

CRIOSTATO DE He⁴ PARA ESTUDIOS DE TUNELAJE EN SUPERCONDUCTORES

J.L. Heiras, R. Escudero y T.A. Will

Departamento de Ciencia y Materiales

Centro de Investigación de Materiales, UNAM.

(recibido 4 mayo, 1977)

RESUMEN

Con objeto de estudiar superconductividad, en particular las características eléctricas de juntas túnel, en las que uno o ambos electrodos son superconductores, se diseñó y construyó un crióstato capaz de mantener 1 K durante varias horas. Este crióstato es notable por su reducido consumo de He y porque la muestra se encuentra sumergida en el baño de temperatura baja.

ABSTRACT

In order to study superconductivity, particularly the electrical characteristics of tunnel junctions in which one (or both) electrode(s) is superconducting, a cryostat capable of maintaining 1 K for several hours has been designed and built. This cryostat is notable for its small consumption of He and because the sample is immersed directly in the low temperature bath.

I. INTRODUCCION

Las mediciones⁽¹⁾ de la conductividad de juntas túnel, en las cuales un electrodo es superconductor, tienen que realizarse a dos temperaturas distintas para normalizar adecuadamente los datos^(2,3). Las mediciones por debajo de la temperatura de transición, T_c , pueden efectuarse en principio a una temperatura en donde la brecha superconductor tiene esencialmente su valor a cero absoluto, típicamente $<0.5 T_c$. Sin embargo, es conveniente reducir la temperatura de medición a $0.2 T_c$ para disminuir efectos térmicos que conducirían a una falta de definición de los puntos críticos en el espectro fonónico efectivo, resultado de la "inversión" de los datos⁽⁴⁾. Las mediciones con el electrodo de interés

en el estado normal suelen efectuarse a una temperatura ligeramente superior a T_c , o bien a una temperatura menor, manteniendo normal el electrodo de interés por medio de un campo magnético aplicado.

El crióstato de He^4 líquido aquí reportado, el cual se diseñó para realizar mediciones de tunelaje en juntas superconductoras, mantiene estable la temperatura de la cámara experimental entre 1 K y 30 K aproximadamente. Las temperaturas por debajo del punto normal de ebullición de He (3.9 K aproximadamente a la altitud de la ciudad de México) se mantienen por medio de bombeo continuo sobre el líquido previamente admitido a la cámara experimental. En cambio, las temperaturas superiores a 3.9 K en la cámara se obtienen en un ambiente de gas de intercambio calorífico (He) con un calentador eléctrico que compensa la pequeña pérdida de calor que ocurre hacia el baño principal de He a 3.9 K.

A continuación se describen el crióstato y los sistemas de medición y de bombeo (sección II) y después se explica escuetamente su funcionamiento (sección III).

II. DESCRIPCION DEL CRIOSTATO Y SISTEMAS AUXILIARES

La figura 1 es una fotografía del crióstato propio, mostrando la cámara experimental (CE) del crióstato; el mismo se representa en forma esquemática en la figura 2. En condiciones experimentales el crióstato está sumergido en el baño de He líquido (a 3.9 K aproximadamente) del vaso del Dewar (D). El equipo se muestra en la configuración experimental en la fotografía figura 3 mientras que el sistema de bombeo se representa esquemáticamente en la figura 4.

El crióstato se soporta de una placa (P) que sirve a la vez para tapar el Dewar, evitando así la pérdida del He evaporado. La línea de recuperación (LR) de He conecta el vaso del Dewar con bolsas recolectoras de He, las cuales se mantienen a una presión constante de 50 torr (aproximadamente) arriba de la atmosférica (estas bolsas se localizan en la planta de licuefacción de He en el Centro de Investigación de Materiales). Además, la placa está perforada para: (1) el tubo de bombeo de la cámara experimental (TBCE), (2) el tubo de bombeo de la camisa de vacío (TBCV) y (3) el conducto de los alambres de cobre (CA), siendo todos los tubos de acero inoxidable de pared delgada. Se instalaron

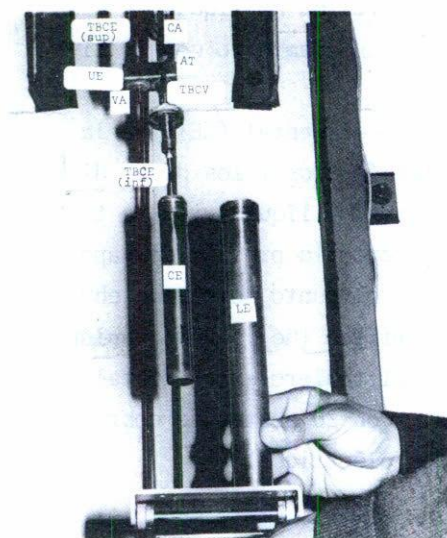


Fig. 1. Fotografía del crióstato mostrando la lata que forma la cámara experimental. CE - cámara experimental, LE - lata externa, TBCE-inf y TCE-sup - tubo de bombeo de la cámara experimental, secciones inferior y superior, VA - válvula de aguja, UE - unidad de empalme, AT - ancla térmica, TBCV - tubo de bombeo de la camisa de vacío, CA - conducto de alambres.

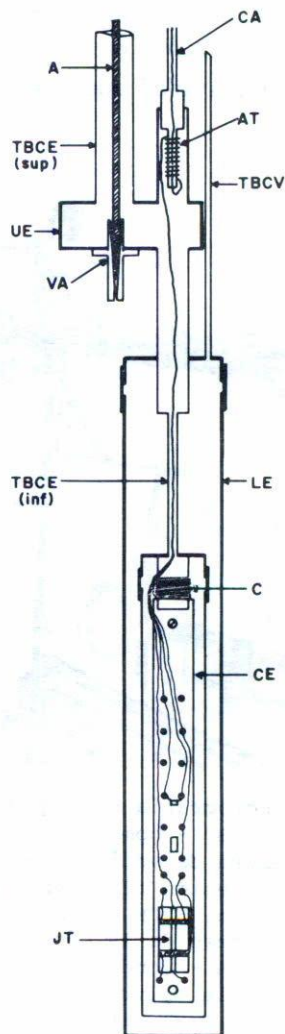


Fig. 2. Corte esquemático del crióstato. CE- cámara experimental, JT - junta túnel, C - calentador, LE - lata externa, TBCE-inf y TBCE-sup - tubo de bombeo de la cámara experimental, secciones inferior y superior, TBCV - tubo de bombeo de la camisa de vacío, VA - válvula de aguja, A- aguja, UE - unidad de empalme, AT - ancla térmica, CA - conducto de alambres.

atravesadores eléctricos para el medidor de nivel de He líquido y dos entradas tapables, éstas utilizadas en el pre-enfriamiento con N_2 líquido y la transferencia de He líquido.

El corazón del crióstato es la cámara experimental (CE), en la cual se instalan la junta túnel (JT), los termómetros y los demás dispositivos necesarios. Esta cámara se llena con He líquido y para trabajar a temperaturas inferiores a 3.9 K se reduce la presión de vapor, bombeando sobre el He. Para trabajar arriba del punto normal de ebullición se llena con gas de intercambio calorífico (He) a una presión reducida. Dentro de la cámara se encuentra el tablero experimental (de los utilizados para circuitos impresos), con 20 postes de cobre de alta conductividad que sirven como contactos eléctricos.

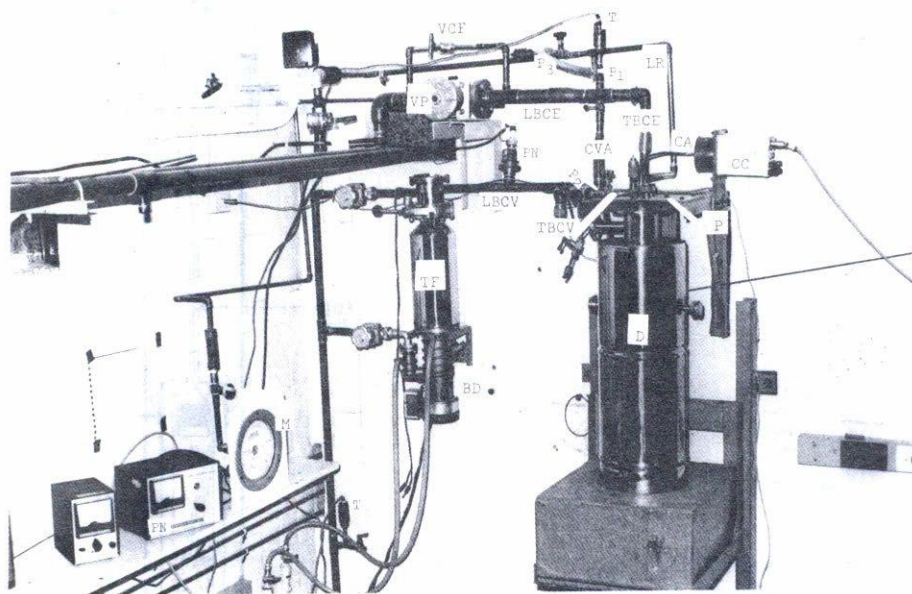


Fig. 3. Fotografía del equipo en configuración experimental. D - Dewar, P - placa. BD - bomba difusora, TF - trampa fría, TBCV - tubo de bombeo de la camisa de vacío, T - medidor de presión tipo termistor, PN - medidor de presión tipo Penning. VP - válvula principal, VCF - válvula de control fino, LBCE - línea de bombeo de la cámara experimental, TBCE - tubo de bombeo de la cámara experimental, M - medidor de presión (tipo Bourdon), CA - conducto de alambres, CC - caja de contactos, CVA - control de la válvula de aguja. También se muestra: LR - línea de recuperación, P₁ - pitorro para admitir gas a la cámara experimental, P₂ - para admitir gas a la camisa de vacío y bombear sobre las camisas del Dewar, P₃ - para comunicar la cámara experimental a la línea de recuperación.

Los alambres de cobre (No. 40, de doble esmalte) están soldados con indio a los contactos mencionados. Partiendo de la cámara experimental, los alambres pasan por la parte inferior del tubo de bombeo de la cámara (TBCE-inf), al ancla térmica (AT), luego por el conducto de alambres (CA), llegando finalmente a los atravesadores de vacío de la caja de contactos (CC), la cual está arriba de la placa (P). A esa caja se conectan externamente: (1) los circuitos para medición⁽¹⁾ de las características de tunelaje, (2) los medidores de resistencia de baja disipación para los termómetros de carbón (.1 watt, 47 Ω nominal) y de Ge (Cryocal No. CR1000), (3) los puentes y circuitos auxiliares para medir temperaturas de transición y resistencias de las películas delgadas, y (4) la fuente controlada (SEIN, modelo BT1) para alimentar el calentador. El calentador (C) en la cámara experimental consiste de un alambre de Manganin de 300 Ω aproximadamente, enrollado antiinductivamente sobre un carrete de cobre.

Regresando a la cámara experimental (CE), ésta está suspendida de la sección inferior del tubo de bombeo de la cámara experimental (TBCE-inf), el cual es de diámetro pequeño para reducir tanto la conducción térmica al baño principal así como pérdidas debidas a la ascensión de la película de He superfluido abajo del punto λ . Tanto esta sección de tubo como la cámara citada, están rodeadas por una camisa de vacío formada por la lata externa (LE), para aislar térmicamente la cámara del baño principal de He. Esta camisa se conecta directamente por un tubo (TBCV) a un sistema de vacío propio (figura 4), consistiendo de una bomba difusora (BD) de aceite de 150 ℓ /seg, una trampa fría de N_2 líquido (TF) y una bomba mecánica (BM1). Sin el efecto de criobombeo, el sistema llega a una presión última de $\sim 2 \times 10^{-6}$ torr.

La unidad de empalme (UE), de cobre de alta conductividad, tiene las siguientes funciones: Es (1) trampa de radiación en la línea de bombeo de la cámara experimental (TBCE), asegurando que la radiación que proviene de la placa a 300 K se disipe en el baño de He a 3.9 K y no en la cámara experimental. El desplazamiento lateral de los ejes de las dos secciones (inferior y superior) de la línea resulta en que el TBCE sea ópticamente opaco. (2) Ancla térmica (AT) de los alambres, para que ellos también disipen su calor en el baño principal. Una lon-

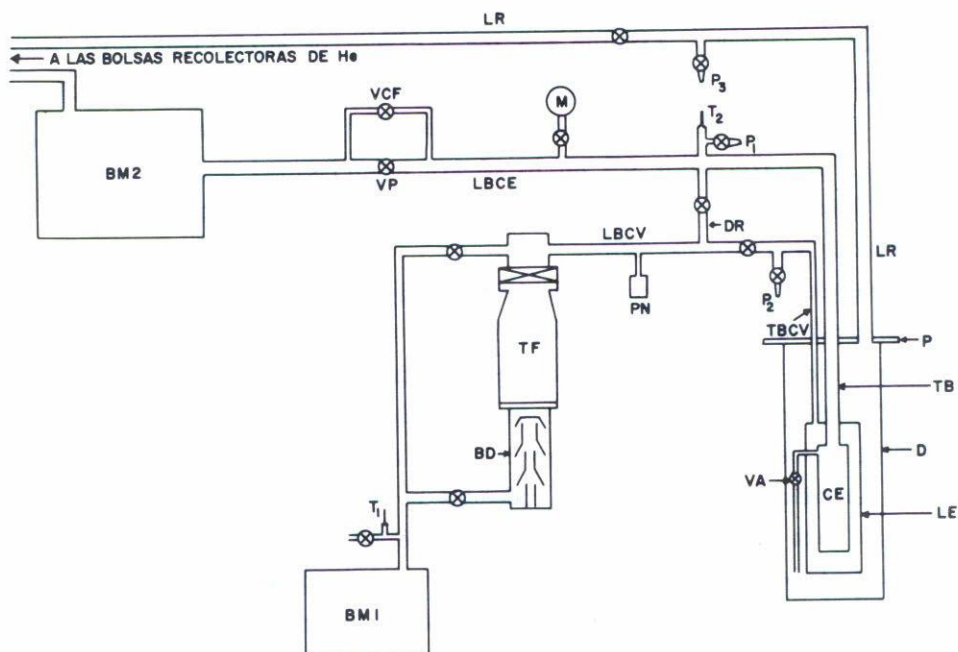


Fig. 4. Esquema del sistema de bombeo. CE - cámara experimental, LE - lata externa, D - Dewar, P - placa. El sistema de la camisa de vacío consta de: BM1 - bomba mecánica, BD - bomba difusora, TF - trampa fría, LBCV - línea de vacío de la camisa de vacío, TBCV, tubo de bombeo de la camisa de vacío, T₁ - medidor de presión tipo termistor, PN - medidor de presión tipo Penning. El sistema para bombear sobre He en la cámara experimental consta de: BM - bomba mecánica (hermética), VP - válvula principal, VCF - válvula de control fino, LBCE - línea de bombeo de la cámara experimental, TBCE - tubo de bombeo de la cámara experimental, M - medidores de presión tipo Bourdon, T₂ - medidor de presión tipo termistor. También se muestra: LR - línea de recuperación, P₁ - pitorro para admitir gas de He a la cámara experimental, P₂ - pitorro para admitir gas a la camisa de vacío y P₃ - pitorro para comunicar la cámara experimental a la línea de recuperación, VA - válvula de aguja para admitir He líquido a la cámara experimental.

gitud de aproximadamente 70 cm de los alambres se enrolla antiinductivamente en un cilindro hueco, que está soldado a un cilindro de cobre embebido en la unidad de empalme. (3) Asiento de la válvula de aguja (VA), por la cual se admite He líquido a la cámara experimental. La aguja es de acero tratado para darle la máxima dureza posible y el asiento es de latón. Esta combinación de metales provee un sello adecuado una vez formado el asiento. La aguja es concéntrica con la sección superior del tubo de bombeo de la cámara experimental (TBCE sup). La válvula se acciona por un mecanismo rotatorio (CVA) que se localiza arriba de la placa (P), sellándose el eje con arosellos de Vitón.

Las temperaturas inferiores a 3.9 K se alcanzan por medio de bombeo sobre el He líquido en la misma cámara experimental. La bomba (BM2), con velocidad de 60 l/seg, es hermética y su salida está conectada a las bolsas recolectoras de He. Aparte de la válvula principal (VP) de diámetro interno de 4 cm, se instaló en paralelo con ésta una válvula de control fino (VCF) para poder regular la velocidad de bombeo y por tanto estabilizar el sistema a temperaturas intermedias entre 1 K y 3.9 K. Dos manómetros absolutos de tipo Bourdon (M) (Wallace and Tiernan, No. FA160) con escalas 0-20 y 0-100 torr, se utilizan como termómetros auxiliares a temperaturas inferiores, midiendo la presión del vapor de He que está en equilibrio con el líquido⁽⁵⁾.

Se han provisto pitorros (P_1 y P_2 , respectivamente) en los sitios de vacío para admitir gas (He) de intercambio en la cámara experimental y en su camisa. Esto permite también el uso del sistema de bombeo para vaciar la camisa del Dewar. La tubería externa incluye también una derivación (DR) que permite bombear sobre la cámara experimental, sin la necesidad de usar la bomba hermética (BM2).

Puesto que el Dewar no es transparente y dada la conveniencia de saber el nivel del He en el vaso del mismo, se construyó un medidor de nivel cuya resistencia varía con la distribución de temperatura a lo largo del dispositivo. Este consiste de una barra de teflón de 1 cm de diámetro, sobre la cual se enrolló un alambre fino de Manganin previamente revestido con una capa delgada de soldadura $Pb_{50}-Sn_{50}$ ($T_c \approx 6$ K).

La parte activa del medidor es de 50 cm de longitud, con dos vueltas aproximadamente de alambre sensor por cm. La porción del medidor que se encuentra sumergida en el líquido es superconductora; la parte por encima de la interface es normal, salvo un pequeño intervalo justo sobre la interface. El dispositivo tiene una resistencia nominal de 30Ω , una resolución de ± 0.5 cm y una precisión de ± 1.0 cm, adecuadas para poder vigilar las pérdidas de He en el transcurso de una experiencia.

Las soldaduras utilizadas en la construcción del crióstato son plata dura y plata suave, con la excepción de las piezas desmontables, como son las latas de la cámara experimental, la camisa y el ancla térmica, que se sueldan con metal de Woods. Para reducir la transmisión de vibraciones al crióstato, el bastidor que soporta la placa está montado sobre láminas de hule. Además, se instalaron fuelles metálicos en los tubos de bombeo para amortiguar las vibraciones.

III. FUNCIONAMIENTO DEL CRIÓSTATO

En el transcurso de un experimento, la operación del crióstato se divide naturalmente en cinco etapas: (1) el preenfriamiento, (2) la transferencia de He líquido, (3) la obtención de temperaturas inferiores a 3.9 K, (4) la obtención de temperaturas superiores a 3.9 K, y (5) la conclusión de la experiencia.

Una vez instalados en la cámara experimental los dispositivos experimentales, incluyendo la junta túnel, y colocadas las latas de la cámara y su camisa de vacío, se preenfían tanto el Dewar como el crióstato con N_2 líquido. Debido a la diferencia en la contracción térmica de la aguja y la del tubo de bombeo de la cámara experimental, es preciso dejar abierta la válvula de aguja durante el preenfriamiento, manteniendo una sobrepresión de gas de He en tal sistema. Además, se admiten 100 torr de gas (He) de intercambio calorífico a la camisa de vacío. Habiendo alcanzado 77 K en la cámara experimental, se cierra la válvula de aguja y se saca del vaso el N_2 líquido por medio de un sifón.

La transferencia de He líquido se efectúa a una pequeña sobrepresión, habiendo abierto previamente la válvula de la línea de recuperación de He, para que el exceso de vapor fluya hacia las bolsas recolectoras. Una vez que la cámara experimental llega a 3.9 K, se comienza a

evacuar tanto ésta como su camisa de vacío. Normalmente la transferencia dura de 10 a 20 minutos, colectando 4 ℓ en el vaso del Dewar y recuperando en las bolsas una cantidad igual de líquido vaporizado al enfriar el crióstato y el vaso del Dewar. Las pérdidas se limitan a 0.1 ℓ típicamente y ocurren al introducir el tubo de transferencia en el contenedor de He líquido.

Las temperaturas menores a 3.9 K se alcanzan admitiendo a la cámara experimental, previamente vaciada, He líquido a través de la válvula de aguja; luego de llenar esta cámara, la válvula se cierra y se bombea con la bomba BM2 sobre el vapor del líquido contenido. La temperatura se controla variando la velocidad de bombeo por medio de la válvula VCF. Con la válvula VP abierta, la temperatura última alcanzable es de 1.0 K, que se puede mantener por dos horas aproximadamente. Para prolongar el experimento es necesario volver a llenar la cámara, repitiendo el proceso expuesto.

Las temperaturas superiores a 3.9 K se obtienen admitiendo a la cámara experimental 100 torr de gas (He) de intercambio calorífico. La pérdida de calor al baño principal (a 3.9 K) por medio del gas de intercambio se compensa con el calor disipado en el calentador (C), el cual es alimentado por la fuente SEIN y ésta a su vez es retroalimentada por la señal de uno de los termómetros. La temperatura es así controlada con oscilaciones menores que 10^{-2} K. La temperatura superior alcanzable en forma estable es del orden de 30 K.

Una vez terminada la experiencia, es indispensable dejar el aparato en tal condición que cualquier vapor condensado pueda expandirse sin provocar sobrepresiones peligrosas. Para lograr esta condición se sigue bombeando sobre la camisa y la cámara experimental se conecta a la línea de recuperación por medio de una manguera instalada entre P_1 y P_3 . De esta manera, el líquido que queda tanto en la cámara como en el vaso se vaporiza directamente hacia las bolsas recolectoras.

CONCLUSIONES

Se ha descrito un crióstato cuyas características de versatilidad, facilidad de manejo y largo tiempo de autonomía lo hacen apropiado para

efectuar mediciones de tunelaje en superconductores y de otras propiedades de materiales a temperaturas bajas. Es notable tanto su reducido consumo de He líquido así como el hecho de que la muestra está sumergida directamente en el baño de temperatura controlada.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos la colaboración del equipo técnico del Centro de Investigación de Materiales en el trabajo reportado.

REFERENCIAS

1. Will, T.A. y Heiras, J.L., Rev. Mex. de Física 22 (1973) FA27.
2. McMillan, W.L. y Rowell, J.M., Phys. Rev. Lett. 14 (1965) 108.
3. Scalapino, D.J., Schrieffer, J.R., y Wilkins, J.W., Phys. Rev. 148 (1966) 263.
4. Bostock, J., comunicación personal.
5. "1958 He⁴ Scale of Temperatures", National Bureau of Standards, Monograph No. 10, Washington, D.C.