinas será proporcional a la razón de cambio de la magnetización de la muestra:

$$\varepsilon = (\varepsilon_a + \varepsilon_c) - (\varepsilon_b) \propto \left(\frac{dH}{dt} - \frac{dB}{dt} \right)$$

$$\varepsilon \propto \left\{ \frac{dH}{dt} - \frac{d}{dt} (H + 4\pi M) \right\}$$

$$\varepsilon \propto \frac{d(-4\pi M)}{dt}$$

Esta f.e.m. alimenta a un integrador de flujo (figura 6), cuyo voltaje de salida se relaciona al de entrada mediante la expresión

$$V \propto \int_0^t \frac{d}{dt} (-4\pi M) dt = -4\pi M .$$

Así el voltaje de salida del integrador es proporcional en todo tiempo a la magnetización de la muestra. Las correspondientes curvas de magnetización en función del campo externo aplicado se trazan conectando al eje Y de una graficadora el integrador de flujo y al eje X, a través de una resistencia shunt, el voltaje de salida, que es proporcional al campo magnético que suministra la bobina superconductor, como se observa en la figura 6.

Una manera adecuada para llenar la cámara de He líquido con el He líquido del baño principal, es mediante la válvula de aguja. El He líquido se toma del baño principal a través del tubo C y se alimenta a la cámara mediante el tubo D (figura 3). La figura 4 muestra el diagrama de la válvula de aguja. Esta consiste de una aguja de acero inoxidable que en su parte superior está sujeta a una pieza de latón que a su vez va soldada a la brida A. La pieza de latón acciona un fuelle mediante el cual se sube o se baja la aguja; al subir ésta, se permite el paso del He líquido, al bajar se cierra herméticamente sobre un extremo del tubo de latón C.

La cámara experimental es la parte del crióstato donde se coloca la muestra y el sistema de detección. Esta cámara se enfría mediante gas de intercambio calorífico de He que se alimenta a través del tubo B. El gas de intercambio se enfría al hacer contacto con una pieza de cobre localizada en la parte inferior de la cámara de He líquido, enfriando a su vez la muestra. La razón de separar la cámara de He líquido de la cámara experimental es que cuando se efectúa una medición de magnetización la muestra adquiere una magnetización residual a campo cero y la única forma de desmagnetizarla es llevándola al estado normal, esto es, elevando su temperatura. El proceso de calentar la muestra para desmagnetizarla, y enfriarla nuevamente para llevarla al estado superconductor debe hacerse cada vez que se realice una medida de la magnetización. La manera de efectuar esta operación es bombear el gas de intercambio y calentar la muestra por medio de los calefactores hasta una temperatura superior a su T_c y volver a introducir gas He que al enfriarse, enfría la muestra a la temperatura deseada.

La muestra y el sistema de detección se colocan en un portamuestras (figura 5) hecho principalmente de latón y cuya función es de suspender la muestra paralelamente al campo externo proporcionado por la bobina superconductora (2.9 cm diámetro interno, 0-50 KGauss y 1 KGaus=1.179 Amp). Al mismo tiempo el portamuestras sirve de asiento para el sistema de detección de la magnetización (su funcionamiento se dará más adelante), para los calefactores que elevan la temperatura dentro de la cámara experimental (los calefactores están representados por las bobinas d y e de la figura 5), y para el termómetro de resistencia de carbón (Allan Bradley, 1/8 watt, 10 Ω nominal) que mide la temperatura dentro de la cámara experimental.

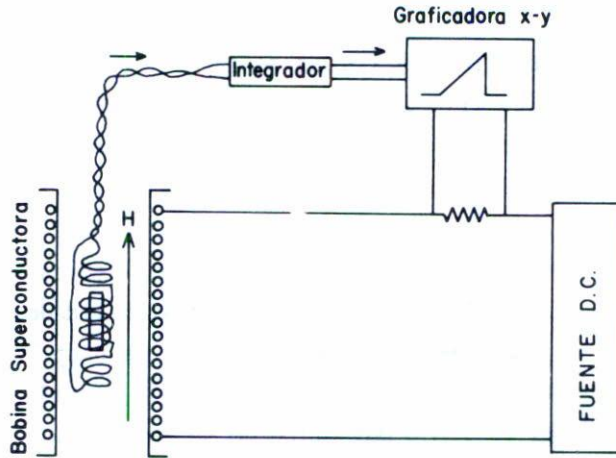


Fig. 6. Diagrama de bloques para la obtención de las curvas de magnetización.

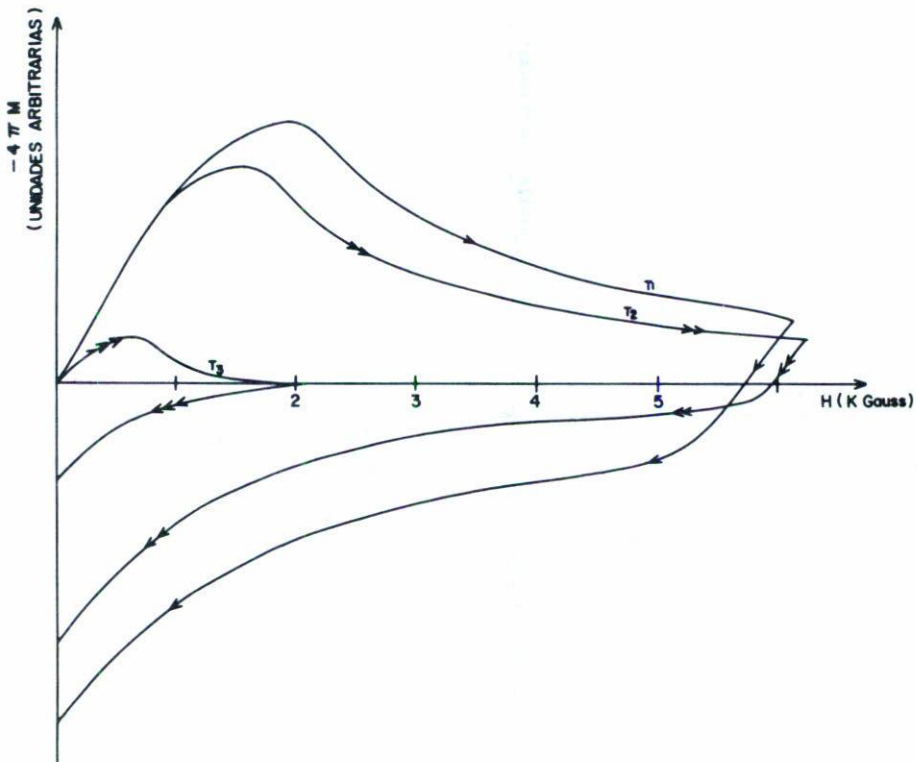


Fig. 7. Curvas de magnetización para Nb-50%Ti a diferentes temperaturas $T_1 < T_2 < T_3$, obtenidas mediante integración electrónica del flujo magnético variable.

La figura 7 muestra tres curvas de magnetización, obtenidas mediante el procedimiento anterior, en una muestra de Nb-50%Ti que es un superconductor tipo II de campo alto. Las curvas representadas son típicas de este tipo de superconductores y corresponden a tres temperaturas diferentes $T_1 < T_2 < T_3$.

La figura 8 muestra una curva completa de histéresis. En esta curva se pueden ver los brincos de flujo o inestabilidades magnéticas características de los superconductores tipo II de campo alto; el área que encierra la curva es una medida de la energía gastada por el superconductor en expeler el flujo magnético de su interior.

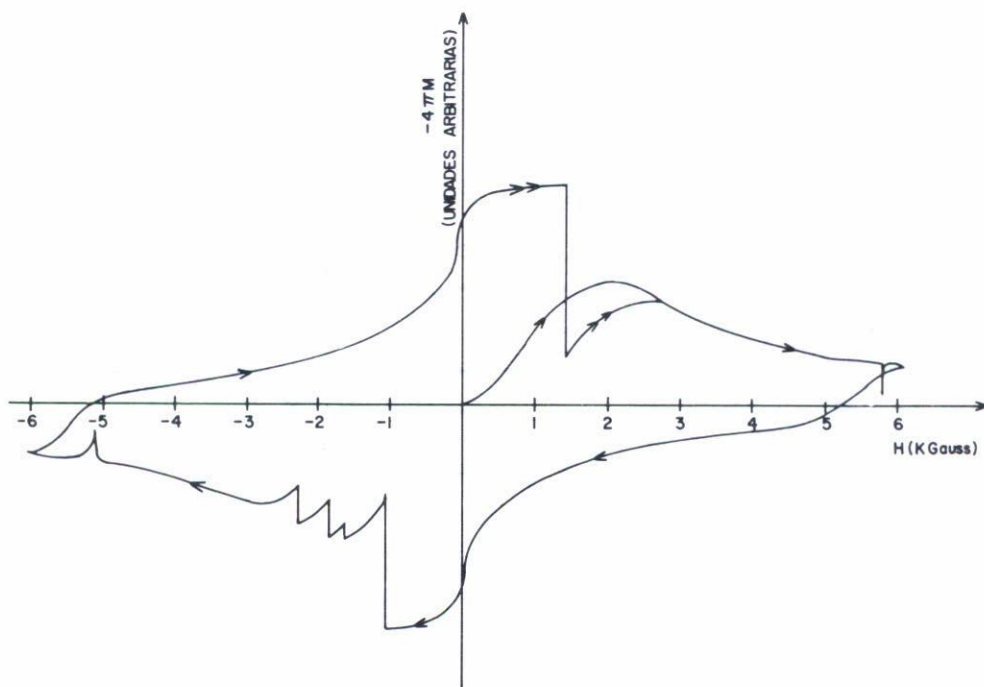


Fig. 8. Curva completa de histéresis para Nb-50%Ti en la que se observan las inestabilidades magnéticas o brincos de flujo característicos de los superconductores tipo II de campo alto.

CONCLUSION

El crióstato que aquí se reporta se caracteriza por su facilidad de manejo, y largo tiempo de autonomía y es apropiado para efectuar medidas de magnetización en diferentes tipos de muestras superconductoras. Las curvas reportadas para la aleación Nb-50%Ti demuestran la obtención de la magnetización por medio de la técnica aquí descrita. Estos resultados comprueban el funcionamiento del dispositivo experimental y dan paso a subsecuentes investigaciones del comportamiento magnético de los superconductores.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos los comentarios hechos por el Dr. Theodore A. Will y M. en C. Eugenio Cetina, así como la colaboración del equipo técnico del Centro de Investigación de Materiales.

REFERENCIAS

1. H.K. Onnes, *Leiden Comm.* 122b, 124c (1911).
2. W. Meissner, R. Ochsenfeld, *Naturwiss.*, 21 (1933) 787.
3. F.B. Silsbee, *J. Wash. Acad. Sci.*, 6 (1916) 597.
4. J. Bardeen, L.N. Cooper, J.R. Schrieffer, *Phys. Rev.* 108 (1957) 1175.
5. V.L. Ginzburg, L.D. Landau, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* 20 (1950) 1064.
6. A.A. Abrikosov, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* 32 (1957) 1442; *Soviet Phys. JETP* 5 (1957) 1174.
7. L.P. Gor'kov, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* 37 (1959) 1407; *Soviet Phys. JETP* 10 (1960) 998.
8. L.V. Shubnikov, V.I. Khotkevich, Yu. D. Shepelev, Yu. N. Riabinin, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* 7 (1937) 221; *Phys. Z. Sowjet.* 10 (1936) 165.
9. D. Criber, B. Jacrot, L. Madhav Rao, B. Farnoux, *Phys. Letter* 9 (1964) 106; *Progress in Low Temperature Physics* (C.J. Gorter ed.), North-Holland, Amsterdam, (1967) p. 161ff.
10. M. Essmann, H. Trouble, *Phys. Letter* 24A (1967) 526.
11. C.P. Bean, *Phys. Rev. Letters*, 8 (1962) 250; *Rev. Mod. Phys.* 36 (1964) 31.
12. J.E. Kunzler, *Rev. Mod. Phys.* 33 (1961) 501.