

UNIVERSIDAD DE LA HABANA  
FACULTAD DE FISICA  
IMRE

**Tesis de Maestria**

**Sistema de Medición de la Línea de Irreversibilidad  
en Superconductores de Alta  $T_c$ .**

Autor:

**Claro A. Noda Díaz**

Tutores:

**M.C. Luis E. Flores Fernández**

CIUDAD DE LA HABANA

1999

## Indice.

	Página.
Cap. 1. - Introducción.	1
Cap. 2. - La Línea de Irreversibilidad.	3
2.1- Elementos para la interpretación de la línea de Irreversibilidad.	5
2.2- Medición de la LI.	7
2.2.1- M vs. T y M vs. H.	7
2.2.2- Susceptibilidad.	10
Cap. 3. - Sistema de Medición.	17
3.1- El susceptómetro.	18
3.2- Detección del Campo de Irreversibilidad.	23
3.3- Lazo de Control.	26
3.3.1- El Controlador.	29
3.3.2- Autoajuste del Controlador.	32
3.4- La plataforma.	33
3.5- El programa.	35
Cap. 4. - Mediciones en Superconductores de HgBCCO.	38
4.1- Comparación con la medición convencional.	38
4.2- Medición a distintos valores de la concentración de Sr.	40
4.3- Medición a distintas frecuencias.	42
4.4- Estimación de los errores.	44
Cap. 5. – Conclusiones y Recomendaciones.	48
Apéndice 1.	51
Apéndice 2.	53
Apéndice 3.	58
Apéndice 4.	
Referencias.	
Agradecimientos.	

## Capítulo 1 Introducción

A partir del descubrimiento de los superconductores de alta temperatura <sup>[1]</sup> (SAT) a finales de la década pasada, se inicia una segunda etapa de la superconductividad, que se extiende hasta nuestros días. Los nuevos materiales, con temperaturas críticas por encima de la de ebullición del nitrógeno líquido (77 K), permitieron expandir las aplicaciones de la superconductividad. Esto potencia la introducción de numerosas tecnologías en el campo de la electrónica digital, la instrumentación y en el de las comunicaciones <sup>[2]</sup>.

No obstante, aplicaciones con mayor demanda esperan por el mejoramiento de algunas de las propiedades fundamentales que caracterizan a estos materiales; ello constituye el reto del sector de la comunidad científica internacional que trabaja en este campo.

En comparación con los superconductores convencionales, los SAT presentan un diagrama de fases en el plano H-T mucho más amplio y complejo. Una de las diferencias básicas es la aparición de una nueva línea, llamada “Línea de Irreversibilidad” (LI), que divide en dos la región correspondiente al estado mezclado, conocido en los superconductores tipo II. Durante los últimos 10 años, se han desarrollado varias ideas <sup>[3]</sup> con el objetivo de explicar los nuevos fenómenos observados, así como el origen de la LI. Naturalmente ello también ha conllevado al desarrollo de diversas técnicas experimentales <sup>Gomory</sup> para profundizar en la observación de dichos fenómenos.

La medición de esta línea se realiza por dos métodos fundamentales: magnetización de *dc* y susceptibilidad de *ac*. En ambos casos se usan criterios que permiten relacionar valores de *H* y *T* partiendo de las relaciones  $M_{dc}(H,T)$  y  $\chi_{ac}(H,T)$  respectivamente. El inconveniente fundamental estriba en que es necesario medir estas magnitudes para distintos valores de sus argumentos y así determinar cada punto de la LI. Este proceso se caracteriza por ser lento debido a la inercia térmica del sistema criogénico y la cantidad de ciclos térmicos a realizar.

El criterio empleado en la  $\chi_{ac}$  es el máximo de la componente imaginaria de la susceptibilidad de *ac*, establecido en 1988, por Malosemof y colaboradores <sup>[4]</sup>. Poco después esta técnica se convirtió en la más difundida para la determinar la LI, por ser una técnica económica y por la cantidad de información adicional que brinda.

En el presente trabajo se ha instrumentado un nuevo sistema de medición que permite la determinación experimental directa de la LI a partir de la susceptibilidad. Mediante una segunda modulación aplicada se determina la derivada de la componente imaginaria de la susceptibilidad de  $ac$  con el campo de  $dc$ . Luego un algoritmo de control se encarga de aplicar el campo de  $dc$  tal que se anule esta derivada. *Nuestro sistema permite medir dinámicamente un continuo de puntos correspondientes a la LI en un tiempo breve, (algunos minutos).*

En este trabajo nos propusimos los siguientes objetivos:

- 1.- Montar un susceptómetro de  $ac$ , para la medición de la componente imaginaria de la susceptibilidad.
- 2.- Lograr, mediante una técnica de doble modulación <sup>Rew of Sci Inst</sup>, la detección del campo de Irreversibilidad (a partir del pico de dicha componente imaginaria).
- 3.- Implementar un controlador PID auto-ajustable, que controle el campo de  $dc$ , haciéndolo igual al campo de Irreversibilidad, mientras se barre continuamente la temperatura.
- 4.- Automatizar el sistema.

La tesis está distribuida de la siguiente manera: el segundo capítulo presenta una breve discusión sobre el sentido físico de la LI, además de un recuento de las técnicas utilizadas para la determinación de la misma. El tercer capítulo describe la instrumentación y el montaje experimental utilizado. Un cuarto capítulo está dedicado al funcionamiento del sistema. Para ello se hacen mediciones a muestras policristalinas de mercurio (HBSrCCO). Este material, recordista de temperatura crítica entre los SAT, al ser dopado con estroncio (Sr), en determinadas concentraciones, mejora sus propiedades superconductoras. Lo cual se refleja en un “levantamiento” de la LI. El quinto capítulo se refiere a los resultados, con un esbozo de los errores que presupone el método de medición, y finalmente aparecen las conclusiones.

## Capítulo 2 La Línea de Irreversibilidad

Entre los parámetros que caracterizan los superconductores desde el punto de vista tecnológico, la densidad de corriente crítica de transporte ( $J_c$ ) es considerada por muchos autores el más importante. Su dependencia con el campo magnético y la temperatura es uno de los temas más tratados en la literatura, y es una relación clave, a tener en cuenta, en el empeño por ampliar el margen de las aplicaciones. La temperatura crítica ( $T_c$ ) de los materiales más recientes está alrededor de los 130 K, mientras las mayores densidades de corrientes críticas obtenidas a 77 K son del orden de los  $10^9$  A/m<sup>2</sup>. Aunque este último número parece alentador comparado con los valores máximos de  $J$  que permiten los conductores normales (el cobre,  $10^7$  A/m<sup>2</sup>), ello se refiere solamente a los extremos. En la mayoría de las aplicaciones lo que cuenta son las dependencias antes mencionadas.

Por ejemplo, los materiales cerámicos, que resultan de relativa fácil elaboración, suelen presentar densidades de corriente crítica de transporte de valores significativos, incluso cerca de  $T_c$ . Sin embargo, en la mayoría de los materiales, estos valores se deprimen bruscamente con el campo magnético aplicado. Este hecho limita sus posibilidades en aplicaciones en las que se requiera trabajar bajo campos intensos (e.g. electroimanes superconductores).

En particular, los superconductores de alta temperatura (SAT), muestran un diagrama de fase, en el plano H-T, más complejo que sus antecesores. Recién descubiertos estos materiales Muller y colaboradores descubrieron, mediante mediciones de magnetización de dc <sup>[1]</sup>, que se observaba un comportamiento irreversible por debajo de cierta línea. Razón por la cual se le llama *línea de irreversibilidad* (LI). En ese entonces existían algunas nociones que permitían vincular esta línea con el hecho de que la  $J_c$  de transporte se anula al cruzar la misma ( $\Delta M = H^*$ ,  $J_c = \Delta M/a$ )<sup>[5]</sup>, en la dirección de mayores campos y/o temperaturas. Con la singularidad de que siguen existiendo “supercorrientes” y se mantiene el estado mezclado.

En la figura 2.1 aparece el diagrama de fases magnéticas de los SAT, formado por tres líneas. El primer campo crítico ( $H_{c1}$ ), la LI y el segundo campo crítico ( $H_{c2}$ ). También aquí se puede apreciar el estado mezclado ya conocido en los demás superconductores de segundo tipo, ahora dividido por la LI.

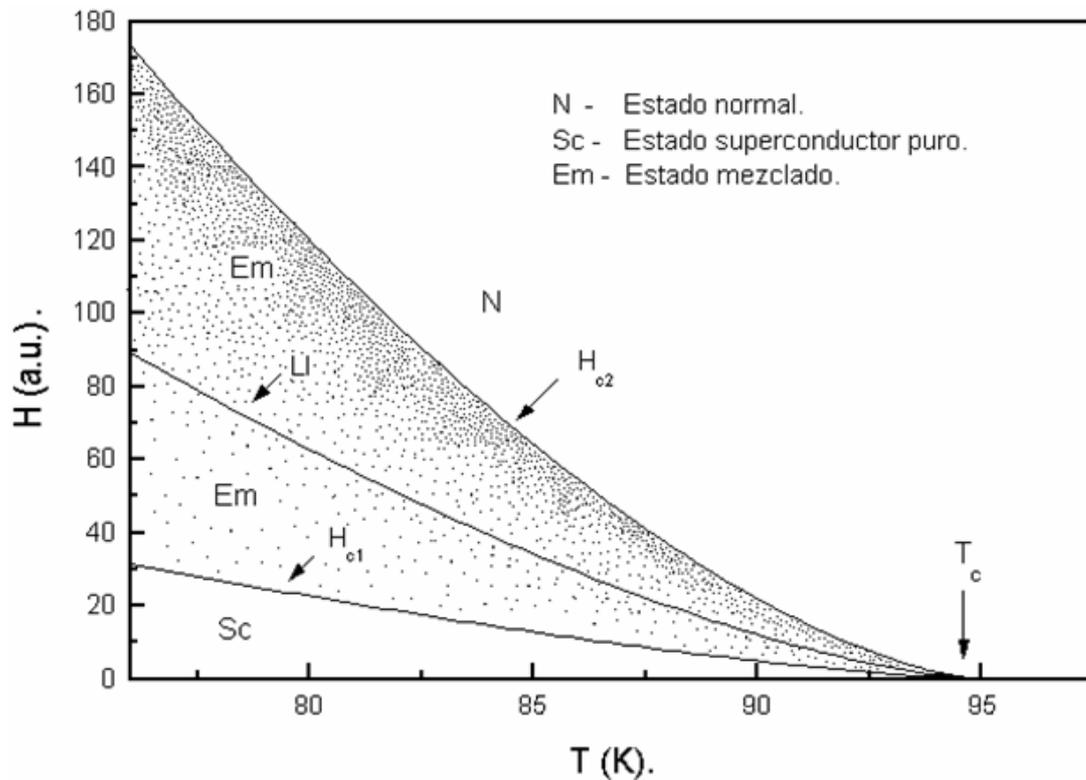


Fig. 2.1. - Diagrama de fases de un SAT.

La naturaleza de la LI aún no está del todo clara. Algunos autores plantean que se trata de una transición de fase termodinámica, conocida en Inglés como *flux lattice melting* <sup>[3, 6, 7]</sup>, esto es, el paso desde un estado organizado a corto alcance de los vórtices de flujo que aparecen en el estado mezclado (*vortex glass*), hacia una fase más desorganizada (*vortex liquid*), en la que los vórtices se pueden mover libremente con la consecuente disipación de energía. Otros investigadores sugieren que puede tratarse como una transición entre los regímenes de activación térmica del flujo de vórtices (en Inglés *Thermal Activated Flux Flow*, TAFF) y *flux creep* <sup>[8]</sup>, otro fenómeno térmicamente

activado observado cerca de la temperatura crítica, incluso en los superconductores tipo II convencionales [6, 8, 9]. Ambos modelos explican razonablemente los resultados experimentales, en particular, la ley potencial  $H_{irr} = H_o(1-T/T_c)^\alpha$ , donde  $\alpha \approx 1,6$  y  $H_o$  el campo de irreversibilidad a  $T = 0$ .

En este trabajo nos concentraremos en las mediciones que permiten extraer información experimental sobre la LI, no obstante, veamos primero, con más detalle, algunas cuestiones de la física de estos fenómenos.

## 2.1. - Elementos para la interpretación de la Línea de Irreversibilidad.

La interpretación de la LI, se basa fundamentalmente en conceptos que tienen su origen en la física de los superconductores de segundo tipo, conocidos desde los años 50'. Esto sentó las bases para un rápido acceso a los modelos que actualmente describen, fenomenológicamente, este comportamiento de los nuevos materiales.

En los superconductores llamados "tipo II", una vez superado el llamado *primer campo crítico* ( $H_{c1}$ ) se abandona el apantallamiento perfecto, y el campo magnético penetra el material en forma de *vórtices*. Los vórtices son tubos de flujo magnético de valor  $\phi_0 = 2.07 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2$  rodeados de torbellinos de supercorrientes. Al estado donde coexisten estos vórtices con zonas perfectamente apantalladas del superconductor se le llama *estado mezclado*, que se extiende hasta el llamado *segundo campo crítico* ( $H_{c2}$ ). Para un superconductor ideal infinito estos vórtices forman una red hexagonal conocida por *red de Abrikosov*. Si se somete el estado mezclado al paso de una corriente de transporte o de apantallamiento a nivel de la muestra, los vórtices experimentan una fuerza tipo Lorentz que los hace moverse, lo cual provoca una caída de voltaje, con la consiguiente disipación de energía.

En materiales reales los defectos actúan como pozos de potencial (o *centros de pinning*) que "anclan" a los vórtices, de modo que, para moverlos, se requiere de una densidad de corriente mínima conocida como *densidad de corriente crítica*,  $J_c$ . Para  $J >$

$J_c$ , por lo tanto, aparece disipación en el superconductor tipo II real. Cuando la corriente que actúa es de apantallamiento (cerrada), la distribución de vórtices en la muestra se describe por los llamados modelos de estado crítico. De ellos el más sencillo es el introducido por Bean<sup>[10]</sup>. En realidad, además del “desorden estático” asociado al *pinning* existe el “desorden térmico”: los vórtices vibran (e, incluso, pueden saltar entre centros de pinning dando lugar al *flux creep* debido a que  $T > 0$ ). En los superconductores de alta  $T_c$  este desorden tiene una gran relevancia debido a las altas temperaturas a que suelen estudiarse, produciendo fenómenos como el llamado *thermal activated flux flow* (TAFF).

Las mediciones que se realizan para la determinación de la LI, se dividen en dos grupos: las de magnetización de *dc* y las de susceptibilidad de *ac*. También es común el uso del magnetómetro de SQUID para este fin. En los epígrafes siguientes las examinaremos someramente, centrando la atención en la susceptibilidad, porque es la base de nuestra técnica para la medición dinámica de la LI.

Aunque estas mediciones tienen un blanco común, que es determinar la línea, en el diagrama de fases, a partir de la cual  $J_c(H, T) > 0$ , cada una provee un resultado que, en general, depende del criterio experimental usado para determinar el valor de  $J_c$ . Si, además, consideramos la naturaleza estadística de la perturbación térmica sobre los vórtices anclados, es de esperar una dependencia con la escala de tiempo del experimento. O sea, aquel experimento que, en el marco de ciertos tiempos característicos, mida más rápidamente el valor de  $J_c$ , obtendrá un resultado menos influenciado por la activación térmica, tendiente a desanclar los vórtices. Para estudiar esta dependencia se realizan mediciones de susceptibilidad de *ac* a diferentes frecuencias del campo aplicado  $H_{ac}$ , de cuya comparación entre sí y con los resultados que se obtienen por las otras vías, se extrae información sobre los mecanismos que rigen la dinámica de los vórtices.

Así, el comportamiento de los SAT alrededor de la LI, se interpreta con ayuda de los modelos de estado crítico y del TAFF. En el caso de una muestra en la que el *pinning* es abundante su comportamiento sería tal que responde a las predicciones del modelo de estado crítico, mientras que en el caso contrario, resulta más apropiado el TAFF. Es importante señalar que en realidad, lo que se observa es una contribución tanto del

*pinning* como de la *relajación* y que no existe aún una teoría única que explique el fenómeno de conjunto.

## 2.2. - Medición de la LI.

Los métodos tradicionales de medir la LI se caracterizan por ser tediosos y largos. Esto se debe a que se trata de una medición simultánea de diversas magnitudes ( $J_c$ ,  $H$ ,  $T$ ) que, además, presentan un comportamiento histerético relacionado con la *memoria* magnética del material y que eventualmente los fenómenos de *relajación* involucrados requieren del control de la escala de tiempo del experimento, ya sea en tiempo o en frecuencia. Aunque estos experimentos se realizan en instalaciones automatizadas, las limitaciones que introduce la inercia térmica del sistema criogénico, a la hora de barrer la temperatura, retarda el proceso de medición. Teniendo en cuenta que los errores que introducen los gradientes térmicos deben ser permisibles.

Por otro lado, la medición suele realizarse fijando algunos de estos parámetros, por ejemplo el campo, subdividiendo la medición en numerosos ensayos para diferentes valores del parámetro fijado. La necesidad de *borrar* la historia magnética de la muestra, incrementando su temperatura por encima de  $T_c$ , entre dichos ensayos, agrava esta situación.

A continuación examinaremos tres de los métodos más comúnmente usados para la determinación de la LI. Aunque existen otros, ellos son de algún modo una variante de los que discutiremos a continuación.

### 2.2.1. - M vs T. y M vs. H

Las mediciones de magnetización en *dc*, ampliamente utilizadas en casi todos los materiales magnéticos, permiten estudiar el comportamiento de esta magnitud con el campo aplicado y la temperatura. En el caso de los superconductores, estos muestran un comportamiento similar al de un diamagnético perfecto cuando se le enfría en ausencia

de campo. La magnetización inducida aparece en sentido contrario al campo que la origina, de modo que la inducción magnética, en una primera aproximación es nula en el interior de la muestra.

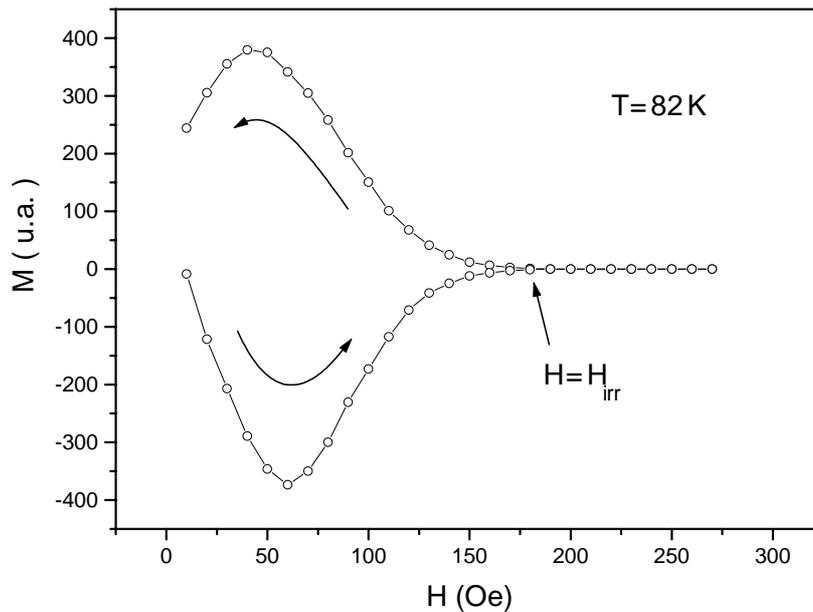


Fig. 2.2. - Medición isotérmica de la magnetización como función del campo.

El instrumento clásicamente utilizado consiste en un oscilador mecánico que mueve la muestra en el campo homogéneo de un electroimán. La variación de flujo resultante, es detectada por unas bobinas dispuestas alrededor de la muestra. El voltaje inducido en estas es posteriormente amplificado y, con ayuda de un demodulador sincrónico, se obtiene una señal nítida y estable, proporcional a la magnetización. Este instrumento, conocido como Magnetómetro Vibracional (VSM del Inglés *Vibrating Sample Magnetometer*), una vez calibrado, permite hacer mediciones absolutas. Para controlar la temperatura se dispone de un sistema criogénico, por lo general diseñado para trabajar con Helio líquido.

El gráfico de la figura 2.2 muestra una curva de magnetización isotérmica de una muestra superconductor cerámica. La medición se realiza primero subiendo y después bajando el campo aplicado, mientras se adquieren los valores de la magnetización en el VSM. El punto donde se separa la curva de retorno de la virgen determina el *campo de irreversibilidad*,  $H_{irr}$ , para esa temperatura. En la figura 2.3 la curva es obtenida barriendo la temperatura a campo fijo, de modo que la intersección entre las curvas de T creciente y decreciente define la temperatura de irreversibilidad,  $T_{irr}$ , para el campo aplicado. La muestra es primeramente enfriada hasta la temperatura inicial en ausencia de campo. Luego se incrementa el campo hasta el valor deseado para comenzar a subir la temperatura hasta exceder ligeramente la temperatura crítica,  $T_c$ .

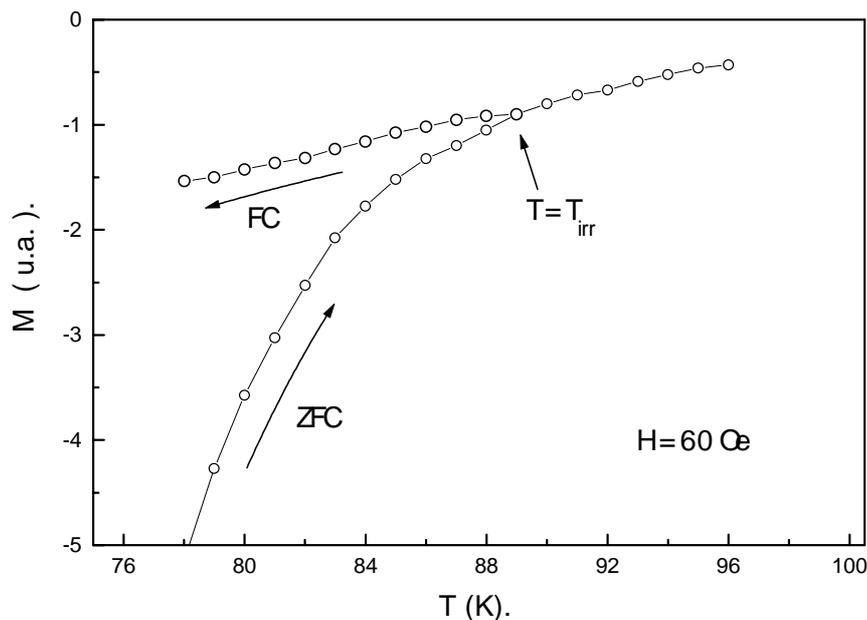


Fig. 2.3. - Medición de la magnetización como función de la temperatura.

Esta rama es conocida como ZFC del inglés *Zero Field Cooling*. A partir de esta temperatura se desciende hasta alcanzar la temperatura inicial, ahora con el campo aplicado antes, por lo que esta es llamada FC (*Field Cooling*). Este método, a diferencia

del anterior, no requiere esperar a que la temperatura se estabilice en cada punto de la curva a medir. En su lugar se fija el campo, lo cual es inmediato. Mientras que en el primero se barre el campo, mucho más rápido que la temperatura, en el segundo. En ambos casos es necesario llevar la temperatura por encima de  $T_c$ , entre la medición de dos puntos consecutivos de la LI, para *borrar* la historia magnética, como dijimos anteriormente. Dependiendo del sistema criogénico utilizado, puede resultar más conveniente usar uno u otro método. En un inicio, estas mediciones solían hacerse cambiando el campo manualmente, en tal práctica resultaba más fácil cambiar en pequeños intervalos la temperatura, barriendo esta con ayuda de un controlador. Es por eso que se hizo más común el uso de la medición de  $M$  vs  $T$  para la determinación de la LI.

En ambos casos, tanto cuando se fija la temperatura como cuando se fija el campo, el punto en que las curvas se unen es un criterio para determinar que  $J_c = 0$ . Este criterio se basa en el modelo de estado crítico que establece  $J_c \propto \Delta M$ , donde  $\Delta M$  es justamente la distancia entre las curvas.

### 2.2.2. - Susceptibilidad.

Entre las mediciones magnéticas, la susceptibilidad de *ac* es particularmente difundida por la cantidad de información que brinda sobre las propiedades electromagnéticas de los superconductores y por ser una técnica económica. Las mediciones básicas asociadas a esta técnica son la parte real e imaginaria de la susceptibilidad magnética. De sus dependencias con la temperatura, la amplitud del campo de *ac*, y el campo de *dc*, se puede determinar numerosos parámetros como  $T_c$ ,  $H_{c1}(T)$ ,  $H_{c2}(T)$ ,  $J_c$ , y también  $H_{irr}(T)$ <sup>Gomory</sup>.

La susceptibilidad de *ac* permite estudiar la respuesta del material ante un campo armónico aplicado, que generalmente es superpuesto sobre otro estático, varios ordenes más intenso. La figura 2.4 representa genéricamente esta situación. Nótese que la excursión de la magnetización no necesariamente es armónica, ni su fase la del campo alterno. Especialmente para aquellos valores de  $H$  y  $T$  para los cuales  $J_c \approx 0$ , se pueden

encontrar comportamientos no lineales muy marcados. Muchas aplicaciones prácticas requieren la determinación de propiedades superconductoras en regímenes no lineales intensos <sup>[11]</sup>.

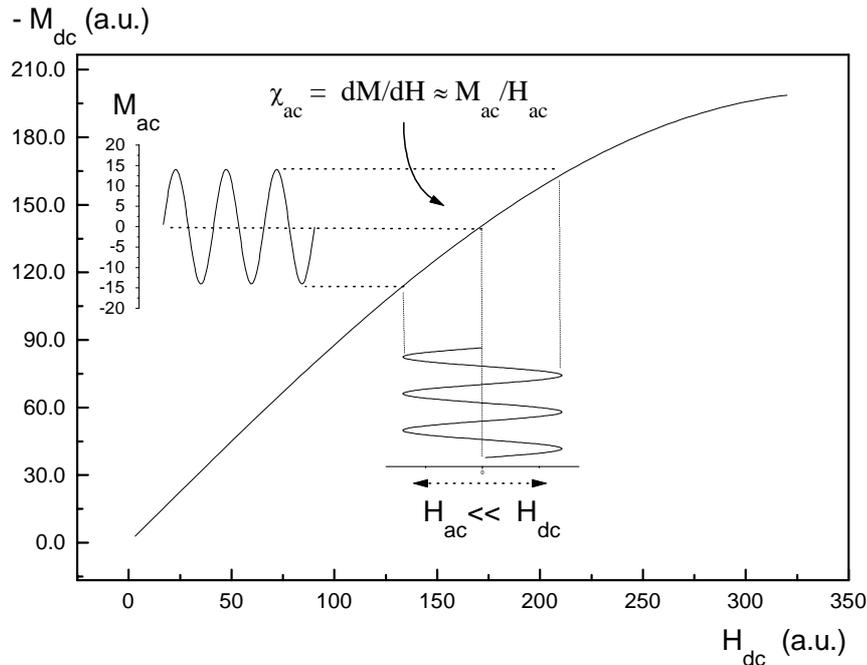


Fig. 2.4. - La superposición de un campo armónico sobre una componente estática de mayor amplitud provoca una magnetización cambiante en el tiempo que porta información sobre el comportamiento macroscópico de la muestra. Las unidades de los ejes son arbitrarias.

Estos métodos de medición han sido desarrollados y diversificados durante los últimos veinte años, particularmente en la última década con el advenimiento de los SAT <sup>[12]</sup>. Un buen ejemplo de ellos es la popularización de las mediciones de la susceptibilidad de banda ancha, en Inglés *wide-band susceptibility* ( $\chi_{w-b}$ ) <sup>[13]</sup>, que se diferencia de la definición de susceptibilidad convencional en que la señal proporcional a la magnetización está formada no sólo por una componente de frecuencia igual a la del campo de  $H_{ac}$  sino, además, por todos los armónicos impares que componen el voltaje

inducido en las bobinas de detección. Esta distorsión aparece como consecuencia de la anarmonicidad de la magnetización.

Desde el punto de vista de la instrumentación, la susceptibilidad de banda ancha es la medición más elemental. El demodulador sincrónico del *lock-in* usa como referencia una señal cuadrada, mientras la cadena amplificadora que lo antecede tiene ancho de banda tal que todas las componentes espectrales de la señal de entrada son, en teoría, igualmente amplificadas. Dado que la anarmonicidad de la magnetización está estrechamente relacionada con las pérdidas en el material, el aporte de las componentes de alta frecuencia cerca del pico de la susceptibilidad imaginaria hace que la curva se torne más abrupta, lo cual facilita la detección del campo de Irreversibilidad, como veremos en el próximo capítulo.

Los resultados provenientes de esta medición tienen la ventaja de simplificar tanto la comparación entre mediciones como de ellas con la teoría, debido a la simplicidad de la definición de las magnitudes involucradas.

El gráfico de la figura 2.5 muestra el comportamiento de la magnetización provocada por el campo armónico aplicado. Cuando este alcanza su valor máximo y cuando cruza por cero se definen los valores de la magnetización como  $M_a$  y  $M_r$ , respectivamente <sup>[14]</sup>. Luego para la susceptibilidad:

$$\chi_a = \frac{M_a}{H_{ac}} \quad \chi_r = \frac{M_r}{H_{ac}}$$

donde  $\chi_a = \chi'$  y  $\chi_r = \chi''$  en el caso en que no hayan armónicos en la señal proveniente de las bobinas detectoras.

Todas las mediciones de susceptibilidad que se presentarán en lo sucesivo son de banda ancha, al igual que las LI son determinadas sólo de la componente imaginaria, medida de este modo. Por lo tanto, cada vez que nos refiramos a la  $\chi''_{ac}$ , entenderemos que se trata de  $\chi_r$ .

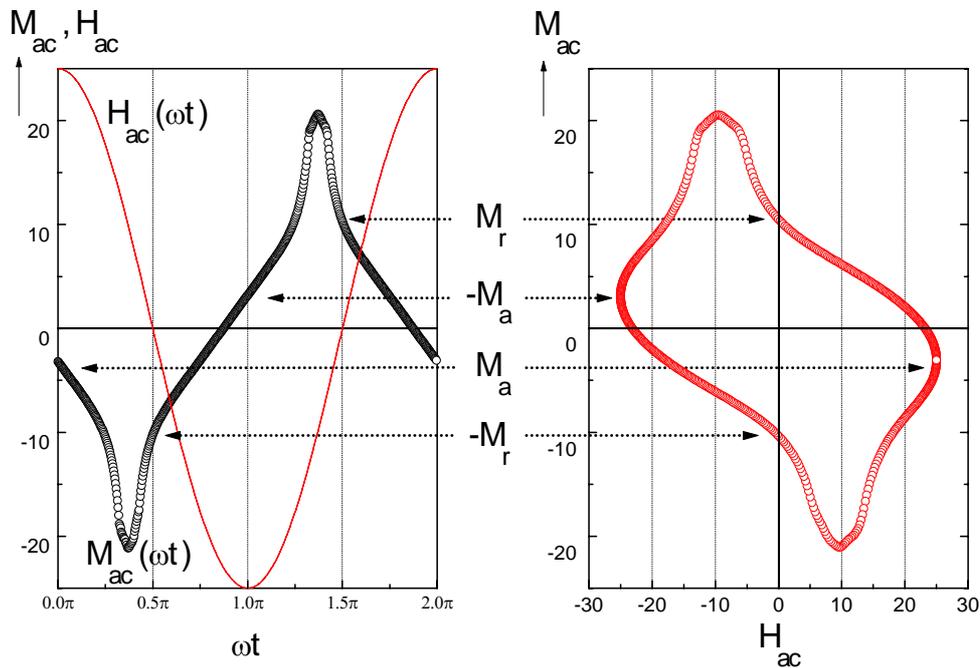


Fig. 2.5. - Comportamiento del campo y la magnetización con respecto a la fase y el lazo de histéresis, usados en la definición de la susceptibilidad de banda ancha. Las unidades de los ejes son arbitrarias.

La LI es determinada de estas curvas como se aprecia en la fig. 2.6: cada curva es medida a diferentes temperaturas, y el valor del campo en el pico es el  $H_{irr}$ <sup>[4]</sup>. Aunque teóricamente este valor de  $H_{irr}$  debe ser tal que  $J_c=0$ , en este caso también se trata de un criterio experimental que es interpretado de acuerdo con el modelo utilizado.

En general la medición de la LI depende de varios factores externos (dimensiones de la muestra,  $d$ , frecuencia angular,  $\omega$ , y amplitud del campo armónico,  $H_{ac}$ ) además de las propiedades características del material que se estudia. Para determinar los mecanismos que rigen la dinámica de vórtices se utilizan, como habíamos visto anteriormente, los modelos de estado crítico y el TAFF. Estos permiten interpretar el corrimiento del  $H_{irr}$  al cambiar los factores externos. En el caso del primero, la condición de máximo de  $\chi''_{ac}$  corresponde a<sup>[15]</sup>:

$$J_c = \frac{2H_{ac}}{d}$$

La posición del pico es función del diámetro de la muestra  $d$  y de la amplitud del campo alterno  $H_{ac}$ . Esta relación establece un valor de  $J_c$  dependiente del experimento, que a su vez se relaciona con el comportamiento macroscópico del material a través de la dependencia  $J_c(H, T)$ , definiendo así un criterio para  $T_{irr}$  y  $H_{irr}$ .

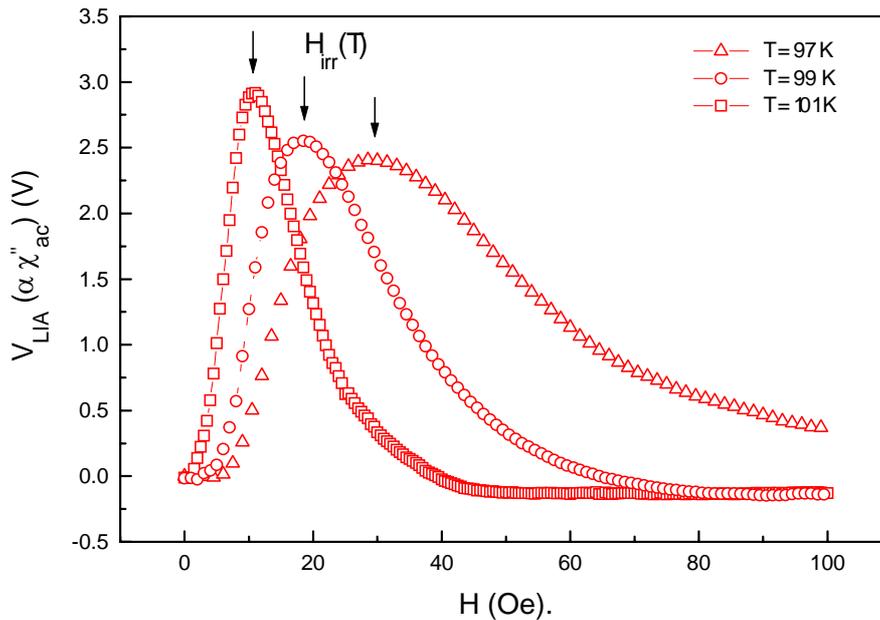


Fig. 2.6. - Determinación de la LI a partir de las curvas de  $\chi_r$ . Valores tomados de un policristal superconductor.

El modelo del TAFF por su parte predice que<sup>[16]</sup>:

$$\rho_{TAFF} = \frac{\omega\mu_0 d^2}{8}$$

donde  $\rho_{TAFF}$  es la resistividad debida al flujo de vórtices. En este caso el comportamiento es parecido al del efecto *skin* en los metales<sup>[5]</sup>. La dependencia del pico es sólo con la frecuencia angular  $\omega$ , el diámetro  $d$  y con la temperatura de la cual es una función la resistividad:

$$\rho_{TAFF} \propto \exp(-U/KT)$$

donde  $U$  es una energía de activación térmica de los vórtices vinculada al *pinning*, para la cual la mayoría de los autores asumen la relación <sup>[17]</sup>:

$$U = U(H) (1 - T^2 / T_c^2)$$

En este caso la condición del pico establece un valor para la resistividad, también dependiente del experimento. Su relación con el comportamiento macroscópico de la muestra es similar al de  $J_c$ . O sea, a través de la dependencia de esta resistividad con el campo y la temperatura,  $\rho_{TAFf}(H, T)$ . Para nuestros propósitos no es necesario establecer una relación cuantitativa entre  $J_c$  y  $\rho_{TAFf}$ . Basta con recordar que esta viene dada a través de la ley de *Ohms* ( $J = \sigma E$ ,  $\sigma = 1/\rho$ ), y que involucra un criterio de campo eléctrico vinculado al movimiento de los vórtices. En cuanto a la LI, este valor de la resistividad, similar al de  $J_c$ , cambia de  $\rho_{TAFf} = 0$  por debajo de esta, a  $\rho_{TAFf} > 0$ , cruzando en la dirección de mayores campos y/o temperaturas.

Es importante decir que los dos resultados presentados arriba están calculados para un cilindro infinito de diámetro  $d$ , en general, el cálculo se complica dependiendo de la geometría de la muestra.

En algunos materiales se obtienen múltiples picos en la  $\chi''_{ac}$  los cuales son interpretados de diversas maneras. Por ejemplo, en el caso de los materiales policristalinos se puede observar, un pico asociado a los fenómenos intra- y otro a los inter-granulares. En el caso de los monocristales y láminas delgadas se predicen la existencia de varios picos originados en la complejidad de la dinámica de vórtices propia de los SAT <sup>[6, 18]</sup>.

Las LIs determinadas a las muestras cerámicas examinadas en esta tesis corresponden a la línea inter-granular. Las corrientes inducidas, relacionadas con esta LI, son superficiales y con trayectorias que rodean el volumen de la muestra. Localizadas en

los planos perpendiculares a la dirección del campo. Dicho de otra manera, es la LI relacionada con la  $J_c$  de transporte.

### Capítulo 3 El sistema de medición

En el capítulo anterior vimos diferentes modos de determinar la LI. En lo adelante nos concentraremos en la medición de la susceptibilidad, aunque nuestro sistema de medición presenta algunas variaciones con respecto a los comúnmente empleados <sup>[12]</sup>.

La instalación que a continuación se describe permite medir la LI dinámicamente. Entre las ventajas que proporciona vale apuntar la alta densidad de puntos de las curvas resultantes, y la repetibilidad de las mediciones (debido a que el tiempo en que ocurren las mismas está controlado). Esto último resulta esencial cuando los fenómenos de relajación tienen tiempos característicos similares a los que dura el experimento.

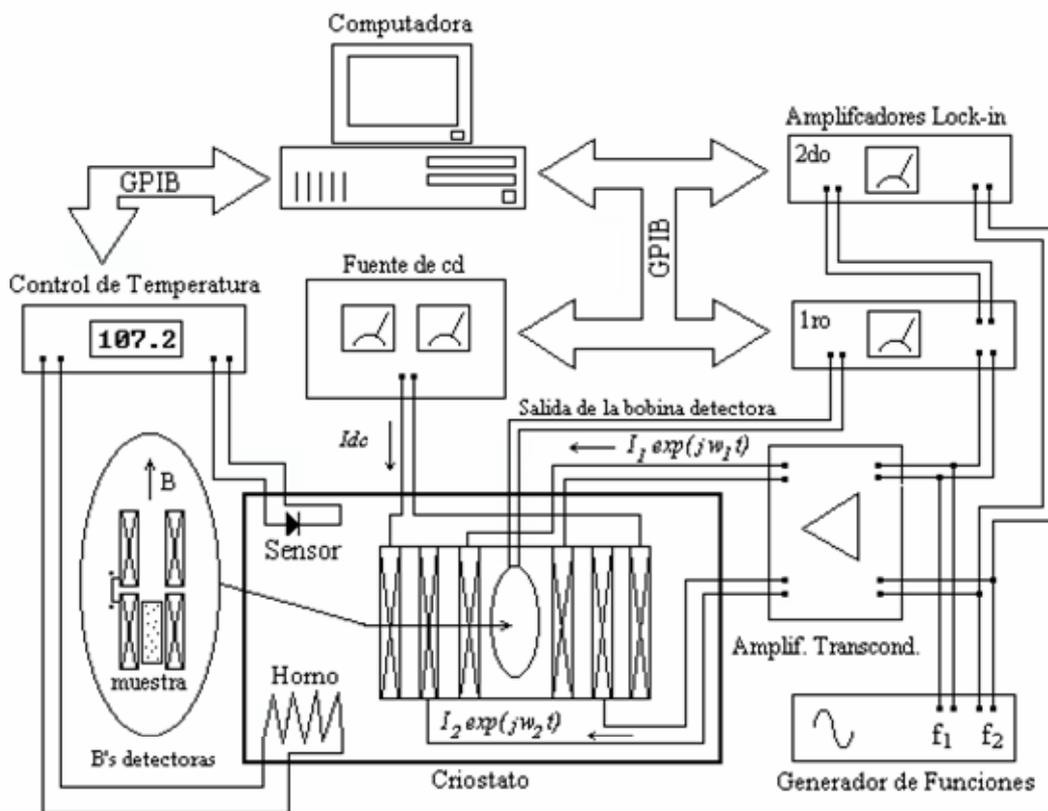


Fig. 3.1. - Interconexión de los instrumentos que forman la instalación para la medición dinámica de la LI

La figura 3.1 muestra todos los instrumentos que conforman la instalación, y la interconexión entre ellos. La muestra a medir es colocada en el portamuestras de la varilla de medición, que se introduce en el criostato que contiene nitrógeno líquido en equilibrio con sus vapores alrededor de los 77 K.

El control de la temperatura se logra mediante un controlador comercial (*Lake Shore 330*) que usa un calefactor y un diodo sensor instalados en el portamuestras para estabilizar temperaturas entre 78 y 140 K, rango en el cual nos interesa estudiar las muestras utilizadas. Para aplicar el campo se usa un sistema de bobinas coaxiales, inmerso en el nitrógeno. Por la más externa se hace circular una corriente directa, usando para ello una fuente programable, que permite ajustar el campo de  $dc$  ( $H_{dc}$ ). Las dos bobinas interiores son excitadas con ayuda de un amplificador transconductor (ver diagrama en el apéndice 3) que toma una muestra de voltaje del generador de señales que, además, provee las referencias de cada lock-in (Scitec Instruments 500-MC).

Finalmente se observan en el diagrama las bobinas detectoras (que son dos bobinas en principio idénticas conectadas en oposición), en una de las cuales se inserta la muestra. Todos los instrumentos están enlazados con la computadora, donde se ejecuta un programa desarrollado en Borland Delphi, que controla la medición. La comunicación se realiza a través de una interfaz GPIB (*General Purpose Interface Bus*), que soporta hasta 14 instrumentos y permite velocidades de hasta 1 Mb/s.

### 3.1. - El susceptómetro.

La medición de la susceptibilidad, aunque preferida por ser una medición magnética que elimina todos los inconvenientes relacionados con los contactos eléctricos de las mediciones de transporte, requiere de un diseño cuidadoso de las bobinas y de los circuitos de compensación a utilizar. El acoplamiento magnético con la muestra define la sensibilidad del sistema y el aislamiento con el ambiente circundante, si no es adecuado, introduce desviaciones en la medición relacionadas con la disipación de energía hacia el entorno. En este epígrafe discutiremos las cuestiones más relevantes del diseño de

nuestro susceptómetro, y veremos algunas mediciones de susceptibilidad realizadas con el mismo.

Los superconductores muestran, a través de la parte real de la susceptibilidad ( $\chi_{ac} = -1$ ), un comportamiento similar al de un material diamagnético, si la muestra es enfriada en ausencia de campo. La aparición de una magnetización en presencia de campo externo tendiente a anular la inducción magnética dentro del material aporta una señal “real” que puede llegar a ser algunos órdenes de magnitud mayor que la componente imaginaria relacionada con las pérdidas. El defasaje existente entre estas señales (90 grados) es la clave para su detección, pero en la medida en que las amplitudes sean muy diferentes, más crítico será el ajuste de la fase, necesario para obtener un voltaje que sólo dependa de la componente imaginaria. Tradicionalmente esta problemática se resuelve usando un amplificador faso-sensitivo (lock-in), capaz de demodular una señal en fase con la referencia y atenuar alrededor de -80dB la componente fuera de fase. En el apéndice 1 puede verse una deducción de la ecuación que relaciona este voltaje con la susceptibilidad.

Un circuito de compensación (no mostrado en la figura 3.1) aporta una señal en principio en contra-fase con la señal proveniente de las bobinas detectoras, donde el voltaje resultante inducido **no** es nulo aún en el caso en que la muestra se encuentra en el estado normal. Es importante aclarar que, incluso aún cuando las bobinas detectoras hayan sido cuidadosamente configuradas en oposición, una compensación adicional, más flexible, es esencial.

El diagrama fasorial de la figura 3.2 ayuda a esclarecer la relación entre las distintas señales en cuestión. Donde  $V_{pk}$  es el voltaje de las bobinas y  $V_c$  el de compensación,  $V_i$  es la diferencia entre ambos. El propósito de esta señal de compensación es garantizar un ajuste fino en el cero. Es decir, que la amplitud del voltaje de *offset* resultante pueda ser despreciado cuando la  $T > T_c$ , y sólo depende de la susceptibilidad para  $T < T_c$ . Nótese que deben ser compensadas las dos componentes y que esto estará subordinado a la complejidad que introduce la relación de amplitudes entre ellas.

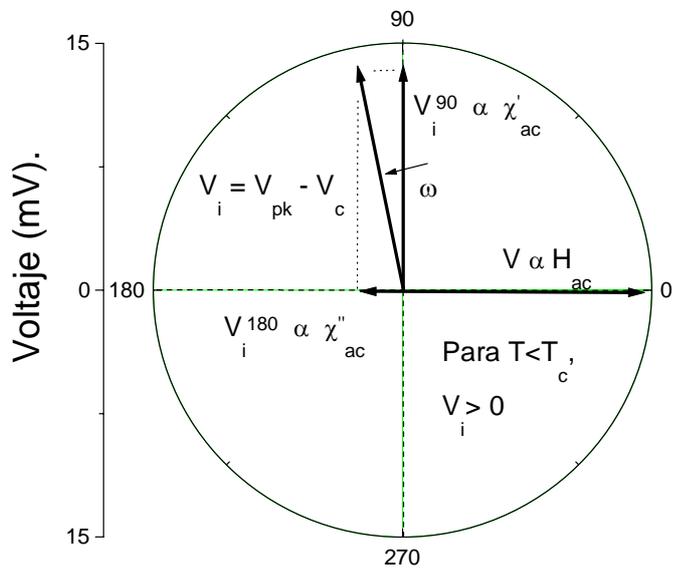
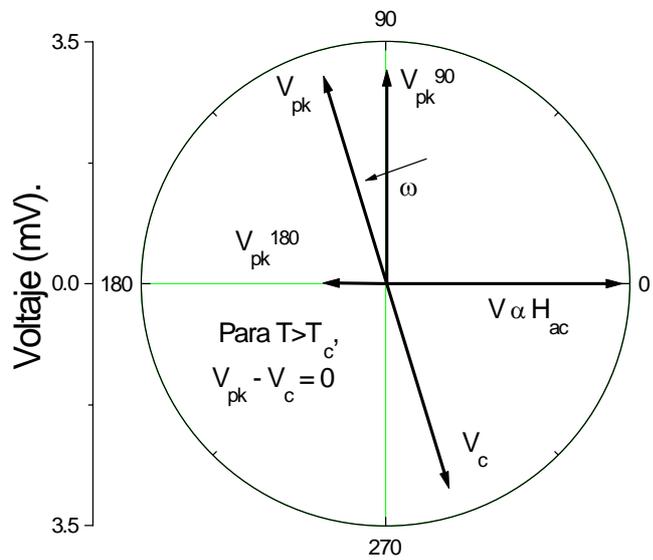


Fig. 3.2. - Diagrama fasorial con la composición de las señales a la entrada del lock-in. La compensación es tal que anula el voltaje por debajo de  $T_c$ .

Para este trabajo se usó un circuito activo que toma una muestra de la señal de referencia y a partir de ella, se condicionan las compensaciones correspondientes (ambas fases). Para medir las LI, una atenuación de -20 dB con respecto al pico resultó suficiente, aunque se lograron atenuaciones de hasta -40 dB sin mucho esfuerzo. El voltaje que se obtiene en las bobinas detectoras, debido a la interacción con las paredes del tubo del criostato, mostraba cierta deriva con la temperatura. Esto es comprensible, si consideramos que las corrientes parásitas (de *Focault*) inducidas en el tubo dependen de la resistividad del material, que varía con la temperatura. Este efecto puede ser atenuado en la medida en que se debilite la interacción con las paredes y se incremente el acoplamiento magnético con la muestra, por ejemplo, mientras menor sea el diámetro de las bobinas detectoras con reacción al espacio disponible en el criostato menor será la influencia de las corrientes parásitas.

El diagrama eléctrico del circuito aparece en el apéndice 3, con una breve descripción de su funcionamiento. Su característica más relevante consiste en proveer una señal con una diferencia de fase y amplitud relativamente independiente de la frecuencia. Si bien es cierto que para detectar el pico de la componente imaginaria, la compensación es un problema de segundo orden, constituye una de las razones más importantes por las cuales se complica el diseño.

En el caso de nuestro sistema de medición tenemos dos excitaciones de *ac*, a diferencia de los susceptómetros ordinarios, en los que sólo aparece una perturbación. Dependiendo de la simetría que se logre en la disposición de las bobinas detectoras conectadas en oposición, el voltaje inducido resultante puede requerir de sendas compensaciones. Por debajo de la temperatura crítica de la muestra, la situación de la figura 3.2 es válida para ambas excitaciones. No obstante, la amplitud del voltaje inducido es proporcional a la frecuencia de oscilación del campo, por lo cual en el caso de la perturbación de baja frecuencia, se puede prescindir de tal compensación, o simplemente filtrar a la entrada del lock-in eliminando la componente de baja frecuencia.

Teóricamente, esta señal debería ser ignorada en el proceso de demodulación sincrónica. Sin embargo, debido a las no-linealidades de la cadena amplificadora que antecede al demodulador, puede aparecer distorsión por *intermodulación en amplitud* que introduce error en la detección del pico de la componente imaginaria de la susceptibilidad. Esto quedará más claro para el lector después de entender el epígrafe siguiente sobre nuestro método para la detección del campo de irreversibilidad.

La figura 3.3 muestra un gráfico con dos curvas de susceptibilidad (sólo mostradas las componentes imaginarias) medidas a diferentes valores de campo aplicado. El eje Y representa el voltaje a la salida del primer lock-in ( $V_o$ , que es proporcional a  $\chi''_{ac}$ ). Es importante aclarar que esta es una medición clásica de susceptibilidad y, para obtener estas curvas, se ha utilizado sólo parte de la instalación. Su objetivo es meramente ilustrar el funcionamiento del susceptómetro. De hecho para medir susceptibilidad es necesario usar un programa particular, aunque relativamente más sencillo que el usado para medir la LI. Simplemente se cambia la temperatura y se lee el valor de  $V_o$ , con un campo de  $dc$  más uno de  $ac$  previamente establecidos. Las temperaturas a las que aparecen los dos picos observados corresponden a las  $T_{irr}$ . Para la temperatura de irreversibilidad intra-granular ( $T_{irr} = 128$  K) no se observa corrimiento con el campo dada la poca intensidad del mismo con respecto a la de los campos que afectan los granos (del orden de varios Teslas). Mientras que el pico asociado a la LI inter-granular se desplaza notablemente para  $H_{dc}=15$  Oe ( $T_{irr}(0) = 119$  K,  $T_{irr}(15) = 112$  K). Vale apuntar que si se dispone de una instalación en la que sea posible aplicar mayores campos, podría determinarse igualmente la LI intra-granular.

Un susceptómetro con las características del que hemos instrumentado, pudiera no ser útil para hacer mediciones de susceptibilidad más precisas y con el grado de repetibilidad de uno comercial, pero es más que apropiado para nuestras necesidades. En este caso no hay calibración en la susceptibilidad, porque las mediciones son relativas y nuestra atención está centrada en la zona en que la señal tiene su máxima amplitud. Esto simplifica cuestiones de diseño tanto eléctricas como mecánicas, mientras la calibración se restringe al campo y a la temperatura.

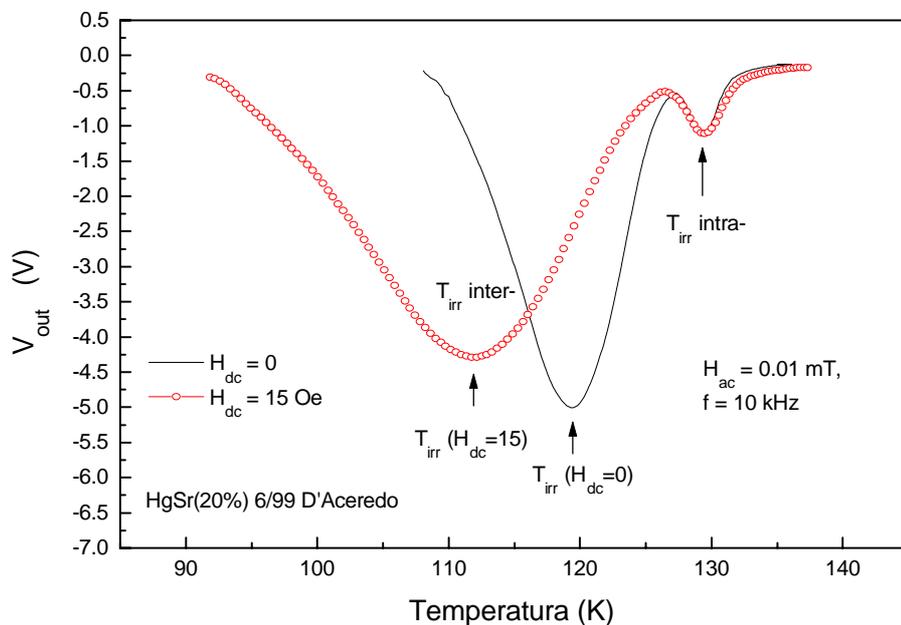


Fig. 3.3. – La componente imaginaria de la susceptibilidad a la salida del primer lock-in.

Por último, vale apuntar que nuestra técnica para la medición de la LI supera todo lo conocido, o al menos reportado en la literatura, en cuanto a la velocidad y a la cantidad de puntos. Además resultaría relativamente fácil de instrumentar partiendo de una instalación específicamente prevista para medir susceptibilidad.

### 3.2. - Detección del campo de Irreversibilidad.

El susceptómetro básico permite, como vimos, obtener las curvas de  $\chi'(H, T)$  y  $\chi''(H, T)$ . Recordemos, además, que los puntos que constituyen la LI en el diagrama  $H, T$  del superconductor, coinciden con los valores del pico de la curva de la componente imaginaria de la susceptibilidad compleja (epígrafe 2.2).

Así, la detección del campo de irreversibilidad, se puede entender como la detección de la posición del pico de la  $\chi''(H, T)$ . Los argumentos de  $\chi''$  se corresponden con el campo y la temperatura de irreversibilidad ( $H_{irr}$  y  $T_{irr}$  respectivamente); o, lo que es equivalente, los pares de valores para los cuales la derivada de esta función se anula.

A diferencia del método tradicionalmente empleado en esta medición, en nuestro caso se ha instrumentado un sistema que permite monitorear *directamente* el valor de la derivada. Para ello se usa un segundo lock-in, que sincronizado en fase con una perturbación armónica adicional en el campo aplicado a la muestra superconductora, procesa la señal de voltaje proporcional a la susceptibilidad imaginaria a la salida del primer lock-in.<sup>[19]</sup>

Como puede verse en la figura 3.4, uno de los efectos de esta doble perturbación del campo, es la modulación en amplitud que aparece en la señal de la susceptibilidad. Esto hace que a la salida del primer lock-in se tenga una componente de *dc* más una *señal sinusoidal*, cuya amplitud es proporcional a la perturbación adicional del campo, y es demodulada por el segundo lock-in. Así, la amplitud de la salida de este último es, además, proporcional a la derivada y se anula *aproximadamente* en el máximo.

Nótese que, si asumimos que la amplitud de esta perturbación adicional es, también, pequeña con respecto a la amplitud del campo de *dc* aplicado, podríamos describir la salida del primer lock-in con ayuda de una serie de *Taylor* de primer orden para la susceptibilidad como función del campo, con la temperatura como parámetro. Al anularse la primera derivada se anularían la amplitud de la modulación y la salida del segundo lock-in. Los términos no lineales producen componentes de frecuencias superiores, los armónicos pares son fuertemente atenuados debido a la demodulación sincrónica, los impares contribuyen a la amplitud de la señal de salida. Por una parte, ello justifica la validez del método. Por otra, tenemos que un efecto similar deberá esperarse para la señal de susceptibilidad que aparecerá como resultado de la segunda perturbación en el campo, cual si invirtiéramos los papeles de las mismas. O sea, que la señal de

susceptibilidad de baja frecuencia queda modulada por una señal vinculada a la perturbación de más alta frecuencia.

Para entender cómo se resuelve esta disyuntiva el lector menos familiarizado con la instrumentación podría necesitar una introducción al funcionamiento del lock-in [20]. Resulta que este instrumento está sintonizado para detectar sólo uno de estos efectos, siendo necesario elegir las frecuencias de tal modo que una sea, típicamente, un orden de magnitud mayor que la otra. Así, la de menor frecuencia desempeña el papel de perturbación del campo para obtener la derivada, mientras la de la mayor constituye la excitación conocida en las mediciones clásicas de la susceptibilidad de ac. Mediante la correcta elección de la frecuencia de corte del filtro pasa-bajos a la salida del primer lock-in, se logra *alisar* la señal demodulada, sin llegar a afectar la componente de más baja frecuencia.

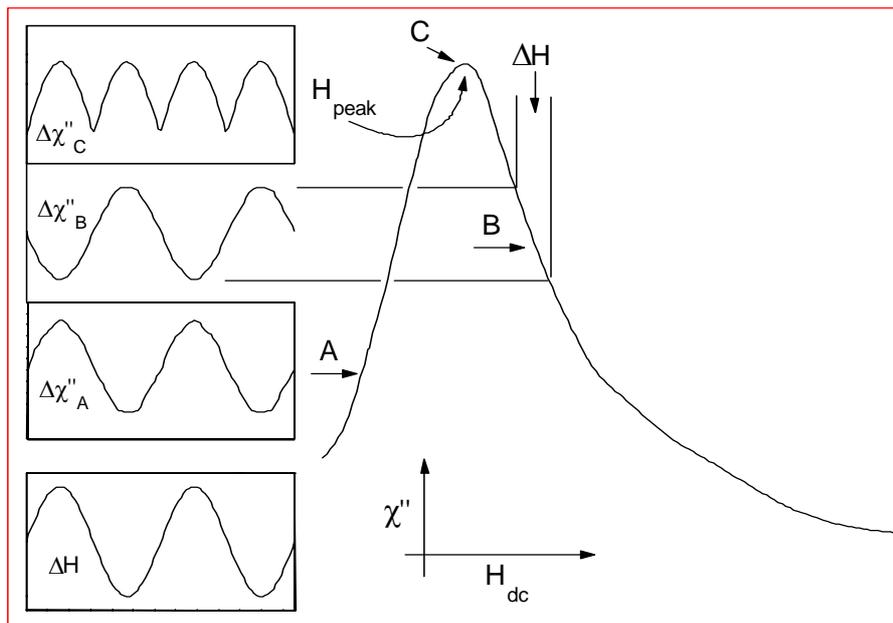


Fig. 3.4. - El efecto de la segunda modulación del campo sobre la susceptibilidad.

Un problema importante, y de respuesta no trivial, es si la interacción entre estos dos efectos afecta el valor de  $H_{irr}$  medido. En el apéndice 2 tenemos un cálculo que muestra como el valor de  $H_{irr}$  es realmente afectado por la elección de las frecuencias. Debido a que las LI de un material quedan desplazadas cuando se miden a diferentes frecuencias (epígrafe 2.2.2) lo que en realidad se mide es el promedio de los dos  $H_{irr}$  correspondientes ponderado por las frecuencias de excitación utilizadas, esclareciendo así la situación experimental y permitiendo hacer una adecuada selección de las frecuencias a utilizar.

Aunque en general es posible medir en un rango mayor de frecuencias, en este trabajo se presentan mediciones de la LI entre 500 Hz y 30 kHz, suficiente para mostrar el funcionamiento del sistema y caracterizar las muestras utilizadas.

### 3.3. - Lazo de control

Una vez discutida la detección del  $H_{irr}$ , veamos cómo lograr su automatización. En particular nos habíamos propuesto que, en la medida en que se cambia la temperatura, fuera posible corregir el valor del campo  $H_{dc}$  aplicado para que la derivada de la susceptibilidad imaginaria se mantenga igual a cero, y por ende  $H_{dc}$  igual a  $H_{irr}$ . Esto equivale a diseñar un sistema que determina *directamente* la LI. Para lograrlo se instrumentó un algoritmo de control, como parte del programa que corre en la PC. En lo adelante al referirnos al *controlador* estaremos hablando de dicho algoritmo. La figura 3.5 presenta un diagrama funcional del sistema, donde se ha omitido el control de la temperatura para simplificar el dibujo. La interconexión de los distintos bloques ayuda a visualizar el papel que desempeña el controlador en la dinámica del proceso de medición.

En los procesos controlados, por lo general, el objetivo es hacer coincidir la *variable controlada* con la *referencia*. Y esta puede tener un valor constante o seguir el comportamiento de una determinada función del tiempo. El controlador actúa sobre el

sistema basándose en el *error* (definido como la diferencia entre la *variable controlada* y la *referencia*) y en un conjunto de coeficientes, cuyos valores son elegidos para optimizar su funcionamiento y que están estrechamente relacionados con las funciones transferenciales del sistema a controlar <sup>[20]</sup>. Así la *función de control* resultante debe ser tal que garantice que el error sea siempre cero, pero su comportamiento es intrascendente. La atención esta centrada en la *variable controlada* y las características del proceso solo interesan para lograr la optimización del lazo de control. Un ejemplo de esto lo tenemos en el control de la temperatura de la muestra.

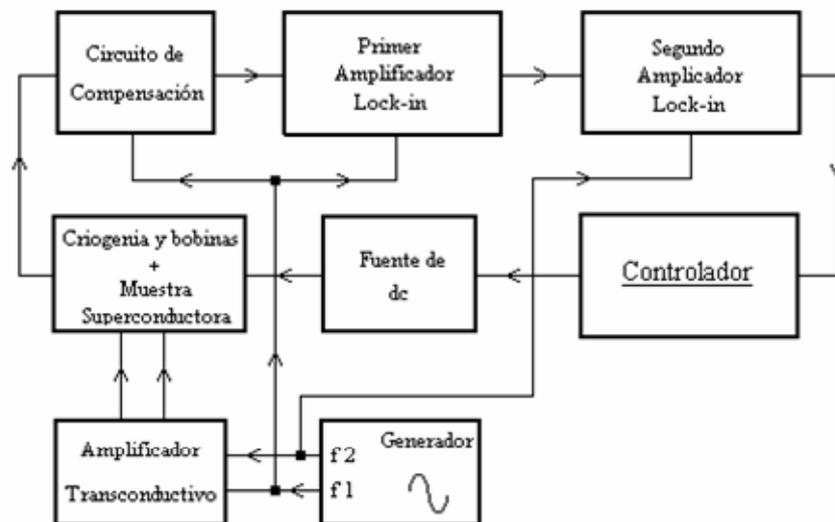


Fig. 3.5. - Representación de los bloques funcionales que conforman el sistema de medición.

El control del campo difiere de lo anterior en el modo de usar el controlador. Ahora nos proponemos caracterizar el sistema controlado, mientras este es perturbado térmicamente. La referencia se mantiene constante e igual a cero (que es el valor deseado para la derivada) de manera que el *error* es igual a la *variable controlada*. Cuando el lazo está “enganchado”, la *función de control* (en este caso el campo,  $H_{dc}$ ) es tal que garantiza

que el error sea prácticamente nulo a pesar de la perturbación térmica, pero, además, está describiendo el comportamiento de la muestra. Sea  $T(t)$  la función que describe como cambia la temperatura  $T$  de la muestra en el tiempo y  $H_{dc}(t) = H_{irr}(T)$ , según el criterio de la derivada. Entonces el par  $T(t), H_{dc}(t)$  forman una ecuación paramétrica que reproduce la LI.

El sistema está calibrado de manera que el programa “sepa” el valor de campo ( $H_{dc}$ ) que está siendo aplicado a la muestra superconductora, para cada valor de corriente enviado a la fuente. Similar es el caso de la temperatura, el controlador (*Lake Shore 330*) está calibrado también, y el programa simplemente indica la temperatura que necesita se establezca.

El barrido de la temperatura se hace linealmente en el tiempo, mientras se guardan en memoria tres arreglos cuyos índices están relacionados con el valor instantáneo de la temperatura de la muestra, que se lee del controlador. La longitud de los mismos es tal que a dos índices consecutivos les correspondan valores de temperatura cuya diferencia es igual al error instrumental de la misma. O sea que a cada índice está asociado un intervalo de temperatura. En un arreglo se guarda la cantidad de veces que el controlador ha calculado un valor de la función de control para las temperaturas correspondientes a cada índice, en otro se guarda el promedio de los valores de la función de control calculados (o lo que es equivalente el promedio de los valores del campo de irreversibilidad). Este promedio es equivalente a una suma ponderada de cada nuevo valor con el que ya existe en el arreglo, teniendo en cuenta las reiteraciones guardadas en el primer arreglo. Estas reiteraciones dependen de la relación entre la frecuencia con que se cierra el lazo de control y la velocidad con que se cambia la temperatura. En el tercer arreglo se guardan los valores del error, promediados de igual manera. Mientras más valores se promedien menor será el error aleatorio introducido en el valor de  $H_{irr}$ . En los epígrafes siguientes veremos los valores característicos de estos parámetros.

### 3.3.1- El Controlador

Para entrar en detalle con relación al controlador veamos algunas cuestiones referentes a las exigencias de la situación. En primer lugar, es importante que el valor del campo siga con el menor error posible aquel valor que anule la derivada expresada en el voltaje a la salida del lock-in. Además, es importante que **no** se produzcan oscilaciones en el lazo de control que se reflejen en el campo aplicado, debido a la naturaleza histerética de la dependencia de la magnetización con el campo, observada en los superconductores. Por ello, el controlador debe funcionar en un estado preferiblemente sobre-amortiguado.

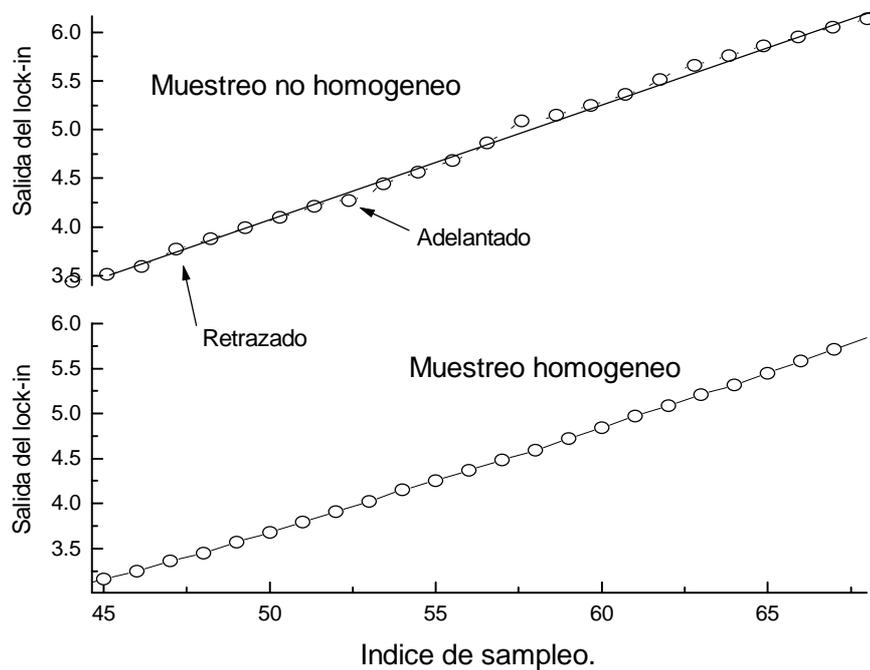
Como es de esperar, los parámetros del sistema y, por tanto, los que permiten el ajuste óptimo del controlador cambian notablemente de una muestra a otra. Durante una misma medición, además, la concavidad de la componente imaginaria de la susceptibilidad cambia con el valor del campo aplicado ( $H_{dc}$ ). En otras palabras, la pendiente de la curva alrededor del pico depende del campo. Por estas razones es conveniente usar un *algoritmo adaptativo*, que actualize los parámetros del controlador para compensar estos efectos. Nuestra elección ha sido un algoritmo eurítmico, de fácil instrumentación, y que requiere, en principio, un sólo parámetro de ajuste. Este parámetro determina el grado de amortiguamiento deseado <sup>[21]</sup>.

Basándose en el error y su variación en el tiempo, este algoritmo determina los valores óptimos para las ganancias proporcional, derivada e integral del controlador, adaptándose así a las exigencias de cada situación. El índice de amortiguamiento ( $K$ ) del controlador permite elegir el comportamiento del mismo, de modo que las ganancias se ajusten para cumplir con esta condición. Su valor está en el rango  $0 < K < 1$ , donde los **menores** valores proporcionan el comportamiento **más** amortiguado. Un valor muy pequeño de este índice trae como consecuencia un gradiente de error grande que requiere que la temperatura cambie muy lentamente para evitar el corrimiento de la LI. El error introducido por este efecto hace que la LI obtenida quede por debajo de la real en el

plano  $H-T$ , ya que la medición suele realizarse bajando temperatura y subiendo campo. Nótese que este efecto se suma al descrito en el Apéndice 2 debido a la intermodulación. Por otro lado, un valor próximo a 1 para el índice de amortiguamiento, al crear una situación inestable en el sistema, comienza por producir pequeñas oscilaciones en la función de control que después se traduce en ruido sobre el  $H_{irr}$ . Si eventualmente se producen oscilaciones mayores, es decir del orden de magnitud del campo que está siendo aplicado, el resto de la medición queda afectado por el campo atrapado, generalmente esto implica que haya que empezar de nuevo. En nuestro caso, con  $0.2 < K < 0.5$  se obtuvieron los mejores resultados.

Un requerimiento importante para el correcto funcionamiento de este algoritmo es que la variable a controlar debe muestrearse de modo tal que los datos no contengan componentes de frecuencia relativamente altas con respecto a la de muestreo. Por ejemplo si tenemos un filtro pasa-bajos cuya constante de tiempo es de 1 segundo, una frecuencia de 4 ó 5 Hz es apropiada. Sin embargo, la imprecisión en la periodicidad con que se realice el muestreo puede provocar distorsiones inadmisibles. Durante los intervalos en que el voltaje está cambiando, los valores muestreados pueden quedar dispersados alrededor de los valores que se obtendrían si se muestreara periódicamente la señal. Esta situación es ejemplificada en la figura 3.6. Como consecuencia de esto la señal digitalizada deja de ser suave e incorpora componentes de alta frecuencia consecuencia de la no-homogeneidad temporal del muestreo.

Según pudimos comprobar, la comunicación con el lock-in a través de la interfaz, devuelve los datos solicitados por el programa con un retardo ligeramente aleatorio. Esta aleatoriedad consiste en un retardo extra de 16 ms, originado probablemente por las rutinas de corrección de errores cuando se produce alguna colisión en el *BUS*. No obstante, esta cuestión no es significativa mientras el periodo se mantiene por encima de los 200 ms. Es importante señalar que este fenómeno no depende solamente de la interfaz sino también del instrumento utilizado. Más adelante veremos como puede reducirse este efecto mediante la inserción de un filtro digital a la entrada del controlador.



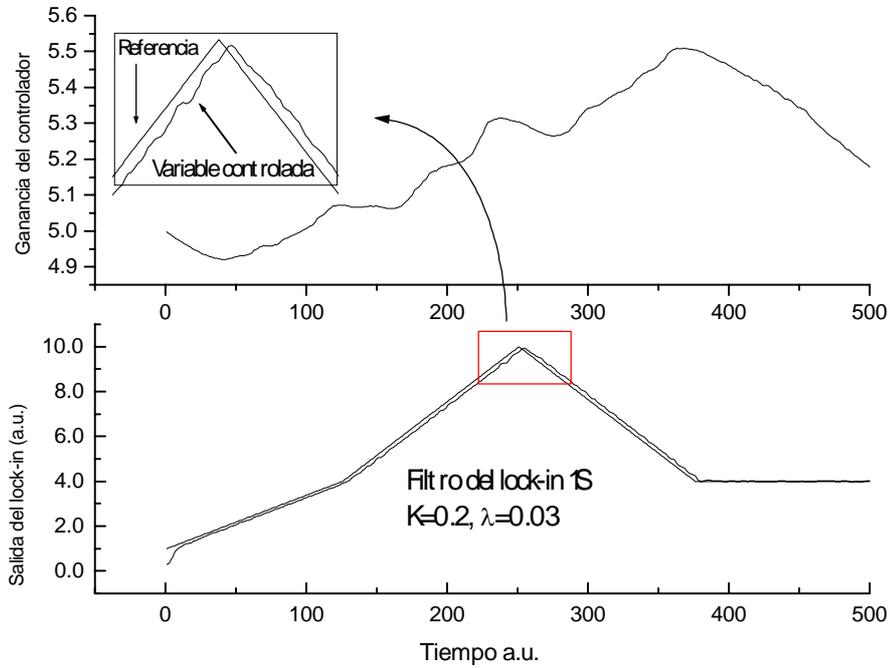
*Fig.3.6.- Muestreo de la salida del lock-in. Aunque el voltaje está variando linealmente, al relacionar el índice de muestreo con el tiempo, si este no es homogéneo, distorsiona la señal digitalizada.*

La otra condición necesaria para optimizar el funcionamiento del controlador consiste en inicializar las ganancias. Aunque estas pueden alcanzar sus valores óptimos, mediante el autoajuste, podría ser conveniente conocer previamente en qué orden se encuentran estos. Una vez estabilizada la temperatura inicial, el controlador deberá ajustar el campo correspondiente antes de que esta comience a bajar. Si las ganancias tienen valores muy pequeños, esta fase puede demorar unos minutos. Por el contrario si la ganancia es alta, pueden ocurrir oscilaciones durante el ajuste y la medición quedar inservible. Como estos valores varían de una muestra a otra, el programa permite establecer los mismos antes de comenzar a medir.

### 3.3.2. – Autoajuste del controlador

Mientras el algoritmo de control está corriendo se realizan dos tareas fundamentales. Una es la actualización de la función de control que cierra el lazo del sistema, basado en la lectura de la salida del segundo lock-in, o sea, el error. La otra es el cálculo de las ganancias óptimas, también a partir del error y sus derivadas *temporales*. Cada ciclo del algoritmo proporciona un nuevo valor para cada una de las ganancias proporcional, integral y derivada. Uno de los criterios empleados consiste en que todas tengan el mismo peso en la función de control resultante. La cantidad de ciclos necesarios para alcanzar la ganancia óptima es controlada por el parámetro  $\lambda$  (el paso), que además influye en la estabilidad del sistema. Supongamos que nos proponemos controlar un sistema alrededor de un punto que es relativamente crítico. El caso de la medición de la corriente crítica usando un controlador <sup>[20]</sup> es un ejemplo. Este es el caso de un sistema que debe ser ajustado alrededor de un punto de la curva *I-V* donde se produce un cambio brusco en la resistividad del material. Por tanto si este algoritmo adaptativo ha sido inicializado con un valor grande del parámetro  $\lambda$ , esto resulta en una discretización de los posibles valores de ganancia permitidos tal que no se alcanza un valor óptimo. Si, por el contrario,  $\lambda$  es pequeño, entonces se requieren más ciclos para alcanzar los valores óptimos, con lo cual podría verse limitada la velocidad con que debe realizarse la medición. La inicialización de las ganancias del controlador se torna más importante cuando  $\lambda$  es pequeño.

La figura 3.7 muestra cómo varía la ganancia proporcional, mientras la referencia cambia de acuerdo con una función escogida para este propósito. Cuando la pendiente de la función aumenta, por ejemplo, se nota una clara tendencia de aumento del valor de la ganancia proporcional. De modo que el error, consecuencia del gradiente dinámico establecido, es aminorado rápidamente. Mientras que cuando la referencia se estabiliza, como no hay ninguna otra perturbación en el sistema, la ganancia baja. Igual sucede si los retardos de tiempo introducidos en el lazo cambian, como es el caso de los filtros pasabajos a la salida del segundo lock-in, las ganancias derivada e integral también se recalculan.



*Fig. 3.7. - Autoajuste del controlador. La referencia cambia linealmente y la ganancia se reajusta para optimizar el comportamiento del sistema.*

Estas características nos son particularmente útiles, porque aunque nuestro sistema es, en general, bastante simple, incorpora a esta técnica de medición robustez e independencia suficientes para que pueda ser empleada en casi cualesquier rango de temperatura y de campo. Si a las bajas temperatura, el  $H_{irr}$  cambiara más bruscamente, el algoritmo de control se reajustará, para seguir adecuadamente las variaciones del campo en esa zona.

#### 3.4. – La plataforma.

Para instrumentar sistemas de control con procesamiento digital, es frecuente el uso de una plataforma que permita procesamiento en *tiempo real*. Un requerimiento que

puede resultar imprescindible en los casos en que concurren varios procesos en un mismo sistema, situación que es común en la industria. Básicamente esto consiste en que cada proceso de control debe tener la posibilidad de muestrear, en el puerto de entrada, la señal de interés y realizar el procesamiento necesario en el intervalo de tiempo que separa a dos muestreos consecutivos, devolviendo además, por el puerto de salida, el resultado correspondiente. La velocidad de muestreo necesaria y el volumen de los cálculos a realizar determinan los requerimientos del *hardware* y la elección del sistema operativo a utilizar.

En nuestro caso, los requerimientos son ciertamente modestos, tanto de velocidad de lectura como de procesamiento. Esto viene dado, primeramente, porque se trata de un solo proceso de control, en segundo lugar por la velocidad a que es posible variar la temperatura, de acuerdo con las limitaciones del sistema criogénico, y en tercero por el compromiso que impone el uso de los filtros a la salida del lock-in (del orden de 1 segundo). Así, una frecuencia de muestreo de varios Hz es suficiente. Y las operaciones necesarias para el funcionamiento del controlador, aunque consisten en algunas raíces cuadradas, multiplicaciones, divisiones y sumas, una vez compilado el código en la versión 1.0 del *Delphi*, sobre *Windows 95*, toma alrededor de 15 ms para ser ejecutado por un procesador *i486DX2-66*. Por estas razones pudimos prescindir de la utilización de un sistema operativo de tiempo real.

Una visión más general de la situación incluye elementos más bien de carácter estratégico. Es menester considerar además las facilidades propias del procesamiento paralelo o *multi-tasking*, tan difundido por estos días. Por ejemplo, la aplicación que usualmente complementa el proceso de medición, con el procesamiento gráfico de los datos experimentales, es el Microcal *Origin*, que corre sobre *Windows*, de manera que conservar esta plataforma sería conveniente.

Los *drivers* para la interfaz GPIB utilizada fueron desarrollados en los inicios de esta década, y sólo encontramos compatibilidad del *driver* de *Pascal* en el Borland *Delphi* 1.0. Al ser este un ambiente de desarrollo visual permite crear aplicaciones con

relativa facilidad en un corto periodo de tiempo. Así, esta resultó nuestra elección del ambiente de desarrollo.

### 3.5. - El programa.

Veamos brevemente algunas cuestiones sobre el programa para la medición de la línea de irreversibilidad, cuya pantalla principal se muestra en la figura 3.8. Podríamos desglosarlo en dos bloques fundamentales: uno donde se cierra el lazo de control y otro que manda a cambiar la temperatura e invalida una región de la pantalla, donde además va pintando un gráfico con la LI. El código del primer bloque comprende la lectura de la salida del lock-in, la corrida del algoritmo de control y luego aplicar el campo correspondiente, para completar un ciclo de control, que ocurre cada 0.2 Seg.

Entre los problemas que hubo que enfrentar, el más significativo fue el uso de los temporizadores (*timers*) del *Delphi*. Aunque estos tienen supuestamente una precisión de un milisegundo, la prioridad con que cuenta el código que se ejecuta dentro del *timer* es baja, otros procesos corriendo simultáneamente pueden ser intercalados entre dos eventos consecutivos originados por este componente <sup>[22]</sup>. Afortunadamente nuestro proceso es sencillo, y bastó con intercalar un filtro digital de promedio simple<sup>[23]</sup> antes del controlador. Este devuelve un valor que ha sido promediado con varios datos anteriores, con lo cual se atenúa importantemente algún desarreglo en la uniformidad temporal del lazo.

Al inicio de la medición, después de estabilizar la temperatura, el programa comienza a ajustar el campo. Una vez que alcanza el valor que anula la derivada, comienza entonces a cambiar la temperatura. Es importante que la temperatura inicial sea ligeramente inferior a la temperatura del pico a campo cero, de tal suerte que el algoritmo de control encuentre el máximo de  $\chi''$ . Por ejemplo, en una curva de susceptibilidad como la mostrada en la figura 3.3, la temperatura inicial para medir la LI debe estar por debajo de los 120 K. Además nuestra técnica de detección del pico requiere que haya siempre un

pequeño campo de dc aplicado para poder detectar la pendiente de la curva. El programa cuando comienza el ajuste pone un campo pequeño, que es posible configurar. Mediante una ventana a la cual tenemos acceso a través del botón “Initialize” podemos, además, inicializar todos los datos necesarios. Entre ellos las ganancias iniciales del controlador, así como las temperaturas y su velocidad de barrido. También la constante de tiempo de los filtros pasa-bajos de ambos lock-in’s y la de los *timers* se pueden cambiar dentro de cierto rango.

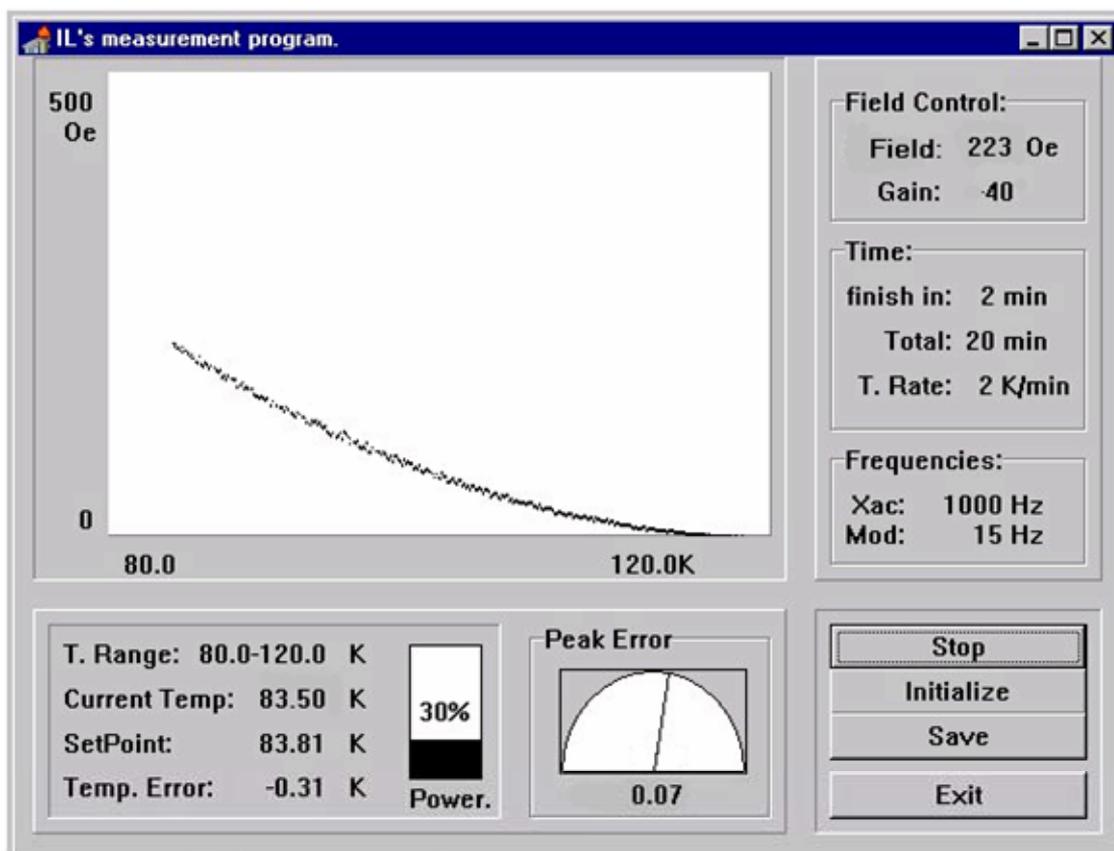


Fig. 3.8. - Pantalla principal del programa de medición

Para el desarrollo del código del ciclo de control es conveniente considerar los siguientes elementos. Existe una relación entre las frecuencias a que funciona el controlador y a la que se actualiza la temperatura, que para que el sistema funcione eficientemente es necesario respetar. Esta relación depende además del ruido que haya en

la medición, de la constante de tiempo del lock-in y de la velocidad a que se cambia la temperatura. Si el controlador funciona a 5 Hz, esto implica 300 muestreos por minuto (M/min). Si la temperatura se está cambiando a 3 K/min (que es el máximo aconsejable) tenemos que el controlador provee 100 puntos por cada grado en la LI, esto equivale a un punto cada 0.01 K. Este valor coincide con la máxima resolución del controlador de temperatura. En la mayoría de los casos con esta densidad de puntos es suficiente. Sin embargo, en una medición ruidosa como puede ser el caso de una muestra muy pequeña, podría convenir reducir la velocidad de barrido y mantener la frecuencia de los ciclos de control a fin de que haya abundantes valores de  $H_{irr}$  y disminuir el error aleatorio mediante el promedio que explicamos anteriormente. Esto es, hacer una elección óptima de la relación entre la velocidad de barrido de la temperatura y la frecuencia de muestreo.

El botón “Save” que se ve en la fig. 3.8 genera un fichero con extensión “dat”, que contiene tres columnas con los datos que resultan de la medición. La temperatura, el campo de irreversibilidad y el error, o sea, el valor de la derivada reflejada en la salida del segundo lock-in. Este dato es importante ya que permite tener una idea del comportamiento del sistema durante la medición, y ayuda a estimar el error de la misma.

Por último, el programa fue probado en un procesador Intel Pentium a 200 MHz donde se corrieron varias aplicaciones simultáneamente. A pesar de la ligera irregularidad observada en la actualización de la corriente que produce el campo, el sistema funcionó sin experimentar dificultad alguna. Incluso a velocidades de barrido de la temperatura próximas al límite del sistema criogénico (3 K/min). Los datos correspondientes al error permiten evaluar con precisión el funcionamiento del lazo.

## Capítulo 4 Mediciones en Superconductores del sistema HgBCCO

Una vez discutida la instrumentación del sistema veamos algunas mediciones realizadas con la instalación desarrollada. Los materiales que examinaremos son policristales de Mercurio (Hg) dopados con Estroncio (Sr). Elaborados por el colega Marcos Tadeus D' Aceredo de la Universidad Federal de Espíritu Santo, Brasil. El primero es un recordista de temperatura crítica entre los SAT y el segundo, es conocido por *levantar* la LI del compuesto.

Las LI que determinamos, en todos los casos, son las inter-granulares. Desde el punto de vista instrumental esta medición es más fácil. El pico inter- como vimos en el capítulo anterior es más grande, lo cual se traduce en estabilidad del sistema. Aunque la medición de la línea intra- es cualitativamente idéntica, el “enganche” del controlador es más vulnerable debido a que el pico es más estrecho y también menos pronunciado. En tal medición sería recomendable medir más lentamente. Nuestra instalación requeriría de poder aplicar un campo estático ( $H_{dc}$ ) más intenso para determinar la LI intra-. Mientras que para la LI inter- basta con algunos kOe, esta requiere de varios Teslas (T) en el mismo rango de temperatura.

Para las mediciones se prepararon muestras de los distintos materiales en forma de ortoedros rectangulares, con las mismas dimensiones (1mm x 1mm x 1 cm). Esta es una cuestión importante cuando se desea comparar los resultados de las mediciones realizadas a distintos compuestos, ya que es conocido también que la LI depende tanto de la geometría como de las dimensiones de la muestra. Estas muestras son eminentemente anisotrópicas por cuanto no hay distinción entre las direcciones en que se aplique el campo.

### 4.1 – Comparación con la medición convencional.

Dado que estamos en presencia de una técnica de medición que permite automatizar una medición *manual*, por decirlo de alguna manera, parece conveniente comparar dos mediciones. Realizadas, una con nuestro sistema y otra de la manera convencional, o sea, tomando manualmente la posición de los picos de la componente imaginaria de la susceptibilidad vs campo ( $H_{dc}$ ), para distintos valores de la temperatura. Estas mediciones fueron realizadas en una muestra de Bismuto (Bi) <sup>Rev Scf Inst.</sup> y los resultados se muestran en la figura 4.1.

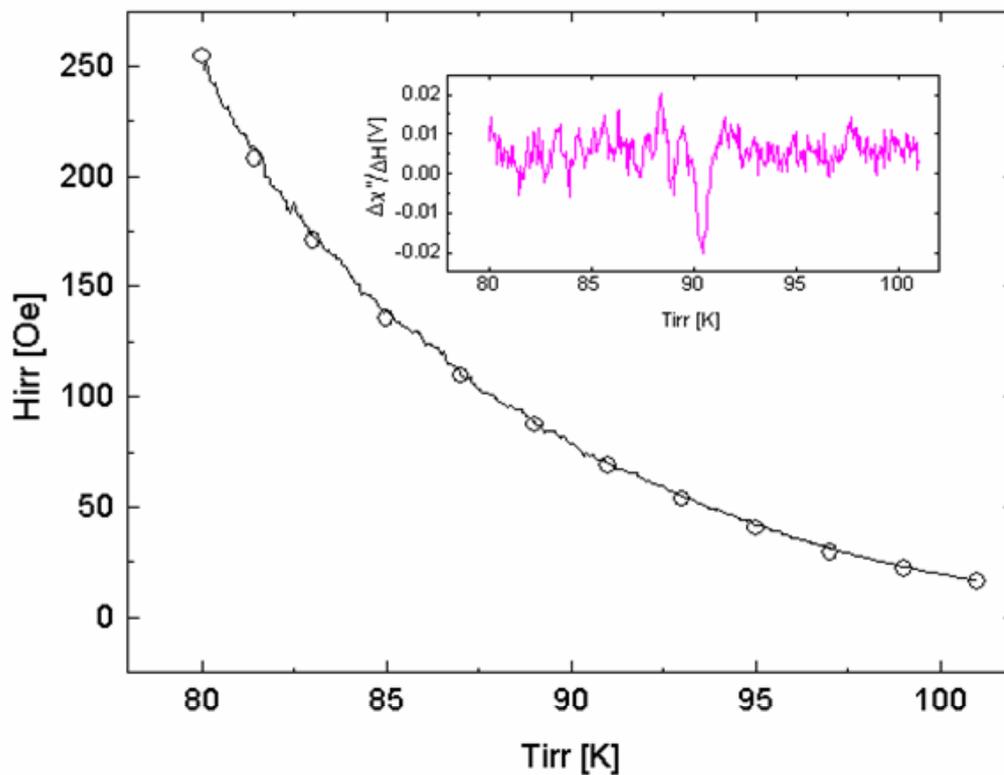


Fig. 4.1 –Mediciones dinámica y manual de la LI.

Además el *inset* muestra como cambia el voltaje proporcional a la derivada de la susceptibilidad. Este es un indicador, al menos cualitativo, de cómo sigue el controlador la posición del pico. Los círculos representan los puntos medidos manualmente y la línea es el resultado de la medición dinámica. Esta concordancia entre ambas es la manera más fácil de corroborar la eficacia de la técnica de medición y el buen funcionamiento del sistema.

#### 4.2 – Medición a ciertos valores de la concentración de Sr.

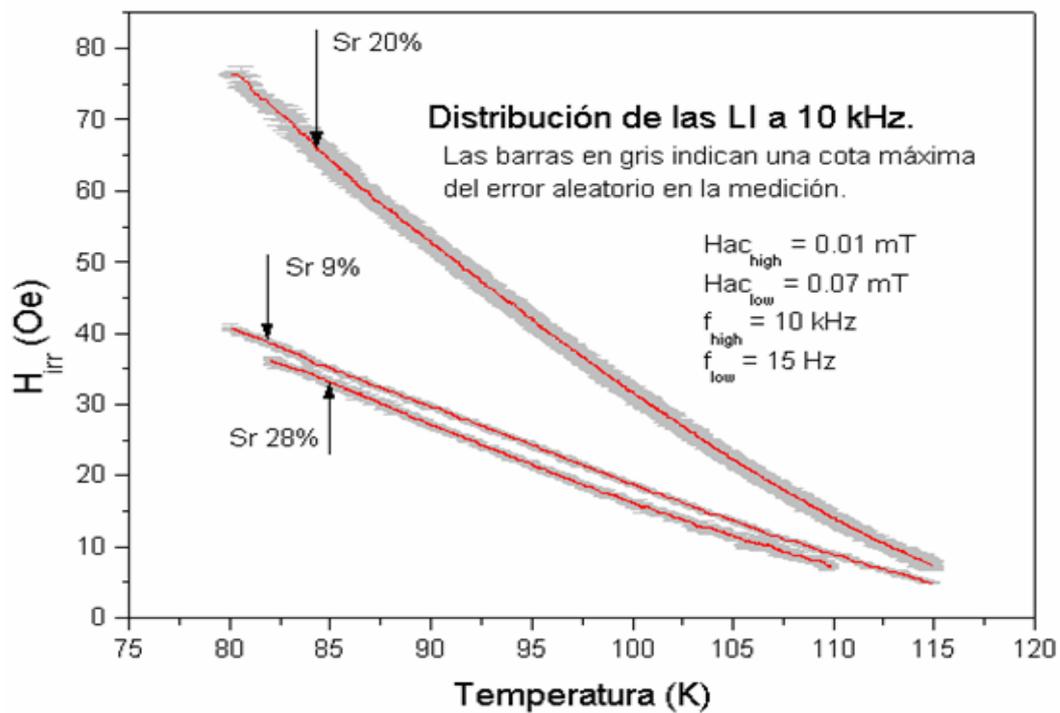
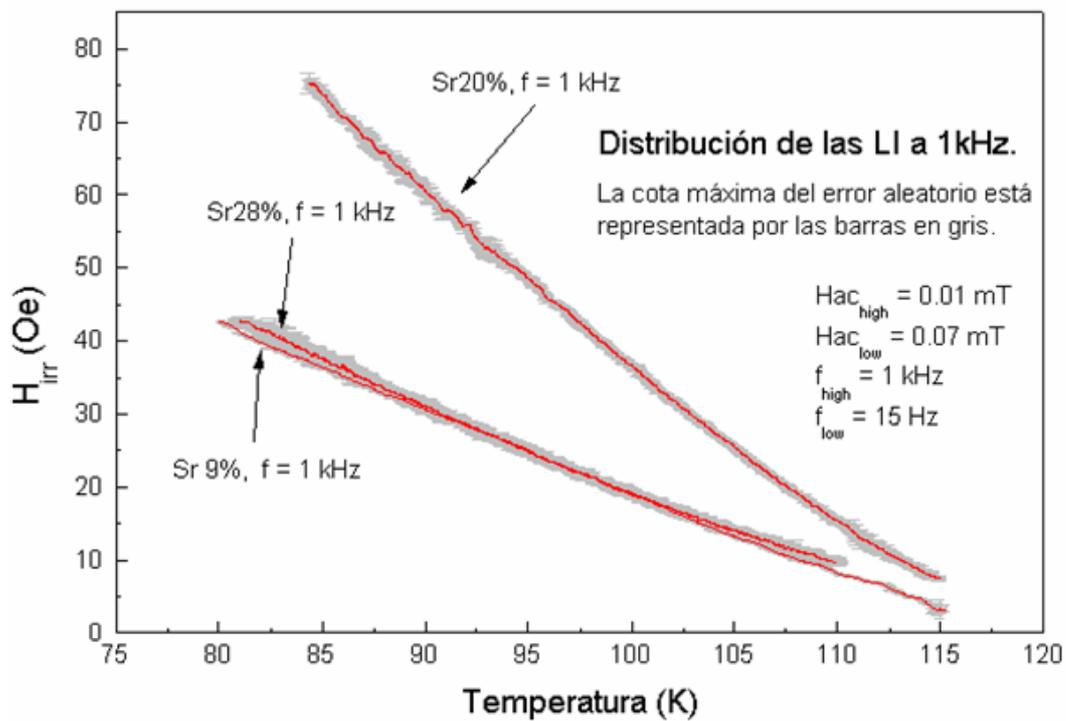
El sistema al que pertenecen estas muestras Hg-Re-Ba-Ca-Cu-O transita alrededor de los 130 K, esta temperatura es de las más altas  $T_c$  logradas en la actualidad. El dopaje con estroncio (Sr) se realiza sustituyendo parte del bario (Ba). Estos elementos tienen la misma valencia, con lo cual no se altera la estequiometría del compuesto. Pero la diferencia en el radio atómico de los mismos da origen a defectos en el material que favorecen el *pinning* y a su vez esto hace que se *levante* la LI.

$\text{Hg}_{0.8}\text{Re}_{0.2}(\text{Ba}_{0.91}\text{Sr}_{0.09})_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$	Sr 09%
$\text{Hg}_{0.8}\text{Re}_{0.2}(\text{Ba}_{0.80}\text{Sr}_{0.20})_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$	Sr 20%
$\text{Hg}_{0.8}\text{Re}_{0.2}(\text{Ba}_{0.72}\text{Sr}_{0.28})_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$	Sr 28%

#### Tala 1. – Composición química de las muestras de mercurio dopadas con Sr

La composición química de las muestras medidas está recogida en la tabla 1 y las LI medidas a 1kHz se desplazan como aparece reflejado en el gráfico de la figura 4.2. En la misma se puede apreciar que para una concentración de Sr del 20 % se obtienen los mejores resultados, la LI aparece por encima de las demás. Mientras que para las otras concentraciones los resultados indican que no hay diferencias significativas. Aunque podrían aparecer si se trabaja en un rango más amplio de temperaturas y campos.

En nuestro caso la primera limitación aparece en el menor valor de temperatura que se puede alcanzar. Vale destacar, además, que hubiese resultado interesante haber contado con una muestra en la que estuviese completo el bario, es decir no dopada. Esta distribución se mantiene en el rango de frecuencias medidas. Las mediciones a 10 kHz, muestran consistentemente mejores resultados para la muestra dopada con un 20 % de Sr.



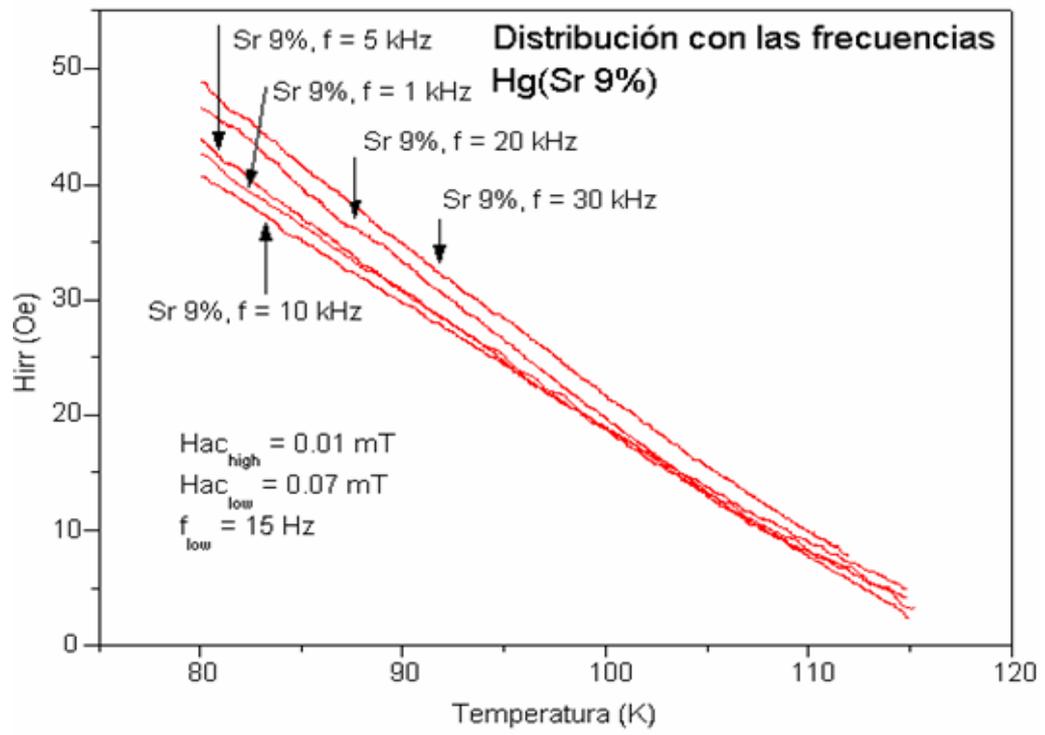
*Fig. 4.2 – Comparación entre las LI de las muestras con distintas concentraciones de Sr.*

#### 4.3 – Medición a distintas frecuencias.

Debido a los fenómenos de relajación que tienen lugar en estos materiales aparece una dependencia con la frecuencia, que como vimos en el capítulo 2, se explica a través del modelo del TAFF. De acuerdo con este la dependencia de la LI con la frecuencia del campo es logarítmica <sup>art especf</sup>. Por lo que para obtener experimentalmente un conjunto de datos útiles para estudiar esta dependencia se requiere hacer mediciones en un rango de frecuencias que cubra al menos varias décadas. Nótese que la frecuencia que cambia es solamente la del campo excitador que produce la señal de la susceptibilidad.

En nuestro caso la instalación no permite extenderse en ese sentido. El límite inferior, que garantiza confiabilidad, está determinado por la relación entre las frecuencias de ambos campos alternos ( $H_{ac_{high}}$  y  $H_{ac_{low}}$ ), como se describe en el apéndice 2. El límite superior por su parte depende básicamente del ancho de banda del primer lock-in y del circuito de compensación utilizado. De acuerdo con esto nuestras mediciones están en el rango entre 500Hz y 30 kHz. Aunque también pudieran haberse presentado mediciones a diferentes amplitudes del campo excitador de más alta frecuencias, tal medición requiere simplemente que el sistema sea lineal, mientras que el requerimiento de que el circuito de compensación funcione en determinado rango de frecuencia nos pareció más significativo.

Las figura 4.3 muestra la dependencia con la frecuencia de las LI de las dos primeras muestras (9 y 20 %). La distribución demuestra una tendencia generalizada según la cual se *levantan* las LI cuando aumenta la frecuencia. En todas las mediciones se mantiene constante la amplitud de los campos alternos y sus valores son los indicados. Con excepción de la línea medida a 10 kHz, que en todos los casos apareció por debajo de la de 1 kHz. Aunque es difícil con estos pocos datos experimentales diagnosticar cual podría ser la razón de este comportamiento, lo más razonable parece ser que esté relacionado con algún fenómeno de resonancia en las bobinas del susceptómetro.



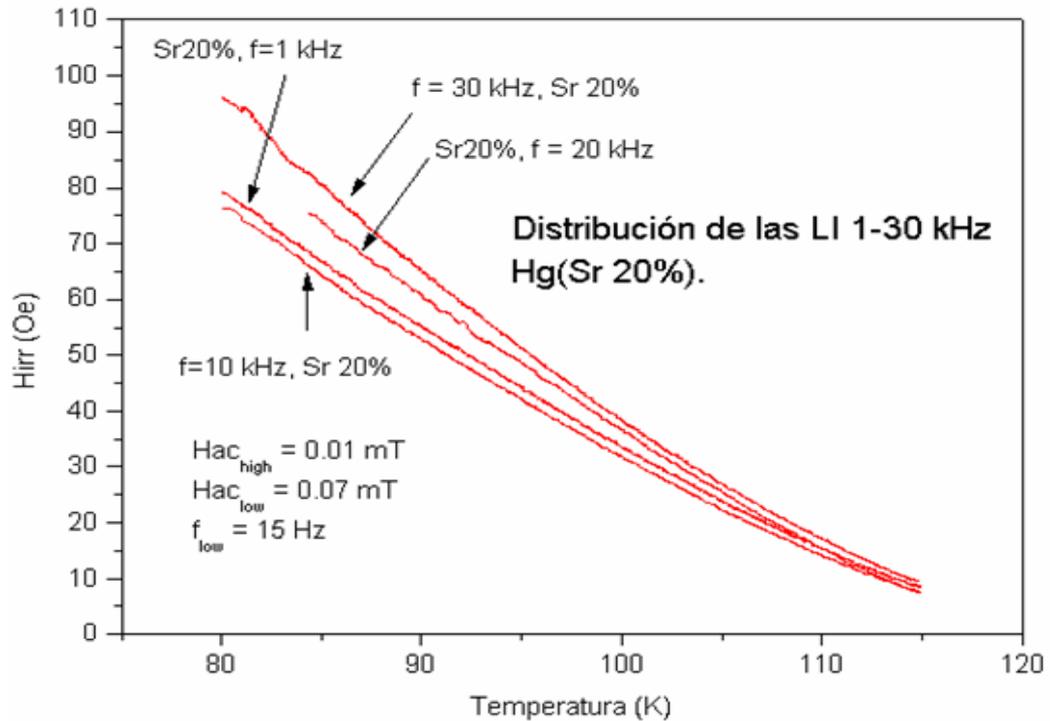


Fig. 4.3 – Comparación de las LI para distintas frecuencias.

#### 4.4 – Estimación de los errores.

La complejidad del tratamiento de los errores en un sistema como este va más allá de la estimación de los errores instrumentales y aleatorios de la medición, porque el lazo de control establece una dependencia adicional entre las magnitudes involucradas. Sin embargo, para nuestras necesidades basta con tener una cota máxima de error que permita conocer cual es la confiabilidad de las curvas medidas. En esta medición tenemos dos errores experimentales básicos: el error en la temperatura y el error en el campo magnético. También están presentes otros dos, característicos del modo en que se realiza la medición: el gradiente dinámico que mantiene el controlador en el ajuste del campo de irreversibilidad y el gradiente térmico en el sistema muestra-varilla.

El error instrumental de la temperatura depende del error del sensor que es de 0.01 K. Pero como, además, la temperatura solía fluctuar alrededor de 0.03 K cuando se estabiliza en un punto, tomaremos 0.04 K como el error instrumental. Nótese que este

sería el error instrumental no del termómetro, sino del controlador de temperatura que es algo diferente.

Para aplicar el campo se usó una bobina de 40 cm de longitud y 2.5 cm de diámetro interior. Así el campo puede considerarse homogéneo hasta una distancia de 5 cm de los bordes, aproximadamente. Esto se comprobó con un gausímetro cuya apreciación es de 0.5 Oe. La estabilidad de la fuente usada para aplicar corriente a esta bobina es de 1 mA (en una escala de 3A). Y teniendo en cuenta la calibración de la bobina (4.16 mA/Oe), la estabilidad del campo sería de 0.2 Oe. Considerando por último el campo magnético terrestre podemos dar una cota máxima de error instrumental del campo de 0.4 Oe.

El error producido por los fenómenos de intermodulación, descritos en el apéndice 2, puede ser despreciado cuando la elección de las frecuencias es conveniente. En las mediciones presentadas la combinación de 15 Hz ( $H_{ac_{low}}$ ) con las demás frecuencias 500Hz-30 kHz ( $H_{ac_{high}}$ ) permite despreciar este efecto. La concordancia que vimos en la figura 4.1 justifica esta afirmación. En la medición manual no está presente este fenómeno y sin embargo la curva medida con la instalación se corresponde perfectamente con la medida manualmente.

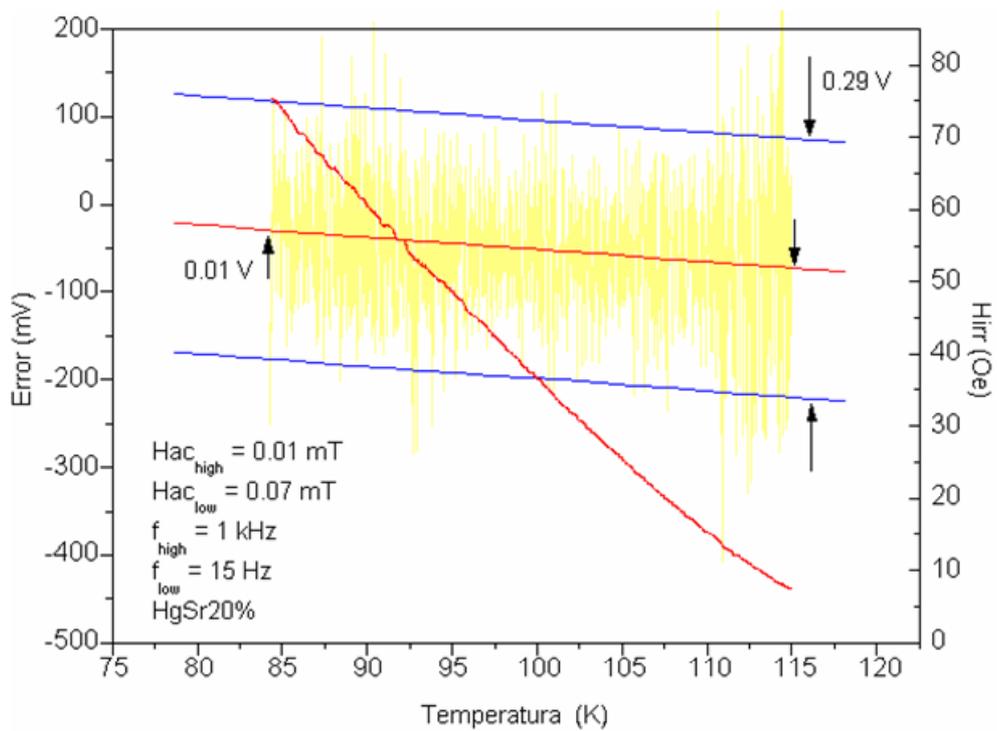
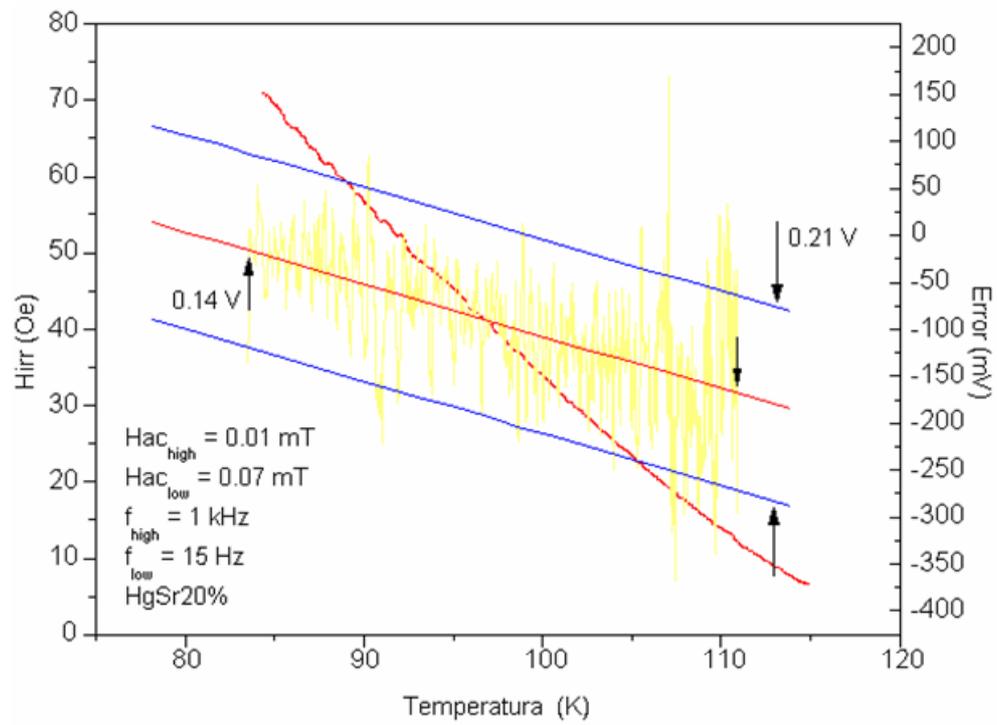


Fig. 4.4 – El voltaje de error con ganancias fija y autoajustable.

La señal de error a la salida del lock-in es un indicador del comportamiento del controlador. Idealmente esta señal debería ser nula pero dado que la función transferencial de la muestra cambia con la temperatura (digo que  $H_{irr}$  es función de  $T$ ) se establece un gradiente dinámico que depende de cuan rápido varía  $T$  y del comportamiento del controlador. Estimar el error que esto produce en el campo ( $H_{irr}$ ) requiere conocer la pendiente de la curva de susceptibilidad cerca del pico. Obviamente, esta información no está disponible en nuestra medición. Pero basta con garantizar un buen funcionamiento del controlador. En los gráficos de la figura 4.4 aparece una muestra del error cuando el controlador trabaja con ganancias fija y autoajustada respectivamente. El desplazamiento del valor medio del error con respecto al cero está relacionado con la disminución de la pendiente de la curva de susceptibilidad cuando aumenta el campo aplicado. Sin embargo, si la ganancia del controlador es corregida el valor medio se mantiene más cercano al cero. Esto demuestra claramente la conveniencia de usar un algoritmo autoajutable.

A los errores aleatorios contribuye el ruido, característico de una señal de bajo nivel recuperada. Y a través del controlador se manifiestan en el campo ( $H_{irr}$ ). El promedio que realiza el programa, a la salida del controlador, incluye una cantidad de valores que dependen de varios parámetros de la medición. Así,  $n = f_c (\delta T / T_{Rate})$  donde:  $n$  es la cantidad de valores promediados,  $f_c$  es la frecuencia a que se cierra el lazo de control,  $\delta T$  es el error instrumental de la temperatura y  $T_{Rate}$  es la velocidad con que se cambia esta magnitud en K/segundo. Por ejemplo para 1 K/min.  $n$  vale 12. En función de este valor se puede calcular el error aleatorio, a través de la desviación estándar<sup>[24]</sup>.

El factor que determina, fundamentalmente, los errores introducidos en la medición es la velocidad a que se cambia la temperatura. En principio, si la medición se realizara muy lentamente el error tendería al error instrumental. En tal medición los gradientes térmicos serían despreciables y el promedio de los valores a la salida del controlador reduce el error aleatorio introducido por el ruido. Esto es un elemento importante a considerar al elegir la velocidad de barrido de la temperatura. En la figura 4.5 mostramos un gráfico donde aparecen tres LI medidas a diferentes velocidades. Por encima de 2.5 K/min las curvas se dispersan notablemente. Al respecto podemos decir que esta es

nuestra primera limitación en la velocidad de la medición, mientras que el controlador aún permitiría ir más allá de este límite.

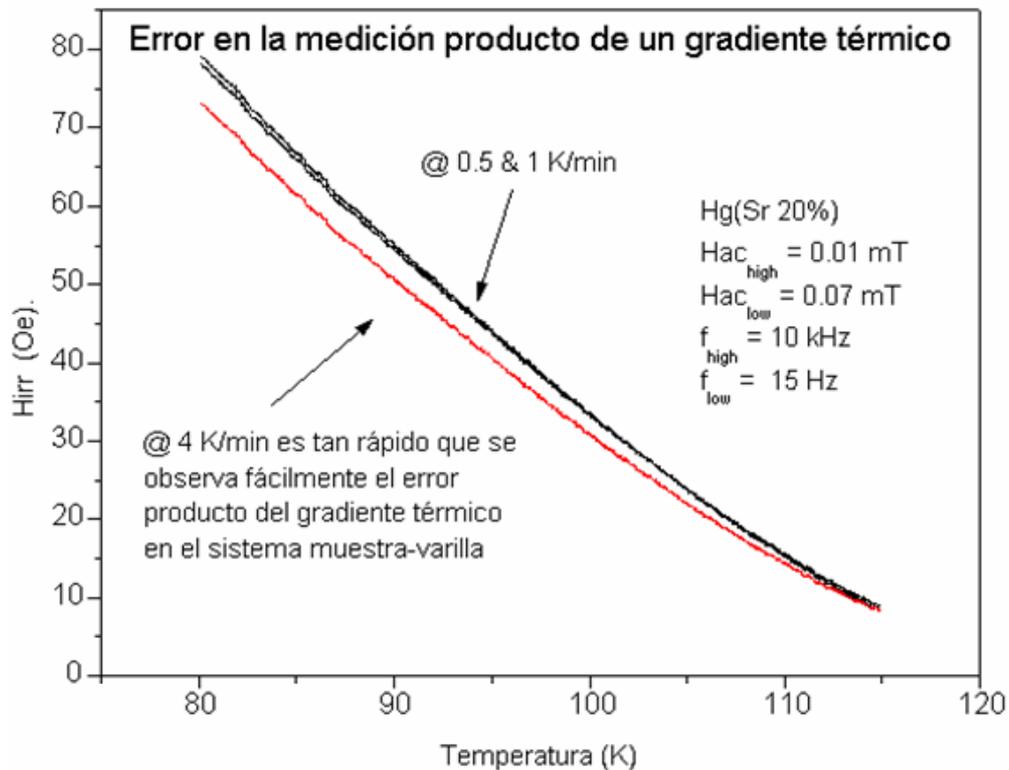


Fig. 4.5 – LI para distintos regímenes de variación de la Temperatura.

En general, consideramos que la manera más expedita de obtener una cota de error para nuestra medición es haciendo varias mediciones de una misma curva y usando como cota de error la dispersión de los puntos de la misma con respecto a una curva promediada. Usando por ejemplo, un método como el *Adjacent Averaging* del Microcal Origin. El error aleatorio determinado de esta manera incluye todos las posibles fuentes de error. Bastaría entonces con centrar la atención en dos factores: la velocidad a que se cambia T y la relación entre las frecuencias de los campos de ac. Los errores aleatorios representados en las curvas mostradas a lo largo de este capítulo fueron calculados de esta manera.

## Conclusiones y Recomendaciones

En este trabajo se presenta una técnica de medición desarrollada en nuestro laboratorio que permite realizar la medición de la línea de irreversibilidad (LI) de los superconductores de alta temperatura crítica (SAT) en muy poco tiempo (algunos minutos). La misma se basa en determinar *dinámicamente* el valor del campo de irreversibilidad ( $H_{irr}$ ) a través del pico de la componente imaginaria de la susceptibilidad [19].

Se construyó un susceptómetro capaz de medir las dependencias con el campo y la temperatura de la susceptibilidad magnética de los SAT. Para ello se diseñaron sendos circuitos electrónicos que permiten corregir el voltaje de *offset* a la salida de las bobinas detectoras y aplicar corriente a la excitadora, independiente de la frecuencia de medición. En un rango entre 100 Hz y 30 kHz. El voltaje procedente de las bobinas detectoras conectadas en oposición es amplificado con ayuda de un lock-in comercial, con lo cual se obtiene una señal nítida y estable proporcional a la susceptibilidad.

Mediante una segunda perturbación en el campo aplicado y un segundo lock-in, sincronizado en fase con la misma, se determina la derivada de la susceptibilidad magnética con el campo ( $H_{dc}$ ). Esta derivada es usada como señal de error de un controlador cuya salida controla el campo estático ( $H_{dc}$ ), de tal suerte que el campo aplicado sea siempre el campo de irreversibilidad ( $H_{irr}$ ) mientras se cambia la temperatura de la muestra. Este controlador consiste un algoritmo autoajustable, que calcula las ganancias óptimas para el funcionamiento del sistema. Esto permite medir en rangos extensos de campo y temperatura. Brindando, además, flexibilidad y autonomía al sistema al cambiar de una muestra a otra.

Esta técnica, no reportada antes en la literatura, elimina los inconvenientes de la medición convencional, como la demora de realizar múltiples ciclos térmicos para determinar cada punto de la LI. Además, las curvas medidas por este método consisten en

un continuo de puntos que se obtienen en muy breve tiempo, como si fuera una medición de resistividad. Por sus características es apropiada para hacer estudios experimentales que contribuyan a esclarecer la naturaleza de esta línea, así como para examinar rápidamente nuevos materiales superconductores.

La instalación resultante es controlada por un programa desarrollado en *Borland Delphi*. Así este corre sobre *Windows*, por lo que cuenta con las facilidades de un sistema multitareas, que permite correr otras aplicaciones en la computadora al unísono. La pantalla principal del programa muestra la medición mientras esta va ocurriendo. Debido a limitaciones en el sistema criogénico la velocidad a que se cambia la temperatura debe mantenerse por debajo de los 2.5 K/min. Pero las mediciones más lentas tienen la ventaja de ser más precisas. Mediante un filtro que está instrumentado en el programa, conocido como promediador multicanal (en inglés *multichannel averager*), se promedian los valores del campo de irreversibilidad correspondientes a un mismo intervalo de temperatura, igual al error instrumental de esta magnitud. Ello permite que en una medición lenta se promedien muchos valores de  $H_{irr}$ , con lo cual se reduce importantemente el error aleatorio en la medición.

Para comprobar el funcionamiento del sistema se realizaron mediciones en muestras pertenecientes al sistema HgBCCO, recordista de temperatura crítica entre los SAT. Las muestras usadas estaban dopadas con Sr (sustituyendo Ba), el cual es conocido por elevar la LI, debido a que contribuye a la formación de defectos en la red cristalina del material. En las muestras con las tres concentraciones medidas (9,20,28%) los mejores resultados se obtuvieron para el segundo caso (20%), consistentemente en todo el rango de frecuencias medido. Además, se observó el desplazamiento esperado en las LI con la frecuencia

Para concluir, nos parece importante señalar algunas recomendaciones y líneas de trabajo que consideramos importantes para el mejoramiento del sistema. Estas son:

1 - Construir un juego de bobinas que permitan incrementar la sensibilidad del susceptómetro, de modo que sea más apropiado para realizar mediciones de la LI tanto inter- como intra-granulares.

2 – Utilizar un electroimán capaz de aplicar varios Teslas, con lo que se completarían los requerimientos para medir la LI intra-granular.

3 – Diseñar un circuito compensador que permita extender el rango de frecuencias en al menos varias décadas, con lo cual se podría estudiar el comportamiento logarítmico de la LI de estos materiales.

4. – Desarrollar un programa que realice un tratamiento con *hilos* (threads) para el algoritmo del controlador. Esta es la manera de asignar prioridad a este proceso en un sistema operativo multi-tareas garantizando la estabilidad del lazo de control.

5 – La instrumentación de esta técnica de medición partiendo de un susceptómetro comercial podría simplificar el trabajo de instrumentación y extender enormemente el rango de medición de la instalación.

## Referencias.

1. Müller, K. A., Takashige, M., and Bednorz, J. G., *Phys. Rev. Lett.* 58 (1987) 1143.
2. Aplicaciones...
3. Fisher M. P., *Phys. Rev. Lett.* 62 (1989) 1415; Fisher, D. S., Fisher, M. P., D. A., *Phys. Rev. B* 43 (1991) 130.
4. Malozemoff, A P., Worthington, T.K., Yeshurun, Y., and Holtzberg, F., *Phys. Rev. B* 38. (1988) 7203.
5. Terry P. Orlando, Kevin A. Delin. "Foundations of applied Superconductivity". Adinson-Wesley Publishing Company, inc. (1991).
6. Esteban F. Righi, Santiago A. Grigera, Gladys Nieva, and Francisco de la Cruz: "Vortex phase coherence along the c axis in the  $\text{Yb}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ " Superconductivity Review (to be published). Centro Atómico de Barriloché, Argentina (1995).
7. Jackson D. J. C., and Das M. P., "Melting of the flux line lattice" Topical Review. *Supercond. Sci. Technol* 9 713-727 (1996).
8. Yeshurun, Y., and Malozemoff, A P., *Phys. Rev. Lett.* 60 (1988) 2202.
9. E. Altshuler : "Histéresis, relajación y otros fenómenos asociados a la captura de flujo magnético en superconductores cerámicos". Tesis de Doctorado, Universidad de la Habana, (1994)
10. Bean c. P. *Phys. Rev. Lett.* 8 250\_ 1964 *Rev. Mod. Phys.* 36 31 (1962).
11. Takács s., Gomory F., "Studies of high temperature superconductors" vol 14, ed A V Narlikar (New York: Nova) p 407.( 1995)
12. Gomory F. "Characterization of high-Temperature superconductors by AC susceptibility measurements" *Supercond. Sci. Technol.* 10 (1997) 523-542.
13. Dubots p. And Cave J. 1988 *Cryogenics* 28 661.
14. Gomory F. "Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems" ed. Hein, R. A, Francavilla, T., Liebenburg, D., (New York: Plenum) p 289.( 1991)
15. Clem, J. R., in *Magnetic Susceptibility of Superconductors and other Spin Systems*, ed. Hein, R. A, Francavilla, T., Liebenburg, D., (Plenum Pres, New York 1992) 177.

16. Geshkeinbein V. B., Vinokur V. M., and Fehrenbacher R. *Phys. Rev. B* **43** 3748 (1991)
17. Wacenovskiy M., Sauerzopf, F. M., Schalk R. M., Weber H., W., Murakami M., Baran, M., and Finnemore D. K., *Physica B* 194-196 (1994) 2139.
18. Giapintzakis J., Neiman R. L., Ginsberg D. M., Kirk M. A., *Phys. Rev. B* **50** (1994) 16001.
19. Flores L.E., Noda C., Abascal C., González J.L. “ Automatic system for the direct measurement of the irreversibility line in H-T<sub>c</sub> superconductors” *Rev. Sci. Inst.* **10** XXX (1998).
20. Noda C.: “Sistema de control para la medición dinámica de las dependencias de la corriente crítica en superconductores”. Tesis de Diploma. Universidad de la Habana (1996).
21. J. Marsik “A new conception of digital adaptive PSD control” *Problems of Control and Information Theory*, **12** (4). p. 267-279 (1983).
22. Petzold C. “Programming Windows 3.1” Third Edition. Microsoft Press.
23. V. Trejo “Aseguramiento matemático de los SADPT” Editorial Pueblo y Educación, (1989).
24. Portuondo R. “Procesamiento de datos experimentales” Universidad de la Habana, (1988).

## Acknowledgements:

First I will thank those of you, who would like of having read these lines in a native language, your tolerance. And reserve myself the opportunity of writing this more intimate section of the thesis in English.

It's my perception that professional success, in the next century, will have more to do with *emotional* intelligence than with equations-resolution-like skills. So the ability to manage our feelings and the proficiency to decode others' is key to work-life prosperity. Which depends as much on been able to solve people problems as it does on one's technical competence as a physicist.

The past three years were brimful of little interesting experiences dealing with a lab staff which is first a group of friends, that combines a wide range of interests and expectations with a quite young age average. Yet with a common inclination toward physics, science & technology. Not ignoring that the elders have subtly guided it, whereas, accidentally, wearing respective beards, which may unconsciously, distinguish them as the leaders. Well, among the group of course.

This time not only has been critical to thrust my professional maturity, but also to covertly encompass my interest in specific themes such as computer programming and Instrumentation. I keep this with particular fondness.

Some times, we found our self dealing with kind of a personality development of a stubborn sense of one's *superiority*. "A superiority bordering on self-delusion but without innovators would have not found the strength and the courage, as they did since the down of history, to rebel, dissent, and fight against the *world*. Unfortunately, the truth about this illusion of *superiority* is the impossibility to sustain it in the face of a continuo put-down by society. A few hundred reminders of how irresponsible, incompetent or underqualified we must all be. An onslaught for the spirit that begins in childhood, continues in college and is active in the labor force." <sup>1</sup>

I believe this environment, while appropriately *challenging*, constitutes a catalytic container for developing work-group skills and look for common ground in terms of project goals. I've enjoyed each of you individually and as a group.

And last but not least, the fuzzy line that holds lab's inner order, is a great complement.

This is what the major experiences I've had in the lab are all about.

To my family for their unconditional support and to all of you, who have somehow contributed to make this work possible and my life better, thank you.

## Apéndice 1. Deducción del voltaje proporcional a la susceptibilidad.

Llamemos  $V_{pk}$  al voltaje inducido en las bobinas detectoras del susceptómetro, diseñadas para compensar el voltaje que se induce debido a la variación de H. Así  $V_{pk}$  es entonces proporcional a la magnetización en la muestra, o sea:

$$V_{pk} = -K_1 \frac{dB_1}{dt} + K_2 \frac{dB_2}{dt} \quad 1.1$$

donde  $K_1$  y  $K_2$  son constantes relacionadas con la inductancia de las bobinas detectoras 1 y 2, respectivamente, y  $B_1$  y  $B_2$  son las inducciones magnéticas sobre las mismas. Si suponemos que ambas bobinas son idénticas y se encuentran conectadas en oposición, y colocamos la muestra en la 1, tenemos:

$$\begin{aligned} K_1 &= K_2 = K \\ B_1 &= \mu_o (H - M) \\ B_2 &= \mu_o H \end{aligned} \quad 1.2$$

donde M es la magnetización de la muestra. Sustituyendo 1.2 en 1.1 y simplificando obtenemos:

$$V_{pk} = K \frac{dM_{ac}}{dt} \quad 1.3$$

Como la magnetización es una función compuesta, su derivada temporal se desarrolla a partir de 1.3, quedando:

$$V_{pk} = K \frac{dM_{ac}}{dH} \frac{dH}{dt} \quad 1.4$$

En la medición “clásica” de la susceptibilidad de ac, el campo de dc está perturbado con una componente alterna, de cuya frecuencia y amplitud depende la parte imaginaria de la susceptibilidad<sup>5,6</sup>. Así:

$$H(t) = H_{dc} + H_{oh} e^{j\omega_h t} \quad 1.5$$

En el superconductor la magnetización está relacionada con H como:

$$M(H, T, t) = \chi_{ac}(H, T) \cdot H(t) \quad 1.6$$

donde  $\chi_{ac}(H, T)$  es la susceptibilidad magnética, en general una función compleja:

$$\chi_{ac}(H, T) = \chi'_{ac}(H, T) + j\chi''_{ac}(H, T) = \chi_{ac}(H, T) e^{j\mathcal{G}(H, T)} \quad 1.7$$

cuya parte real vale -1 en el estado superconductor (análogo a los materiales diamagnéticos) y la parte imaginaria, que utilizaremos en lo adelante, provee información sobre las pérdidas, acentuadas durante la transición.

Si sustituimos 1.6, 1.7 y 1.5 en 1.4, encontramos una expresión para el voltaje que tendríamos a la salida del susceptómetro, representado por un fasor que rota con la frecuencia del campo perturbador.

$$\hat{V}_{pk} = K\omega_h H_{oh} \chi_{ac}(H, T) e^{j\varphi(H, T)}, \quad \varphi = \mathcal{G} + \frac{\pi}{2} \quad 1.8$$

Este voltaje es proporcional a la susceptibilidad. La detección de la componente desfasada 90 grados con el campo de acuerdo con la ley de Lenz, permite la medición indirecta de la parte real de la susceptibilidad, mientras la componente desfasada otros 90 grados más (es decir en contra-fase con la perturbación) tiene la forma:

$$V_{op} = -K\omega_h H_{oh} \chi''_{ac}(H, T) \cos(\omega_h t) \quad 1.9$$

La ecuación anterior describe entonces el voltaje proporcional a la parte imaginaria de la susceptibilidad, que usaremos en la determinación del  $H_{irr}$ .

## Apéndice 2. Efecto de la doble modulación en la dependencia de la LI con la frecuencia.

En nuestro experimento tenemos una muestra superconductora que está sometida a un campo de dc y dos perturbaciones armónicas de frecuencias y amplitudes diferentes. Recordemos del Capítulo 2 que la posición del pico de  $\chi''_{ac}(H,T)$  depende de la frecuencia de la componente armónica del campo aplicado (susceptibilidad clásica).

Entonces parece razonable considerar un voltaje resultado de la superposición de las perturbaciones manifestado a través de cada una de las susceptibilidades a las frecuencias respectivas. Esto es:

$$V_{op} = -K \left[ \omega_h H_{oh} \chi''_{ach}(H,T) \sin(\omega_h t) + \omega_l H_{ol} \chi''_{acl}(H,T) \sin(\omega_l t) \right] \quad 2.1$$

donde:  $H_{oh}$ ,  $H_{ol}$ ,  $\omega_h$  y  $\omega_l$  son las amplitudes y frecuencias de las perturbaciones, respectivamente. Los subíndices  $h$  y  $l$  se refieren a alta y baja frecuencia; como  $\chi''_{ach}$  y  $\chi''_{acl}$  son las componentes complejas de las susceptibilidades correspondientes.

No obstante, resulta que siendo  $\chi''_{ac}(H,T)$  función del campo, es de esperar que exista alguna interacción, más allá de la simple superposición de los voltajes, ya que  $H$ , sería no solamente el campo de *dc*, sino además la “otra” perturbación. En otras palabras, la dependencia de  $\chi''_{ac}$  con el campo da origen a *productos de intermodulación*, que como veremos, afectan el valor detectado para  $H_{irr}$ .

Consideremos entonces un desarrollo de *Taylor* hasta primer orden para la susceptibilidad como función del campo centrada alrededor de  $H_{dc}$  en la expresión del voltaje resultante:

$$V_{op} = -K \omega_h H_{oh} \left[ \chi''_{ach}(H_{dc}, T) + \left. \frac{d\chi''_{ach}}{dH} \right|_{H_{dc}} H_{ol} \sin(\omega_l t) \right] \sin(\omega_h t) \\ - K \omega_l H_{ol} \left[ \chi''_{acl}(H_{dc}, T) + \left. \frac{d\chi''_{acl}}{dH} \right|_{H_{dc}} H_{oh} \sin(\omega_h t) \right] \sin(\omega_l t) \quad 2.2$$

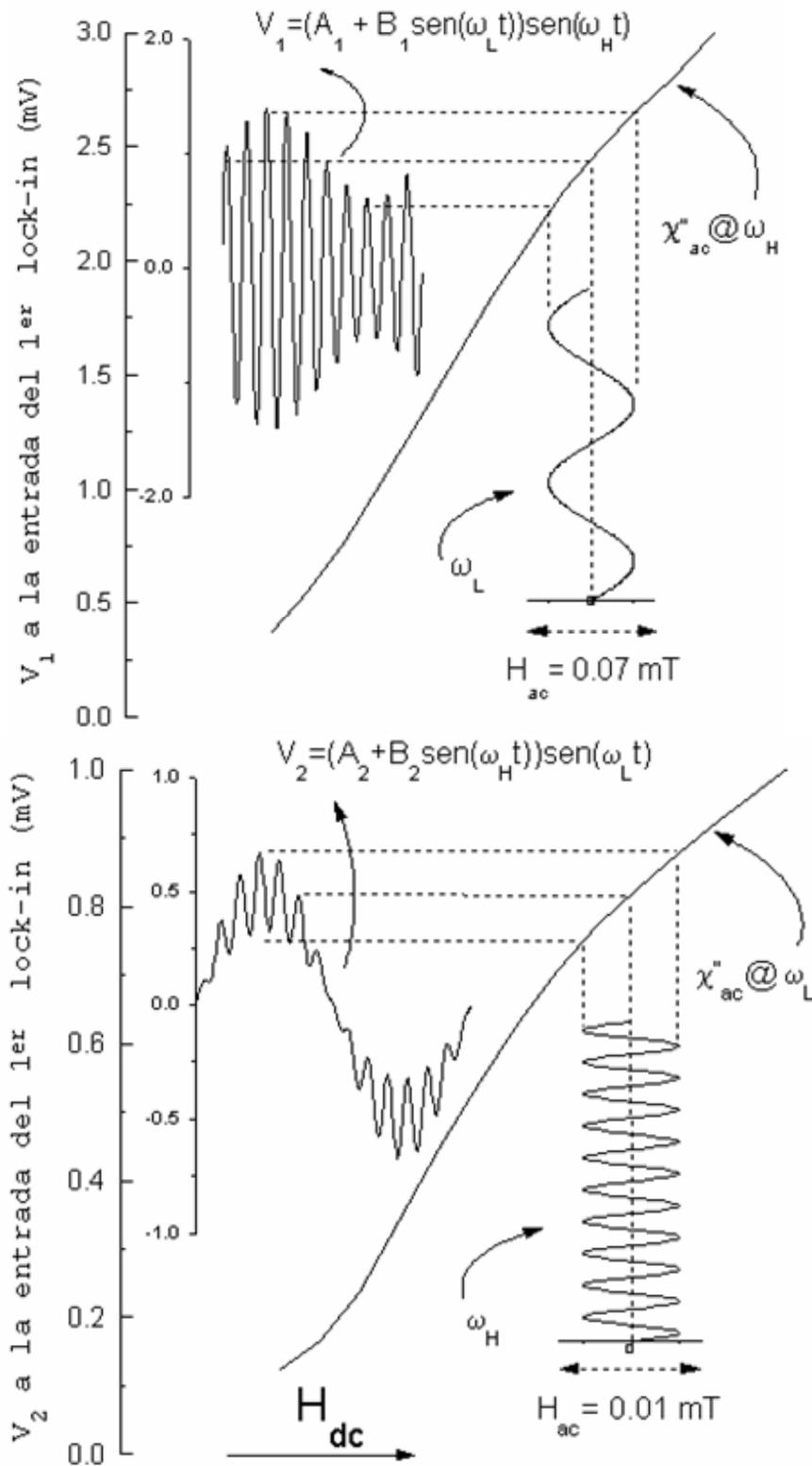


Fig. A2.1.- La componente del voltaje inducido en las bobinas detectoras, proporcional a la susceptibilidad compleja, es consecuencia de las dos perturbaciones armónicas en el campo, y se puede representar por la suma de  $V_1$  y  $V_2$ .

A partir de esta expresión podemos analizar que consecuencias podría traer para la determinación del  $H_{irr}$ , el hecho de detectar el máximo de la componente imaginaria de la susceptibilidad con ayuda de la segunda perturbación de baja frecuencia para monitorear la derivada. La figura A2.1 muestra gráficamente cómo aparecen los dos términos descritos en 2.2. Los dos gráficos muestran un fenómeno de conjunto, aunque seccionados para facilitar su comprensión. Así, la forma de onda de los voltajes representados es consecuencia de las dos perturbaciones, en ambos casos. La perturbación representada origina la modulación, la otra (oculta) determina la curva de  $\chi''_{ac}$  correspondiente, a partir de la función de magnetización *versus* campo de la figura 2.4.

Averigüemos la composición espectral de esta señal de las expresiones para  $V_1$  y  $V_2$  que aparecen en la figura A2.1, en función de las constantes  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $A_2$  y  $B_2$ . Esta puede ser encontrada fácilmente con ayuda de la transformación trigonométrica:

$$\sin(\omega_h t)\sin(\omega_l t) = \frac{1}{2}\cos(\omega_h t - \omega_l t) - \frac{1}{2}\cos(\omega_h t + \omega_l t) \quad 2.3$$

resultando en:

$$V_1 + V_2 = A_1 \sin(\omega_h t) + \frac{1}{2}(B_1 + B_2) [\cos(\omega_h t - \omega_l t) - \cos(\omega_h t + \omega_l t)] + A_2 \sin(\omega_l t) \quad 2.4$$

Así, tenemos la situación representada en la figura A2.2. Para simplificar mostramos solamente los armónicos fundamentales, aunque en realidad el espectro que se obtiene experimentalmente es cuantitativamente más complejo, donde todos los armónicos, como el producto de estos entre sí participan en el fenómeno.

Cuando esta señal es demodulada en el lock-in, la componente a  $\omega_h$  es trasladada hacia el origen, es decir, que aparece como una componente de dc a la salida del primer lock-in, La componente a  $\omega_l$  pasa a  $\omega_h \pm \omega_l$ , y es eliminada por el filtro pasa bajos. Por lo tanto, la señal que será procesada por el segundo lock-in puede escribirse, regresando a la notación original, como:

$$V_u = -KH_{ol}H_{oh} \left[ \omega_h \frac{d\chi_{ach}''}{dH} \Big|_{Hdc} + \omega_l \frac{d\chi_{acl}''}{dH} \Big|_{Hdc} \right] \sin(\omega_h t) \sin(\omega_l t) \quad 2.5$$

en la primera demodulación ambas componentes laterales ( $\omega_h \pm \omega_l$ ) a la frecuencia de referencia  $\omega_h$  son trasladadas hacia  $\omega_l$  y entonces demoduladas por el segundo lock-in, cuya frecuencia de referencia es también  $\omega_l$ .

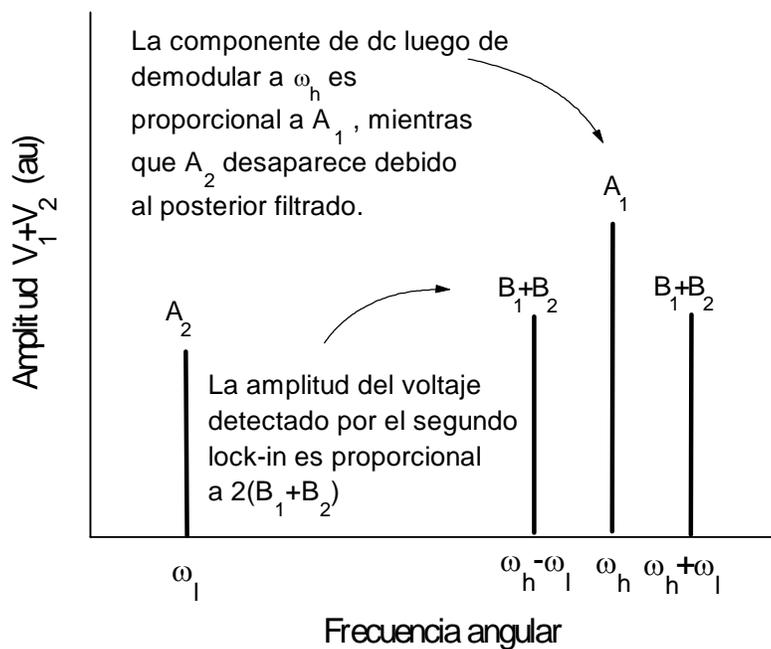


Fig. A2.2.- Composición espectral de la señal proveniente de las bobinas detectoras.

La salida de este será entonces una señal de *dc* de amplitud:

$$V_{out} = -KH_{ol}H_{oh} \frac{\sqrt{2}}{2} \left[ \omega_h \frac{d\chi_{ach}''}{dH} \Big|_{Hdc} + \omega_l \frac{d\chi_{acl}''}{dH} \Big|_{Hdc} \right] \quad 2.6$$

Esto implica que el valor de campo para el cual esta expresión sea cero, no se corresponde con el pico de  $\chi_{ach}''$  sino que se trata de un punto algo desplazado hacia el de  $\chi_{acl}''$ . Para poder calcular el error introducido por este fenómeno en la determinación de

$H_{irr}$  es necesario conocer  $\chi''_{ac}(H, T)$  para ambas frecuencias o su derivada con respecto al campo. Esta información no está disponible a menos que se mida directa o indirectamente. Por ejemplo, un modo de complementar las mediciones de la LI podría ser la medición de las dependencias de la densidad de corriente crítica  $J_c(T)$  y  $J_c(H)$  que, a su vez, están relacionadas con las curvas de susceptibilidad a través del modelo de estado crítico <sup>Ji et al 1989, Matsushita and Ni 1989, Goldfarb et al 1991</sup>. No obstante, tratándose de los errores que esto introduce lo más conveniente es elegir frecuencias lo más alejadas posible de forma tal que estos puedan ser despreciados, en virtud de que desplazamiento está pesado por las frecuencias.