A mi familia A mis amigos y a todos aquellos cronopios, famas y esperanzas que me han permitido llegar hasta aquí

Índice de contenidos

Indice de contenidos Resumen		ii iii	
1.	Intr	oducción	1
	1.1.	Motivación	1
	1.2.	Algunas ideas sobre superconductividad	4
	1.3.	Sensores superconductores de borde de transición	5
	1.4.	El superconductor MgB_2	6
	1.5.	Crecimiento de films de MgB_2	7
	1.6.	Objetivos y organización de la tesis	8
Bi	bliog	grafía	10

Resumen

En este trabajo se estudia la viabilidad de utilizar films del supuerconductor MgB₂, que tiene una temperatura crítica alrededor de 39 K, para construir un detector de neutrones térmicos y fríos. El objetivo es aprovechar el calor generado por la reacción $^{10}{\rm B}(n,\alpha)^{6}{\rm Li}$ que tiene una sección eficaz de 3800 barns para neutrones térmicos y libera una energía de aproximadamente 2.3 MeV. El calor producido por la reacción produce una supresión momentánea de la superconductividad, lo que produce una señal que permite registrar la captura de un neutrón. Se realizaron simulaciones de las trayectorias de los productos de la reacción en el MgB₂ para estimar las dimensiones del detector que permitan maximizar su señal, sensibilidad y eficiencia, y que minimicen el tiempo de respuesta, al tiempo que se estimó que la energía de la reacción se deposita en un volumen de unos pocos micrómetros cúbicos. Cálculos y simulaciones hechas con el software comercial de elementos finitos COMSOL MULTIPHYSICS llevaron a la conclusión de que para poder detectar eficientemente neutrones con el MgB₂, resulta necesario construir un cable que tenga un ancho no mayor a un micrón y un espesor no mucho mayor a los 200 nm. Dimensiones mayores incrementan la probabilidad de captura de un neutrón pero reducen drásticamente la señal y la sensibilidad del detector, además de que dificultan el control de la temperatura del mismo.

Fueron realizadas simulaciones en las que se acopló la física del comportamiento térmico y eléctrico del detector, y se observó que si el mismo es operado con corrientes lo suficientemente bajas, la señal y el tiempo de respuesta del detector no se modifican, y que tiene un tiempo de respuesta de algunos nanosegundos cuando el espesor del cable es de 200 nm. También se llevaron a cabo simulaciones intentando regular la temperatura del detector simplemente variando la tensión aplicada al mismo, pero el resultado fue que eso no es posible desde el punto de vista práctico, ya que para regular la temperatura del detector en el rango de interés, es preciso aplicar tensiones que llevan a que circulen corrientes enormes por el cable de MgB₂. La conclusión extraída de este cálculo fue que el detector va a requerir un mecanismo adicional para controlar su temperatura. También se concluyó que por razones de estabilidad en el control de la misma, es conveniente operar al detector a tensión constante, en vez de hacerlo a corriente constante.

En conjunto con el trabajo de las simulaciones se intentó crecer films de ${\rm MgB_2}$ por medio de dos técnicas diferentes, una utilizando un método ex-situ que requrió temperaturas del orden de los 700 °C, y otra consistente en un método in-situ que requería temperaturas iban de los de 500 °C hasta temperatura ambiente.

La primera técnica de crecimiento consistió en depositar films de B por evaporación para luego recocer los mismos junto con pastillas de MgB₂ bulk en ampollas de cuarzo. Se lograron fabricar films de un espesor de algunos cientos de nanómetros, cuyas curvas de magnetización, medidas en un magnetómetro SQUID, presentaron irreversibilidades en un ciclo Zero Field Cooling - Field Cooling compatibles con la formación de una

fase superconductora. Sin embargo, siguiendo este método no se pudo conseguir fabricar films con una transición superconductora lo suficientemente estrecha como para poder fabricar el detector, lo que probablemente se debió a que el sustrato reaccionaba con el film debido a las elevadas temperaturas del recocido.

La segunda técnica de crecimiento de films de MgB₂ explorada en este trabajo fue la de crecimiento directo de films por sputtering, a partir de un blanco de MgB₂ obtenido comercialmente. Se realizaron estudios de difracción de rayos X que no mostraron la formación de la fase MgB₂. Un estudio de la composición de los films crecidos fue realizado utlizando espectroscopía de rayos X caracterísiticos (EDX) y retrodispersión de Rutherford (RBS). Ambos estudios mostraron que los films crecidos tienen un exceso de B, lo que probablemente sea la causa de que no sean superconductores, tal como mostraron las mediciones de magnetización realizadas sobre las muestras. Se decidió intentar recocer los films crecidos con pastillas de Mg, en busca de mejorar la proporcion B/Mg de los films utilizando una temperatura de recocido más baja que la empleada con los films crecidos por evaporación. El recocido logró una mejora en las propiedades de transporte de las muestras, ya que pasaron de ser aislantes a ser semiconductoras, pero no se pudo observar la formación de fases superconductoras, ni en mediciones de magnetización, ni en mediciones de transporte, lo que consituye un indicio de que los films no lograron incorporar la cantidad suficiente de Mg como para volverse superconductores. Esto último se deba probablemente a que la temperatura de recocido no fue lo suficientemente alta como para permitir la difusión de la cantidad necesaria de Mg a través del film.

Capítulo 1

Introducción

"La destrucción es obra de una tarde. La creación es obra de una vida."

— Kamahl, acólito druida

1.1. Motivación

Los estudios de dispersión de neutrones constituyen una de las herramientas fundamentales en el estudio de la materia condensada[1], y existen varias razones para que esto sea así. La primera es que como son partículas sin carga eléctrica, no son dispersadas por la interacción coulombiana, sino solamente por la nuclear, gracias a lo cual tienen secciones eficaces de dispersión que no dependen monótonamente del Z del átomo estudiado[2]. Son esenciales para el estudio de compuestos ricos en elementos livianos (de pequeño Z), ya que dichos elementos dispersan débilmente otros tipos de radiación, como los rayos X y los electrones. La falta de carga eléctrica también permite que los neutrones tengan longitudes de penetración mucho más grandes que los rayos X y los electrones, y esto los hace partículas ideales para el estudio de las propiedades de volumen de los sólidos[1]. Son partículas de espín 1/2 con un momento magnético $\mu_n = -1.9 \,\mu_n$, lo que permite que se los pueda utilizar para estudiar las propiedades magnéticas de un material[1]. Su masa $m_{\rm n}=1,68\,10^{-28}\,{\rm Kg}$ hace que en el rango de energías térmicas (velocidades del orden de 2.20 km/s) tengan longitudes de onda del orden de la separación de las partículas en un sólido $(\lambda_{Th} = 1.8 \text{ Å})[1]$. Debe agregarse además que los neutrones térmicos tienen una energía cinética compatible con las energías de excitación en el espectro de fonones de un sólido[1]. Estas características hacen que los neutrones sean partículas de gran utilidad para explorar propiedades como la estructura cristalina, estructura de moléculas y densidad de estados de fonones de un sólido. En resumen, los neutrones son excelentes candidatos para el estudio de numerosas propiedades en el campo de la materia condensada, y en muchos casos son la mejor de las opciones (Fig. 1.1). Sin embargo, las características que los hacen buenas partículas para el estudio son las que hacen que sean pocos los dispositivos útiles para su detección.

Para detectar neutrones hacen falta elementos que posean una gran sección eficaz de captura de los mismos y utilizar las partículas que se producen en la reacción nuclear como elemento de detección[3], siendo ejemplos de este método de detección

1.1 Motivación

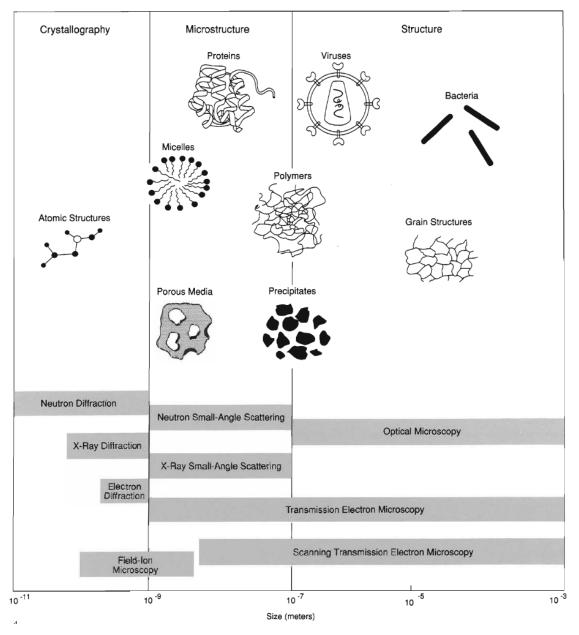


Figura 1.1: Distintas técnicas de caracterización de materiales (electrones, rayos X, iones y neutrones), junto con su rango de aplicación. Puede verse que los neutrones son una herramienta fundamental para el estudio de la materia condensada cuando las escalas de estudio son del orden de los micrones o menores.

los sensores de ³He gaseoso y BF₃ gaseoso[3]. Dichos dispositivos poseen una gran eficiencia pero tienen el defecto de que sus tiempos de respuesta son lentos (van desde milisegundos a microsegundos) y deben operar en regímenes de alta tensión[3]. Los detectores gaseosos no tienen sensibilidad para distinguir neutrones individuales cuando el flujo de los mismos es muy intenso (sus tasas de conteo máximas son del orden de 10⁶ neutrones/s)[3], y requieren un volumen de operación relativamente grande (del orden de cm³), lo que hace que no puedan ser utilizados como sensores sensibles a posición[3], y además presentan el inconveniente de que poseen un elevado costo[3]. El ³He presenta el problema adicional de que es un elemento de importancia estratégica que

1.1 Motivación 3

tiene un reducido número de oferentes en el mundo, por lo que su acceso es restringido.

Dentro de los elementos naturales para la detección de neutrones térmicos, uno de los más interesantes es el ¹⁰B[3], que se encuentra en el boro natural en una proporción de alrededor del 20 %, lo que hace relativamente sencillo conseguir ¹⁰B enriquecido. Este núcleo posee una sección eficaz de captura de neutrones térmicos que es la segunda más alta dentro de los elementos utilizados para su detección[3]. Dicha sección eficaz se incrementa al disminuir la energía de los neutrones incidentes. En la Fig. 1.2 está graficada la variación de la sección eficaz en función la energía, para algunos de los elementos más utilizados en la construcción de sensores de neutrones térmicos y fríos.

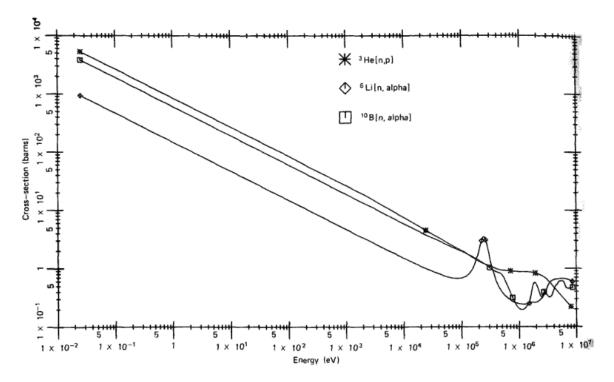


Figura 1.2: Secciones eficaces de captura en función de la energía del neutrón incidente para el ³He (cruces), ⁶Li (rombos) y ¹⁰B (cuadrados). Puede notarse que, a bajas energías, la sección eficaz es inversamente proporcional a la energía del neutrón incidente. Imagen obtenida de [3].

Sólo a efectos de comparar, la sección eficaz de captura neutrónica para el ¹⁰B es de 3800 barns si los neutrones incidentes tienen una velocidad de 2.20 km/s. La sección eficaz del ³He (uno de los mejores elementos disponibles para la detección de neutrones) en condiciones similares es de 5300 barns y la del ⁶Li es de 940 barns[3].

En este trabajo se propone la construcción de un detector de neutrones sensible a posición utilizando lo que se denomina un sensor superconductor de borde de transición. En las secciones siguientes se dará una breve explicación del fenómeno de la superconductividad y sus aplicaciones como sensores de diferentes tipos de radiación. Posteriormente se comenta el superconductor sobre el que se realizó este trabajo, el MgB₂, y como se lo puede utilizar para construir un detector de neutrones; y finalmente se hace un repaso de las técnicas de crecimiento utilizadas en la actualidad para fabricar films de MgB₂, ya que la fabricación de un detector superconductor como el que se va a proponer requiere la fabricación del superconductor en forma de film.

1.2. Algunas ideas sobre superconductividad

Los superconductores (SC) son materiales que al ser enfriados por debajo de una temperatura crítica T_c , y en presencia de un campo magnético menor al valor crítico $H_c(T)$, presentan resistencia nula. Este comportamiento es distinto al de los metales, cuya resistencia tiende a un valor fijo en las proximidades del cero absoluto (debido a las impurezas en el material) o al de los semiconductores, cuya resistencia aumenta al disminuir la temperatura.

Una característica más fundamental de los superconductores es que la inducción magnética B es nula en el interior de los mismos, siempre que el campo aplicado esté por debajo de H_c . En este sentido se presenta la mayor diferencia entre un superconductor y un conductor perfecto, que sólo anularía campos magnéticos dependientes del tiempo. Un superconductor anula tanto campos estáticos como dinámicos. Este efecto, denominado efecto Meissner, implica que la superconductividad se destruye si el campo aplicado supera H_c . Este campo se encuentra relacionado con el aumento de la energía libre por unidad de volumen del material al pasar al estado superconductor. La estabilidad termodinámica del estado superconductor implica que en presencia de un campo magnético se generan en el superconductor corrientes que apantallan al mismo, de modo que la inducción B decae exponencialmente dentro del SC con una longitud característica λ , denominada longitud de penetración.

Los SC pueden ser clasificados como de baja temperatura crítica (LTCSC) o de alta temperatura crítica (HTCSC), y mientras que en los últimos no existe aún un consenso acerca de cuál es el mecanismo microscópico de la superconductividad, en los primeros, dicho mecanismo encuentra su explicación en el marco de la teoría de Bardeen-Cooper-Schriefer (BCS)[4]. En esta teoría se muestra que una interacción atractiva entre electrones, como la que es resultado de la interacción electrón-fonón en los sólidos, implica la inestabilidad del estado fundamental del mar de Fermi respecto de la formación de pares ligados de electrones con coordenadas de momento y espín iguales y opuestas. Estos así denominados "pares de Cooper" tienen una extensión espacial que viene dada por una cantidad denominada longitud de coherencia superconductora $\xi(T)$, cuyo valor a temperatura cero es $\xi_0 = 0.18v_F/(k_BT_c)$, con v_F la velocidad de Fermi de los electrones en el material y k_B la constante de Boltzmann. Si la temperatura del superconductor se eleva por encima de T_c , la energía térmica k_BT es suficiente para romper los pares de Cooper y la superconductividad desaparece. La misma teoría predice que existe un gap en la densidad de estados de las excitaciones de las cuasi-partículas, denominada energía del gap superconductor E_{gap} , que se encuentra relacionada con la T_c del superconductor por la ecuación $E_{qap} \approx 3.5k_BT_c[5]$.

El ancho de las transiciones superconductoras puede llegar a ser del orden de 1 mK, lo que implica que la derivada de la resistencia de un superconductor en función de la temperatura evaluada en T_c puede ser enorme, y esto puede utilizarse para lograr una gran amplificación en la señal obtenida si se utiliza el superconductor como detector. En la sección siguiente se explora con algo más de detalle esta aplicación particular de los superconductores.

1.3. Sensores superconductores de borde de transición

Los sensores superconductores de borde de transición (TES) son un tipo especial de detectores que están diseñados para operar en el pequeño rango de temperaturas en el que ocurre una transición superconductora y son dispositivos que ofrecen una serie de ventajas respecto de los detectores de ionización. Pueden lograr una resolución en energía 10 o 100 veces superior, un tiempo de respuesta que puede llegar a ser 1000 veces más corto y tener niveles de ruido despreciables. Además, como el mecanismo de detección no requiere producir iones, tienen la capacidad de detectar partículas que producen poca o ninguna ionización[6–8] y no necesitan ser operados en regímenes de alta tensión.

En 1941 Andrew et al midieron el incremento de temperatura producido por una señal de radiación infrarroja en un cable de tantalio[9], lo que constituye el primer uso de un TES como bolómetro. Luego, en 1949, el mismo grupo utilizó niobio para detectar la energía depositada por partículas α , lo que representa el primer trabajo reportado en el que se utilizó un TES como calorímetro[10]. Sin embargo, tuvieron que pasar varias décadas para que los TES empezaran a ser utilizados masivamente, debido a que son sistemas altamente no lineales, lo que trae aparejado problemas de estabilidad y un rango operacional pequeño debido a lo estrecho de la transición superconductora. A su vez, cuando estos detectores son operados a corriente constante, diferencias de T_c a lo largo del sensor hacen difícil su operación debido al calentamiento Joule. Por último, resulta complicado adaptar la impedancia de salida de los TES (que son del orden de algunos Ω o menos) con la impedancia de amplificadores FET (del orden de cientos de $M\Omega$)[5]. La mayoría de estos problemas desaparecieron cuando se incorporaron dispositivos superconductores de interferencia cuántica (SQUID) como amplificadores y se empezó a operar a los TES a tensión constante[11]. Al ser operados a tensión constante y enfriados a temperaturas mucho menores que la crítica, se puede lograr que el sistema auto regule su temperatura[11], ya que el calentamiento por efecto Joule aumenta al disminuir la resistencia. De esta forma, cuando el calentamiento Joule se compensa con la pérdida de calor a través del sustrato, se logra estabilizar al detector a una temperatura determinada. Por otro lado, los amplificadores SQUID se pueden adaptar fácilmente a las impedancias de salida de los TES y permiten operar un gran número de sensores con una cantidad reducida de cables a temperatura ambiente[5].

Puede demostrarse[11] que cuando son operados a tensión constante, la señal del TES frente a un pulso de energía decae con una constante de tiempo:

$$\tau = \frac{\tau_0}{1 + \alpha/n} \tag{1.1}$$

donde $\tau_0 = C/G$ es el cociente entre la capacidad calorífica del sensor y la conductividad térmica con el baño térmico, e indica el tiempo de relajación natural del sistema. La derivada logarítmica $\alpha = (T/R)(dR/dT)$ es una medida adimensional de lo brusca que es la transición superconductora y n es un exponente que puede valer entre 4 y 6 dependiendo del vínculo térmico entre el film y el sustrato. Como el factor α puede valer hasta 1000, la Ec. 1.1 indica que el tiempo de relajación efectivo del sistema puede llegar a ser 100 veces más pequeño que el natural. Bajo esas condiciones puede verse

que la energía depositada en el detector vale[11]:

$$E = V \int \Delta I dt \tag{1.2}$$

es decir, que la energía depositada en el detector se puede calcular directamente integrando el pulso de corriente que se produce por el impacto de la partícula de interés, lo que simplifica el cálculo y la interpretación de los resultados que se puedan obtener.

Por otro lado, la operación a tensión constante simplifica en gran medida la fabricación y operación del detector, ya que las no uniformidades, no linealidades y variaciones en T_c van a modificar la forma del pulso de energía emitido, pero no su integral. A su vez, se logra incrementar el rango de operación del detector, ya que si un evento hace que el film o el cable sea completamente normal, todavía se puede medir la energía depositada utilizando la Ec. 1.2, a condición de que la duración del pulso sea mucho menor que τ_0 . Por último, como la medición de la energía es directa, se puede comparar la energía depositada con la energía incidente de las partículas, permitiendo el cálculo de la eficiencia de colección del detector[11].

La incorporación de los amplificadores SQUID y la operación de los TES a tensión constante, han permitido un incremento explosivo de su uso en las aplicaciones, y actualmente se los utiliza para la medición de radiación a lo largo del espectro electromagnético[5], partículas débilmente interactuantes[5], materia oscura[5], biomoléculas[5, 8], y en el campo de la información cuántica[5, 7]. En el caso de este trabajo se propone construir un TES para la detección de neutrones, una partícula que interactúa débilmente con la materia y que no produce ningún tipo de ionización. Para ello se planea utilizar el superconductor MgB₂.

1.4. El superconductor MgB_2

El MgB₂ es un material conocido desde hace tiempo, sintetizado por primera vez alrededor de 1950[12], aunque su carácter superconductor fue descubierto recién en 2001[13]. El mecanismo por el cual el MgB₂ es superconductor no está del todo establecido, pero las evidencias parecen indicar que se trata de un superconductor convencional, es decir que la superconductividad del MgB₂ se puede explicar en el marco de la teoría BCS[12]. El MgB₂ tiene una estructura tipo AlB₂, que consiste en planos de B y Mg en la que los átomos de B se acomodan en una red tipo panal de abejas, mientras que los átomos de Mg lo hacen en una red hexagonal compacta, como se muestra en la Fig. 1.3. Los parámetros de red de esta estructura son $\mathbf{a} = 3,086 \,\mathring{A} \,\,\mathrm{y} \,\,\mathbf{c} = 3,524 \,\mathring{A}[13].$

El MgB₂ tiene una temperatura crítica $T_c \approx 39 \,\mathrm{K}$ que es notablemente alta para un compuesto con una estructura tan simple, y a pesar de que su T_c es mucho menor que la de los HTCSC[12], la temperatura de transición del MgB₂ es la más alta entre los compuestos binarios conocidos y dentro de los compuestos inorgánicos que no tienen oxígeno[14].

El MgB₂ resulta ser un compuesto muy interesante para las aplicaciones, debido a su larga longitud de coherencia, baja anisotropía y la transparencia de sus bordes de grano al paso de corriente. Constituye un excelente candidato para la fabricación de imanes superconductores y dispositivos electrónicos[12, 15]. En los últimos años se han propuesto diferentes técnicas para sintetizar dicho compuesto en numerosas formas

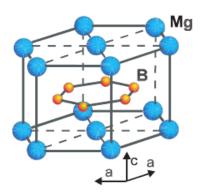


Figura 1.3: Estructura cristalina del MgB₂. El compuesto consiste en planos de B acomodados en una red de panal de abejas y planos Mg ubicados en una red hexagonal compacta. Los parámetros de red son $\mathbf{a} = 3,086 \, \mathring{A} \, \mathrm{y} \, \mathbf{c} = 3,524 \, \mathring{A}$.

(films, cintas, cables, etc.)[12, 14–16].

En este trabajo se propone estudiar la viabilidad de construir un detector de neutrones utilizando el superconductor MgB₂. La idea es aprovechar la elevada sección eficaz de captura de neutrones que presenta el ¹⁰B para la reacción[2]:

$$^{10}B + n \rightarrow ^{4}He + ^{7}Li$$
 (1.3)

Esta reacción es altamente exotérmica ($Q \approx 2.3 \,\mathrm{MeV}$) y casi toda la energía de la misma se convierte en energía cinética de los núcleos producidos[17]. Además, como el rango en MgB_2 de las partículas producidas en la fisión del ^{10}B es del orden de micrones [18], la energía de la reacción se deposita en una región relativamente pequeña del material, debido a lo cual existe una región de MgB₂ que sufre un aumento notable de temperatura, lo que suprime parcialmente la superconductividad [17, 19, 20]. La utilización de películas delgadas de MgB₂ depositadas sobre sustratos que posean una elevada conductividad térmica, hace que el sistema pueda volver al equilibrio en tiempos muy cortos, del orden de los nanosegundos para un film de 200 nm[18, 19], lo que permite contar neutrones individuales a una tasa mucho más rápida que 10⁶ neutrones/s[19]. Más aún, como tiene una transición muy abrupta[12, 13], incluso cuando se los fabrica en forma de film, el MgB₂ constituye un excelente candidato para construir un TES[18]. Dado que los films de MgB₂ son potenciales candidatos para la fabricación de múltiples dispositivos electrónicos, como detectores y junturas Josephson, se ha realizado un extenso trabajo para lograr crecer films de MgB₂. En la sección siguiente se realiza un repaso de las técnicas desarrolladas hasta el momento.

1.5. Crecimiento de films de MgB₂

A los pocos años del descubrimiento de la superconductividad en el MgB₂, sus múltiples aplicaciones llevaron a que se lo intente fabricar en diversas formas[15, 21], siendo la fabricación de films superconductores una de ellas[14, 22–24]. Sin embargo, hay ciertas cuestiones que deben ser tenidas en cuenta para lograr el crecimiento de films de MgB₂, entre las que se encuentran la estabilidad de la fase MgB₂ frente a otros compuestos que poseen Mg y B, la volatilidad del Mg y su alta reactividad con el oxígeno, la adherencia del Mg y el B en función de la temperatura y las elevadas

diferencias entre los puntos de ebullición del Mg (650 °C) y el B (2080 °C).

A partir de analizar el diagrama de fases Mg-B se puede apreciar que el MgB₂ es la fase estable entre temperaturas de 650 °C y 1500 °C siempre y cuando el reactivo en exceso sea el Mg[25], ya que de otra forma se generan en el material fases espurias con exceso de B (MgB₄, MgB₆, MgB₇ y MgB₁₂) que no son superconductoras[15]. La oxidación del Mg durante la fabricación del film también puede generar este problema, va que reduce la cantidad de Mg disponible para formar MgB₂. Estos factores son la principal fuente de impurezas, que debilitan la conectividad de los granos y disminuyen la corriente crítica J_c . La realización de la síntesis del compuesto con exceso de Mg en atmósferas inertes puede reducir la pérdida de Mg, y dado que no existen fases estables en el diagrama Mg-B con exceso de Mg, se evita la formación de fases ricas en B. El uso de tantalio durante la síntesis del MgB₂ es muy común ya que el tantalio absorbe el oxígeno que puede estar presente durante la fabricación del film[16, 22, 26]. A su vez, también está visto que la adherencia del Mg se reduce con la temperatura del sustrato mientras que la del B se mantiene casi constante con la misma [27], de modo que si se quiere depositar MgB₂ sin realizar un proceso de recocido, la temperatura a la cual ocurre el depósito se vuelve un factor crucial.

Existen diferentes técnicas para depositar films de MgB₂, que pueden clasificarse como procesos de fabricación in-situ, en donde el MgB₂ se genera en un sólo paso o ex-situ, que consisten en crecer precursores (B, MgB₂ + Mg) que luego son sometidos a algún tratamiento adicional para obtener el producto final. También se puede caracterizar el crecimiento de los films a partir de las temperaturas involucradas para la fabricación, que pueden ir desde $T \sim 200\,^{\circ}\text{C}$ hasta $T \sim 1000\,^{\circ}\text{C}$. La técnica a utilizar depende de los sustratos que se deseen utilizar y de las propiedades de film que se deseen obtener (cristalinidad, alta T_c , alta J_c , etc.), que van a estar condicionadas por la aplicación que se le vaya a dar al dispositivo fabricado.

Durante el transcurso de este trabajo se exploraron dos técnicas de crecimiento de films de ${\rm MgB_2}$: la primera consistió en la generación de films de boro por evaporación y un posterior recocido con ${\rm MgB_2}$ a temperaturas del orden de los 700 °C. La segunda de las técnicas consistió en intentar crecer películas delgadas de ${\rm MgB_2}$ directamente por sputtering.

1.6. Objetivos y organización de la tesis

Como se dijo previamente, el objetivo de este trabajo es estudiar la viabilidad de implementar un detector de neutrones utilizando el superconductor MgB₂. Este detector se plantea como un detector sensible a posición con un tiempo de respuesta del orden de los nanosegundos.

En el capítulo ?? se estudian los aspectos que hacen a la sensibilidad del detector y a la optimización del diseño del mismo, calculando el volumen en que se deposita la energía nuclear proveniente de la reacción de captura de un neutrón por el 10 B. Este cálculo se implementó desde dos enfoques diferentes: por un lado se simularon las trayectorias de los productos de la reacción dentro del MgB₂, utilizando el software SRIM y estimando el volumen en que se deposita la energía a partir de los rangos de los iones producidos en la reacción 10 B $(n,\alpha)^{6}$ Li. Por otro lado, se estudió como se propaga el calor en el MgB₂ cuando se encuentra en contacto con una fuente fría e incorporando el efecto del calentamiento Joule, lo que se logró a partir de realizar

simulaciones de elementos finitos. Se analizan también los mecanismos por los cuales la energía de la reacción abandona al volumen de detección y cómo cambia la resistencia de un cable de MgB₂ cuando una región del superconductor se calienta como resultado de la captura de un neutrón. Estos aspectos se relacionan con el tiempo de respuesta y la señal del detector, y también se calcularon realizando simulaciones de elementos finitos, primero considerando los aspectos térmicos y eléctricos en forma independiente, y luego acoplando estos dos aspectos a través del efecto Joule.

En los capítulos subsiguientes se muestran los avances en la búsqueda de crecer films de MgB_2 aptos para construir el detector. En el capítulo ?? se muestran los resultados que se obtienen al intentar crecer films por medio de una técnica de evaporación de precursores de B que luego son recocidos junto con pastillas bulk de MgB_2 . Este método se caracteriza por ser simple y económico, en los aspectos positivos, y por ser poco reproducible y poco limpio, en los aspectos negativos. Los films obtenidos por este método son luego caracterizados en un magnetómetro SQUID, a través de un proceso estándar que permite determinar la T_c de un superconductor. También se midió el espesor de los films obtenidos utilizando un perfilómetro mecánico de aguja.

En el capítulo ?? se muestran los resultados obtenidos al intentar crecer films de MgB₂ por sputtering, que es una técnica de crecimiento de films de MgB₂ mucho más utilizada para obtener films superconductores aptos para la fabricación de dispositivos. En este caso se intentó crecer directamente films de MgB₂ a partir de un blanco del mismo material obtenido comercialmente, de forma de evitar el paso de recocido, que requiere elevadas temperaturas que pueden degradar la calidad final del superconductor crecido. Para caracterizar las muestras obtenidas se realizaron estudios de diferente índole que permitieron caracterizar diferentes aspectos relevantes de las muestras crecidas, a saber, composición, estructura cristalina, espesor, propiedades magnéticas y propiedades de transporte. La caracterización de la estructura cristalina se intentó realizar a través del análisis de patrones de difracción de rayos X de las muestras crecidas, la cuantificación de la composición se hizo a partir del estudio de los rayos X característicos obtenidos a partir de dispersión de electrones (EDS) y de espectroscopia por retrodispersión de Rutherford (RBS). La medición del espesor de las muestras y de sus propiedades magnéticas se hizo igual que en el capítulo??, es decir, utilizando un perfilómetro mecánico de aguja y el magnetómetro SQUID, respectivamente, mientras que las propiedades de transporte se obtuvieron a partir de mediciones estándar de la resistencia de los films crecidos.

Bibliografía

- [1] Squires, G. L. Introduction to the theory of thermal neutron scattering. Cambridge University Press, Cambridge; New York:, 1978.
- [2] NIST. Neutron scattering lengths and cross sections. \url{http://webster.ncnr.nist.gov/resources/n-lengths/}, 2003.
- [3] Knoll, G. F. Radiation detection and measurement / Glenn F. Knoll. $2^{\underline{a}}$ ed $\frac{6n}{2}$. Wiley, New York:, 1989. URL http://www.loc.gov/catdir/toc/onix05/88026142.html.
- [4] Bardeen, J., Cooper, L. N., Schrieffer, J. R. Theory of Superconductivity. Phys. Rev., 108 (5), 1175-1204, 1957. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/ PhysRev.108.1175.
- [5] Irwin, K. D., Hilton, G. C. Transition-Edge Sensors. <u>En</u>: Topics of Applied Physics, tomo 99, cap. 3, págs. 63–152. American Institute of physics, 2005.
- [6] McCammon, D. Thermal Equilibrium Calorimeters An Introduction. <u>En</u>: Topics of Applied Physics, tomo 36, cap. 1, págs. 1–36. American Physical Society, 2005.
- [7] Smith, D. H., Gillett, G., de Almeida, M. P., Branciard, C., Fedrizzi, A., Weinhold, T. J., et al. Conclusive quantum steering with superconducting transition-edge sensors. Nature communications, 3, 625, jan 2012. URL http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=3274704&tool=pmcentrez&rendertype=abstract.
- [8] Hilton, G. C., Martinis, J. M., Wollman, D. A., Irwin, K. D., Dulcie, L. L., Gerber, D., et al. Impact energy measurement in time-of-flight mass spectrometry with cryogenic microcalorimeters. Nature, 391 (6668), 672-675, 1998. URL http://www.biomedsearch.com/nih/Impact-energy-measurement-in-time/9490410.html.
- [9] Andrews, D. H., W. F. Brucksch, J., Ziegler, W. T., Blanchard, E. R. Attenuated Superconductors I. For Measuring Infra-Red Radiation. Review of Scientific Instruments, 13 (7), 281–292, 1942. URL http://link.aip.org/link/?RSI/13/281/1.
- [10] Andrews, D. H., Fowler, R. D., Williams, M. C. The Effect of Alpha-particles on a Superconductor. *Phys. Rev.*, 76 (1), 154-155, jul. 1949. URL http://link. aps.org/doi/10.1103/PhysRev.76.154.2.

Bibliografía 11

[11] Irwin, K. D. An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection. *Applied Physics Letters*, **66** (15), 1998, 1995. URL http://link.aip.org/link/APPLAB/v66/i15/p1998/s1&Agg=doi.

- [12] C. Buzea and T. Yamashita. Review of the superconducting properties of MgB2. Superconductor Science and Technology, 14, 115–146, 2001.
- [13] Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., Akimitsu, J. Super-conductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410 (6824), 63-64, mar. 2001. URL http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12906690.
- [14] Vaglio, R., Maglione, M. G., Capua, R. D. High-quality MgB2 thin films in situ grown by dc magnetron sputtering. Superconductor Science and Technology, 15, 1236–1239, 2002.
- [15] Vinod K. Studies on development of MgB2 superconductor with improved infield critical current density. Tesis Doctoral, Cochin University of Science and Technology, 2010.
- [16] Naito, M., Ueda, K. Growth and Properties of Superconducting MgB2 Thin Films. Superconductor Science and Technology, 17 (7), 48, feb. 2004. URL http://stacks.iop.org/0953-2048/17/i=7/a=R01?key=crossref. 1acc5dcdcbab564a86e1cfe6fa09bdc8http://arxiv.org/abs/cond-mat/0402333.
- [17] Satoh, K., Yotsuya, T., Okayasu, S., Hojou, K., Katagiri, M., Saito, A., et al. Design of neutron detector by using a novel superconductor MgB2. *Physica C*, **396**, 1501–1503, 2003.
- [18] Nishikawa, M., Kato, M., Machida, M., Takekazu Ishida. Numerical simulations for signals from MgB2 superconducting detector. En: 8th European Conference on Applied Superconductivity, tomo 012276, pág. 012276. 2008.
- [19] Ishida, T., Nishikawa, M., Miki, S., Shimakage, H., Wang, Z., Satoh, K., et al. Superconducting radiation detector by using a microfabricated MgB\$_2\$ meander line. Physica C: Superconductivity, 460-462, 618-619, sep. 2007. URL http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921453407006879.
- [20] Miki, S., Fujiwara, D., Hisashi Shimakage, Z. W., Kazuo Satoh, Tsutomu Yotsuya, T. I. Superconducting characteristics of a MgB2 neutron detector fabricated on SiN membrane. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 559, 763– 765, 2006.
- [21] Xi, X. X., Pogrebnyakov, A. V., Zeng, X. H., Redwing, J. M., Xu, S. Y., Li, Q., et al. Progress in the deposition of MgB2 thin films. Superconductor Science and Technology, 17 (5), S196–S201, mayo 2004. URL http://stacks.iop.org/0953-2048/17/i=5/a=021?key=crossref. 44999d8f6cf1ce95934012fa189913f0.
- [22] H.Y. Zhai, H.M. Christen, L. Zhang, M. Paranthaman, C. Cantoni, B.C. Sales, P.H. Fleming, D.K. Christen, and D.H. Lowndes. Growth mechanism of superconducting MgB2 films prepared by various methods. *Cond-mat/0103618*, 66 (February), 1–16, 1995.

Bibliografía 12

[23] Saito, A., Kawakami, A., Shimakage, H., Wang, Z. As-grown MgB2 thin films deposited on Al2O3 substrates with different crystal planes. Superconductor Science and Technology, 15, 1325–1329, 2002.

- [24] Park, S., Song, K., Kang, S., Lim, Y., Chung, J.-K., Kim, C. Fabrication and characterization of superconducting MgB2 thin films grown by rf sputtering and thermal evaporation method. *Physica C: Superconductivity*, **469** (15-20), 1574–1577, oct. 2009. URL http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921453409003517.
- [25] Moffatt, W. G. The handbook of binary phase diagrams. No v. 4 en The Handbook of Binary Phase Diagrams. General Electric Company, Corporate Research and Development, Technology Marketing Operation, 1981. URL http://books.google.com.ar/books?id=AqSGTx3_mOAC.
- [26] Barrabas, F. Síntesis y caracterización de películas de MgB_2. *Instituto Balseiro*, 2011.
- [27] Kim, J., Singh, R., Newman, N., Rowell, J. Thermochemistry of MgB2 thin film synthesis. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 13 (2), 3238-3241, jun. 2003. URL http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm? arnumber=1212315.