

TESIS CARRERA DE MAESTRÍA EN CIENCIAS
FÍSICAS



**FILMS DE MGB_2 : POSIBILIDAD DE USO COMO
DETECTOR DE NEUTRONES**

Lic. Emanuel Alejandro Benatti



trando

Dr. Mariano Gómez Berisso
Director

Dr. Julio Guimpel
Co-director

Miembros del Jurado

Dr. J. J. Jurado (Instituto Balseiro)
Dr. Segundo Jurado (Universidad Nacional de Cuyo)
Dr. J. Otro Jurado (Univ. Nac. de LaCalle)
Dr. J. López Jurado (Univ. Nac. de Mar del Plata)
Dr. U. Amigo (Instituto Balseiro, Centro Atómico Bariloche)

Noviembre de 2012

Laboratorio de Bajas Temperaturas – Centro Atómico Bariloche

Instituto Balseiro
Universidad Nacional de Cuyo
Comisión Nacional de Energía Atómica
Argentina

A mi familia

A mis amigos

A todos los que me conocen

A toda esa otra gente que no

Índice de contenidos

Índice de contenidos	v
Índice de figuras	vii
Índice de tablas	xi
Índice de símbolos	xiii
Resumen	xv
Abstract	xvii
1. Introducción	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	7
1.5. Crecimiento de films de MgB_2	8
1.6. Objetivos y organización de la tesis	10
2. Diseño del detector	13
2.1. Respuesta térmica del detector	14
2.2. Señal del detector	18
2.3. Acoplamiento térmico-eléctrico	21
2.3.1. Simulaciones a corriente constante	23
2.3.2. Simulaciones a tensión constante	25
2.4. Eficiencia del detector	27
3. Crecimiento de films de MgB_2 por evaporación	31
3.1. Procedimiento	32
3.2. Caracterización de los films de MgB_2	35
3.3. Análisis del método	38

4. Crecimiento de films de MgB_2 por sputtering	39
4.1. Procedimiento	40
4.2. Caracterización de los films de MgB_2	42
4.2.1. Espesores y velocidad de crecimiento	42
4.2.2. Caracterización de la estructura cristalina por rayos X	43
4.2.3. Caracterización de la composición por EDX	45
4.2.4. Caracterización de la composición por RBS	49
4.2.5. Caracterización de las propiedades magnéticas y de transporte .	51
4.3. Análisis del método	53
Bibliografía	57
Agradecimientos	63

Índice de figuras



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. 2
- 1.2. Secciones eficaces de captura en función de la energía del neutrón incidente para el ^3He (cruces), ^6Li (rombos) y ^{10}B (cuadrados). Puede notarse que, a bajas energías, la sección eficaz es inversamente proporcional a la energía del neutrón incidente. Imagen obtenida de [3]. 3
- 1.3. Estructura cristalina del MgB_2 . 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 $a = 3,086 \text{ \AA}$ y $c = 3,524 \text{ \AA}$ 7
- 2.1. Dispersión de iones de He (2.1a) y Li (2.1b) en MgB_2 . Se simuló la colisión de cada uno de los iones en un medio semi infinito de MgB_2 . A partir de estas simulaciones se estimó que las partículas producidas por la reacción $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ depositan su energía en un volumen $V = 2,48 \mu\text{m}^3$. 15
- 2.2. Se realizó una simulación que consistió en un alambre de MgB_2 (gris y rosa) depositado sobre un sustrato que era de silicio o zafiro (azul). Se consideró como condición inicial que todo el sistema estaba a una temperatura de 38.5 K salvo una porción de $2.48 \mu\text{m}^3$ de volumen (rosa), que se encontraba a 42 K. Se consideró que la tapa inferior del sustrato se mantenía a temperatura constante e igual a 38.5 K. El resto del sistema se consideró térmicamente aislado. 16
- 2.3. Tiempo de relajación τ en función del espesor d de un alambre de MgB_2 para diferentes sustratos. Se concluye de observar la figura que la respuesta del sistema varía de los pocos nanosegundos a algunas decenas de nanosegundos para espesores del orden de micrón y que τ es prácticamente independiente del sustrato utilizado. 17



2.4. Temperatura del detector para diferentes tiempos. Se muestra un alambre de MgB_2 de $15 \times 2 \times 0.8 \mu\text{m}$ depositado sobre un sustrato de Si de $15 \times 4 \times 2 \mu\text{m}$	18
2.5. Variación de la resistividad del MgB_2 en función de la temperatura. Puede verse el cambio abrupto en la resistividad del MgB_2 a 39 K. Imagen obtenida de [13].	19
2.6. Variación de ΔR en función de la temperatura inicial del MgB_2 . Las dimensiones de la porción de MgB_2 eran $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m} \times d \text{ nm}$	20
2.7.	20
2.8. Secuencia temporal que indica como fluye el calor desde el "punto caliente" inicial hacia el resto del material. Se muestran dos cortes transversales del bloque de MgB_2 simulado. La parte inferior del bloque se mantuvo a 36 K. El espesor del bloque era de $1 \mu\text{m}$. Puede verse como la región del material que se vuelve normal tiene un tamaño máximo del orden de $1 \mu\text{m}$ antes de empezar a hacerse más pequeña.	22
2.9. Temperatura en función del tiempo para un alambre de MgB_2 de 200 nm espesor y con diferentes corrientes circulantes. Se observa que el tiempo de relajación es prácticamente independiente de la corriente circulante.	23
2.10. Comparación del tiempo de relajación para un alambre de MgB_2 para el caso desacoplado (corriente 0) y acoplado. No se observan diferencias apreciables entre los dos casos.	24
2.11. Resistencia en función del tiempo de dos alambres de MgB_2 , uno de 1000 nm de espesor y otro de 200 nm de espesor. El resto de las dimensiones son equivalentes. Se observa que los pico de resistencia se vuelven más anchos y más bajos a medida que aumenta el espesor del alambre.	24
2.12. Estudio de la variación de la temperatura en función del tiempo para un detector operado a tensión constante, variando la tensión de operación. La fuente fría se mantuvo a 10 K. Puede verse que que al incrementar la tensión la temperatura a la que estabiliza el sistema se incrementa también.	26
2.13. Cálculo de la corriente que circula por el detector en función de la tensión aplicada en función del tiempo. Como puede verse, el rango de tensiones útiles para controlar la temperatura del detector, implica el paso de grandes corrientes por el mismo. De aquí se concluyó que no es viable controlar la temperatura de operación del detector a partir de la tensión aplicada al mismo.	26



2.14. Variación de la eficiencia del detector de MgB_2 en función del espesor del mismo. Puede verse que la eficiencia del detector aumenta considerablemente al reemplazar el B natural del superconductor por ^{10}B , y que es lineal con el espesor del film dentro del intervalo considerado.	28
3.1. Esquema del arreglo utilizado para evaporar boro sobre diferentes sustratos. I es la fuente de corriente que se utilizó para hacer pasar corriente sobre la naveta C, sobre la que deposita el boro. El interior de la campana se encontraba en condición de alto vacío ($P \sim 10^{-6}$ Torr).	32
3.2. Las navetas de grafito utilizadas para la evaporación. Las mismas fueron talladas especialmente de modo de incrementar la densidad de corriente en las regiones en las que se depositaba el boro. Puede apreciarse la diferencia de cómo se vean las navetas antes de la evaporación (arriba) y después de la misma (abajo).	33
3.3. Tubos de cuarzo utilizados para recocer los films de boro con pastillas de MgB_2 . El MgB_2 fue envuelto en papel de tantalio para evitar la oxidación de los films.	33
3.4. Curvas de magnetización en un proceso ZFC-FC de la pastilla de MgB_2 utilizada para generar los films.	34
3.5. Magnetización en función de la temperatura para la muestra BBSi 3. El sustrato es de Si. El hecho de que la señal sea positiva se debe al paramagnetismo del Si. Sin embargo puede apreciarse una irreversibilidad que indica una transición superconductora cuya T_c se encuentra entre 36 K y 38 K.	35
3.6. Magnetización en función de la temperatura para la muestra BBZ 1. El sustrato es de Al_2O_3 . Al comparar con la Fig. 3.5, puede apreciarse que en este caso la magnetización es negativa, y que la T_c de este film también está entre 36 K y 38 K. Esto último es razonable, ya que ambas muestras fueron recocidas juntas.	36
3.7. Altura de los films de B (antes del recocido) y de los MgB_2 (después del recocido). Puede verse claramente que el espesor de los films disminuye notablemente después del recocido.	37
4.1. Espesor en función del tiempo para los films de MgB_2 crecidos. Se muestran las dos potencias utilizadas, junto con el ajuste correspondiente. Tomando como referencia dichos ajustes se estimó la velocidad de crecimiento de los films de MgB_2 en zafiro como $(12,9 \pm 0,5)$ nm/s para una potencia aplicada de 50 W y (30 ± 3) nm/s para una potencia de 100 W.	43

4.2.	Espectro de difracción de rayos X para alguna de las muestras depositadas. Todos los picos observados corresponden a diferentes reflexiones del sustrato de zafiro (0001). Por otro lado puede observarse un pico muy ancho con un máximo alrededor de los 23° . Esto se corresponde con el parámetro de red promedio del Mg policristalino.	45
4.3.	Espectro de la intensidad emitida de rayos X característicos para una muestra de MgB_2 patrón y para alguna de las muestras crecidas. A partir de la comparación de las alturas relativas de los picos en el patrón se estimó la composición de los films crecidos.	47
4.4.	Ejemplo del procedimiento empleado para estimar la composición de los films. Se ajustó una gaussiana al pico cuya área se deseaba estimar. Además se sumo una línea de base que consistió en una parábola más una gaussiana asociada al pico vecino. Una vez sustraída la línea de base se calculó la integral de la gaussiana ajustada. A partir de la comparación de los cocientes de las integrales de los picos de B y Mg de los films con el patrón se estimó la composición de las muestras crecidas.	48
4.5.	Proporción B/Mg para films crecidos con diferente presión de Ar en la cámara de sputtering. También se muestra una medición en la que el parámetro variado fue la potencia aplicada al blanco. Puede verse que mientras que la potencia tiene un claro efecto positivo en la composición del film, el efecto de la presión no es del todo claro.	49
4.6.	Espectro RBS típico observado para las muestras estudiadas. El espectro que se observa corresponde a la muestra BMB2S1B2. La presencia de Au y Cr se puede explicar teniendo en cuenta que sobre la muestra se evaporaron contactos para medir propiedades de transporte, y el Al y O corresponden al sustrato de zafiro.	50
4.7.	Mvst para BMB2S3B2	52
4.8.	Rvst para BMB2S1B1	53

Índice de tablas



3.1. Las muestras producidas en esta etapa del trabajo. Se muestran los tiempos y temperaturas de los recocidos, el sustrato en el que fueron crecidas las muestras y el espesor estimado de las mismas.	35
4.1. Resumen de los distintos parámetros explorados para realizar los depósitos de MgB_2	41
4.2. Resultados de los ajustes realizados a los datos experimentales que se muestran en la Fig. 4.1.	43
4.3. Proporción B/Mg para las muestras estudiadas. Se muestran además los parámetros de crecimiento que cambiaron entre las diferentes muestras. En todos los casos la temperatura de crecimiento era 225°C y la distancia era 2,75. La única diferencia entre BMB2S6B3 Y BMB2S7B3 es que la primera fue crecida con una potencia aplicada de 50 W mientras que la segunda lo fue con 100 W. Las últimas tres muestras fueron crecidas con una potencia de 100 W, pero con presión de Ar de 100 mTorr, 50 mTorr, 10 mTorr, respectivamente.	47
4.4. Proporción B/Mg para las muestras estudiadas por medio de la técnica RBS. Se muestran además los parámetros de crecimiento que cambiaron entre las diferentes muestras. En todos los casos la temperatura de crecimiento era 225°C y la distancia era 2,75.	51



Índice de símbolos

Unidades más comunes, símbolos, abreviaturas y siglas utilizadas. Se incluye la página con una descripción más detallada cuando sea pertinente.

A	Área del detector.
A_s	Área del sustrato.
B	Inducción magnética.
C	Capacidad calorífica de un sistema.
E	Energía depositada en un detector.
E_{gap}	Energía del gap superconductor. Es la energía necesaria para romper un par de Cooper.
G	Vínculo térmico entre un sistema y una fuente térmica.
H	Campo magnético aplicado.
H_c	Campo magnético crítico de un superconductor.
I	Corriente que pasa por un circuito.
Int_E	Integral del pico correspondiente al elemento E , en un espectro de EDX.
J_c	Densidad de corriente crítica de un superconductor.
K	Energía cinética.
P	Potencia eléctrica.
Q	Energía liberada por una reacción.
R	Resistencia eléctrica.
T_o	Temperatura de operación del detector.
T_{crec}	Temperatura a la que se crece un film.
T_c	Temperatura crítica de un superconductor.
T_{hs}	Temperatura que alcanza el volumen en donde se deposita la energía de la reacción.
V	Tensión aplicada a un circuito.

V_{hs}	Volumen en que se deposita la energía de una reacción.
Y	Sputtering yield.
δ	Densidad de un material.
\dot{q}	Flujo de calor.
κ	Conductividad térmica.
ρ	Resistividad de un material.
σ	Conductividad eléctrica.
τ	Tiempo de relajación de un sistema.
τ_0	Tiempo de relajación natural de un sistema.
θ	Ángulo formado entre la normal a un plano y la dirección de propagación de la radiación incidente/saliente.
ε	Constante de proporcionalidad.
ξ	Longitud de coherencia superconductora.
a	Ancho de un cable.
c_p	Calor específico a presión constante.
d	Espesor de un film o cable.
d_s	Espesor del sustrato.
e	Separación entre planos cristalinos.
k_B	Constante de Boltzmann. En el SI vale $1.38 \cdot 10^{-23}$ J/K.
l	Longitud de un cable.
v_F	Velocidad de Fermi.
v_{crec}	Velocidad de crecimiento de un film.
x	Proporción B/Mg de una muestra.
λ	Longitud de onda, longitud de penetración de un superconductor.
μ_n	Momento magnético del neutrón.
Z	Número atómico
m_n	Masa del neutrón
barn	Unidad de área, equivale a 10^{-28} m ²
EDX	Siglas en inglés para espectroscopía por rayos X característicos.
RBS	Siglas en inglés para retrodispersión de Rutherford.
SQUID	Siglas en inglés para dispositivo superconductor de interferencia cuántica.
T	Temperatura.
t	Tiempo.
TES	Siglas en inglés de sensor de borde de transición.

Resumen



Palabras clave: DETECTOR, SUPERCONDUCTOR, MGB_2 , NEUTRN

Abstract

This is the title in English:

The thesis must reflect the work of the student, including the chosen methodology, the results and the conclusions that those results allow us to draw.

Keywords: DETECTOR, SUPERCONDUCTOR, MGB₂, NEUTRON





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 $\mu_n \sim 10^{-26}$ J/T, lo que permite  se los pueda utilizar para estudiar las propiedades magnéticas de un material[1], y su masa $m_n = 1,68 \cdot 10^{-28}$ 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 ($\lambda_{Th} = 1,8 \text{ \AA}$)[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  de un sólido. En resumen, los neutrones son excelentes candidatos para el estudio numerosas

propiedades en el campo de la materia condensada, y en muchos casos son la mejor de opciones (Fig. 1.1). Sin embargo, las propiedades que los hacen buenas partículas de estudio son las que hacen que sean pocos los dispositivos útiles para su detección.

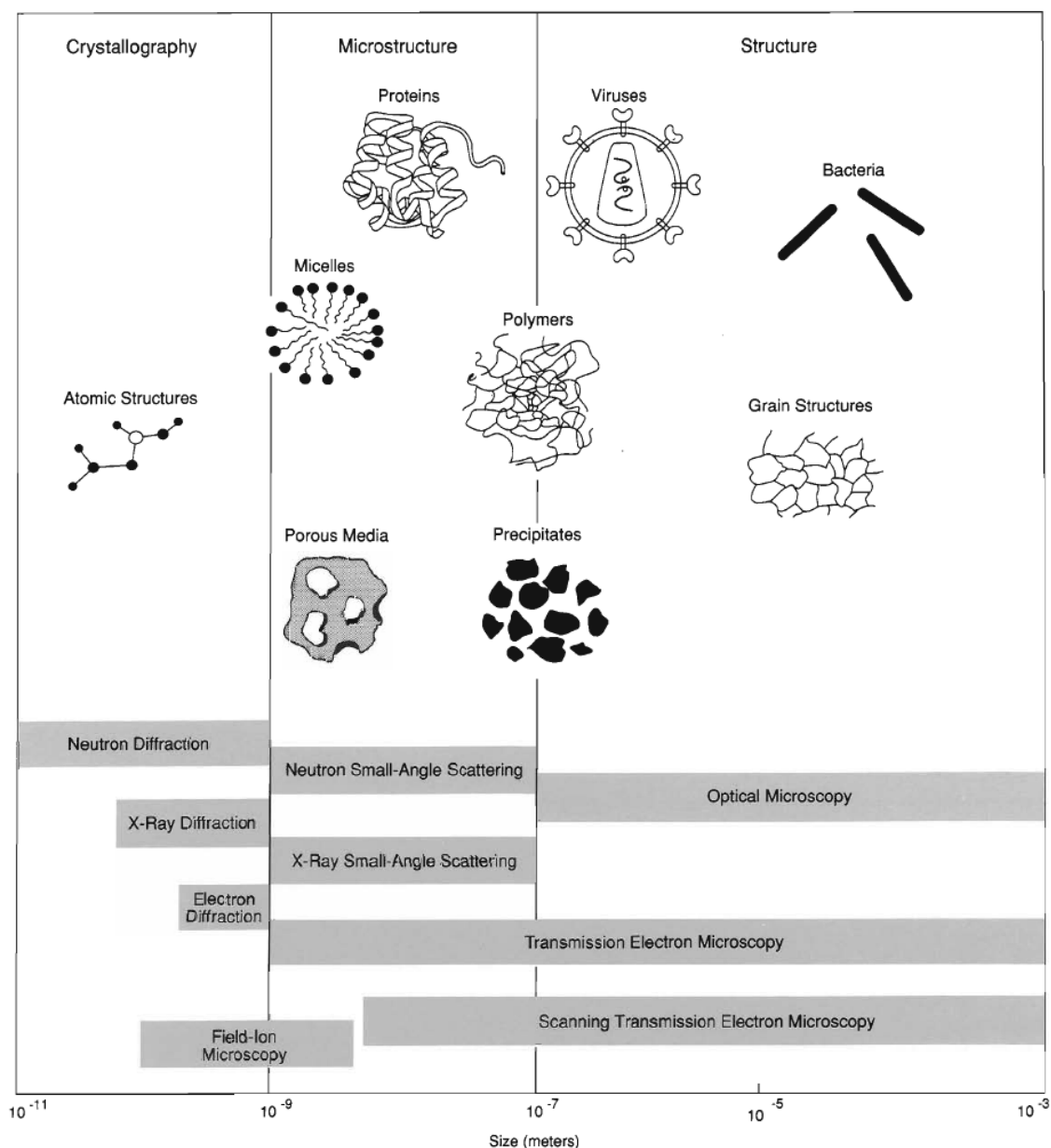




Figura 1.1: Distintas técnicas de caracterización de materiales (electrones, rayos X, iones y neutrones), junto con su rango de aplicación. Puede verse que los neutrones son una herramienta fundamental para el estudio de la materia condensada cuando las escalas de estudio son del orden de los micrones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

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 los sensores de ^3He gaseoso y BF_3 gaseoso[3]. Dichos dispositivos poseen una gran eficiencia de

detección  tienen el defecto de que sus tiempos de respuesta son lentos (que van desde milisegundos a microsegundos) y deben operar en regímenes de alta tensión[3]. Los detectores gaseosos no tienen sensibilidad para detectar neutrones individuales cuando el flujo de los mismos es demasiado grande (sus tasas de conteo máximas son del orden de 10^6 neutrones/s)[3], y requieren un volumen de operación relativamente grande (del orden de cm^3), lo que hace que no puedan ser utilizados como detectores sensibles a posición[3]. Además presentan el inconveniente adicional de que poseen un elevado costo[3]. Por último, como existe un único vendedor de ^3He en el mundo, el mismo se convierte en un elemento de difícil acceso.

Dentro de los elementos naturales para la detección de neutrones térmicos, uno de los más interesantes es el ^{10}B [3], que se encuentra en el B natural en una proporción de alrededor del 20 %, lo que hace relativamente sencillo conseguir ^{10}B 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], con lo que 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 detección de neutrones térmicos y fríos.

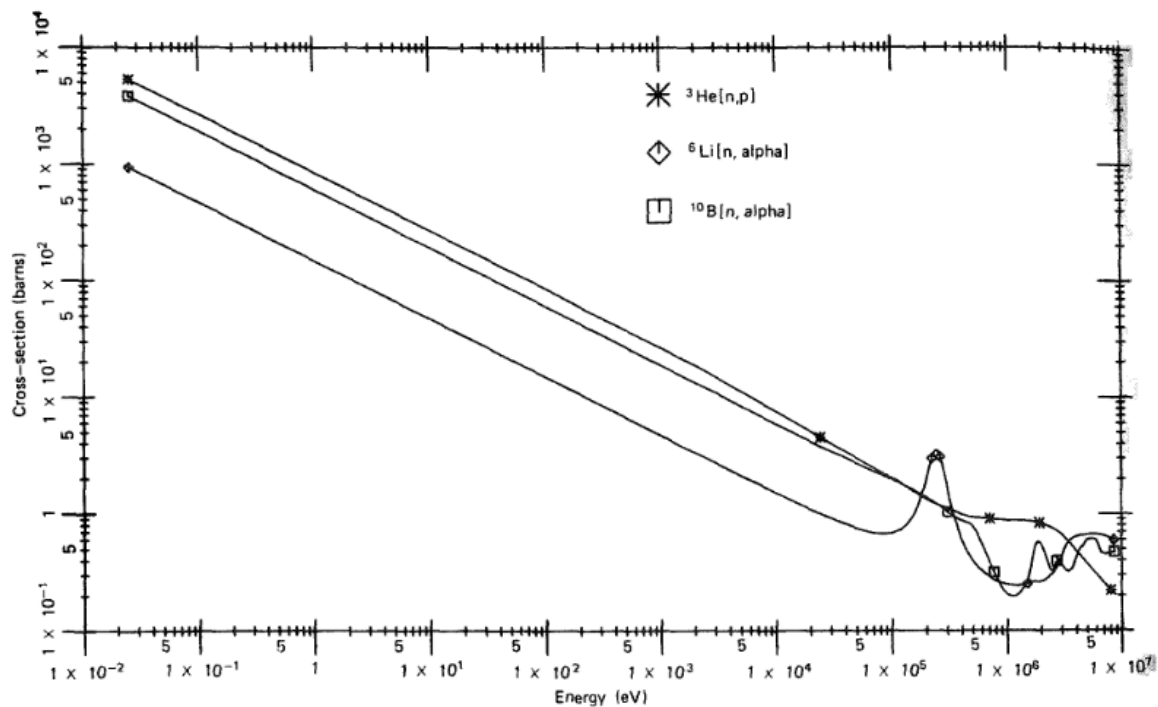


Figura 1.2: Secciones eficaces de captura en función de la energía del neutrón incidente para el ^3He (cruces), ^6Li (rombos) y ^{10}B (cuadrados). Puede notarse que, a bajas energías, la sección eficaz es inversamente proporcional a la energía del neutrón incidente. Imagen obtenida de [3].

Sólo a efectos de comparar, la sección eficaz de captura para el ^{10}B 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 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 MgB_2 , 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 MgB_2 , 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 al aplicárseles un campo magnético menor al valor crítico H_c , 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 perfecto, que sólo anularía campos magnéticos dependiente del tiempo, mientras que el superconductor anula tanto campos estáticos como dinámicos. Este efecto, denominado efecto Meissner implica que la superconductividad se destruye si el campo aplicado supera el campo crítico H_c , el cual se encuentra relacionado con la ganancia de energía libre por unidad de volumen que gana el material al pasar al estado superconductor. Esta estabilidad termodinámica del estado superconductor implica que en presencia de un campo magnético se generan en el superconductor corrientes que apantallan el mismo, que decae exponencialmente 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-Schrieffer (BCS)[4]. En esta teoría se muestra que una interacción atractiva entre elec-

trones, 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 $\xi_0 = \hbar v_F / (k_B T_c)$, con v_F la velocidad de Fermi de los electrones en el material y k_B es la constante de Boltzmann. Si la temperatura del superconductor se eleva por encima de T_c , la energía térmica $k_B T$ es suficiente para romper los pares de Cooper y la superconductividad desaparece. La misma teoría predice que es necesaria una energía mínima para romper un par de Cooper, denominada energía del gap superconductor E_{gap} , que se encuentra relacionada con la T_c del superconductor por la ecuación $E_{gap} \approx 3,5 k_B T_c$ [5].

Las transiciones superconductoras pueden ser extremadamente estrechas, 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 la transición superconductora y son unos dispositivos que ofrecen una serie de ventajas respecto de los detectores de ionización. Los TES 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 Ohms o menos) con la impedancia de amplificadores FET (del orden de cientos de Ohms) [5]. La mayoría de estos problemas desaparecieron cuando se incorporaron amplificadores superconductores de interferencia cuántica (SQUID) 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 cuando frente a un pulso de energía decae con una constante de tiempo:

$$\tau = \frac{\tau_0}{1 + \alpha/n} \quad (1.1)$$

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]:

$$E = V \int \Delta I dt \quad (1.2)$$

es decir, que la energía depositada en el detector se puede calcular directamente a partir de la integral del 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]. 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 MgB_2 , cuya descripción viene a continuación.

1.4. El superconductor MgB_2

El MgB_2 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 MgB_2 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 MgB_2 se puede explicar en el marco de la teoría BCS[12]. El MgB_2 tiene una estructura tipo AlB_2 , 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 $a = 3,086 \text{ \AA}$ y $c = 3,524 \text{ \AA}$ [13].

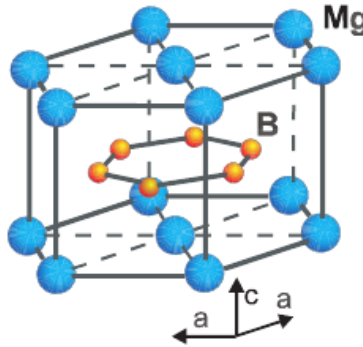


Figura 1.3: Estructura cristalina del MgB_2 . El compuesto consiste en planos de B acomodados en una red de panal de abejas y planos Mg ubicados en una red hexagonal compacta. Los parámetros de red son $a = 3,086 \text{ \AA}$ y $c = 3,524 \text{ \AA}$.

El MgB_2 tiene una temperatura crítica $T_c \approx 39 \text{ K}$ 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 HTCS[12], la temperatura de transición del MgB_2 es la más alta entre los compuestos binarios conocidos y dentro de los compuestos inorgánicos que no tienen oxígeno[14].

El MgB_2 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 diferentes formas (films, cintas, cables, etc.)[12, 14–16].

En este trabajo se propone estudiar la viabilidad de construir un detector de neutrones utilizando el superconductor MgB_2 . La idea es aprovechar la elevada sección eficaz de captura de neutrones que presenta el ^{10}B para la reacción[2]:



Esta reacción es altamente exotérmica ($Q \approx 2,3 \text{ MeV}$) y casi toda la energía de la reacción se convierte en energía cinética de los núcleos producidos[17]. Además, como el rango de las partículas producidas en el MgB_2 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 MgB_2 que sufre un aumento notable de temperatura, lo que suprime parcialmente la superconductividad[17, 19, 20]. La utilización de películas delgadas de MgB_2 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 10^6 neutrones/s[19]. Más aún, como tiene una transición muy abrupta[12, 13], incluso cuando se los fabrica en forma de film, el MgB_2 constituye un excelente candidato para construir un TES[18]. Dado que los films de MgB_2 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 MgB_2 . En la sección siguiente se realiza un repaso de las técnicas desarrolladas hasta el momento.

1.5. Crecimiento de films de MgB_2

A los pocos años del descubrimiento de la superconductividad en el MgB_2 , 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 MgB_2 , entre las que se encuentran la estabilidad de la fase MgB_2 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 afirmar que el MgB_2 es la fase estable entre temperaturas de 650°C y 1500°C siempre cuando el reactivo en exceso sea el Mg[25]. De otra forma se generan en el material fases espurias con exceso de B (MgB_4 , MgB_6 , MgB_7 y MgB_{12}) que no son superconductoras[15]. La oxidación del Mg durante la fabricación del film también puede generar este problema, ya que se tiene menos Mg disponible. Estos factores son la principal fuente de impurezas, que debilitan la conectividad de los granos y reducen 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 MgB_2 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 MgB_2 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 MgB_2 , que pueden clasificarse como procesos de deposición in-situ, en donde el MgB_2 se genera en un sólo paso o ex-situ, que consisten en crecer precursores (B, $\text{MgB}_2 + \text{Mg}$) 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, 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 MgB_2 : la primera consistió en la generación de films de B por evaporación o sputtering y un posterior recocido con MgB_2 a temperaturas del orden de los 700°C . La segunda de las técnicas consistió en la deposición directa del MgB_2 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 MgB_2 . Este detector se plantea como un detector sensible a posición con un tiempo de respuesta del orden de los nanosegundos.

En el capítulo 2 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 MgB_2 , 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 1.3. Por otro lado, se estudió como se propaga el calor en el MgB_2 cuando se encuentra en contacto con una fuente fría e incorporando el efecto del calentamiento Joule, lo que se logró a partir de poner en funcionamiento 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 MgB_2 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 se calculan 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 3 y 4 se muestran los avances en la búsqueda de crecer films de MgB_2 aptos para construir el detector. En el capítulo 3 se muestran los resultados que se obtienen al intentar crecer films por medio de una técnica de evaporación de precursor de B que luego son recocidos junto a 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 mide el espesor de los films obtenidos utilizando un perfilómetro mecánico de aguja.

En el capítulo 4 se muestran los resultados obtenidos al intentar crecer films de MgB_2 por sputtering, que es una técnica de crecimiento de films de MgB_2 mucho más utilizada a la hora de crecer films superconductores para fabricar dispositivos. En este caso se intentó el crecimiento directo de MgB_2 , tratando de evitar el paso de recocido que requiere elevadas temperaturas que pueden degradar la calidad del dispositivo que se intenta fabricar, para lo cual se intentó crecer films de MgB_2 a partir de un blanco de MgB_2 obtenido comercialmente. Para caracterizar las muestras obtenidas se realizaron estudios de diferente índole que permiten 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 logró a partir de los 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). La medición del espesor de las muestras y de sus propiedades magnéticas se hizo al igual que en el capítulo 3, es decir, utilizando un perfilómetro mecánico de aguja y el magnetómetro SQUID. Las propiedades de transporte se obtuvieron a partir de mediciones estándar de la resistencia de los films crecidos.

Capítulo 2

Diseño del detector

“The only action worth taking is the one with an unknown outcome”

— Anónimo

En este capítulo se estudian los aspectos que hacen al diseño del detector, así como a su sensibilidad, resolución espacial, eficiencia, tiempo de respuesta y señal producida ante el evento de la captura de un neutrón. Cada uno de estos aspectos se encuentran íntima y a veces contradictoriamente relacionados, por ejemplo, si se quiere incrementar la eficiencia de un detector, es necesario incrementar el volumen disponible para la detección, lo que en general redundará en un detrimento de la resolución espacial del detector. Estos aspectos condicionan a su vez el diseño físico del detector, su geometría y la electrónica asociada que permite la lectura de los eventos, por lo que conocer a priori el diseño que optimiza el desempeño del detector ante la aplicación requerida puede resultar en un gran ahorro de tiempo, esfuerzo y dinero.

En la primera parte del capítulo (sección 2.1) se hace un cálculo del volumen en que se deposita la energía de la reacción nuclear a partir de simulaciones que permiten calcular el rango en MgB_2 de los iones que se producen en la fisión del ^{10}B . Con este dato se simula, utilizando el método de elementos finitos, el calentamiento y enfriamiento de un cable de MgB_2 depositado en condiciones parecidas a las de operación del detector. A partir de estas simulaciones se hace una estimación del tiempo de respuesta del detector. Paralelamente, y con la misma estimación del volumen en que se deposita la energía de la reacción, se calcula el cambio de la resistencia del mismo cable de MgB_2 al incrementarse la temperatura del mismo gracias al calor generado por la fisión del ^{10}B , lo que da una medida de la señal que se puede obtener como resultado de la captura de un neutrón. Tanto el análisis térmico como el eléctrico se realizan considerando la geometría del cable de MgB_2 . Este trabajo se desarrolla en las secciones 2.1 y 2.1.

En la sección ?? se acoplan los dos elementos estudiados en las secciones anteriores, es decir, el cálculo de la señal y el estudio de la relajación térmica del sistema

incorporando el efecto Joule como mecanismo de generación de calor adicional a la reacción nuclear. Cabe mencionar que aunque estos aspectos pueden parecer débilmente acoplados, la fuerte no linealidad que tiene la resistividad del MgB_2 en la transición superconductora, resulta en una fuerte interacción de los dos sistemas, lo que redundará en numerosas dificultades a la hora de implementar la solución. En esta sección se hace una revisión de los resultados obtenidos en las secciones 2.1 y 2.1, tanto de las estimaciones del volumen en que se deposita la energía como de los tiempos de respuesta y señales calculadas. Finalmente, en la sección 2.1 se estudia la eficiencia esperada del detector en función de su geometría y proporción de ^{10}B .

2.1. Respuesta térmica del detector

El funcionamiento del detector consiste en utilizar la energía de las partículas creadas por la reacción de captura de un neutrón por un núcleo de ^{10}B , que se fisiona en un átomo de ^4He y otro de ^7Li . Dichos átomos depositan su energía cinética en el MgB_2 , incrementando su temperatura, lo que produce una supresión momentánea de la superconductividad. Teniendo en cuenta esto, resulta evidente que el detector no será capaz de distinguir la llegada de dos neutrones que lleguen con una separación temporal menor que τ , el tiempo que le tome al superconductor retornar a su temperatura inicial. De ahí que la determinación del tiempo de relajación τ (también llamado tiempo de respuesta) del detector, sea un factor crucial en la construcción del mismo, ya que permite determinar la electrónica más adecuada para operarlo, y cuál es el máximo flujo de neutrones para el que se tiene resolución individual de partículas detectadas.

El primer paso para conocer la respuesta térmica del detector, consiste en estimar el volumen en que las partículas creadas por la reacción nuclear depositan su energía. Utilizando el software SRIM-2008 se simuló las trayectorias de las partículas producidas por la reacción $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$, utilizando consideraciones dinámicas clásicas para deducir la energía cinética inicial de cada una de las partículas. Si se desprecia la velocidad inicial del neutrón (el neutrón incidente tiene energía del orden de décimas de eV y el Q de la reacción es del orden de los MeV), la conservación del impulso nos dice que la energía cinética inicial de la partícula α es de 1.464 MeV y la del Li es de 0.836 MeV.

En la Fig. 2.1 se ven las trayectorias simuladas para cada ión. Los mismos incidían sobre un medio semi-infinito de MgB_2 de densidad 2.62 g/cm^3 [28], lo que sería similar a pensar que los productos de la fisión salen en dirección paralela al cable de MgB_2 . Como el rango de las partículas en el MgB_2 es alrededor de $4 \mu\text{m}$ para el He y $2 \mu\text{m}$ para el Li, una conclusión inicial que se puede extraer es que si las partículas salen en dirección perpendicular al cable, la energía depositada en el mismo será muy pequeña, salvo que el ancho y el espesor del cable sean comparables con el rango del He y el

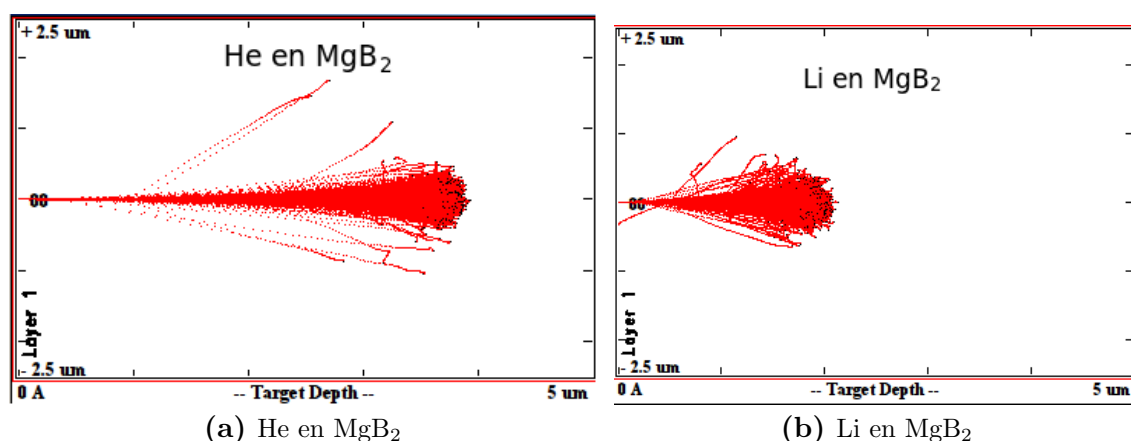


Figura 2.1: Dispersión de iones de He (2.1a) y Li (2.1b) en MgB_2 . Se simuló la colisión de cada uno de los iones en un medio semi infinito de MgB_2 . A partir de estas simulaciones se estimó que las partículas producidas por la reacción $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ depositan su energía en un volumen $V = 2,48 \mu\text{m}^3$.

Li en MgB_2 . Sin embargo, más adelante se verá que debido a la dinámica térmica del sistema, el cable de MgB_2 debe tener un espesor y un ancho del orden del micrón, ya que de otro modo la señal y la sensibilidad del detector disminuyen drásticamente.

Como primera aproximación al problema se consideró que toda la energía de las partículas se deposita en un único volumen $V_{hs} = 2,48 \mu\text{m}^3$, y luego se calculó el incremento de temperatura ΔT que sufre ese volumen de MgB_2 como consecuencia de la captura de un neutrón y la reacción nuclear siguiente:

$$\Delta T = \frac{Q}{c_p V_{hs} \delta} \approx 3,5 \text{ K} \quad (2.1)$$

donde $Q = 2,3 \text{ MeV}$ [18] es la energía liberada en la reacción de captura de un neutrón, δ es la densidad del MgB_2 [28] y $c_p = 17 \text{ J}/(\text{kg K})$ es su calor específico a presión constante [29] a una temperatura de 39 K.

La evolución temporal de la temperatura se estudió utilizando un software comercial de simulación por medio del método de elementos finitos (COMSOL MULTIPHYSICS). Se simuló la evolución térmica a lo largo del tiempo de un alambre de MgB_2 de $2 \mu\text{m}$ de ancho y con un espesor variable entre $0,2 \mu\text{m}$ y $1,8 \mu\text{m}$. Se consideró que el radio se encuentra depositado sobre un sustrato de Si o zafiro de $2 \mu\text{m}$ de espesor, ancho de $4 \mu\text{m}$ y largo igual al del alambre. Los valores de conductividad térmica y calor específico del MgB_2 se obtuvieron de [29] y [30], respectivamente, los datos análogos del Si se obtuvieron de [31] y [32] y los del zafiro de [33].

Se consideró una temperatura de operación $T_o = 38,5 \text{ K}$, la mitad de transición superconductora del MgB_2 [13]. Se supuso que el calor se deposita en un volumen V_{hs} y la forma de este volumen cambió de modo que pudiera caber en el alambre (esto es, el volumen se iba haciendo menos largo a medida que su espesor aumentaba). Se

consideró este criterio con el fin de comparar la variación del tiempo de respuesta del detector para cables de diferentes geometrías que sufren el mismo incremento de temperatura. Un análisis posterior a este tipo de simulaciones mostró que el tiempo de respuesta no se afecta notablemente con la forma y el tamaño que se le asigne a V_{hs} . El sistema era lo suficientemente largo como para despreciar cualquier efecto de borde que pudiera aparecer y la condición inicial fue que todo el sistema estaba a una temperatura T_o , salvo el volumen V_{hs} que tenía una temperatura inicial $T_h = T_o + \Delta T$ (Fig. 2.2).

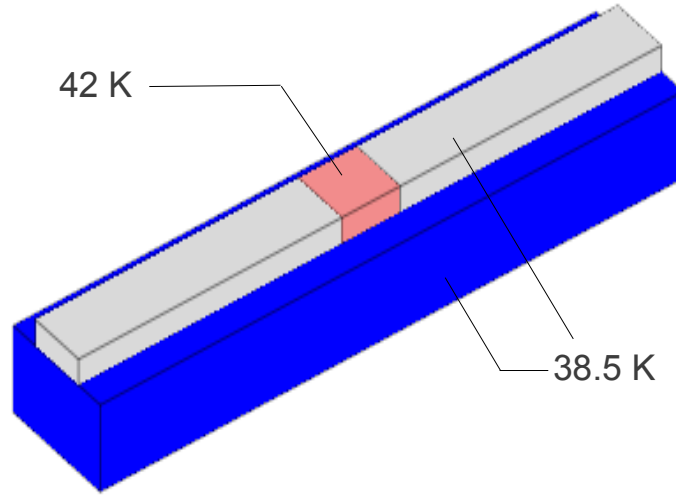


Figura 2.2: Se realizó una simulación que consistió en un alambre de MgB_2 (gris y rosa) depositado sobre un sustrato que era de silicio o zafiro (azul). Se consideró como condición inicial que todo el sistema estaba a una temperatura de 38.5 K salvo una porción de $2.48 \mu\text{m}^3$ de volumen (rosa), que se encontraba a 42 K. Se consideró que la tapa inferior del sustrato se mantenía a temperatura constante e igual a 38.5 K. El resto del sistema se consideró térmicamente aislado.

Las condiciones de contorno se impusieron analizando el ambiente de operación del detector. El borde inferior del sustrato fue mantenido a temperatura constante e igual a T_o y se consideró que el resto de los bordes estaban aislados térmicamente del exterior. Esto se hizo así porque el detector va a operar en condiciones de vacío (lo que elimina pérdidas por conducción y convección). Las pérdidas por radiación máximas fueron estimadas a partir de la ecuación de Stefan-Boltzmann[34]:

$$\dot{q} = A \sigma (T_{\text{detector}}^4 - T_{\text{amb}}^4) \quad (2.2)$$

con \dot{q} el flujo saliente de calor, A el área expuesta, σ la constante de Stefan-Boltzmann, T la temperatura del detector y T_{amb} la temperatura del medio exterior (considerada como la temperatura de nitrógeno líquido). El flujo de calor por radiación fue comparado con el flujo de calor que existe por conducción a través del MgB_2 y del sustrato. Se vio que el flujo de calor por radiación es menor que el flujo por conducción en un factor

10^7 , de donde se concluyó que el sistema está térmicamente aislado. Si la temperatura exterior es la ambiente las pérdidas por radiación son menores en un factor 10^4 .

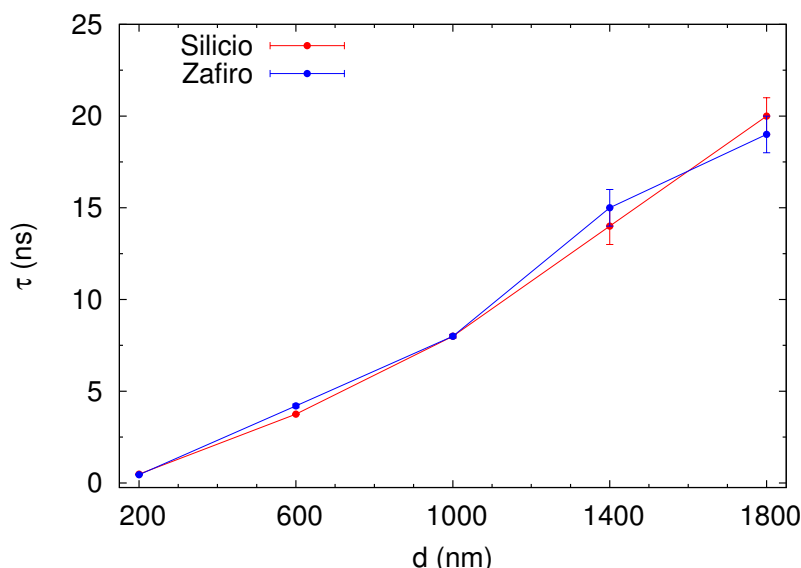



Figura 2.3: Tiempo de relajación τ en función del espesor d de un alambre de MgB_2 para diferentes sustratos. Se concluye de observar la figura que la respuesta del sistema varía de los pocos nanosegundos a algunas decenas de nanosegundos para espesores del orden de micrón y que τ es prácticamente independiente del sustrato utilizado.

Considerando todos estos factores se estudió la evolución de la temperatura del detector y se estimó la variación del tiempo de respuesta τ del mismo en función de su espesor d , como se muestra en la Fig. 2.3. Se definió que el sistema había llegado al equilibrio cuando $T_{\text{max}} - T_o \leq 0,01$ K, siendo T_{max} la temperatura del punto más caliente del detector.

En la Fig. 2.3 se observa claramente que el tiempo de respuesta del detector se incrementa en forma lineal con el espesor del film. Esto es razonable, ya que al aumentar el espesor del film, más calor tiene que fluir a través del MgB_2 que tiene peor conductividad térmica que el Si y el zafiro. También se puede ver que el tiempo de respuesta del detector es del orden de las decenas de nanosegundos, lo que está en acuerdo con valores obtenidos por otros autores[18]. Se puede concluir además que el tiempo de respuesta no sufre cambios por depositar el MgB_2 en silicio o zafiro.

En la figura  se muestra una secuencia temporal del perfil de temperaturas del detector para. Se exhibe la temperatura a lo largo de dos cortes: uno en dirección paralela al alambre y otro transversal al primero, y ambos cortes pasan por el centro del alambre. La figura mostrada corresponde a un alambre de MgB_2 de $15 \mu\text{m}$ de largo, $2 \mu\text{m}$ de ancho y $0.8 \mu\text{m}$ de espesor, depositado sobre un sustrato de Si.

Se aprecia que la región más caliente del detector es siempre la misma, es decir, parece ser que el calor tiende a difundir mucho más a través del sustrato que

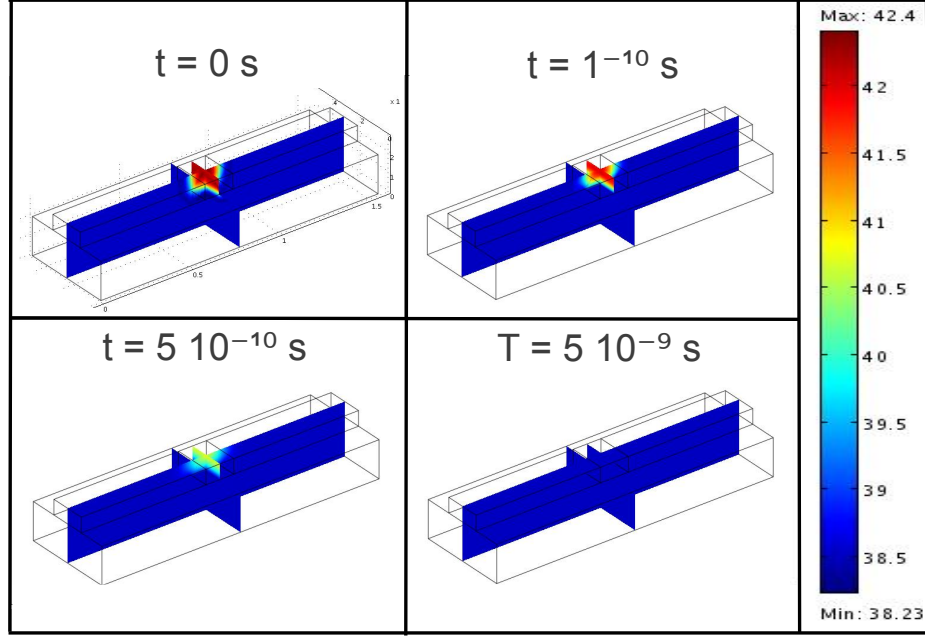


Figura 2.4: Temperatura del detector para diferentes tiempos. Se muestra un alambre de MgB_2 de $15 \times 2 \times 0.8 \mu\text{m}$ depositado sobre un sustrato de Si de $15 \times 4 \times 2 \mu\text{m}$.

dentro del MgB_2 . Teniendo en cuenta que la conductividad térmica del silicio es $\kappa_{\text{Si}} = 3510 \text{ W}/(\text{m K})$ y la del MgB_2 es $\kappa_{\text{MgB}_2} = 14,35 \text{ W}/(\text{m K})$ [30, 32], resulta razonable que sea así. Resultados similares se obtuvieron al reemplazar el sustrato del Si con zafiro, lo cual también tiene sentido ya que $\kappa_{\text{zafiro}} = 12000 \text{ W}/(\text{m K})$ [33].

2.2. Señal del detector

Como se dijo antes, el atributo característico de los detectores TES es que obtienen una muy buena señal al aprovechar los cambios abruptos de la resistividad de un film superconductor. El propósito de esta sección es estimar la señal producida por un detector de MgB_2 al capturar un neutrón y calcular la temperatura óptima de operación del dispositivo, definida como aquella en que la variación de la resistencia producida por la captura de un neutrón sea máxima. En lo que sigue, los términos señal y variación de la resistencia se utilizarán como sinónimos, ya que la señal emitida por el detector es proporcional a la variación de la resistencia del MgB_2 .

Se estudió la variación de la resistencia ΔR en el volumen V_{hs} en función de la temperatura inicial del mismo. Para este estudio se consideró un modelo diferente al de la sección anterior, es decir, se consideró que el volumen V_{hs} tiene ancho y espesor iguales a los del cable de MgB_2 , pero para este modelo se consideró una longitud fija.

El cambio en la resistencia del alambre ΔR se calculó a partir de la relación[35]:

$$\Delta R = \frac{\Delta \rho l}{a d} \quad (2.3)$$

siendo l , a y d la longitud, el ancho y el espesor del volumen V_{hs} , respectivamente. Se tomaron valores de $a = 2 \mu\text{m}$, $0,2 \mu\text{m} \leq d \leq 1 \mu\text{m}$ y $l = 2 \mu\text{m}$, se ajustó de modo tal de mantener el volumen $V = 2,48 \mu\text{m}^3$ constante. La variación de ρ en función de la temperatura se obtuvo a partir las mediciones obtenidas de [13] y que se ven en la Fig. 2.5.

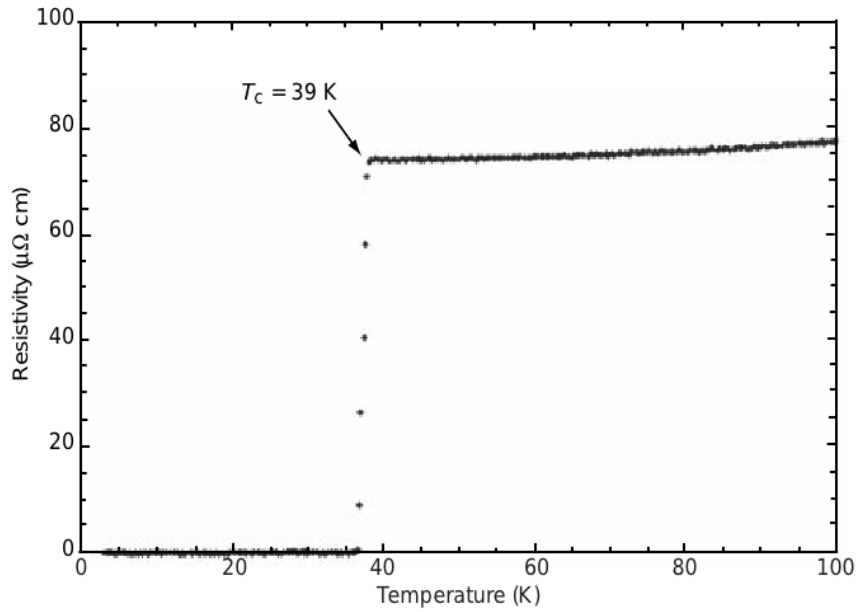


Figura 2.5: Variación de la resistividad del MgB₂ en función de la temperatura. Puede verse el cambio abrupto en la resistividad del MgB₂ a 39 K. Imagen obtenida de [13].

En la Fig. 2.6 se muestra como varía la señal del alambre de MgB₂ en función de la temperatura inicial, comparando el resultado que se obtiene al disminuir el espesor del cable. Puede observarse que el cambio en la señal es del orden de algunos Ohm y que la misma decrece fuertemente a medida que el cable se vuelve más grueso. También puede apreciarse que incrementar el espesor del cable obliga a tener un control más estricto de la temperatura. Dicha conclusión es razonable dentro del modelo propuesto, ya que un espesor menor implica que la misma energía de la reacción se deposita en una región de material que es más pequeña. Esto trae aparejado que el incremento de temperatura sea mayor, lo que simplifica el control de la temperatura.

Sin embargo, es válido preguntarse si es correcto pensar que la energía que se deposita en el cable es independiente de las dimensiones del mismo, ya que si el cable se vuelve más delgado los iones escaparían del mismo antes de depositar toda su energía en el MgB₂. Siguiendo esta motivación se realizaron simulaciones estudiando el cambio

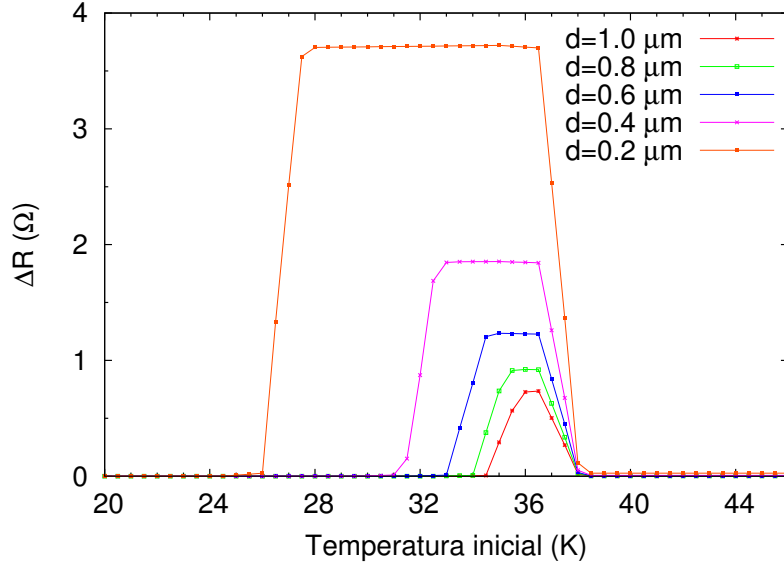


Figura 2.6: Variación de ΔR en función de la temperatura inicial del MgB_2 . Las dimensiones de la porción de MgB_2 eran $2\text{ }\mu\text{m} \times 2\text{ }\mu\text{m} \times d\text{ nm}$.

en la señal disminuyendo la energía que se deposita en el detector. El volumen V_{hs} se modeló de la misma forma que en el cálculo anterior, considerando solamente alambres de 200 nm y 800 nm de espesor, como se puede ver en la Fig. 2.7.

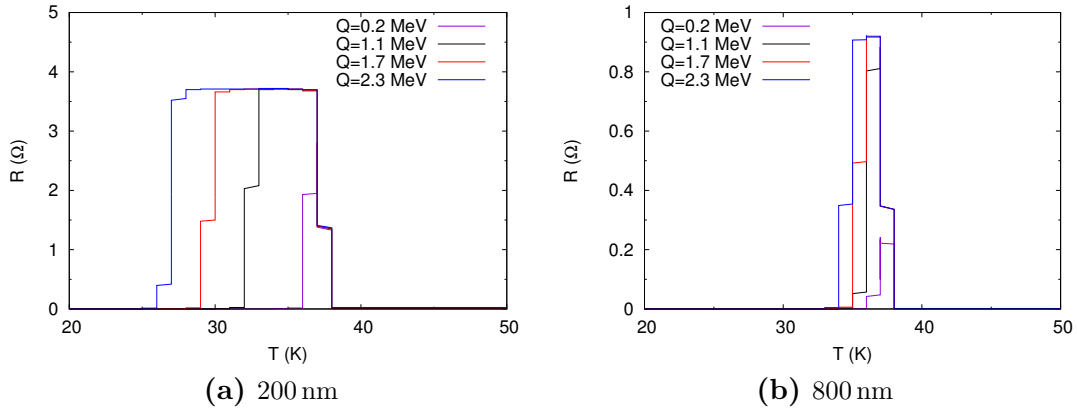


Figura 2.7: .

Con los datos de la Fig. 2.7 junto con los análisis hechos previamente se puede hacer un análisis más integral de las ventajas y desventajas de las diferentes geometrías del detector, por ejemplo, en la Fig. 2.7a puede verse que si el espesor del cable de MgB_2 es de 200 nm se tiene una señal que es mayor que la que se puede esperar para un detector de 800 nm, incluso si se deposita en el detector una energía diez veces menor como resultado de tener un film más delgado. En ese sentido, la misma conclusión puede extraerse si la variable a analizar es la temperatura óptima de operación del detector, ya que de comparar las Figs. 2.7a y 2.7b, puede verse que el intervalo en que se observa

un máximo de señal para un film de espesor de 200 nm, es siempre igual o mayor al intervalo esperado para un film de 800 nm, sea cual sea la energía que se deposita en el detector.

2.3. Acoplamiento térmico-eléctrico

En las secciones anteriores se estudió por un lado como se enfría una sección de MgB_2 sobre un sustrato que se mantiene a una temperatura fija. Por otro lado se modeló y calculó también la modificación de la resistencia de un cable de MgB_2 como resultado de la captura de un neutrón. Si se observa con un poco de cuidado, puede verse que en un cable de MgB_2 diseñado adecuadamente aparecen dos fenómenos interesantes. El primero es el "efecto fusible", es decir que la diferencia de tensión en los extremos de un cable se incrementa súbitamente debido a la reacción que se inicia con la absorción de un neutrón. El segundo es que debido a que una porción importante del material deja de ser superconductor, el mismo se convierte en una fuente de calor, debido al efecto Joule. Este acoplamiento que ocurre entre el sistema térmico y el eléctrico, puede considerarse despreciable si las corrientes circulantes son lo suficientemente bajas. Sin embargo, debido al comportamiento altamente no lineal que tiene la resistividad del MgB_2 alrededor de la transición superconductora, es razonable preguntarse qué tan baja debe ser la corriente circulante para ser considerada despreciable. De aquí se concluye que hacer un estudio acoplando el problema térmico y el eléctrico resulta necesario si se quiere determinar las condiciones de operación óptimas del detector. Este tipo de trabajo contribuiría además a un mejor diseño del detector. Por último, la consideración de una fuente de calor en el problema podría modificar el tiempo de respuesta del detector, detalle que puede ser importante si se busca un equipo que trabaje con elevados flujos de neutrones.

En este punto parece apropiado comentar algunas de las complicaciones que aparecen cuando se busca resolver un problema que se representa por un sistema de ecuaciones diferenciales acopladas (la ecuación de transferencia del calor y la de los circuitos de corriente continua). Este acoplamiento puede resultar complicado, sobre todo si el mismo se hace a través de una variable que tiene un comportamiento no lineal, como lo es la resistencia del MgB_2 en este caso. Los mayores problemas que aparecen son la aparición de inestabilidades, oscilaciones, soluciones espurias y que el programa falle en poder satisfacer las condiciones de borde exigidas. Luego de algún trabajo y estudio del programa utilizado para hacer las simulaciones se encontró que la mejor forma de solucionar estos problemas es la siguiente: primero se resuelve el problema eléctrico para la condición inicial (tal como fue planteada en la sección 2.1) sin tener en cuenta la evolución temporal del sistema. Una vez logrado esto se toman los datos (corrientes y tensiones) de esta simulación y se los utiliza como condición inicial del problema

térmico-eléctrico dependiente del tiempo.

En adición a las simulaciones que permitieron estimar el tiempo de respuesta, se llevó a cabo una simulación más para estimar las dimensiones mínimas que debe tener el detector para que pueda detectar neutrones eficientemente. En este caso se consideró un bloque de MgB_2 que se encuentra en estado superconductor. Se supuso que la captura de un neutrón causó una supresión del parámetro de orden superconductor en un cubo de $0.2\ \mu\text{m}$ de lado[36]. Por lo tanto se consideró que la energía de la reacción se depositó inicialmente en ese volumen. Por otro lado se puso al bloque de MgB_2 en contacto directo con una fuente térmica fría y se lo conectó a una fuente eléctrica de corriente continua. El objetivo de esta simulación era ver el tamaño máximo de la región cuya temperatura superaba la T_c del MgB_2 .

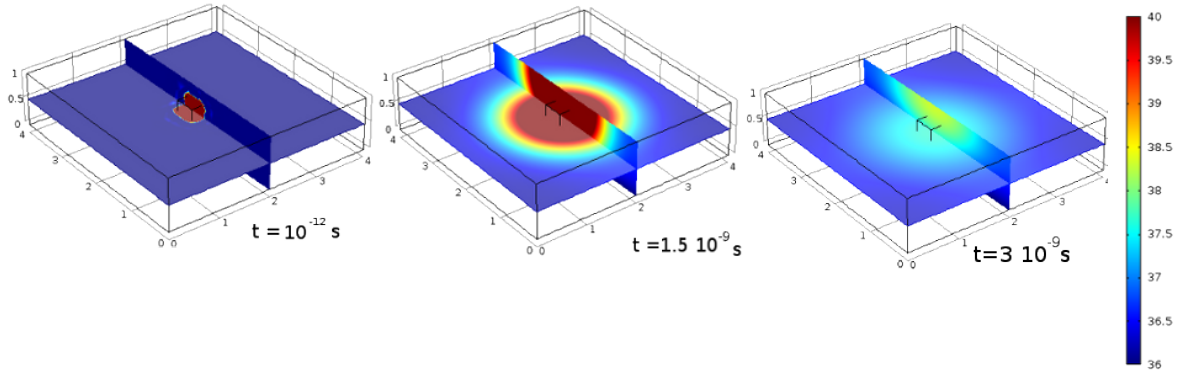


Figura 2.8: Secuencia temporal que indica como fluye el calor desde el "punto caliente" inicial hacia el resto del material. Se muestran dos cortes transversales del bloque de MgB_2 simulado. La parte inferior del bloque se mantuvo a 36 K. El espesor del bloque era de $1\ \mu\text{m}$. Puede verse como la región del material que se vuelve normal tiene un tamaño máximo del orden de $1\ \mu\text{m}$ antes de empezar a hacerse más pequeña.

Así como se hizo en la sección 2.1, el estudio del acoplamiento de los problemas térmico y eléctrico también se hizo utilizando el software comercial COMSOL MULTIPHYSICS. Se consideró como ecuación constitutiva $\mathbf{J} = \sigma(T) \mathbf{E}$ y disipación debida al efecto Joule ($\dot{q} = J^2/\sigma$). La conductividad eléctrica $\sigma(T)$ se obtuvo de la curva de resistividad de una muestra bulk de MgB_2 que se muestra en la Fig 2.5, al igual que en la sección 2.1. En la Fig. 2.8 se pueden apreciar dos cortes perpendiculares que muestran el campo de temperaturas en el bloque de MgB_2 en distintos momentos de la simulación: el instante inicial, el instante en el que la región normal ocupó el máximo volumen y un instante posterior en que el sistema estaba prácticamente relajado. A partir de estas imágenes se puede observar que la región normal adquiere una forma esférica cuyo radio máximo es un poco mayor que un micrón y que luego empieza a hacerse más pequeño. Esto implica que un cable de MgB_2 cuyo ancho y espesor sean mucho mayores que un micrón no detectará eficientemente la captura de un neutrón, ya que es altamente probable que incluso en el momento en que la región normal tome su

tamaño máximo, aún exista un paralelo superconductor por el que circulará la mayoría de la corriente aplicada. Un análisis similar al previo se hizo reduciendo el espesor del bloque de MgB_2 a $0.5 \mu\text{m}$ y $0.2 \mu\text{m}$. Se pudo apreciar que si bien el tiempo de relajación del sistema disminuye, el tamaño máximo de la región normal aún es del orden de un micrón. La conclusión de este análisis, que concuerda con la extraída de las simulaciones del SRIM de la sección 2.1 es que, para poder tener una buena sensibilidad ante la captura de un neutrón, es necesario que tanto el espesor del cable como su ancho sean de dimensiones del orden o inferiores al micrón.

También se estudió el comportamiento de las simulaciones de la sección 2.1 agregando la componente eléctrica del problema. Las condiciones de contorno para la parte térmica de la simulación eran las mismas que las que se utilizaron para la sección 2.1. Se trabajó en el problema eléctrico suponiendo que el detector operaba tanto a corriente constante como a tensión constante.

2.3.1. Simulaciones a corriente constante

Se hicieron simulaciones a diferentes corrientes en el rango de $1 \mu\text{A}$ y 100 mA para espesores de 200 nm y 1000 nm y se estudió la diferencia de potencial entre los extremos del alambre, así como la variación de la temperatura en el mismo en función del tiempo.

A partir de las simulaciones se encontró que existe una corriente a partir de la cual la temperatura del sistema no tiende asintóticamente a la inicial. Dicha corriente depende de la forma del alambre de MgB_2 pero para las geometrías simuladas se encontró que tiene un valor que está entre la decena y la centena de miliamperes.

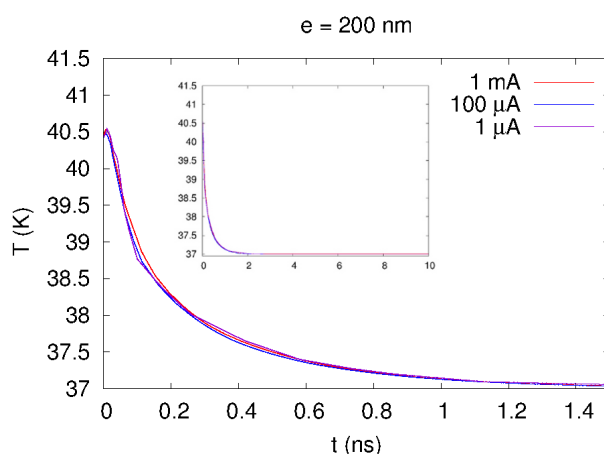


Figura 2.9: Temperatura en función del tiempo para un alambre de MgB_2 de 200 nm espesor y con diferentes corrientes circulantes. Se observa que el tiempo de relajación es prácticamente independiente de la corriente circulante.

Por otro lado, si la corriente que circula por el MgB_2 está por debajo de este umbral, el tiempo de relajación del sistema parece ser independiente de la misma, como se

puede ver en la Fig. 2.9. Además, en la Fig. 2.10 se aprecia que no existe una diferencia significativa en el tiempo de relajación cuando se desacopla el problema eléctrico del térmico. De aquí puede concluirse que en el régimen estable el calentamiento debido al efecto Joule no juega un rol significativo en la dinámica del sistema.

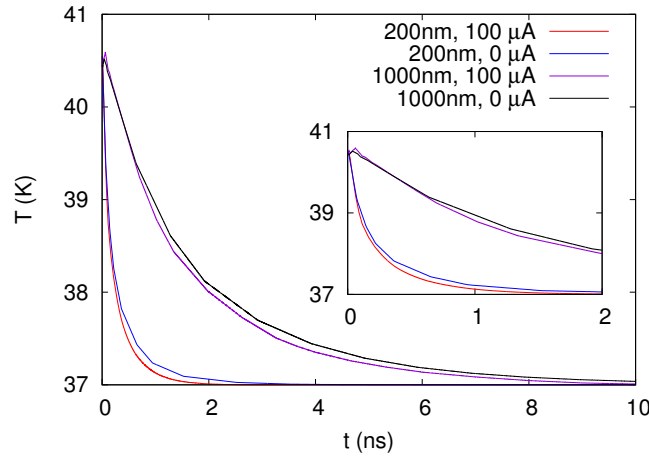


Figura 2.10: Comparación del tiempo de relajación para un alambre de MgB_2 para el caso desacoplado (corriente 0) y acoplado. No se observan diferencias apreciables entre los dos casos.

Por último se estudió cómo varía la señal del detector en función del tiempo, para lo cual se graficó la evolución temporal de la resistencia del alambre de MgB_2 . En la figura 2.11 se compara además cómo varía la respuesta para cables de diferentes espesores. Puede verse como al aumentar el espesor del alambre el pico de la señal se vuelve más ancho y de menor altura.

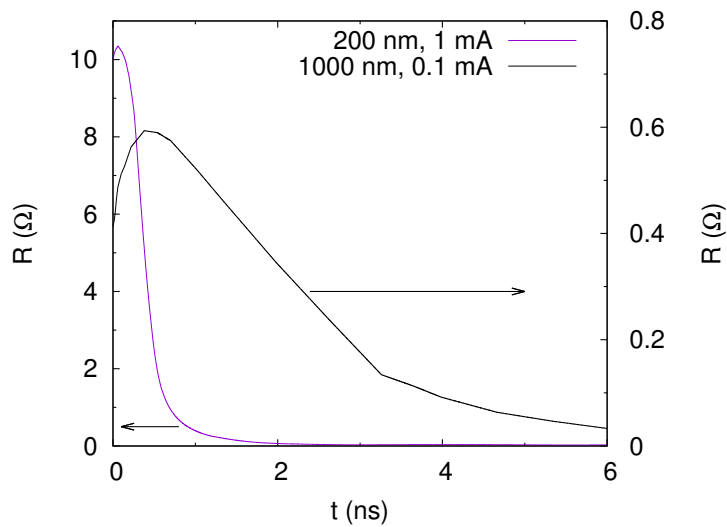


Figura 2.11: Resistencia en función del tiempo de dos alambres de MgB_2 , uno de 1000 nm de espesor y otro de 200 nm de espesor. El resto de las dimensiones son equivalentes. Se observa que los pico de resistencia se vuelven más anchos y más bajos a medida que aumenta el espesor del alambre.

En la sección 2.4 se mostrará la dependencia de la eficiencia del detector con el espesor del mismo. Allí se muestra que la probabilidad de captura de un neutrón es proporcional al espesor del detector. Esto es, si el espesor del detector se incrementa en un factor 5, también lo hace la probabilidad de captura. En la Fig. 2.11 puede verse que un incremento en un factor 5 de la eficiencia redonda en un detrimento en un factor 10 en el valor de la señal. También implica un notable alargamiento en el tiempo de respuesta, lo que puede ser deseable en función de la electrónica de seguimiento que se disponga. Sin embargo, esto también se puede lograr a partir de depositar el detector en una estructura tipo membrana, de lo que se concluye finalmente que no es recomendable buscar un mayor espesor del detector, puesto que la ganancia en eficiencia no parece compensar los aspectos negativos asociados a un detector de mayor volumen.

2.3.2. Simulaciones a tensión constante

En la sección 1.3 se explicó que si un TES se opera a tensión constante, se puede utilizar el efecto Joule como mecanismo de control de la temperatura de operación del detector. Para lograr esto, es necesario que la temperatura de la fuente fría se encuentre muy por debajo de la T_c del material que se usa como volumen de detección. Cabe mencionar que los dispositivos en los que este mecanismo se implementa con éxito son aquellos materiales que tienen una transición superconductora a temperaturas del orden de los cientos de mK. El propósito de esta sección es estudiar la viabilidad de implementar un control de temperatura utilizando únicamente el efecto Joule como señal de realimentación. El poder lograr eso sería extremadamente conveniente, ya que en ese caso se evita la necesidad de incorporar equipos extra para realizar un control de la temperatura, simplificando así la construcción del dispositivo.

Para realizar este estudio se simuló un cable con una geometría similar a la de las secciones anteriores, analizando sólo el caso de un detector de 200 nm de espesor. Se dispuso que la temperatura de la fuente fría fuera de 10 K. Se eligió esta temperatura considerando que es la mínima alcanzable por un criogenerador comercial Giffoud-MacMahon de bajo costo. Se propuso como condición inicial que el cable de MgB_2 se encontrara a una temperatura de 30 o 40 K para luego ver cómo variaba la temperatura del mismo con el tiempo. Se realizaron simulaciones para diferentes tensiones aplicadas en bornes del cable. En la Fig. 2.12 puede verse como, mientras la tensión aplicada es baja, el sistema siempre relaja a la temperatura de la fuente fría. Por otro lado, a una tensión del orden de 10 mV puede verse que la producción de calor debida al efecto Joule compensa la pérdida de energía hacia la fuente fría, y el sistema logra estabilizarse a una temperatura de trabajo razonable.

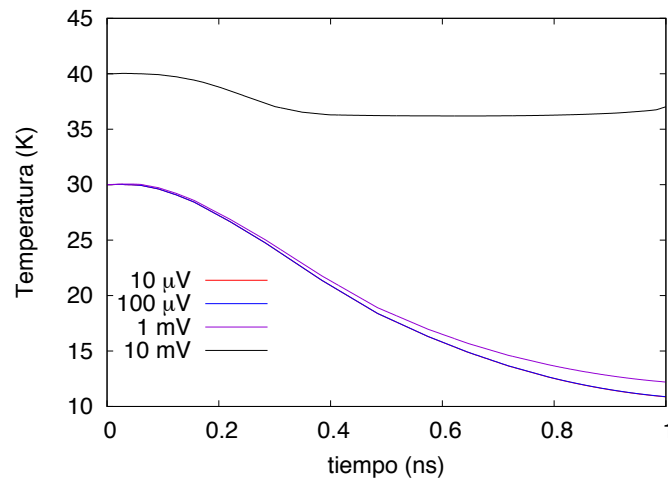


Figura 2.12: Estudio de la variación de la temperatura en función del tiempo para un detector operado a tensión constante, variando la tensión de operación. La fuente fría se mantuvo a 10 K. Puede verse que al incrementar la tensión la temperatura a la que estabiliza el sistema se incrementa también.



Sin embargo, el problema que aparece ahora es que la tensión que hay que aplicar es muy elevada, ya que obliga al paso de corrientes enormes por el detector, como puede verse en la Fig. 2.13. Esto indica que, aunque es en principio posible controlar la temperatura de operación simplemente variando la tensión aplicada al detector, esto implica que a través del detector circularán corrientes que son inaceptables desde el punto de vista práctico.

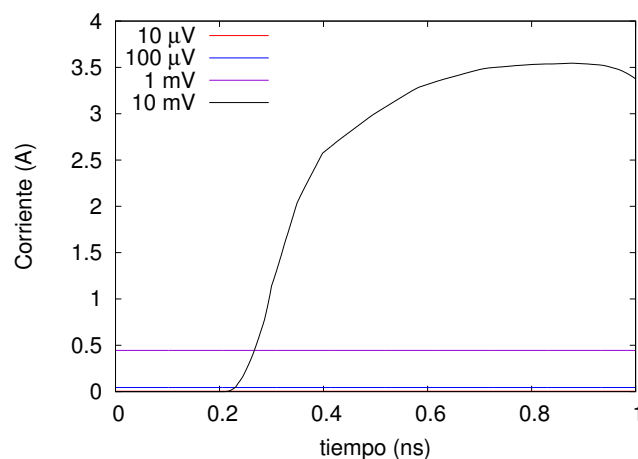


Figura 2.13: Cálculo de la corriente que circula por el detector en función de la tensión aplicada en función del tiempo. Como puede verse, el rango de tensiones útiles para controlar la temperatura del detector, implica el paso de grandes corrientes por el mismo. De aquí se concluyó que no es viable controlar la temperatura de operación del detector a partir de la tensión aplicada al mismo.

Resulta por lo tanto, indispensable agregar un mecanismo externo para controlar la temperatura de operación del detector. Se pueden proponer dos mecanismos para lograr esto. Uno es simplemente controlar la temperatura de la fuente fría con un termómetro, un calefactor y un controlador de temperatura. También se puede pensar en depositar, entre el sustrato y el detector, algún material semiconductor que luego sea conectado a una fuente de tensión. De esta forma se implementa un mecanismo de control de temperatura utilizando el efecto Joule como señal de realimentación, tal como se pretendía hacer con el propio detector.

Cabe mencionar, por último, que aunque controlar el detector con una fuente de tensión constante no sea un mecanismo viable para controlar la temperatura, sí resulta una opción atractiva por otras razones. Por un lado, al fijar la tensión y medir variaciones de corriente, se puede conseguir una buena amplificación de la señal simplemente poniendo en serie con el detector una inductancia[37]. Por otro lado tal como se explicó en la sección 1.3, en caso de existir inhomogeneidades a lo largo del volumen del detector, si el mismo está regulado a corriente constante, el sistema se puede volver altamente inestable. Teniendo en cuenta estos detalles, es razonable concluir que el detector debe operarse a tensión constante.

2.4. Eficiencia del detector

Para realizar el cálculo de la eficiencia del detector se partió de la ecuación de transmisión de neutrones para el caso de un sólo tipo de núcleo[3]:

$$\phi = \phi_0 e^{-n\sigma d} \quad (2.4)$$

siendo ϕ_0 y ϕ el flujo inicial y final de neutrones, respectivamente, n la densidad de núcleos por unidad de volumen, σ la sección eficaz total para la interacción núcleo-neutrón y d el espesor de la muestra. La transmisión \mathcal{T} se define como:

$$\mathcal{T} = \frac{\phi}{\phi_0} = e^{-n\sigma d} \quad (2.5)$$

Como \mathcal{T} es la probabilidad de que un neutrón pase a través del blanco sin interactuar con el mismo, si el blanco posee diferentes tipos de núcleos, la transmisión total es simplemente el producto de las transmisividades individuales:

$$\mathcal{T} = \prod_i e^{-n_i \sigma_i d} \quad (2.6)$$

donde la productoria corre sobre todos los tipos de núcleos presentes. La absorción \mathcal{A} se define inmediatamente a partir de la Ec. 2.6:

$$\mathcal{A} = 1 - \mathcal{T} \quad (2.7)$$

El valor de \mathcal{A} indica la eficiencia del detector.

El cálculo de \mathcal{A} se hizo primero considerando que el superconductor fue hecho con B natural y luego con ^{10}B puro. Las secciones eficaces de scattering y absorción se obtuvieron de [2], y los valores n_i de cada núcleo se obtuvieron a partir del valor de densidad teórico del MgB_2 [28] y de las distribuciones isotópicas naturales del Mg y del B. El espesor se varió en el rango de $0.2 \mu\text{m}$ a $2 \mu\text{m}$. En primer lugar se hizo el cálculo sumando las contribuciones del scattering y la absorción de todos los núcleos presentes y luego se repitió el cálculo considerando sólo la sección eficaz de absorción del ^{10}B presente en cada tipo de detector. En ambos casos se encontró que el error cometido por no considerar al resto de los núcleos es menor al 1 %. Esto era de esperarse porque la diferencia de la sección eficaz de absorción del ^{10}B respecto de las demás es de entre tres y cuatro órdenes de magnitud.

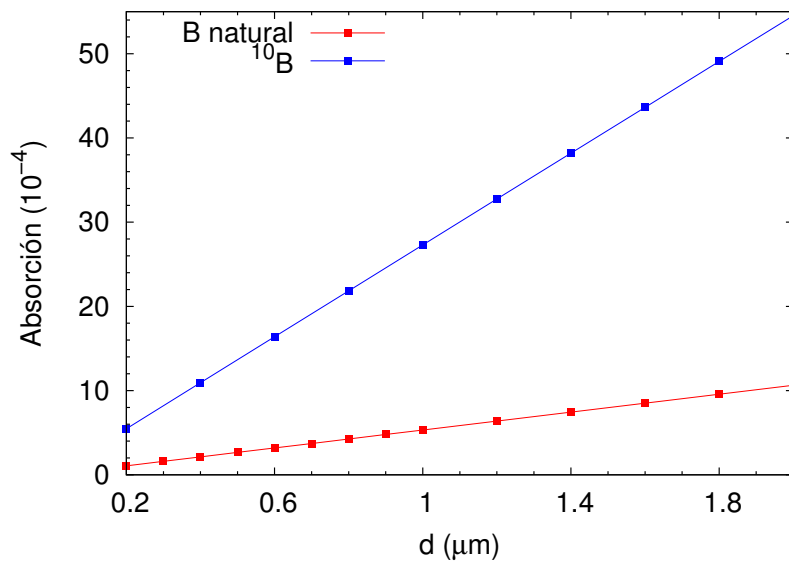



Figura 2.14: Variación de la eficiencia del detector de MgB_2 en función del espesor del mismo. Puede verse que la eficiencia del detector aumenta considerablemente al reemplazar el B natural del superconductor por ^{10}B , y que es lineal con el espesor del film dentro del intervalo considerado.

En la Fig. 2.14 se ve la variación del coeficiente de absorción de neutrones en función del espesor del detector, considerando sólo sección eficaz de absorción del ^{10}B . Se verificó además que, en este rango de espesores, la capacidad de absorción del detector se incrementa proporcionalmente con la concentración de ^{10}B en el detector, lo que es intuitivamente razonable. Vale la pena comentar que las eficiencias calculadas en esta

sección constituyen un límite superior a la eficiencia real del detector, ya que en este modelo se está teniendo en cuenta que cada captura produce un evento en el detector, lo que no es cierto en general. Si se tiene en cuenta lo discutido en la sección 2.1, respecto a la estimación del volumen en que se deposita la energía de la reacción, y lo analizado en la sección 2.3, respecto a las dimensiones mínimas que debe tener el cable, si se quiere evitar la presencia de un paralelo superconductor que reduzca la señal a la salida del detector, debe concluirse que las eficiencias calculadas en esta sección  son mayores a las efectivamente se deberían observar por lo menos en un factor 3.

Cabe mencionar que aunque la eficiencia de este tipo de detectores parece ser muy pobre, las eficiencias obtenidas son del orden de las que se pueden esperar en los detectores sensibles a posición, tal como el que se planea construir. Esto es así porque cuando se quiere realizar un detector sensible a posición, es preciso que la energía del evento que se quiere detectar se deposite en una región pequeña del material, tanto más pequeña cuanto más preciso se quiere ser a la hora de definir el lugar en el que ocurrió el evento. Como la eficiencia de detección está relacionada directamente con el volumen de colección que tenga el dispositivo, es de esperar que si se busca resolución en posición, se pierda eficiencia de detección.

Capítulo 3

Crecimiento de films de MgB_2 por evaporación

“La vida es como el Tetris, los errores se acumulan y los aciertos desaparecen”

— Dicho popular

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos al intentar fabricar films superconductores de MgB_2 , mediante una técnica que consistió en evaporar films de B sobre un sustrato, para luego recocer en una ampolla de cuarzo los mismos films junto con una pastilla bulk de MgB_2 obtenida comercialmente. Los sustratos elegidos fueron zafiro y silicio, dos materiales que poseen una baja conductividad eléctrica y elevada conductividad térmica a bajas temperaturas, características que son deseables si se apunta a construir un detector. El silicio presenta la ventaja adicional de que puede ser fácilmente micromaquinado por procedimientos estándar. Se muestran además mediciones del espesor de los films utilizando un perfilómetro mecánico y la caracterización de las propiedades magnéticas obtenidas a partir de mediciones en el magnetómetro de interferencia cuántica. Esta técnica posee la ventaja de ser muy sencilla de implementar pero posee las desventajas de ser un proceso poco repetible que involucra elevadas temperaturas para poder funcionar bien. El mayor problema con los procesos que requieren elevadas temperaturas es que los mismos son más susceptibles a contaminación, por ejemplo, a altas temperaturas el oxígeno del zafiro puede reaccionar con el Mg que se quiere depositar en el film de B, resultando en un ensanchamiento de la transición superconductora, cosa que empeoraría el rendimiento del detector, tanto en lo que se refiere a sensibilidad como a tiempo de respuesta.

3.1. Procedimiento

La fabricación de las muestras por evaporación se realizó en dos etapas: en la primera etapa se evaporó B sobre diferentes sustratos y en la segunda se hizo un recocido de los films evaporados encapsulados junto a muestras bulk de MgB_2 . Como sustratos se eligieron monocristales de Si (111) y zafiro (0001). Se utilizaron estos sustratos porque, dentro de los disponibles en el laboratorio, presentan propiedades que interesan para la construcción del detector, básicamente una buena conductividad térmica y una alta resistividad eléctrica[33]. El objetivo del recocido es colocar a los films de B en un ambiente en el que estén en equilibrio con la presión de vapor de la muestra bulk de MgB_2 [26]. En una situación así se busca igualar los potenciales químicos de ambos materiales, lo que implica que los films de B incorporarán Mg hasta tener una composición idéntica a la de la muestra bulk. La evaporación de B sobre el sustrato se hizo en un equipo como el que se esquematiza en la Fig. 3.1. El boro se evaporó desde

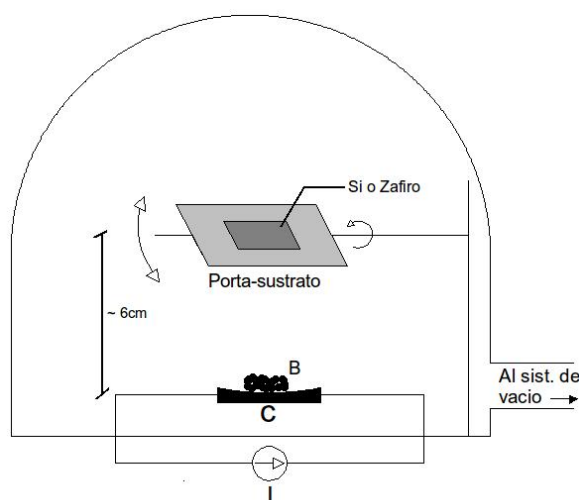


Figura 3.1: Esquema del arreglo utilizado para evaporar boro sobre diferentes sustratos. I es la fuente de corriente que se utilizó para hacer pasar corriente sobre la naveta C, sobre la que deposita el boro. El interior de la campana se encontraba en condición de alto vacío ($P \sim 10^{-6}$ Torr).

una naveta de grafito tallada especialmente (Fig. 3.2). Las navetas se angostan de modo de aumentar la densidad de corriente en el centro de la misma. Las navetas se pusieron en serie con una fuente de corriente que podía entregar hasta 150 A. El sustrato se colocó en el porta-sustrato y se ubicó por sobre la naveta. El depósito de boro se hizo en condiciones de alto vacío ($P \sim 10^{-6}$ torr).

Una vez crecidos los films, se colocaron en un tubo de cuarzo junto con una pastilla de MgB_2 envuelta en papel de tantalio, como se ve en la Fig. 3.3. El tantalio evita la oxidación de los films, ya que absorbe el oxígeno que desgasifica la pastilla de MgB_2 durante el recocido[26]. El tubo de cuarzo así sellado se colocó en un horno donde se realizó el recocido a diferentes temperaturas y por diferentes períodos de tiempo,

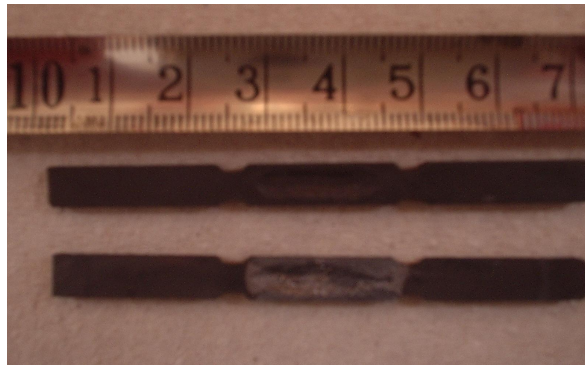


Figura 3.2: Las navetas de grafito utilizadas para la evaporación. Las mismas fueron talladas especialmente de modo de incrementar la densidad de corriente en las regiones en las que se depositaba el boro. Puede apreciarse la diferencia de cómo se ven las navetas antes de la evaporación (arriba) y después de la misma (abajo).

alrededor de los 700 °C y las 20 hs, respectivamente.

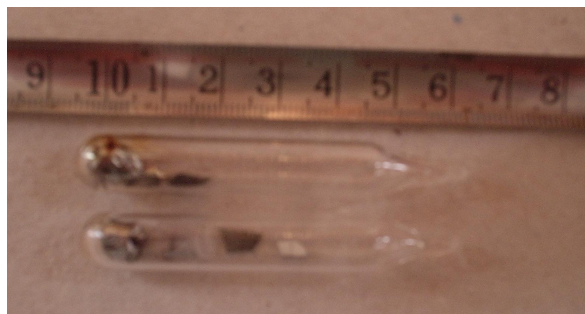


Figura 3.3: Tubos de cuarzo utilizados para recocer los films de boro con pastillas de MgB_2 . El MgB_2 fue envuelto en papel de tantalio para evitar la oxidación de los films.

Los films de MgB_2 obtenidos fueron caracterizados en un magnetómetro SQUID en donde se midió su magnetización en función de la temperatura durante un proceso Zero field cooling - Field cooling (ZFC-FC). El SQUID es un dispositivo que consiste en un arreglo de junturas Josephson que permiten medir campos magnéticos con elevada precisión y bajos niveles de ruido, por lo que resulta un equipo muy útil para determinar la magnetización de films, que son materiales con masas pequeñas, y que por ende producen señales magnéticas también son pequeñas. El proceso ZFC-FC consiste en llevar al superconductor a una temperatura $T < T_c$, a campo nulo, para luego aplicar un campo magnético $H < H_c$. Como en el interior de un superconductor se tiene $B = 0$, el SQUID registra una señal diamagnética, es decir que se tiene $M < 0$. El paso siguiente del proceso es calentar el sistema, con campo aplicado, hasta que se tiene $T > T_c$ lo que lleva al material al estado normal. En esta circunstancia, el campo magnético penetra en el superconductor y el SQUID registra una señal nula, o sea, $M = 0$. El paso final del proceso consiste en enfriar nuevamente a $T < T_c$ con campo aplicado. Sin embargo, como el campo ya penetró en el material, cuando se cumple



$T < T_c$, la magnetización se mantiene nula, es decir, que existe una irreversibilidad en el gráfico M vs T cuando el superconductor es sometido a un proceso ZFC-FC.

La medición de magnetización en un proceso de este estilo es una técnica estándar utilizada para la determinación del carácter superconductor de un film, así como un método muy preciso para determinar su T_c .

El ciclo ZFC-FC elegido para caracterizar las muestras consistió en llevar la muestra a 5 K a campo nulo y aplicar un campo magnético. A continuación se incrementó lentamente la temperatura de la muestra hasta $T = 45$ K, que es una temperatura mayor que la mayor T_c esperable para el MgB_2 . Luego se enfrió nuevamente la muestra hasta $T = 5$ K con campo aplicado. En la Fig. 3.4 se muestra, a modo de ejemplo, la curva de magnetización de la pastilla de MgB_2 utilizada para generar los films.

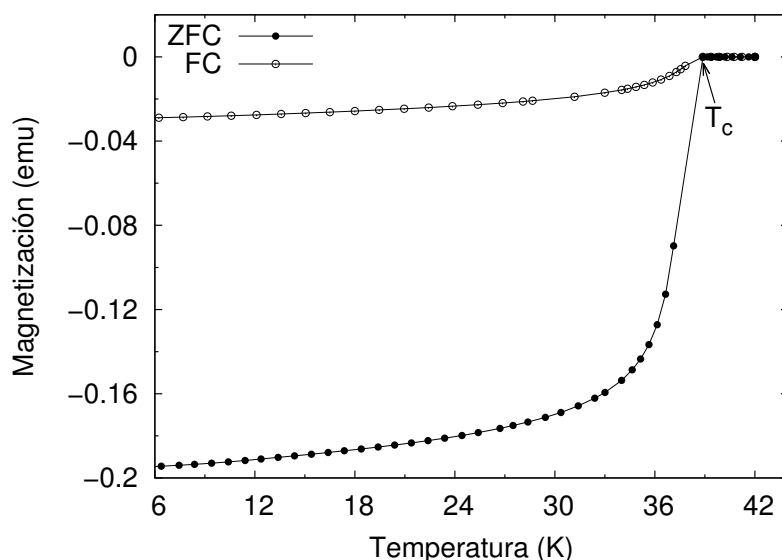


Figura 3.4: Curvas de magnetización en un proceso ZFC-FC de la pastilla de MgB_2 utilizada para generar los films.

También se midió el espesor de los films crecidos. Para lograr esto se colocaron, previamente a la evaporación del B, máscaras sobre regiones de algunos de los sustratos. Luego se retiraron las máscaras y se colocaron las muestras en un perfilómetro mecánico.

En este trabajo se realizaron tres evaporaciones con sus correspondientes recocidos: la primera con sustratos del Si y las otras dos con sustratos de Si y zafiro. Las muestras de la segunda evaporación se recocieron mezclando en el tubo de cuarzo muestras con sustratos de Si y zafiro y las de la tercera recociendo por separado el zafiro y el Si. Las muestras de la primera evaporación estaban muy contaminadas y no resultaron ser superconductoras.

3.2. Caracterización de los films de MgB₂

Se presenta a continuación la caracterización realizada sobre las distintas muestras fabricadas. Tal como se comentó previamente, los films de la primera evaporación estaban demasiado contaminados y, debido a eso, no eran superconductores. En la tabla 3.1 se muestran resumidos los datos obtenidos de las distintas muestras. Sólo aparecen los datos de la segunda y la tercera evaporación.

N° de Evap.	Muestras	Sustrato	$T_{rec}(C)$	$t_{rec}(hs.)$	Espesor (nm)
2	BBSi 1 a 4	Si (111)	750	20	(540 ± 50)
2	BBZ 1 a 3	Al ₂ O ₃ (0001)	750	20	idem
3	BBSi 5 a 9	Si (111)	700	20	(80 ± 10)
3	BBZ 4 a 8	Al ₂ O ₃ (0001)	700	20	idem

Tabla 3.1: Las muestras producidas en esta etapa del trabajo. Se muestran los tiempos y temperaturas de los recocidos, el sustrato en el que fueron crecidas las muestras y el espesor estimado de las mismas.

A modo de ejemplo, se muestran en las Figs. 3.5 y 3.6 curvas representativas de magnetización en función de la temperatura para dos de las muestras fabricadas, una depositada sobre sustrato de Si y otra sobre sustrato de Al₂O₃. La curva de magnetización en función de la temperatura de el film BBSi 3 aparece en la Fig. 3.5.

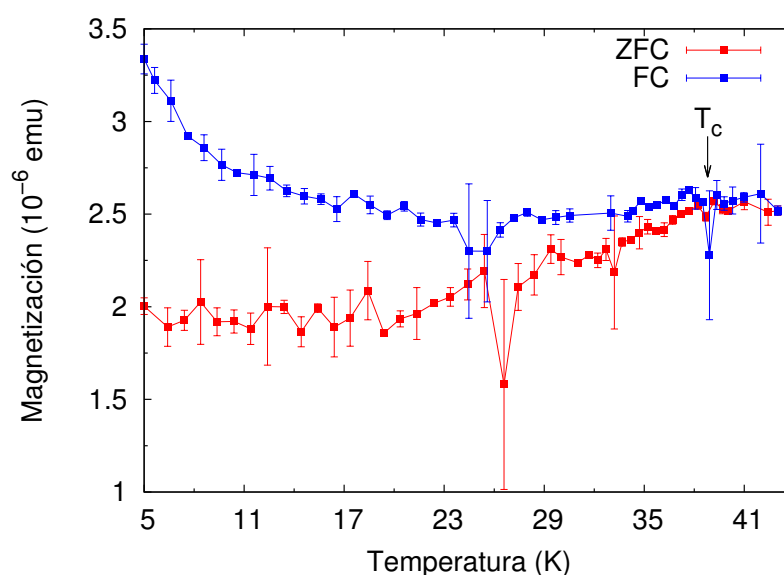


Figura 3.5: Magnetización en función de la temperatura para la muestra BBSi 3. El sustrato es de Si. El hecho de que la señal sea positiva se debe al paramagnetismo del Si. Sin embargo puede apreciarse una irreversibilidad que indica una transición superconductora cuya T_c se encuentra entre 36 K y 38 K.

Puede verse que la curva de magnetización de la figura 3.5 es cualitativamente similar a la obtenida al medir la pastilla de MgB₂ utilizada para hacer el recocido de los

films (ver Fig. 3.4). La irreversibilidad de la curva de magnetización sugiere fuertemente que existe una transición superconductor a una T_c algo menor que 38 K. El hecho de que la señal sea positiva se debe al paramagnetismo del sustrato de Si[26].

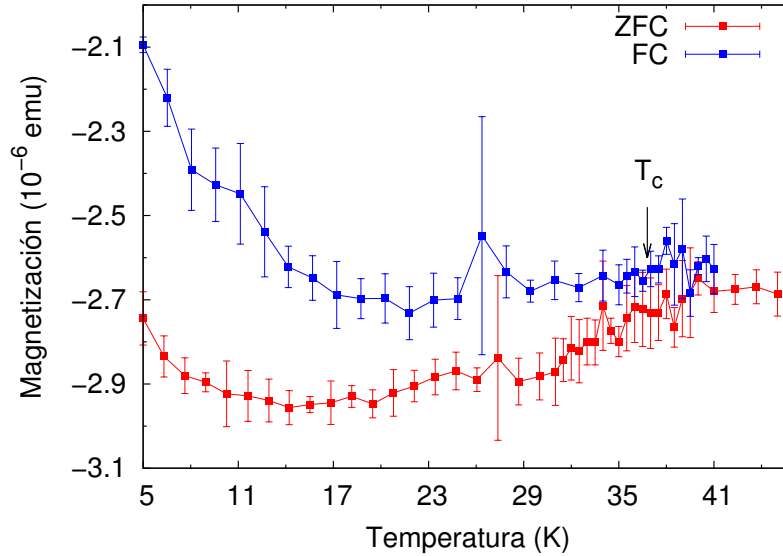


Figura 3.6: Magnetización en función de la temperatura para la muestra BBZ 1. El sustrato es de Al_2O_3 . Al comparar con la Fig. 3.5, puede apreciarse que en este caso la magnetización es negativa, y que la T_c de este film también está entre 36 K y 38 K. Esto último es razonable, ya que ambas muestras fueron recocidas juntas.

La figura 3.6 muestra la magnetización para un film de MgB_2 depositado sobre un sustrato de zafiro. Se aprecia una curva similar a la de la Fig. 3.5 aunque con magnetización negativa. Esto confirma la idea de que en el caso anterior, la magnetización positiva se deba al sustrato de Si. En la figura 3.7 se muestran las mediciones realizadas en el perfilómetro mecánico de aguja para la muestra BBZ 7. Para medir el espesor de los films se colocó pintura de plata en el sustrato antes de hacer la evaporación, y luego de la cual se removió dicha pintura, dejando expuesto un escalón que iba a permitir medir el espesor del film crecido. Luego se llevó la muestra cuyo espesor se deseaba determinar a un perfilómetro mecánico, que consiste en una aguja que se puede mover en el plano de la muestra (plano xy), que registra las variaciones en el eje perpendicular a ese plano (eje z) a partir de medir la fuerza que se realiza sobre un resorte acoplado a la aguja. A partir de las mediciones en el perfilómetro se obtuvieron perfiles como el que se ve en la Fig. 3.7. Para cada muestra, se obtuvieron los perfiles de los escalones en diferentes lugares, y el espesor de los films se estimó de la siguiente forma: se ajustó una recta a cada nivel del escalón y luego se midió la distancia vertical entre dichas rectas en un punto del escalón. En ellas se aprecia la variación de la altura z en función de la distancia horizontal x, elegida a lo largo de una dirección perpendicular al escalón.

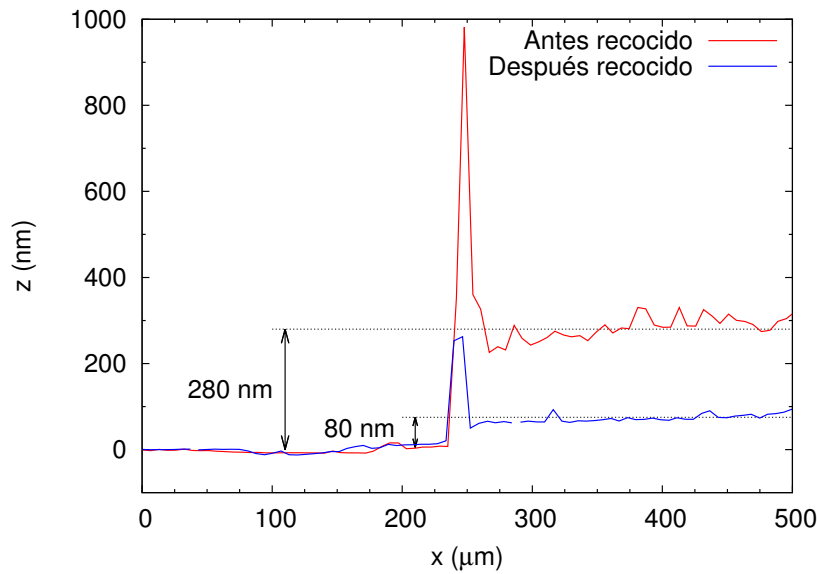



Figura 3.7: Altura de los films de B (antes del recocido) y de los MgB_2 (después del recocido). Puede verse claramente que el espesor de los films disminuye notablemente después del recocido.

Se midió el espesor de los films antes del recocido y después de realizar el mismo. A partir de estas ones se estimó que la altura de los films de la 3ª evaporación tienen un espesor $d \approx 80 \text{ nm}$. Mediciones análogas determinaron que la altura de los films de la 2ª evaporación es $d \approx 550 \text{ nm}$. Puede notarse que los films se vuelven muchos más delgados después de ser recocidos. Se pensó que esto podía deberse a que parte del MgB_2 de la pastilla se depositaba en la parte descubierta del sustrato, lo que implicaría que la disminución del espesor del film es sólo aparente. En caso de ser cierto este supuesto, cabe entonces hacer la pregunta de si la irreversibilidad observada en las Figs 3.5 y 3.6 no es debida al MgB_2 que se depositó sobre los films. Para verificar esta hipótesis, se creció un film de B con dos máscaras, una que se quitó antes del recocido y otra que se quitó después. Al hacer esto se pudo apreciar que es correcto pensar que algo del MgB_2 se deposita en el sustrato, pero lo que se deposita no es suficiente como para explicar semejante disminución aparente de la altura del film. Por otro lado se pensó que esta variación de alturas podía deberse a la diferencia de densidades del boro y el MgB_2 , pero esta variación tampoco alcanza para explicar las diferencias de alturas observadas. Investigando en la literatura que se encontró que es posible que debido a las altas temperaturas del recocido, parte del film difunda a través del sustrato [16, 22, 38]. En [38] se muestra como el oxígeno presente en el zafiro reacciona con el Mg a temperaturas mayores a 600°C . Esto resulta en hacer que la transición superconductora se vuelva más ancha, tal como se ve en la Fig. 3.6. El recocido con Si da resultados parecidos. Lo ancho de las transiciones también puede explicarse suponiendo que no se ha formado un film uniforme de MgB_2 , sino que se han formado granos con mala conectividad eléctrica entre sí.

3.3. Análisis del método


El método de evaporación y recocido presenta como principal punto positivo el de ser un método muy sencillo de implementar y que requiere una tecnología muy sencilla, básicamente una máquina evaporadora y un horno. Además, la T_c de los films obtenidos no parece ser mucho peor que la de pastilla de MgB_2 utilizada para hacer los recocidos. Sin embargo, el método implementado en esta sección presenta algunos inconvenientes que deben ser tenidos en cuenta si se busca producir un dispositivo electrónico, siendo el primero la pobre adherencia que tienen los films con el sustrato, incluso después del recocido. Esto se debe a que los átomos de B que se evaporan llegan al sustrato con una energía cinética del orden de la temperatura a la que se encuentra la naveta durante la deposición, es decir, algunas décimas de eV. Esto resulta en que el átomo que llega no posee la energía suficiente como para explorar el sustrato y acomodarse en la mejor región del mismo, luego, la adherencia entre el sustrato y el film no va a ser buena. El siguiente punto negativo es que para poder evaporar B, se requiere poder calentar el mismo a temperaturas del orden de los miles de grados, y esto sólo se puede lograr utilizando una naveta de grafito para evaporar el B, lo que introduce una fuente adicional de contaminación al proceso de crecimiento que resulta en una reducción de la densidad del film final, con la consecuente disminución de la corriente crítica. Adicionalmente el procedimiento experimental que hay que seguir para crecer los films no es de todo repetible de crecimiento a crecimiento, por ejemplo, la costra de B que se forma en las navetas de grafito que se veían en la Fig. 3.2 podía formarse o no, dependiendo de que tan rápido se caliente la naveta durante la evaporación. Por último, las altas temperaturas necesarias para el recocido llevan a que el MgB_2 que se pretende formar reaccione con el sustrato o difunda a través de él, lo que trae aparejado un ensanchamiento de la transición superconductora, lo que habla de que el film logrado no es completamente uniforme[38]. Es por esto que si se busca desarrollar un dispositivo electrónico es preciso evitar el paso de recocido o bajar la temperatura a la que ocurre el mismo, así como es necesario un método de depósito que sea más fácilmente reproducible y que permita lograr un film más compacto y con mejor adherencia. En la sección siguiente se explora un método para crecer films de MgB_2 directamente por sputtering, un método que permite crecer films muy compactos y con gran adherencia gracias que las partículas llegan al sustrato con energías del orden de la centena de eV. Además es la técnica estándar utilizada para fabricar films de MgB_2 para ser utilizados como dispositivos, debido que es altamente reproducible y evita el paso de recocido.

Capítulo 4

Crecimiento de films de MgB_2 por sputtering

“La vida es como el tetris, si no cometes errores es que estás desperdiciando oportunidades.”

— Corolario del dicho anterior

En este capítulo se describen los avances que se han hecho en la búsqueda de crecer films de MgB_2 directamente por sputtering, esto es, se buscó crecer el material deseado en un sólo paso, tratando de evitar el proceso de recocido. La ventaja de este método, además de evitar el recocido, es que es altamente reproducible limpio y es capaz de producir films con elevada densidad y buena adherencia. La técnica consiste en impactar un blanco del material que se desea depositar (en este caso MgB_2) con iones de Ar que son acelerados por una diferencia de potencial V , de modo de arrancar partículas del mismo blanco para que luego se depositen sobre el sustrato. Como los iones transfieren su energía cinética a las partículas que son arrancadas  blanco, las mismas llegan al sustrato con energías que son del orden de los cientos de eV. De esta manera, las partículas que se depositan tienen energía suficiente como para explorar el sustrato de modo de ubicarse en lugar donde la energía de vínculo entre el sustrato y la partícula depositada es máxima. Como se dijo antes, esto implica la posibilidad de hacer films con elevada adherencia, densidad y una superficie con una topografía suave, siendo esto último una característica muy importante si luego se planea micromaquinar el film producido. La ventaja de producir un film in situ, evitando el recocido, es que de esta forma se impide que el sustrato y el film reaccionen entre sí, lo que implicaría una transición superconductora abrupta, tal como se requiere para la fabricación del detector.

4.1. Procedimiento

Para el crecimiento de films por sputtering se utilizó sustratos de zafiro (0001) que se pegaron a un calefactor con pintura de plata 4929 y un blanco de MgB_2 que fue adquirido comercialmente. Se eligió utilizar un sustrato de zafiro por las mismas razones mencionadas en el capítulo 3. La realización de los depósitos se inició haciendo vacío con una bomba mecánica y encendiendo luego una turbomolecular, con la que se hizo vacío hasta llegar a una presión del orden de 10^{-6} Torr. Luego se calentó el sustrato hasta la temperatura de crecimiento T_{crec} deseada y se lo mantuvo en dicha temperatura por una hora, al mismo tiempo que se hacía circular Ar dentro de la cámara. Se llevó a cabo este procedimiento porque se notó que al calentar el sustrato la presión en la cámara se incrementaba, probablemente debido al desgase del sustrato y de la pintura de plata que se utilizó para pegar el mismo sustrato al calefactor. Una vez purgado el sistema se lograba una presión base para los depósitos era de $1 - 3 \cdot 10^{-6}$ Torr. Durante la realización de este trabajo se variaron diferentes parámetros pertinentes al crecimiento de films, a saber, T_{crec} , presión de Ar y potencia aplicada al blanco. La velocidad de crecimiento del film v_{crec} es proporcional al número de iones Ar que impactan en el blanco y a un coeficiente Y denominado sputtering yield, que indica cuántos átomos del blanco son arrancados cada vez que impacta un ión en el mismo. Ahora bien, el número de iones que impactan en el blanco es directamente proporcional a la corriente que circula por el mismo, mientras que el sputtering yield es una función no lineal de la energía con la que los iones colisionan con el material. Sin embargo, si la energía cinética K de los iones al momento de la colisión es suficientemente baja, se observa experimentalmente que Y es proporcional a la misma. Por otro lado, la energía cinética de los iones va a ser directamente proporcional a la tensión aplicada al blanco, a partir de lo cual se puede concluir que, si la tensión aplicada es lo suficientemente baja (menor a 10^4 V), se tiene que $Y \propto K \propto V$. Juntando este resultado con el hecho de que el número de iones que impactan en el blanco es proporcional a la corriente I se tiene que:

$$v_{\text{crec}} \propto I Y \propto I V = P \quad (4.1)$$

siendo P la potencia aplicada al blanco. El equipo de sputtering utilizado en este trabajo permite controlar la potencia que se aplica al blanco, es decir, que permite controlar que la velocidad de crecimiento sea constante.

La temperatura del sustrato se controló con un calefactor y un controlador PID. La temperatura se midió con una termocupla que censaba la base del calefactor. Para estimar la diferencia de temperatura entre la termocupla y la superficie del sustrato se supuso que la termocupla está acoplada perfectamente a la base del sustrato. Pensando que el sistema llegó a un estacionario se estimó la diferencia de temperatura a partir

de la expresión[34]:

$$\Delta T = \frac{d_s \dot{q}}{A_s \kappa} \sim 5^\circ\text{C} \quad (4.2)$$

En este caso d_s es el espesor del sustrato ($\sim 0.05\text{ cm}$), A_s es el área del mismo ($\sim 0.25\text{ cm}^2$) y κ su conductividad térmica a 200°C ($\sim 0.1\text{ W}/(\text{cm K})$)[39]. Se estimó la cota superior de la potencia disipada a partir de la resistencia del calefactor ($1.6\ \Omega$) y la corriente que circula por el mismo (2 A). Bajo las mismas suposiciones, y tomando como dato adicional el calor específico c_p del zafiro a 200°C ($\sim 1\text{ J}/(\text{g K})$)[40] y su densidad δ ($4\text{ g}/\text{cm}^3$)[33] se estimó el tiempo característico del sistema en:

$$\tau_{relaj} = \delta d_s^2 \frac{c_p}{\kappa} \sim 0,1\text{ s} \quad (4.3)$$

de donde se concluye que el sistema estaba completamente estabilizado antes de empezar a realizar el depósito.

Muestra	Potencia/W	$T_{rec}/^\circ\text{C}$	p/mTorr	D/u. arb.	t/min	Espesor/nm
BMB2S1B1	50	-	10	2,75	30	-
BMB2S2B1	50	-	10	2,75	45	580 ± 20
BMB2S3B1	50	-	10	2,75	90	1120 ± 20
BMB2S4B1	50	-	10	2,75	90	920 ± 10
BMB2S5B1	50	-	10	2,75	90	-
BMB2S1B2	50	225	10	2,75	90	-
BMB2S2B2	50	275	10	2,75	90	-
BMB2S3B2	50	250	10	2,75	90	-
BMB2S4B2	50	240	10	2,75	90	-
BMB2S1B3	100	100	10	2,75	20	60 ± 30
BMB2S2B3	100	T_{amb}	10	2,75	30	960 ± 60
BMB2S3B3	100	225	10	2,75	30	890 ± 50
BMB2S4B3	50	225	50	2,75	30	354 ± 8
BMB2S5B3	50	500	10	2,75	15	120 ± 40
BMB2S6B3	50	225	100	2,75	20	200 ± 20
BMB2S7B3	100	225	100	2,75	22	540 ± 20
BMB2S1B4	100	225	50	2,75	6	190 ± 20

Tabla 4.1: Resumen de los distintos parámetros explorados para realizar los depósitos de MgB_2 .

En la tabla 4.1 se encuentran resumidos los depósitos realizados en el transcurso de esta tesis, junto con los respectivos parámetros relevantes. La medición de la distancia que se muestra en la tabla 4.1 es la que corresponde a la lectura indicada por un tornillo graduado que permitía regular la distancia entre el sustrato y el blanco. El valor 2.75 mostrado equivale aproximadamente a una distancia blanco - sustrato de 3 cm. Para determinar el espesor de los films se midió la altura de un escalón generado en la muestra a partir de colocar pintura de plata en una parte del sustrato, que era removida luego de depositar la muestra. La medición del escalón se realizó utilizando

el mismo perfilómetro de aguja de la sección 3.2, siguiendo el mismo procedimiento explicado en aquella sección.

La formación de films de MgB_2 requiere el cumplimiento simultáneo de dos condiciones: por un lado, se debe tener la proporción correcta de Mg y B en el film y además se debe lograr formar la estructura cristalina adecuada. Para lograr el cumplimiento de estas dos condiciones los parámetros de crecimiento deben ser elegidos con cuidado. Por un lado, si se quiere formar la fase MgB_2 se necesita elevar la temperatura del sustrato[16, 21, 22]. Por otro lado, dado que el Mg es un elemento muy volátil, una temperatura demasiado grande lleva a que poco o nada del Mg se termine depositando, lo que resulta en deficiencia de Mg[21]. Para solucionar este problema se puede incrementar la presión de Mg durante el crecimiento, cosa que se puede hacer incrementando la velocidad de depósito, esto es, la potencia aplicada al blanco. Esto puede resultar en una mala topografía y estructura cristalina. También se puede controlar la energía con la que los iones llegan al sustrato, ajustando la presión de Ar dentro de la cámara. La presión de Ar determina el camino libre medio de los iones que salen del blanco. A mayor presión de Ar, las partículas que salen del blanco sufren más colisiones, y por lo tanto llegan con menos energía al sustrato. En este caso las consecuencias de que los iones lleguen con más o menos energía son análogas a las que se pueden esperar si la temperatura es más elevada o más baja. Al llegar con más energía, las partículas tienen más capacidad de explorar la superficie y encontrar el lugar óptimo en donde depositarse, lo que resulta en una mejor adherencia y estructura cristalina.

Los films producidos fueron caracterizados en los tres aspectos relevantes para este trabajo: en primer lugar se caracterizó su estructura cristalina a partir de difracción de rayos X, en segundo se caracterizó su composición por medio de dos técnicas complementarias, retrodispersión de Rutherford (RBS) y emisión de rayos X característicos (EDX), y por último se caracterizó las propiedades superconductoras de los films a partir de mediciones de magnetización en un magnetómetro SQUID.

4.2. Caracterización de los films de MgB_2

4.2.1. Espesores y velocidad de crecimiento

La medición de los espesores se hizo utilizando el mismo método que en la sección 3.2. En la figura 4.1 se encuentran las curvas que muestran el espesor en función del tiempo de depósito para las dos potencias utilizadas. Se ajustaron rectas, forzando el paso por 0, a los valores experimentales obtenidos para tener una estimación de la velocidad de crecimiento de los films de MgB_2 sobre zafiro. El punto correspondiente a un tiempo de depósito de 20 min. y potencia aplicada de 100 W fue descartado de los ajustes a partir de un análisis de bandas de confianza de 95 % y por lo tanto no

influyó en el cálculo de la velocidad de crecimiento de los films.

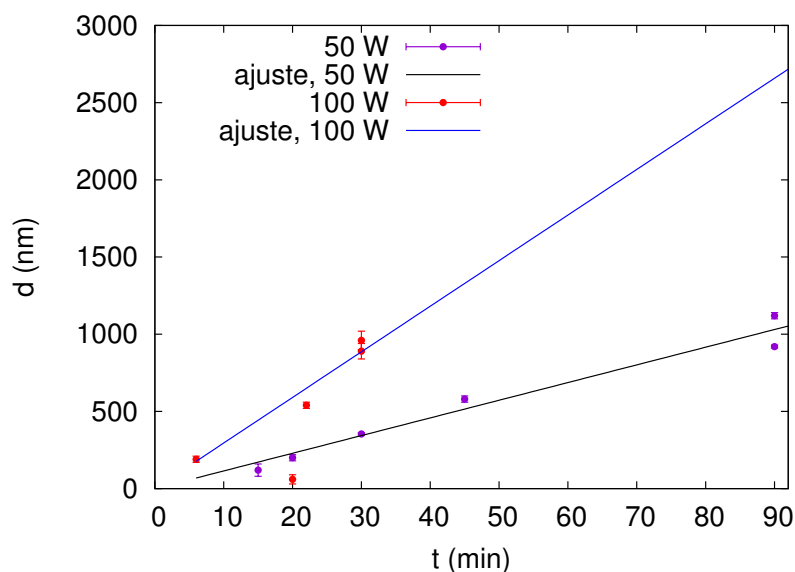


Figura 4.1: Espesor en función del tiempo para los films de MgB₂ crecidos. Se muestran las dos potencias utilizadas, junto con el ajuste correspondiente. Tomando como referencia dichos ajustes se estimó la velocidad de crecimiento de los films de MgB₂ en zafiro como $(12,9 \pm 0,5)$ nm/s para una potencia aplicada de 50 W y (30 ± 3) nm/s para una potencia de 100 W.

A partir de los resultados de los ajustes se estimó que la velocidad de crecimiento de los films de MgB₂ sobre zafiro, si la potencia es de 50 W es $v_{crec, 50W} = (11,4 \pm 0,5)$ nm/min, mientras que si la potencia aplicada es de 100 W, se tiene $v_{crec, 100W} = (29 \pm 2)$ nm/min. Los valores medidos se encuentran resumidos en la tabla 4.2. Como puede verse, la velocidad de crecimiento a 100 W es aproximadamente el doble de la velocidad de crecimiento a 50 W, por lo que se puede concluir que en el régimen de presiones y potencias utilizados, la velocidad de depósito es aproximadamente lineal con la potencia aplicada, tal como se explicó anteriormente.

Potencia/W	Pendiente/(nm/min)	Ord. al origen (nm)
50	$12,9 \pm 0,5$	-30 ± 20
100	29 ± 2	0 ± 50

Tabla 4.2: Resultados de los ajustes realizados a los datos experimentales que se muestran en la Fig. 4.1.

4.2.2. Caracterización de la estructura cristalina por rayos X

La caracterización de muestras por medio del estudio de rayos X difractados es una de las prácticas más importantes a la hora de caracterizar materiales. La técnica consiste en incidir el material a estudiar con un haz de rayos X de longitud bien definida y medir la intensidad del haz reflejado en función del ángulo que forman la muestra y

el haz incidente. Luego de una medición realizada en estas condiciones se obtiene un espectro que tiene picos a ángulos bien definidos que satisfacen la ley de Bragg:

$$2e \sin(\theta) = \lambda \quad (4.4)$$

siendo θ en ángulo formado entre la normal a la muestra y el detector de rayos X, λ la longitud de onda incidente y e es la separación entre la familia de planos cristalinos que cumplen la condición de Bragg. Los estudios de difracción de rayos X son muy útiles para determinar qué fases se encuentran un material y qué tipo de estructura cristalina poseen dichas fases.

En el caso de las muestras que se desean estudiar en este trabajo aparecen dos complicaciones que vale la pena mencionar. La primera es que el bajo número atómico Z de B hace que sea muy difícil de detectar fases de B puro en un espectro de rayos X, ya la intensidad de los picos en un espectro de rayos X también se encuentra limitada por la sección eficaz entre el haz incidente y los átomos presentes en la muestra, que decrece como Z^2 . El segundo factor a tener en cuenta es el siguiente: se puede ver que la integral de un pico de Bragg es proporcional al número de átomos presentes en los planos cristalinos que cumplen la condición 4.4, mientras que el ancho del pico es inversamente proporcional a ese número. Esto implica que si la muestra es infinita los picos de Bragg del espectro de rayos X se aproximan a la función delta de Dirac. Sin embargo, en este trabajo se intenta caracterizar un film, por lo que, a menos que el film crecido sea monocristalino, no se logra satisfacer la condición de muestra infinita, con el resultado de que los picos de Bragg se vuelvan más anchos y de menor altura, si es que llegan a ser observados.

En la Fig. 4.2 se muestran algunos de los espectros de difracción de rayos X para diferentes muestras, que corresponden a un barrido en la temperatura de crecimiento T_{crec} de 225 °C a 275 °C (muestras BMB2S1B2 a BMB2S4B3) a 10 mTorr y 50 W; y una muestra en la que se incrementó la presión de Ar durante el crecimiento (BMB2S6B3), mientras que la potencia fue de 50 W y $T_{\text{crec}} = 225$ °C. El equipo de rayos X utilizado para caracterizar las muestras consiste en un filamento de W que se calienta de modo tal que emita electrones que excitan una fuente de Cu, que es la emisora de rayos X. El Cu emite rayos X en tres frecuencias, que se denominan $K_{\alpha,1}$, $K_{\alpha,2}$ y K_{β} , estando las dos primeras muy próximas entre si, y siendo K_{β} parcialmente filtrada con un filtro de Ni antes de llegar al detector.

Los dos picos de mayor intensidad que se encuentran señalados corresponden al sustrato de zafiro (0001) sobre el que se crecieron las muestras. Los picos más pequeños que se pueden ver antes del correspondiente a la familia de planos (0006), son debidos a la difracción de la radiación K_{β} del Cu y a la L del W. Los picos correspondientes a la línea K_{β} se pueden observar porque el filtro de Cu no es perfecto, mientras que los

picos debidos a la radiación de la capa L del W aparecen porque a lo largo de los años de uso del equipo, algo de W se fue depositando sobre la fuente de Cu. De esta forma, el W que se encuentra depositado es excitado junto al Cu, de modo que también emite radiación X que tiene una energía un poco diferente a la radiación X emitida por el Cu.

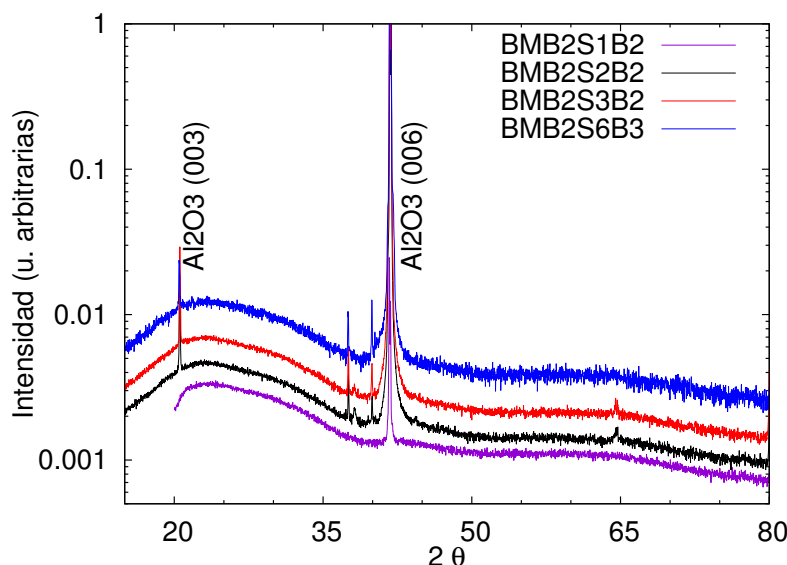


Figura 4.2: Espectro de difracción de rayos X para alguna de las muestras depositadas. Todos los picos observados corresponden a diferentes reflexiones del sustrato de zafiro (0001). Por otro lado puede observarse un pico muy ancho con un máximo alrededor de los 23° . Esto se corresponde con el parámetro de red promedio del Mg policristalino.

Lo explicado en el párrafo anterior implica que todos los picos observados corresponden al sustrato de zafiro y que no se pueden apreciar picos correspondientes al MgB_2 , y tampoco se pueden ver picos correspondientes a Mg o a B puros. A partir de éstos resultados pueden extraerse dos conclusiones: la primera es que se haya formado un film de MgB_2 con mala cristalinidad, o que no se haya formado la fase de MgB_2 . Para verificar cuál de las dos hipótesis era la correcta, se realizaron análisis de la composición de los films y también se estudiaron las propiedades magnéticas y de transporte de los mismos. En las secciones siguientes se muestran los resultados de estos estudios.

4.2.3. Caracterización de la composición por EDX

La espectroscopía por rayos X característicos es una técnica ampliamente utilizada cuando se busca determinar la composición de un compuesto, y aunque no permite determinar la forma en que los elementos de un material se encuentran combinados, sí permite determinar con excelente precisión la proporción en que se encuentran dichos elementos. La técnica consiste en bombardear la muestra cuya composición se desea

determinar con electrones que tienen la energía suficiente como para excitar a los electrones presentes en las primeras capas atómicas de los átomos presentes en la muestra. Posteriormente, los electrones del átomo se desexcitan emitiendo fotones que tienen una energía que es característica del átomo estudiado. A partir de coleccionar de estos fotones característicos se pueden construir histogramas como se muestran en las Figs. 4.3 y 4.4 que muestran la cantidad de fotones de una energía determinada para un rango amplio de energías. El análisis de los picos observados permite estimar los elementos presentes en la muestra, así como la proporción de los mismos. Por razones parecidas a las que fueron comentadas en la sección anterior, el análisis por EDX se ve limitado para elementos livianos, siendo el B y el C los elementos más livianos detectables por esta técnica.

En la Fig. 4.3 se muestran los espectros de intensidad emitida de rayos X característicos para dos de las muestras crecidas y para una pastilla de MgB_2 patrón hecha con polvo obtenido comercialmente. Dado que no se puede determinar directamente la composición de los films a partir de los métodos estándar que existen para el estudio de rayos X característicos, el método que se implementó para estimar la composición de los films fue el siguiente: a partir del espectro obtenido para la muestra patrón, se calcula el cociente de las integrales de los picos correspondientes al B y al Mg (Int_B , Int_{Mg} , respectivamente). El cociente $\text{Int}_B/\text{Int}_{Mg}$ no tiene por qué ser igual a 2. Esto es debido a que no se está haciendo la corrección de intensidades por número atómico, por absorción y por fluorescencia. Además, el hecho de que los rayos X característicos del B se encuentren en el borde de eficiencia del detector de rayos X también puede influir en que el número de cuentas que haya para los picos de B y Mg no sea idénticamente proporcional a la cantidad de esos elementos en la muestra.

Una vez calculado el cociente $(\text{Int}_B/\text{Int}_{Mg})_{\text{bulk}}$, al mismo se le asigna el valor 2, esto es, se define una constante ε tal que:

$$\varepsilon \left(\frac{\text{Int}_B}{\text{Int}_{Mg}} \right)_{\text{bulk}} = 2 \quad (4.5)$$

Hecho esto, se realiza el cociente de la integral de los picos para las muestras cuya composición se desea estimar utilizando la misma constante de proporcionalidad ε :

$$\varepsilon \left(\frac{\text{Int}_B}{\text{Int}_{Mg}} \right)_{\text{film}} = x \quad (4.6)$$

donde x es la composición estimada del film. El cálculo de las áreas se hizo realizando un ajuste con una gaussiana a cada pico y luego integrando la función ajustada, sustrayendo una línea base que era una parábola. En los casos en que el pico de interés se superponía con el de otro elemento (por ejemplo, el B y el C, o el Mg y el Al) la línea de base consistió además en una gaussiana del pico vecino. Los centros de las

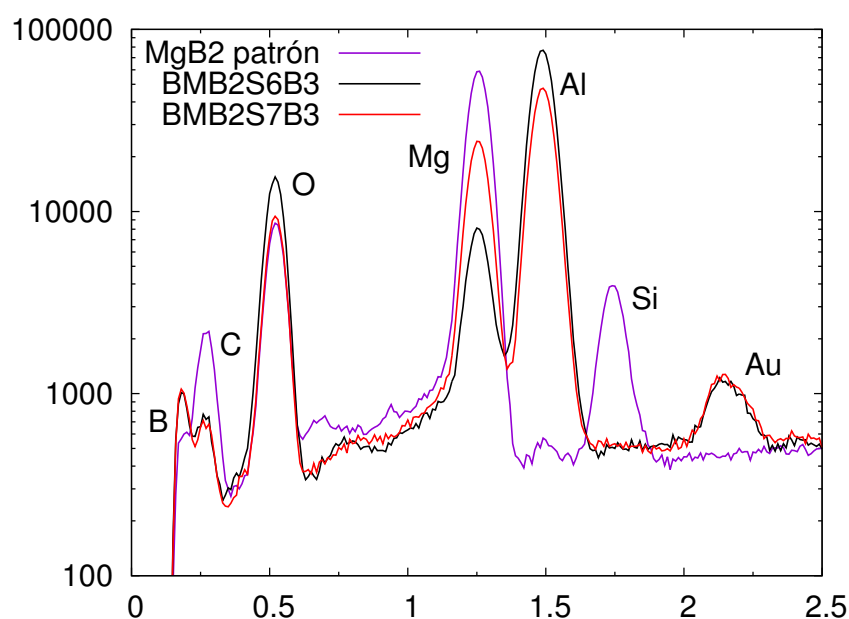


Figura 4.3: Espectro de la intensidad emitida de rayos X característicos para una muestra de MgB₂ patrón y para alguna de las muestras crecidas. A partir de la comparación de las alturas relativas de los picos en el patrón se estimó la composición de los films crecidos.

gaussianas se mantenían fijos y eran tomados a partir de los datos de las líneas de emisión de cada elemento. En la Fig. 4.4 se muestra un ejemplo del resultado de esta operación para uno de los films estudiados.

A partir de los ajustes y cálculos realizados se estimó que la constante de proporcionalidad tiene el valor $\varepsilon = 300 \pm 50$. Con ε así calculado se construyó la tabla 4.3 la que se compara la proporción B/Mg para las diferentes muestras estudiadas, junto con los parámetros de crecimiento relevantes que fueron modificados.

Muestra	Potencia/W	p/mTorr	Proporción B/Mg
Patrón	-	-	2
BMB2S6B3	50	100	27 ± 5
BMB2S7B3	100	100	8 ± 2
BMB2S1B4	100	50	28 ± 10
BMB2S3B3	100	10	14 ± 2

Tabla 4.3: Proporción B/Mg para las muestras estudiadas. Se muestran además los parámetros de crecimiento que cambiaron entre las diferentes muestras. En todos los casos la temperatura de crecimiento era 225 °C y la distancia era 2,75. La única diferencia entre BMB2S6B3 Y BMB2S7B3 es que la primera fue crecida con una potencia aplicada de 50 W mientras que la segunda lo fue con 100 W. Las últimas tres muestras fueron crecidas con una potencia de 100 W, pero con presión de Ar de 100 mTorr, 50 mTorr, 10 mTorr, respectivamente.

Como puede verse en las tablas 4.1 y 4.3, la muestra BMB2S6B3 fue crecida en las mismas condiciones que la muestra BMB2S7B3, excepto que en la segunda la potencia aplicada al blanco era de 100 W en vez de 50 W. A partir de esto se puede suponer que

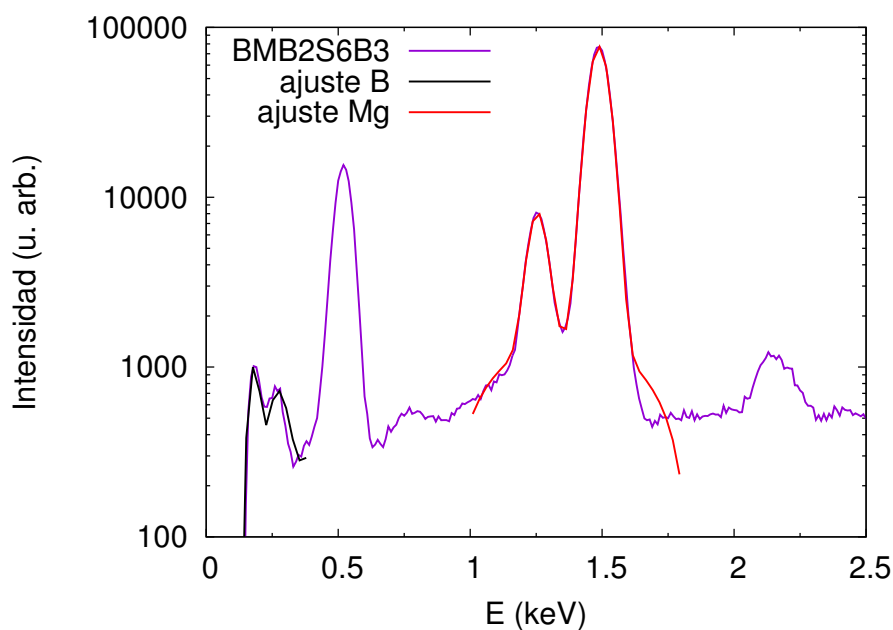


Figura 4.4: Ejemplo del procedimiento empleado para estimar la composición de los films. Se ajustó una gaussiana al pico cuya área se deseaba estimar. Además se sumó una línea de base que consistió en una parábola más una gaussiana asociada al pico vecino. Una vez sustraída la línea de base se calculó la integral de la gaussiana ajustada. A partir de la comparación de los cocientes de las integrales de los picos de B y Mg de los films con el patrón se estimó la composición de las muestras crecidas.

un incremento en la potencia aplicada mejora la proporción B/Mg del film. Esto puede deberse a dos razones: la primera es que incrementar la velocidad de depósito implique de alguna forma un incremento en la presión de Mg en la proximidad del film, lo que produciría que deposite más Mg y por ende que aumente la proporción del mismo en el film. La otra es que al incrementar la velocidad de depósito, es posible que el Mg quede “atrapado” por las demás partículas que están llegando del blanco y no tenga tiempo de evaporarse nuevamente.

También se estudió el efecto que tiene la presión de Ar en la cámara en la composición final. En la tabla 4.3 se muestra la proporción B/Mg de tres muestras crecidas en las mismas condiciones de temperatura y potencia, pero con diferente presión. Como se explicó al principio del capítulo, la presión de Ar en la cámara regula el camino libre medio de las partículas que salen del blanco, es decir, la cantidad de colisiones que sufren estas partículas antes de llegar al sustrato. De esta forma se puede controlar la energía cinética que tienen las mismas al momento de depositarse en el sustrato, lo que influye en la topografía del film, su adherencia con el sustrato y la estructura cristalina que se pueda formar.

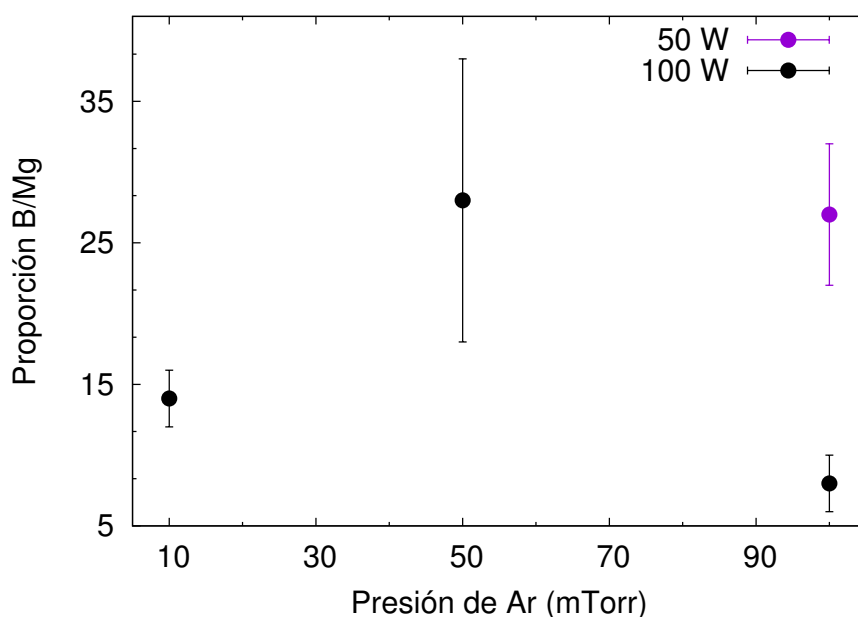


Figura 4.5: Proporción B/Mg para films crecidos con diferente presión de Ar en la cámara de sputtering. También se muestra una medición en la que el parámetro variado fue la potencia aplicada al blanco. Puede verse que mientras que la potencia tiene un claro efecto positivo en la composición del film, el efecto de la presión no es del todo claro.

Al analizar el comportamiento de la proporción B/Mg con la potencia puede apreciarse que la misma disminuye claramente al aumentar la potencia que se aplica al blanco, es decir, al aumentar la velocidad de crecimiento. En el gráfico se muestran barras de error que corresponden a una desviación de 1σ , pero los valores se encuentran separados incluso si se considera una desviación de 2σ , lo que valida la conclusión de que al incrementarse la velocidad de crecimiento, la proporción B/Mg se aproxima a la correcta. A partir de esto se podría plantear la propuesta de incrementar más aún la potencia aplicada al blanco, en busca de lograr la proporción B/Mg deseada. Sin embargo, esto no es posible ya que una potencia mayor podría llevar a romper el blanco. A partir de este inconveniente fue que se planteó estudiar el efecto que tiene la presión de Ar en la proporción B/Mg, resultando que ambas variables están relacionadas en forma no monótona. Esto es lo que podría interpretarse si se considera una desviación de 1σ en la Fig. 4.5, pero si se considera la desviación de 2σ alrededor de los valores observados, la conclusión es que no existe una dependencia clara entre la proporción B/Mg y la presión de Ar en la cámara.

4.2.4. Caracterización de la composición por RBS

El estudio de la composición por RBS consiste en bombardear el film con iones que tienen una energía conocida y estudiar el espectro de energía con que salen las partículas después de la colisión con la muestra. Como proyectil de prueba se suelen

utilizar iones de H o de He, en función de la masa de los átomos presentes en la muestra. Como los iones que están presentes en la muestra son livianos, el espectro de energía producido resulta ser bastante sensible si los elementos presentes en la muestra tienen Z pequeño, ya que en ese caso la transferencia de energía es máxima. En este sentido la técnica RBS puede considerarse la contraparte de la técnica EDX. La composición del material puede estimarse proponiendo un modelo de capas del material y realizando un ajuste en el que los parámetros libres son el espesor y la composición de cada capa.

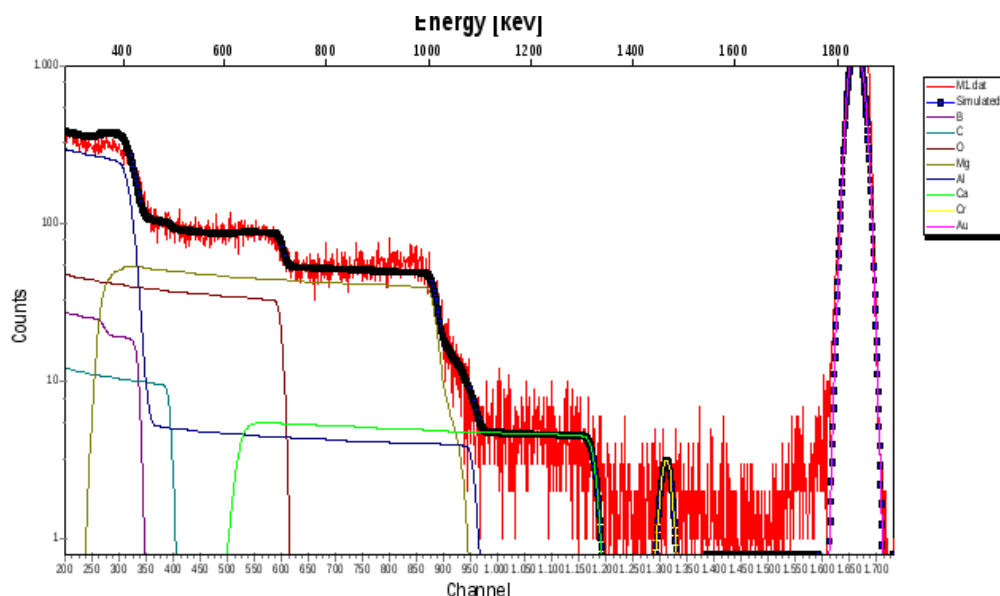


Figura 4.6: Espectro RBS típico observado para las muestras estudiadas. El espectro que se observa corresponde a la muestra BMB2S1B2. La presencia de Au y Cr se puede explicar teniendo en cuenta que sobre la muestra se evaporaron contactos para medir propiedades de transporte, y el Al y O corresponden al sustrato de zafiro.

En la Fig. 4.6 se muestra el espectro RBS típico que se pudo observar en las muestras estudiadas. Como puede verse, la técnica permite observar tanto el Mg y el B presente en la muestra, así como el Al y el O presentes en el sustrato de zafiro (fórmula química Al_2O_3). También se observan impurezas de Mg y Ca y rastros de Au y Cr debidos a contactos que se evaporaron sobre la muestra para medir propiedades de transporte. En la tabla 4.4 se encuentran resumidos los resultados obtenidos del cálculo de la composición B/Mg para las diferentes muestras estudiadas por medio de la técnica RBS.

Si se comparan las tablas 4.1 y 4.4 el primer punto llamativo es que se tiene una misma muestra (la BMB2S3B3) que presenta diferentes composiciones para cada técnica, incluso más allá del error de ambos métodos, lo que no es del todo sorprendente si se tienen en cuenta las diferencias que existen en los métodos utilizados para hacer la estimación. En el caso de la técnica EDX cabe tener en cuenta que se intentó estimar la composición del B, un elemento que se encuentra en el límite de confianza de la

Muestra	Potencia/W	p/mTorr	Proporción B/Mg
BMB2S1B2	50	10	3,65
BMB2S3B3	100	10	4,48
BMB2S4B3	50	50	2,29



Tabla 4.4: Proporción B/Mg para las muestras estudiadas por medio de la técnica RBS. Se muestran además los parámetros de crecimiento que cambiaron entre las diferentes muestras. En todos los casos la temperatura de crecimiento era 225°C y la distancia era 2,75.

técnica, por lo que las conclusiones que se pueden sacar del análisis EDX son más bien cualitativas que cuantitativas. En el caso del estudio por RBS, aunque es una técnica con insensibilidad al B que el EDX, cabe mencionar que, como se observa en la Fig. 4.6, que el espectro que se espera del B ocurre a bajas energías, donde la resolución del detector utilizado para hacer el estudio RBS es más pobre.

Teniendo en cuenta las imprecisiones observadas en los métodos utilizados para determinar la estequiometría y estructura cristalina de los films crecidos, se decidió completar la caracterización de los films crecidos con mediciones de magnetización y transporte. Este tipo de mediciones permitió obtener una descripción completa de las propiedades de los films crecidos y se encuentran detalladas en la sección siguiente.

4.2.5. Caracterización de las propiedades magnéticas y de transporte

Como se explicó al principio del capítulo, la estequiometría de un film y la estructura cristalina formada en el mismo son dos cosas diferentes. Es decir, es posible que se hayan formado granos de MgB_2 desconectados entre si, y que en el resto del material exista un exceso de B, lo que explicaría la estequiometría observada, y aún así daría una señal en el SQUID. También es posible que se haya formado un camino de MgB_2 con un área muy pequeña, lo que daría una señal imperceptible en el SQUID pero sería observable en una medición de transporte. De ahí que mediciones de magnetización en conjunto con mediciones de transporte permiten determinar completamente si se ha podido formar el superconductor MgB_2 en alguno de los films crecidos.

Dentro de los films crecidos por sputtering pudo distinguirse que, al incrementarse la presión de Ar en la cámara durante el crecimiento, los mismos pasaban de ser transparentes o de un color marrón claro. Los primeros eran completamente aislantes mientras que los segundos tenían una resistencia del orden de los $\text{k}\Omega$, el orden de magnitud de resistencia esperable para un film. Sin embargo, ninguno de los mostró algún tipo de señal en el SQUID o en mediciones de transporte, lo que se atribuyó a la falta de Mg en los films. Teniendo en cuenta esto se decidió recocer los films crecidos por sputtering junto con una pastilla de Mg puro (pureza 99,5%), con el fin de compensar el exceso de B en los films. Se decidió intentar con Mg, y no con MgB_2 , para buscar reducir la

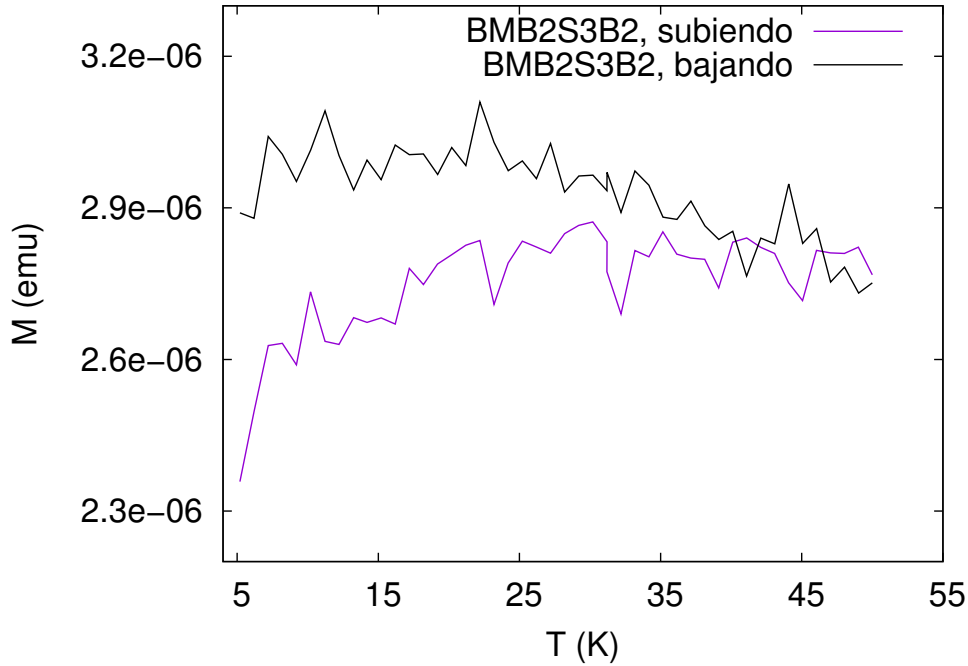


Figura 4.7: M_{vsT} para BMB2S3B2

temperatura de recocido, lo que se podía lograr con Mg ya que el mismo tiene un punto de fusión menor que el MgB_2 , lo que implica que se puede lograr una mayor presión parcial de Mg a una temperatura inferior. Como no existen fases estables de Mg-B con exceso de Mg el único compuesto que se debería formar es el MgB_2 . Teniendo en cuenta esto se realizaron recocidos de alrededor de 20 hs. de los films crecidos con Mg siguiendo el mismo procedimiento que el utilizado en el capítulo 3, bajando la temperatura de recocido a 630°C .

Luego de extraer a las muestras del recocido se notó que las muestras que eran transparentes adquirieron un color negruzco y pasaron de ser completamente aislantes a tener una resistencia de algunos $\text{k}\Omega$. Las muestras que eran marrones se volvieron algo más oscuras pero aparte de eso no mostraron cambios perceptibles en sus propiedades. Se volvió a medir transporte y magnetización en las muestras recocidas, sin embargo, los resultados de las mediciones de magnetización, que se ven la Fig. 4.7, dieron los mismos resultados que con las muestras antes del recocido. Si bien puede observarse cierta irreversibilidad en la magnetización, el valor de la misma se encuentra cerca del límite de resolución del instrumento, y un cambio de magnetización en ese rango de señal se debe muy probablemente a una deriva en el campo aplicado. Como se dijo previamente, este comportamiento se observó sistemáticamente en todos los films crecidos, antes y después del recocido.

También se procedió a caracterizar las propiedades de transporte de los films recocidos, mostrándose en la Fig. 4.8 los resultados obtenidos para la muestra BMB2S1B1,

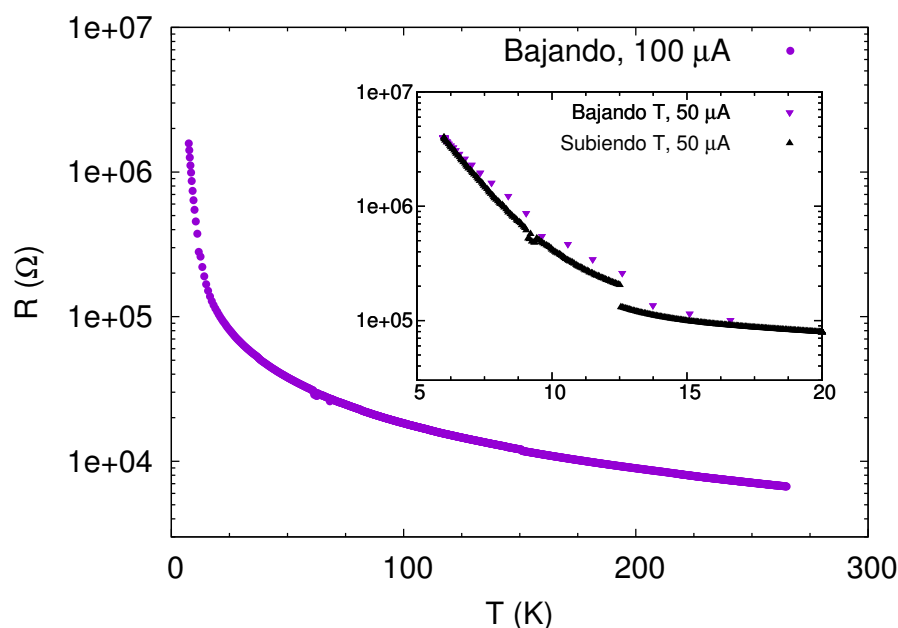



Figura 4.8: Rvst para BMB2S1B1

donde se puede apreciar que el comportamiento de la resistencia del film al disminuir la temperatura se asemeja más al de un semiconductor que al del MgB_2 . El salto observado a $T \approx 12 \text{ K}$ es debido a problemas con los contactos colocados sobre la muestra. La conclusión que puede extraerse tanto de las mediciones de magnetización como de las de transporte es que no se ha podido lograr la fase MgB_2 , ni siquiera luego del proceso de recocido. El motivo por el que el recocido haya fallado se debe probablemente a que debido a que la temperatura a la que ocurre el recocido no era lo suficientemente alta, no haya podido hacer difundir la cantidad suficiente de Mg a través del film como para formar la fase MgB_2 . A partir de esto resulta claro que si se busca fabricar los films por medio de un proceso de recocido resulta necesario utilizar MgB_2 de modo de poder incrementar la temperatura del recocido lo suficiente como para permitir a los átomos de Mg difundir a través del film. Esta solución trae aparejado el problema de que al aumentar la temperatura, el sustrato va a reaccionar con el film, por lo que si desea continuar con el proceso de recocido es preciso buscar un sustrato que reaccione poco o nada con el MgB_2 en el rango de temperaturas en el que ocurre el recocido.

4.3. Análisis del método

La técnica de crecimiento por sputtering tiene la ventaja de ser un método altamente reproducible que permite obtener films con una adherencia muy superior a los que se obtienen por evaporación. Sin embargo, las pruebas realizadas hasta ahora parecen indicar que no se puede obtener un film de MgB_2 a partir de un blanco del mismo

material, debido a que no se logra transferir material del  ánodo al sustrato manteniendo la proporción B/Mg adecuada. Este problema podría solucionarse realizando una técnica mixta que consistiría en crecer films de Mg y B o de B puro para luego hacer un recocido a altas temperaturas con una pastilla bulk de MgB_2 , lo que obligaría a buscar un sustrato que no reaccione con el film durante con el recocido, ya que de otra forma resulta poco probable que los films obtenidos sean útiles para la fabricación de un detector de neutrones. La otra alternativa es depositar en forma independiente y simultánea B y Mg, lo que permitiría controlar mejor la cantidad de material de cada elemento que se deposita en el sustrato. Con esto se debería lograr un film de MgB_2 que tenga las propiedades requeridas para la construcción del detector evitando el paso del recocido.

Conclusiones

A lo largo de este trabajo se estudió la viabilidad de construir un detector de neutrones utilizando el superconductor MgB_2 , a partir de simulaciones que permitieron estimar la señal, sensibilidad, eficiencia y tiempo de respuesta del detector. Se analizó la reacción nuclear $\text{B}(n, \alpha)^6\text{Li}$ que tiene un $Q \approx 2,3 \text{ MeV}$, energía que es transferida casi en su totalidad como energía cinética de los productos de la reacción. A partir de simulaciones con el software SRIM y el programa de simulaciones por elementos finitos COMSOL MULTIPHYSICS se estimó que las partículas depositan su energía cinética en una región de MgB_2 del orden de los micrones, a partir de lo cual se concluyó que es preciso crecer el MgB_2 en forma de film si se quiere tener sensibilidad suficiente para la detección de neutrones. También se concluyó que para poder tener una buena señal ante el evento de captura de un neutrón es preciso diseñar cables que posean un espesor de unos pocos cientos de nanómetros y un ancho de no mucho más de un micrón, lo que implica que una vez logrado el film de MgB_2 será necesario llevar a cabo procesos de micromaquinado sobre el mismo. Se observó que un film con un espesor de 200 nm tiene una eficiencia de detección muy inferior a uno de un espesor mayor, pero que en un film delgado este aspecto negativo se ve compensado sobradamente por el incremento observado en la señal y sensibilidad del detector.

Se realizaron simulaciones de elementos finitos en las que se acopló la física del comportamiento térmico y eléctrico del detector, y se observó que mientras el mismo es operado con corrientes lo suficientemente bajas, la señal y el tiempo de respuesta del detector no se modifican, y que el detector tiene un tiempo de respuesta de algunos nanosegundos cuando el espesor del cable es de 200 nm. Se llevaron a cabo simulaciones intentando regular la temperatura del detector simplemente variando la tensión aplicada al mismo, pero se encontró que esa no es una opción viable 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 por el detector circulen corrientes enormes. Esto implica que la construcción del detector va a requerir un mecanismo adicional para controlar la temperatura del mismo. También se concluyó que por razones de estabilidad en el control de temperatura, es conveniente operar al detector a tensión constante, en vez de hacerlo a corriente constante.

Paralelamente al trabajo de las simulaciones se intentó crecer films de MgB_2 por

medio de dos técnicas diferentes. En la primera se crecieron films de B por evaporación y luego se recoció a los mismos junto con pastillas de MgB_2 bulk en ampollas de cuarzo. Se lograron fabricar films de un espesor de algunos cientos de nanómetros, cuyas curvas de magnetización presentan irreversibilidades 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 deba a que el sustrato reacciona con el film debido a las elevadas temperaturas del recocido.

La segunda técnica de crecimiento de films de MgB_2 explorada fue el crecimiento directo de films por sputtering a partir de un blanco de MgB_2 obtenido comercialmente. Se realizaron estudios de difracción de rayos X en los que no se pudo observar la formación de la fase MgB_2 . También se estudió la composición de los films crecidos por medio de espectroscopía de rayos X característicos (EDX) y retrodispersión de Rutherford (RBS), y ambos estudios mostraron que los films crecidos tienen un exceso de B, lo que probablemente llevó a que no sean superconductores, tal como se confirmó por medio de mediciones de magnetización. Se decidió intentar recocer los films crecidos con pastillas de Mg, en busca de aumentar la proporción de Mg en los films utilizando una temperatura de recocido más baja que la empleada con los films crecidos por evaporación. Luego del recocido se observó una mejora en las propiedades de transporte de las muestras, ya que pasaron de ser aislantes a semiconductoras, pero no se pudo observar la formación de fases superconductoras, ni en mediciones de magnetización, ni en mediciones de transporte. Esto último se debió 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.

En lo respectivo a la fabricación de films superconductores se concluyó que para conseguir formar películas delgadas de MgB_2 es preciso realizar recocidos a temperaturas del orden de los 700°C junto con MgB_2 bulk, si es que se quiere fabricar los films utilizando este método, el cual requiera además la utilización de un sustrato que no reaccione con el film como consecuencia de las altas temperaturas del recocido. Por otro lado, si se quiere evitar el paso de recocido y crecer los films de MgB_2 en un solo paso, preciso emplear un método de codepósito de Mg y B, en el que se pueda regular independientemente cuanto de cada material se deposita en el sustrato.

Bibliografía

- [1] Squires, G. L. Introduction to the theory of thermal neutron scattering. Cambridge University Press, Cambridge ; New York :, 1978. 1
- [2] NIST. Neutron scattering lengths and cross sections. `\url{http://webster.ncnr.nist.gov/resources/n-lengths/}`, 2003. 1, 8, 28
- [3] Knoll, G. F. Radiation detection and measurement / Glenn F. Knoll. 2^a ed^{ón}. Wiley, New York :, 1989. URL <http://www.loc.gov/catdir/toc/onix05/88026142.html>. vii, 2, 3, 4, 27
- [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>. 4
- [5] Irwin, K. D., Hilton, G. C. Transition-Edge Sensors. En: Topics of Applied Physics, tomo 99, cap. 3, págs. 63–152. American Institute of physics, 2005. 5, 6, 7
- [6] McCammon, D. Thermal Equilibrium Calorimeters – An Introduction. En: Topics of Applied Physics, tomo 36, cap. 1, págs. 1–36. American Physical Society, 2005. 5
- [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>. 7
- [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>. 5, 7

- [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>. 5
- [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>. 5
- [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>. 6, 7
- [12] C. Buzea and T. Yamashita. Review of the superconducting properties of MgB₂. *Superconductor Science and Technology*, **14**, 115–146, 2001. 7, 8
- [13] Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., Akimitsu, J. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, **410** (6824), 63–64, mar. 2001. URL <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12906690>. viii, 7, 8, 15, 19
- [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. 8
- [15] Vinod K. Studies on development of MgB₂ superconductor with improved in-field critical current density. Tesis Doctoral, Cochin University of Science and Technology, 2010. 8, 9
- [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>. 8, 9, 37, 42
- [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. 8
- [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. 8, 15, 17
- [19] Ishida, T., Nishikawa, M., Miki, S., Shimakage, H., Wang, Z., Satoh, K., *et al.* Superconducting radiation detector by using a microfabricated MgB₂ meander

- line. *Physica C: Superconductivity*, **460-462**, 618–619, sep. 2007. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921453407006879>. 8
- [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. 8
- [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>. 8, 42
- [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. 8, 9, 37, 42
- [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>. 8
- [25] Moffatt, W. G. The handbook of binary phase diagrams. N^o 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_m0AC. 9
- [26] Barrabas, F. Síntesis y caracterización de películas de MgB₂. *Instituto Balseiro*, 2011. 9, 32, 36
- [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>. 9

- [28] Liu, C. Effect of heat-treatment temperatures on density and porosity in MgB₂ superconductor. *Physica C: Superconductivity*, **386**, 603–606, abr. 2003. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921453402021706>. 14, 15, 28
- [29] Putti, M., Affronte, M., Manfrinetti, P., Palenzona, A. Effects of Al doping on the normal and superconducting properties of MgB₂: A specific heat study. *Physical Review B*, **68** (9), 1–6, sep. 2003. URL <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.68.094514>. 15
- [30] Bauer, E., Paul, C., Berger, S., Majumdar, S., Michor, H., Giovannini, M., *et al.* Thermal conductivity of superconducting MgB₂. *Journal of Physics: Condensed matter*, **13**, L487–493, 2001. 15, 18
- [31] Flubacher, P., Leadbetter, A. J., Morrison, J. A. The heat capacity of pure silicon and germanium and properties of their vibrational frequency spectra. *Philosophical Magazine*, **4** (39), 273–294, 1959. URL <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786435908233340>. 15
- [32] Glassbrenner, C. J., Slack, G. A. Thermal Conductivity of Silicon and Germanium from 3 K to the Melting Point. *Physical Review*, **134** (4A), A1058–A1069, 1964. 15, 18
- [33] Ekin, J. Experimental Techniques: Cryostat Design, Material Properties and Superconductor Critical-Current Testing. Oxford University Press, USA, 2006. URL <http://books.google.com.ar/books?id=Q9tmZQTDPiYC>. 15, 18, 32, 41
- [34] Incropera, F. P. Fundamentals of heat and mass transfer. N^o v. 1 en Fundamentals of Heat and Mass Transfer. John Wiley, 2007. URL http://books.google.com.ar/books?id=_P9QAAAAMAAJ. 16, 41
- [35] Sears, F. W., Zemansky, M. W. University physics. N^o v. 2 en Addison-Wesley series in physics. Addison-Wesley Pub. Co., 1964. URL <http://books.google.es/books?id=zu4yAAAAMAAJ>. 19
- [36] Machida, M., Koyama, T., Kato, M., Ishida, T. Direct numerical experiments for neutron detection using superconductor MgB₂. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **529** (1-3), 409–412, ago. 2004. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168900204009386>. 22
- [37] Ishida, T., Nishikawa, M., Fujita, Y., Okayasu, S., Katagiri, M., Satoh, K., *et al.* Superconducting MgB₂ Thin Film Detector for Neutrons. *Jour-*

- nal of Low Temperature Physics*, **151** (3-4), 1074–1079, jan 2008. URL <http://www.springerlink.com/index/10.1007/s10909-008-9790-x>. 27
- [38] He, T., Cava, R. J., Rowell, J. M. Reactivity of MgB₂ with common substrate and electronic materials. *Applied Physics Letters*, **80** (2), 291–293, 2002. URL <http://link.aip.org/link/APPLAB/v80/i2/p291/s1&Agg=doi>. 37, 38
- [39] Schuller, I. K. Tabla de calores específicos. <http://10.73.20.101/intranet/index.php/Tablas>. 41
- [40] Schuller, I. K. Tabla de conductividades térmicas. <http://10.73.20.101/intranet/index.php/Tablas>. 41

Agradecimientos

A todos los que se lo merecen, por merecerlo

