

MASTER

Ontwerp en bouw van een I/V opstelling

Otten, H.P.

Award date:
1991

[Link to publication](#)

Disclaimer

This document contains a student thesis (bachelor's or master's), as authored by a student at Eindhoven University of Technology. Student theses are made available in the TU/e repository upon obtaining the required degree. The grade received is not published on the document as presented in the repository. The required complexity or quality of research of student theses may vary by program, and the required minimum study period may vary in duration.

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

6

360604

Technische Universiteit Eindhoven
Afdeling der Technische Natuurkunde
Vakgroep Vaste Stof

ONTWERP EN BOUW VAN EEN
I/V OPSTELLING

H.P. Otten
Dec. 1991

Verslag van een afstudeerwerk
in de groep Coöperatieve Verschijnselen
van de vakgroep Vaste Stof

Begeleider
Afstudeerhoogleraar

Ir. J. Emmen
Prof.dr.ir. W.J.M. de Jonge

SAMENVATTING

Tijdens het afstudeerwerk, waarvan verslag gedaan wordt, is een I/V-opstelling ontworpen en gebouwd waarmee binnen een groot temperatuurbereik ($1 < T < 150$ K) en magneetveldbereik ($0 < B(\theta) < 10$ T) I/V-karakteristieken van hoge T_c supergeleiders gemeten kunnen worden. Er is een DC-stroombron gebouwd die een stroom tot 100 mA levert met een instelbare stapgrootte en een stroomvariatie kleiner dan 1 μ A. De variaties in de spanningsmeting bij een constante spanning zijn ongeveer 10 nV.

Daarnaast zijn methoden onderzocht om contacten met een weerstand van maximaal 0.5 Ω per contact op éénkristallijn $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ (BICASCO) te maken. Door zilver te sputteren zijn stabiele contacten gerealiseerd met een specifieke weerstand van $6 \cdot 10^{-5}$ Ωcm^2 hetgeen bij de gebruikte contactoppervlakken van 1 mm^2 een weerstand oplevert van 6 m Ω per contact.

Naarmate de temperaturen verder onder T_c liggen vertonen BICASCO éénkristallen pas weerstandsgedrag bij hogere stroomdichtheden. Een methode om hogere stroomdichtheden te bereiken is het beperken van de stroomvoerende doorsnede van het kristal. Tijdens het afstudeerwerk is een aantal methodes, zoals etsen en zagen, onderzocht om een stroomkanaal te realiseren met een doorsnede van 10^{-4} cm^2 . Het blijkt dat etsen geen goed gedefinieerde afmetingen van het stroomkanaal garandeert bij kristaldikten groter dan een paar micrometer doordat er ook onder het masker geëtst wordt. De nauwkeurigheid bij het zagen van een stroomkanaal wordt beperkt door de zijdelingse verplaatsingen van de zaagdraad. De rand van de zaagsnede golft daardoor met 50 μm .

INHOUDSOPGAVE

	PAG
SAMENVATTING	
HOOFDSTUK1 INLEIDING	1
HOOFDSTUK2 THEORIE	3
HOOFDSTUK3 ONTWERP EN BOUW VAN DE OPSTELLING	10
§ 3.1 INLEIDING	10
§ 3.2 DE EISEN AAN DE OPSTELLING	10
§ 3.3 DE GEBOUWDE OPSTELLING	14
HOOFDSTUK4 TESTEN VAN DE OPSTELLING	24
§ 4.1 INLEIDING	24
§ 4.2 TEMPERATUURIJKING/STABILISATIE	24
§ 4.3 HET I/V GEDEELTE	30
HOOFDSTUK5 CONTACTONDERZOEK	33
§ 5.1 INLEIDING	33
§ 5.2 EISEN AAN DE CONTACTEN	34
§ 5.3 CONTACTWEERSTANDEN IN DE LITERATUUR	35
§ 5.4 DE GEVOLGDE METHODE OM CONTACTEN TE MAKEN	36
HOOFDSTUK6 MAKEN STROOMKANAAL	40
§ 6.1 INLEIDING	40
§ 6.2 VIA MECHANISCHE BEWERKINGEN	41
§ 6.3 VIA EEN CHEMISCHE BEWERKING	43
§ 6.4 VIA EEN OPTISCHE BEWERKING	45
HOOFDSTUK7 CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN	46
LITERATUURLIJST	48

H1

INLEIDING

Het voor u liggende verslag vormt de afsluiting van een afstudeerwerk in de groep Coöperatieve Verschijnselen (C.V.) van de vakgroep vaste stof. In de groep C.V. vindt fundamenteel onderzoek plaats naar verschijnselen die het gevolg zijn van coöperatief gedrag.

Een voorbeeld van een coöperatief verschijnsel is supergeleiding dat door de ontdekking van de hoge T_c keramische supergeleiders door Bednorz en Müller weer volop in de belangstelling staat. Supergeleiding ontstaat doordat onder geschikte condities de ladingdragers onder invloed van onderlinge interacties ordenen in zogenaamde Cooperparen.

Vooraf het onderzoek naar de elektrische eigenschappen van de hoge T_c supergeleiders is van belang zowel vanuit fundamenteel als commercieel oogpunt. Het kan een hulp zijn bij de ontwikkeling van modellen die het verschijnsel supergeleiding proberen te verklaren en begrenzingen van mogelijke toepassingen aangeven. In dit kader was binnen de groep behoefte aan een I/V opstelling waarmee onderzoek gedaan kan worden naar de vortex dynamica van supergeleidende éénkristallen.

Vortex dynamica heeft betrekking op het bewegen van de vortices, die in de mixed state van een type 2 supergeleider aanwezig zijn, waardoor er een elektrische spanning over de supergeleider komt te staan. I/V-onderzoek is een methode om modellen die de vortex dynamica beschrijven te verifiëren en waarden van modelparameters te bepalen. Daarbij zijn parameters als temperatuur, aangelegd magneetveld en de richting van het magneetveld ten opzichte van de kristallografische structuur van het preparaat van belang.

In dit verslag wordt in hoofdstuk 2 summier ingegaan op de theorie die op dit moment gebruikt wordt om de resultaten te verklaren van I/V-experimenten die aan hoge T_c supergeleiders gedaan zijn. In hoofdstuk 3 wordt de ontwikkelde opstelling besproken. De diverse onderdelen worden daar nader toegelicht. Vervolgens wordt in hoofdstuk 4 een overzicht gegeven van de verrichte experimenten die de bruikbaarheid van de opstelling aantonen. In hoofdstuk 5 wordt naar de preparaatkant van het onderzoek gekeken waarbij het maken van elektrische contacten op éénkristallijn $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ (BICASCO) uitgediept wordt. Hoofdstuk 6 geeft een overzicht van de manieren

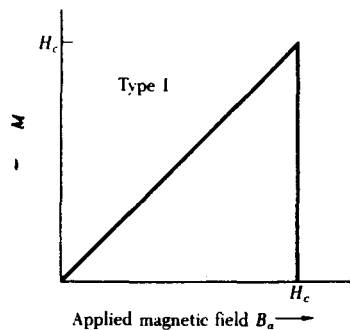
waarop een stroomkanaal, dat een hogere stroomdichtheid mogelijk maakt, gecreëerd zou kunnen worden in éénkristallijn BICASCO. Tenslotte worden in hoofdstuk 7 conclusies getrokken en suggesties gedaan om de gerealiseerde opstelling verder te verbeteren.

H2

THEORIE

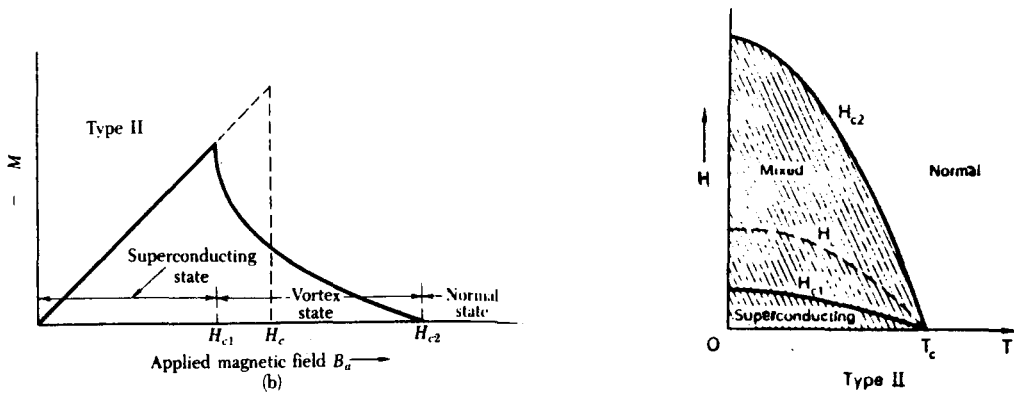
De groep supergeleidende materialen is onder te verdelen in twee subgroepen. De eerste groep bevat supergeleiders van het type 1. De andere groep wordt gevormd door supergeleiders van het type 2. Onderscheid tussen deze twee typen is mogelijk door naar het gedrag ten gevolge van het aanleggen van een magnetisch veld te kijken.

Een type 1 supergeleider blijft tot een bepaalde veldsterkte (H_c) volledig supergeleidend. Door een volledig Meißner effect zal er geen veld in het preparaat dringen. Bij een veld groter dan H_c gaat een type 1 supergeleider in zijn geheel over naar de normale toestand (zie figuur 1).



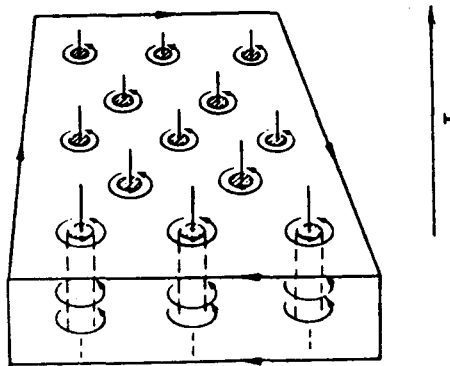
Figuur 1. De $M(H)$ curve van een type 1 supergeleider [KIT86].

Een type 2 supergeleider heeft twee kritische velden, te weten H_{c1} en H_{c2} . Bij een veld $H < H_{c1}$ is de supergeleider in de Meißner-toestand. Een veld $H > H_{c2}$ heeft tot gevolg dat de supergeleider in zijn geheel normaal is. Ligt de veldsterkte van het aangelegde veld tussen H_{c1} en H_{c2} dan ontstaat er een mixed state (zie figuur 2).



Figuur 2. De $M(H)$ curve en het fase-diagram van een type 2 supergeleider [KIT86] en [ROS78].

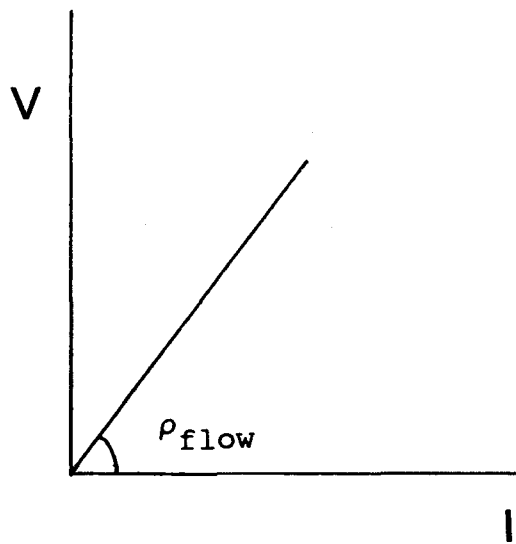
In de mixed state wordt de supergeleider plaatselijk normaal. De normale gebiedjes blijken cilindervormig te zijn en worden ook wel vortices genoemd. De vortices vormen door onderlinge interacties een regelmatig periodiek hexagonaal rooster (zie figuur 3).



Figuur 3. Een type 2 supergeleider in de mixed state, getekend zijn de normale cilinders met de daaromheen lopende kringstromen. De oppervlaktestroom handhaaft het bulk diamagnetisme [ROS78].

Elk normaal gebiedje wordt omsloten door een kringstroom met een draairichting die tegengesteld gericht is aan de afschermstroom, die langs

het oppervlak van de supergeleider loopt. De kringstroom veroorzaakt de magnetische flux in het normale gebied. Het blijkt dat een transportstroom door een supergeleider in de mixed state niet noodzakelijk weerstandsloos is alhoewel een supergeleidend pad aanwezig blijft. In figuur 4 wordt schematisch de $V(I)$ karakteristiek van een ideale supergeleider in de mixed state weergegeven. Met de term ideale supergeleider is een supergeleider bedoeld waarin de vortices een continue gelijke potentiaal ondervinden.



Figuur 4. Een I/V -karakteristiek van een ideale type 2 supergeleider in de mixed state bij $T=0$ K.

De stroomvoerende eigenschappen in de mixed state kunnen kwalitatief verklaard worden door interactie van de vortices met een extern aangelegde stroom waardoor ze gaan bewegen. In een ideale type 2 supergeleider, dat wil zeggen een supergeleider vrij van imperfecties, zal er voor elke aangelegde stroom een elektrische spanning aanwezig zijn. Deze wordt veroorzaakt doordat de vortices een Lorentz-kracht ondervinden (zie Form.1) en daardoor gaan bewegen met snelheid \vec{v} .

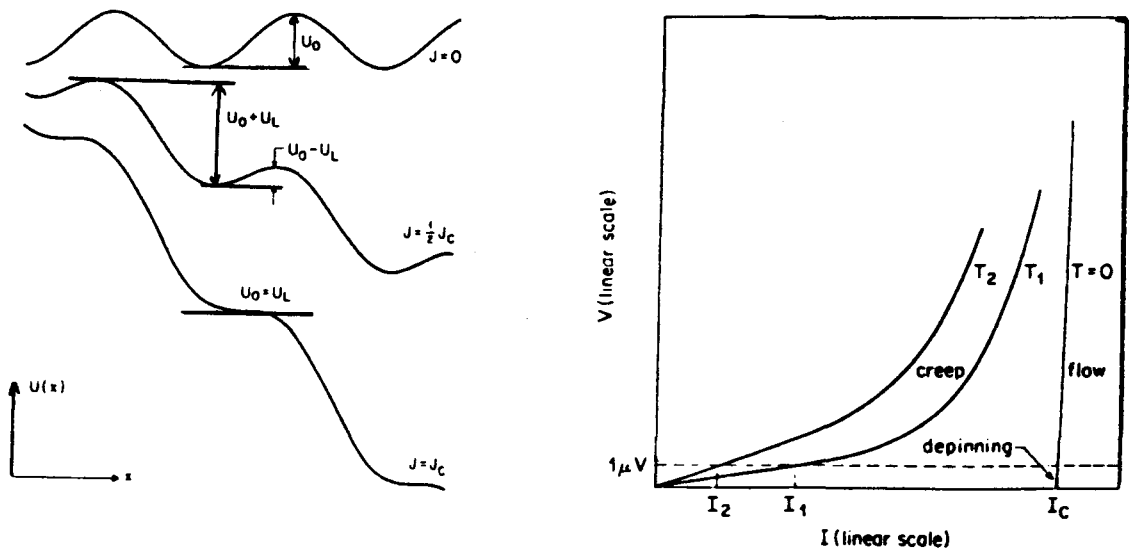
$$\vec{F}_L \propto \vec{J} \times \vec{B}. \quad [\text{Form.1}]$$

Dit leidt tot een elektrisch veld van de grootte:

$$\begin{aligned} &\rightarrow \rightarrow \rightarrow \\ E &= -v \times B. \end{aligned}$$

[Form.2]

In een niet ideale type 2 supergeleider ondervinden de vortices een potentiaal zoals getoond wordt in figuur 5a bij $J=0$. Door het verhogen van de stroom door het preparaat zal de potentiaal aan één kant omlaag getrokken worden. Bij $T=0$ geldt dan dat de vortices gaan bewegen bij $J=J_c$. Het resulterende I/V -verloop staat in figuur 5b



Figuur 5a. Het potentiaalverloop in een niet ideale type 2 supergeleider als functie van de stroomdichtheid J .

5b. Een drietal schematische I/V -karakteristieken van een niet ideale type 2 supergeleider bij verschillende temperaturen ($T_2 > T_1$).

De E(J)-curve van een niet ideale type 2 supergeleider bij een eindige temperatuur kan door benadering van formule 3 in een drietal gebieden opgesplitst worden.

$$E \propto B \omega_0 \exp(-U_0/k_B T) \sinh(U_0 J/J_c k_B T). \quad [\text{Form3}]$$

Bij lage J geldt een lineair verloop van E met J. Het springen van een vortex of vortexbundel wordt bijna geheel bepaald door thermische activiteit. In deze limiet wordt gesproken van thermisch geactiveerde flux flow, ook wel aangeduid als TAFF.

Bij grotere J is de helling van de in figuur 5a aangegeven potentiaal zo groot geworden dat de kans op het omlaag springen van een vortex, of vortexbundel in het potentiaalplaatje veel groter is dan de kans op omhoog springen. Het elektrische veld E zal een exponentieel verloop als functie van J gaan vertonen. In dit gebied wordt gesproken over flux creep.

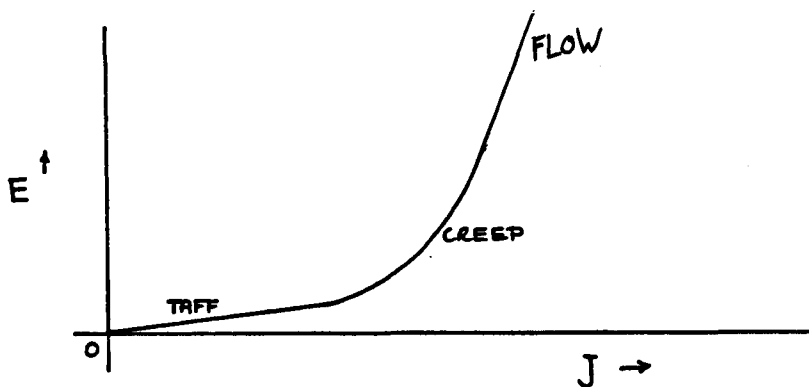
In het laatste gebied is de helling zo steil geworden dat de vortices de potentiaalputten niet meer 'zien'. In dit gebied geldt onderstaande relatie:

$$E = \rho_{\text{flow}} * J. \quad [\text{Form.4}]$$

met:

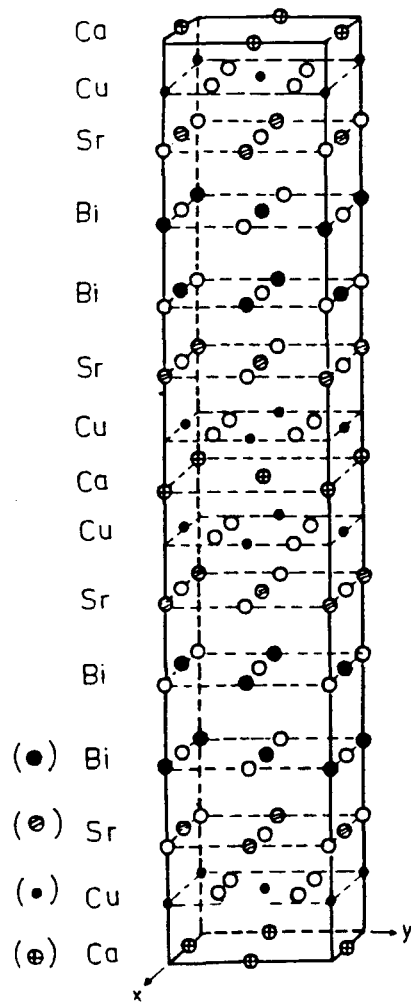
$$\rho_{\text{flow}} = \frac{H}{H_{c2}} * \rho_{\text{normaal}}. \quad [\text{Form.5}]$$

Een schematische totale E(J)-curve van een niet ideale type 2 supergeleider in de mixed state bij een eindige temperatuur zal er dus uitzien zoals figuur 6 toont. Door de E(J)-curve te fitten kan bepaald worden of de theorie klopt en kunnen U_0 en J_c bepaald worden.



Figuur 6. Een schematische E-J curve van een type 2 supergeleider in de mixed state.

Doordat de $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ éénkristallen (BICASCO) een structuur hebben zoals in figuur 7 getoond wordt is het aannemelijk dat het gedrag bij verschillende J- en B-richtingen ten opzichte van de kristalassen niet op exact dezelfde manier verloopt. Onderzoek naar de invloed van de anisotropie op de E(J) curves is daarom belangrijk. De eerste opzet van het onderzoek is om bij een gelijke J-richting (in het a,b vlak) de richting van het magneetveld te variëren van evenwijdig aan de c-as tot parallel aan het a,b vlak. Een interessante configuratie is die waarbij het magneetveld parallel aan de stroom staat. Een Lorentzkracht op de vortices zal dan niet optreden. Toch blijkt uit een recent artikel dat er dan energiedissipatie optreedt [AND91]. Hieruit blijkt dat het dissipatiemodel zoals het hier beschreven is nog niet volledig is.



Figuur 7. De kristalstructuur van $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$.

H3

ONTWERP EN BOUW VAN DE OPSTELLING

§ 3.1 INLEIDING

Voordat met het ontwerpen van een bepaalde opstelling begonnen kan worden is het nodig dat bekend is wat het doel van de opstelling is. De I/V-opstelling, zoals die ontworpen is, gaat gebruikt worden om onderzoek te doen naar de vortex dynamica (zie hoofdstuk 2) van $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ (BICASCO). Aan de hand van het doel kan een ontwerp gemaakt worden. Het formuleren van de eisen kan naar aanleiding van berekeningen of een voorafgaand onderzoek in de literatuur.

De opstelling is opgebouwd uit een aantal componenten die voor de stroom, de temperatuur en het magneetveld zorgen. De apparatuur moet deze parameters binnen bepaalde grenzen met bepaalde stabiliteit kunnen instellen om een goede meting mogelijk te maken. In § 3.2 wordt ingegaan op de eisen die samenhangen met de parameters. In § 3.3 wordt de gerealiseerde opstelling besproken.

§ 3.2 DE EISEN AAN DE OPSTELLING

De stroomdichtheid in het preparaat hangt lineair samen met de stroom en wordt mede bepaald door het oppervlak van de doorsnede van het kristal (zie formule 6)

$$J = \frac{I}{A}. \quad \text{[Form.6]}$$

De totale stroom door het kristal is begrensd op 100 mA. Deze waarde is gekozen in verband met de grootste nog toegestane warmteontwikkeling die door het koelvermogen van de cryostaat gecompenseerd kan worden.

Er wordt gesteld dat een vermogen van 10 mWatt nog te compenseren is bij ≈ 70 K [KOP91]. Bij lagere temperaturen is het moeilijker om hetzelfde vermogen te compenseren in verband met de slechtere warmteuitwisseling via

convectie. De maximale weerstand per stroomcontact is op 0.5Ω gesteld zodat met 100 mA een stookvermogen van 10 mW op het preparaat bereikt wordt.

De stapgrootte van de stroominstelling wordt op maximaal $100 \mu\text{A}$ gesteld. Een I/V-verloop kan dan opgebouwd worden uit 1000 meetpunten. De stroomvariatie, die geaccepteerd wordt, is $1 \mu\text{A}$.

Het temperatuurbereik waarover gemeten kan worden heeft zich met de komst van de moderne oxidische supergeleiders ruwweg uitgestrekt van 0 tot 150 Kelvin. Binnen dit bereik moet de temperatuur met een bepaalde nauwkeurigheid gehandhaafd kunnen worden.

Door de karakteristieke temperatuurafhankelijkheid van supergeleidende basisgrootheden als de penetratiediepte (λ) en de coherentielengte (ξ) blijkt de volgende relatie te gelden.

$$\left| \frac{\delta J_c / \delta T}{J_c} \right|_{T \approx T_c} > \left| \frac{\delta J_c / \delta T}{J_c} \right|_{T \ll T_c}$$

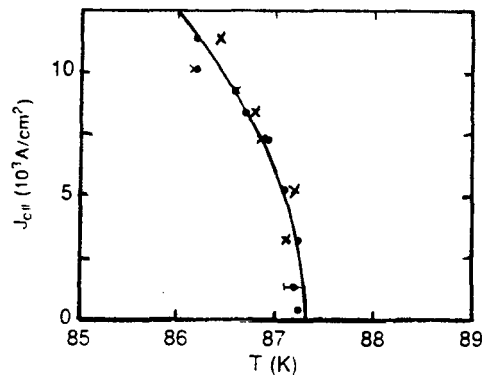
Dicht bij T_c geldt onderstaande formule [MAR89].

$$J_c \propto \sqrt{(T_c - T)} \quad . \quad \text{[Form.7]}$$

De relatieve afwijking van J_c ten gevolge van een variatie ΔT in de temperatuur volgt uit formule 7 en wordt gegeven door de volgende relatie:

$$\frac{1}{2}(T_c - T)^{-1} * \Delta T \propto \delta J_c / J_c \quad \text{[Form.8]}$$

Met $T_c - T = 1 \text{ K}$ en $\Delta T \approx 0.1 \text{ K}$ is de relatieve variatie in J_c ongeveer 5%. Een figuur van de kritische stroomdichtheid (J_c) van éénkristallijn BICASCO als functie van de temperatuur geeft meer inzicht in het effect van een temperatuurvariatie op J_c (zie figuur 8).



Figuur 8. De kritische stroomdichtheid J_c in het ab-vlak van monokristallijn $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{2-x}$ bij $H=0$ als functie van de temperatuur zoals die bepaald is door Martin et al.

De eerste eis aan het magneetveld is dat het ter plaatse van het preparaat homogeen moet zijn. Hieraan wordt zo goed mogelijk voldaan door het preparaat zodanig te positioneren dat het in het midden van de spoel hangt die het magneetveld opwekt. De variatie in de veldhomogeniteit van de superspoel wordt opgegeven als 0.1% over 10 mm d.s.v..

Een tweede punt is dat het magneetveld sterk genoeg moet zijn om een veld te creëren dat ligt tussen H_{c1} , het veld waarbij de mixed state in de supergeleider begint op te treden, en H_{c2} , het veld waarbij de supergeleider normaal wordt. Het blijkt dat H_{c2} slechts dicht bij T_c te halen is met een commercieel verkrijgbare superspoel. De velden zoals die bij I/V-metingen in de literatuur gebruikt worden hebben een typische waarde van 8 Tesla [AND91]. Het maximale veld dat bereikt kan worden met de superspoel die in de cryostaat aanwezig is bedraagt 9.5 Tesla.

De instelling van de hoek van het preparaat met het magneetveld vormt een belangrijk onderdeel van de opstelling. Dit biedt de mogelijkheid om de invloed van de anisotropie van de kristallen op de E(J)-curves te onderzoeken en verder kan zo ook het mechanisme van de beweging van de

vortices onderzocht worden. De drijvende kracht van de vortex beweging in het voorgestelde model is de Lorentzkracht die voldoet aan formule 9.

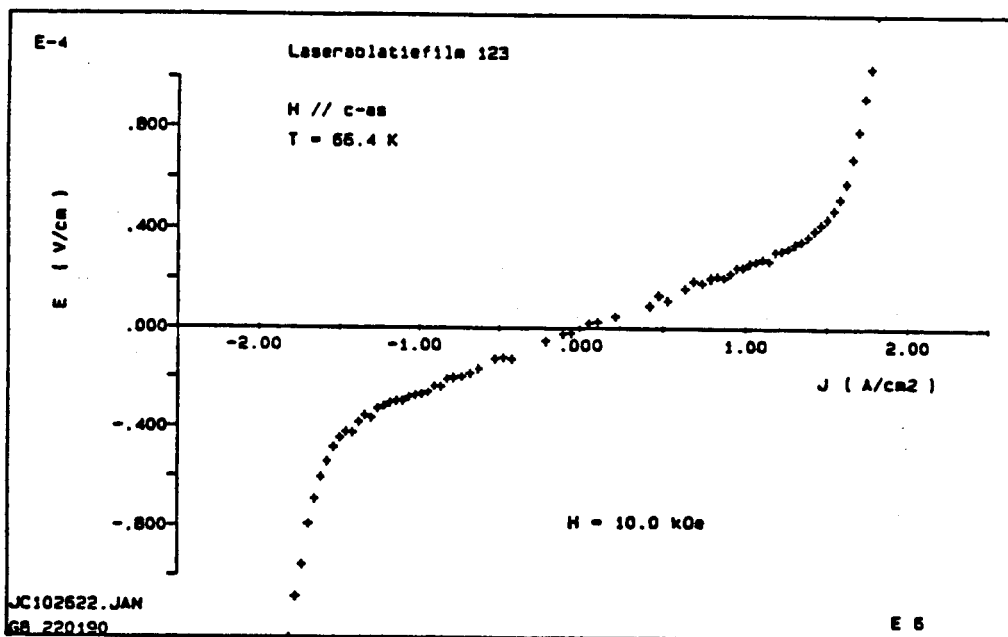
$$F_1 \propto JB \sin(\theta) \quad [\text{Form.9}]$$

Omdat het praktische problemen geeft om het magneetveld van richting te veranderen is gekozen voor het instelbaar maken van de hoek van het kristal. De totale hoekverdraaiing θ die gehaald moet kunnen worden bedraagt minimaal 90 graden. De richting van het magneetveld ten opzichte van het kristal kan dan van loodrecht op het oppervlak tot evenwijdig aan het oppervlak bestudeerd worden.

Om de hoekverdraaiing zo nauwkeurig mogelijk in te stellen is gekozen voor een wormwiel met een spoed van 1 (mm/omwenteling) waarmee een tandwiel met een zo groot mogelijke diameter wordt aangedreven. Op het tandwiel wordt dan het preparaatplateau bevestigd (zie figuur 12). De diameter van het tandwiel wordt beperkt door de ruimte in de cryostaat. Bij een diameter van 30 mm komt een speling van 0.1 mm ten opzichte van het wormwiel overeen met een hoekverandering van ongeveer 0.36 graden.

De spanningsval in de mixed state is ongelijk nul voor een eindige stroom bij $T \neq 0$ voor een niet ideale supergeleider (zie hoofdstuk 2). De orde van grootte van de spanningen die in het TAFF gebied kunnen optreden worden gegeven door figuur 9 waarin een $E(J)$ -curve gemeten aan een dunne film $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ is afgebeeld. De minimum veldsterkte die gemeten is bedraagt ongeveer 5 $\mu\text{V}/\text{cm}$ over een lengte van 100 μm . Het voltage dat gemeten moest kunnen worden bedroeg dus 50 nV. Verwacht wordt dat in BICASCO éénkristallen een vergelijkbare minimum spanning gemeten zal moeten worden.

De opstelling zal dus electrisch goed geconstrueerd moeten worden door het creëren van zo min mogelijk overgangen tussen verschillende materialen in de meetdraden van de spanning in verband met thermospanningen. Ook het netjes aarden van de afscherming van het meetgedeelte zodat er geen aardlussen gevormd worden is van belang. Op deze manier moet het mogelijk zijn om de ruis terug te brengen tot ≈ 5 nV [G0090].

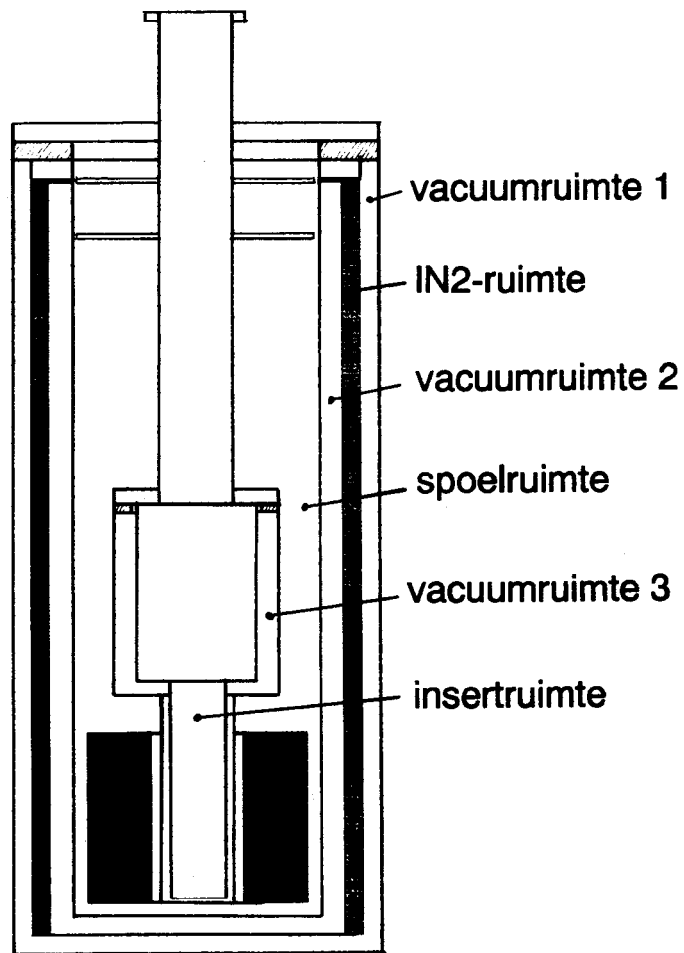


Figuur 9. Een $E(J)$ -curve gemeten aan dunne film $Y_1Ba_2Cu_3O_7$ zoals bepaald door Bosmans.

§ 3.3 DE GEBOUWDE OPSTELLING

Het ontwerp van de insert zoals die gerealiseerd is zal in dit gedeelte van het verslag toegelicht worden. Voor de overzichtelijkheid is deze paragraaf in vier delen opgesplitst. Het eerste deel gaat over de cryostaat. Het tweede gedeelte gaat in op de uitvoering van het elektrische gedeelte van de opstelling. Het derde gedeelte gaat over de werktuigbouwkundige aspecten van de insert en in het laatste deel worden de thermische aspecten van de insert behandeld.

De gebouwde insert komt in een badcryostaat van THOR cryogenics. Deze is opgebouwd uit een aantal ruimtes (zie figuur 10).



Figuur 10. Doorsnede van de gebruikte cryostaat met daarin aangegeven de diverse ruimtes.

Vacuüm 1 en 2 zijn dichtgelast en zijn dus niet afhankelijk van de afdichting van de bovenflens. De afdichting van de bovenflens bestaat uit een indium draad die in een groef geperst wordt. Het vloeibaar helium (${}^4\text{He}$) in de spoelruimte wordt middels twee stralingsschilden, waarvan de bovenste via een koudebrug in verbinding staat met het LN_2 -reservoir, afgeschermd van de straling van de bovenflens (300 K). De afdichting van de bovenflens is alleen voor de spoelruimte.

Vacuüm 3 wordt gegarandeerd door een indium-afdichting op de flens bij

de verbreding in de insertruimte. De diverse ruimtes staan niet met elkaar in verbinding. Zo kan met He-contactgas de druk in vacuümruimte 3 gevarieerd worden om het vermogen waarmee de insertruimte gekoeld wordt te regelen zonder vacuüm 1 en 2 aan te tasten. Op deze manier kan de insertruimte sterker gekoeld worden zonder dat er een extra toename van de He-verdamping is door een groter warmtelek naar de vloeibaar stikstof (LN_2)-mantel.

De binnenwand van de insert is van roestvast staal behalve het gedeelte dat in de spoel geschoven wordt. Dat gedeelte, met een diameter van 60 mm, is van koper. Op de koperen bodemplaat van deze buis is een 100Ω weerstand gemonteerd en een CGR-1-1000 temperatuursensor. Hiermee wordt de temperatuur van de insertruimte geregeld. Een extra regelbaarheid biedt het naaldventiel dat lHe vanuit de spoelruimte in de insertruimte kan laten.

De afmetingen van de insert worden bepaald door de ruimte in de cryostaat waar het geheel in komt te hangen. Het is daarbij van belang waar precies het midden van de spoel zit en over welke lengte de temperatuur van de wand in de cryostaat geregeld wordt met de aangebrachte stookweerstand. Gemeten vanaf de onderkant van de bovenflens van de insert zit het midden van de spoel op 1387 mm. De bodem van de cryostaat ligt 110 mm dieper. Vanaf 1227 mm is de diameter van de cryostaat 60 mm.

in de pot	in de insertruimte
temperatuursensor (PT-111)	temperatuursensor (CGR 1-1000)
temperatuursensor (CGR 1-1000)	stookwikkeling
preparaat (I en V draden)	

Tabel 1. De onderdelen van de insert die bedraad moeten worden.

De insert heeft verschillende onderdelen (zie bovenstaande Tabel 1) die bedraad moeten worden. De mogelijkheid bestaat om alle draden door de insertruimte naar beneden te laten lopen langs een ophangbuis en een gedeelte m.b.v. vacuümdichte doorvoeren, op de bovenflens van de pot

te laten lopen langs een ophangbuis en een gedeelte m.b.v. vacüumdichte doorvoeren, op de bovenflens van de pot gemonteerd, in de pot te brengen. Hier is geen gebruik van gemaakt omdat er bij de ΔV -meting kleine spanningen gemeten moeten worden en elke soldeerverbinding een storende thermo-electrische spanning veroorzaakt. Daarom is op de bovenflens van de insert de mogelijkheid geschapen om draden zowel in de insertruimte als in de potruimte te brengen.

De draden die in de potruimte uitkomen lopen door een van de ophangbuizen van de pot naar beneden. Om electromagnetische storing zoveel mogelijk te minimaliseren zijn de draden met GE-lak tot een "flatcable" aan elkaar geplakt zodat ze niet ten opzichte van elkaar kunnen gaan bewegen. In de pot zijn 12 draden nodig. Deze worden gebruikt voor de twee temperatuursensoren (8 draden) op het preparaatplateau en voor het preparaat. Voor de stroomdraden naar het preparaat zijn koperdraden genomen met een diameter van 0.17 mm. De overige draden zijn van manganinedraad met 0.1 mm diameter. Er is geen afgeschermd kabel gebruikt omdat er van uitgegaan is dat de insert in de cryostaat voldoende afgeschermd is. Voor de stroomdraden zijn twee naast elkaar liggende draden gebruikt. Dit geldt ook voor de spanningsdraden. Alle draden die in de pot uitkomen eindigen in een ic-voet na enkele windingen op een koperen buis.

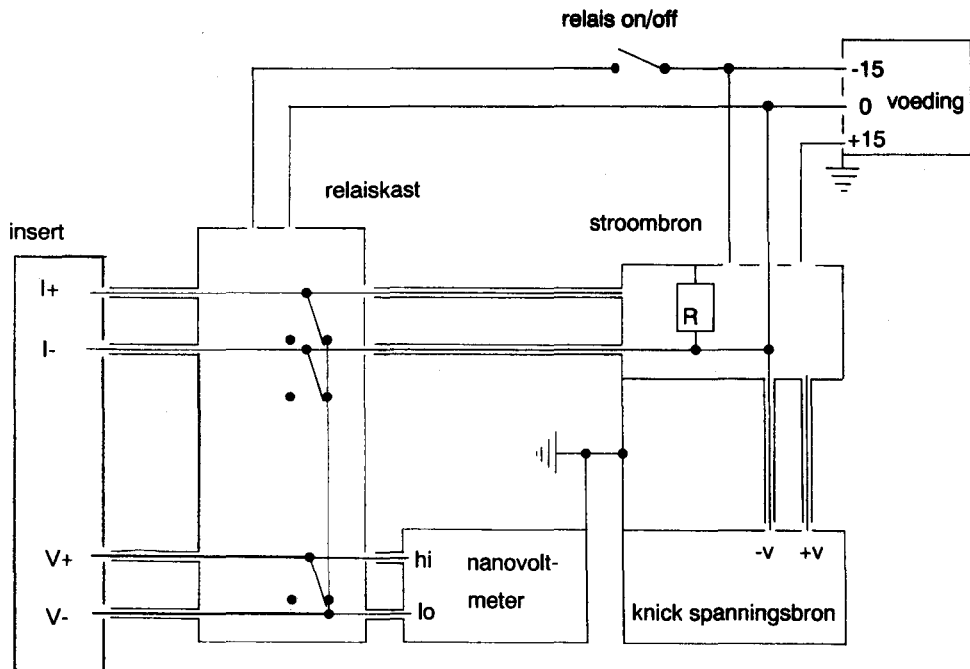
De draden die buiten de pot blijven zijn ook tot een baan aan elkaar gelakt. De draden worden gebruikt voor een temperatuurregeling op de pot. Twee koperdraden zijn voor een stookweerstand op de pot en vier manganine-draden zijn voor een carbon glas temperatuursensor. De baan loopt om een van de ophangbuizen spiraliserend naar de bovenflens van de pot en eindigt daar in een ic-voet. Op deze wijze kan de pot verwijderd worden zonder aan de bedrading te solderen.

De stookwikkeling, met een weerstand van 100 Ω , wordt bifilair op de potwand gewikkeld en gefixeerd met GE-lak. Er is voor de stookwikkeling manganine-draad (58 Ω/m) gebruikt. Een grotere bedrijfszekerheid en een groter aantal windingen is gerealiseerd door drie draden met elk een lengte van zes meter parallel te schakelen.

De temperatuursensor is in de bodem van de pot aangebracht. De bedrading

van de sensor loopt over de stookwikkeling op de pot naar beneden en wordt onderaan éénmaal om de pot gewikkeld opdat de draden de temperatuur van de pot aannemen.

Buiten de cryostaat is gebruik gemaakt van afgeschermd kabels. Een elektrisch schema van de opstelling staat in figuur 11.



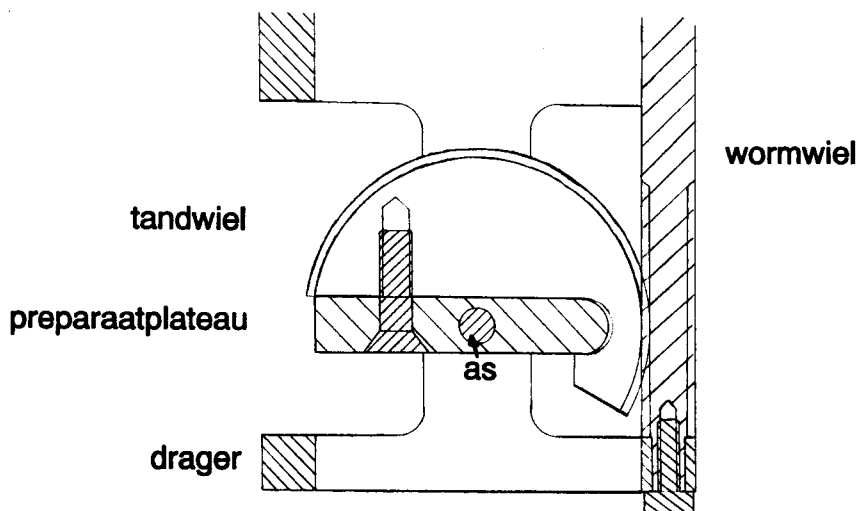
Figuur 11. Het schema van de elektrische bedrading van het I/V-gedeelte buiten de insert.

De relaiskast in het schema is bedoeld om het preparaat te beschermen tegen grote stroomsterkten die kunnen ontstaan op inschakel- of aansluit-momenten. Een offsetstroom van de stroombron resulteert namelijk bij een niet belaste stroombron in de maximale voedingsspanning tussen I^+ en I^- . Om dit tegen te gaan zijn in de relaiskast de I^+ , V^+ en de I^- middels relais kortgesloten op het aardvlak van de print. De V^- is permanent verbonden met het aardvlak. Een eventuele lekstroom door het preparaat wordt

bepikt door de weerstand van de draden naar het preparaat. Bij het bekrachtigen van de relais worden de verbindingen met het aardvlak opgeheven. Alle afschermingen lopen via één pad naar kastaarde (randaarde) om aardlussen te vermijden.

In § 3.2 bleek dat het preparaat goed in temperatuur gestabiliseerd moet worden. Om de temperatuur te stabiliseren wordt het preparaat bevestigd op een koperen plateau. Koper is gekozen vanwege de goede warmtegeleiding en de grote warmtecapaciteit, zodat het plateau kan fungeren als "heat sink" (grote λ) en als buffer (grote C_w) voor de ontwikkelde warmte in het kristal.

Om de hoek van het prepraat ten opzichte van het magneetveld in te kunnen stellen moet het koperen plateau kunnen draaien. De koperen schijf is daarom voorzien van een tandwiel dat door een wormwiel wordt aangedreven. Het plateau is bevestigd op een as die in een drager draait (zie figuur 12). Zowel tandwiel, wormwiel, as als drager zijn van ertalyte vervaardigd.



Figuur 12. De basis van de meting; een doorsnede van het preparaatplateau met as, drager en het wormwiel.

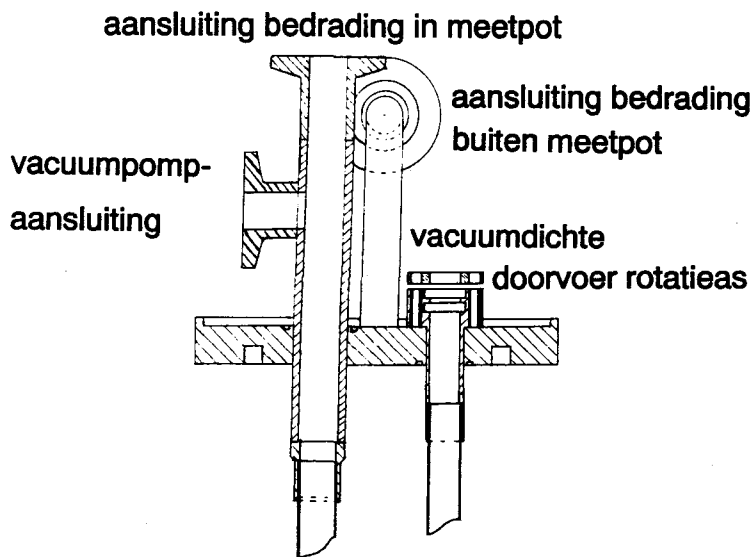
Er is voor ertalyte gekozen omdat het vrijwel geen water opneemt en het een vorm- en slijtvast materiaal is dat zich goed laat bewerken. De lineaire uitzettingscoëfficiënt van koper ($16.8 \cdot 10^{-6}$ [1/K] bij 20°C) en ertalyte ($50 \cdot 10^{-6}$ [1/K] bij -20°C) verschillen echter waardoor de bevestiging van het ertalyte op koper maar op één punt vast mag zitten (de schroef). Het tandwiel moet kunnen krimpen zonder dat het onder spanning komt te staan en kapot gaat; de diameter van het plateau moet zodanig zijn dat het plateau vrij kan blijven draaien in de drager binnen het gewenste temperatuurbereik. Het ertalyte wormwiel is onder gefixeerd ten opzichte van de drager. Dit zorgt ervoor dat de ingestelde hoek bij afkoelen gelijk blijft. Er is zoveel mogelijk gebruik gemaakt van ertalyte om spelingen door krimpverschillen te minimaliseren.

Om een uniforme temperatuur rond het preparaat te creëren is een vacuümdichte koperen pot om de preparaatruimte aangebracht. Op de pot, waardoor een eventuele temperatuurgradiënt gemiddeld wordt, kan de temperatuur geregeld worden. Door de druk van het contactgas (He) in de pot te variëren kan het warmtelek naar het lHe-bad geregeld worden. De pot is voorzien van een RVS-flens. De afdichting van de rvs flens op de bovenflens van de pot wordt gevormd door een indium draad die in een groef geperst wordt. Twaalf RVS boutjes zorgen voor voldoende aanlegdruk. Om de flenzen ook weer van elkaar af te krijgen zijn er in de bovenflens van de pot twee gaten met schroefdraad gemaakt. Door hier een boutje in te draaien kan de pot van de bovenflens afgedrukt worden.

In de bovenflens van de pot zijn drie RVS buisjes gelast en vier draadeinden. Op de draadeinden wordt de ertalyte drager met daarin het preparaatplateau vastgeschroefd. De middelste buis is gebruikt om een koperen pijp door de flens te voeren. De koperen pijp vormt een thermisch ankerpunt in de preparaatruimte voor de elektrische bedrading die van de bovenflens van de insert afkomt. Het is niet mogelijk om de koperen pijp direct in de RVS flens hard te solderen omdat er dan bij temperatuurwisselingen lekken gaan optreden. De dunwandige ophangbuizen worden in de andere twee buisjes met hardsoldeer bevestigd. Het op de flens

lassen van de ophangbuizen is vanwege de geringe wanddikte van de buizen niet mogelijk.

De ophangbuizen lopen van de bovenflens van de meetpot recht naar boven. Op de ophangbuizen zijn stralingsschilden aangebracht die er voor moeten zorgen dat de straling van de bovenflens (300 K) afgeschermd wordt van de experimenteerruimte. Ook op de bovenflens van de insert is met buisjes gewerkt die op de flens gelast zijn en waarin de ophangbuizen hardgesoldeerd worden (zie figuur 13).

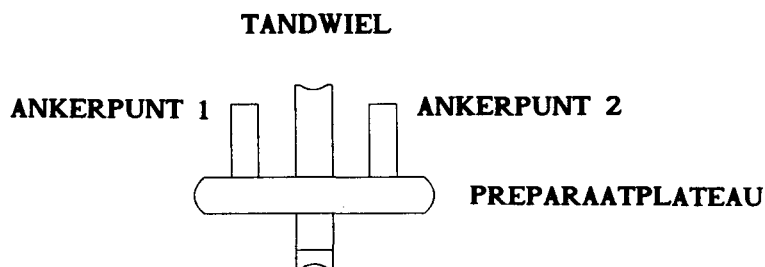


Figuur 13. Doorsnede van de opbouw van de bovenflens.

Aan de bovenkant van de bovenflens zijn meerdere configuraties mogelijk door het gebruik van vacuümkoppelingen. Zo heeft één van de ophangbuizen twee aansluitingen. Een aansluiting wordt gebruikt om aan te pompen en de andere om de bedrading door te voeren. Door de andere ophangbuis is de rotatieas gevoerd. De laatste aansluiting op de bovenflens wordt gebruikt voor het doorvoeren van de bedrading naar de insertruimte.

Het is van belang dat de warmte die via de bedrading in de meetpot komt het preparaat niet opwarmt. Daarom is in de bovenflens van de pot een koperen buis aangebracht om de bedrading thermisch te verankeren. De bedoeling is dat het gedeelte van de buis dat boven de flens uitsteekt de temperatuur van de insertruimte aanneemt. Op de buis kan een koperen schijf gemaakt worden zodat er een beter warmtecontact met het contactgas in de insertruimte is. Het thermisch verankeren gebeurt door de bedrading enkele malen om de koperen buis te wikkelen en vast te zetten met GE-lak.

Er wordt van een platina en een carbon glas sensor gebruik gemaakt om de temperatuur van het preparaatplateau te registreren. Deze vertonen in hun werkgebied de kleinste veldafhankelijkheid van de verkrijgbare sensoren. Bij het correct meten van temperaturen moet rekening gehouden worden met de temperatuur van de bedrading van de temperatuursensor. Het is daarom gebruikelijk om zowel de bedrading als de sensor thermisch te verankeren op het object. Op het preparaatplateau zijn hiervoor twee koperen staafjes gesoldeerd aan weerszijden van het tandwiel (zie figuur 14).



Figuur 14. Het preparaatplateau met tandwiel en ankerpunten voor de bedrading van de temperatuursensoren.

De platina sensor (Pt-111) heeft tussen 325 en 50 K een vrijwel lineaire temperatuur-weerstandskarakteristiek met een dR/dT van $\approx 0.4 \Omega/K$. De carbon-glas sensor heeft tussen 1.5 en 40 K een grotere temperatuurafhankelijkheid van de weerstand, zodat de sensoren elkaar aanvullen.

Een soortgelijke carbon glas sensor wordt ook gebruikt om de temperatuur van de meetpot te regelen. Bij het testen van de opstelling (zie hoofdstuk

4) is de regeling gebruikt tot 100 K. De gevoeligheid neemt bij hogere temperatuur af vanwege een kleinere dR/dT van de sensor. Met behulp van de dubbel uitgevoerde temperatuurregeling is het mogelijk om de koperen wand van de insertruimte een basistemperatuur te geven en de pot met een grote nauwkeurigheid op een temperatuur enige graden daarboven te stabiliseren.

H4

TESTEN VAN DE OPSTELLING

§ 4.1 INLEIDING

Na het ontwerpen en bouwen van een opstelling kan getest worden of de opstelling voldoet aan de gestelde eisen. In dit hoofdstuk wordt op de tot nu toe gedane experimenten ingegaan. De experimenten behelzen de temperatuurijking/stabilisatie en het I/V-gedeelte.

Het eerste onderwerp waar naar wordt gekeken zijn zaken die betrekking hebben op het temperatuurgebeuren zoals het ijken van de temperatuursensoren op het preparaatplateau. Na de ijking is de temperatuurstabilisatie van het preparaatplateau bij verschillende temperaturen gemeten. Ook is gekeken naar de veldafhankelijkheid van de in de opstelling aangebrachte carbon glas sensoren bij 4.2 K.

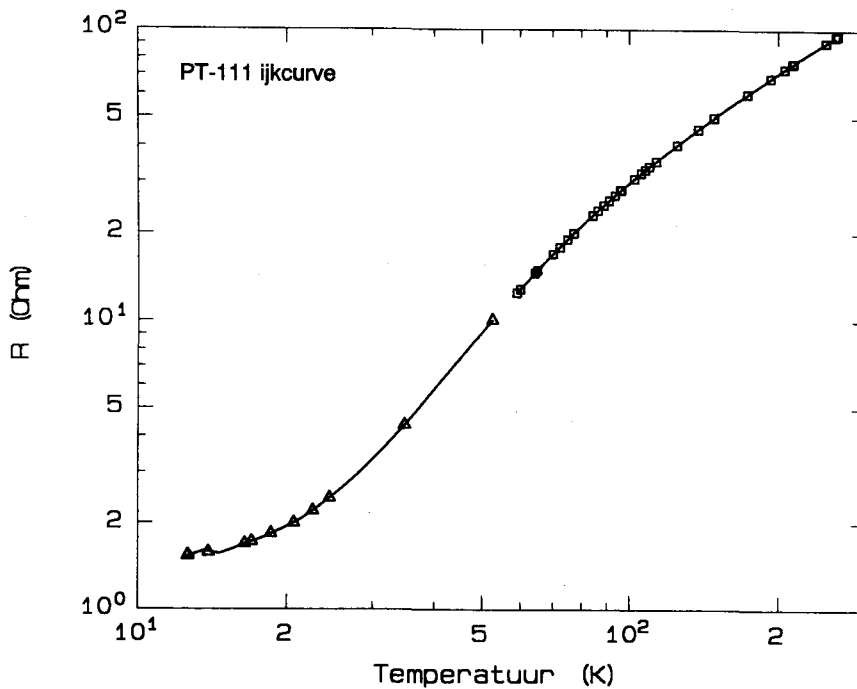
In § 4.3 wordt het I/V-gedeelte besproken. Dit moet in staat zijn om zeer lage voltages te meten. Daarom zijn de de stroombron en de nanovoltmeter getest op variaties ten opzichte van een vaste waarde. Op grond van I/V metingen gedaan bij verschillende temperaturen wordt tenslotte een ondergrens gevonden voor de detecteerbare spanning.

§ 4.2 TEMPERATUURIJING/STABILISATIE

In § 3.2 is gesteld dat de temperatuur van het preparaat goed bekend moet zijn. Het bleek dat bij 1 K onder T_c een temperatuurvariatie van 0.1 K een variatie in de kritische stroomdichtheid (J_c) van 5% ten gevolge had. Doordat het preparaat in goed warmtecontact staat met het preparaatplateau wordt aangenomen dat beide dezelfde temperatuur hebben. Om het gewenste temperatuurbereik te kunnen bestrijken zijn op het preparaatplateau twee sensoren gemonteerd die een minimale magneetveldafhankelijkheid vertonen en elkaar in temperatuurbereik aanvullen. De temperatuursensoren hebben een van de temperatuur afhankelijke weerstand die met een AVS-46 weerstandsbrug gemeten wordt. De gemonteerde sensoren, een platina (PT-111) en een carbon glas (CGR-1-1000) waren niet geijkt.

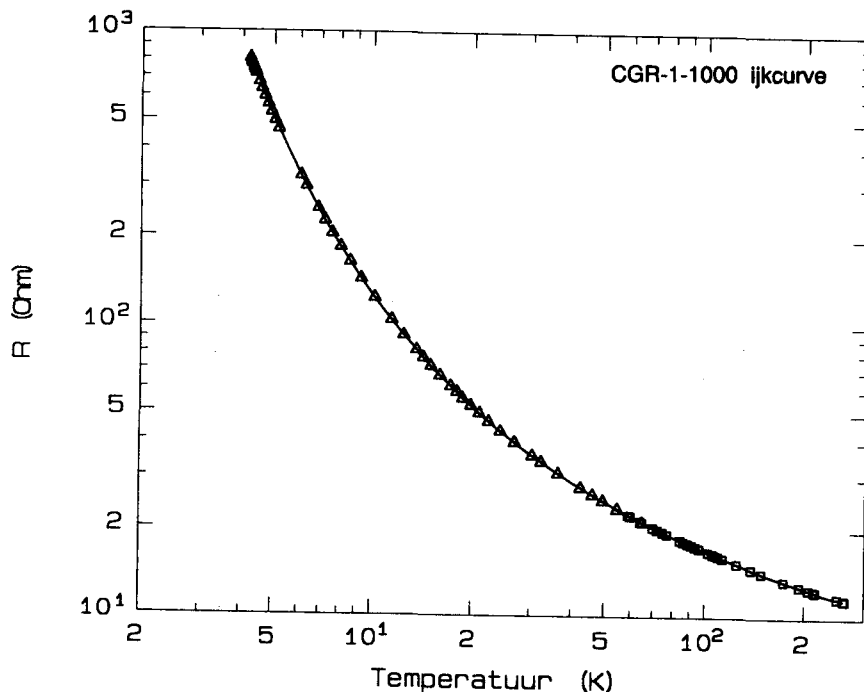
Het ijken van een temperatuursensor kan gebeuren met een geijkte sensor. Een ijksensor wordt met een tabel geleverd die bij een aantal temperaturen de weerstandswaarden van de betreffende sensor geeft. Met behulp van interpolatie is het mogelijk om uit die waarden een vloeiend weerstandsverloop als functie van de temperatuur te berekenen. Het ijken van de sensoren op het preparaatplateau is uitgevoerd door de ijksensor in een koperen blokje te monteren met GE-lak. Het blokje wordt met hetzelfde product op het preparaatplateau bevestigd. Ook de bedrading van de sensoren is met GE-lak thermisch verankerd op het preparaatplateau. Op deze manier wordt voorkomen dat de sensoren een verschillende temperatuur hebben.

De Pt-sensor is van 13 tot 260 K geijkt. De ijking van 59 tot 260 K is tegen een Pt-ijksensor, het lage temperatuurdeel van 13 tot 52 K is geijkt tegen weerstandswaarden van de CGR die geijkt is tegen een CRYOCAL-sensor (zie figuur 15).



Figuur 15. De weerstand versus temperatuurkromme van de gebruikte PT-111 sensor op het preparaatplateau.

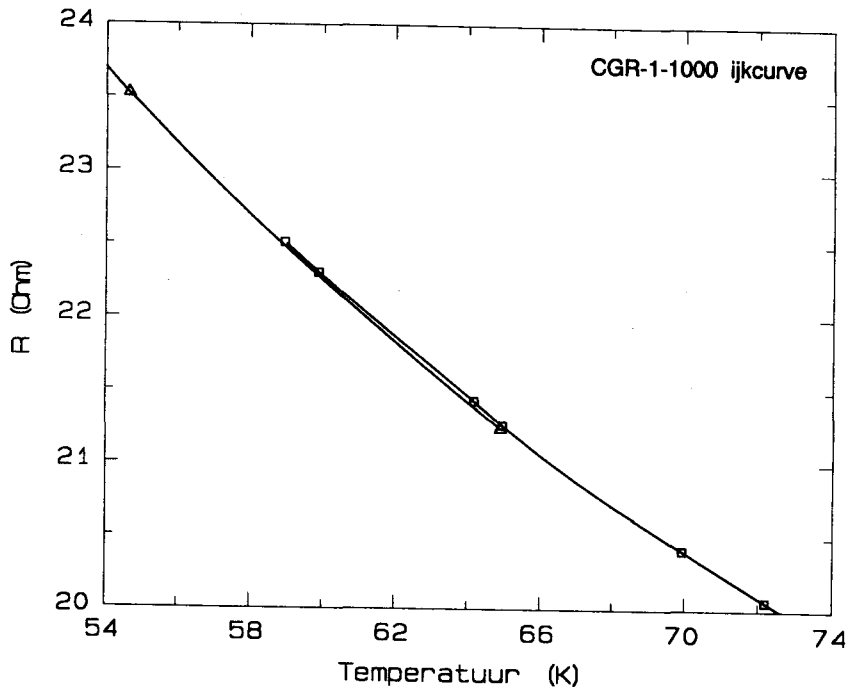
De CGR-sensor is geijkt van 4.3 tot 300 K. Het resultaat van deze ijking is weergegeven in figuur 16. Het hoge temperatuuroedeel van 60 tot 300 K is geijkt aan de hand van weerstandswaarden van de Pt-sensor. Het lage temperatuuroedeel van 4.3 tot 64 K is geijkt tegen een Cryocal germanium sensor.



Figuur 16. De weerstand versus temperatuurkromme van de toegepaste CGR-1-1000 sensor op het preparaatplateau.

Bij het sterk uitvergroten van de overlap van deze twee curves wordt duidelijk dat ze niet samenvallen (figuur 17). Het maximale temperatuurverschil dat bij één R-waarde optreedt bedraagt 0.19 K. Dit komt overeen met een weerstandsverschil van $\approx 0.05 \Omega$. De weerstandsbrug heeft in de gebruikte stand een onzekerheid in R van 0.01Ω voor elke afgelezen waarde. De onnauwkeurigheid in de berekende punten rond 65 K door deze

onzekerheid blijkt 0.1 K voor de fit via Pt-ijksensor en 0.125 K voor de fit van CRYOCAL germaniumsensoren te zijn. Een temperatuurverschil van 0.225 K is op deze manier te verklaren. Het feit dat de afwijking systematisch lijkt te zijn blijft echter. Een verklaring hiervoor kan op grond van de beperkte overlap niet gegeven worden.



Figuur 17. Een uitvergroting van de overlap van de beide fits aan de meetpunten.

De temperatuurregeling van de cryostaat plus meetpot hangt van vele factoren af. Te noemen zijn contactgasdruk in de meetpot, in de insertruimte en in vacuüm mantel 3 (zie §3.3 figuur 10). Een goede stabilisatie vereist een optimalisatie van de waarden van deze parameters. Daar komt nog bij dat de optimale PID-waarden voor de combinatie cryostaat+temperatuurregelaars nog niet bepaald is.

Bij verschillende temperaturen is de stabiliteit van de temperatuur op

het preparaatplateau bepaald door op de analoge uitgang van de AVS-46 een schrijver aan te sluiten. De temperatuur van de binnencryostaat werd daarbij op een zekere waarde geregeld, waarna de temperatuurregeling van de pot enkele graden daarboven stabiliseerde. De tot nu toe bereikte stabiliteiten, die uit de door de schrijver geschreven lijn bepaald zijn, bij een contactgasdruk in de pot van $\approx 10^{-1}$ Torr staan in onderstaande tabel.

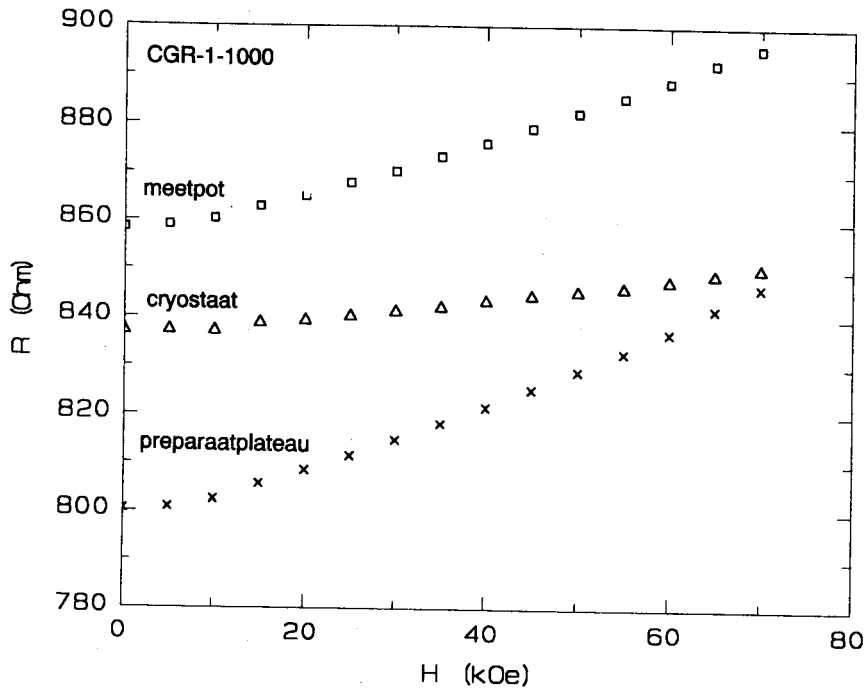
T (K)	ΔT (K)
4.25	.001
6.63	.1
20	.5
38.4	.5
53	.6
86.4	.2
96.5	.2
97.9	.2
100.5	.2

Tabel 2. De bereikte temperatuurstabiliteiten door op de meetpot te regelen bij een contactgasdruk in de meetpot van ongeveer 10^{-1} Torr. De contactgasdruk in de insertruimte is gelijk aan 1 bar, De druk in vacuumruimte 3 (zie figuur 10) is variabel.

De laatste vier waarden van de tabel zijn bepaald uit een ruisband, er trad verder geen temperatuurverloop op. Bij controle van het uitgangsvoltage van de AVS-46 met de nanovoltmeter terwijl een vaste weerstand aan de ingang aangesloten was bleek dat er 0.1 mV aan variatie op kan treden. Dit komt overeen met 0.1 K temperatuurvariatie bij de laatste vier waarden.

Er is ook naar de beïnvloeding van de weerstand van de CGR-sensoren gekeken bij 4.2 K door het magneetveld gegenereerd in de superspoel. Twee van de CGR-sensoren zitten in de superspoel ter hoogte van het midden van de spoel. De derde sensor zit op de bodem van de binnencryostaat ter hoogte van de onderkant van de spoel. In figuur 18 zijn de gemeten weerstandswaarden

uitgezet tegen het veld in het midden van de spoel bij een temperatuur van 4.2 K. De veldafhankelijkheid van de Pt-sensor is niet bekeken omdat er geen stabiele temperatuur gegarandeerd kan worden in het gebied waar de sensor gebruikt wordt. De platina sensor geeft volgens opgave een fout $\leq 1\%$ voor velden ≤ 2.5 T en temperaturen > 40 K.



Figuur 18. De weerstand van de carbon glas sensoren bij 4.2 K als functie van het veld in de magneetspoel.

De grootste variatie heeft de CGR van het preparaatplateau die van de drie sensoren het dichtst bij het midden van de spoel zit. De schijnbare temperatuurverandering blijkt binnen de 2% te vallen. Volgens opgave van de fabrikant gelden de volgende veldafhankelijkheden [$\Delta T/T$ (%)].

T (K)	2.5 Tesla	8 Tesla	19 Tesla
2.2	0.1 %	1.5 %	4 %
4.2	0.5 %	2 %	7 %
20	<.01 %	0.02 %	0.13 %
88	0.06 %	0.8 %	2 %

Tabel 3. De veldafhankelijk van de CGR 1-1000 sensoren in $\Delta T/T$ (%) zoals die door de fabrikant opgegeven wordt.

§4.3 HET I/V GEDEELTE

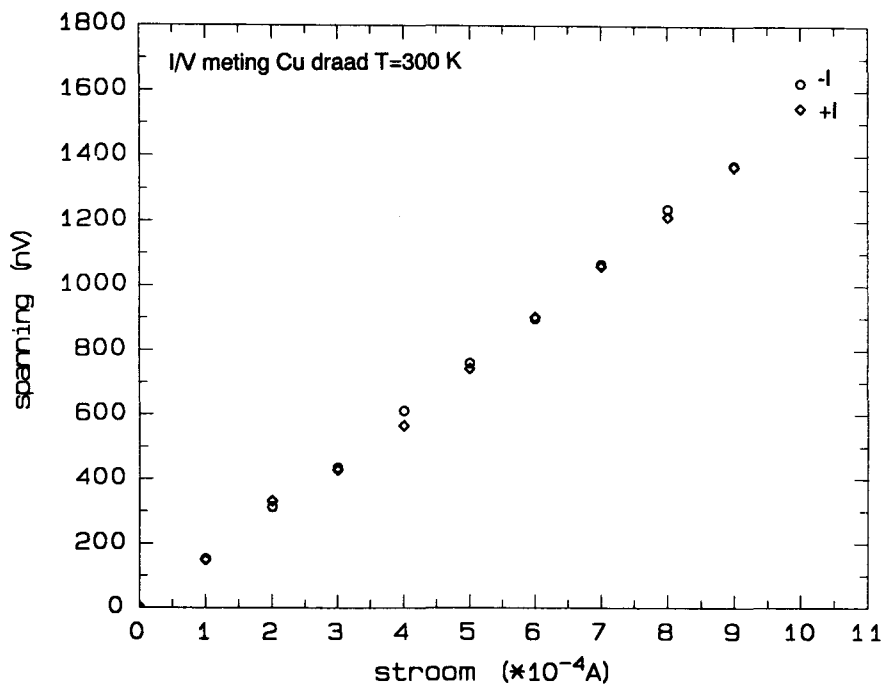
De stabiliteit van de stroombron is bij verschillende stroominstellingen gemeten door de bron te belasten met een weerstand van 10Ω en de spanning over de weerstand te meten met de nanovoltmeter. Er is voor 10Ω gekozen omdat de totale weerstand van de draden naar het preparaat ongeveer 5Ω is. Het blijkt dat de variatie in de stroom, onafhankelijk van de geleverde stroom, kleiner of gelijk aan $0.35 \mu\text{A}$ is. Hetgeen binnen de gewenste variatie van $1 \mu\text{A}$ valt.

De stabiliteit van de nanovoltmeter is gemeten door de koperen contacten van de bijgeleverde kabel met een klemverbinding kort te sluiten. Het verschil tussen V_{max} en V_{min} over 1000 meetpunten in 4 minuten gemeten blijft binnen $\approx 30 \text{ nV}$. De standaarddeviatie over de 1000 meetpunten is 6 nV .

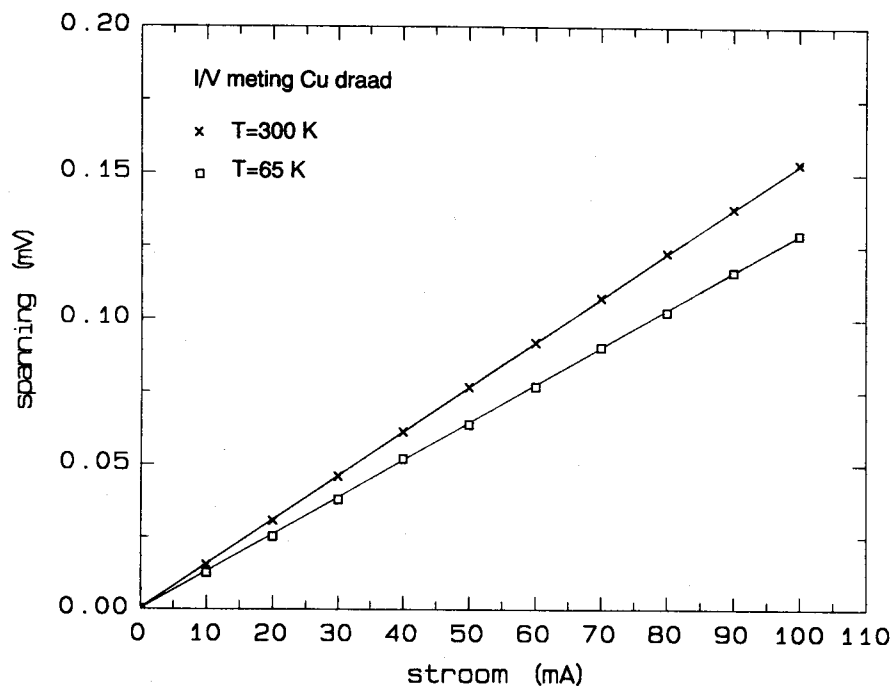
Tenslotte is door in de insert een koperdraad als preparaat te gebruiken de variatie van de spanning, gemeten bij 300 K , van de opstelling als geheel bepaald. Hierbij is de offset voor de meting van de 1000 punten gecompenseerd (dus niet bij elk meetpunt). De resulterende spanningsvariatie bleef over 1000 meetpunten, in 4 minuten gemeten bij een signaal van $15 \mu\text{V}$, binnen 64 nV (verschil tussen V_{max} en V_{min}) met een standaarddeviatie van 16 nV . De grotere spanningsvariatie is waarschijnlijk een gevolg van thermo-elektrische spanningen die in de soldeerverbindingen optreden. Bij metingen met een gelijke stroom door het 'preparaat' is door voor elke

meting, met de stroom op nul, de nanovoltmeter op nul te zetten de spreiding in de resultaten beperkt. Voor de meting is $V_{\text{offset}}=0$ en na de meting is $V_{\text{offset}} \leq 10$ nV zodat een nauwkeurigheid in de orde grootte van 10 nV mogelijk is.

Met een koperdraad als preparaat zijn I/V-karakteristieken gemeten (figuur 19 en 20). De punten in de grafieken zijn op de volgende wijze bepaald. Eerst wordt de offset op de nanovoltmeter onderdrukt. Vervolgens wordt er stroom door het preparaat gestuurd waarbij een spanning wordt gemeten. Na het weer op nul zetten van de stroom wordt gecontroleerd of de offset nog correct onderdrukt is. Blijkt de offset met meer dan 10 nV verlopen te zijn door welke oorzaak dan ook dan is een punt overgemeten. Op deze manier is 100 nV nog te detecteren met een nauwkeurigheid van 10%.



Figuur 19. I/V karakteristiek bij kamertemperatuur gemeten met koperdraad als preparaat in de insert.



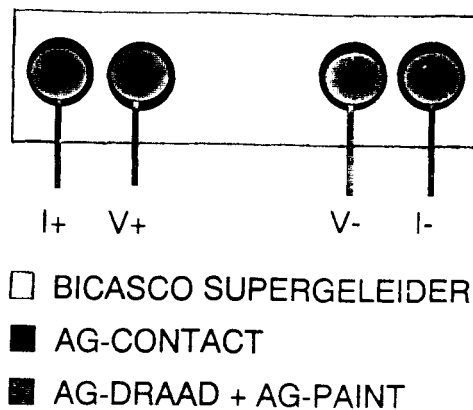
Figuur 20. I/V karakteristiek van twee verschillende koperdraden gemeten bij verschillende temperaturen.

H5

CONTACTONDERZOEK

§ 5.1 INLEIDING

Een I/V -karakteristiek is een belangrijke hulpmiddel om een supergeleider te karakteriseren. Een $E(J)$ -curve varieert per supergeleider en wordt beïnvloed door de bereidingsmethode. E wordt bepaald door middel van een vierpunts meetmethode. Bij deze methode wordt de stroom I via een paar contacten in de supergeleider gebracht. Een tweede stel contacten meet de spanning die over de supergeleider tussen de contacten staat (zie figuur 21).



Figuur 21. Contactconfiguratie gebruikt bij I/V meting.

Een voordeel van de vierpuntsmeting is dat de spannings- contacten en draden nagenoeg geen stroom voeren en dus een verwaarloosbare spanningsval vertonen. De spanningsval over de stroomcontacten ten gevolge van de contactweerstand wordt niet meegemeten. Toch kan de weerstand van de stroomcontacten een probleem vormen door het ontstaan van Joulese warmte, die gegeven wordt door:

$$P_{\text{joule}} = I^2 R_{\text{contact}} \quad [\text{Form 10}]$$

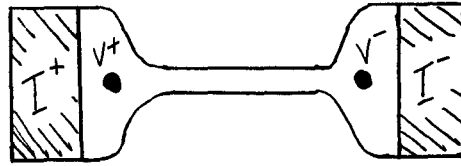
De Joule warmte ontwikkeling kan een lokale temperatuurverhoging geven omdat de warmte ontwikkeling bij de contacten groter is dan in de supergeleider. Om dit probleem te voorkomen moet R_c zo klein mogelijk zijn. In paragraaf 5.2 worden de verdere eisen aan de contacten behandeld en in § 5.3 wordt een kort overzicht gegeven van contactonderzoek aan hoge T_c supergeleidende éénkristallen. In § 5.4 wordt vervolgens geschetst welke procedure gevolgd is om contacten met een zo laag mogelijke R_c te vervaardigen op $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ éénkristallen (BICASCO) en worden de resultaten bediscussieerd.

§ 5.2 EISEN AAN DE CONTACTEN

In § 3.2 is bij een kleine berekening gesteld dat de weerstand per stroomvoerend contact ongeveer 0.5Ω is. De weerstand van twee stroomcontacten is dan 1Ω . Deze waarde is de maximale weerstand die geaccepteerd wordt, omdat het totale stookvermogen op het preparaat dan bij een stroom van 100 mA niet boven de 10 mW uitkomt. Om de contactweerstand te minimaliseren moet het contactoppervlak maximaal zijn. De grootte van de contacten wordt beperkt door de afmeting van de beschikbare kristallen. De vorm van de stroomcontacten is daarbij van minder belang. De maximale afmeting van onze BICASCO kristallen bedraagt $5 * 10 \text{ mm}$. De stroomcontacten komen op de uiteinden van het kristal omdat er over een zo groot mogelijke kristallengte gemeten moet worden. De kristallengte waarover gemeten wordt beïnvloedt immers de te detecteren spanning.

Een algemene eis is dat de contacten stabiel moeten blijven bij meerdere malen opwarmen en afkoelen in verband met de reproductie van de metingen.

Voor de spanningscontacten is het wenselijk dat de spanningsval onder de contacten klein is ten opzichte van de spanningsval over het kristal. De afmetingen in de stroomrichting moeten dus beperkt zijn. Verder is het wenselijk dat de spanningscontacten zo ver mogelijk van elkaar af liggen. Een voorbeeld van de gewenste contacten staat in figuur 22.



Figuur 22. Een schets van de gewenste contacten op een kristal.

§ 5.3 CONTACTWEERSTANDEN IN DE LITERATUUR

Een onderzoek in de literatuur betreffende het maken van contacten op hoge T_c keramische ééncrystallijne supergeleiders geeft aan wat de stand van de techniek op dit moment is. Het vormt een leidraad bij het selecteren van een methode om contacten te maken op monocrystallijn $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ (BICASCO). Deze methoden worden kort beschreven en op hun toepasbaarheid in de ontworpen en gebouwde I/V opstelling beoordeeld.

De eerste methode is het maken van contacten met In of In-Ag soldeer. In een artikel zijn op die manier contacten gemaakt op ééncrystallijn BICASCO [YAM90]. Deze contacten zijn voor een DC stroom tot 100 mA gebruikt. Indiumcontacten hebben echter een vrij slechte stabiliteit doordat ze met zuurstof reageren tot indiumoxide (In_2O_3) wat een halfgeleider is. De specifieke weerstand kan na enkele dagen met meer dan 50 % opgelopen zijn. De contactmethode met Indium is niet gekozen omdat de gegevens voor contacten op ééncrystallijn materiaal niet voorhanden waren en de gegevens op bulk materiaal een niet stabiele weerstand voorspellen.

Een tweede methode is de bevestiging van draden met zilverpasta of zilververf direct op een preparaat [MAR89]. Deze methode geeft een lage specifieke weerstand $\leq 10^{-3} \Omega\text{cm}^2$ maar werkt het beste bij kleine contactoppervlakken zodat er toch een vrij hoge weerstand per contact

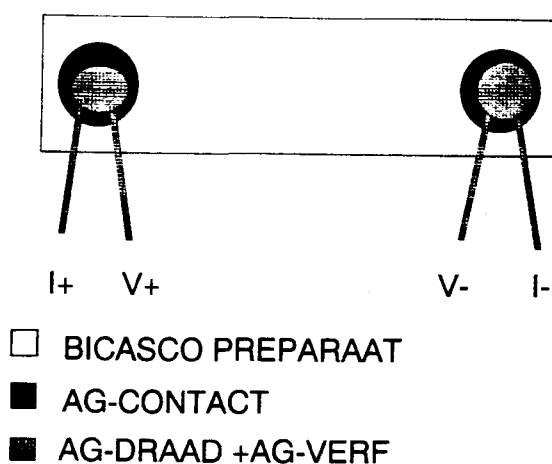
resulteert. De contacten in het artikel waren 10^{-4} cm². Bij grotere contactoppervlakken is gemerkt dat de contacten niet stabiel zijn en zich kunnen loswerken.

Het is ook mogelijk om contacten te sputteren op een preparaat. Dover et al. [DOV88] hebben deze methode toegepast op éénkristallijn BICASCO. De contacten zijn gemaakt door Ag direkt op het kristaloppervlak te sputteren. Een specifieke contactweerstand van $\approx 10^{-5}$ Ωcm² werd als resultaat gegeven. Door nabehandeling op 600 graden Celsius in een O₂ atmosfeer gedurende twee uur blijkt de contactweerstand nog verder te kunnen worden verlaagd. Een mogelijke verklaring van dit effect is de diffusie van Ag in het BICASCO-kristal.

§ 5.4 DE GEVOLGDE METHODE OM CONTACTEN TE MAKEN

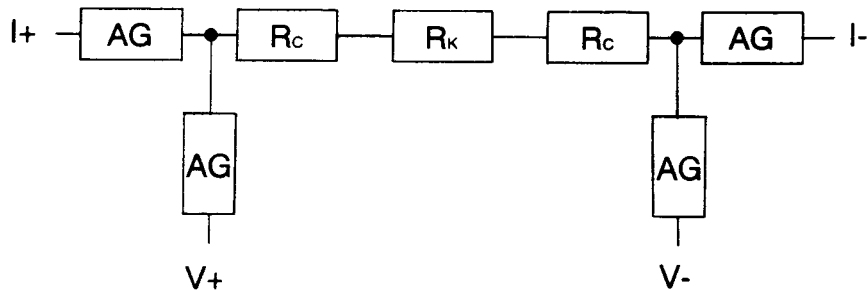
De laatste methode leek de beste mogelijkheden te bieden en is gevolgd. Er wordt uitgegaan van een BICASCO éénkristal dat 70 uur geannealed is bij 600 °C in een O₂-flow waarna het plotseling afgekoeld is (quenchen) door het in vloeibare stikstof (LN₂) onder te dompelen. Dit levert een kristal met T_c = 88 K en een zeer scherpe supergeleidende overgang van $\Delta T_c = 1$ K. Op dit materiaal worden twee spots gesputterd met een diameter van ≈ 1 mm. Na het sputteren wordt het kristal nabehandeld bij T = 600 °C gedurende 2 uur in een O₂-flow. Vervolgens wordt er weer gequenched in LN₂. Op de nabehandelde Ag-vlakken wordt met leitsilber een aantal Ag-draden bevestigd. De leitsilber wordt op 60 °C gedurende minimaal 2 uur gedroogd.

Om de contactweerstand van op deze manier gemaakte contacten te bepalen is gebruik gemaakt van een contactconfiguratie zoals geschetst in figuur 23.



Figuur 23. De contactconfiguratie zoals gebruikt bij het testen van de contactweerstand.

De twee aangebrachte contactoppervlakken zijn elk voorzien van een stroom- en een spanningsdraad. De bevestigde Ag-draden hebben een diameter van 0.1 mm en zijn met leitsilber op de contacten gemonteerd. Het preparaat is via de bedrading met een kunststof staaf verbonden en bevindt zich in een afgesloten reageerbuis die gevuld is met helium contactgas. Het geheel is gedompeld in een LN_2 -bad van 77 K. De weerstand van de contacten kan dan gemeten worden met een weerstandsbrug of met het I/V meetgedeelte van de ontwikkelde opstelling. Alleen de overgangswaerstand tussen de aangebrachte laag en het kristal wordt gemeten omdat de weerstand van BICASCO bij het kookpunt van vloeibare stikstof ($\text{LN}_2; T=77\text{K}; H=0$) reeds nul is (zie figuur 24).

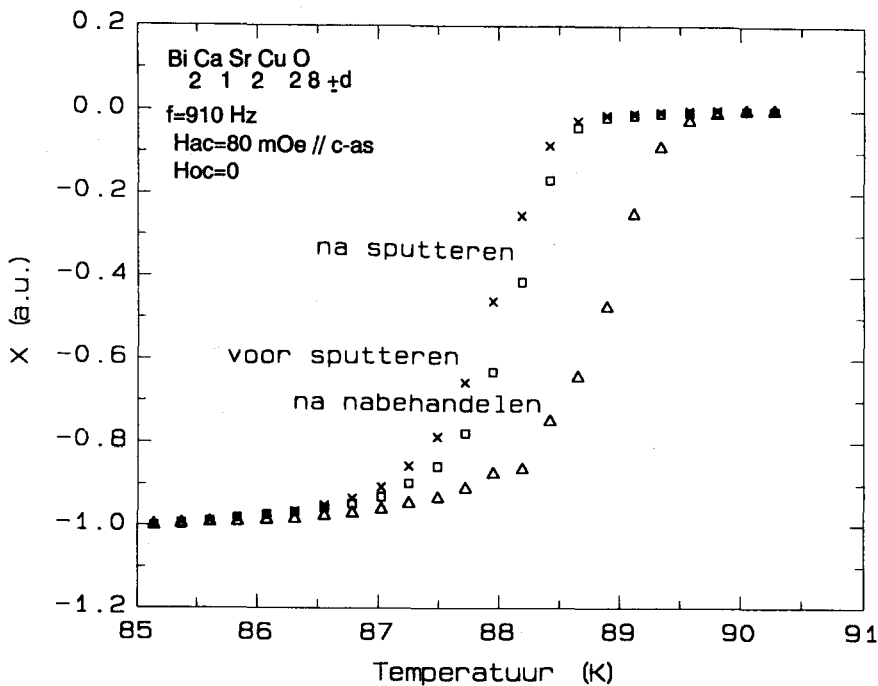


Figuur 24. Het vervangingschema van de contactconfiguratie zoals gebruikt bij het meten van de contactweerstand.

Op deze manier zijn op 4 kristallen weerstanden gerealiseerd, bij een oppervlak per contact van ongeveer 1 mm^2 , van 12, 13, 200 en $400 \text{ m}\Omega$ bij $T = 77 \text{ K}$ gemeten over 2 contacten. Het grote verschil in gerealiseerde weerstand wordt mogelijk verklaard door het verschil in oppervlaktegesteldheid van de kristallen. De weerstanden worden hoger bij meerdere malen afkoelen naar 77 K maar blijven binnen een afwijking van 3% van de waarde die bij de eerste maal afkoelen gevonden is. De waarde van $12 \text{ m}\Omega$ geeft een specifieke weerstand van $6 \cdot 10^{-5} \Omega \text{ cm}^2$. Een verbetering moet nog haalbaar zijn door het kristaloppervlak voor het sputteren van de Ag contacten te sputteretsen. Het blijkt namelijk dat het oppervlak van de kristallen door blootstelling aan lucht verslechterd.

Om te controleren in hoeverre de bulkeigenschappen van BICASCO aangetast worden door de gevolgde werkwijze is voor het sputteren, na het sputteren en na het annealen een $\text{Ac}-\chi$ karakterisatie gedaan. Bij een $\text{Ac}-\chi$ karakterisatie wordt de magnetische susceptibiliteit bepaald door een klein harmonisch variërend magneetveld aan te leggen ter plaatse van het preparaat. Een spoelenstelsel rond het sample geeft een signaal dat afhangt van de magnetisatie van het sample. De supergeleidende overgang is te zien doordat bij T_c het magneetveld volledig wordt uitgestoten waardoor de magnetische susceptibiliteit een sprong naar -1 vertoont (zie hoofdstuk 2). Dit signaal

uitgezet tegen de temperatuur geeft een beeld van de bulkeigenschappen van de supergeleider. In het bijzonder geeft het info over de supergeleidende overgang. In figuur 25 staan de $ac-\chi$ curves, die gemaakt zijn voor het sputteren, na het sputteren en na het nabehandelen, als functie van de temperatuur. Uit de curves blijkt dat de kristaleigenschappen door de gevolgde contactprocedure niet wezenlijk veranderd worden.



Figuur 25. De $ac-\chi$ karakterisatie van een $Bi_2Ca_1Sr_2Cu_2O_x$ kristal voor het sputteren van de contacten, na het sputteren en na het nabehandelen.

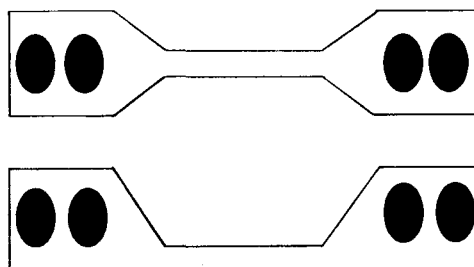
H6

MAKEN STROOMKANAAL

§ 6.1 INLEIDING

Voor allerlei mogelijke toepassingen van supergeleiders zijn de elektrische eigenschappen van groot belang. Een belangrijke grootte hierbij is de kritische stroomdichtheid J_c . Dit is een maat voor de hoeveelheid stroom per oppervlakte eenheid die door een supergeleider gevoerd kan worden zonder dat er een noemenswaardig voltage ontstaat (zie hoofdstuk 2). J_c is afhankelijk van de temperatuur en een eventueel aanwezig magneetveld, waarbij de hoek van het kristal met het magneetveld ook een rol speelt.

Het I/V onderzoek, waarvoor de in de voorgaande hoofdstukken beschreven opstelling is ontworpen en gebouwd, richt zich op de relatie tussen stroom en spanning zowel in het creep en flow gebied als in het TAFF gebied. De kritische stroomdichtheid van éénkristallijn $\text{Bi}_2\text{Ca}_1\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_x$ (BICASCO) bedraagt $J_c = 10^3 \text{ Acm}^2$ bij $T = 77 \text{ K}$ en $B=0 \text{ Tesla}$ [DON89]. Deze waarde gecombineerd met de afmetingen van onze preparaten (ongeveer $10 * 5 * 0.1 \text{ mm}^3$) komt overeen met een totale stroom van 5 A. Op grond van eerdere overwegingen is de totale stroom echter begrensd op 100 mA (zie § 3.2). De kritische stroomdichtheid kan met 100 mA toch bereikt worden door de doorsnede van het preparaat plaatselijk te verkleinen naar 10^{-4} cm^2 . Twee mogelijke uitvoeringen van een stroomkanaal waarbij rekening is gehouden met het aanbrengen van 2 spannings- en 2 stroom-contacten worden getoond in figuur 26.



Figuur 26. Twee mogelijke uitvoeringen van het stroomkanaal.

Door voor een stroomkanaal te kiezen wordt tevens bereikt dat de stroomdichtheid onder de contacten een factor 500 lager is dan die in het stroomkanaal. De spanningsval die in het algemeen gelijk is aan $E \approx J^n$ met $n \geq 1$, zodat E op zijn minst lineair toeneemt met J , zal dan ook grotendeels in het stroomkanaal plaatsvinden.

Om de doorsnede te beperken zijn een aantal technieken mogelijk. Er is naar de toepasbaarheid van een mechanische, chemische en optische techniek gekeken. deze technieken zullen in de volgende paragrafen behandeld worden.

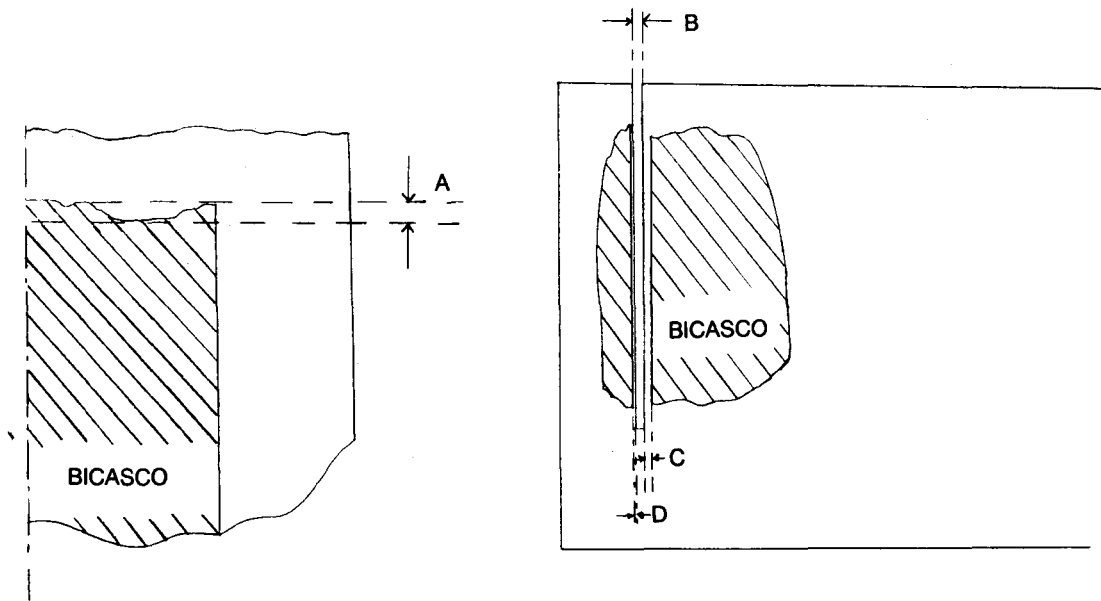
§ 6.2 VIA MECHANISCHE BEWERKINGEN

Het beperken van de doorsnede wordt mede gerealiseerd door de dikte van het preparaat te verkleinen. De kristalstructuur van BICASCO, waartoe we ons beperken, is opgebouwd uit lagen (zie hoofdstuk 2). De lagen laten zich vrij gemakkelijk met een scalpel scheiden doordat ze als splijtvlakken optreden. De dikte die hiermee goed haalbaar is terwijl het kristal hanteerbaar blijft bedraagt enkele tientallen micrometers. Om bij deze dikten aan de maximaal toelaatbare kristaldoorsnede te komen is een breedte van het stroomkanaal van enkele tienden van een millimeter toereikend.

Een beperking van de doorsnede door het kristal smaller te maken kan met zagen. In de vakgroep Coöperatieve Verschijnselen (C.V.) staat een draadzaag ter beschikking die gebruikt wordt voor diverse preparaten. Er is gekozen voor de dunste zaagdraad die een diameter heeft van 0.17 mm waarop diamantkorrels met een doorsnede van 20 μm zitten. De zaagsnelheid is regelbaar door de draadsnelheid en de zaagdruk op het preparaat te variëren.

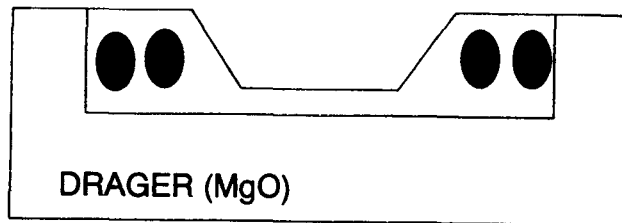
Het te zagen preparaat is ter ondersteuning met was op een drager van polykristallijn MgO bevestigd. Dit materiaal is gekozen omdat in veel publicaties met BICASCO gegroeid wordt op éénkristallijn MgO (100) een tweede reden is dat MgO een isolator is. De uitzettingscoëfficiënten van één- en poly-kristallijn MgO zijn vanwege de kubische structuur gelijk. De was geeft een verbinding die bij cryogene temperaturen intact blijft. Een bijkomstig voordeel is de mogelijkheid om de was met aceton op te lossen.

Door het MgO mee te zagen worden de krachten op het preparaat beter onder controle gehouden. Het zagen levert een zaagsnede op zoals te zien is in figuur 27. De zaagrand van het BICASCO vertoont onder de microscoop geen splijtverschijnselen.



Figuur 27. Karakteristieke zaagsnede $\text{Bi}_{2122}^+ \text{MgO}$. $A=50 \mu\text{m}$, $B=175 \mu\text{m}$, $C=225 \mu\text{m}$ en $D=75 \mu\text{m}$.

Een mogelijke manier om tot een stroomkanaal te komen is het zagen van een rechte zijde aan de lange kant van het preparaat na het aanbrengen van de contacten. Het preparaat wordt dan losgemaakt van het MgO door de was op te lossen met aceton, een halve slag gedraaid en opnieuw vastgezet met was om de tegenoverliggende zijde in model te kunnen zagen. Tijdens deze procedure hoeven er geen krachten op het kristal uitgeoefend te worden. Deze werkwijze garandeert dat de ondersteuning van het kristal goed blijft. Het MgO wordt namelijk niet gereduceerd tot de stroomkanaalbreedte (zie figuur 28).



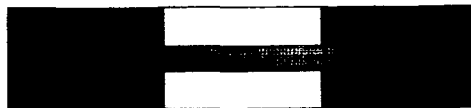
Figuur 28. Het resultaat van de voorgestelde werkwijze.

Het teveel MgO kan dan op enige afstand van het kristal afgezaagd worden. De geknikte zaagsnede moet met afgeronde hoeken uitgevoerd worden om het preparaat beter bestand te maken tegen mechanische spanningen die optreden bij het afkoelen.

§ 6.3 VIA EEN CHEMISCHE BEWERKING

Een chemische bewerking is het etsen. De meeste etsproeven uit de literatuur zijn verricht op dunne films. Een bijkomend probleem is vaak dat de supergeleidende eigenschappen van de film aangetast worden. Een publicatie over etsproeven gedaan aan YBCO gaf goede resultaten bij het etsen met een EDTA-oplossing zonder de supergeleidende eigenschappen aan te tasten [SH090]. In datzelfde artikel werd de mogelijkheid geopperd om het etsmiddel toe te passen op BICASCO.

Op grond van dit artikel zijn etsproeven gedaan met een etsbad van EDTA (titriplex) opgelost in water. Bij het etsen is gebruik gemaakt van een masker van fotolak dat in de gewenste vorm aangebracht was zoals weergegeven in figuur 29.

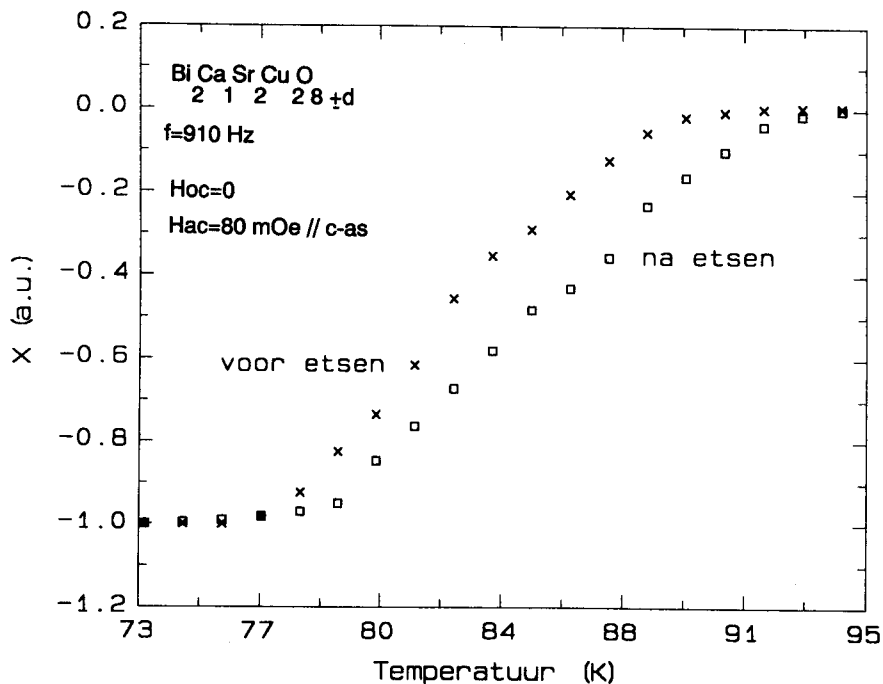


Figuur 29. Het Bi₂₁₂₂-eenkristal met daarop een masker van fotolak.

Om een mechanische sterkte over te houden en de onderkant van het preparaat te beschermen is het BICASCO met fotolak op een drager bevestigd.

Het grote probleem bij het etsen van een stroomkanaal is de dikte van de preparaten. Het etsmiddel beperkt zich namelijk niet tot één richting maar etst ook onder het masker. Bijgevolg heeft het gevormde stroomkanaal geen goed gedefinieerde afmetingen. Wanneer de dikte van de preparaten kleiner gemaakt wordt is dit probleem in veel mindere mate aanwezig.

Er is voor en na het etsen met een AC-X karakterisatie van het BICASCO gekeken of de supergeleidende eigenschappen intact blijven (zie figuur 30).



Figuur 30. AC-X karakterisatie voor en na het etsen met een oplossing van EDTA in water.

De dikte van de éénkristallen vormt op dit moment dus nog een belemmering voor het toepassen van de etstechniek. Wanneer de dikte kleiner of gelijk aan $1 \mu\text{m}$ gemaakt kan worden kan deze techniek toegepast worden.

§ 6.4 VIA EEN OPTISCHE BEWERKING

Door Bosmans [BOS90] is een stroomkanaal in een 380 nm dikke $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ films gecreëerd door met een xenon laser de structuur van de supergeleider plaatselijk te vernietigen. Op deze manier zijn stroomkanaaltjes met een breedte van $\approx 10 \mu\text{m}$ vervaardigd. Deze methode is zeer elegant en geeft een veel betere controle over de breedte van het spoortje (zie figuur 31) en kan waarschijnlijk ook op monokristallijne preparaten toegepast worden waarbij wel rekening gehouden moet worden met de grotere dikte van de kristallen.



Figuur 31. Een voorbeeld van een stroomkanaal met behulp van een laser gemaakt.

Omdat er geen faciliteiten aanwezig waren om deze methode toe te passen op monokristallijn BICASCO kan er geen uitsluitend gegeven worden over de toepasbaarheid.

Vooralsnog kan geconcludeerd worden dat de zaagmethode op dit moment betere mogelijkheden biedt dan de etsmethode. De "rafeligheid" van de zaagsnede van 0.05 mm betekent echter dat de variatie in de stroomkanaalbreedte ongeveer 0.1 mm bedraagt. Deze variatie is ontoelaatbaar bij de voorgestelde stroomkanaalbreedte van enkele tienden van millimeters.

H7

CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

Er is tijdens het afstuderen een opstelling ontworpen en gebouwd die een aanvulling vormt in het pakket experimenten dat gebruikt wordt om supergeleiders en daarmee supergeleidend gedrag te karakteriseren. Zo waren reeds een foner-, een fluxgate-, en een Ac- χ -opstelling in gebruik in de groep.

De opstelling heeft bij de tests voldaan aan alle gestelde eisen op één na. De temperatuurstabilisatie moet beter kunnen dan tot nu toe in experimenten gerealiseerd is. Dit is waarschijnlijk mogelijk door te experimenteren met de daarvoor ter beschikking staande parameters zoals de contactgasdruk in de diverse ruimtes en de integrerende (I) en differentiërende (D) componenten van de temperatuurregelaars. In het ontwerp is alles gedaan om een goede stabilisatie mogelijk te maken door de insert te voorzien van een afpompbare koperen pot met een temperatuurregeling.

De stroombron voldoet aan de gestelde stabiliteitseisen met een over 10 Ω gemeten stroomvariatie van 0.35 μ A of kleiner. Als het mogelijk wordt om elektrische contacten met een lagere weerstand op de supergeleiders aan te brengen kan de maximale stroom die nu op 100 mA gesteld is verhoogd worden door aanpassen van de referentieweerstand in de stroombron. Met het aanpassen van dezelfde weerstand is het ook mogelijk om het stroombereik op te delen in kleinere bereiken met een grotere instelnauwkeurigheid per bereik.

De spanningsmeting is ondanks het gebruik van diverse stekker- en soldeer-verbindingen mogelijk gebleken met een fout \leq 10 nV. De gemeten spanning blijft gedurende ongeveer 10 uur binnen een band van 125 nV breed. De variaties worden toegeschreven aan thermospanningen bij de overgangen tussen verschillende materialen. Een verlagen van de meetgrens en een reductie in de breedte van de ruisband is mogelijk door het rigoreus verwijderen van overgangen tussen verschillende materialen in het spanning-meetcircuit.

Het instellen van de hoek van het preparaat blijkt bij alle temperaturen mogelijk te zijn. De nauwkeurigheid hierbij wordt beperkt door de speling van het tandwiel ten opzichte van het wormwiel. De speling is op 0.1 mm

geschat wat overeenkomt met een hoekverdraaiing van 0.36° .

Aanbevelingen ten aanzien van de opstelling betreffen verder de automatisering van het geheel waarvoor reeds een gedeelte van de hardware aanwezig is in de vorm van een eurocrate.

Aan de preparaatzijde is het mogelijk gebleken om laagohmige stabiele contacten aan te brengen met een orde grootte van de specifieke weerstand van $10^{-4} \Omega\text{cm}^2$. Een verlaging van deze waarde is mogelijk door optimalisering van de duur van het Ag sputter- en nabehandel-proces en door het kristaloppervlak voor het opsputteren van de contacten te sputteretsen omdat bekend is dat de kristaloppervlakken slechter worden van een verblijf in de lucht.

Het zoeken naar een methode om een stroomkanaal aan te brengen in BICASCO éénkristallen heeft een aantal mogelijkheden opgeleverd die nog nader onderzoek vergen. De meest veelbelovende methode lijkt de creatie van een spoor met de laser te zijn in verband met de grote plaatsnauwkeurigheid en de geringe afmetingen van de laserspot.

LITERATUUR

- [AND90] Y. Ando et al., Phys. Rev. Lett. vol.67 nr. 19; 4 november '91
pp 2737-2740.
- [BOS90] G. Bosmans, *Electrische metingen aan type 2 supergeleider*
 $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, afstudeerverslag RUU (1990).
- [DON89] Donglu Shi et al., Appl. Phys. Lett. 54(23), 5 june '89
pp 2358-2360.
- [DOV88] R. B. van Dover et al., Appl. Phys. Lett. 52(22), 30 may '88
pp 1910-1912.
- [EKI88] J. W. Ekin et al., Appl. Phys. Lett. 52(4), 25 january '88
pp 331-333.
J. W. Ekin et al., Appl. Phys. Lett. 52(21), 23 may '88
pp 1819-1821.
- [GOO90] L. F. Goodrich, S. L. Bray, Cryogenics 1990 vol. 30 august
pp 667-677.
- [Kit86] C. Kittel, Introduction to solid state physics, sixth edition.
- [KOP91] ref. privé communicatie K. Kopinga.
- [MAR89] S. Martin et al., Appl. Phys. Lett. 54(1), 2 january '89
pp 72-74.
- [ROS78] A. C. Rose-Innes, E. H. Rhoderick, Introduction to
superconductivity, second edition.
- [SHO90] F. K. Shokoohi et al., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. vol. 169
pp 1299-1302.
- [YAM90] Y. Yamada et al., Cryogenics 1990 vol. 30 july pp 643-646.