



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

Facultad de Ciencias Físicas

Escuela Profesional de Física

**Implementación y automatización de un sistema de
medición de resistividad eléctrica en películas
superconductoras a bajas temperaturas por la Técnica
de 4 Puntas**

TESIS

Para optar el Título Profesional de Licenciado en Física

AUTOR

Rodolfo CCOLQUE ROJAS

ASESOR

Dr. Ángel Guillermo BUSTAMANTE DOMÍNGUEZ

Lima, Perú

2022



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Ccolque, R. (2022). *Implementación y automatización de un sistema de medición de resistividad eléctrica en películas superconductoras a bajas temperaturas por la Técnica de 4 Puntas*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Escuela Profesional de Física]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor	
Nombres y apellidos	Rodolfo Ccolque Rojas
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	75613684
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0002-2853-3672
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Ángel Guillermo Bustamante Domínguez
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	06445752
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0001-5892-3500
Datos del jurado	
Presidente del jurado	
Nombres y apellidos	Chachi Rojas Ayala
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	09934476
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Jesús Walter Flores Santibáñez
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	08524828
Miembro del jurado 2	
Nombres y apellidos	Henry Elías Sánchez Cornejo
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	46704497
Datos de investigación	

Línea de investigación	A.2.1.1. Superconductividad
Grupo de investigación	Materiales Funcionales - MATEFUN
Agencia de financiamiento	Perú. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Vicerrectorado de Investigación y Posgrado. Programa de Promoción de Tesis de Pregrado. B18130824-PTPGRADO Perú. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología. Fondo Nacional de Desarrollo Científico y Tecnológico (Fondecyt). Proyecto Integral Nro. 018-2020-CONCYTEC-BM
Ubicación geográfica de la investigación	Universidad Nacional Mayor de San Marcos Edificio: (Laboratorio de Cerámicos y Nanomateriales. Instituto de Investigación Facultad de Ciencias Físicas) País: Perú Departamento: Lima Provincia: Lima Distrito: Cercado de Lima Calle: Av. Carlos Germán Amézaga 375 Latitud: -12.05905 Longitud: -77.08130
Año o rango de años en que se realizó la investigación	2018 - 2022
URL de disciplinas OCDE	Física de la materia condensada https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#1.03.02



Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

ESCUELA PROFESIONAL DE FÍSICA

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE LICENCIADO EN FÍSICA

Siendo las 18:00 horas del miércoles 30 de noviembre del 2022, en el Salón de Grados de la Facultad de Ciencias Físicas (Auditorio 109), bajo la Presidencia del Dr. Chachi Rojas Ayala (Presidente), Mg. Jesús Walter Flores Santibáñez (Miembro), Dr. Ángel Guillermo Bustamante Domínguez (Asesor) y el Mg. Henry Elías Sánchez Cornejo (Suplente), se dio inicio a la Sesión Pública de Sustentación de Tesis para la Licenciatura en Física, mediante la Modalidad M1, del Bachiller:

RODOLFO CCOLQUE ROJAS

Dando lectura al Resumen del Expediente, el Presidente del Jurado, invitó al Bachiller Ccolque Rojas, Rodolfo a realizar una exposición de Trabajo de Tesis titulada: "Implementación y Automatización de un sistema de medición de resistividad eléctrica en películas superconductoras a bajas temperaturas por la Técnica de 4 Puntas"

Concluida la exposición del candidato y luego de las preguntas de rigor por parte del Jurado, el Presidente, invitó al Bachiller y al público a abandonar momentáneamente la Sala de Sesión, para dar paso a la deliberación y calificación por parte del Jurado.

Al término de la deliberación del Jurado el Dr. Chachi Rojas Ayala, invitó al candidato y al público a pasar a la Sala de Sesión, para dar lectura al resultado de la deliberación. Ha obtenido la calificación de:

.....SORRESALIENTE.....
(MENCIÓN)

.....15.....
(NÚMERO)

.....DIECIOCHO.....
(LETRAS)

Finalmente, el Presidente del Jurado, propone al consejo de la Facultad que se le declare Licenciado en Física al Bachiller Ccolque Rojas, Rodolfo. Siendo las.....19:44..... Horas, se levanta la Sesión.


Dr. Chachi Rojas Ayala
PRESIDENTE


Mg. Jesús Walter Flores Santibáñez
MIEMBRO


Dr. Ángel Guillermo Bustamante Domínguez
ASESOR


Mg. Henry Elías Sánchez Cornejo
SUPLENTE



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

ESCUELA PROFESIONAL DE FÍSICA

INFORME DE EVALUACIÓN DE ORIGINALIDAD

1. Facultad: Ciencias Físicas
2. Escuela Profesional: Física
3. Autoridad Académica que emite el informe de originalidad: Mg. Jiménez Tintaya, César Omar
4. Apellidos y nombres de la autoridad académica: Mg. Jiménez Tintaya, César Omar
5. Operador del programa Informático de similitudes: Mg. Jiménez Tintaya, César
6. Documento evaluado: Tesis para optar el Título profesional de Licenciado en Física:
“Implementación y Automatización de un sistema de medición de resistividad eléctrica en películas superconductoras a bajas temperaturas por la Técnica de 4 Puntas”
7. Autor del documento: Ccolque Rojas, Rodolfo
8. Fecha de recepción del documento: 03/11/22
9. Fecha de aplicación del programa informático de similitudes: 03/11/22
10. Software utilizado
 - Turnitin
11. Configuración del programa detector de similitudes
 - Excluye textos entrecomillados
 - Incluye Bibliografía
 - Excluye cadenas menores a 40 palabras
12. Porcentaje de similitudes según programa detector de similitudes: 2% (dos por ciento)
13. Fuentes originales de las similitudes encontradas
 - vrip.unmsm.edu.pe < 1%
 - tesis.pucp.edu.pe < 1%
 - www.dokumen.pub < 1%
14. Observaciones: ninguna
15. Calificación de originalidad
 - Documento cumple criterios de originalidad, sin observaciones
16. Fecha del Informe: 03 de noviembre del 2022



UNMSM

Firmado digitalmente por JIMENEZ
TINTAYA Cesar Omar FAU
20148092282 soft
Motivo: Soy el autor del documento
Fecha: 05.11.2022 07:28:59 -05:00

Firma del Evaluador

A mis padres, Emilio y Salustia

Agradecimientos

Agradezco al Fondo Nacional de Desarrollo Científico, Tecnológico y de Innovación Tecnológica (FONDECYT) y al Banco Mundial por su apoyo financiero en el Proyecto Integral Nro. 018-2020-CONCYTEC-BM, del que participé en condición de tesista.

Agradezco la asistencia brindada del Programa de Promoción de Tesis de Pregrado del Vicerrectorado de Investigación y Posgrado de la UNMSM (B18130824-PTPGRADO).

Quiero agradecer al Dr. Ángel G. BUSTAMANTE DOMINGUEZ por la oportunidad y apoyo en la localización de los equipos necesarios para la implementación del sistema de medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas, así como a los profesores asociados del proyecto, Prof. Luis De los Santos Valladares y Prof. Juan Carlos Gonzáles.

Asimismo, quiero agradecer a los miembros del jurado de sustentación, Prof. Chachi Rojas Ayala, Prof. Jesús Flores Santibáñez y Mg. Henry Sánchez Cornejo, por sus comentarios y sugerencias a este trabajo de tesis.

Finalmente, me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento al Prof. Jorge Agüero, la Mg. Lucila Menacho, el Bach. Melvin Godoy y los compañeros del grupo de investigación de Materiales Funcionales por sus sugerencias y palabras de fe, pues me ayudó a culminar la implementación del presente sistema de medición, y que permitirá al laboratorio realizar estudios in situ del comportamiento de los materiales ahora a bajas temperaturas desde 4,2 Kelvin.

Resumen

Se implementó y automatizó un sistema de medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas por la técnica de 4 puntas con los equipos que se disponen y adquirieron en el laboratorio del grupo de investigación de Materiales Funcionales y que está a cargo del Prof. Ángel Bustamante, entre ellos, un sistema criogénico de gas helio en ciclo cerrado de la firma Cryo-Industries-USA, un controlador inteligente de temperatura, una turbobomba de alto vacío, un Nano-voltímetro y un chiller. En el proceso de implementación del sistema criogénico, se superaron varios aspectos técnicos, como la localización y sellado de fugas en la línea de vacío con valores inferiores a 1×10^{-4} mbar, el reacondicionamiento de un medidor de alto vacío con su respectivo indicador, la construcción de mangueras de vacío y de un pequeño globo de goma con función de almacenar gas helio, la implementación del sistema chiller, etc.

Superados los ítems técnicos, se procedió al primer encendido del sistema criogénico, el cual fue exitoso pues en los días siguientes no hubo problemas de fugas de helio ni paradas de emergencia, el sistema alcanzó luego de 110 minutos de encendido una temperatura de 9,81 K en la zona porta-muestra y de 4,2 K en el dedo frío, respectivamente. Luego, empleando el dispositivo Lakeshore 335 y el Nano-volt Agilent 34420A, se construyó un instrumento virtual en LabVIEW para el control de la temperatura en ambas zonas y las mediciones de resistividad. Se integró todo el equipamiento de medición y se ajustaron los parámetros PID del controlador para obtener coordenadas de temperatura muy estables.

Por otro lado, se procedió a la elaboración de los contactos eléctricos sobre la muestra $\text{S1Fe(1\%Fe)YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$. Para ello, primero se aplicó pintura de plata y se curó a 93 grados durante 2 horas, consiguiendo así una buena fijación de la plata a la muestra. A continuación, se ancló térmicamente (la muestra) al inserto de cobre de la zona portamuestra con resina térmica IMI7031, y luego se realizó la soldadura de los hilos eléctricos con los contactos de la muestra. El otro extremo de los hilos eléctricos se conectó a la entrada del Nano-Volt. Por último, se realizaron las primeras mediciones de resistividad eléctrica en función de la temperatura a la muestra S1Fe del grupo de investigación de Materiales Funcionales.

Palabras clave: crióstato, tecnología de vacío, técnica de 4 puntas, resistividad

Abstract

A system for measuring electrical resistivity at low temperatures by the 4-point technique was implemented and automated with the equipment available and acquired in the laboratory of the Functional Materials research group, which is in under the supervision of Prof. Angel Bustamante, including a cryogenic system of helium gas of the firm Cryo-Industries-USA, an intelligent temperature controller, a high vacuum turbopump, a Nano-voltmeter and a chiller. In the process of implementing the cryogenic system, several technical aspects were overcome, such as the location and sealing of leaks in the vacuum line with values below 1×10^{-4} mbar, the reconditioning of a high vacuum gauge with its respective indicator, the construction of vacuum hoses and a small rubber balloon with the function of storing helium gas, etc.

Once the technical items were overcome, the first start-up of the cryogenic system was carried out, which was successful because in the following days there were no problems with helium leaks or emergency stops, the system reached after 110 minutes of start-up a temperature of 9.81 K in the sample holder area and 4.2 K in the cold finger, respectively. Then, employing the Lakeshore 335 device and the Agilent 34420A Nano-volt, a virtual instrument was built in LabVIEW for temperature control in both zones and resistivity measurements. All the measurement equipment was integrated and the PID parameters of the controller were adjusted to obtain very stable temperature coordinates.

On the other hand, elaboration of the electrical contacts on the $\text{S1Fe(1\%Fe)YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$ sample was carried out. For this purpose, silver paint was first applied and cured at 93 degrees for 2 hours, thus achieving a good fixation of the silver to the sample. Next, the sample was thermally anchored to the copper insert in the sample holder area with IMI7031 thermal resin, and then the electrical wires were soldered to the sample contacts. The other end of the electrical wires was connected to the Nano-Volt input. Finally, the first electrical resistivity measurements as a function of temperature were performed on the S1Fe sample from the Functional Materials research group.

Keywords: cryostat, vacuum technology, 4-point technique, resistivity.

Índice general

1. Introducción	1
2. Marco Teórico	3
2.1 Línea histórica - bajas temperaturas.....	3
2.2 Propiedades de los materiales a baja temperatura.....	5
2.2.1 Conductividad térmica	5
2.2.2 Conductividad/Resistividad eléctrica	7
2.3 Tecnología de vacío	9
2.3.1 Bomba de diafragma	11
2.3.2 Bomba turbomolecular.....	12
2.3.3 Instrumentos de medición de vacío	12
2.4 Generación y control de bajas temperaturas	15
2.4.1 Generación de bajas temperaturas	15
2.4.2 Sensores de temperatura criogénicos.....	17
2.4.3 Control de temperatura PID	18
2.5 Técnica de 4 puntas para la medición de la resistividad eléctrica	20
3. Metodología	25
3.1 Instalación del sistema criogénico	25
3.1.1 Instalación del soporte mecánico del cabezal frío	26
3.1.2 Instalación del sistema de vacío	27
3.1.3 Instalación del sistema chiller	32
3.1.4 Acoplamiento del cabezal frío con el compresor F70-L.....	33
3.2 Primer encendido del sistema criogénico.....	35
3.2.1 Verificaciones preliminares.....	35
3.2.2 Posicionador de muestra: Sensor de temperatura y heater.....	36
3.2.3 Procedimiento: Cambio rápido de muestras	38
3.2.4 Preparación contactos eléctricos	39
3.3 Instrumentos virtuales en LabVIEW.....	41
3.3.1 Temperatura variable – Controlador Lakeshore 335	41
3.3.2 Medida de resistencia NanoVolt 34420A.....	44

3.3.3 Integración de los instrumentos con un VI LabVIEW para la medida de Resistividad vs Temperatura.	46
4. Resultados y Discusión	48
4.1 Presión de vacío en el sistema criogénico.....	48
4.2 Sistema chiller.....	51
4.3 Control PID Lakeshore 335.	53
4.4 Resistividad eléctrica a bajas temperaturas.....	55
Referencia.....	59
Anexo I: Algunos gauges de vacío	62
Anexo II: Curva estándar DT-670 Corriente de medición = $10\mu\text{A} \pm 0,05\%$.....	63
.....	64
Anexo III: Relación Señal de salida- Presión del sensor de vacío Ionovac ITR-90	65
Anexo IV: Cableado interno de 10 pines para un sensor y un heater (calentador resistivo).....	67
Anexo V: Configuración criostato de ciclo cerrado	69
Anexo VI: Configuración bomba turbo molecular TPS-mini AGILENT modelo 9699180	70
Anexo VII: Configuración sistema compresor & chiller	71

Índice de Figuras

Figura 1. Flujo de calor en una varilla lineal con extremos a diferente temperatura [11].	5
Figura 2. Perfil de la conductividad térmica de materiales frecuentes en aplicaciones criogénicas [12].	6
Figura 3. Conductividad térmica de materiales requeridos en el diseño térmico de un criostato [13].	6
Figura 4. Resistividad eléctrica ρ ($\Omega \cdot m$) vs Temperatura de distintos materiales: metales (línea sólida), aleaciones metálicas (línea discontinua), y aleaciones superconductoras (línea punteada) [14].	7
Figura 5. Resistividad eléctrica de diferentes cobres (RRR indica el contenido de impurezas y defectos cristalográficos) [14].	8
Figura 6. Niveles de vacío para distintos procesos industriales [16].	10
Figura 7. Representación esquemática: (a) diseño de una bomba de diafragma de una etapa y (b) principio de funcionamiento de una bomba de diafragma de dos etapas [15].	11
Figura 8. (a) Vista del rotor-estator y los discos de una turbo-bomba [18] y (b) Esquema de una bomba turbomolecular TURBOVAC 151 [16].	12
Figura 9. Rangos de presión de medidores de vacío en el intervalo 10^4 a 10^{-12} Pa [20].	13
Figura 10. (a) Esquema de un gauge de conductividad térmica (Pirani), (b) Esquema de un gauge de ion (cátodo caliente) y (c) Corrección de presión para un gauge Pirani en diferentes gases. [15].	14
Figura 11. Sistema de refrigeración criogénico (Cryocooler) [25].	15
Figura 12. Esquema del ciclo Gifford-McMahon [25].	16
Figura 13. Voltaje y sensibilidad en función de la temperatura para el termómetro DT-600 [27].	17
Figura 14. Diagrama de bloque PID.	18
Figura 15. Diagrama de las posiciones de las puntas (electrodos).	21
Figura 16. Dispersión de la corriente en un material 3D semi-infinito y una película 2D infinita [31].	21
Figura 17. Muestra sólida con cuatro contactos eléctricos M, N, O y P.	24
Figura 18. Estado inicial del sistema criogénico ubicado en el laboratorio del grupo de investigación de Materiales Funcionales de la Unidad de Posgrado de Física – UNMSM (agosto 2021).	26
Figura 19. Esquema de trabajo para el anclaje del cabezal frío (SRDK Series CRYOCOOLER RDK-408D2).	27

Figura 20. Bomba turbomolecular en su estado inicial, con sus componentes auxiliares.....	28
Figura 21. (a) Esquema de conexión de la bomba turbo TPS-mini AGILENT modelo 9699180 con su sensor de vacío modelo FRG-700, (b) Gráfica de vacío vs tiempo con el software A-Plus v2.0.2 Agilent.	28
Figura 22. (a) Sensor Ionovac ITR 90 – Leybold, (b) Interface RS232C, (c) Conexión eléctrica entre el sensor ITR-90 y el multímetro Keysight 34461A, (d) Prueba de vacío con el sensor ITR-90, (e) Lectura de la señal analógica generada por el sensor ITR-90.....	29
Figura 23. Gráficos de nivel de vacío y voltaje en función del tiempo durante la localización de fugas en la línea de vacío.	30
Figura 24. Proceso de construcción de mangueras de vacío con materiales ubicados en Lima - Perú.	30
Figura 25. Acoplamiento de las mangueras de vacío con las válvulas con brida NW-25 del criostato.....	31
Figura 26. Generación de vacío en la zona dewar.	31
Figura 27. Condiciones iniciales del módulo de enfriamiento del compresor F-70L y el sistema chiller.....	32
Figura 28. Limpieza y carga de líquido refrigerante en las zonas del sistema de enfriamiento chiller.....	33
Figura 29. Acondicionamiento de los ambientes I y II para el acoplamiento del compresor con el cabezal frío.	33
Figura 30. Acoplamiento del compresor con el cabezal frío.	34
Figura 31. (a) Interruptor principal ubicado en el panel trasero del compresor con estado bloqueado, (b) Si desea encenderlo, gire el interruptor de color negro 90 grados a la derecha, estado desbloqueado y luego presione el botón ON.....	36
Figura 32. Posicionador de muestra (sensor de temperatura, heater de calentamiento y bloque térmico de cobre).....	37
Figura 33. Fabricación, carga y conexión del depósito de gas helio a la zona porta-muestra.	38
Figura 34: Equipos, herramientas y materiales a disposición en el laboratorio: 1) estaño para soldar, 2) grasa de alto vacío Dow Corning, 3) pintura de plata, 4) barniz IMI 7031, 5) papel de aluminio, 6) cinta masking tape, 7) grasa Apiezon-N, 8) caudín de 15 vatios, 9) microscopio óptico o estereoscopio y 10) horno memmert modelo UN30.	39
Figura 35: Preparación contactos eléctricos: a) dimensiones de S1Fe(1%Fe) YSr2Cu2.78Fe0.01S040.2107 – δ b) máscara para los contactos eléctricos con ancho de 1 mm, c) muestra S1Fe anclado sobre el inserto portamuestra de cobre, d) soldadura de hilos de cobre desde la muestra S1Fe hasta el chasis eléctrico de 10 pines.....	40
Figura 36. (a) Panel frontal, (b) panel posterior y (c) conexión de los sensores, heater y adaptador GPIB-USB del controlador Lakeshore 335 [30].	42
Figura 37. Drivers del dispositivo Lakeshore 335, disponible en LabVIEW – NI [37].	43

Figura 38. Panel frontal del instrumento virtual en LabVIEW para registrar la temperatura frente al tiempo de los dos sensores incorporados en el sistema criogénico.	43
Figura 39. Diagrama de bloques del instrumento virtual (véase Figura 39), para registrar Temperatura vs Tiempo de los dos sensores incorporados, una vez encendido el sistema criogénico.....	44
Figura 40. (a) Vista frontal Keysight Technologies Nanovolt 34420A - configuración medición resistencia [38], (b) panel posterior Sonda 4 Puntas y (c) panel trasero conexión GPIB (IEEE-488).	45
Figura 41. Panel frontal del instrumento virtual en LabVIEW para registrar la resistencia frente al tiempo de muestras objeto de estudio.	45
Figura 42. Diagrama de bloques del instrumento virtual (véase Figura 42), construido en LabVIEW.....	46
Figura 43. Panel frontal del VI Resistividad vs Temperatura.....	47
Figura 44. Diagrama de bloques para el registro de Resistividad vs Temperatura.	47
Figura 45. Resultados de la restauración del sensor de vacío Ionovac ITR-90 y de la construcción de mangueras de vacío.....	49
Figura 46. Nivel de vacío en la zona porta-muestra (Nivel óptimo $5.0 \times 10^{-5} \text{ mbar}$).	49
Figura 47. Instalación completa de la línea de vacío en el sistema criogénico.	50
Figura 48. Presión de vacío en la zona dewar (Nivel óptimo $2.1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$).....	50
Figura 49. Implementación del sistema chiller para el compresor Sumitomo F-70L.....	51
Figura 50. Funcionamiento continuo del sistema criogénico, alcanzando los 4.2 K en la zona dewar y 8.5 K en la zona porta-muestra.....	52
Figura 51. Sintonización automática PID con set-point 90 K en la zona porta muestra.	53
Figura 52. Ejemplo con rampa configurada en 10K, con un intervalo de estabilización de 2 min para cada punto de consigna, la medición inicia desde 300K hasta el mínimo alcanzado en la zona porta-muestra 9.729K.	54
Figura 53. Medida de resistividad eléctrica normalizada vs. temperatura de la muestra S1Fe(1%Fe) en el trabajo realizado por el Prof. Ángel G. Bustamante Domínguez [39].	55
Figura 54. Medición de resistividad eléctrica normalizada vs. temperatura para la muestra S1Fe(1%Fe), realizada con el sistema criogénico implementado y automatizado en la presente tesis y que se encuentra instalado en el laboratorio del grupo de investigación de Materiales Funcionales de la Unidad de Postgrado - Facultad de Ciencias Físicas – UNMSM.....	56
Figura 55. (a) Sistema de medición de resistividad eléctrica vs. temperatura implementado y automatizado en la presente tesis, (b) sistema chiller, (c) sistema compresor y (d) vista frontal de la estructura que sostiene el cabezal frío y la unidad porta-muestra.	58

Capítulo 1

Introducción

La medición de la resistividad eléctrica a bajas temperaturas es de interés en el área de Física de Materiales, especialmente en el área de materiales superconductores, pues si se confirma que un material exhibe comportamiento superconductor, entonces estos adquieren potenciales aplicaciones tecnológicas en ámbitos tan distintos como: el área médica (resonancia magnética e ingeniería biotecnológica), la industria electrónica (SQUIDs, transistores, dispositivos de unión Josephson, aceleradores de partículas), el sector energético (motores, generadores, líneas de transmisión, transformadores e inductores), el sector transporte (vehículos de levitación magnética - tren Maglev), etc.

Información crucial como la temperatura crítica en materiales superconductores se pueden recuperar mediante un procedimiento bastante directo a través de mediciones de resistividad eléctrica por la técnica de 4 puntas a bajas temperaturas. Querer llevar a cabo estos trabajos de investigación in-situ demanda de un sistema criogénico, así como de equipos auxiliares muy necesarios para su operatividad y la infraestructura que los albergue.

El grupo de investigación de Materiales Funcionales bajo la supervisión del Prof. Ángel Bustamante logró adquirir un equipo de bajas temperaturas en el año 2015 y mediante pequeños proyectos a lo largo de los años hasta la actualidad se lograron adquirir equipos auxiliares muy necesarios para su funcionamiento: como una bomba de vacío turbomolecular, un sistema chiller, un controlador de temperatura, un nano voltímetro - fuente de corriente de alta precisión y la infraestructura necesaria.

En el presente trabajo de tesis y junto con los equipos antes mencionados, se estableció como objetivo principal la Implementación y Automatización de un sistema de medición de resistividad eléctrica por la técnica de 4 puntas en función de la temperatura ($\sim 10 K$ hasta

temperatura ambiente $\sim 300\text{ K}$) y, como objetivos secundarios la implementación del sistema y líneas de vacío del orden $2.1 \times 10^{-5}\text{ mbar}$, la implementación del sistema chiller y líneas de refrigeración 10°C , la implementación del sistema crio-refrigerador 4.2 K , la automatización de los instrumentos (nano voltímetro, fuente de corriente y un controlador de temperatura) con el ordenador a través de VI-LabVIEW para registrar R vs T y las primeras medidas de resistividad eléctrica a bajas temperaturas de la muestra $\text{S1Fe}(1\%\text{Fe})\text{YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$.

Para lograr ello (ver capítulo 2), primero se realizó una revisión bibliografía de los manuales técnicos de los equipos y el principio de funcionamiento de cada uno de ellos, también una revisión general de la teoría de la resistividad eléctrica y térmica de los materiales para aplicaciones criogénicas, la tecnología de vacío, la tecnología de sistemas criogénicos, teoría de control PID y conocer los tipos de sensores de temperaturas, en especial en el rango criogénicos. Por último, se revisa la teoría de la medición de la resistividad eléctrica por la técnica de 4 puntas.

En el capítulo 3, la sección 3.1 presenta los detalles de la instalación del sistema criogénico, pues los equipos para el año 2021 aún se encontraban sellados en sus respectivas cajas siendo necesario realizar todo el ensamblado y superar algunos ítems técnicos presentados. En la sección 3.2 se describe la primera puesta en marcha del sistema criogénico y los pasos a seguir para el correcto cambio de muestras y, por último, la sección 3.3 el desarrollo de un instrumento virtual en LabVIEW capaz de controlar los equipos y registrar medidas de resistividad vs. temperatura desde 300K a 10K .

En este último apartado del capítulo 3 (sección 3.3) se detalla el proceso de automatización de los equipos, los cuales necesitaron ser comunicados a través de una tarjeta GPIB con el computador ya que las medidas requeridas por el operador pueden durar desde minutos hasta horas debido a la estabilidad térmica que debe alcanzar el material en estudio, por lo que se justifica que la medición se realice con un instrumento virtual en LabVIEW.

El capítulo 4 describe los resultados de los ítems técnicos superados en el proceso de instalación, configuración y puesta en marcha, así como las temperaturas mínimas alcanzadas en la zona dewar y zona porta-muestra del sistema criogénico y, los resultados para las primeras medidas de resistividad eléctrica vs. temperatura de la muestra $\text{S1Fe}(1\%\text{Fe})\text{YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$.

Finalmente, con el Capítulo 5, las conclusiones de la presente tesis realizada.

Capítulo 2

Marco Teórico

En este capítulo se aborda la línea histórica de la obtención de bajas temperaturas y los conceptos de resistividad eléctrica y térmica de materiales para aplicaciones criogénicas. También se describe la tecnología de vacío, la generación de temperaturas criogénicas mediante un criostato de ciclo Gifford-McMahon, su control y medición con un dispositivo inteligente de temperatura y sensores criogénicos. Por último, se presenta la teoría de medición de la resistividad eléctrica por la técnica de 4 puntas.

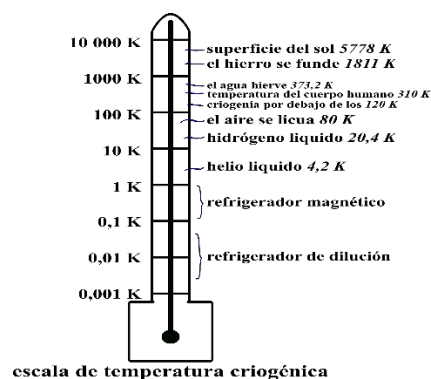
2.1 Línea histórica - bajas temperaturas

La criogenia, acuñado de la palabra griega Kryo, que significa frío, y Genics, que significa generación, es la ciencia y tecnología de la producción de bajas temperaturas. Se ocupa de las temperaturas inferiores a 120 K (-147°C), de cómo producirlas y de cómo se comportan los materiales a esas temperaturas [1].

La siguiente línea de tiempo describe los principales acontecimientos históricos y los numerosos factores técnicos que determinaron las etapas iniciales de todo el programa de licuefacción de los llamados "gases permanentes" (véase Tabla 1) hasta la consecución de temperaturas del orden de mK.

Tabla 1: Temperaturas características de los fluidos criogénicos [2].

CRIÓGENOS	PUNTO TRIPLE (K)	PUNTO DE EBULLICION (K)	PUNTO CRITICO (K)
METANO	90,7	111,6	190,5
OXÍGENO	54,4	90,2	154,6
ARGÓN	83,8	87,3	150,9
NITRÓGENO	63,1	77,3	126,2
NEÓN	24,6	27,1	44,4
HIDRÓGENO	13,8	20,4	33,2
HELIO	2,2 λ'	4,2	5,2



Línea histórica – obtención bajas temperaturas

- En 1877, el ingeniero de minas francés Louis Cailletet llevó a cabo la primera licuefacción criogénica de gas (oxígeno) mediante el proceso de cascada y el efecto Joule-Thomson [3].
- Independientemente, Pierre Pictet (1846-1929), físico suizo, consiguió licuar el oxígeno y el nitrógeno en 1877, por lo que se debatió cuál de los dos (Cailletet o Pictet) lo había conseguido primero.
- En 1892, el físico y químico escocés James Dewar desarrolló recipientes de doble pared con envolturas plateadas de varias capas que permitían almacenar y transportar gases licuados. El 10 de mayo de 1898 consiguió licuar el hidrógeno y, con este notable logro, posibilitó que los laboratorios dispusieran de temperaturas del orden de 20-14 K [4].
- El ingeniero francés Claude desarrolló en 1902 un sistema de licuefacción de aire.
- La primera planta de licuefacción de aire "Air Liquide" fue instalada por Linde en 1907.
- En 1908 Kammerling Onnes desarrolló un laboratorio de física de bajas temperaturas en Leiden - Holanda. La fecha del triunfo fue el 10 de julio de 1908, cuando consiguió licuar el helio y tres años, en 1911 la superconductividad [5].
- En 1933, con Giauque y MacDougall, se llevó a cabo el primer experimento exitoso de refrigeración magnética para alcanzar temperaturas inferiores a 1 K [6].
- En 1934, Kapitza contribuyó a la producción de helio líquido construyendo el primer motor de expansión para su licuefacción a gran escala.
- En 1947, el profesor Collins del MIT desarrolló un criostato muy eficaz para la licuefacción del helio [7].
- El Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) estadounidense creó el Laboratorio de Ingeniería Criogénica en 1952.
- En 1956 se desarrolló un motor cohete propulsado por hidrógeno líquido.
- En 1960 se desarrolló el refrigerador de dilución, que alcanza temperaturas del orden de mK, muy útil para la física de la materia condensada [8].

De la línea histórica, es significativo destacar el logro de la licuefacción del helio el 10 de julio de 1908 [9], pues abrió una nueva área de estudio, como es la superconductividad y que ha dado lugar a numerosos avances tecnológicos y aplicaciones asociadas [10].

2.2 Propiedades de los materiales a baja temperatura

Para implementar y mantener con éxito un sistema criogénico, es esencial conocer las propiedades físicas desde temperatura ambiente hasta bajas temperaturas de los materiales que forman parte de su construcción; la correcta elección viene dada por un conocimiento detallado tanto de las propiedades térmicas, es decir, el calor específico, la expansión térmica y la conductividad térmica, como de las propiedades eléctricas, por ejemplo, la conducción electrónica en los sólidos, puesto que suelen ser notablemente diferentes de las de temperatura ambiente. Esta sección resume las propiedades térmicas y eléctricas de los materiales adecuados para aplicaciones criogénicas.

2.2.1 Conductividad térmica

La conductividad térmica, denotado con el parámetro k ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) relaciona la densidad de flujo de calor en un sólido que está sometido a un gradiente de temperatura, y se expresa matemáticamente mediante la ley de Fourier, de la siguiente manera:

$$\vec{q} = -k(T)\vec{\nabla T} \quad 2.1$$

Para el caso unidimensional. Una varilla lineal de longitud L , sección transversal A y en los extremos con temperaturas T -alta y T -baja respectivamente, como se muestra en la Figura 1.



Figura 1. Flujo de calor en una varilla lineal con extremos a diferente temperatura [11].

La ecuación 2.1 se reescribe como:

$$q = -k(T) \frac{dT}{dx} \Rightarrow Q \int_0^L \frac{dx}{A} = \int_{T-baja}^{T-alta} k(T) dT \quad 2.2$$

$$\frac{Q}{A} = \frac{1}{L} \int_{T-baja}^{T-alta} k(T) dT \quad 2.3$$

Si k es constante, se deduce de la ecuación 2.3 que la cantidad de calor Q , que fluye a lo largo de la varilla es $kA(T_{alta} - T_{baja})/L$. Sin embargo, el parámetro k , que es característico de la composición física del sólido es variable en función de la temperatura, como se puede apreciar en la Figura 2.

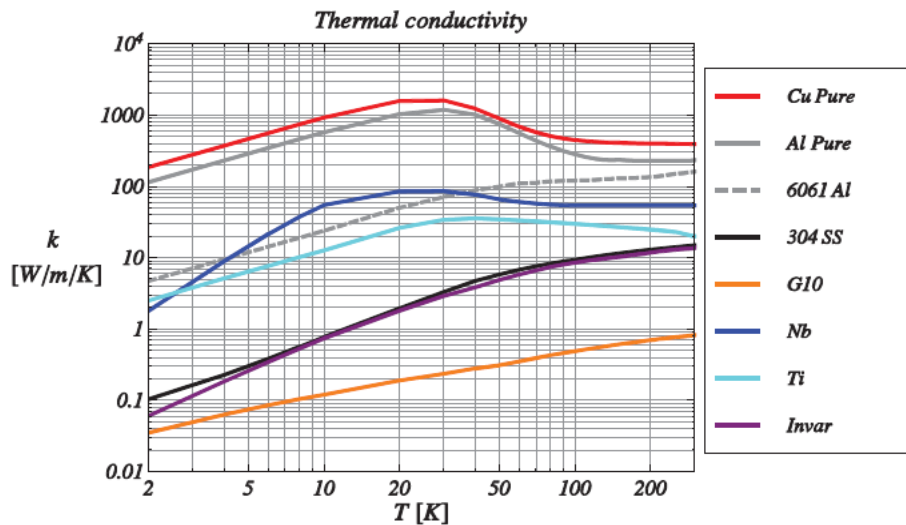


Figura 2. Perfil de la conductividad térmica de materiales frecuentes en aplicaciones criogénicas [12].

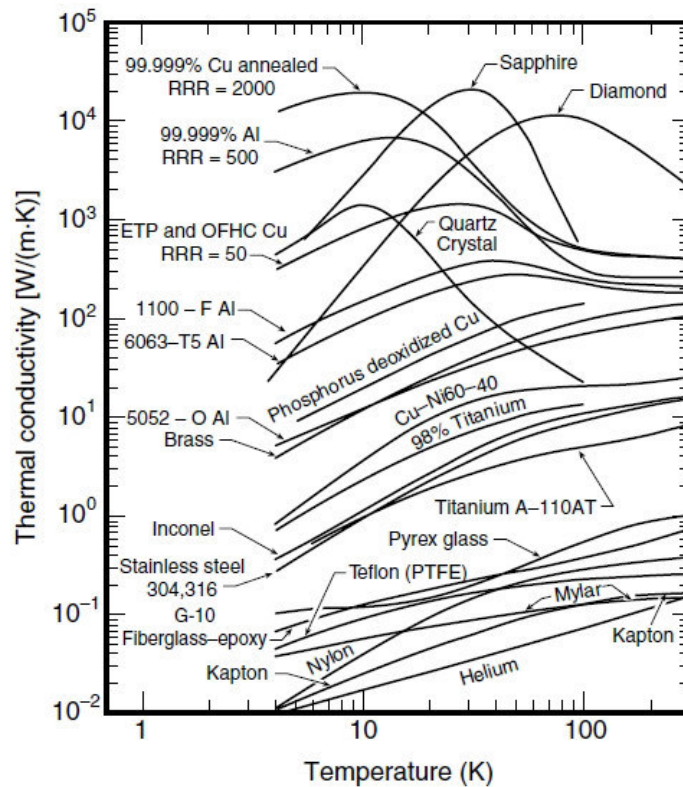


Figura 3. Conductividad térmica de materiales requeridos en el diseño térmico de un criostato [13].

El conocimiento de este parámetro es crítico en el diseño térmico de instrumentos a bajas temperaturas. La Figura 3 muestra el perfil de la conductividad térmica de otros materiales que se usan con frecuencia en sistemas criogénicos.

2.2.2 Conductividad/Resistividad eléctrica

En metales, la conductividad eléctrica σ_e viene dado por:

$$\sigma_e = nl_e e^2 (m_e v_f) \quad 2.4$$

donde m_e es la masa del electrón, l_e el camino libre medio, e carga eléctrica transportado por n “electrones energéticos”. Para determinar la resistividad eléctrica $\rho = \sigma^{-1}$ en un metal, es necesario considerar diferentes fuentes de dispersión.

A temperatura ambiente, el parámetro l_e está determinada por la dispersión de electrones (vibraciones térmicas - fonones) y, por consiguiente, parte de la resistividad ρ , denotado como $\rho_{fonones}(T)$ es dependiente de la temperatura. A bajas temperaturas, l_e está limitada por la dispersión de los defectos físicos - químicos (dislocaciones, vacantes, impurezas) de la red y, por consiguiente, parte de la resistividad ρ , denotado como $\rho_{residual}$ es independiente de la temperatura [14]. Así, la resistividad ρ se escribe como:

$$\rho(T) = \rho_{fonones}(T) + \rho_{residual} \quad (\text{regla de Matthiesen}) \quad 2.5$$

Cuando $\rho_{T \rightarrow 0}(T) = \rho_{residual}(0)$. Se denota la siguiente relación:

$$RRR = \frac{\rho(273 \text{ K})}{\rho(0 \text{ K})} \approx \frac{\rho(273 \text{ K})}{\rho(4.2 \text{ K})} \quad 2.6$$

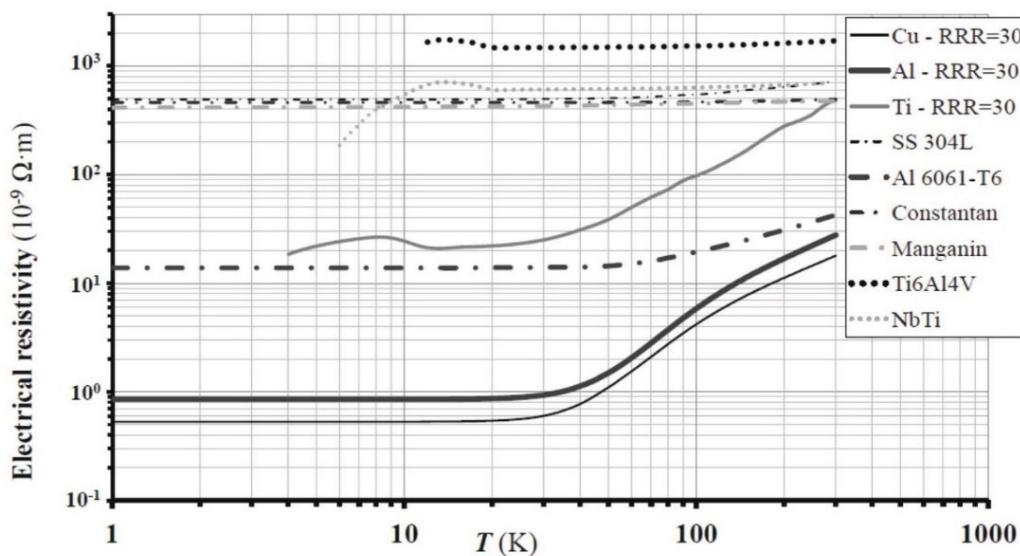


Figura 4. Resistividad eléctrica ρ ($\Omega \cdot m$) vs Temperatura de distintos materiales: metales (línea sólida), aleaciones metálicas (línea discontinua), y aleaciones superconductoras (línea punteada) [14].

El factor RRR (Relación de Resistividad Residual, ecuación 2.6) es un indicador de las imperfecciones cristalógicas e impurezas de un metal. En la Figura 4 se muestra la ρ ($\Omega \cdot m$) vs T de distintos materiales.

$$RRR = \frac{\rho_{fonones}(T) + \rho_{residual}}{\rho_{residual}} \quad 2.7$$

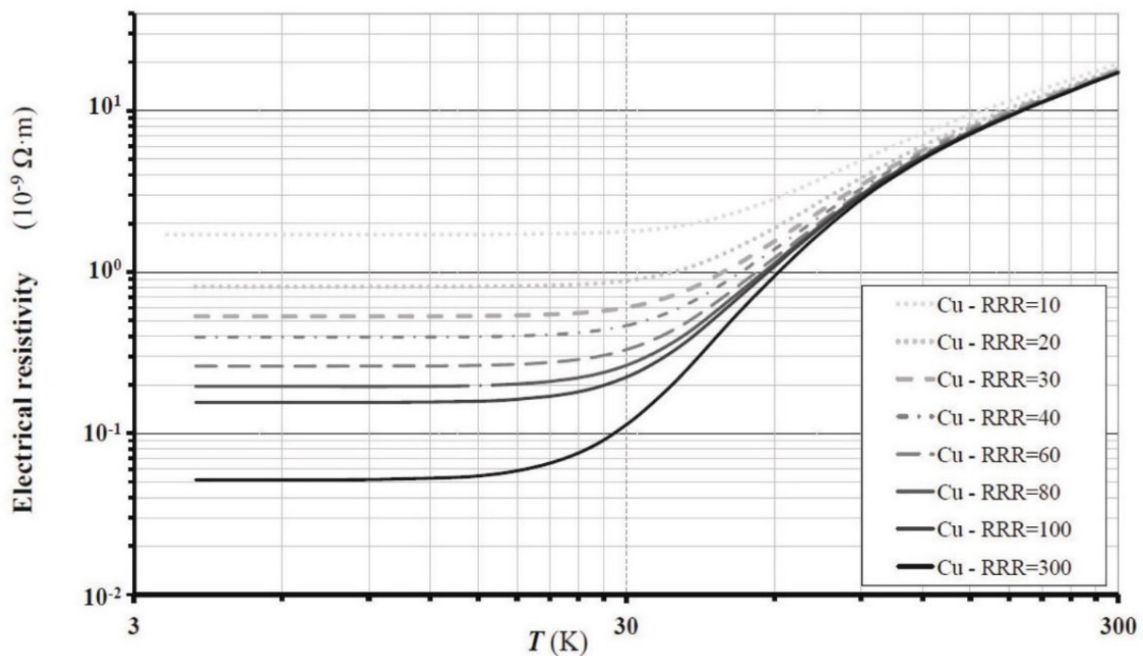


Figura 5. Resistividad eléctrica de diferentes cobres (RRR indica el contenido de impurezas y defectos cristalográficos) [14].

Obsérvese que a medida que aumenta la pureza del metal, la temperatura a la que se obtiene una resistencia “prácticamente constante” disminuye.

RRR (Relación de Resistividad Residual – ecuación 2.7) se obtiene dividiendo la resistividad de la muestra obtenida a temperatura ambiente y la obtenida tras sumergirla con una sonda criogénica 4,2 K. Cuando mayor sea el índice RRR, más puro y libre de defectos se encuentra el material (véase Figura 5).

2.3 Tecnología de vacío

Definiendo, el vacío es un espacio falto de materia ("vacío absoluto"). Dentro de un laboratorio, hablamos de vacío, en estricto sentido, "vacío parcial" cuando la presión del gas dentro de una cámara está por debajo de la presión atmosférica $101323,3 \text{ Pa}$, significando que el número de moléculas de gas dentro de ella es menor en comparación con el exterior.

Tabla 2. Tabla de conversión de algunas unidades de presión [15].

	pascal	torr	atm	mbar	psi
pascal (newton/m ²)	1	7.5×10^{-3}	9.87×10^{-6}	10^{-2}	1.45×10^{-4}
torr (mm de mercurio)	133	1	1.32×10^{-3}	1.333	1.93×10^{-2}
atm (atmósfera)	1.013×10^5	760	1	1033	14.7
mbar(milíbar)	100	0.75	9.87×10^{-4}	1	1.45×10^{-2}
psi(lb/in ²)	6.89×10^3	51.71	6.85×10^{-2}	68.9	1

En el sistema SI, la unidad de medida de la presión es el pascal ($\text{Pa} = \frac{\text{newton}}{\text{m}^2}$), como un Pa representa una presión muy pequeña, en el trabajo cotidiano suelen utilizarse varias unidades diferentes. La Tabla 1 ofrece la conversión entre las unidades de presión más comunes.

El nivel de vacío o presión de vacío puede ser dividida en regiones. La Tabla 2 proporciona una clasificación de los niveles de vacío.

Tabla 3. Clasificación de niveles de vacío [16].

Nivel de vacío	Rango de presión	
	[Pa]	[mbar]
Bajo	$10^5 > p > 10^2$	$10^3 > p > 1$
Medio	$10^2 > p > 10^{-1}$	$1 > p > 10^{-3}$
Alto	$10^{-1} > p > 10^{-5}$	$10^{-3} > p > 10^{-7}$
Ultra-alto	$10^{-5} < p$	$10^{-7} < p$

La tecnología del vacío tiene una gran variedad de aplicaciones, la Figura 6 muestra algunos procesos industriales y sus rangos de vacío parcial.

Por ejemplo, el nivel de vacío requerido en los espacios de la zona dewar de un criostato es de un mínimo 1×10^{-4} mbar, para que, cuando esta zona alcance bajas temperaturas, se evite la condensación de gases y la pérdida de calor por conducción térmica.

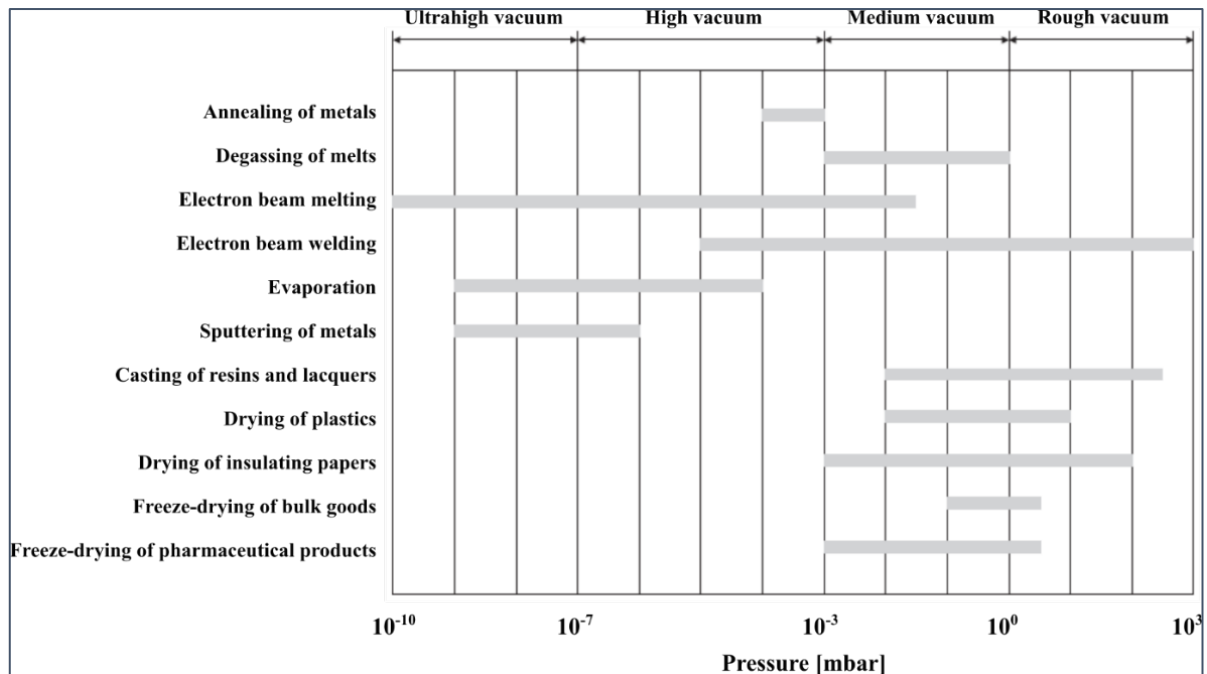


Figura 6. Niveles de vacío para distintos procesos industriales [16].

El sistema de vacío de un criostato es una combinación de bombas, juntas, válvulas, sensores de vacío, trampas de vacío y mangueras flexibles que conectado al dewar permite crear una región de presión de vacío. El buen funcionamiento de cualquier criostato depende de la correcta elección de cada uno de estos componentes que conforman el sistema de vacío.

Existen varios tipos de bombas de vacío (bomba de diafragma, bomba de paletas rotativas, bomba de anillo líquido, bomba de difusión, bomba turbomolecular, etc.), componentes de vacío (condensadores, trampas, filtros, etc.) y gauges de vacío (gauge Pirani, gauge Bayard-Alpert, gauge de cátodo frío y caliente, etc.), cada uno con sus ventajas e inconvenientes para una aplicación en específico.

A continuación, detallaré el principio de funcionamiento de los 2 tipos de bombas que componen el sistema de vacío del presente trabajo de tesis (bomba de diafragma y bomba turbomolecular) y los sensores de vacío (gauge Pirani y gauge de Cátodo caliente) utilizados.

2.3.1 Bomba de diafragma

La bomba de diafragma es el tipo más básico de bomba de vacío. Consta de una válvula de entrada, una válvula de salida y un diafragma elástico de PTFE (politetrafluoroetileno). La Figura 7 muestra el funcionamiento de una bomba de diafragma, con el disco de diafragma sometido a tensión entre la cabeza de la bomba y la pared de la carcasa, un sistema excéntrica-biela realiza un movimiento oscilante que eleva y reduce de forma regular el diafragma al pasar este de la expansión a la compresión. Como resultado, se produce el efecto de la acción de bombeo, logrando un vacío parcial de hasta 5×10^{-1} mbar para los diseños más modernos.

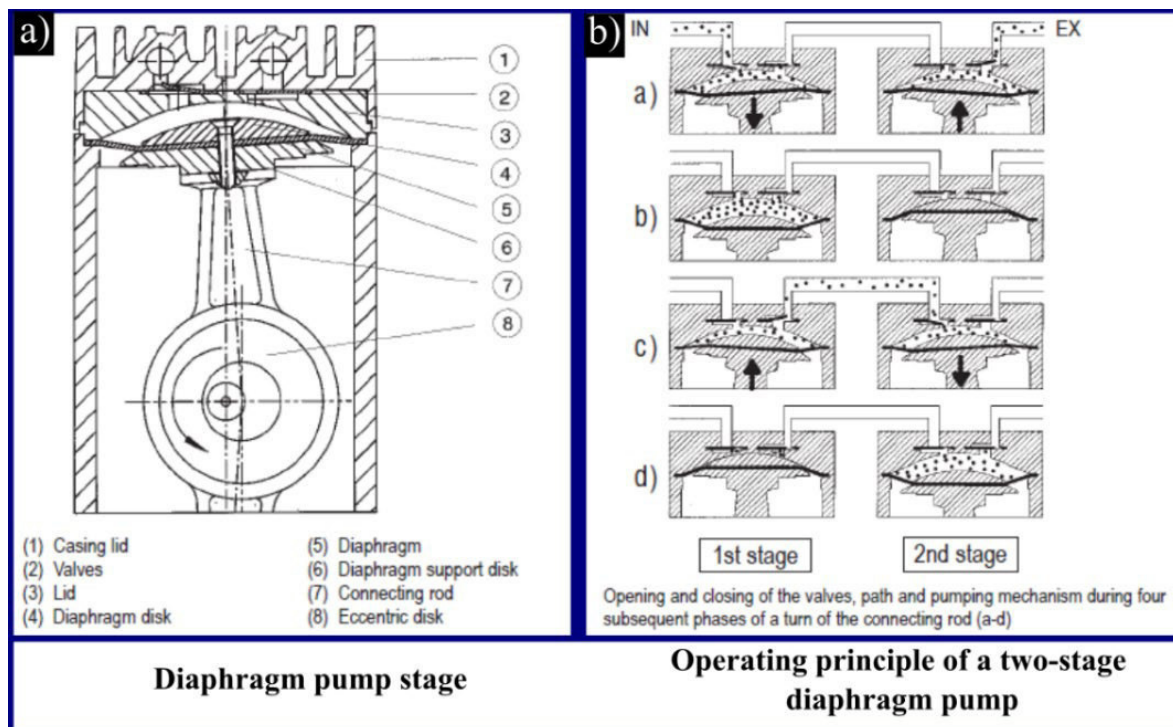


Figura 7. Representación esquemática: (a) diseño de una bomba de diafragma de una etapa y (b) principio de funcionamiento de una bomba de diafragma de dos etapas [15].

La ventaja de una bomba de diafragma es la construcción de su cámara de bombeo, que está totalmente libre de aceite, no siendo una fuente de contaminación en el sistema de vacío y, por lo tanto, adecuado como línea de respaldo para una bomba turbomolecular.

La Figura 7 (a) representa un esquemático en sección de una etapa de la bomba de diafragma y la Figura 7 (b) muestra la apertura y el cierre de las válvulas, así como el recorrido y mecanismo de bombeo, durante las cuatro fases de una vuelta completa de la biela (a-d).

2.3.2 Bomba turbomolecular

Wolfgang Gaede, físico alemán, fue el inventor de una turbobomba en 1912, pero Becker desarrolló la actual turbobomba de eje vertical de alta velocidad en el año 1957 [17].

Para que una bomba turbomolecular funcione, se necesita una bomba de respaldo del tipo bomba de diafragma o de paletas rotativas a fin de garantizar un vacío parcial inferior a 1 mbar, ya que, al ser una bomba de alto vacío, no es capaz de comprimir los gases hasta la presión atmosférica. En la actualidad, dado que las bombas turbomoleculares cuentan con etapas de arrastre molecular y su línea de respaldo integrado, el sistema turbo puede alcanzar un nivel de vacío de hasta 1×10^{-10} mbar.

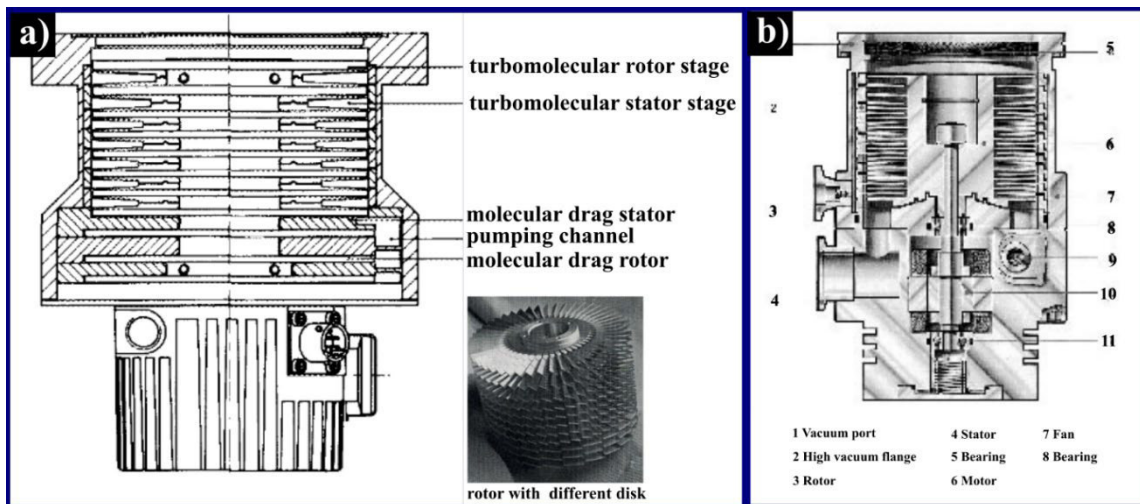


Figura 8. (a) Vista del rotor-estator y los discos de una turbo-bomba [18] y (b) Esquema de una bomba turbomolecular TURBOVAC 151 [16].

El principio de funcionamiento de la bomba turbomolecular es similar al de una turbina de avión. Consiste en un conjunto de discos con aspas, rotores y estatores que, mediante la transferencia de impulso entre las aspas que giran a gran velocidad y las moléculas de gas, consigue expulsarlos hacia el puerto de respaldo, creando o manteniendo las condiciones de vacío. La Figura 8 muestra el perfil transversal de una bomba turbomolecular.

2.3.3 Instrumentos de medición de vacío

El vacuómetro (vacuum gauge) es un dispositivo que mide la presión del gas por debajo de la presión atmosférica; en muchas aplicaciones de vacío, el concepto de presión (fuerza por unidad de área) es irrelevante; en su lugar, es n , la densidad de moléculas del gas residual dentro

de la cámara de vacío, lo que determina si el nivel de vacío es adecuado para una aplicación en específico [19].

Dado que los niveles de vacío cubren un rango de al menos 15 órdenes de magnitud (Figura 6), la existencia de un único tipo de gauge no sería técnicamente posible, ya que son necesarios otros principios físicos de medición como la conductividad térmica, la viscosidad/fluidez y la ionización de los gases para determinar las presiones más bajas (Figura 9).

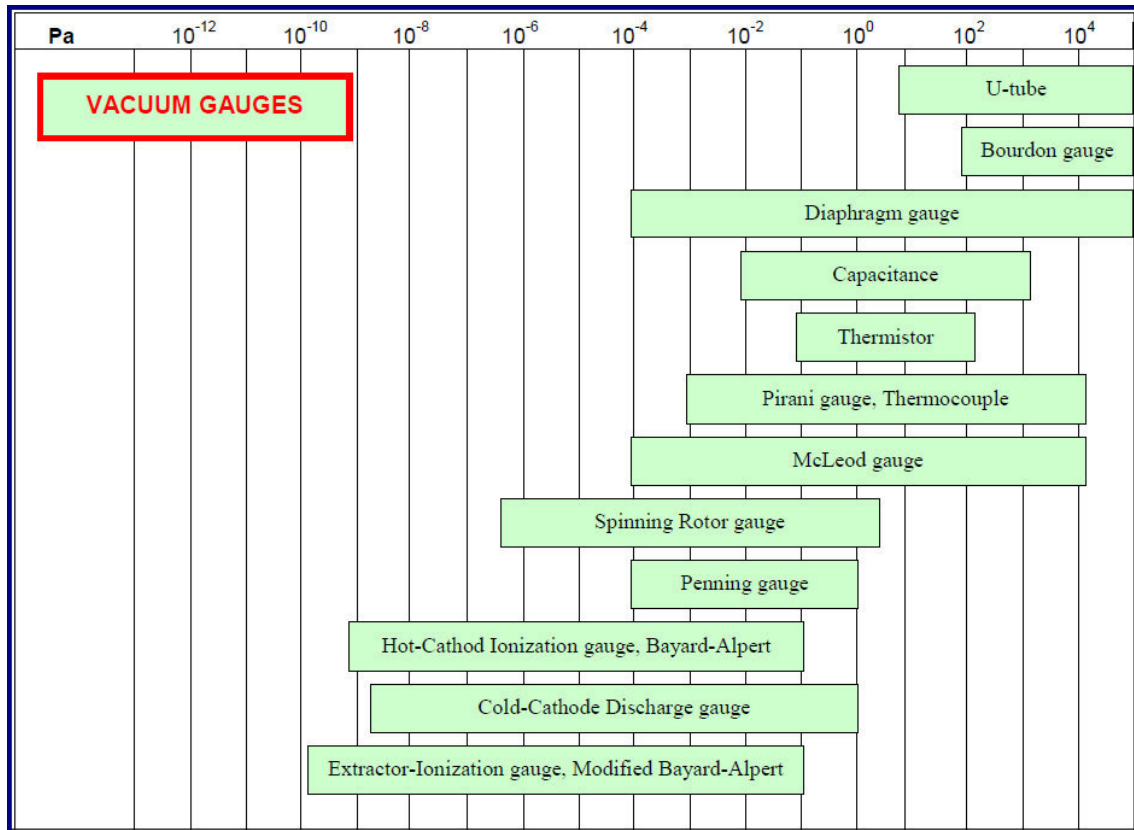


Figura 9. Rangos de presión de medidores de vacío en el intervalo 10^4 a 10^{-12} Pa [20].

Los gauges dependientes de la conductividad térmica que se usaran en el presente trabajo son los del tipo Pirani y cátodo caliente.

- a) Gauge Pirani: El intercambio de calor entre una resistencia de tipo filamento suspendida en el interior de un tubo y el gas expuesto a una presión y , por tanto, a una densidad determinada, es la base del funcionamiento de este gauge (Figura 10 (a)). Se suministra una corriente constante a través del filamento, el efecto Joule calienta el filamento y parte de la energía se pierde en el gas circundante.

Al disminuir la densidad del gas (generación de vacío parcial), la pérdida de calor del filamento hacia las paredes del tubo disminuye y, por tanto, la temperatura del filamento

aumenta (de forma no lineal). Se procede a medir el voltaje a través de la variación de la resistencia del filamento, resistencia que forma parte de un puente Wheatstone, y así determinar la tasa de disipación de energía del gas. Como esta tasa está directamente relacionada con la presión, tenemos una forma de medir la presión en el interior del tubo. La presión más baja que se puede medir es de unos $1 \times 10^{-3} \text{ mbar}$.

- b) Gauge de cátodo caliente: Gauge de alto vacío pero limitado hasta $1 \times 10^{-8} \text{ mbar}$ por el fenómeno de rayos x suaves. Como muestra la Figura 10 (b), los electrones emitidos por el filamento caliente son acelerados hacia la rejilla helicoidal mediante una diferencia de potencial DC, estas chocan con las moléculas de gas y las ionizan. Los iones formados son atraídos por el colector, esta corriente de iones da una medida sobre la densidad del gas y con ello el nivel de vacío [21].

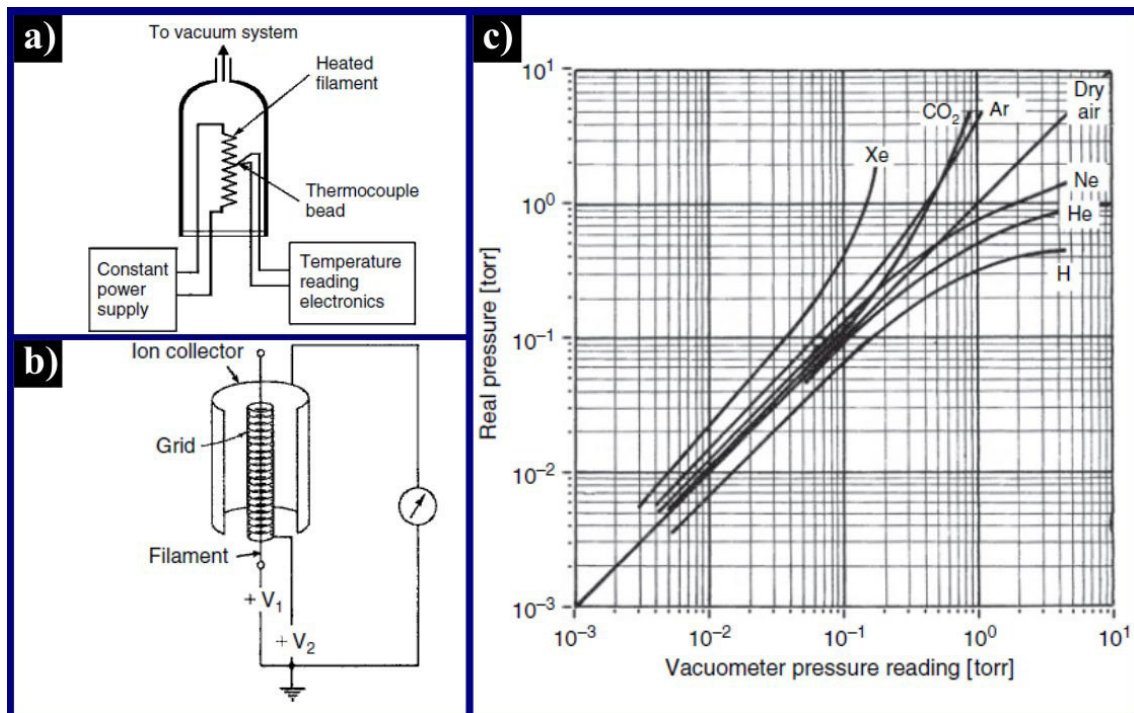


Figura 10. (a) Esquema de un gauge de conductividad térmica (Pirani), (b) Esquema de un gauge de ion (cátodo caliente) y (c) Corrección de presión para un gauge Pirani en diferentes gases. [15].

Ambos tipos de gauge descritos son sensibles a la densidad del gas y a otras características moleculares, por lo que deben calibrarse o ajustarse mediante una tabla de corrección (Figura 10 (c)), ya que cada gas tiene una conductividad térmica diferente. En el Anexo I se describen otros gauges útiles, y para mayores detalles, [22] revisa el principio físico de los diferentes tipos de gauge en la zona de mediano y alto vacío.

2.4 Generación y control de bajas temperaturas

Esta sección cubre los fundamentos del ciclo Gifford-McMahon que desarrolla un criostato para alcanzar los 4.2 K en la zona dewar, y las capacidades del controlador Lakeshore 335 para su medición y control a bajas temperaturas.

2.4.1 Generación de bajas temperaturas

El refrigerador criogénico es un dispositivo capaz de mantener temperaturas por debajo de 120 K, se inventó a principios de los años 60, puede dividirse en dos categorías: ciclo recuperativo y ciclo regenerativo [23]. Un ciclo regenerativo de especial interés es el ciclo Gifford-McMahon, que usando gas helio como sustancia de trabajo bajo una presión oscilante análogo a un sistema eléctrico AC permite obtener y mantener temperaturas criogénicas [24].

La Figura 11 muestra la configuración del módulo criogénico, está formado por el cabezal frío y el compresor, ambos vinculados por mangueras flexibles de helio de alta presión y cables de alimentación eléctrica.

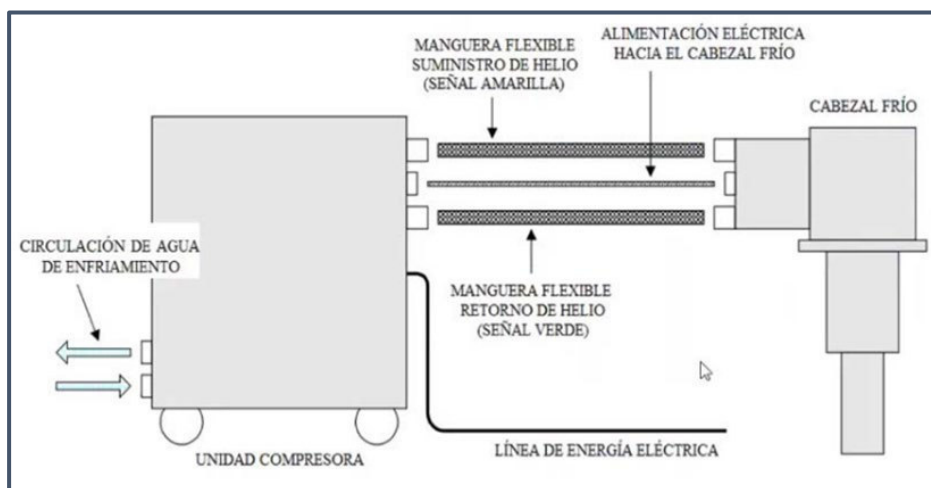


Figura 11. Sistema de refrigeración criogénico (Cryocooler) [25].

De la Figura 11, la generación de temperaturas criogénicas se produce de la siguiente manera: el compresor de helio suministra gas a alta presión al expansor a través de la manguera flexible (señal amarilla), la expansión del gas, proceso que tiene lugar en el cabezal frío mediante el ciclo Gifford-McMahon (aumento de presión, admisión, liberación de presión, escape) produce

el enfriamiento, luego el gas a baja presión se devuelve a través de otra línea de gas (señal verde), donde se renueva a través del compresor Sumitomo F70L. El ciclo cerrado se repite periódicamente hasta lograr temperaturas cercanas a los 4,2 K en el dedo frío.

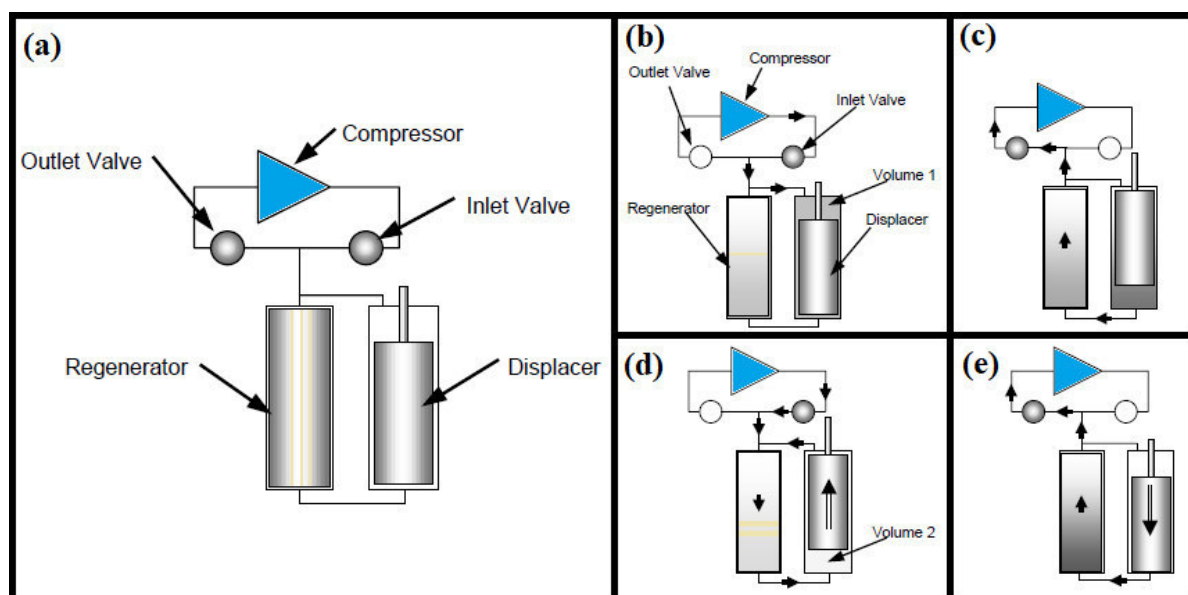


Figura 12. Esquema del ciclo Gifford-McMahon [25].

De la Figura 12, el esquema del ciclo (GM) se describe a continuación:

- Creación de presión: con la apertura de la válvula de entrada, el fluido de alta presión llena los espacios V_1 y V_2 (regenerador) a un volumen constante como se muestra en la Figura 12 (b).
- Admisión: en la Figura 12 (c), se observa que el desplazador sube desplazando el gas de V_1 a V_2 (regenerador) a una presión constante. El volumen del espacio frío V_2 (regenerador) aumenta a medida que disminuye el volumen del espacio caliente (V_1).

El desplazador está conectado a un mecanismo de accionamiento para que pueda funcionar recíprocamente en el cilindro. Los dos volúmenes V_1 y V_2 , uno por encima y el otro por debajo del desplazador, pueden variar de cero a máximo, pero el volumen total permanece constante.

- Liberación de presión y expansión: de la Figura 12 (d), la válvula de entrada está cerrada y la válvula de salida está abierta. Esto lleva a una expansión del gas, reduciendo la presión, esta expansión produce una disminución de temperatura.

- Escape: el desplazador retrocede, reduciendo el volumen del espacio frío V2, ver Figura 12 (e). El ciclo continuo nuevamente produciendo temperaturas cada vez más bajas.

De este modo, el criostato de ciclo cerrado proporciona una refrigeración estable a temperaturas criogénicas durante largos periodos de tiempo, sin la necesidad de utilizar líquidos criogénicos.

2.4.2 Sensores de temperatura criogénicos

La zona dewar y la zona porta-muestra de un criostato requieren mediciones precisas de temperatura en 4.2 K a 300 K para controlar y supervisar el enfriamiento y calentamiento de la muestra en estudio. Para ello, se han desarrollado diversos dispositivos para medir la temperatura en zonas criogénicas.

Los termómetros de resistencia NTC (coeficiente de temperatura negativo), como la resistencia de carbono, la resistencia de germanio, la resistencia Cernox y los termómetros de resistencia PTC (coeficiente de temperatura positivo), como la resistencia de platino, la resistencia de platino-cobalto y la resistencia de rodio-hierro, se han utilizado ampliamente [26].

Los termómetros de diodos de silicio, GaAs y GaAlAs por su parte resultan útiles pues la curva “I-V” depende de forma particular con la temperatura, un ejemplo es la curva del sensor diodo de silicio DT-670, que mediante una ecuación con los polinomios de Chebychev puede reproducir su curva “I-V”, ver Anexo II.

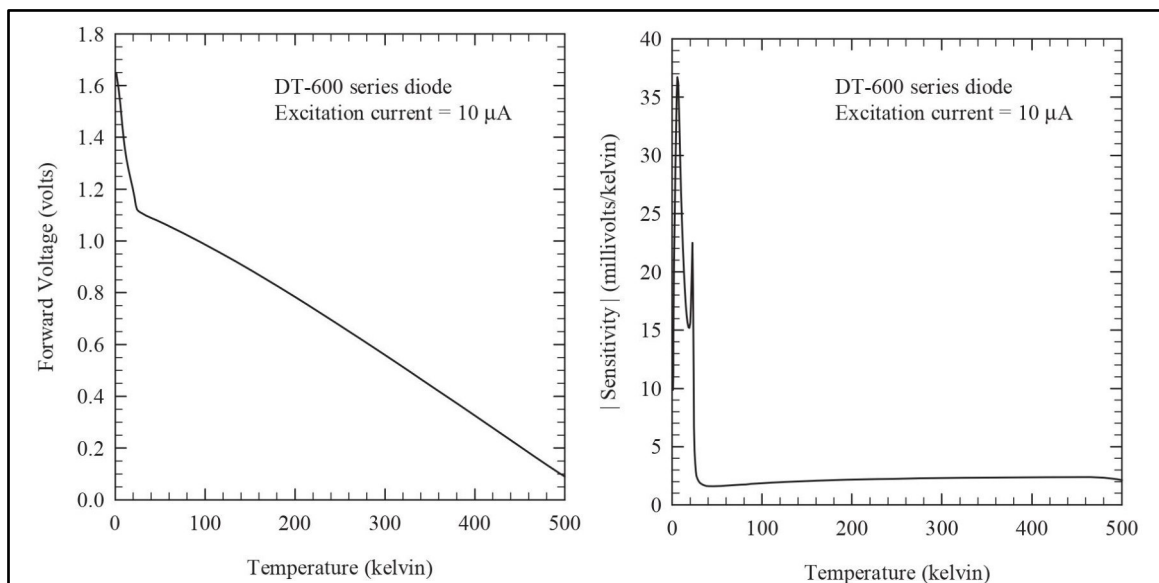


Figura 13. Voltaje y sensibilidad en función de la temperatura para el termómetro DT-600 [27].

Al momento de seleccionar un sensor de temperatura criogénico, deben tomarse en cuenta ciertas consideraciones, como la precisión, la banda de incertidumbre, la reproducibilidad, el tiempo de respuesta, el rango de temperatura, el tamaño y empaquetado disponible, el rendimiento en presencia del campo magnético y otras condiciones ambientales del entorno [28]. Es de especial interés resaltar las características del sensor de temperatura diodo de silicio de la serie DT-600, la Figura 13 muestra su curva estándar a una corriente de excitación = $10 \mu A \pm 0,05\%$.

2.4.3 Control de temperatura PID

En los sistemas de control industrial, un control PID (proporcional-integral-derivativo) es un mecanismo de realimentación de bucle. El algoritmo PID calcula un valor denominado "error" en función de la diferencia entre una variable del proceso medida y el punto de consigna deseado y, a continuación, ajusta la entrada de control del proceso para reducir el error [29]. La lógica de control PID (ajustado a las características del sistema) es la aplicación correcta de tres formas de medidas: proporcional, integral y derivativa.

La salida del proceso es igual a la suma de las contribuciones de estos tres parámetros P, I y D. La Figura 14 muestra el diagrama de bloque PID y la ecuación 2.8 muestra lo que ocurre cuando la salida del proceso se define como $u(t)$:

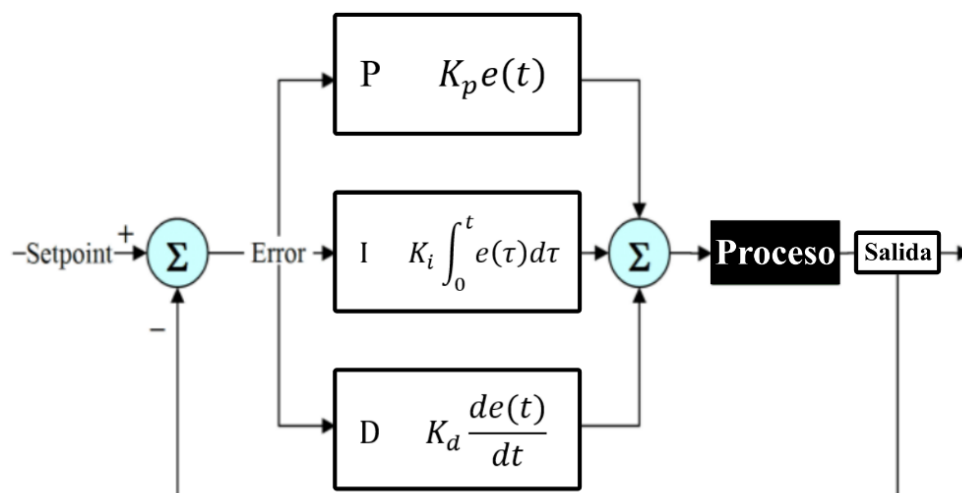


Figura 14. Diagrama de bloque PID.

$$u(t) = K_p e(t) + K_i \int_0^t e(\tau) d\tau + K_d \frac{de(t)}{dt} \quad 2.8$$

- Parámetro Proporcional (Ganancia del controlador K_p): Un cambio en la entrada (variable controlada) que es proporcional al error de control se determina por la acción proporcional (P).
- Parámetro Integral (Tiempo integral K_i): La acción integral (I) elimina el offset determinando un cambio en la entrada proporcional al error integrado.
- Parámetro Derivativo (Tiempo de derivación K_d): Un cambio en la entrada proporcional a la derivada de la variable controlada se determina por la acción derivativa (D).

Diseñar un modelo de proceso, y luego sintonizar un lazo PID utilizando P, I, y D dependiendo de los parámetros del modelo dinámico, es frecuentemente el método más efectivo. Hoy en día, los sistemas criogénicos emplean diversos modos de control de temperatura. Los modos de control de temperatura empleado en el presente trabajo son el control PID de bucle cerrado y el control ON-OFF.

El controlador de temperatura Lake Shore 335 [30] es un dispositivo inteligente que cuenta con ambas funcionalidades, y que permite establecer una temperatura objetivo de manera estable durante el proceso de experimentación. El ajuste de la cantidad de potencia suministrada al heater (elemento calefactor) para mantener el bloque térmico (zona porta muestra) a la temperatura requerida es un ejemplo común de un bucle de control de temperatura PID en el sistema criogénico.

Ejemplo del control PID para la zona porta-muestra del sistema criogénico

Variar la temperatura del bloque térmico (enlazado térmicamente al dedo frío 4.2 K) suele implicar el aumento, la reducción o el cese del porcentaje de voltaje que llega al heater. El sensor de temperatura transmite una señal analógica al controlador para medir la temperatura. En base a esta realimentación, se realiza una acción de control para aumentar o disminuir el porcentaje de voltaje suministrada al heater hasta que la temperatura del proceso alcance el nivel prefijado.

La determinación del valor del proceso equivale a la medición de la temperatura del bloque térmico. El punto de consigna se refiere a la temperatura deseada 'set-point'. La variable modificada es la entrada del proceso (en este caso, el porcentaje de voltaje suministrado al heater). El error (e) es la diferencia entre la medición de la temperatura y el punto de consigna, e indica si la temperatura del bloque térmico está demasiado alta o baja y en qué medida.

- **Acción proporcional:** El controlador decide cuándo y cuánto variar el porcentaje de voltaje suministrado al heater después de monitorear la temperatura y calcular el error. Si se desea una temperatura baja o muy alta para el bloque térmico, el controlador puede aumentar ligeramente el porcentaje de voltaje suministrado al calentador o suministrar el 100% de voltaje.
- **Acción integral:** Si el bloque térmico no se calienta lo suficientemente rápido, el controlador intentará acelerar el proceso aumentando gradualmente el porcentaje del voltaje suministrado al heater.

En algunos sistemas, cuando sólo se utilizan métodos de control proporcional e integral, la temperatura del bloque térmico puede oscilar entre diferentes temperaturas en torno a un mismo punto ya que el controlador ajusta el porcentaje de voltaje suministrado al heater con demasiada rapidez, sobre compensando o sobrepasando el punto de consigna.

- **Acción derivativa:** El controlador puede querer amortiguar las futuras oscilaciones previstas para alcanzar la temperatura deseada de forma gradual. En consecuencia, el controlador puede optar por atemperar sus valores para compensar este efecto.

La búsqueda de los parámetros de control PID puede llevar mucho tiempo. La función Autotune del dispositivo Lakeshore 335 automatiza el proceso de sintonización calculando los valores óptimos de sintonización P, I y D basados en las características del sistema y en algunas suposiciones sobre sistemas criogénicos típicos [13].

2.5 Técnica de 4 puntas para la medición de la resistividad eléctrica

El estudio de materiales cerámicos, como el YBCO, es actualmente de gran interés para aplicaciones de ingeniería y conocer su resistividad eléctrica permite realizar parte de la investigación sobre sus propiedades de transporte. La técnica de 4 puntas determina de forma precisa la resistividad eléctrica de muestras sólidas y consiste en cuatro electrodos eléctricos colocados sobre el sólido en diferentes configuraciones [31]. En la configuración lineal, los contactos se disponen sobre la superficie del material a lo largo de una línea recta y convenientemente separados, mediante una fuente de CC (corriente continua) o CA (corriente alterna) se inyecta corriente a los 2 electrodos externos, se mide la diferencia de voltaje

desarrollada en los 2 electrodos internos y mediante la ley de ohm junto con los factores de corrección se obtiene la resistividad eléctrica del sólido.

La Figura 15 muestra la disposición de las cuatro puntas (electrodos) para la determinación de la resistividad eléctrica de un sólido.

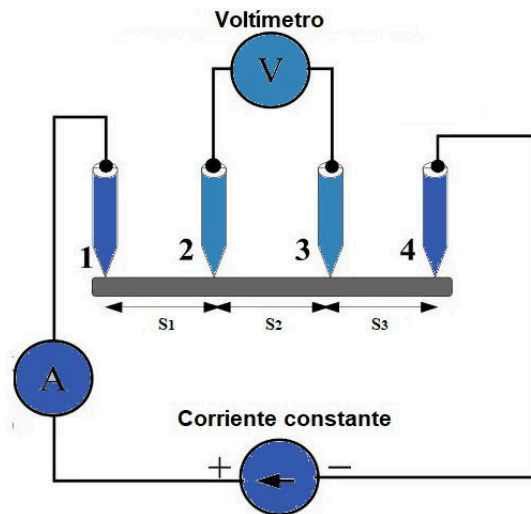


Figura 15. Diagrama de las posiciones de las puntas (electrodos).

Para encontrar la resistividad, es necesario considerar la forma de cómo se dispersa la corriente en el material; un caso de ejemplo es una muestra con un espesor apreciable donde la dispersión es semiesférica o una muestra con un espesor muy fino donde la dispersión de corriente es en forma cilíndrica, ver Figura 16.

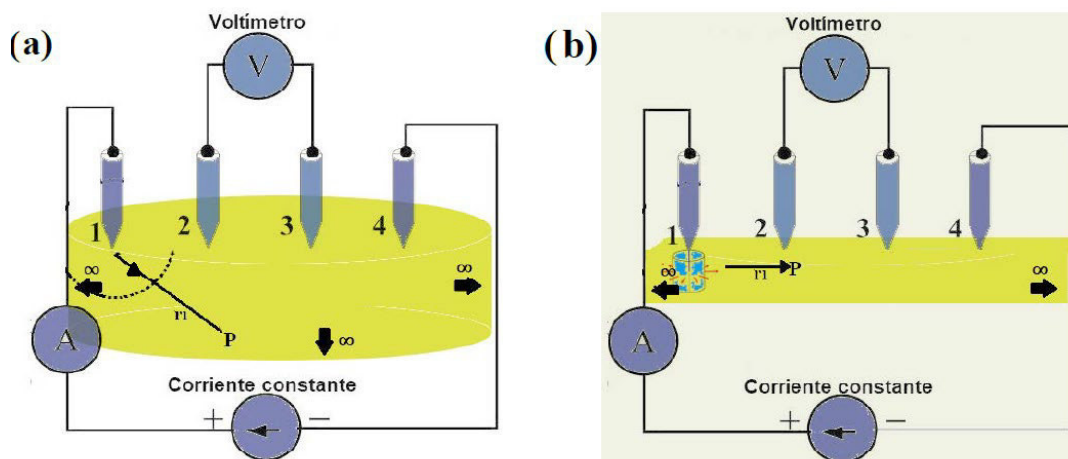


Figura 16. Dispersión de la corriente en un material 3D semi-infinito y una película 2D infinita [31].

Caso 1: Sea un material ideal 3D semi-infinito, homogéneo e isótropo, la corriente inyectada se propaga esféricamente desde la punta 1 y retorna a la punta 4, como se aprecia en la Figura 16 (a). A una distancia r_1 de esta punta, la densidad de corriente viene dada por:

$$j = \frac{I}{2\pi r_1^2} \quad 2.9$$

, y produce un campo eléctrico:

$$E = \rho \frac{I}{2\pi r_1^2} \quad 2.10$$

Sea,

$$E(r) = \rho \frac{I}{2\pi r} = -\frac{dV}{dr} \quad 2.11$$

Por integración en ambos lados, el potencial V_0 ubicado en r_1 del material es:

$$\int_0^{V_0} dV \rightarrow -\rho \frac{I}{2\pi} \int_0^{r_1} \frac{dr}{r^2} \rightarrow V_0 = \rho \frac{I}{2\pi r_1} \quad 2.12$$

Como se aprecia en la Figura 16 (a), hay dos puntas portadoras de corriente, numeradas 1 y 4.

Sea el potencial V_0 situado en un punto arbitrario del material. V_0 es la diferencia entre el potencial inducido por las puntas 1 y 4, ya que portan una corriente de igual magnitud, pero en sentidos opuestos. Por tanto:

$$V_0 = \rho \frac{I}{2\pi} \left(\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \quad 2.13$$

Donde:

- r_1 = distancia desde un punto arbitrario a la punta número 1.
- r_2 = distancia desde un punto arbitrario a la punta número 4.

Sea el potencial V_0 , ahora ubicado en la posición 2 y 3, y de acuerdo al escenario mostrado en la Figura 15, tenemos:

$$V_{02} = \rho \frac{I}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} \right) \quad 2.14$$

$$V_{03} = \rho \frac{I}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_3} \right) \quad 2.15$$

La diferencia de potencial entre las puntas 2 y 3 es entonces:

$$\Delta V = V_{02} - V_{03} = \rho \frac{I}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} + \frac{1}{s_3} \right) \quad 2.16$$

Cuando la configuración de las puntas es igualmente espaciada, es decir, $s_1 = s_2 = s_3$, lo anterior se simplifica:

$$\rho = 2\pi \frac{\Delta V}{I} s \quad 2.17$$

Caso 2: Cuando el espesor t de la muestra es mucho menor comparado con las distancias entre las puntas, en este caso $t \ll s$, la corriente inyectada se propaga cilíndricamente desde la punta 1 y retorna a la punta 4, ver Figura 16 (b). Por lo tanto, a una distancia r_1 de esta punta(electrodo) la densidad de corriente viene dada por:

$$j = \frac{I}{2\pi r_1 t} \quad 2.18$$

y realizando los pasos anteriores como en el caso 1, la diferencia de potencial entre las puntas 2 y 3 es entonces:

$$\Delta V = V_{02} - V_{03} = \rho \frac{I}{2\pi t} \left(\ln \frac{s_1}{s_2 + s_3} - \ln \frac{s_1 + s_2}{s_3} \right) \quad 2.19$$

Cuando la configuración de las puntas es igualmente espaciada, es decir, $s_1 = s_2 = s_3$, lo anterior se simplifica:

$$\rho = \frac{\pi t \Delta V}{\ln 2 I} \quad 2.20$$

Así, la resistividad para el caso 2 es independiente de la separación de las puntas(electrodos).

La no uniformidad de la distribución de la densidad de corriente en el material conduce a factores de corrección en la resistividad medida.

$$\rho = F \frac{\Delta V}{I} \quad 2.21$$

Donde $F = F_1 \cdot F_2 \cdot F_3$ mide los efectos de la disposición geométrica de las puntas (electrodos) y la geometría del material [32].

- Efecto del espesor del material F_1 .
- Efecto de las puntas en la proximidad - borde de la muestra F_2 .

- Efecto de las dimensiones laterales finita de la muestra F_3 .

Una variación de la técnica de 4 puntas muy exitosa y extendida es el método de van der Pauw [33], donde las cuatro puntas son puestos en la periferia de la muestra plana de forma arbitraria y tomando las tres siguientes consideraciones:

- El espesor de la muestra debe ser homogéneo y de dimensiones reducidas en relación con las distancias entre las puntas (electrodos).
- El material no debe tener huecos o islas de material muy conductor.
- El diámetro de las puntas de contacto (electrodos) debe ser pequeño en comparación con la superficie de la muestra.

, ofrece la posibilidad de determinar la resistividad eléctrica del material sin conocer el patrón de dispersión de la corriente. De la Figura 17, utilizando dos configuraciones de medición diferente, los cuales pueden ser operados con dos sentidos de corriente diferentes.

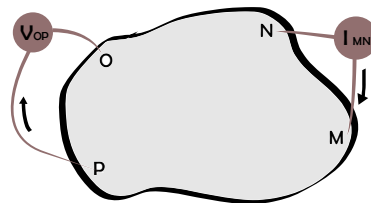


Figura 17. Muestra sólida con cuatro contactos eléctricos M, N, O y P.

En la primera medición: Se aplica una corriente en los contactos M y N (fuente y sumidero) y se mide la diferencial de potencial entre O y P, el cociente se denota por $R_{MN,OP}$. En la segunda medición, los contactos se intercambian cíclicamente, ahora la corriente pasa por N y O y se mide la diferencia de potencial entre M y P, el cociente se denota por $R_{NO,MP}$. van der Pauw [33] concluyó que, dadas estas dos mediciones $R_{MN,OP}$ y $R_{NO,MP}$, la resistividad específica puede hallarse resolviendo la siguiente ecuación 2.22 no lineal:

$$e^{-\pi \frac{t}{\rho}(R_{MN,OP})} + e^{-\pi \frac{t}{\rho}(R_{NO,MP})} = 1 \quad 2.22$$

Capítulo 3

Metodología

Este capítulo presenta el proceso de instalación y puesta en marcha de un sistema criogénico junto con sus equipos auxiliares (Bomba turbomolecular, sistema chiller, Nano-Voltímetro), con ello la generación de vacío 1×10^{-5} mbar y temperaturas criogénicas de hasta 4,2 K en la zona dewar, su medición y control con el apoyo del dispositivo Lakeshore 335, el desarrollo de un instrumento virtual mediante el ordenador para la comunicación de todos los equipos implicados y finalmente la preparación de los contactos eléctricos sobre la muestra $\text{S1Fe}(1\%\text{Fe})$ para las primeras medidas de resistividad eléctrica a bajas temperaturas.

3.1 Instalación del sistema criogénico

Inicialmente, el sistema se encontró desacoplado y no operativo debido a la falta de equipos auxiliares, herramientas y accesorios criogénicos. La Figura 18 muestra el estado en el que se encontró el sistema criogénico.

Se puede observar que no tiene ninguna conexión con las demás partes del sistema y que tanto el cabezal del criostato como el compresor de helio no presenta algún soporte rígido que lo ancle al suelo y evite la transmisión de vibraciones mecánicas al entorno del laboratorio y en especial la labor de toma de medidas experimentales.

En esta sección se describe el proceso de instalación del soporte mecánico del cabezal frío, la instalación del sistema de vacío, el sistema chiller y, por último, el acoplamiento del cabezal frío con la unidad compresora Sumitomo F70-L.

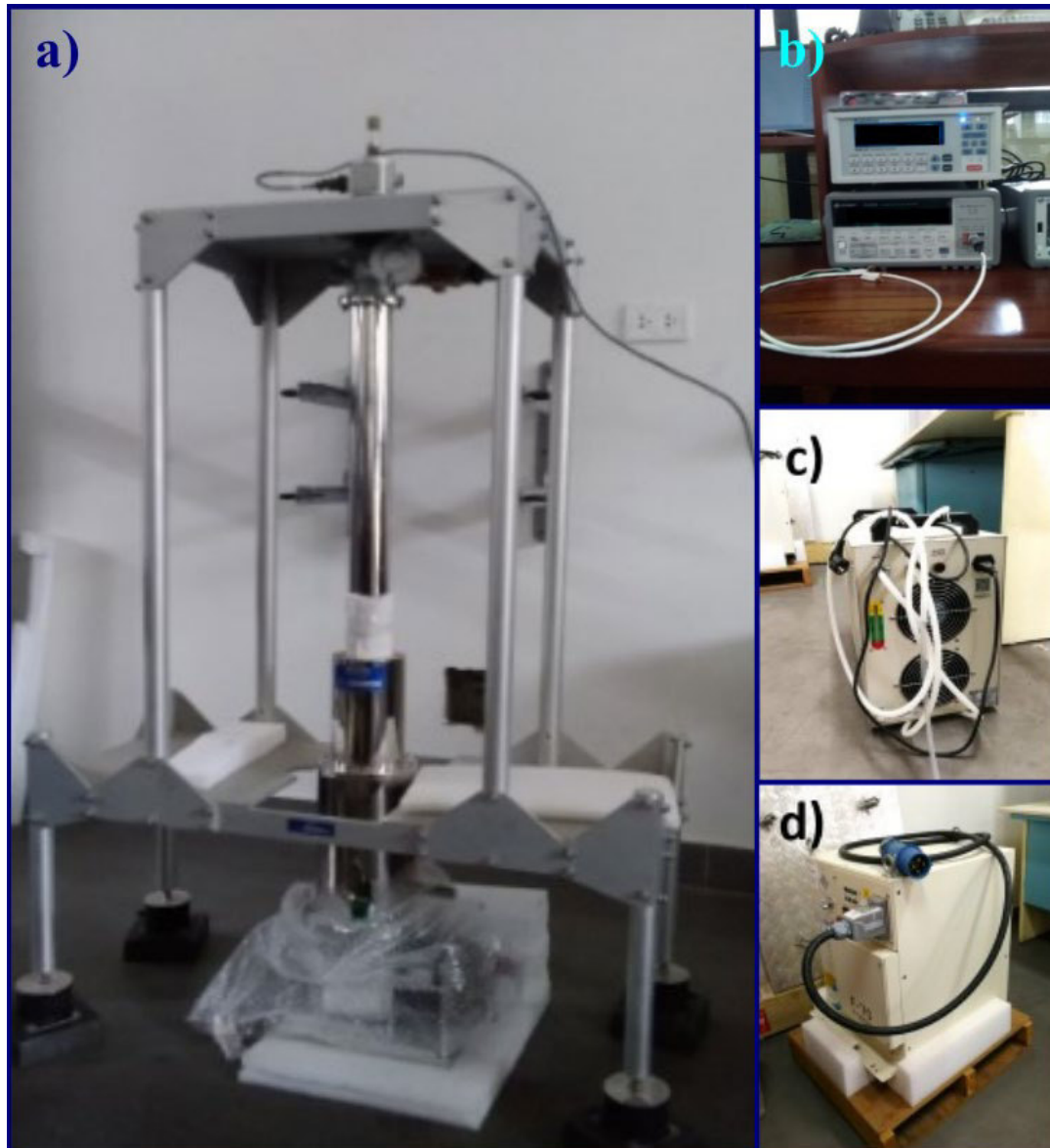


Figura 18. Estado inicial del sistema criogénico ubicado en el laboratorio del grupo de investigación de Materiales Funcionales de la Unidad de Posgrado de Física – UNMSM (agosto 2021).

3.1.1 Instalación del soporte mecánico del cabezal frío

Reconocido el estado inicial de los equipos que integra el sistema criogénico y completado una serie de materiales y herramientas necesarias para su instalación, como pernos de acero inoxidable, tarugos, herramientas como taladro y amoladora, brocas para cemento, disco de corte, lámina de caucho de nitrilo, etc., se dio inicio con la instalación.

Primero, se procedió con el anclaje del soporte mecánico a la pared y que este fije verticalmente la cámara de aislamiento térmico del sistema, ver Figura 19.

A continuación, se niveló el cabezal frío (SRDK Series CRYOCOOLER RDK-408D2) al suelo, como intermedio se colocaron dos planchas de caucho de nitrilo de 15 mm de espesor con la finalidad de atenuar las vibraciones mecánicas que genera cuando entra en funcionamiento pues su construcción interna compone de un motor eléctrico, pistón y émbolo.



Figura 19. Esquema de trabajo para el anclaje del cabezal frío (SRDK Series CRYOCOOLER RDK-408D2).

Finalizado el anclaje y nivelación del cabezal frío, se procedió a completar la estructura con el resto de planchas metálicas. A su vez, se llevó a cabo un proceso de limpieza, ya que el proceso de instalación generó virutas metálicas y restos de hule debido a las pequeñas operaciones de mecanizado realizadas pues las piezas exteriores no encajaban de forma ideal con la estructura principal.

3.1.2 *Instalación del sistema de vacío*

El sistema criogénico (Figura 18) requiere un vacío mínimo de 1×10^{-4} mbar en la zona dewar y un vacío mecánico de 1×10^{-3} mbar en la zona porta muestra, ambas zonas cuentan con una válvula de vacío con el adaptador NW-25. Para el sistema de vacío, se dispone de (Figura 20):

- (a) 1 bomba Turbo TPS-mini AGILENT modelo 9699180 con s/n IT20024011.
- (b) 1 sensor de vacío modelo FRG-700 con s/n LI1826F070 (estado No operativo).
- (c) 1 válvula manual en ángulo recto para aislamiento al vacío.
- (d) 1 manguera de vacío flexible de acero inoxidable NW-25 de 2 m de longitud.

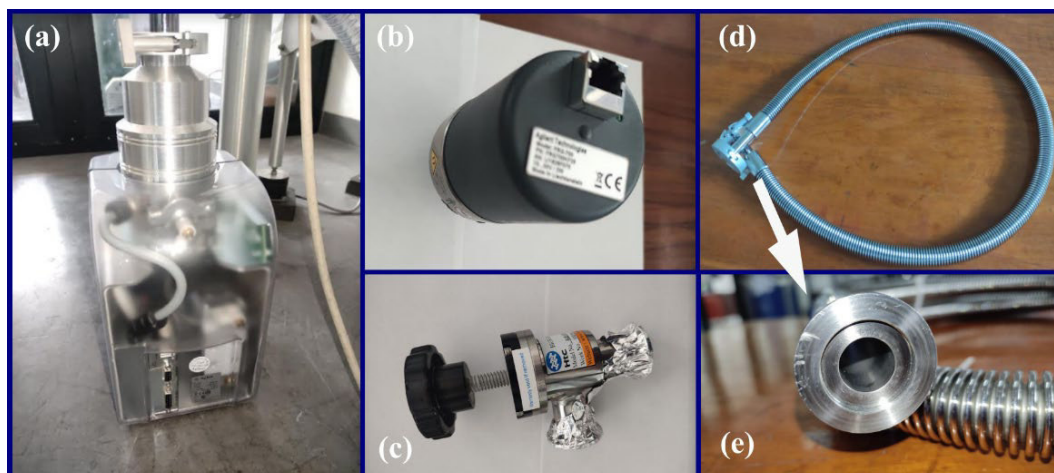


Figura 20. Bomba turbomolecular en su estado inicial, con sus componentes auxiliares.

La turbo TPS-mini AGILENT modelo 9699180, ver Figura 20 (a) es una versión "mini" de una bomba turbomolecular. Debido a las dimensiones de la zona dewar o de la zona porta muestra, el acoplamiento con una manguera de vacío de 2 m de longitud sería desproporcionado para su capacidad de bombeo [34]. Afectaría al rendimiento y el tiempo para obtener el vacío requerido. Además, como se muestra en la Figura 20 (d), uno de los extremos de la manguera de vacío con brida NW-25 tiene pequeños arañazos (defecto de fábrica o de envío); este es un factor que imposibilitó la obtención del vacío requerido para la zona Dewar, por ejemplo.

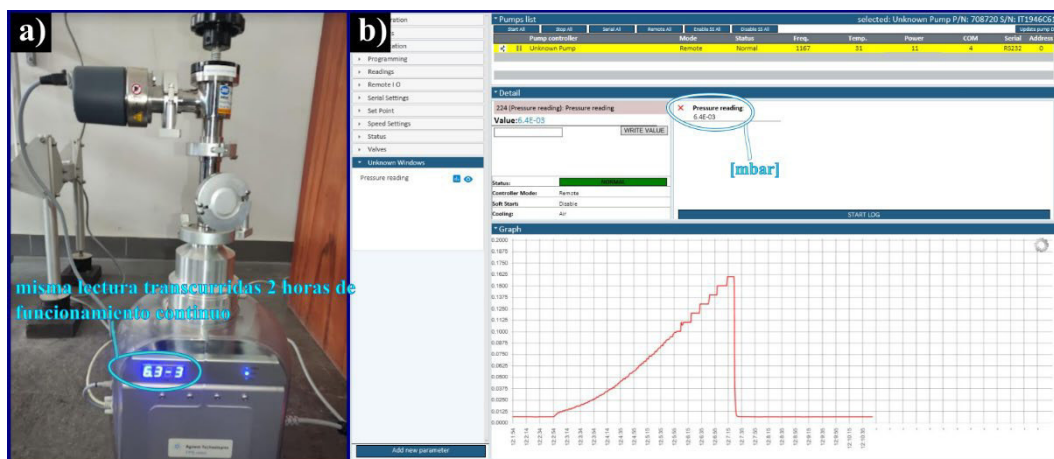


Figura 21. (a) Esquema de conexión de la bomba turbo TPS-mini AGILENT modelo 9699180 con su sensor de vacío modelo FRG-700, (b) Gráfica de vacío vs tiempo con el software A-Plus v2.0.2 Agilent.

Otro detalle técnico que se presentó en la instalación del sistema de vacío es el relativo al sensor Pirani modelo FRG-700 (Figura 20 (b)) pues vino con defecto de fábrica. Como se muestra en la Figura 21 (a), el sensor no podía leer un vacío inferior a $6.3 \times 10^{-3} \text{ mbar}$. En un primer momento se sospechó de posibles fugas en los acoplamientos 'O'Rings con las bridas.

Para descartarlo, se redujo el número de acoplamientos al mínimo, y la lectura seguía siendo de $6.3 \times 10^{-3} \text{ mbar}$. Se necesitaba un segundo sensor de vacío capaz de leer en ese rango para descartar la causa del porqué no se lograba leer un vacío inferior.

Con fecha septiembre de 2021, se pudo localizar el segundo sensor con el principio de medición de cátodo caliente (Figura 22 (a)). El detalle fue que no era compatible con el indicador de la turbobomba Agilent. Entonces se procedió con intervenir en la electrónica del sensor y capturar la señal analógica generada cuando este entraba en funcionamiento, ver Figura 22 (b-c).

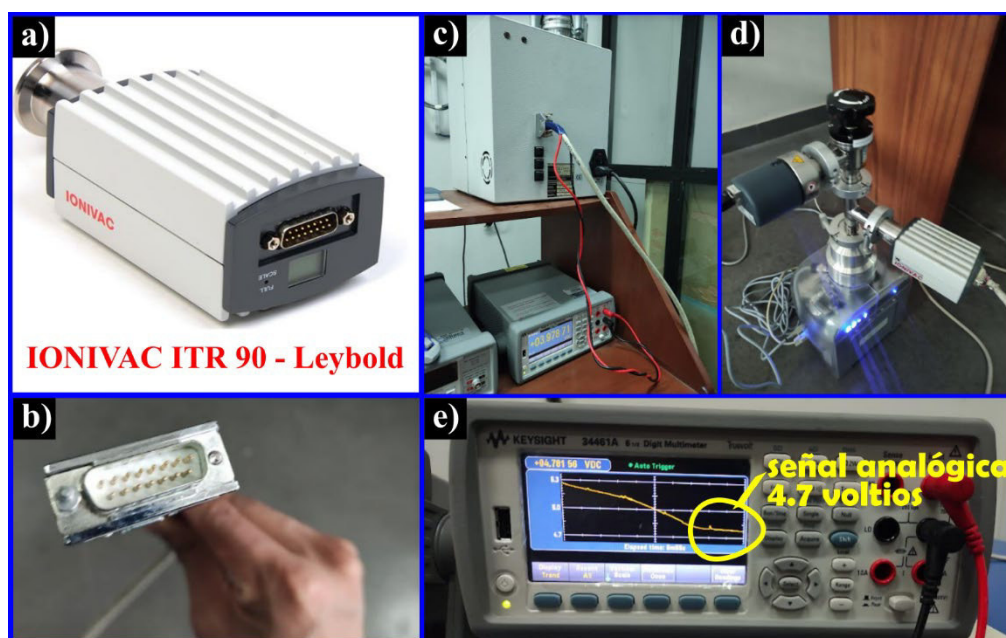


Figura 22. (a) Sensor Ionovac ITR 90 – Leybold, (b) Interface RS232C, (c) Conexión eléctrica entre el sensor ITR-90 y el multímetro Keysight 34461A, (d) Prueba de vacío con el sensor ITR-90, (e) Lectura de la señal analógica generada por el sensor ITR-90.

Como se muestra en la Figura 22 (d), el sensor Ionovac ITR-90 está acoplado a través de una pieza en forma de T con la turbobomba. A presión atmosférica, se registra un valor de 10 voltios en la salida del sensor Ionovac mediante el multímetro. Cuando la turbobomba entra en funcionamiento, esta señal analógica disminuye logarítmicamente, el multímetro registra una lectura de 4,7 voltios. Utilizando la tabla de conversión dada por el manual del sensor de vacío [35], este voltaje representa un nivel de vacío de $1 \times 10^{-4} \text{ mbar}$, ver Anexo III.

Este valor significa que tanto la turbobomba como el sensor están operativos y dan luz verde para continuar con el proceso de instalación. A continuación, acoplamos la turbobomba Agilent y el sensor ITR-90 con la válvula de vacío de la zona dewar. Para ello, se utilizó la manguera flexible con bridas NW-25 disponible.

El detalle es que la manguera, además de tener una longitud de 2 m como se muestra en la Figura 20 (d), tiene finos arañazos, esto podría ser insignificante, pero a un nivel de vacío inferior a 1×10^{-3} mbar, es perceptible.

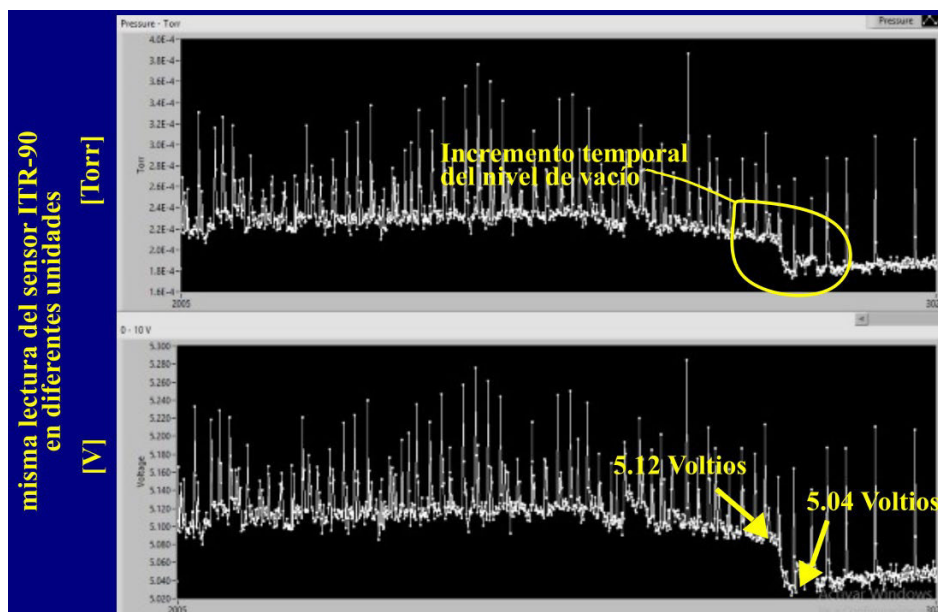


Figura 23. Gráficos de nivel de vacío y voltaje en función del tiempo durante la localización de fugas en la línea de vacío.

Esto se comprobó con la variación del valor de la presión de vacío justo al añadir alcohol isopropílico en las juntas de las bridas, véase la Figura 23. El aumento temporal de la presión de vacío, a primera vista, es positivo, pero se debió a que el alcohol cumple la función de sellador temporal de las “micro fugas”, pero después de 10 min, la situación volvió como estaba en un inicio.



Figura 24. Proceso de construcción de mangueras de vacío con materiales ubicados en Lima - Perú.

Por lo tanto, fue necesario construir dos nuevas mangueras, con longitudes proporcionales a la capacidad técnica de la bomba turbomolecular y a los requerimientos de la zona dewar y zona porta muestra; la Figura 24 muestra el proceso de fabricación.

Teniendo operativo la bomba turbomolecular, las líneas de vacío y los complementos de sellado, se continuó con acoplarlo al sistema de vacío del criostato. Para ello, lo primero que se realizó fue la limpieza con papel whatman y alcohol isopropílico de todas las bridas junto con los anillos 'O' rings, después se untó con una pequeña capa de grasa de vacío y se procedió con las abrazaderas de tuerca de mariposa al acoplamiento con las válvulas de vacío de la zona dewar y la zona porta muestra, la Figura 25 muestra el proceso realizado.



Figura 25. Acoplamiento de las mangueras de vacío con las válvulas con brida NW-25 del criostato.

La zona porta muestra registró una presión de vacío de -29 in. Hg , lo cual es correcto para esta zona, la zona dewar pudo alcanzar un nivel de vacío en el rango de $1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ (Figura 26) cuando se colocó a 12 horas de bombeo continuo, el mínimo necesario para la puesta en marcha del sistema criogénico es del rango $1 \times 10^{-4} \text{ mbar}$ [25]. Por lo tanto, se superó la presión de vacío requerida.

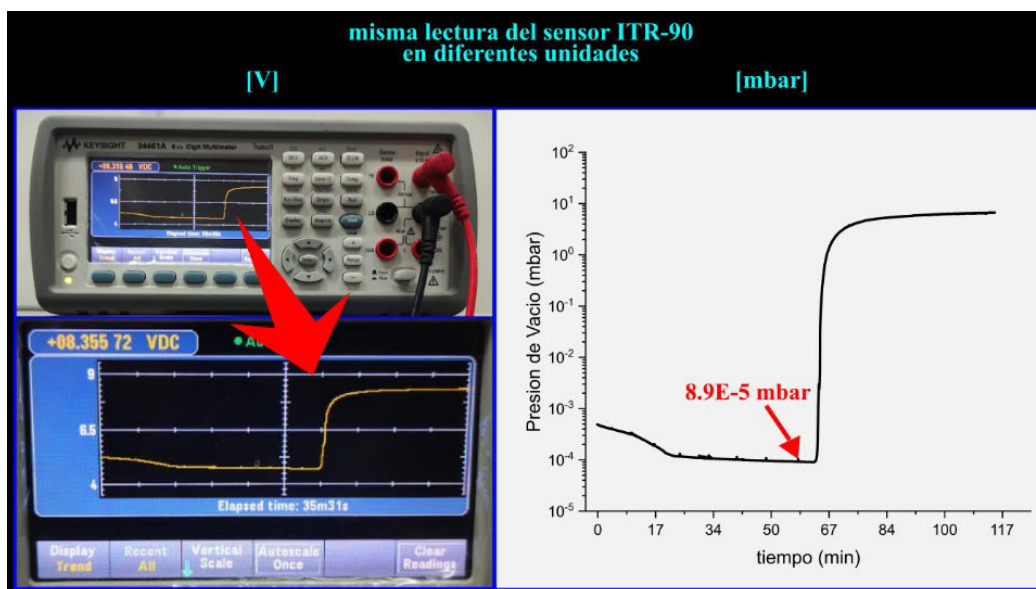


Figura 26. Generación de vacío en la zona dewar.

3.1.3 Instalación del sistema chiller

El sistema chiller desempeña la función de enfriar el intercambiador de calor de la unidad compresora Sumitomo F-70L, calor que se genera cuando el compresor entra en funcionamiento y extrae continuamente helio a baja presión de la línea de retorno del cabezal frío, y que luego pasa a comprimir, enfriar y limpiar del lubricante de proceso para luego entregarlo a través de la línea de suministro de alta presión del cabezal frío y conseguir con ello que la segunda etapa del mismo alcance los 4,2 K de temperatura.

Por lo tanto, es indispensable tener un sistema chiller en óptimas condiciones. De la Figura 27, debido a que el sistema chiller y el módulo de enfriamiento de la unidad compresora estuvieron almacenados durante un período considerable, se decidió realizar un mantenimiento integral de todas las líneas que intervienen en el proceso de enfriamiento.



Figura 27. Condiciones iniciales del módulo de enfriamiento del compresor F-70L y el sistema chiller.

La Figura 28 muestra cómo se llevó a cabo esta tarea, y se utilizó agua de la calidad requerida por el manual del equipo [36]. Requisitos de enfriamiento por el compresor:

- Temperatura de entrada del agua de enfriamiento: 5° C a 25° C.
- Temperatura de salida del agua: 45° C máximo (Si excede, desconexión automática).
- Flujo del agua de enfriamiento: 6 a 9 L/min.

Una vez terminada la limpieza, se cerró el circuito y se llenó proporcionalmente 50/50 con agua y refrigerante etilenglicol.



Figura 28. Limpieza y carga de líquido refrigerante en las zonas del sistema de enfriamiento chiller.

3.1.4 Acoplamiento del cabezal frío con el compresor F70-L

Culminado con la instalación del soporte mecánico, el sistema de vacío y el sistema chiller, entonces se procedió con el acoplamiento del compresor Sumitomo F70-L al cabezal frío.

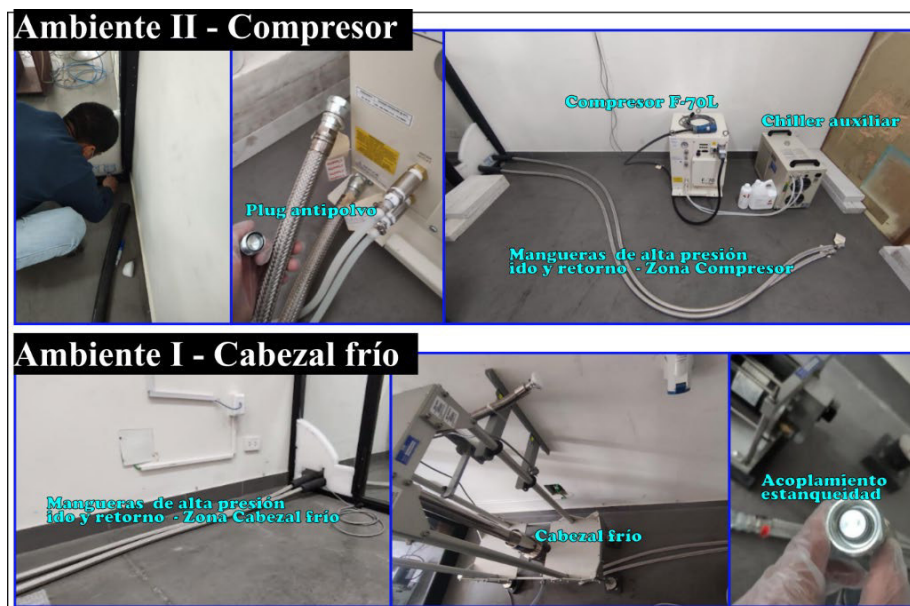


Figura 29. Acondicionamiento de los ambientes I y II para el acoplamiento del compresor con el cabezal frío.

Para ello, primero se estableció las condiciones necesarias para su instalación y funcionamiento como; una fuente de alimentación trifásica que especifica el manual del equipo [36], las llaves para el acoplamiento de las mangueras flexibles de alta presión con el cabezal frío y la correcta ubicación del compresor, pues este equipo genera vibraciones al suelo.

Reunido las condiciones necesarias. se procedió entonces con la instalación del compresor de helio y la conexión eléctrica para su respectiva sincronización con el cabezal frío bajo el ciclo GIFFORD-MCMAHON, y para ello lo primero fue ubicar la posición de las mangueras de helio de alta presión de ida y retorno, como el compresor de helio debe estar lejos del cabezal frío se decidió colocarlo en el ambiente II, ello demandó por lo tanto realizar un pequeño forado de la estructura que separa los ambientes, en la Figura 29 se muestra el trabajo realizado.

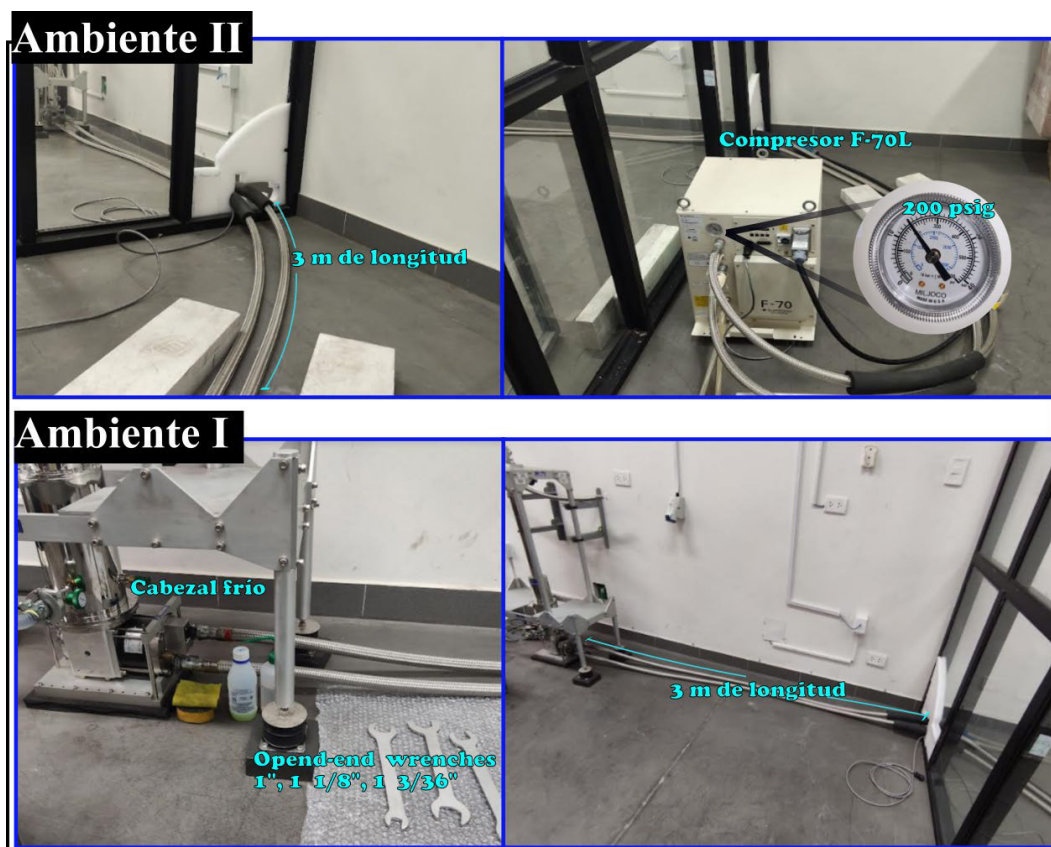


Figura 30. Acoplamiento del compresor con el cabezal frío.

Hecho esto, entonces se procedió con el acoplamiento entre el cabezal frío y el compresor Sumitomo F70L mediante mangueras de alta presión (gas helio UHP 5 decimales), se revisó la estanqueidad de los acoplamientos con una solución espumosa para detectar posibles fugas de helio, y se verificó que la presión estática que indica el manómetro propio del Sumitomo F70L fuera la correcta de acuerdo al manual técnico del equipo [36]. La Figura 30 muestra que la

presión estática es de 200 PSIG, muy cerca del valor indicado en el manual técnico. (Equalization Pressure at 20°C -- 198 psig nominal). Una vez terminada la instalación y tomando algunas consideraciones adicionales, el sistema da luz verde para realizar su primer encendido.

3.2 Primer encendido del sistema criogénico

En esta sección se describen los pasos del primer encendido del sistema criogénico, el proceso de montaje del posicionador de muestras y las instrucciones para el cambio rápido de muestras.

3.2.1 Verificaciones preliminares

Antes de proceder con el primer encendido del sistema criogénico, se realizaron las siguientes verificaciones:

- Confirmar que la unidad compresora y el cabezal frío estén conectados correctamente.
- La presión estática indicada por el manómetro de la unidad compresora esté dentro del intervalo 198 - 207 psig.
- La fuente de alimentación línea a línea esté dentro del 200 ($\pm 10\%$) V3 - 50/60 Hz del valor especificado (conexión Delta, 3 fases y 1 tierra).

Realizado las verificaciones del sistema criogénico y como el compresor utilizado es el modelo F-70L (enfriado por agua, tipo de baja tensión) entonces se procedió con:

- Encender la bomba turbomolecular y asegurar una presión de vacío 1×10^{-4} mbar en la zona dewar y una presión de vacío -29 in. Hg en la zona porta muestra.
- Encender el chiller y configurarlo a 20°C, de modo que el intercambiador de calor de la unidad compresora esté siendo enfriado de manera continua y estable a una temperatura de 20°C aproximadamente.

Una vez cumplidos los ítems del párrafo anterior, se procedió con encender el compresor Sumitomo F70L de la siguiente manera, ver Figura 31 (a).

1. Encienda el "Interruptor principal de alimentación" (girando el interruptor de color negro 90 grados a la derecha).
2. Encienda el "Drive Switch" presionando ON.

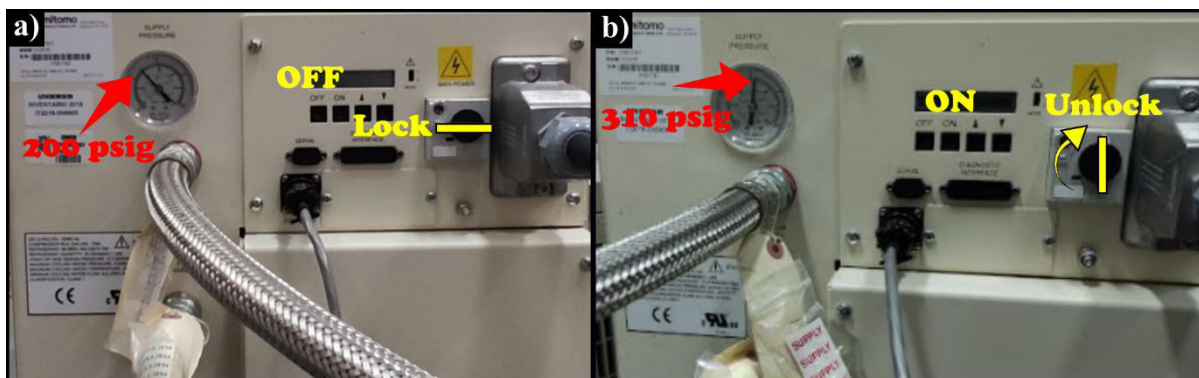


Figura 31. (a) Interruptor principal ubicado en el panel trasero del compresor con estado bloqueado, (b) Si desea encenderlo, gire el interruptor de color negro 90 grados a la derecha, estado desbloqueado y luego presione el botón ON.

Resaltar que la frecuencia de encendido y apagado del sistema criogénico debe ser inferior a seis veces por hora, y el intervalo de encendido y apagado debe ser superior a 3 minutos. El accionamiento frecuente de ON/OFF causará averías en la cápsula del compresor Sumitomo F70-L o su deterioro [36].

Apague el funcionamiento del compresor como se menciona a continuación, ver Figura 31 (b).

1. Apague el "Drive Switch" presionando OFF.
2. Apague el "Interruptor principal de alimentación" (girando el interruptor de color negro 90 grados a la izquierda).

3.2.2 Posicionador de muestra: Sensor de temperatura y heater

El posicionador de muestra es un tubo de baja conductividad térmica que minimiza la transferencia de calor desde el exterior hacia el interior donde se encuentra la zona portamuestra. De la Figura 32, el extremo inicial está provisto de una caja eléctrica con 10 pines que salen del criostato, esta caja sella al vacío los cables de instrumentación. En el extremo final se tiene montado el sensor de temperatura (diodo de silicio DT-670B1-CU), el heater (resistencia de calentamiento 50 ohm) y el bloque térmico de cobre. Se observa que todos ellos están muy próximos, esto asegura que estén a la misma temperatura, reduciendo la respuesta térmica y el tiempo que transcurre entre la detección de un aumento de temperatura y la introducción efectiva de calor en el bloque térmico (bucle de retroalimentación), ya que, si este tiempo es

demasiado largo, se producirán importantes oscilaciones en la temperatura del bloque y con ello en la muestra objeto de estudio, asimismo, la búsqueda y sintonización de los parámetros PID por parte del controlador Lakeshore 335 resultaría bastante complicada, y hay que tener en cuenta que sólo se dispone de una cantidad limitada de potencia frigorífica, por lo que es fundamental maximizarla.

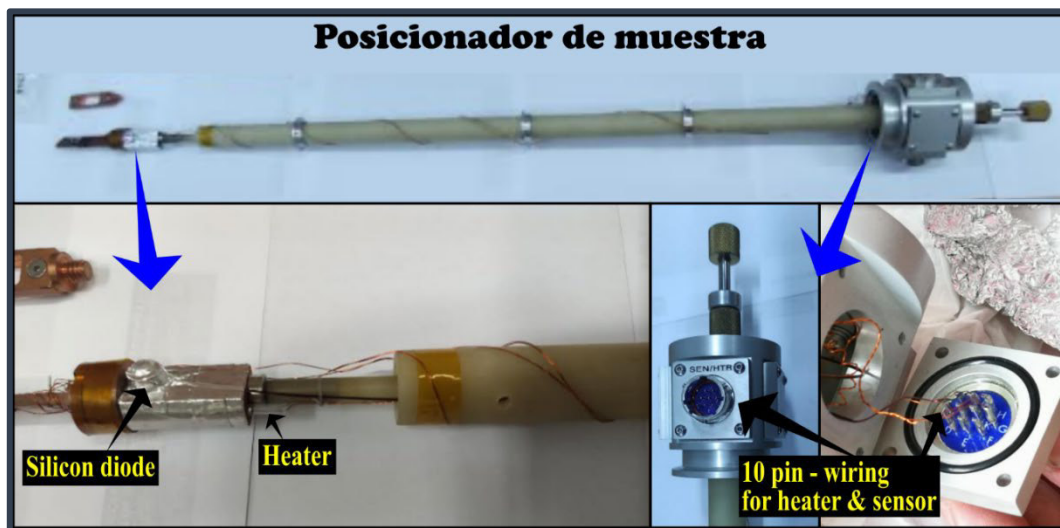


Figura 32. Posicionador de muestra (sensor de temperatura, heater de calentamiento y bloque térmico de cobre).

El sensor de temperatura DT-670B1-CU con el encapsulado CU, de forma circular, está anclado térmicamente con barniz IVI 7031 y revestido con una lámina metálica, lo que le confiere estabilidad frente a la radiación térmica, protección contra la radiación electromagnética y las corrientes de convección, especialmente cuando se expone en una atmósfera gaseosa - gas helio para el presente trabajo (véase la Figura 32).

La función del posicionador de muestra es realizar el cambio rápido de materiales objeto de estudio sin la necesidad de apagar el sistema criogénico o que el sistema realice ciclos térmicos o de vacío. Este mecanismo de trabajo también permite girar el bloque térmico 360°, permitiendo que la muestra se vea a través de la ventana mylar y se proyecte para los estudios ópticos Mossbauer.

Para lograr que la región del porta-muestra con apoyo del controlador de temperatura Lakeshore 335 logre conseguir una rápida respuesta térmica y coordenadas de temperatura ultra estable, es un requisito que esta zona previamente con un nivel de vacío mecánico de -29 in. Hg sea presurizada con pequeñas cantidades de gas helio (introducido por debajo de 100 K - función de enlace térmico externo). Por lo tanto, es necesario disponer de un depósito de gas helio.

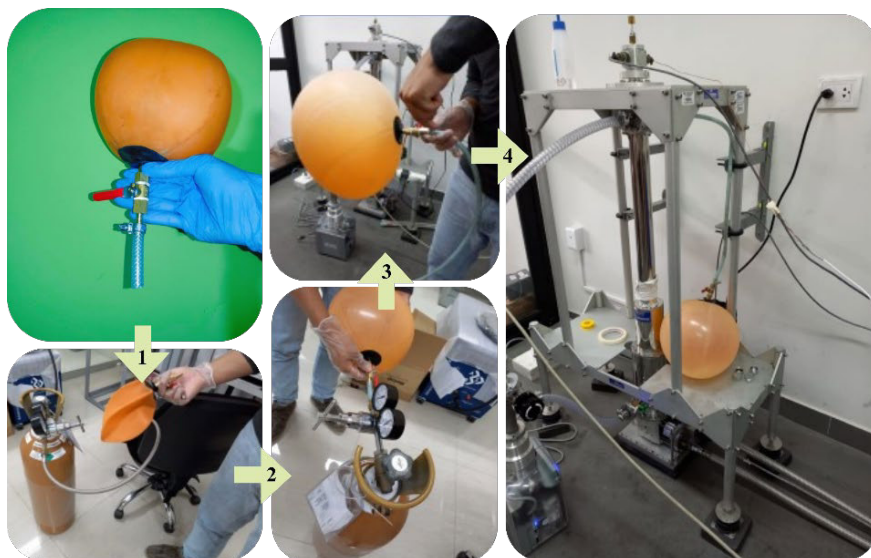


Figura 33. Fabricación, carga y conexión del depósito de gas helio a la zona porta-muestra.

Se procedió a fabricar el depósito de gas helio utilizando materiales como una cámara de balón de fútbol, una llave de paso y una aguja para bomba de aire, teniendo este depósito, se procedió al llenado del gas helio, para luego conectarlo a la entrada de la zona porta-muestra.

3.2.3 Procedimiento: Cambio rápido de muestras

Los siguientes pasos describen cómo cambiar las muestras objeto de estudio, situado en el extremo final del posicionador de muestras (bloque térmico de cobre), para las mediciones a baja temperatura. Es importante resaltar que el cambio de las muestras no requiere ciclar o calentar la zona dewar (el dedo frío a 4.2 K); las muestras se pueden cambiar de manera rápida en plena marcha del sistema criogénico.

Paso 1: La presión del gas de intercambio en la zona porta-muestra debe aumentarse gradualmente hasta alcanzar una presión igual o superior a 1 atm (101325 Pa). Esto se consiguió abriendo la válvula de gas de intercambio (véase la Figura 33) y manteniendo un flujo de entrada muy pequeño de gas helio en la válvula de entrada del porta-muestra hasta que se alcance una presión de 1 atm (asegúrese de que el sensor de temperatura esté a 297 K utilizando el control ON-OFF del heater). Una vez hecho esto, se retira el posicionador de muestras de la parte superior del criostato.

Paso 2: Se evacúa la zona porta-muestra después de que el orificio abierto se cubriera inmediatamente con un tapón sellable. Cuando se completa el anclaje de la nueva muestra sobre el bloque térmico, se vuelve a poner la zona porta-muestra a presión positiva antes de retirar el

tapón e instalar la muestra desconocida. Es fundamental recordar que la zona porta-muestra nunca debe abrirse cuando la presión es inferior a 1 atmósfera, ya que el aire exterior entrará inmediatamente y escarcharía toda la zona de trabajo.

Nota: A temperatura ambiente, los sistemas con ventanas de mylar [procedimientos Mossbauer estándar] difundirán gas helio desde la región de la muestra hacia el espacio de vacío aislante del criostato, lo que podría degradar el vacío aislante del Dewar. El gas de intercambio no debe admitirse en la región de la muestra hasta que el criostato se haya enfriado por debajo de 100 K y las ventanas hayan dejado de difundir helio.

3.2.4 Preparación contactos eléctricos

Para realizar mediciones eléctricas a bajas temperaturas en la muestra $\text{Sr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$ mediante la técnica de las 4 puntas, es necesario preparar primero los contactos eléctricos en ella. Para esto, se emplearon los siguientes equipos, materiales y herramientas, que se indican en la Figura 34.

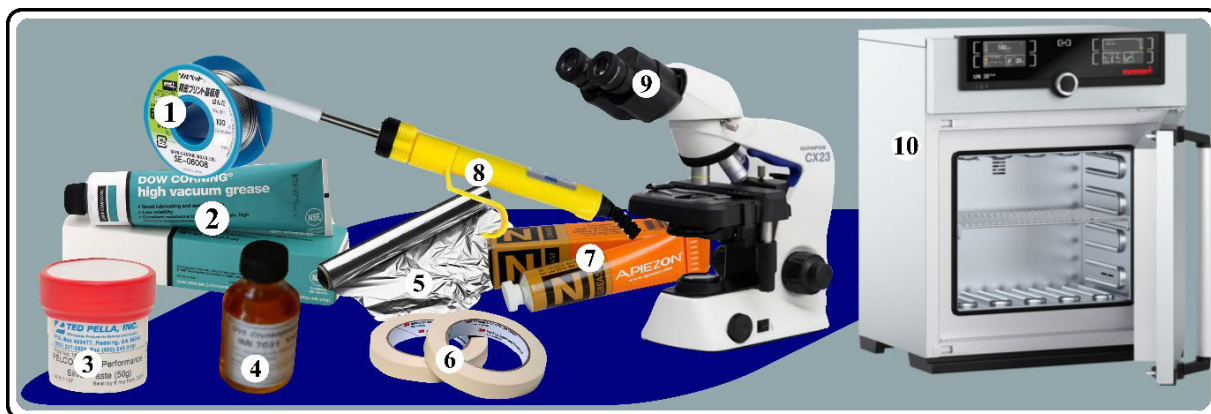


Figura 34: Equipos, herramientas y materiales a disposición en el laboratorio: 1) estaño para soldar, 2) grasa de alto vacío Dow Corning, 3) pintura de plata, 4) barniz IMI 7031, 5) papel de aluminio, 6) cinta masking tape, 7) grasa Apiezon-N, 8) caudín de 15 vatios, 9) microscopio óptico o estereoscópico y 10) horno memmert modelo UN30.

Mencionar que el resultado de la medición eléctrica a bajas temperaturas se muestra en el capítulo 4, sección 4 con un gráfico de R vs T , donde $R = \frac{1}{R_{250K}} \frac{dR}{dT} \Big|_{250K}$ significa "coefficient temperature of resistance", este parámetro se utilizó porque es independiente de la forma geométrica de la muestra (con dimensiones $10 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$ Figura 35-a) y T , que significa temperatura.

La limpieza de las superficies de contacto, como se describe a continuación, es de vital importancia para crear y mantener una adecuada conexión eléctrica. Primero: mediante la abrasión con papel de lija fino, se limpió la muestra S1Fe y luego, con alcohol isopropílico, se eliminó el polvillo y se dejó 2 horas para que el alcohol se volatilice. Segundo: con papel de aluminio como base y la muestra sobre él, se procedió a realizar una máscara con cinta masking tape o Kapton, ver Figura 35-b, permitiendo que cada línea-contacto eléctrico tenga un ancho de 1 mm.

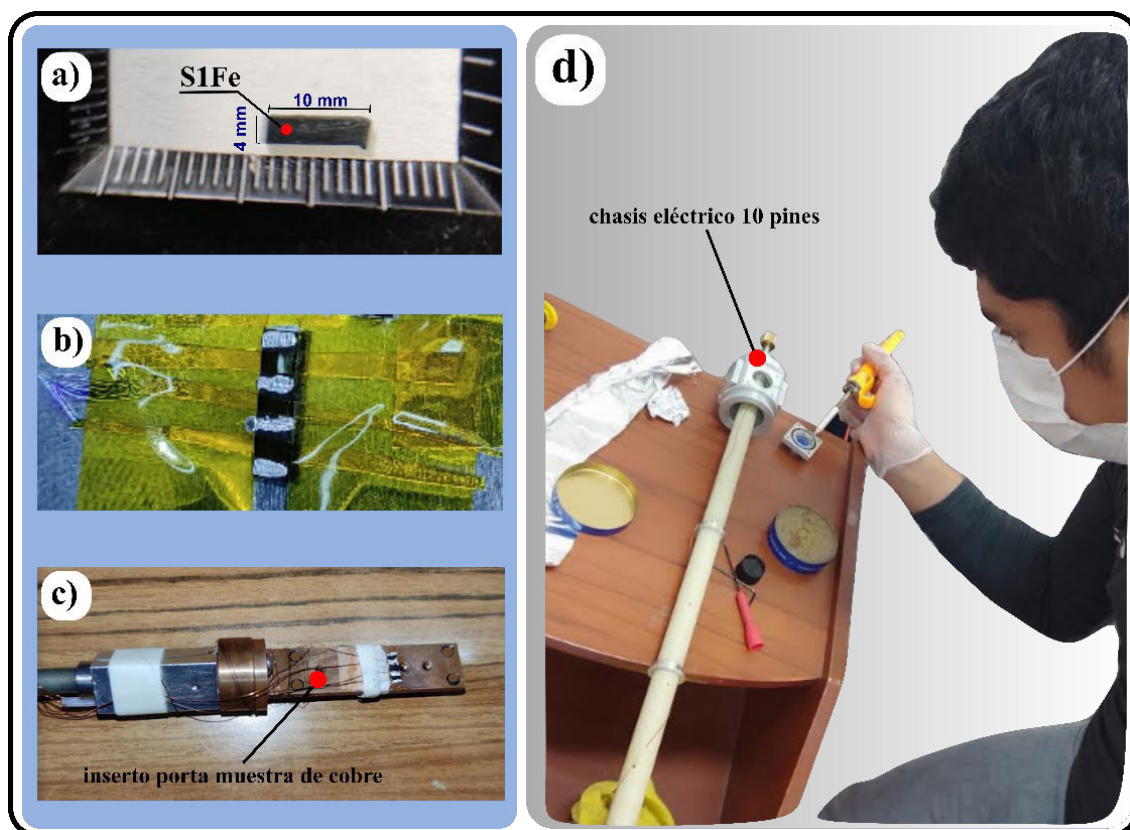


Figura 35: Preparación contactos eléctricos: a) dimensiones de S1Fe(1%Fe) $\text{YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-8}$ b) máscara para los contactos eléctricos con ancho de 1 mm, c) muestra S1Fe anclada sobre el inserto portamuestra de cobre, d) soldadura de hilos de cobre desde la muestra S1Fe hasta el chasis eléctrico de 10 pines.

Luego, en cada línea de 1 mm (4 líneas en total), se aplicó pintura de plata y se envió al horno (Figura 35-10) programado a 93°C durante 2 horas (recomendación del fabricante) y enfriado de manera natural con el horno apagado hasta temperatura ambiente, este paso da una buena fijación de la pintura de plata a la superficie de la muestra S1Fe.

Después del curado, se utilizó pintura de plata para unir cuatro hilos de cobre nro. 36 (diámetro 0.12 mm) con una longitud de 1 m (la distancia está en función de la longitud de la sonda porta muestra) a los contactos eléctricos de la muestra S1Fe y, una vez seco, con barniz IMI 7031 se

procedió con anclarlo al inserto de cobre porta muestra (véase la Figura 35-c). Se utilizó papel de cigarro como intermedio entre la muestra S1Fe y el inserto de cobre para evitar falsos contactos en el anclaje. Es aconsejable esperar unas horas, 24 h en la presente tesis, antes de realizar mediciones en el sistema de refrigeración criogénico.

Como paso final, se procedió a completar el cableado eléctrico que va desde la muestra S1Fe, ahora con cuatro líneas de hilo de cobre, hasta la caja eléctrica de diez pines (Figura 35-d). Los hilos de cobre van por pares y trenzados, un par trenzado que lleva la señal de medición (Nanovolt 34420-A como instrumento de medición) y otro par trenzado que lleva la corriente (CS580 Current Source - SRS como instrumento fuente), como el par trenzado que transporta la corriente puede inducir ruido en el otro, es que ambos van separados.

3.3 Instrumentos virtuales en LabVIEW

Esta sección describe la configuración de hardware y software del controlador de temperatura Lakeshore 335 y el Nanovolt Keysight 34420A, así como el desarrollo de un instrumento virtual en LabVIEW que permite que ambos dispositivos se comuniquen remotamente con el ordenador y con ello registrar los datos de resistividad vs. temperatura.

3.3.1 *Temperatura variable – Controlador Lakeshore 335*

Dado que la capacidad calorífica de un bloque térmico expuesto a bajas temperaturas es mucho menor que a temperatura ambiente, el operario debe calcular continuamente los tiempos de respuesta del sensor de temperatura, el heater (elemento calefactor) y el bloque térmico, lo que convierte este trabajo en algo muy tedioso. Por lo tanto, se necesita un dispositivo que controle y ajuste automáticamente la temperatura del bloque térmico desde un nivel tan bajo como 4,2 Kelvin hasta la temperatura ambiente.

En el presente trabajo se dispone de un dispositivo dedicado a las aplicaciones de baja temperatura, el controlador de temperatura Lakeshore 335 [30], cuyas principales características son:

- Medir y controlar desde 300 mK hasta 1505 K con sensores de temperatura de diodo, RTD o termopares adecuados.

- Sintonización automática PID (hasta 10 zonas de temperatura), posee dos lazos de control PID que brinda hasta 50 W y 25 W o 75 W y 1 W de potencia de calentamiento al heater.
- Interfaces USB e IEEE-488 y librerías para su programación en NI LabVIEW (National Instruments)
- Elimina los errores de la FEM térmica invirtiendo la corriente de excitación a los sensores de resistencia.

Se revisaron en detalle las capacidades técnicas del dispositivo y se configuró el panel trasero para la comunicación remota con el ordenador (Figura 34).



Figura 36. (a) Panel frontal, (b) panel posterior y (c) conexión de los sensores, heater y adaptador GPIB-USB del controlador Lakeshore 335 [30].

Para establecer la comunicación remota del instrumento Lakeshore 335 con el computador, fue necesario configurar su dirección IEEE-488 desde el panel frontal del equipo.

Navegación por el menú: **Interface** → Habilitado → IEEE – 488

Interface → IEEE – 488 dirección → (1 a 31)

Hecho esto y verificado la comunicación con el computador mediante NI-MAX LabVIEW, se procedió a descargar los drivers del controlador Lakeshore 335 (Figura 35).

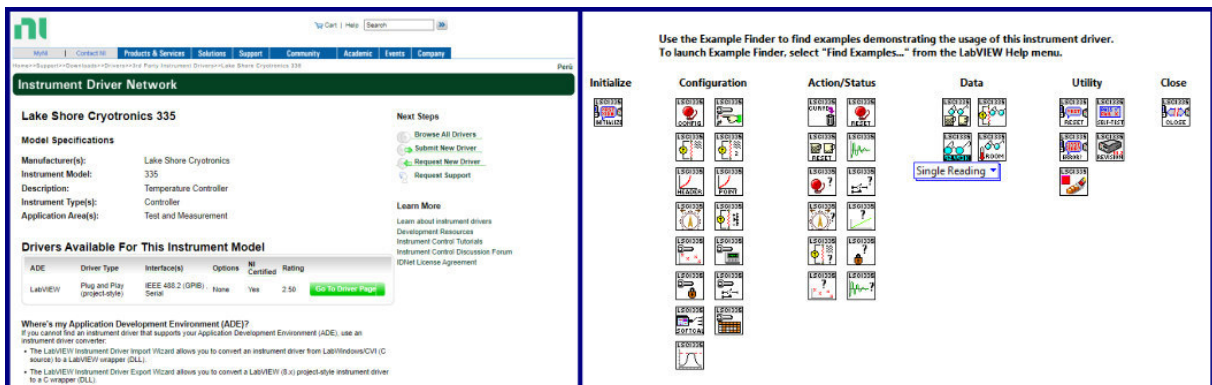


Figura 37. Drivers del dispositivo Lakeshore 335, disponible en LabVIEW – NI [37].

Con los drivers del controlador Lakeshore 335, se creó un instrumento virtual para trazar la temperatura frente al tiempo y, por tanto, ver la capacidad de enfriamiento del sistema criogénico en el dedo frío (zona dewar) y en el bloque térmico de muestras (zona porta-muestra). La

Figura 36 muestra el panel frontal y la Figura 37 el diagrama de bloques del instrumento virtual construido.

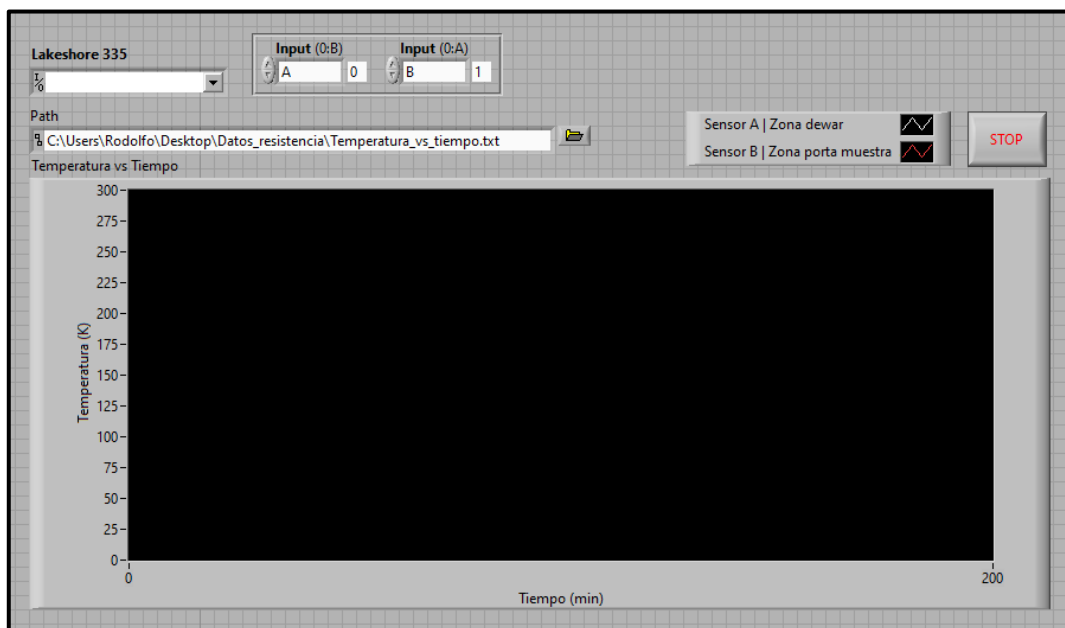


Figura 38. Panel frontal del instrumento virtual en LabVIEW para registrar la temperatura frente al tiempo de los dos sensores incorporados en el sistema criogénico.

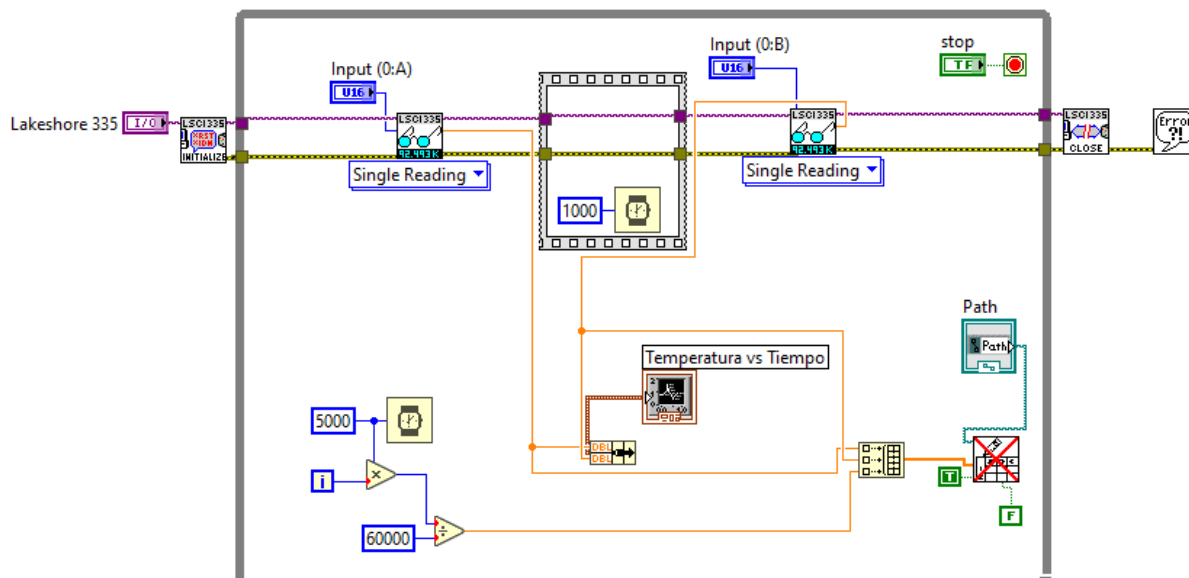


Figura 39. Diagrama de bloques del instrumento virtual (véase Figura 39), para registrar Temperatura vs Tiempo de los dos sensores incorporados, una vez encendido el sistema criogénico.

3.3.2 Medida de resistencia NanoVolt 34420A

El 34420A NanoVolt/Micro-Ohm Meter [38] es un multímetro de alta sensibilidad, en el presenta trabajo se usa como medidor de resistencia eléctrica (Figura 38), sus características principales son:

- Mediciones de voltaje de bajo ruido (funciones de resistencia, voltaje y temperatura)
- Resolución de 7 dígitos 1/2 y una sensibilidad de 100 pV/100.
- Rangos: 1 Ω , 10 Ω , 100 Ω , 1 k Ω , 10 k Ω , 100 k Ω , 1 M Ω
- Resolución máxima: 0.1 $\mu\Omega$ (sobre el rango 1 ohm)
- Tiempo de integración 0.02, 0.2, 1, 2, 10, 20, 100, o 200 NPLC
- Compensación automática Offset

Del mismo modo que con el dispositivo Lakeshore 335, se procedió a la descarga de los drivers del NanoVolt 34420A, y a continuación se construyó un instrumento virtual en LabVIEW empleando un ordenador equipado con una tarjeta de interfaz GPIB (IEEE 488).

Usando NI-MAX LabVIEW, su dirección IEEE-488 del Nanovolt 34420A fue configurada con el número 4, de forma que no entrara en conflicto con la dirección del controlador Lakeshore 335.

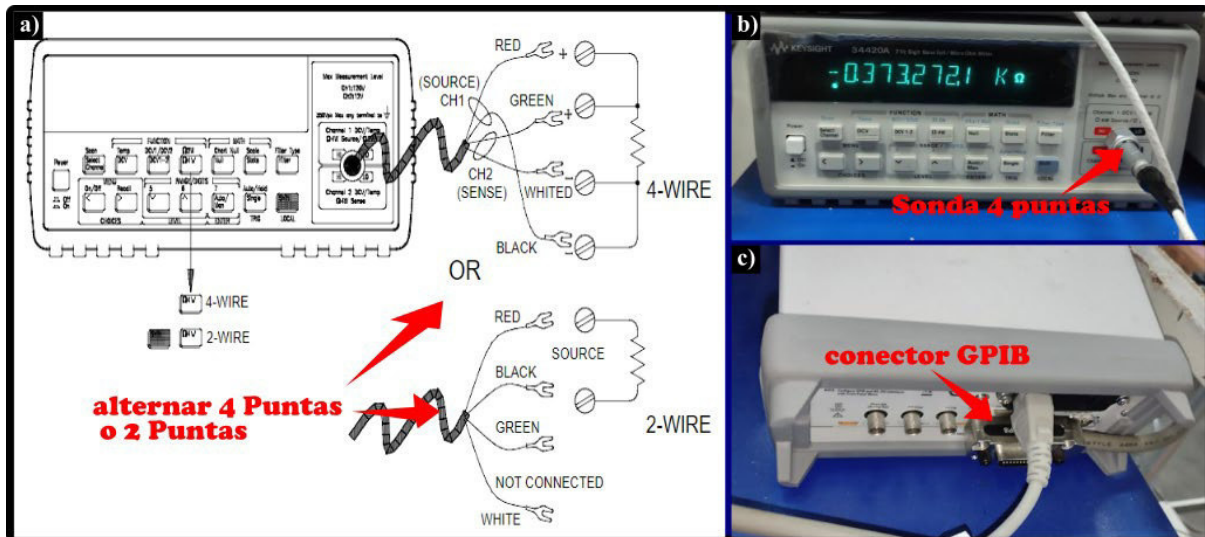


Figura 40. (a) Vista frontal Keysight Technologies Nanovolt 34420A - configuración medición resistencia [38], (b) panel posterior Sonda 4 Puntas y (c) panel trasero conexión GPIB (IEEE-488).

Construcción de un VI LabVIEW (panel frontal Figura 39 y diagrama de bloques Figura 40), para registrar la resistencia vs tiempo de muestras objeto de estudio, se aprovechó las funciones de 4 puntas y compensación automática que ofrece el Nanovolt 34420A.

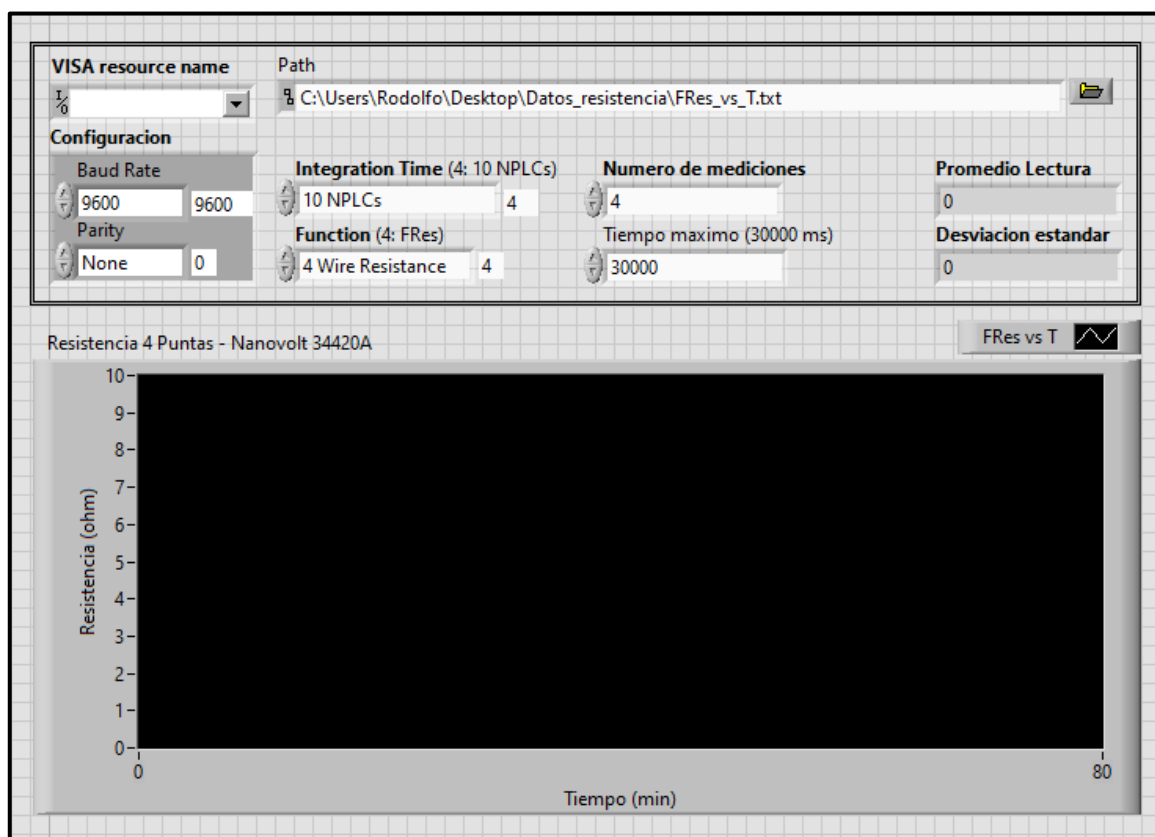


Figura 41. Panel frontal del instrumento virtual en LabVIEW para registrar la resistencia frente al tiempo de muestras objeto de estudio.

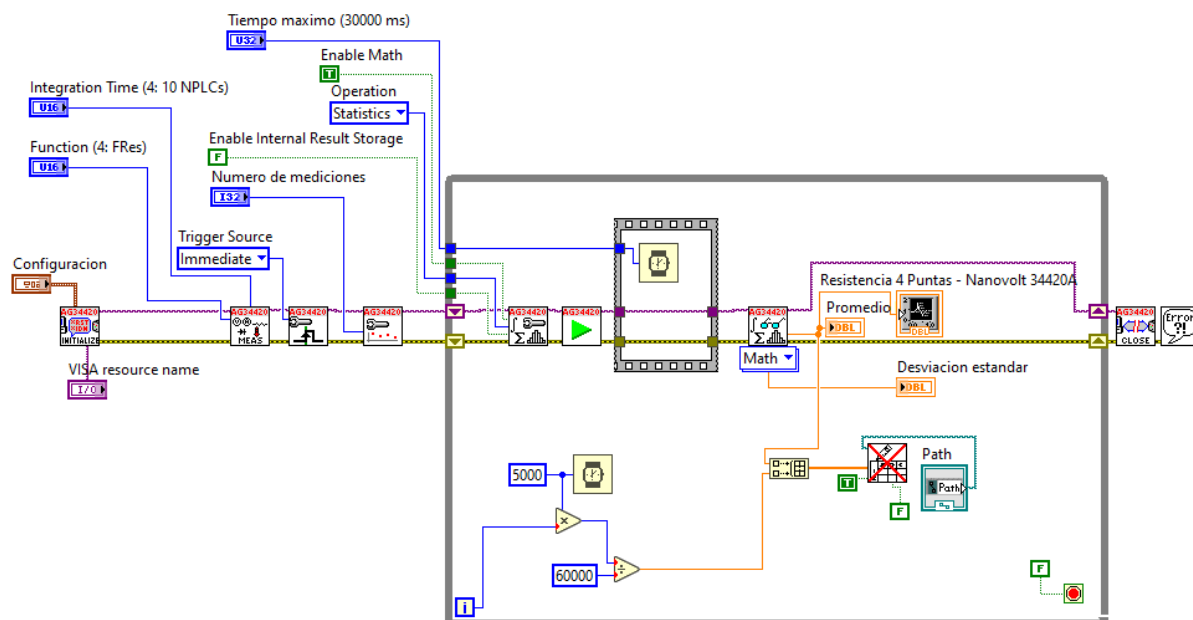


Figura 42. Diagrama de bloques del instrumento virtual (véase Figura 42), construido en LabVIEW.

3.3.3 Integración de los instrumentos con un VI LabVIEW para la medida de Resistividad vs Temperatura.

Fue necesario integrar los controladores de los equipos mencionados anteriormente en un único instrumento virtual para registrar automáticamente las mediciones de resistividad a bajas temperaturas que van de 300 K a 10 K. Para facilitar la lectura del programa se creó un VI en LabVIEW (véase Figura 41) que toma por defecto todas las configuraciones preestablecidas cargadas en el firmware del controlador Lakeshore 335, como el tipo de diodo y su curva de caracterización, la configuración del calentador y su potencia de calentamiento, la tabla de 10 zonas PID precargadas para un mejor control en los intervalos de temperatura (como se recomienda en el manual del equipo [30]), y del Nanovolt 34420A, como la compensación automática activada, el tiempo de integración en 100 NPLC y el rango automático encendido.

Estas consideraciones permitieron reducir el diagrama de bloques del instrumento virtual, como se muestra en la Figura 42. Es importante resaltar que la función de heater con encendido automático no está programada en el diagrama de bloques; por lo tanto, se requiere la presencia del operador para activar esta función de manera que se salva-guarde la vida útil tanto del heater como del sensor de temperatura, ya que una mala configuración en el panel frontal del VI LabVIEW puede terminar dañando el sensor de diodo de silicio y, por consiguiente, perder la capacidad de registrar temperatura en el área porta-muestra.

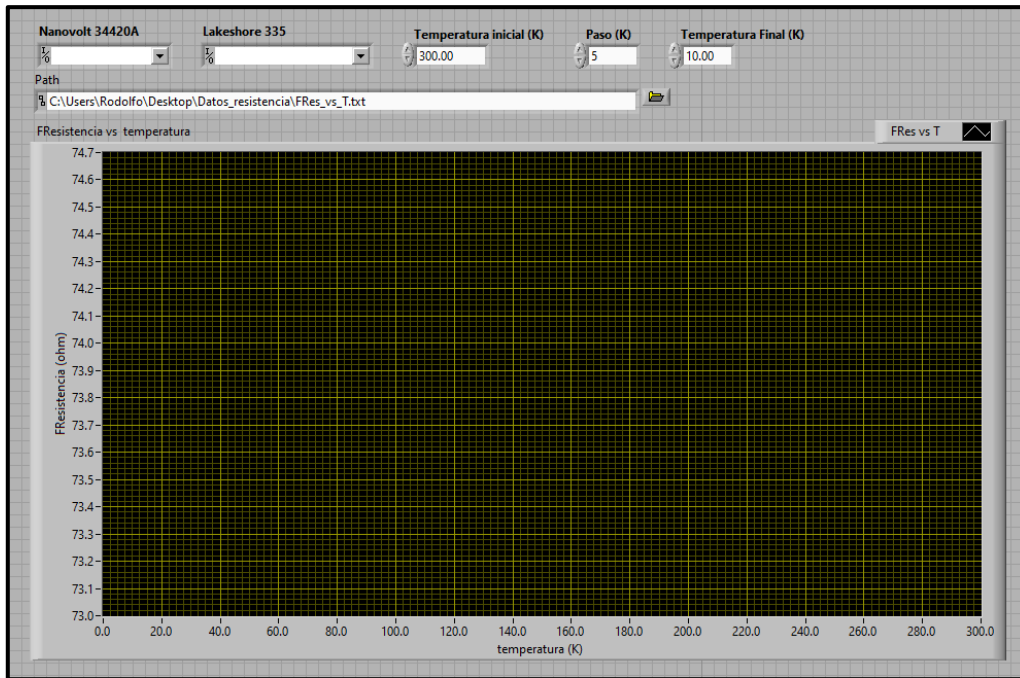


Figura 43. Panel frontal del VI Resistividad vs Temperatura.

El diagrama de bloques (véase la Figura 42) es altamente configurable y personalizable; se pueden incluir más Sub-VIs dentro del programa, mostrando el estado de los parámetros PID, el punto de ajuste "set-point" y rampa actual, el rango de potencia de calentamiento del heater, etc. Dependiendo de los parámetros a registrar y con el apoyo de los ejemplos disponibles en cada driver de los dispositivos [37], esta tarea se puede desarrollar de manera muy sencilla.

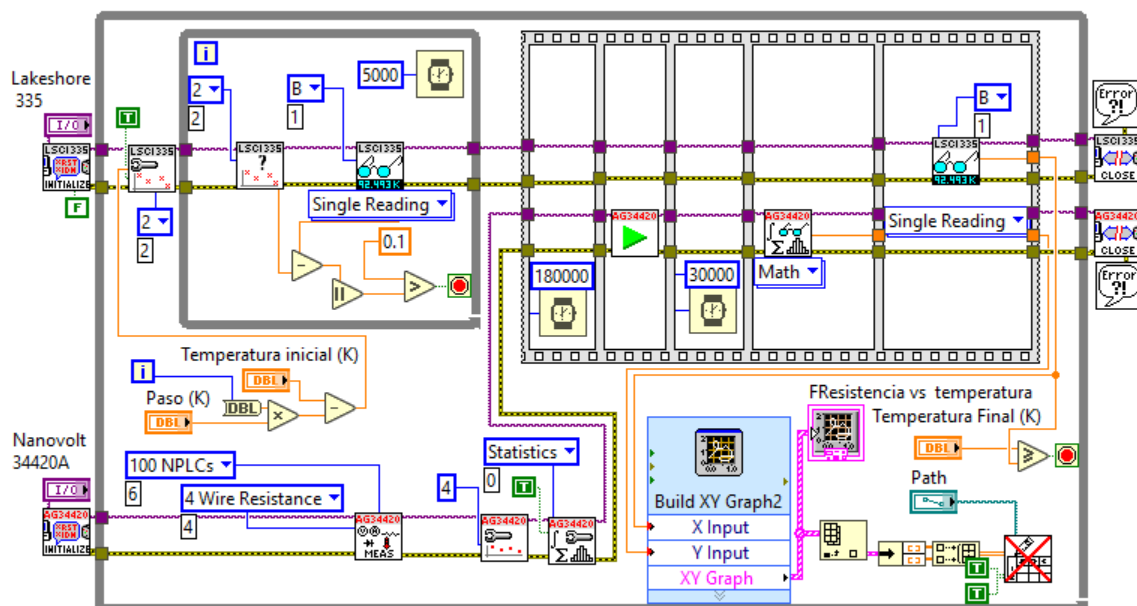


Figura 44. Diagrama de bloques para el registro de Resistividad vs Temperatura.

Capítulo 4

Resultados y Discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos, primero el logro de un nivel de vacío adecuado, medido por las curvas de la señal de salida (presión de vacío) vs. tiempo del sensor Ionovac ITR-90 en la zona dewar y en la zona porta muestra, luego la obtención de un nivel de enfriamiento continuo para el intercambiador de calor de la unidad compresora, después el funcionamiento del sistema criogénico junto con la sintonización del controlador de temperatura Lakeshore 335 y, finalmente, las primeras medidas de resistividad eléctrica normalizada vs. temperatura de la muestra $\text{S1Fe}(1\%\text{Fe})\text{YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$.

4.1 Presión de vacío en el sistema criogénico.

Para el sistema de vacío del equipo criogénico sólo se disponía de una versión mini de una turbobomba Agilent, que al principio parecía insuficiente debido a sus limitadas capacidades técnicas (capacidad de bombeo L/s) en comparación con el nivel de volumen contenido en la zona dewar y la zona porta muestra.

Había que acoplar la turbobomba sin aumentar el volumen de la línea de vacío. Para solucionarlo, era necesario disponer de mangueras con longitudes mínimas de hasta 40 cm, que no estaban disponibles en el laboratorio. Se decidió fabricarlas y, mediante ensayos, se logró construir 2 mangueras de vacío con bridas NW-25 capaces de soportar una presión de vacío de $1 \times 10^{-6} \text{ mbar}$.



Figura 45. Resultados de la restauración del sensor de vacío Ionovac ITR-90 y de la construcción de mangueras de vacío.

La Figura 44 y Figura 46 ilustra el nivel de vacío alcanzado en la zona porta-muestra y zona dewar. Con el rociado de alcohol isopropílico en la línea de vacío, se confirmó que no hay presencia de micro fugas en su construcción.

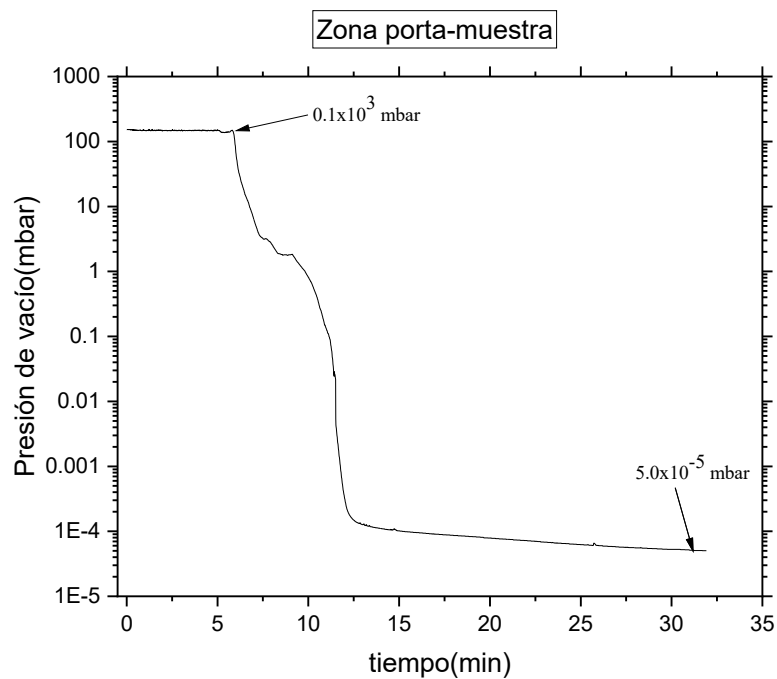


Figura 46. Nivel de vacío en la zona porta-muestra (Nivel óptimo $5.0 \times 10^{-5} \text{ mbar}$).

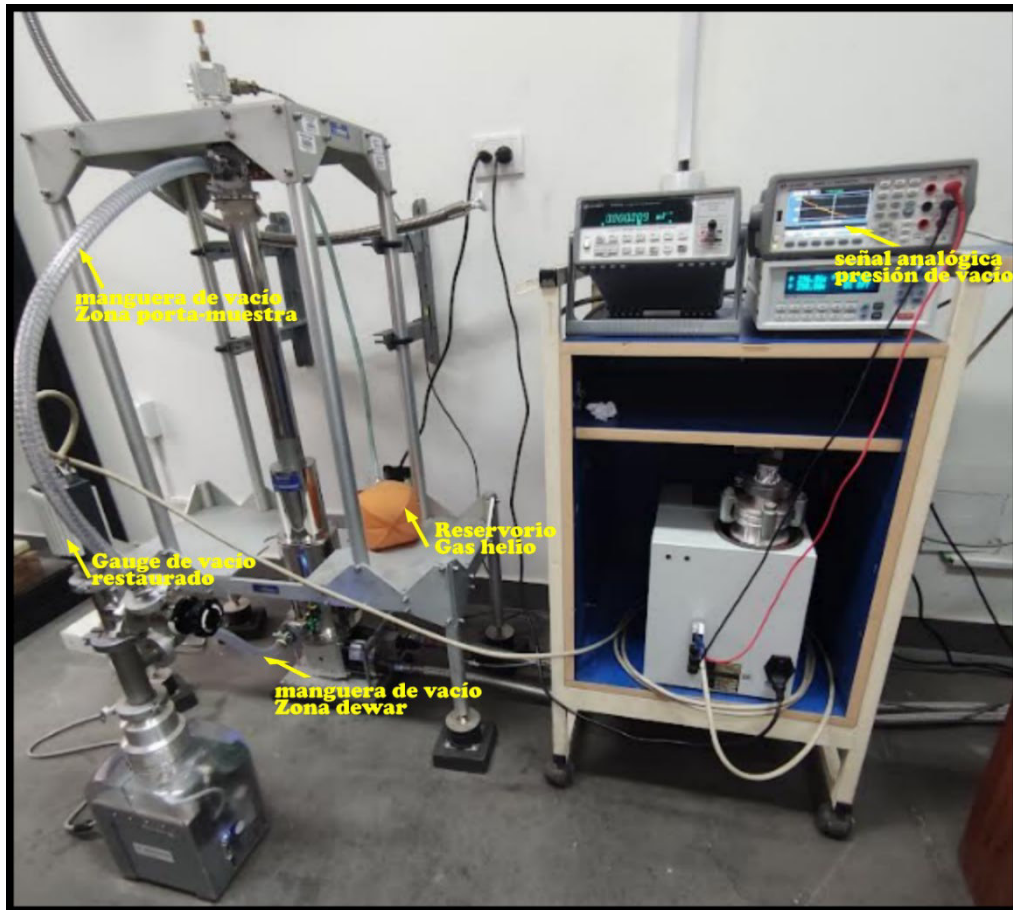


Figura 47. Instalación completa de la línea de vacío en el sistema criogénico.

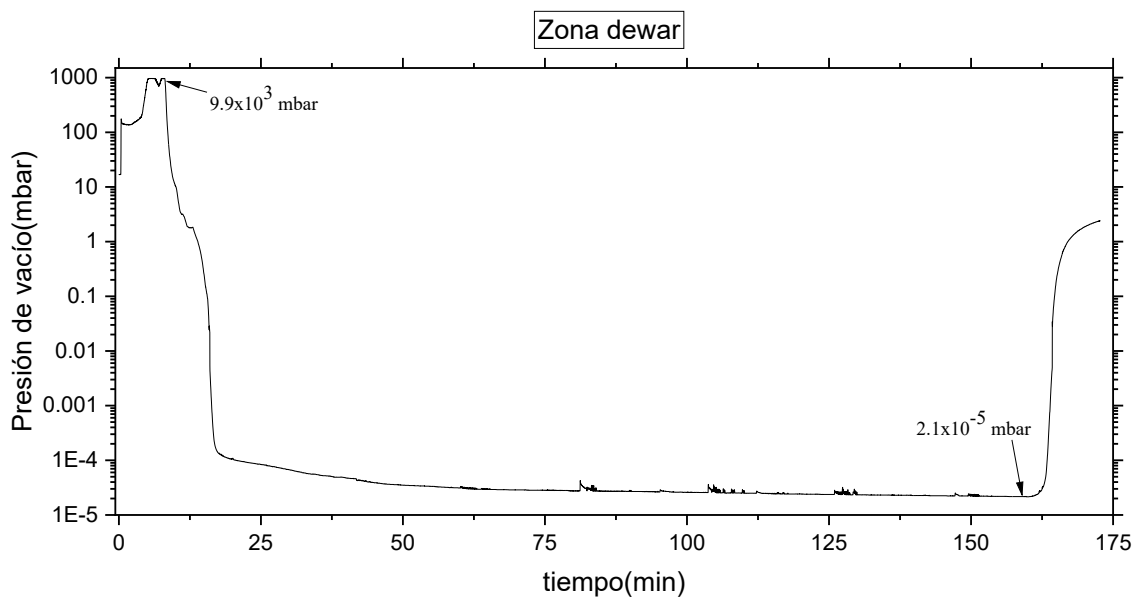


Figura 48. Presión de vacío en la zona dewar (Nivel óptimo 2.1×10^{-5} mbar).

4.2 Sistema chiller

Mientras el compresor extraía calor del dedo frío (ubicado en la 2da etapa del cabezal frío) para alcanzar la temperatura objetivo 4.2 K, la capacidad frigorífica del sistema chiller era insuficiente para mantener a 20°C el intercambiador de calor del compresor Sumitomo F-70L. El compresor se detenía automáticamente tras 20 minutos de funcionamiento o cuando el sensor de temperatura del compresor alcanzaba los 40°C. La primera suposición fue que la carga de gas helio en el interior del compresor era demasiado alta, lo que se descartó revisando el manual técnico [36]. Aunque el sistema chiller suministraba el flujo de agua correcto, su capacidad frigorífica resultó inadecuado.

Entonces quedó claro que era necesario contar con un sistema chiller con mayor capacidad de extracción de calor. Esto significaba que su construcción interna, unidad motocompresora, debía ser de al menos 1,5 kW de potencia y de tipo scroll. También fue necesario canalizar el aire caliente expulsado por el ventilador del condensador del sistema chiller; para ello, se acondicionó una sala con un extractor de gases para redirigir el flujo de aire caliente y sacarlo al exterior del laboratorio.

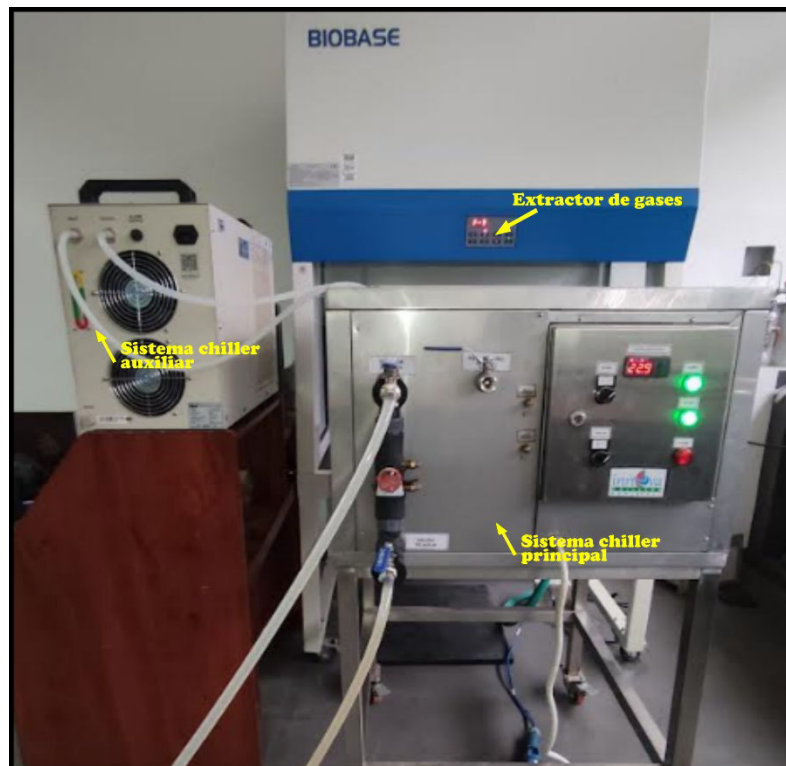


Figura 49. Implementación del sistema chiller para el compresor Sumitomo F-70L.

Con la implementación del sistema chiller (Figura 47), la unidad compresora trabajó sin dificultad, enfriando así el gas helio caliente que regresaba del cabezal frío. El dedo frío alcanzó los 4,2 K tras 90 minutos de puesta en marcha, mientras que la zona porta-muestra llegó a los 8.5 K. Todo transcurrió sin problemas durante más de 3 horas de encendido (Figura 48).

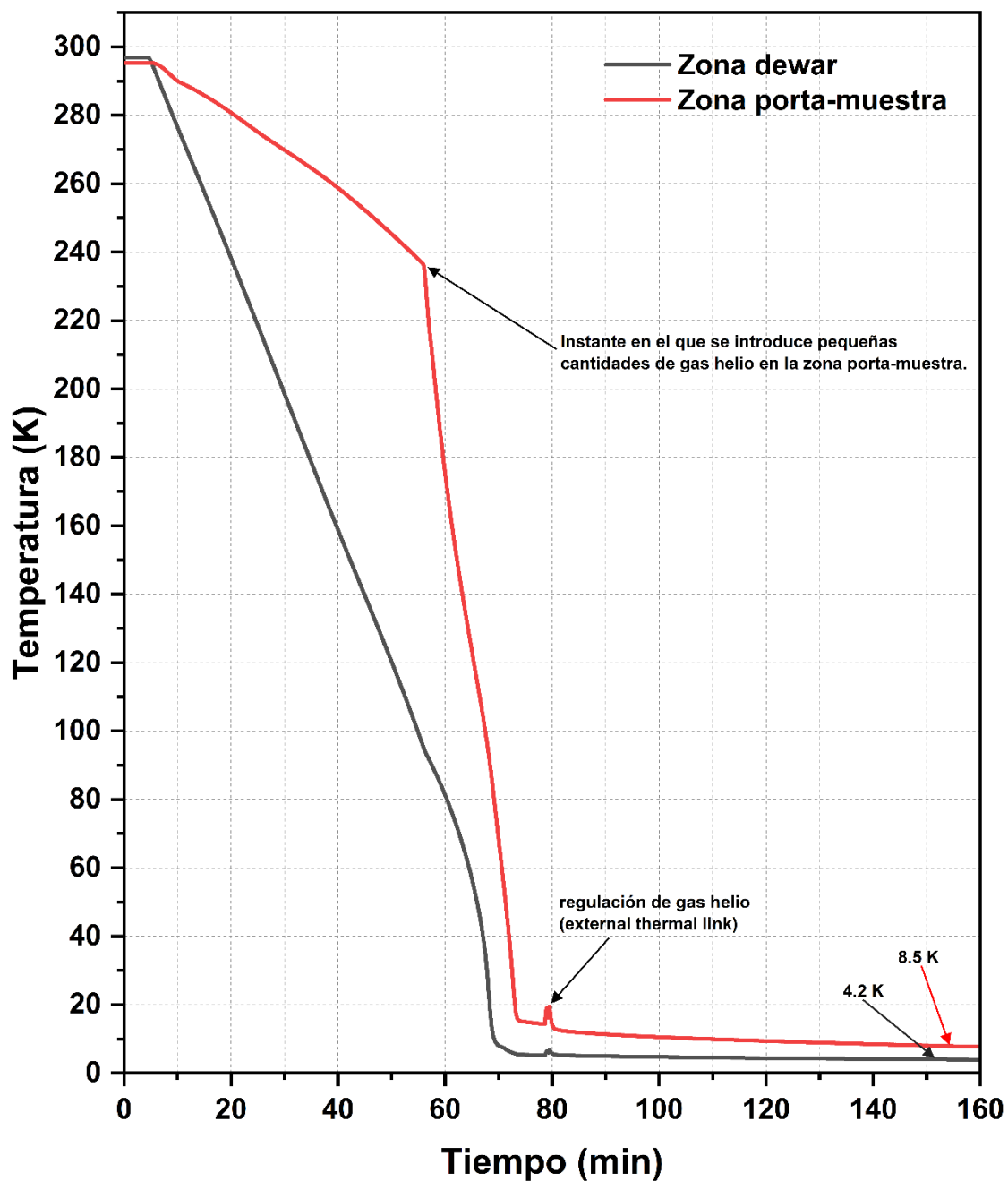


Figura 50. Funcionamiento continuo del sistema criogénico, alcanzando los 4.2 K en la zona dewar y 8.5 K en la zona porta-muestra.

4.3 Control PID Lakeshore 335.

Para medir resistividad vs. temperatura de forma continua y estable desde 300 K hasta 10 K, los parámetros PID deben ajustarse de forma conveniente. El controlador Lakeshore 335 dispone de la función sintonización automática (Autotune) para calcular los parámetros PID más óptimos (véase Figura 49, curva roja – “Autotune”). El objetivo de esta sintonización es obtener tales parámetros PID para cada parte del intervalo de temperatura de interés y luego cargarlos en una tabla de hasta diez zonas disponibles por cada bucle de realimentación.

Antes de iniciar el proceso de sintonización, es necesario configurar correctamente el sensor de entrada de control y la salida del heater en la interfaz del controlador Lakeshore 335. De la Figura 49, se procede a controlar la temperatura en un punto requerido por el operador (set-point 90 K), y se asignan los parámetros PID por defecto de fábrica (curva negra), asignando el parámetro derivativo diferente de cero (curva azul), finalmente se activa la función "Autotune" del dispositivo Lakeshore 335, que asigna los parámetros PID más óptimos (curva roja).

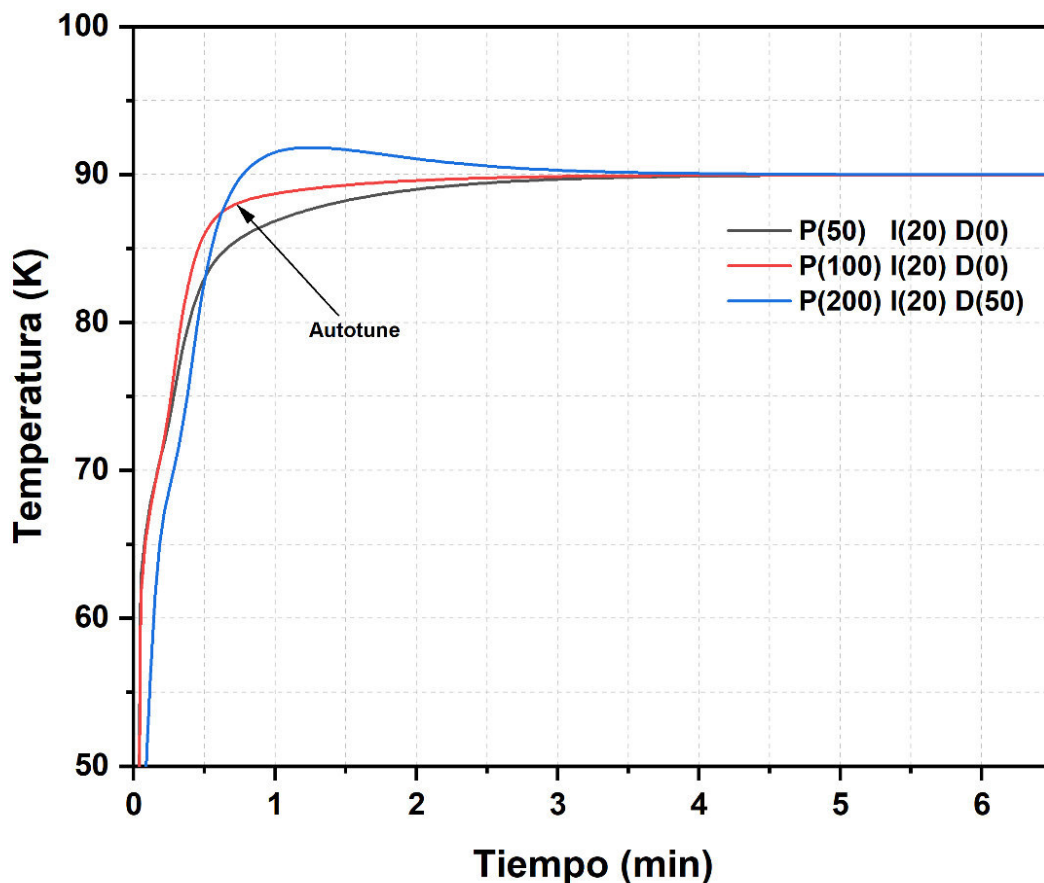


Figura 51. Sintonización automática PID con set-point 90 K en la zona porta muestra.

Una vez obtenidos los parámetros PID más óptimos para todo el rango de temperatura, se procede a cargarlos en la tabla de zonas del controlador Lakeshore 335 (Tabla 3).

Tabla 4. Configuración de zonas, para el área porta-muestra.

Zona	Límite Inferior	Límite Superior	P	I	D	Salida Manual	Rango Heater	Velocidad Rampa	Entrada de Control
10	200.001K	500 K	500	20	0	0.0 %	Alto	30 K/min	Sensor B
9	150.001 K	200 K	200	20	0	0.0 %	Alto	30 K/min	Sensor B
8	100.001 K	150 K	200	20	0	0.0 %	Alto	30 K/min	Sensor B
7	50.001 K	100 K	185	25	0	0.0 %	Alto	25 K/min	Sensor B
6	25.001 K	50 K	150	30	0	0.0 %	Alto	25 K/min	Sensor B
5	15.001 K	25 K	100	30	0	0.0 %	Medio	20 K/min	Sensor B
4	10.001 K	15 K	85	35	0	0.0 %	Medio	10 K/min	Sensor B
3	7.001 K	10 K	85	35	0	0.0 %	Medio	5 K/min	Sensor B
2	4.001 K	7 K	70.0	40.0	0	0.0 %	Medio	2 K/min	Sensor B
1	0 K	4 K	50.0	50.0	0	0.0 %	Bajo	1 K/min	Sensor B

A continuación, se ejecuta el instrumento virtual (Figura 42) para bajar de 300 K a 10 K con una rampa configurada a 10 K la zona porta muestra, el instrumento virtual utiliza la tabla de zonas (Tabla 3) por defecto mediante el control “zona PID”, con ello se asegura que las pendientes sean suaves y que cada punto de consigna se obtenga rápidamente, véase Figura 50.

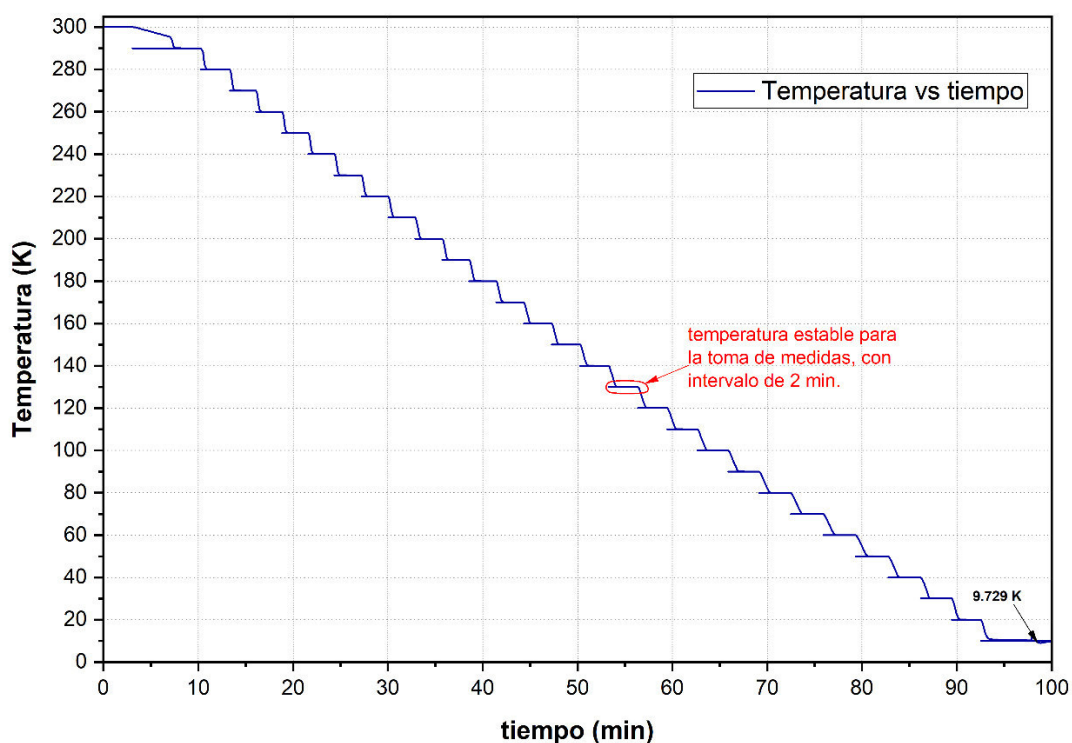


Figura 52. Ejemplo con rampa configurada en 10K, con un intervalo de estabilización de 2 min para cada punto de consigna, la medición inicia desde 300K hasta el mínimo alcanzado en la zona porta-muestra 9.729K.

4.4 Resistividad eléctrica a bajas temperaturas.

Las mediciones de resistividad normalizada se realizaron desde 300K hasta 10K con una rampa de 4K. Cada punto de consigna tiene un intervalo de estabilización de aproximadamente 2 min, con el objetivo de que la muestra en estudio se equilibre térmicamente con el porta-muestra.

Se colocó 4 contactos eléctricos (pintura de plata) sobre la muestra S1Fe(1%Fe) de fórmula química $\text{YSr}_2\text{Cu}_{2.78}\text{Fe}_{0.01}(\text{SO}_4)_{0.21}\text{O}_{7-\delta}$, en los extremos para el suministro de corriente y en las posiciones centrales para la medición de voltaje, aplicando la ley de ohm para el cálculo de la resistividad normalizada. La Figura 52 representa los datos obtenidos para la muestra S1 de forma experimental-instrumental con el sistema de bajas temperaturas implementado en la presente tesis, y que contrastan correctamente con la literatura (Figura 51). De los resultados, se puede inferir que la muestra S1 tuvo un comportamiento antiferromagnético AF.

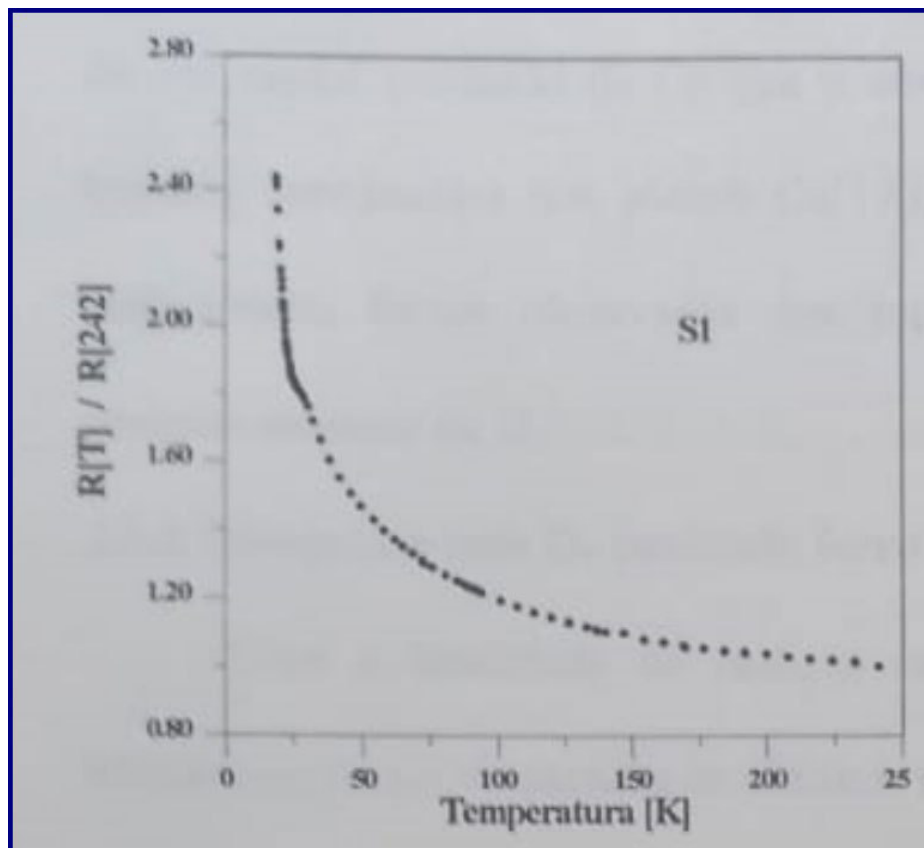


Figura 53. Medida de resistividad eléctrica normalizada vs. temperatura de la muestra S1Fe(1%Fe) en el trabajo realizado por el Prof. Ángel G. Bustamante Domínguez [39].

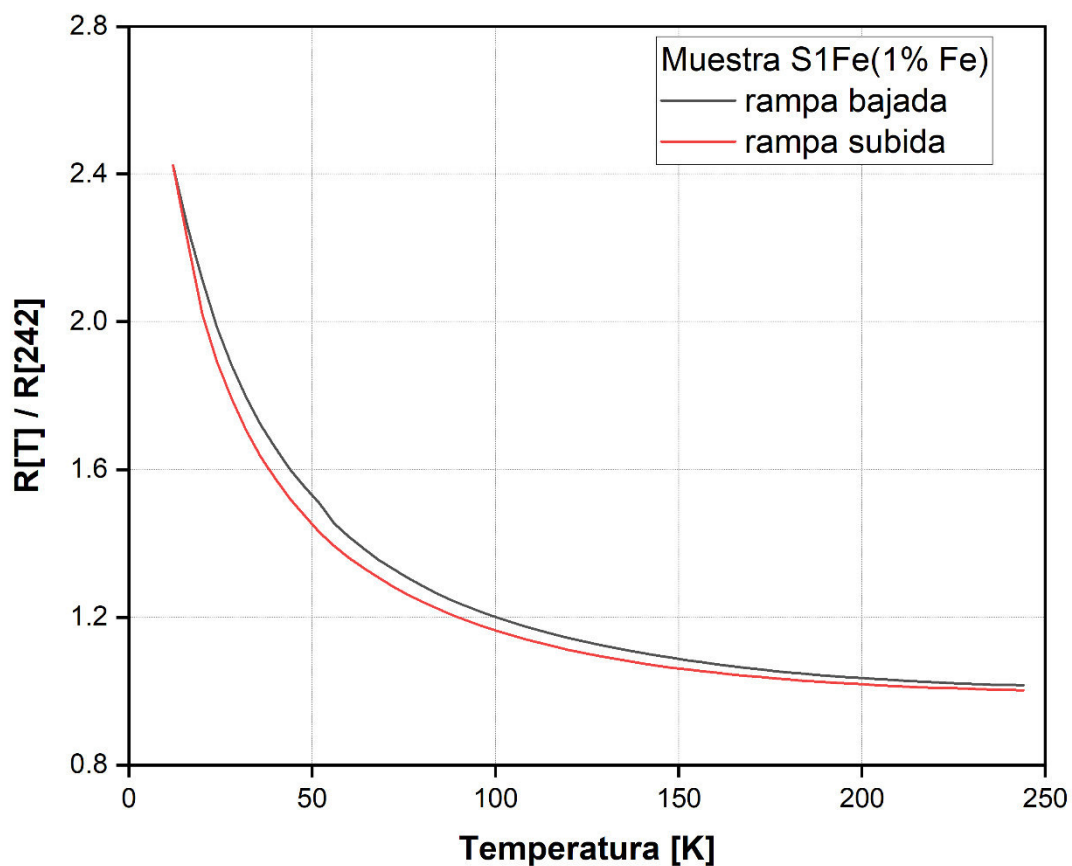


Figura 54. Medición de resistividad eléctrica normalizada vs. temperatura para la muestra S1Fe(1%Fe), realizada con el sistema criogénico implementado y automatizado en la presente tesis y que se encuentra instalado en el laboratorio del grupo de investigación de Materiales Funcionales de la Unidad de Postgrado - Facultad de Ciencias Físicas – UNMSM.

Trabajo Futuro

Dado que el sistema criogénico sólo dispone de dos sensores de temperatura situados en los extremos de la muestra, es necesario complementarlo con sensores adicionales que se sitúen muy cerca de la muestra e incluso se coloquen sobre la misma para conocer con mayor precisión la temperatura real de registro, además, también permitiría caracterizar todas las zonas de interés.

Como el sistema implementado funciona con éxito, ahora el siguiente paso es implementar un sistema de medición Mossbauer acoplado al sistema criogénico, ya que la zona del porta-muestra dispone de dos ventanas ópticas de mylar para dicho estudio. También sería conveniente implementar un sistema de medida de resistividad, ahora en corriente alterna AC vs. temperatura y añadir pequeños magnetos en los extremos del porta-muestra para realizar estudios de magnetorresistencia a bajas temperaturas.

Conclusiones

El nuevo sistema de medición de la resistividad eléctrica a bajas temperaturas mediante la técnica de las 4 puntas implementado en la presente tesis incluye un criostato de helio de ciclo cerrado, un sistema de bomba de mediano vacío, un sistema chiller, un sistema de control de temperatura y un sistema de medición de la resistividad eléctrica automatizado por ordenador.

El sistema criogénico consta de un cabezal frío, un compresor, una cubierta de vacío y un escudo contra la radiación, mangueras de alta presión y ventanas para las mediciones ópticas. El sistema de vacío consiste en una bomba de diafragma combinada con una turbobomba libre de aceite (Turbo TPS-mini AGILENT modelo 9699180). El sistema chiller se compone de 2 unidades, un chiller pequeño modelo cw5200 y el chiller Innova modelo INCH-02TR/1216, y para la extracción del aire caliente generado en el proceso, una campana extractora genérica de la marca BIOBASE.

El sistema de control de temperatura consistió en un controlador de temperatura de alta precisión (Lake Shore, modelo 335) y dos cables de 4 metros de longitud con extremos de sensores de temperatura criogénicos y heater instalados en el interior de la estructura del cabezal frío y en el escudo adiabático interior (zona del porta-muestra), respectivamente.

El sistema de recogida de datos está formado por una unidad de adquisición de datos (Nanovolt 34420 y una pequeña fuente de corriente) junto con un computador con procesador Pentium 4 equipado con una tarjeta de interfaz GPIB (IEEE 488) y serial RS-232.

El sistema implementado y automatizado de medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas se muestra en la Figura 55.

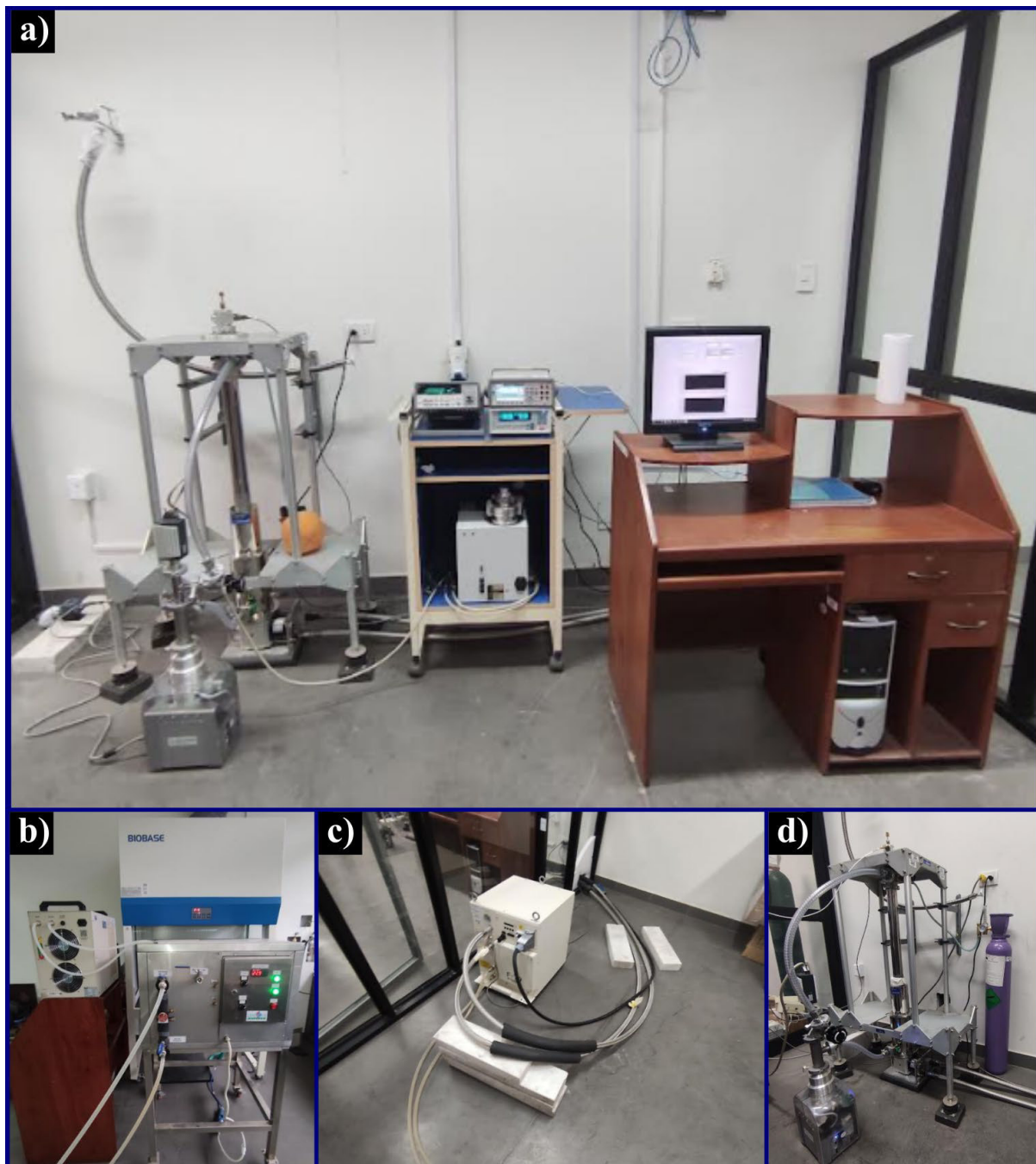


Figura 55. (a) Sistema de medición de resistividad eléctrica vs. temperatura implementado y automatizado en la presente tesis, (b) sistema chiller, (c) sistema compresor y (d) vista frontal de la estructura que sostiene el cabezal frío y la unidad portamuestra.

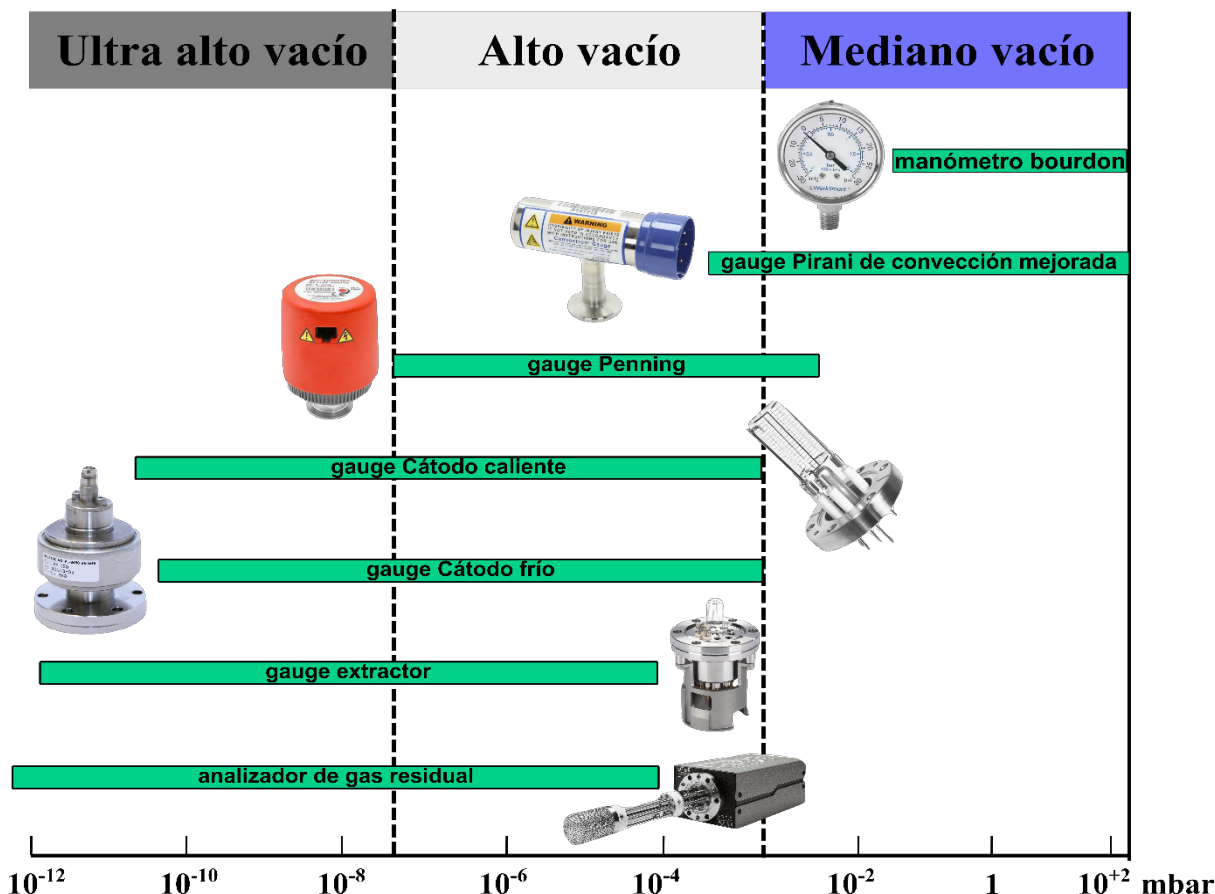
Referencia

1. Zhao, Z., & Wang, C. (2019). *Cryogenic Engineering and Technologies: Principles and Applications of Cryogen-Free Systems*. CRC Press
<https://doi.org/10.1201/9780429194726>.
2. Lebrun, P. (2007). An Introduction to Cryogenics. *CERN Document Server*.
3. Papanelopoulou, F. (2013). Louis Paul Cailletet: The liquefaction of oxygen and the emergence of low-temperature research. *Notes and Records of the Royal Society*, 67(4), 355–373. <https://doi.org/10.1098/rsnr.2013.0047>
4. Dewar, J. (1898). Preliminary note on the liquefaction of hydrogen and helium. *Proceedings of the Royal Society of London*, 63(389–400), 256–258.
<https://doi.org/10.1098/rspl.1898.0031>
5. Reed, R. P., & Timmerhaus, K. D. (2007). *Cryogenic engineering: fifty years of progress*. Springer.
6. Giauque, W. F., & MacDougall, D. P. (1933). Attainment of Temperatures Below 1° Absolute by Demagnetization of Gd₂(SO₄)₃·8H₂O. *Physical Review*, 43(9), 768–768.
<https://doi.org/10.1103/PhysRev.43.768>
7. Collins, S. C. (1947). A Helium Cryostat. *Review of Scientific Instruments*, 18(3), 157–167. <https://doi.org/10.1063/1.1740913>
8. Zu, H., Dai, W., & de Waele, A. T. A. M. (2022). Development of dilution refrigerators—A review. *Cryogenics*, 121, 103390.
<https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2021.103390>
9. Reif-Acherman, S. (2011). Liquefaction of gases and discovery of superconductivity: two very closely scientific achievements in low temperature physics. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, 33, 1–17. <https://doi.org/10.1590/S1806-11172011000200016>
10. Mele, P., Prassides, K., Tarantini, C., Palau, A., Badica, P., Jha, A. K., & Endo, T. (2019). *Superconductivity: from materials science to practical applications*. Springer Nature.
11. Baudouy, B. (2015). Heat Transfer and Cooling Techniques at Low Temperature. *CAS-CERN Accelerator School: Superconductivity for Accelerators - Proceedings*.
<https://doi.org/10.5170/CERN-2014-005.329>
12. Pierini, P. (2013). Fundamental of cryogenics (for superconducting RF technology).
<https://doi.org/10.5170/CERN-2013-001.349>
13. Ekin, J. (2006). *Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements*.
<https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780198570547.001.0001>
14. Duthil, P. (2015). Material properties at low temperature. *arXiv preprint arXiv:1501.07100*.

15. Ventura, G., & Risegari, L. (2008). *The art of cryogenics: low-temperature experimental techniques* (1st ed.). Amsterdam ; Boston: Elsevier. Retrieved from <http://www.loc.gov/catdir/enhancements/fy0827/2008295837-d.html>
16. Umrath, W. (2009). *Fundamentals of vacuum technology*. Cologne.
17. Lafferty, J. M. (1998). *Foundations of vacuum science and technology*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
18. Levi, G. (1992). Combination of turbomolecular pumping stages and molecular drag stages. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 10(4), 2619–2622. <https://doi.org/10.1116/1.577947>
19. Chambers, A. (2004). *Modern Vacuum Physics*. CRC Press.
20. Marquardt, N. (1999). Introduction to the principles of vacuum physics. *CERN Document Server*. <https://doi.org/10.5170/CERN-1999-005.1>
21. Peacock, R. N., Peacock, N. T., & Hauschulz, D. S. (1991). Comparison of hot cathode and cold cathode ionization gauges. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 9(3), 1977–1985. <https://doi.org/10.1116/1.577439>
22. Jousten, K. (2007). Gauges for fine and high vacuum. *CAS 2006 - CERN Accelerator School: Vacuum in Accelerators, Proceedings*.
23. Radebaugh, R. (2009). Cryocoolers: the state of the art and recent developments. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 21(16), 164219. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/21/16/164219>
24. Thirumaleshwar, M., & Subramanyam, S. V. (1986). Gifford-McMahon cycle — a theoretical analysis. *Cryogenics*, 26(3), 177–188. [https://doi.org/10.1016/0011-2275\(86\)90217-1](https://doi.org/10.1016/0011-2275(86)90217-1)
25. Sumitomo (SHI) Cryogenics of America. (2003). *Sumitomo SRDK series - Operating instructions*.
26. Kar, S., & Sharma, R. G. (2007). Cryogenic Temperature Sensors. *Defence Science Journal*, 57, 195–208. <https://doi.org/10.14429/dsj.57.1761>
27. Courts, S. S., Swinehart, P. R., & Yeager, C. J. (2002). A new cryogenic diode thermometer. *AIP Conference Proceedings*, 613(1), 1620–1627. <https://doi.org/10.1063/1.1472198>
28. Inc. Lake Shore Cryotronics. (2004). *Temperature Measurement and Control Catalog*. Westerville, Ohio (USA).
29. Ogata, K. (2010). *Modern control engineering* (Vol. 5). Prentice hall Upper Saddle River, NJ.
30. Inc. Lake Shore Cryotronics. (2017). *User's Manual Model 335 Temperature Controller* (Rev. 1.5.).
31. Miccoli, I., Edler, F., Pfnür, H., & Tegenkamp, C. (2015). The 100th anniversary of the four-point probe technique: the role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 27(22), 223201. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/27/22/223201>
32. Zolfaghar Tehrani, S., Lim, W. L., & Lini, L. (2012). Correction factors for films resistivity measurement. *Measurement*, 45, 219–225. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2011.11.019>

33. Singh, Y. (2013). Electrical Resistivity Measurements: a Review. *International Journal of Modern Physics Conference Series*, 22, 745–756.
<https://doi.org/10.1142/S2010194513010970>
34. Agilent Technologies Inc. (2018). *TPS-mini-Pumping Station manual*. Italy.
35. Leybold GmbH. (2016). IONIVAC ITR 90 Operating Manual GA09420_002_C0 (p. 50). France.
36. SHI Cryogenics Group. (2011). *F-70 Indoor Water-Cooled Operating manual*. Allentown, PA | U.S.A.
37. Lake Shore Cryotronics 335 Temperature Controller - Instrument Driver - National Instruments. (n.d.). Retrieved 10 May 2022, from
http://sine.ni.com/apps/utf8/niid_web_display.model_page?p_model_id=19074
38. AGILENT. (2003). *34420A Nano-Volt/Micro-Ohm Meter, 7.5 Digit* (2 ed.). USA.
39. Ángel, B. D. (1996). *Estudo por Espectroscopia Mössbauer de cerâmicas relacionadas ao sistema 57Fe: Y-Ba-Cu-O contendo oxianiones*. Tesis de Doctorado, CBPF, Brasil.
40. Berman, A. (2014). *Total pressure measurements in vacuum technology*. Academic Press.

Anexo I: Algunos gauges de vacío



Descripción

- **Manómetro de bourdon:** Utiliza un tubo en espiral enrollado, la presión de vacío o la presión positiva provoca flexión en el tubo, y esto hace que la espiral se desenrolle y, a través de un sistema de engranajes, mueva la aguja que es visible en la cara del manómetro. Cubre un rango en presión positiva de 0 - 30 PSI y en presión de vacío hasta -29,9 inHg con una resolución de 1 inHg.
- **Gauge Pirani de convección mejorada:** Es una variación del gauge Pirani que aprovecha las corrientes de convección térmica (generadas por encima de 1 Torr), permitiéndole cubrir un rango de medición fiable desde $\sim 4 \cdot 10^{-4}$ mbar hasta la presión atmosférica. Un detalle es que, como la convección depende de la gravedad, hay que tener en cuenta la orientación del gauge en la instalación, preferiblemente horizontal o como indique el manual del fabricante.
- **Gauge Penning:** Consta de 2 electrodos, un ánodo (anillo en el centro) y un cátodo (placas en los extremos) sobre los que se aplican unos 2 kV y que, por la presencia de un campo magnético, dirigen en trayectoria helicoidal los electrones emitidos por el cátodo hasta alcanzar el bucle del ánodo. Cuando los electrones chocan con las moléculas de gas, los iones pasan al cátodo, que compensa la carga del ánodo donde llegan los electrones. Con esta relación indirecta es que se puede medir la presión del gas. Penning pudo cubrir un rango de medición de $10^{-2} - 10^{-8}$ mbar.
- **Gauge cátodo frío:** Estos medidores utilizan electrones de descarga luminosa para ionizar los gases residuales. Un campo eléctrico y magnético cruzado permite que la corriente de carga atrapada realice trayectorias helicoidales, lo que aumenta su recorrido, mejorando así la probabilidad de ionización del gas residual. Este medidor tiene límites establecidos por la desorción de electrones y la emisión de rayos X.
- **Gauge cátodo caliente:** A diferencia del gauge cátodo frío, un cátodo termoiónico es la fuente de los electrones ionizantes [21]. Esto se explica con más detalle en la sección 2.3 del capítulo 2 (Marco teórico).
- **Gauge extractor:** En el régimen UHV (ultra alto vacío), es necesario minimizar la influencia de las corrientes residuales. Esto se consigue reduciendo volumétricamente el electrodo y retirándolo a una posición exterior. Además, el colector de iones debe estar diseñado de forma que se minimice la incidencia de los rayos X; todos estos detalles permiten medir rangos del orden de 10^{-12} mbar [40].
- **Analizador de gas residual:** Se trata de un pequeño espectrómetro de masas con tecnología cuadrupolar, utilizado para encontrar trazas de impurezas en gases a presiones de vacío y como detectores de fugas de helio.

Anexo II: Curva estándar DT-670 Corriente de medición = $10\mu\text{A} \pm 0,05\%$

Curve DT-670



Standard Curve DT-670: Measurement Current = $10\mu\text{A} \pm 0.05\%$

T (K)	Voltage (V)	dV/dT (mV/K)	T (K)	Voltage (V)	dV/dT (mV/K)	T (K)	Voltage (V)	dV/dT (mV/K)
1.20	1.646540	-9.87	18.00	1.228300	-15.25	125.00	0.939242	-1.96
1.40	1.644290	-12.49	18.50	1.220700	-15.18	130.00	0.929390	-1.98
1.60	1.641570	-14.79	19.00	1.213110	-15.20	135.00	0.919446	-2.00
1.80	1.638370	-17.15	19.50	1.205480	-15.34	140.00	0.909416	-2.01
2.00	1.634720	-19.30	20.00	1.197748	-15.63	145.00	0.899304	-2.03
2.20	1.630670	-21.14	21.00	1.181548	-16.98	150.00	0.889114	-2.05
2.40	1.626290	-22.61	22.00	1.162797	-21.11	155.00	0.878851	-2.06
2.60	1.621660	-23.63	23.00	1.140817	-20.77	160.00	0.868518	-2.07
2.80	1.616870	-24.16	24.00	1.125923	-9.42	165.00	0.858120	-2.09
3.00	1.612000	-24.67	25.00	1.119448	-4.60	170.00	0.847659	-2.10
3.20	1.606970	-25.63	26.00	1.115658	-3.19	175.00	0.837138	-2.11
3.40	1.601730	-26.80	27.00	1.112810	-2.58	180.00	0.826560	-2.12
3.60	1.596260	-27.91	28.00	1.110421	-2.25	185.00	0.815928	-2.13
3.80	1.590570	-28.99	29.00	1.108261	-2.08	190.00	0.805242	-2.14
4.00	1.584650	-30.21	30.00	1.106244	-1.96	195.00	0.794505	-2.15
4.20	1.578480	-31.59	31.00	1.104324	-1.88	200.00	0.783720	-2.16
4.40	1.572020	-32.91	32.00	1.102476	-1.82	210.00	0.772007	-2.18
4.60	1.565330	-33.97	33.00	1.100681	-1.77	220.00	0.760115	-2.20
4.80	1.558450	-34.74	34.00	1.098930	-1.73	230.00	0.748054	-2.21
5.00	1.551450	-35.25	35.00	1.097216	-1.70	240.00	0.735834	-2.23
5.20	1.544360	-35.60	36.00	1.095534	-1.67	250.00	0.723462	-2.24
5.40	1.537210	-35.92	37.00	1.093878	-1.64	260.00	0.710949	-2.26
5.60	1.530000	-36.22	38.00	1.092244	-1.62	270.00	0.698302	-2.27
5.80	1.522730	-36.48	39.00	1.090627	-1.61	273.15	0.621141	-2.28
6.00	1.515410	-36.71	40.00	1.089024	-1.60	280.00	0.605528	-2.28
6.50	1.496980	-36.86	42.00	1.085842	-1.59	290.00	0.582637	-2.29
7.00	1.478680	-36.21	44.00	1.082669	-1.59	300.00	0.559639	-2.30
7.50	1.460860	-35.00	46.00	1.079492	-1.59	305.00	0.548102	-2.31
8.00	1.443740	-33.42	48.00	1.076303	-1.60	310.00	0.536542	-2.31
8.50	1.427470	-31.67	50.00	1.073099	-1.61	320.00	0.513361	-2.32
9.00	1.412070	-29.95	52.00	1.069881	-1.61	330.00	0.490106	-2.33
9.50	1.397510	-28.31	54.00	1.066650	-1.62	340.00	0.466760	-2.34
10.00	1.383730	-26.84	56.00	1.063403	-1.63	350.00	0.443371	-2.34
10.50	1.370650	-25.51	58.00	1.060141	-1.64	360.00	0.419960	-2.34
11.00	1.358200	-24.31	60.00	1.056862	-1.64	370.00	0.396503	-2.35
11.50	1.346320	-23.20	65.00	1.048584	-1.67	380.00	0.373002	-2.35
12.00	1.334990	-22.15	70.00	1.040183	-1.69	390.00	0.349453	-2.36
12.50	1.324160	-21.17	75.00	1.031651	-1.72	400.00	0.325839	-2.36
13.00	1.313810	-20.25	77.35	1.027594	-1.73	410.00	0.302161	-2.37
13.50	1.303900	-19.41	80.00	1.022984	-1.75	420.00	0.278416	-2.38
14.00	1.294390	-18.63	85.00	1.014181	-1.77	430.00	0.254592	-2.39
14.50	1.285260	-17.92	90.00	1.005244	-1.80	440.00	0.230697	-2.39
15.00	1.276450	-17.31	95.00	0.996174	-1.83	450.00	0.206758	-2.39
15.50	1.267940	-16.77	100.00	0.986974	-1.85	460.00	0.182832	-2.39
16.00	1.259670	-16.31	105.00	0.977650	-1.88	470.00	0.159010	-2.37
16.50	1.251610	-15.94	110.00	0.968209	-1.90	480.00	0.135480	-2.33
17.00	1.243720	-15.64	115.00	0.958657	-1.92	490.00	0.112553	-2.25
17.50	1.235960	-15.41	120.00	0.949000	-1.94	500.00	0.090681	-2.12

POLYNOMIAL REPRESENTATION

Curve DT-670 can be expressed by a polynomial equation based on the Chebychev polynomials. Four separate ranges are required to accurately describe the curve. Table 1 lists the parameters for these ranges. The polynomials represent Curve DT-670 on the preceding page with RMS deviations of 10 mK. The Chebychev equation is:

$$T(x) = \sum_{i=0}^n a_i t_i(x) \quad (1)$$

where $T(x)$ = temperature in Kelvin, $t_i(x)$ = a Chebychev polynomial, and a_i = the Chebychev coefficient. The parameter x is

$$x = \frac{(Z - ZL) - (ZU - Z)}{(ZU - ZL)} \quad (2)$$

where Z = voltage and ZL and ZU = lower and upper limit of the voltage over the fit range. The Chebychev polynomials can

$$t_{i+1}(x) = 2xt_i(x) - t_{i-1}(x) \quad (3)$$

be generated from the recursion relation:

$$t_0(x) = 1, \quad t_1(x) = x \quad (3)$$

Alternately, these polynomials are given by:

$$t_i(x) = \cos[i \cdot \arccos(x)] \quad (4)$$

The use of Chebychev polynomials is no more complicated than the use of the regular power series and they offer significant advantages in the actual fitting process. The first step is to transform the measured voltage into the normalized variable using Equation (2). Equation (1) is then used in combination with equations (3) and (4) to calculate the temperature. Programs 1 and 2 provide sample BASIC subroutines which will take the voltage and return the temperature T calculated from Chebychev fits. The subroutines assume the values ZL and ZU have been input along with the degree of the fit. The Chebychev coefficients are also assumed to be in any array $A(0), A(1), \dots, A(i_{\text{degree}})$.

An interesting property of the Chebychev fit is evident in the form of the Chebychev polynomial given in Equation (4). No term in Equation (1) will be greater than the absolute value of the coefficient. This property makes it easy to determine the contribution of each term to the temperature calculation and where to truncate the series if full accuracy is not required.

```

FUNCTION Chebychev (Z as double) as
double
REM Evaluation of Chebychev series
X = ((Z - ZL) - (ZU - Z)) / (ZU - ZL)
Tc(0) = 1
Tc(1) = X
T = A(0) + A(1) * X
FOR I = 2 TO UBOUND(A())
    Tc(I) = 2 * X * Tc(I-1) - Tc(I-2)
    T = T + A(I) * Tc(I)
NEXT I
Chebychev = T
END FUNCTION

```

Program 1. BASIC subroutine for evaluating the temperature T from the Chebychev series using Equations (1) and (3). An array $T_c(i_{\text{degree}})$ should be dimensioned. See text for details.

```

FUNCTION Chebychev (Z as double) as
double
REM Evaluation of Chebychev series
X = ((Z - ZL) - (ZU - Z)) / (ZU - ZL)
T = 0
FOR I = 0 TO UBOUND(A())
    T = T + A(I) * COS(I * ARCCOS(X))
NEXT I
Chebychev = T
END FUNCTION

```

$$\text{NOTE: } \arccos(X) = \frac{\pi}{2} - \arctan\left[\frac{X}{\sqrt{1-X^2}}\right]$$

Program 2. BASIC subroutine for evaluating the temperature T from the Chebychev series using Equations (1) and (4). Double precision calculations are recommended.

Table 1

2.0 K to 12.0 K	12.0 K to 24.5 K	24.5 K to 100.0 K	100 K to 500 K
ZL = 1.294390	ZL = 1.11230	ZL = 0.909416	ZL = 0.07000
ZU = 1.680000	ZU = 1.38373	ZU = 1.122751	ZU = 0.99799
A(0) = 6.429274	A(0) = 17.244846	A(0) = 82.017868	A(0) = 306.592351
A(1) = -7.514262	A(1) = -7.964373	A(1) = -59.064244	A(1) = -205.393808
A(2) = -0.725882	A(2) = 0.625343	A(2) = -1.356615	A(2) = -4.695680
A(3) = -1.117846	A(3) = -0.105068	A(3) = 1.055396	A(3) = -2.031603
A(4) = -0.562041	A(4) = 0.292196	A(4) = 0.837341	A(4) = -0.071792
A(5) = -0.360239	A(5) = -0.344492	A(5) = 0.431875	A(5) = -0.437682
A(6) = -0.229751	A(6) = 0.271670	A(6) = 0.440840	A(6) = 0.176352
A(7) = -0.135713	A(7) = -0.151722	A(7) = -0.061588	A(7) = -0.182516
A(8) = -0.068203	A(8) = 0.121320	A(8) = 0.209414	A(8) = 0.064687
A(9) = -0.029755	A(9) = -0.035566	A(9) = -0.120882	A(9) = -0.027019
	A(10) = 0.045966	A(10) = 0.055734	A(10) = 0.010019
		A(11) = -0.035974	

Anexo III: Relación Señal de salida-Presión del sensor de vacío Ionovac ITR-90

A: Relationship Output Signal – Pressure

Conversion formulae

$$p = 10^{(U - 7.75) / 0.75 + c}$$

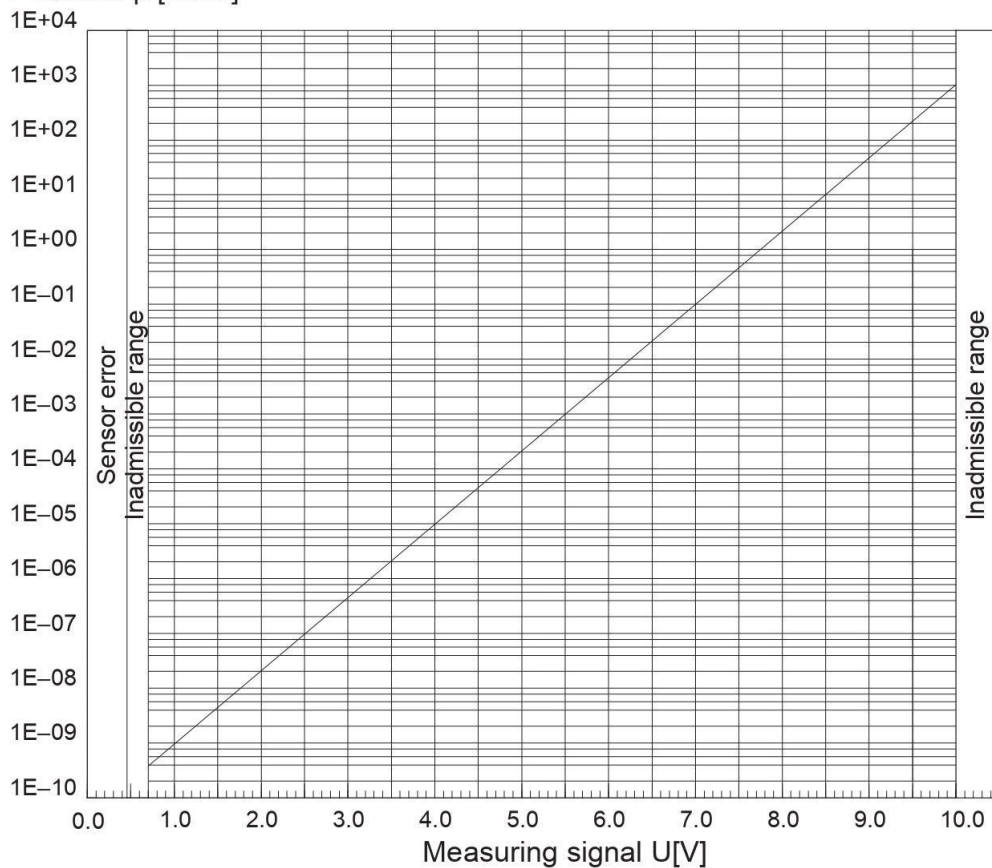
$$U = 0.75 \times (\log p - c) + 7.75$$

where

U	p	c
[V]	[mbar]	0
[V]	[Pa]	2
[V]	[Torr]	-0.125

Conversion curve

Pressure p [mbar]



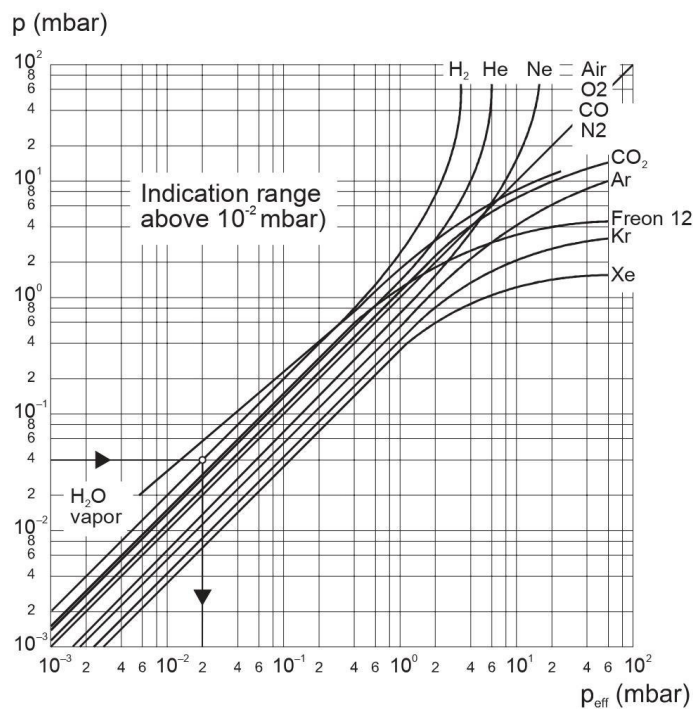
Conversion table

Output signal U [V]	Pressure p		
	[mbar]	[Torr]	[Pa]
0.3 / 0.5		Sensor error (→ 39)	
0.51 ... 0.774		Inadmissible range	
0.774	5×10^{-10}	3.75×10^{-10}	5×10^{-8}
1.00	1×10^{-9}	7.5×10^{-10}	1×10^{-7}
1.75	1×10^{-8}	7.5×10^{-9}	1×10^{-6}
2.5	1×10^{-7}	7.5×10^{-8}	1×10^{-5}
3.25	1×10^{-6}	7.5×10^{-7}	1×10^{-4}
4.00	1×10^{-5}	7.5×10^{-6}	1×10^{-3}
4.75	1×10^{-4}	7.5×10^{-5}	1×10^{-2}
5.50	1×10^{-3}	7.5×10^{-4}	1×10^{-1}
6.25	1×10^{-2}	7.5×10^{-3}	1×10^0
7.00	1×10^{-1}	7.5×10^{-2}	1×10^1
7.75	1×10^0	7.5×10^{-1}	1×10^2
8.50	1×10^1	7.5×10^0	1×10^3
9.25	1×10^2	7.5×10^1	1×10^4
10.00	1×10^3	7.5×10^2	1×10^5
>10.00		Inadmissible range	

B: Gas Type Dependence

Indication range above 10^{-2} mbar

Pressure indicated (transmitter adjusted for air, Pirani-only mode)

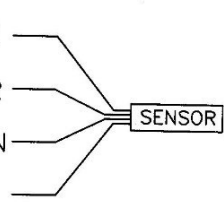


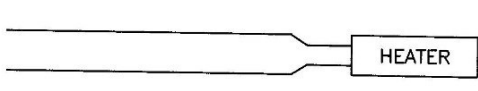
Anexo IV: Cableado interno de 10 pines para un sensor y un heater (calentador resistivo)

CRYO INDUSTRIES
 10 PIN FEEDTHROUGH INTERNAL WIRING
 FOR ONE SENSOR & ONE HEATER
 WWW.CRYOINDUSTRIES.COM

DATE: ----- 1-25-2017
 LAB TECH. NAME: --- N.J

JOB NO: ----- 6308
 CUSTOMER: ----- SAN MARCOS UNIVERSITY
 SYSTEM DESCRIPTION: --- V.T CLOSED CYCLE MOSSBAUER REFRIGERATOR SYSTEM
 FEEDTHROUGH LOCATION: --- SAMPLE POSITIONER

PINS	INTERNAL WIRES	ITEM	SENSOR INFORMATION
A	I+ BLUE		TYPE: --- SILICON DIODE
B	V+ CLEAR		MODEL NO.: DT-670B1-CU
C	V- GREEN		SERIAL NO.: D6065731
D	I- RED		CURVE NO.: LOCATION: --- SAMPLE MOUNT
E	---		
F	---		
J	---		
K	---		

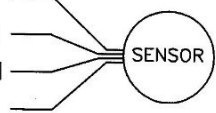
PINS	INTERNAL WIRES	ITEM	HEATER INFORMATION
G	---		TYPE: --- CARTRIDGE HEATER
H	---		RESISTANCE: 50 OHMS LOCATION: --- SAMPLE MOUNT

NOTES:


DWG#: 6308WIRE1

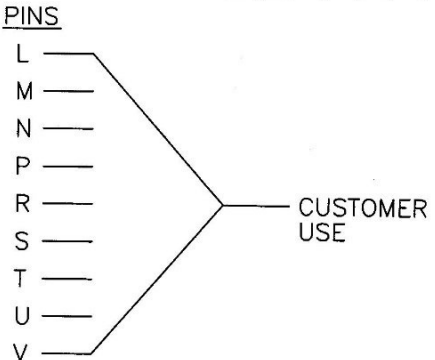
19 PIN FEEDTHROUGH INTERNAL
WIRING FOR (1) SENSOR & (1) HEATER

DATE: ----- 1-27-2017
 LAB TECH. NAME: --- N.J
 JOB NO: ----- 6308
 CUSTOMER: ----- SAN MARCOS UNIVERSITY
 SYSTEM DESCRIPTION: --- VARIABLE TEMPERATURE CLOSED CYCLE MOSSBAUER REFRIGERATOR SYSTEM
 FEEDTHROUGH LOCATION: --- INSTRUMENTATION TUBE(REFRIGERATOR)

PINS	INTERNAL WIRES	ITEM	SENSOR INFORMATION	
A	(I+) BLUE		TYPE: ---	SILICON DIODE
B	(V+) CLEAR		MODEL NO.:	DT-670B1-CU
C	(V-) GREEN		SERIAL NO.:	D6068605
D	(I-) RED		CURVE NO.:	
			LOCATION: ---	COLD FINGER

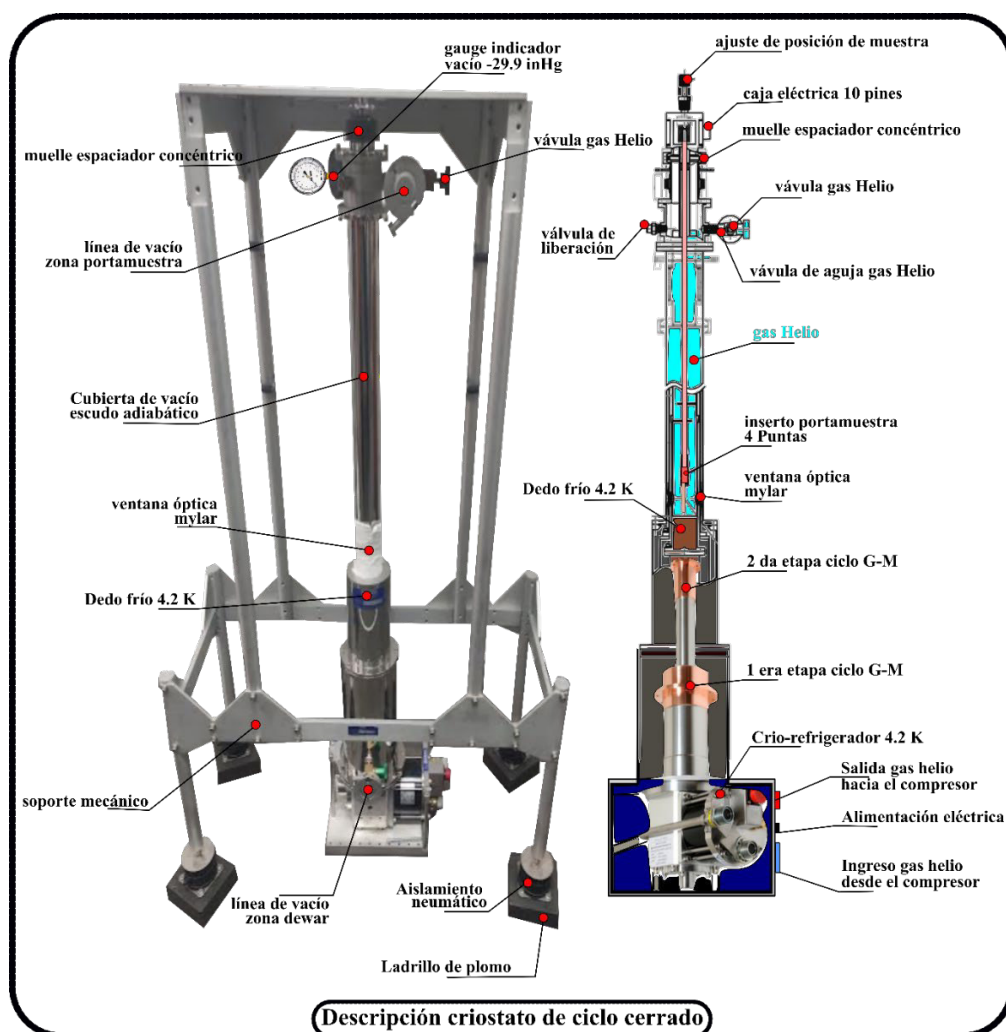
- PINS
 E ---
 F ---
 J ---
 K ---

PINS	ITEM	HEATER INFORMATION	
G		TYPE: ---	CARTRIDGE HEATER
H		RESISTANCE:	50 OHMS
		LOCATION: ---	COLD FINGER



NOTES:
 DWG#: 6308WIRE2

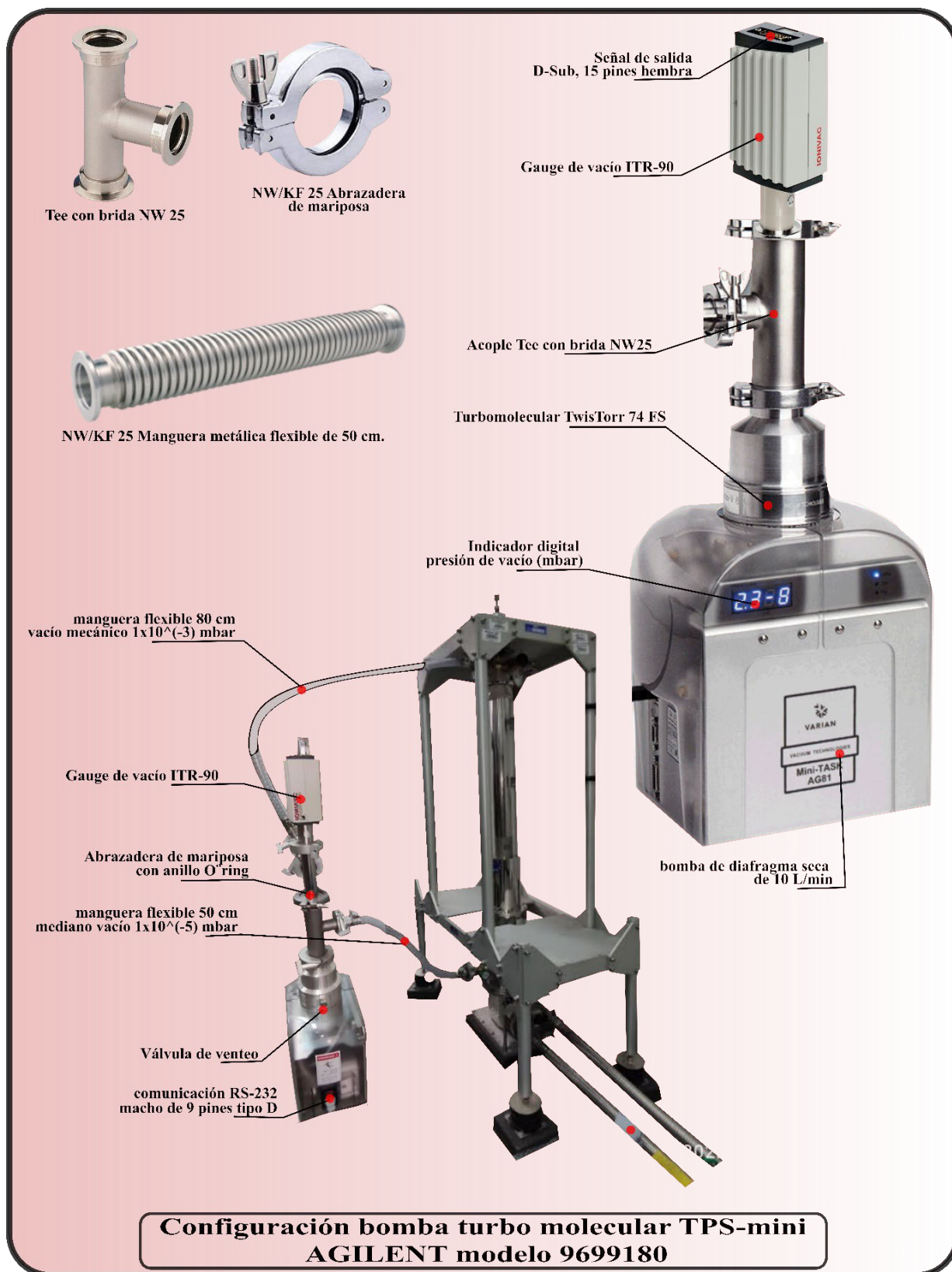
Anexo V: Configuración criostato de ciclo cerrado



- ✓ **1era y 2da etapa ciclo G-M:** La función del cabezal frío es generar una refrigeración continua de ciclo cerrado. En el presente modelo RDK-408D2, la primera etapa alcanza una temperatura de 15 K, y la segunda una capacidad de aproximadamente 1,0 W a 4,2 K.
- ✓ **Aislamiento neumático:** Soporta la estructura del criostato y proporciona aislamiento frente a las vibraciones.
- ✓ **Ajuste posición de muestra:** Permite la rotación del inserto porta muestras desde el exterior.
- ✓ **Caja eléctrica 10 pines:** Permite el sellado al vacío de los cables de instrumentación (4 para el sensor de temperatura y 2 para el heater); la caja eléctrica se atornilla a una brida con O' Ring de nitrilo a la parte superior de la sonda.
- ✓ **Cubierta de vacío, escudo adiabático:** Constituido de acero inoxidable y/o aluminio, y el interior envuelto en varias capas de aluminio o material específico del fabricante, de manera que se reduzca el nivel de radiación térmica y con ello conseguir un mejor control térmico en la zona del porta muestra y dewar.
- ✓ **Dedo frío:** Es una pieza del criostato con altísima conductividad térmica que se coloca cerca de la estación de calor de la segunda etapa del ciclo G-M y permite conseguir una superficie localizada de 4,2 K.
- ✓ **Gauge indicador vacío -29.9 inHg:** Proporciona información sobre el nivel de vacío en la zona del tubo porta muestra (-29,9 inHg) e indica cuándo es mayor que una atmósfera (momento en que el gas helio rompe el vacío).
- ✓ **Ingreso y salida gas Helio (compresor):** Gas Helio 99.999% pureza, con el que opera el compresor bajo el ciclo G-M
- ✓ **Inserto porta muestra 4 Puntas:** mide $52 \times 12 \times 3 \text{ mm}^3$ y está construido con cobre para una mejor conductividad térmica, sirve para anclar muestras y realizar estudios eléctricos y de Mossbauer a temperaturas 300 K – 4.2 K.
- ✓ **Línea de vacío zona porta muestra y zona dewar:** Adaptador NW25, en ella se realiza los ciclos de vacío 10^{-5} mbar
- ✓ **Ladrillos de plomo:** Es la base de la estructura metálica y amortigua las vibraciones mecánicas.
- ✓ **Muelle espaciador concéntrico:** El muelle espaciador concéntrico varía su longitud cuando se evacua el tubo porta muestra, consiguiendo así una baja transmisión de vibraciones desde el exterior al posicionador de muestra.
- ✓ **Soporte mecánico:** Conformado por una estructura de aluminio que impide que el fuelle (espaciador concéntrico) se cierre (ciclo de vacío), manteniéndolo en su longitud libre.
- ✓ **Válvula de aguja gas Helio:** Permite una regulación precisa y estable de la entrada de gas de intercambio (helio comercial) y protege al delicado gauge de vacío.
- ✓ **Válvula de liberación:** Protege las líneas de vacío de un posible colapso debido a las altas diferencias de presión.
- ✓ **Válvula gas Helio:** Permite regular el ingreso de gas de intercambio (Helio comercial).
- ✓ **Ventana óptica mylar:** Ventana óptica de mylar con 20 mm de diámetro, para estudios con sistema Mossbauer.

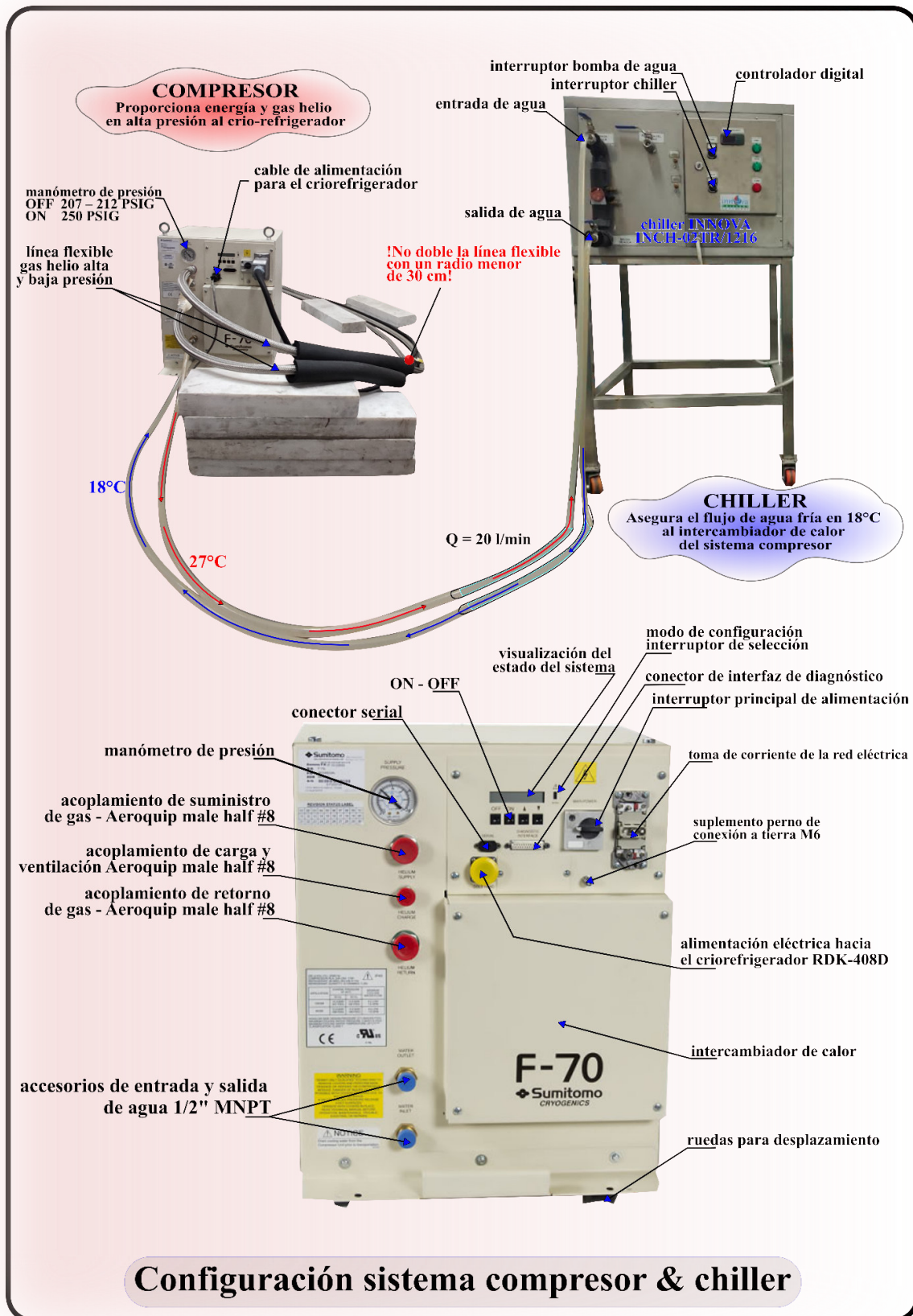
Configuración criostato de ciclo cerrado. (Adaptado de [25])

Anexo VI: Configuración bomba turbo molecular TPS-mini AGILENT modelo 9699180



Configuración bomba turbo molecular TPS-mini AGILENT modelo 9699180. (Adaptado de [34])

Anexo VII: Configuración sistema compresor & chiller



Configuración sistema compresor & chiller. (Adaptado de [36])