

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
Facultad de Ciencias Físico Matemáticas



**Estudio del Teorema de Reciprocidad en mediciones
eléctricas del compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ a bajas
temperaturas utilizando el Método de Cuatro Puntas.**

Tesis

que para obtener el título de

Licenciado en Física

presenta

Joaquín Augusto Munive Parra

Asesor: Dr. Valentín García Vázquez (IFUAP-BUAP).



Puebla de Zaragoza, Puebla, México.

4 de Diciembre del 2019

Título: Estudio del Teorema de Reciprocidad en mediciones eléctricas del compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ a bajas temperaturas utilizando el Método de Cuatro Puntas

Estudiante: Joaquín Augusto Munive Parra

Comité

M.C. Pedro Tolentino Eslava
Presidente

Dr. Juan Castillo Mixcóatl
Secretario

Dr. Abraham Nehemías Meza Rocha
Vocal

Dr. Benito Flores Desirena
Suplente

Dr. Valentín García Vázquez
Asesor

“Con fundamento en los artículos 21 y 27 de la Ley Federal del Derecho de Autor y como titular de los derechos moral y patrimonial de la obra titulada “Estudio del Teorema de Reciprocidad en mediciones eléctricas del compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ a bajas temperaturas utilizando la Método de Cuatro Puntas”, otorgo de manera gratuita y permanente a la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y a la Biblioteca del Área Nicolás Copérnico., la autorización para que fijen la obra en cualquier medio, incluido el electrónico, y la divulguen entre sus usuarios, profesores, estudiantes o terceras personas, sin que pueda percibir por tal divulgación una contraprestación”.

AUTOR

Fecha

Firma

DEDICATORIA

Este Trabajo de Tesis se lo dedico a mi familia, mi padre el Ing. Agrónomo Zootecnista Joaquín Munive Cabrera, la Ing. Química en procesos Lucina Parra Oviedo y a mi querida hermana la Ing. Industrial Brenda Angélica Munive Parra. También a mis tíos y primos (el Lic. en Contaduría Arturo, la Lic. en Odontología Patricia, la Lic. en Contaduría Laura, Max, el Ing. Industrial Enrique, la Ing. Agrónomo Erika, Lorna y Laia). A mis abuelos Jovita*, Fila y Augusto. A mi mejor amigo y hermano Alejandro Guzmán Gómez. Al Dr. Gustavo Rodríguez Zurita. A mis grandes amigos y compañeros de la UAEH (el Maestro en Ciencias (Física) Daniel, Miguel Ángel, el Maestro en Ciencias (Física) Alejandro, Andrea, Dalila y Cristina).

Agradecimientos

Agradezco a mis padres Lucina y Joaquín y a mi hermana Brenda por aguantarme durante estos años mis frustraciones, alegrías y desvelos causados por esta carrera, también por todo su apoyo incondicional para que yo siguiera adelante con mi sueño de ser Físico.

Agradezco a mis tíos Arturo y Laura y a mis primos Max, Lorna y Laia por siempre estar conmigo en las buenas y en las malas, por su apoyo durante estos años de preparación y por su preocupación por mis estudios.

Agradezco a mi tía Martha Patricia a mis primos Enrique y Erika por siempre estar conmigo en las buenas y en las malas, por su apoyo durante estos años de preparación, por su preocupación por mis estudios y estoy muy agradecido por su confianza de ser mis impulsores en el proceso laboral, además gracias por estar conmigo a pesar que tengamos diferencias a veces, siempre nos apoyamos y estamos juntos.

Agradezco a mis abuelos Fila y Augusto por estar siempre interesados en mi preparación como científico y por su apoyo a lo que hacía siempre a pesar de los estragos que surgían.

Siempre es importante tener a grandes amigos en tu vida, por esa razón le agradezco por su gran apoyo en los momentos difíciles, principalmente a mi mejor amigo y hermano Alejandro Guzmán Gómez el cual se convirtió en un gran apoyo en esta última etapa de mi formación como Físico, así como en la parte personal ha sido un gran consejero, aliado, confidente y cuando lo he necesitado también me ha jalado las orejas, pero lo más importante gracias por tu gran amistad ya que hemos superado varios obstáculos y siempre sale airoso nuestra gran amistad, nunca dejaras de ser mi mejor amigo y siempre contaras conmigo, como yo contigo.

Agradezco a mis amigos de la UAEH (Daniel, Miguel, Alejandro, Andrea, Dalila y Cristina) que siempre puedo contar con ustedes a pesar de la distancia,

Agradezco a mis grandes amigos de la infancia (Nancy, Andrea Cándido, Jorge, Mauro, Claudia, Iván, Felicidad, Lupe y Erasto) que a pesar de la distancia siempre han estado conmigo en las buenas y en las malas y por ultimo también le agradezco a mis amigos Libertad, Edoardo, Karina, Ivan, Polito y Casco por el gran apoyo para realizar este gran trabajo, por su amistad y por estar siempre conmigo en las buenas y las malas.

Agradezco a mi asesor el Dr. Valentín García Vázquez. Por su confianza, dedicación y apoyo para realizar este trabajo de tesis. Por tomarme en cuenta en su equipo de trabajo para realizar más proyectos de investigación y por sus consejos, ánimos, por los momentos de amistad en grupo y los momentos de las pláticas de borrachos sin alcohol.

Agradezco al Dr. Gustavo Rodríguez Zurita por su gran apoyo en mi preparación científica tanto como profesor y como colega, también fue mi impulsor para estudiar esta carrera, pero más que nada ha sido un gran apoyo personal a pesar de las diferencias que se tengan, gracias por todo y estoy muy agradecido con usted.

Agradezco a todos mis familiares que a su manera siempre se han preocupado y me han apoyado en este gran proyecto de vida.

Agradezco profundamente a mis sinodales, el M.C. Pedro Tolentino Eslava, Dr. Juan Castillo Mixcóatl, Dr. Abraham Nehemías Meza Rocha y Dr. Benito Flores Desirena, por su revisión exhaustiva de esta tesis, por sus aportes y conocimientos durante la defensa de este trabajo. Estoy gratamente agradecido.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca parcial otorgada durante la realización del trabajo de tesis. Proyecto: FOINS CONACYT Fronteras de la ciencia 2016-1-2488, con nombre “Gradientes de deformación para controlar dominios en materiales ferromagnéticos y ferroeléctricos”. Responsable Técnico: Dr. Francisco Javier Flores Ruiz.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo otorgado con las mediciones SEM durante la realización del trabajo de tesis. Proyecto INFR-2011-1-163153, con nombre “Renovación del microscopio electrónico de barrido del IF-BUAP”. Responsable Técnico, Dr. Nicolás Rutilo Silva Gonzalez.

Agradezco a la Vicerrector a de Investigación y Estudios de posgrado (VIEP) por el complemento de beca para finalizar el trabajo de tesis. Proyecto: 100312733-VIEP “Efectos cuánticos en la respuesta óptica de nanocapas de metal no local”. Responsable Técnico: Dr. Makarov Nykolay.

Agradezco al Dr. Nicolás Rutilo Silva Gonzalez y al M.C. Jorge Alberto Polito Lucas por haberme prestado la muestra de YBCO, ya que sin esa muestra no se hubiera podido realizar esta tesis. Estoy muy agradecido con ellos.

Agradezco al Dr. Francisco Javier Flórez Ruiz por la asesoría metodológica en el uso del microscopio de fuerza atómica (AFM). En particular, por la enseñanza de la técnica de conductividad AFM. Le agradezco también por los valiosos comentarios para mejorar mi trabajo de tesis.

Agradezco a todos mis profesores por su apoyo, sus consejos, sus llamadas de atención y sus enseñanzas las cuales nos hacen mejores profesionistas y personas.

Resumen

Se investigó la simetría en el circuito de la Técnica de Cuatro Puntas. Esta técnica consiste en suministrar a la muestra de prueba una corriente y medir por separado la caída de voltaje. La simetría se estudió intercambiando la fuente de corriente y medidor de voltaje. Este tipo de simetría es conocido en circuitos eléctricos como Teorema de Reciprocidad. Se estudiaron todas las posibles combinaciones que pueden hacerse en las cuatro puntas para intercambiar la fuente de corriente y el medidor de voltaje. Se utilizó el compuesto superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ como muestra de prueba y se realizaron las mediciones eléctricas en función de la temperatura con la finalidad de romper la simetría al hacer el cambio gradual del estado normal al estado superconductor.

Índice general

1. Introducción	1
1.1. Teorema de Reciprocidad	1
1.1.1. Motivación de la importancia de estudiar el Teorema de Reciprocidad	3
1.2. Antecedentes	5
1.3. Objetivos	9
1.3.1. Objetivo General:	9
1.3.2. Objetivos Particulares:	9
1.4. Estructura del Trabajo de Tesis	10
2. Mediciones Eléctricas de Materiales	12
2.1. Técnica de Dos Puntas	12
2.2. Técnica de Cuatro Puntas	14
2.3. Teorema de Reciprocidad	17
2.4. Conclusión del Capítulo	18
3. Metodología y el Arreglo Experimental	19
3.1. Metodología	19
3.2. Equipos de mediciones eléctricas de Bajo Nivel	21
3.3. Sistema de Enfriamiento	24
3.4. Sistema de vacío	25
3.5. Caracterización del sistema a temperatura ambiente y a bajas temperaturas	27
3.6. Contactos Óhmicos.	29
4. Resultados a Temperatura Ambiente	32
4.1. Comparación de los voltajes de dos configuraciones reciprocas con una corriente fija	32
4.2. Comparación de los voltajes en configuraciones reciprocas usando varias corrientes	34

5. Método de Conmutación	37
5.1. Método de Conmutación	37
5.2. La Fem Térmica como una señal externa o Corrimiento de Voltaje	39
5.3. Resultados Experimentales con mediciones a temperatura constante con el Método de Conmutación	41
5.3.1. Configuraciones en la Técnica de Cuatro Puntas	42
5.3.2. Comparación de los voltajes de dos pares de configuraciones recíprocas con una corriente fija	44
5.3.3. Comparación de los voltajes de dos pares de configuraciones recíprocas variando corrientes	45
5.3.4. Comparación de los voltajes para los 12 pares de configuraciones recíprocas con una corriente fija	48
5.3.5. Comparación de voltajes para los 12 pares de configuraciones recíprocas variando corrientes	49
6. Resultados a Bajas Temperaturas	53
6.1. Introducción	53
6.2. Diferencia entre perfil ascendente y descendente de temperatura	54
6.3. Interpolación de los datos experimentales	54
6.4. Comparación de los voltajes de los circuitos recíprocos	55
7. Discusión	62
8. Conclusiones	66
A. Técnicas de Microscopia Electrónica aplicadas a nuestra muestra	68
A.1. Microscopio Electrónico de Barrido	68
A.2. Microscopia de Fuerza Atómica	73
A.3. Conclusiones	79
Bibliografía	80

Capítulo 1

Introducción

En este capítulo se explican, la motivación y la importancia del estudio del Teorema de Reciprocidad en mediciones eléctricas en función de la temperatura. Se presentan también los objetivos y la estructura de la tesis.

1.1 Teorema de Reciprocidad

En esta tesis se estudió el Teorema de Reciprocidad. Dos enunciados de este teorema permitirán abordar la importancia que tiene en el análisis de circuitos eléctricos:

Primer enunciado - Circuito de Corriente Directa: Si la excitación en la entrada de un circuito (A, B) produce una caída de voltaje V a la salida (C, D) como se muestra en el panel (a) de la **Figura 1.1**, la misma excitación aplicada en la salida (C, D) producirá la misma caída de voltaje V a la entrada (A, B) del mismo circuito, ver panel (b). Es decir, el resultado es el mismo si se intercambia la excitación y la lectura de la respuesta en un circuito [1].

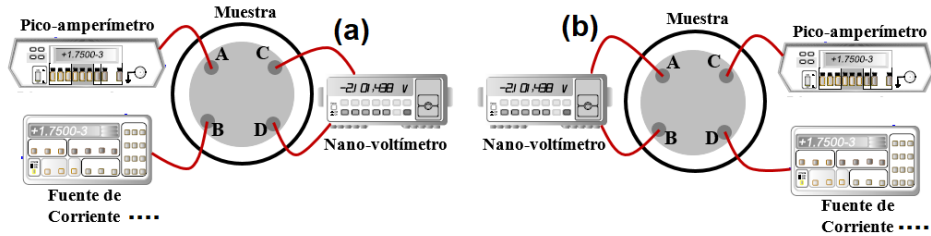


Figura 1.1. Se puede ver la representación gráfica del Teorema de Reciprocidad. En este caso tenemos a la izquierda la muestra conectada a una fuente de corriente continua y un pico-amperímetro entre las puntas A y B, y un Voltímetro en las puntas C y D. Del lado derecho, se observa el mismo arreglo con el intercambio de lugar entre el Voltímetro, la fuente de corriente continua y el pico-amperímetro [2].

Segundo enunciado - Circuito de Corriente Alterna: El Voltaje que circula por una rama de un circuito lineal y pasivo (A, B), cuando se intercala una fuente de tensión (C, D) en otra rama, es la misma que circular a por esta última (C, D) si la fuente de tensión se intercalase en la primera (A, B) [1]. La **Figura 1.2** es una representación gráfica de este enunciado.

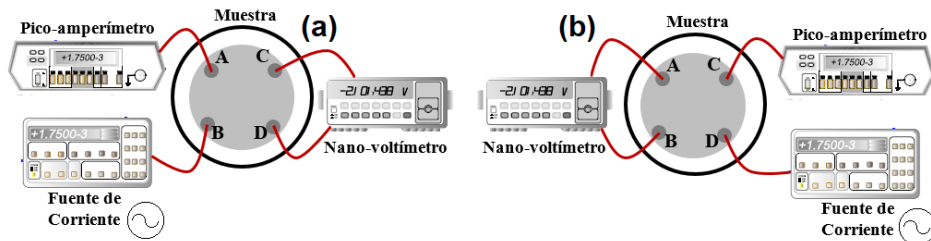


Figura 1.2. Se puede ver la representación gráfica del Teorema de Reciprocidad. En este caso tenemos a la izquierda la muestra conectada a una fuente de corriente alterna y un pico-amperímetro entre las puntas A y B, y un Voltímetro en las puntas C y D. Del lado derecho, se observa el mismo arreglo con el intercambio de lugar entre el Voltímetro, la fuente de corriente alterna y el pico-amperímetro [2].

1.1.1 Motivación de la importancia de estudiar el Teorema de Reciprocidad

El Teorema de Reciprocidad adquiere una importancia relevante para poder considerar circuitos eléctricos de dos puertos. Cuatro terminales con una disposición de dos pares como puertos están disponibles cuando el Teorema de Reciprocidad es válido. Sin embargo, no todos los circuitos eléctricos cumplen con este teorema, lo que puede conducir a resultados erróneos serios cuando se diseñan redes circuitales. Redes con elementos bilaterales lineales (R , L y C) usualmente cumplen con la reciprocidad. Por otro lado, elementos no bilaterales como un diodo rectificador o elementos no lineales como algunos resistores conducen a un circuito con corrientes no recíprocas que destruyen la reciprocidad.

Las redes circuitales que incluyen elementos de dos puertos tiene una amplia variedad de aplicaciones en eléctrica y electrónica. Los elementos que cumplen con el Teorema de Reciprocidad se incorporan a circuitos que operan usualmente a temperatura ambiente.

No obstante, las necesidades actuales en términos de desarrollos científicos y comprobación de teorías de nueva física hacen necesario diseñar circuitos con elementos que pueden operar en un rango amplio de temperaturas [2,3] En particular, se busca que los elementos operen a temperaturas criogénicas con pérdidas de energía a lo más baja posible. La ausencia de pérdidas de energía conduce de manera natural al desarrollo de materiales superconductores de alta temperatura crítica ($T_c \sim 90\text{K}$) [4-5]. Estos materiales, cuando forman parte de un circuito eléctrico están sujetos a las mismas reglas de diseño de circuitos, sin embargo, su funcionamiento puede ser no lineal o no bilateral como sucede a temperatura ambiente [6]. Es necesario entonces tener certitud sobre el comportamiento de los materiales superconductores de alta T_c [7]. El material que se estudió en este trabajo de tesis es el cerámico **YBaCuO** con T_c de **90 K** [8]. La fabricación de este cerámico es relativamente fácil con los laboratorios y conocimientos adecuados. En particular, **deseamos conocer si el YBaCuO cumple con la reciprocidad cuando opera en cuatro estados: temperatura ambiente; estado normal; transición superconductor y; estado superconductor** [9].

Para abordar tal reto, se utilizó la técnica de cuatro puntas, la cual permite eliminar la contribución de los cables de prueba. También se incorporó en la técnica el método de conmutación, que permite discernir entre la caída de voltaje propia de la muestra y la fem térmica producida por la inevitable unión de dos metales sometidos a gradientes de temperatura.

1.2 Antecedentes

Existen reportes que se han dedicado al problema de la validez del Teorema de Reciprocidad en superconductores de alta temperatura como el **BiSrCaCuO** y el **YBaCuO**. En esos trabajos se ha abordado la violación del Teorema Reciprocidad con ausencia de campos magnéticos externos (campo magnético cero). Los resultados de esos estudios muestran que la forma básica del Teorema de Reciprocidad (sin considerar ninguna anisotropía adicional) no es válida cerca de la temperatura crítica. La no validación del Teorema de Reciprocidad en la vecindad de la temperatura crítica se relaciona con la existencia de señales externas [10].

El compuesto cerámico $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (**YBaCuO**) tiene propiedades de superconductor a temperaturas relativamente altas (**$\sim 90\text{K}$**). Es de gran importancia en aplicaciones magnéticas y eléctricas tales como cintas superconductoras o de filtros de microondas. Tras su descubrimiento por C.W. Chu en 1987 empezó la era de los superconductores a alta temperatura ya que era el primer material en demostrar estas características con una temperatura de transición por encima del nitrógeno líquido (**$\sim 77\text{K}$**). El nitrógeno líquido es mucho más económico que el helio líquido; necesario en la refrigeración de los materiales conocidos hasta aquel momento.

La **Figura 1.3** muestra una gráfica reportada por Wu, et al., de resistencias contra temperatura para el **YBaCuO**. Se observa claramente la transición desde el estado normal ($> 95\text{K}$) hacia el estado superconductor ($< 80\text{K}$) [11].

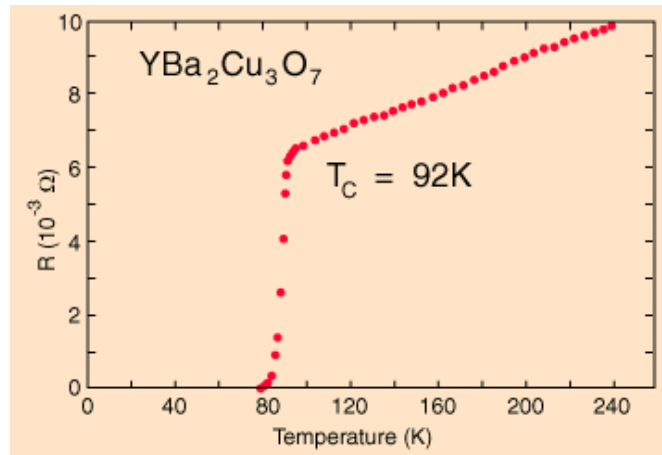
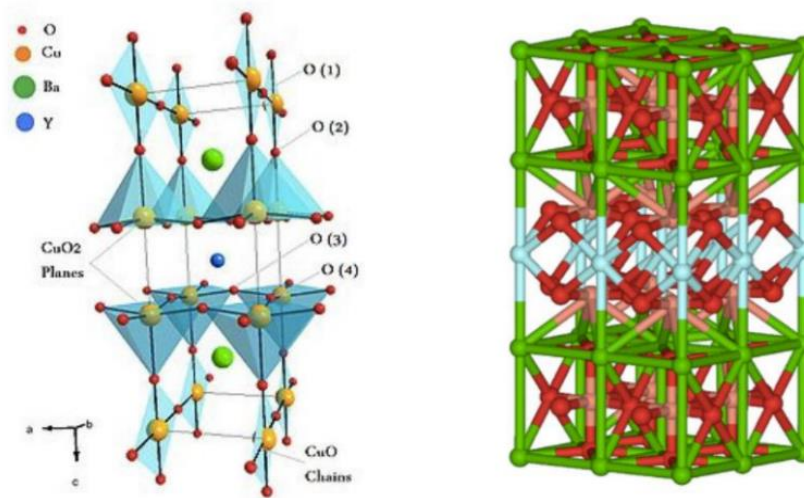


Figura 1.3. Comportamiento del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ M. K. Wu, et al., Phys. Rev. 58, 908 (1987) [11]

El **YBaCuO** tiene una estructura cristalina tipo perovskita (**Figura 1.4**). Téngase en cuenta que la perovskita es un óxido de titanio y calcio, por lo que su composición es muy distinta de la del YBaCuO. La perovskita y el YBaCuO comparten la misma posición relativa en la que están colocados los átomos de que están compuestos [11].



Estructura del YBCO

Figura 1.4. Estructura cristalina del óxido de itrio, bario y cobre, más conocido como YBaCuO [11].

Superconductores como el **YBaCuO** obedecen el efecto Meissner. Es decir, el flujo magnético a través del material superconductor desaparece totalmente cuando el material está por debajo de su temperatura crítica [12]. La **Figura 1.5** es una fotografía de un disco negro de **YBaCuO** que está apoyado sobre una base de bronce. La base de bronce facilitar el enfriamiento y mantenimiento de la temperatura del nitrógeno líquido. El pequeño imán de tierras raras levita cuando se vierte nitrógeno líquido alrededor de la pastilla de **YBCO** [13].

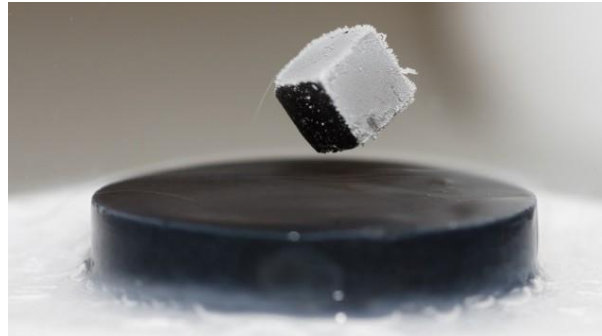


Figura 1.5: Muestra de YBaCuO [11].

La **Tabla 1.1** muestra algunos otros compuestos superconductores de alta temperatura.

Compuesto	Formula	T _C K
Oxido de Lantano-Bario-Cobre	$La_2-xBa_xCuO_4$	30
Oxido de Lantano-Bario-Cobre	$La_2-xSr_xCuO_4$	38
Oxido de Lantano-Bario-Cobre	$La_2-xSr_xCaCuO_4$	60
YBACO	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	92
Oxido de Bismuto-Estroncio-Cobre	$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	110
Oxido de Talio-Bario-Cobre	$Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$	125

Tabla 1.1. Compuestos superconductores de alta temperatura [14].

1.3 Objetivos

En este trabajo de tesis se muestra la investigación experimental de las mediciones eléctricas de un compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ y a partir de estas mediciones poder demostrar el Teorema de Reciprocidad. Para lograr este trabajo nos propusimos el siguiente objetivo general y objetivos particulares.

1.3.1 Objetivo General:

Estudiar el comportamiento del Teorema de Reciprocidad en mediciones eléctricas altamente precisas obtenidas en una muestra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

1.3.2 Objetivos Particulares:

1. Obtener mediciones eléctricas usando un nano-voltímetro y un pico-amperímetro de la muestra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.
2. Hacer análisis de barras de error en las mediciones.
3. Encontrar la relación entre los voltajes de la muestra con una configuración opuesta con corriente de **0.7 mA** a temperatura ambiente.

4. Encontrar la relación entre los voltajes de la muestra con una configuración opuesta con diferentes corrientes a temperatura ambiente.
5. Encontrar la relación entre los voltajes de la muestra en configuraciones opuestas con corriente de **0.7 mA** a temperatura ambiente con el Método de Conmutación.
6. Encontrar las relaciones entre los voltajes de la muestra en configuraciones opuestas con diferentes corrientes a temperatura ambiente con el Método de Conmutación.
7. Estudiar si se cumple o no el Teorema de Reciprocidad, en la Región Normal, Región de Transición Superconductora y la Región Superconductora a bajas temperaturas.

1.4 Estructura del Trabajo de Tesis

Este trabajo de tesis queda organizado de la siguiente manera:

El **Capítulo 1** es la introducción y los objetivos del trabajo de tesis que se presenta.

El **Capítulo 2** menciona el marco teórico o la base del trabajo de tesis a presentar.

El **Capítulo 3** es donde se menciona la metodología del trabajo de tesis y el arreglo experimental.

El **Capítulo 4** Muestra los resultados obtenidos de las mediciones a temperatura ambiente.

El **Capítulo 5** menciona el Método de Conmutación y los resultados obtenidos incorporando este método.

El **Capítulo 6** muestra los resultados obtenidos a bajas temperaturas e incorporando el Método de Conmutación.

El **Capítulo 7** son las discusiones de los resultados.

El **Capítulo 8** son las conclusiones del trabajo.

En el apéndice se reseñan las mediciones en SEM y AFM.

Capítulo 2

Mediciones Eléctricas de Materiales

En este capítulo se describen dos de las técnicas utilizadas en mediciones eléctricas. Estas son las llamadas Dos Puntas y Cuatro Puntas. Se describe también el Teorema de Reciprocidad en las mediciones eléctricas.

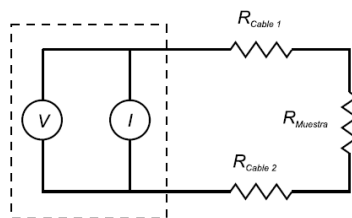
2.1 Técnica de Dos Puntas

Comúnmente, para realizar mediciones eléctricas que proporcionen información acerca de la atenuación, frenado u oposición al flujo de circulación de los portadores de carga en un circuito eléctrico cerrado se utiliza un medidor de resistencia convencional o multímetro, La **Figura 2.1** muestra uno de estos aparatos. Las dos puntas del multímetro funcionan como electrodos que excitan y toman una lectura de la resistencia de la muestra o material. El resultado de la resistencia eléctrica se despliega en la pantalla del medidor.



Figura 2.1. Multímetro convencional. Ejemplo de la Técnica de Dos Puntas [14].

Con el multímetro, en configuración de medición de resistencia eléctrica, se hace pasar una corriente continua I a través de la muestra de prueba. Con las mismas puntas, el aparato mide automáticamente, la diferencia de potencial V producido por la muestra. El aparato indica la resistencia eléctrica del circuito usando la Ley de Ohm: $R=V/I$. La resistencia es directamente proporcional a la diferencia de potencial e inversamente a la intensidad de corriente. La **Figura 2.2** muestra el circuito equivalente para medir de resistencia eléctrica con un multímetro.



$$V = I (R_{\text{Cable } 1} + R_{\text{Muestra}} + R_{\text{Cable } 2})$$

Figura 2.2. Circuito equivalente de la resistencia eléctrica con la Técnica de Dos Puntas. El aparato manda una corriente I por las puntas y mide una diferencia de potencial V por las mismas puntas. La resistencia a Dos Puntas la ofrece el aparato mediante el cálculo $R=V/I$. El esquema muestra la contribución de los cables como la resistencia $R_{\text{Cable}1}$ y $R_{\text{Cable}2}$, y la contribución de la muestra, como la resistencia R_{Muestra} [14].

La Técnica de Dos Puntas resulta útil para medir resistencia eléctrica de unos **Ohms** hasta **$M\Omega$** . En esos rangos de resistencia se pueden despreciar los efectos de los cables.

La situación es distinta cuando realizamos mediciones eléctricas de resistencia en materiales que tienen valores del orden de los **$m\Omega$** . En esa situación se debe tomar en cuenta la resistencia eléctrica de los cables y de las puntas de prueba, ya que el valor de las mediciones eléctricas que se está midiendo tendrá una contribución de estos. La mejor estrategia para determinar la resistencia eléctrica en materiales que presentan valores de **$m\Omega$** es utilizar la Técnica de Cuatro Puntas, como se describe a continuación.

2.2 Técnica de Cuatro Puntas

Como se mencionó en la sección anterior, para rangos de resistencia de **$m\Omega$** , se busca eliminar la contribución de los cables en la medición. Esto se logra usando dos equipos por separado, un medidor de voltaje y una fuente de corriente eléctrica. Se hace pasar una corriente **I** a través de la muestra de prueba por dos de los alambres y simultáneamente se toman las mediciones de diferencia o caída de voltaje **V** producido por la muestra en los otros dos cables de prueba. Es decir, debemos utilizar cuatro cables. Por esta razón, se le conoce a esta técnica de medición como la Técnica de Cuatro Puntas [15]. Un esquema de la disposición de los cables en un espécimen en volumen y en una capa delgada se presenta en la **Figura 2.3**.

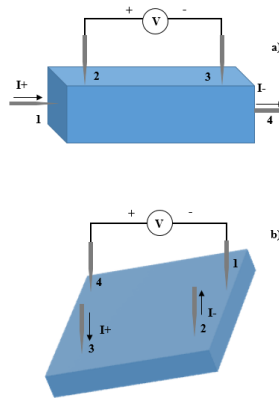


Figura 2.3. Representación gráfica de la Técnica de Cuatro Puntas. (a) Muestra en bulto. (b) Película Delgada de forma cuadrada. En estos ejemplos, se utilizan dos de los cables para excitar la muestra pasando una corriente I . Los otros dos cables se utilizan para medir la diferencia de potencial V [9].

La **Figura 2.4** muestra el circuito equivalente para medir la caída de voltaje (Diferencia de Potencial) por dos terminales y mandar corriente por las otras dos para excitar la muestra. Las mediciones eléctricas en la Técnica de Cuatro Puntas siguen cumpliendo la Ley de Ohm $V=RI$.

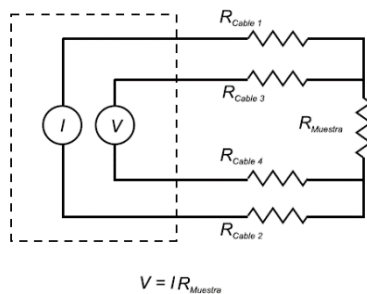


Figura 2.4. Circuito equivalente de la resistencia eléctrica usando la Técnica de Cuatro Puntas. Se suministra una corriente I por las puntas 1 y 2 y se mide por separado por las puntas 3 y 4 la diferencia de potencial V en la muestra. La resistencia de la muestra está dada por $R=V/I$ [14].

En la literatura se ha prestado mucha atención al desarrollo de métodos experimentales con la Técnica de Cuatro Puntas. La técnica se ha implementado para realizar mediciones eléctricas a temperaturas de unos cuantos Kelvin o decenas de Kelvin. La bajada de la temperatura se puede lograr con helio líquido o con nitrógeno líquido para llegar a temperaturas criogénicas [16-26]. Temperaturas de debajo de **100.0 K** son nombradas como criogénicas. También se ha considerado el uso de mecanismos en donde un ciclo cerrado de gas de helio (He) es utilizado [27], así como dispositivos que trabajan a temperaturas más altas que las criogénicas [28]. Otras publicaciones relacionadas con esta técnica abordan experimentos donde se realizan simultáneamente mediciones eléctricas y potencia térmica de los materiales [29-32].

Una de las grandes aportaciones, y por lo cual es importante implementar la Técnica de Cuatro Puntas, es por la reducción de errores en las mediciones. Estos estudios están relacionados a los contactos eléctricos donde se ha visto que incluye el tamaño finito de los contactos eléctricos [33-35], la inexactitud en la posición de los contactos [36], el espaciado entre los contactos [37,38], el desplazamiento de los contactos [39], etc. Problemas relacionados con la muestra incluyen el tamaño finito de la muestra [40,41], la inexactitud en las dimensiones de la muestra [42], la uniformidad de la muestra [37], las fugas de corriente [39], etc. Otras fuentes de error también han sido investigadas [27,43].

2.3 Teorema de Reciprocidad

En 1986, M. Buttiker reportó el Teorema de Reciprocidad aplicado a la Técnica de Cuatro Puntas [44]. El principio físico en que se basa este teorema es la relación de simetría que existe entre las mediciones de resistencia al intercambiar las puntas o cables que suministran la corriente y las que leen la diferencia de potencial. Cuando se utiliza un voltímetro de un lado de un circuito eléctrico y del otro lado una fuente de corriente, el Teorema de Reciprocidad establece que el voltímetro y la fuente de corriente pueden intercambiarse y aun así no se modifican las lecturas en el voltímetro [45]. En la **Figura 2.5** se representa esquemáticamente la idea fundamental detrás de este teorema.

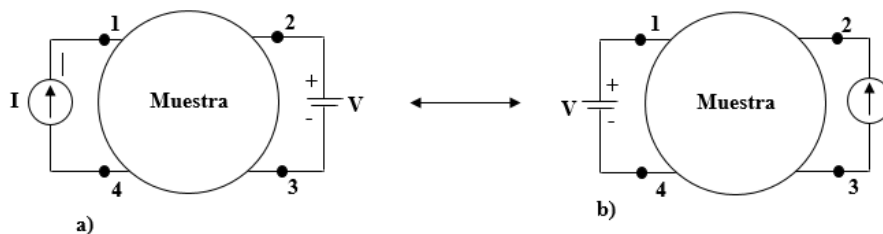


Figura 2.5. Representación de un circuito eléctrico recíproco. A la izquierda, la muestra está conectada a una fuente de corriente entre los puntos o nodos 1 y 4, y un Voltímetro en los puntos o nodos 2 y 3. Del lado derecho, se presenta el circuito recíproco, en donde se intercambia el Voltímetro y la fuente de corriente. El Teorema de Reciprocidad establece que el voltaje obtenido en ambos circuitos es el mismo [46].

De acuerdo con el Teorema de Reciprocidad, la caída de voltaje entre los nodos 2 y 3 cuando la fuente de corriente está conectada entre los nodos 1 y 4, será igual al obtenido en el Circuito Recíproco entre los nodos 1 y 4 cuando la fuente de corriente está conectada entre 2 y 3 [46].

Entonces

$$\frac{V_{23}}{I_{14}} = R_{Directa} \quad (2.1)$$

$$\frac{V_{14}}{I_{23}} = R_{Recíproco} \quad (2.2)$$

El Teorema de la Reciprocidad no lo cumplen todos los circuitos. Aquellos que si cumplen esta propiedad se llaman Circuitos Recíprocos. Lo interesante de esto es saber si un circuito dado cumple o no dicho Teorema. Este teorema se debe cumplir siempre y cuando la muestra sea isotrópica y no se le apliquen campos magnéticos externos [10].

2.4 Conclusión del Capítulo

En este capítulo se describió la importancia de la Técnica de Cuatro Puntas para medir resistencia eléctrica en materiales con valores en el rango de los $m\Omega$. Se describió también el Teorema de Reciprocidad aplicado a la Técnica de Cuatro Puntas.

Capítulo 3

Metodología y el Arreglo Experimental

En este capítulo se presentan la metodología que se siguió para el estudio del Teorema de Reciprocidad y el arreglo experimental para realizar las mediciones eléctricas del compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, utilizando el Método de Cuatro Puntas.

3.1 Metodología

Un esquema del equipo que se utilizó para realizar mediciones eléctricas con el Método de Cuatro Puntas a bajas temperaturas se presenta en la **Figura 3.1**. El equipo está compuesto por tres módulos acoplados. (1) módulo para mediciones eléctricas. Consiste de un pico-amperímetro, un nano-voltímetro, una fuente de corriente. (2) módulo de alto vacío.

Consiste de una cámara de vacío, sistema de bombeo mecánico en serie con una bomba de arrastre molecular y medidores de presión. (3) modulo para baja temperatura. Consiste de un dilatador o expander, un compresor de helio.

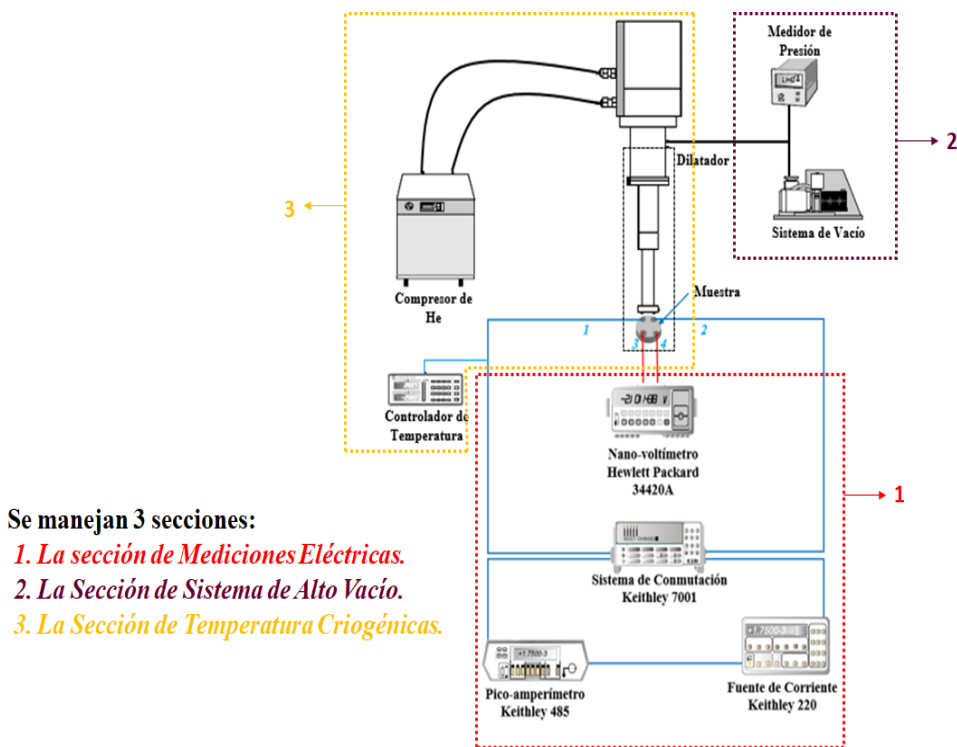


Figura 3.1. Secuencia de conexiones para mediciones eléctricas a bajas temperaturas con la Técnica de Cuatro Puntas. Se hace pasar una intensidad de corriente I por la muestra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (puntos 1 y 2) y se verifica con un nano-voltímetro (puntas 3 y 4). Para el Método de Conmutación, invertimos la corriente [15].

3.2 Equipos de mediciones eléctricas de Bajo Nivel

Para poder utilizar la Técnica de Cuatro Puntas, se usaron cuatro alambres de cobre (calibre No. 38 con pureza de 99.9 %). Los cables se conectaron a la superficie de la muestra $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Dos de los cables se utilizan para suministrar la intensidad de la corriente y los otros dos se utilizaron para tomar la medición de voltaje en la muestra. Para realizar los contactos que sujetan los alambres sobre la muestra se usó pintura de plata con el cual se logró contactos eléctricos firmes tipo óhmicos.

Fuente programable Keithley 220. La **Figura 3.2** muestra una fotografía de la fuente, el cual nos permite suministrar una corriente constante I por dos de los cuatro alambres, de acuerdo a la técnica de cuatro puntas, esto para poder excitar la muestra. Esta fuente es de alta precisión, ya que tiene un rango de **100 fA** a **100 mA** de operación, en este caso este rango es suficiente ya que el rango óptimo para realizar las mediciones es de **0.5002 mA**.



Figura 3.2. Fuente programable Keithley 220.

Pico-amperímetro digital Keithley 485. La corriente que se suministra se monitorea con pico-amperímetro, el cual es de alta precisión ya que tiene un rango de lectura de **20 fA** hasta **20 mA**, además tomando mediciones a velocidades de hasta 1000 lecturas por segundo. **Figura 3.3** muestra una fotografía del pico-amperímetro utilizado en la tesis. De esta manera podemos ir confirmando las mediciones de corriente o variaciones de cada medición respecto al valor que se programa en la fuente de corriente. Estas variaciones llegan a ser tan solo **0.023 %**, el cual es un valor extraordinariamente bajo.



Figura 3.3. Pico-amperímetro digital Keithley 485.

Nano-voltímetro Hewlett-Packard 34420A. Para poder medir la caída de voltaje que se producen en los dos alambres se usó un equipo de alta precisión, su rango de toma de datos es de **nV** de $7^{1/2}$ dígitos y tomando mediciones con una velocidad de hasta 250 lecturas por segundo. Este nos permite detectar niveles muy bajos de voltaje, hasta **0.1 nV** con una exactitud del **0.0025 %**. La **Figura 3.4** muestra una fotografía de este equipo.



Figura 3.4. Nano-volt metro Hewlett-Packard 34420A.

Conmutador digital Keithley 7001 con tarjeta Hall 7065. Un aspecto importante en las mediciones de voltaje es la conmutación de la polaridad de la corriente que sirve para realizar dos mediciones casi al mismo tiempo y de esa forma poder eliminar alguna señal externa que pueda afectar en las mediciones eléctricas. La **Figura 3.5** muestra una fotografía a de este equipo, el cual permite seleccionar todas las posibles configuraciones de corriente y voltaje necesarias para probar el Teorema de Reciprocidad, tema que se aborda en esta tesis.



Figura 3.5. Sistema de conmutación Keithley 7001 con una tarjeta Hall 706.

3.3 Sistema de Enfriamiento

Para poder realizar las mediciones eléctricas a bajas temperaturas se utiliza una maquina térmica inversa de helio de ciclo cerrado. El sistema consiste en un expander (dilatador) modelo APD CSW-204SL-6.5, el cual se conecta a una cámara térmica de enfriamiento donde se coloca la muestra que se va a medir. La **Figura 3.6 (a)** muestra una imagen del dilatador y la **Figura 3.6 (b)** muestra una imagen de la cámara térmica. El expander se conecta a un compresor de helio modelo APD Displex DE-204SLA.

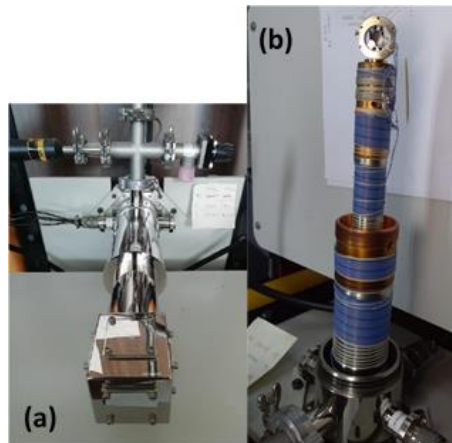


Figura 3.6. (a) Expander (dilatador) APD CSW-204SL-6.5 cerrado y (b) Expander (dilatador) APD CSW-204SL-6.5.

La máquina térmica inversa de helio de ciclo cerrado es utilizada para poder bajar la temperatura de manera continua desde la temperatura ambiente hasta **10 K**. Para poder registrar la temperatura y la presión en el expander se utilizan un controlador digital de temperatura LakeShore 330 [ver **Figura 3.7 (a)**] y un diodo digital de presión [ver **Figura 3.7 (b)**] utilizando un sensor de diodo silicio DT-470-SD colocado cerca de la muestra.



Figura 3.7. (a) Controlador digital de temperatura LakeShore 330. (b) Diodo digital de presión.

3.4 Sistema de vacío

Antes de realizar el enfriamiento, se procede a realizar un vacío en la cámara térmica del expander. Este vacío se realiza para evitar la condensación del aire en el interior de la cámara del expander. Para realizar esto, se utiliza un sistema de vacío compuesto por una bomba mecánica Alcatel V7360 conectada en serie con una bomba de arrastre molecular Alcatel MDP5011, **Figura 3.8**. Este sistema de vacío es conectado al expander mediante una manguera de vacío de acero flexible.



Figura 3.8. Bomba mecánica Alcatel V7360 conectada en serie con una bomba de arrastre molecular Alcatel MDP5011.

Para poder iniciar el proceso de enfriamiento se necesita una presión mínima de 5×10^{-2} Torr. Si no se realiza ese proceso, el aire contenido en la cámara térmica del expander se podría condensar sobre la muestra, dañándola y modificando las mediciones. Al utilizar este sistema, es posible alcanzar valores de presión de vacío por debajo de 1×10^{-4} Torrs.

Por último, durante el enfriamiento de la cámara térmica del expander, el sistema de vacío es desactivado. Esto se realiza para reducir el ruido electromagnético inducido en las mediciones por la bomba de arrastre molecular y también se realiza para evitar el escalamiento de aceite que proviene de la bomba mecánica.

3.5 Caracterización del sistema a temperatura ambiente y a bajas temperaturas

Una vez alcanzado el vacío en la cámara, se programa el controlador de temperatura Lakeshore 330 a una temperatura de **300.0 K**, para realizar mediciones eléctricas a temperatura ambiente. Primero se busca la estabilización de la temperatura ambiente. La **Figura 3.9** muestra el perfil obtenido de temperatura contra tiempo (T vs t). Se observa que la estabilidad para una temperatura de **300.0 K** se alcanza a un tiempo de aproximadamente **120 min**. Una vez alcanzada la estabilización del sistema, a temperatura ambiente se procede a realizar las mediciones eléctricas.

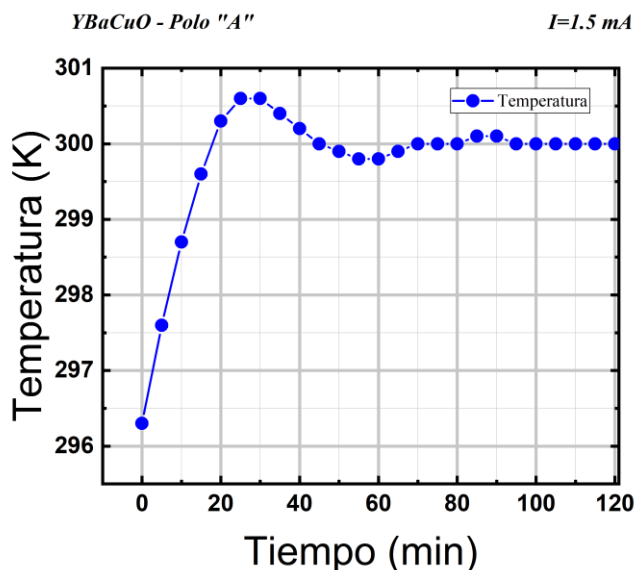


Figura 3.9. Perfil obtenido de temperatura contra tiempo (T vs t) que es el comportamiento del sistema al ser estabilizado la temperatura ambiente a **300.0 K** después de **120 minutos**.

En el caso de las mediciones a bajas temperaturas, se utilizan los perfiles mostrados en las **Figura 3.10** y **Figura 3.11**. La **Figura 3.10** nos muestra la curva de caracterización de la maquina térmica inversa de helio de ciclo cerrado en el proceso de bajada de temperatura. En este caso podemos observar una caída continua desde la temperatura ambiente **300.0 K** hasta **10.0 K**. En la **Figura 3.11** observamos cómo va elevándose la temperatura del sistema. Este proceso resulta más lento, tardando hasta 10 horas en subir la temperatura ambiente. En este proceso de descongelamiento de la maquina térmica inversa, se aprovecha para realizar los experimentos para obtener las mediciones eléctricas, reduciendo las incertidumbres en las mediciones eléctricas casi al orden de los **nV**.

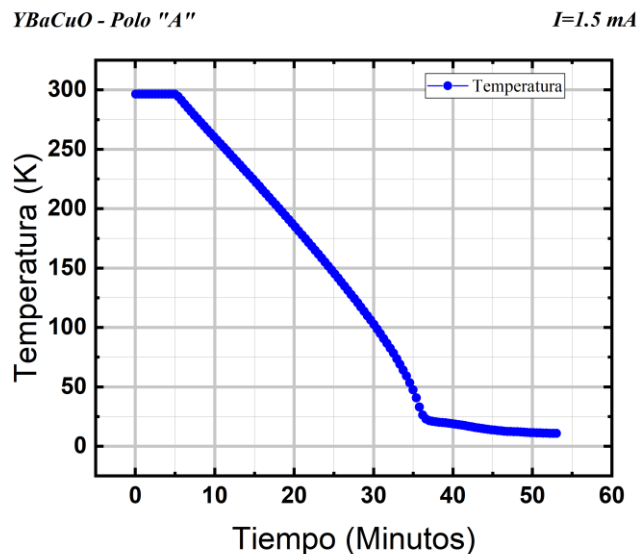


Figura 3.10. Perfil de Temperatura contra resistencia para la caída continua de temperatura desde **300.0 K** hasta **10.0 K**.

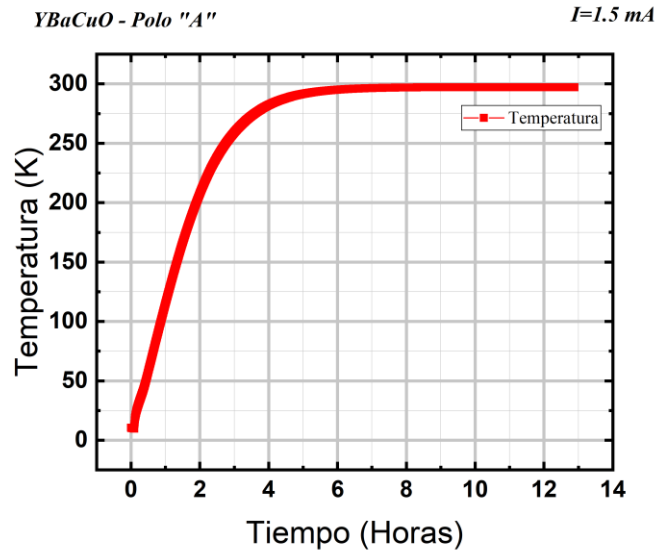


Figura 3.11. Perfil de Temperatura contra resistencia para la subida continua de temperatura desde 10.0 K hasta 300.0 K.

3.6 Contactos Óhmicos

Antes de empezar a realizar las mediciones eléctricas, se debe garantizar que la unión que hay entre los alambres y la superficie de la muestra sea un contacto óhmico. En este caso si no se llegan a tener contactos óhmicos las mediciones de voltaje de la muestra se verían afectadas de tal manera que podría aumentar su error de medición. Además, eso mostraría que el material que se está estudiando no es un superconductor o semiconductor. Para poder realizar un contacto óhmico, el área del alambre que va hacer contacto con la superficie de la muestra debe ser menor que el área de contacto de la muestra. En la **Figura 3.12** se puede observar la muestra del compuesto de $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ utilizada para este trabajo de tesis. Los alambres de cobre están conectados a la superficie de la muestra con pintura de plata.

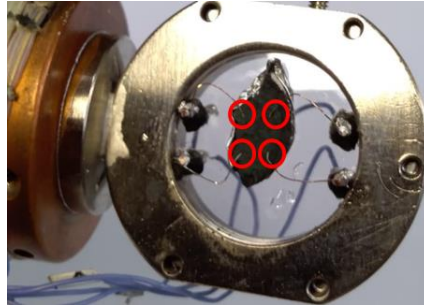


Figura 3.12. Uniones entre los alambres de cobre y la superficie de la muestra los cuales se indican con círculos rojos.

Se realizó un barrido suministrando a la muestra del compuesto de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ diferentes corrientes I , para poder comprobar si la unión entre los alambres y la superficie de la muestra era un contacto óhmico. En este caso se utilizaron las configuraciones reciprocas A-B, C-D, E-F, G-H, MA-B y MC-D, variando la corriente y tomando la lectura del voltaje. Las variaciones de la corriente fueron en intervalos de **0.2 mA**, iniciando desde **0.1 mA** hasta **1.5 mA**. En la **Figura 3.13** se puede observar que los contactos que se realizaron para estas mediciones se tratan de contactos óhmicos, ya que existe relación lineal entre las corrientes I y los voltajes medidos de la muestra V_s . Si extrapolamos las líneas del ajuste lineal hasta que ellas crucen el eje “Y” se observa que las tres inician desde el origen o cortan en el origen.

YBaCuO - Polo "A"

$T=300\text{ K}$

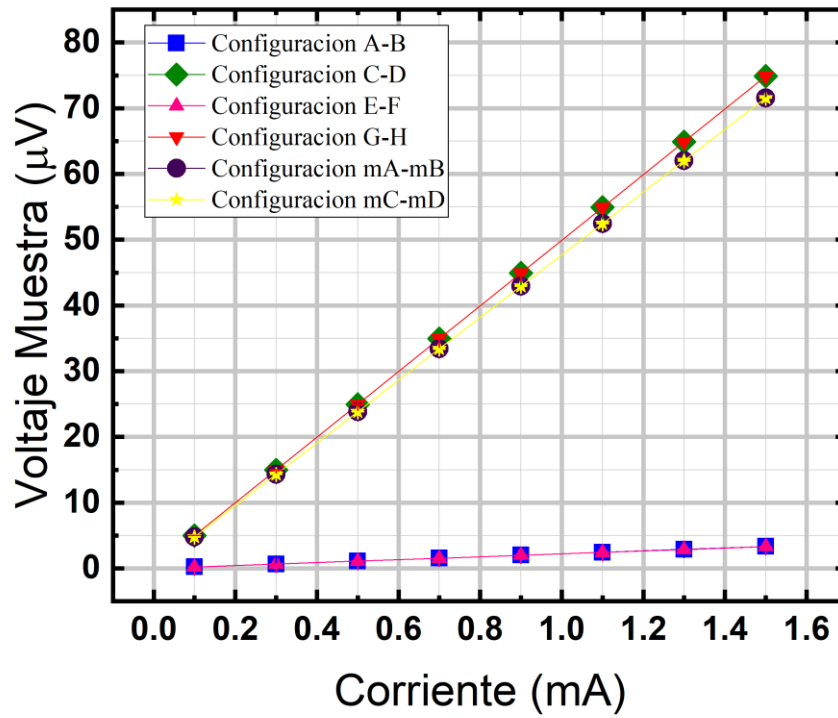


Figura 3.13. Contactos óhmicos. Relación lineal entre las Corrientes I y los voltajes Contactos Óhmicos. Relación lineal entre las Corrientes I y los voltajes medidos de la muestra (V_s) medidos de la muestra.

Capítulo 4

Resultados a Temperatura Ambiente

En este capítulo, se presentan los resultados obtenidos con la Técnica de Cuatro Puntas a temperatura ambiente (**300.00 K**). Los datos son analizados para comprobar el Teorema de Reciprocidad. Se utilizó el arreglo experimental descrito en el capítulo anterior para realizar las mediciones eléctricas. Los resultados se obtuvieron utilizando una muestra de compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

4.1 Comparación de los voltajes de dos configuraciones recíprocas con una corriente fija

Para este experimento, se utilizó una corriente de excitación de **0.7 mA**. La temperatura se estabilizó en **300.0 K**. Ver Capítulo 3 para el control de la temperatura. Se obtuvieron 20 lecturas de los voltajes de respuesta de la muestra. Las diferencias de potencial por cada una de las configuraciones son muy pequeñas, del orden de μV . La lectura de estos valores tan pequeños es posible gracias al uso de un nano-volt metro, como se indicó en la descripción del arreglo experimental presentado en el Capítulo 3.

En la **Figura 4.1** se presentan los resultados. En esta se puede observar como las mediciones eléctricas realizadas con **0.7 mA** nos dan diferentes valores para el voltaje de las configuraciones opuestas recíprocas, como es el caso de V_A y V_E , ya que en el caso de los voltajes de la configuración A están entre **0.79 mV** y **0.8 mV** y los voltajes de la configuración E oscilan entre **1.79 mV** y **1.8 mV**. Por tanto, el Teorema de la Reciprocidad no se cumple a **0.7 mA**.

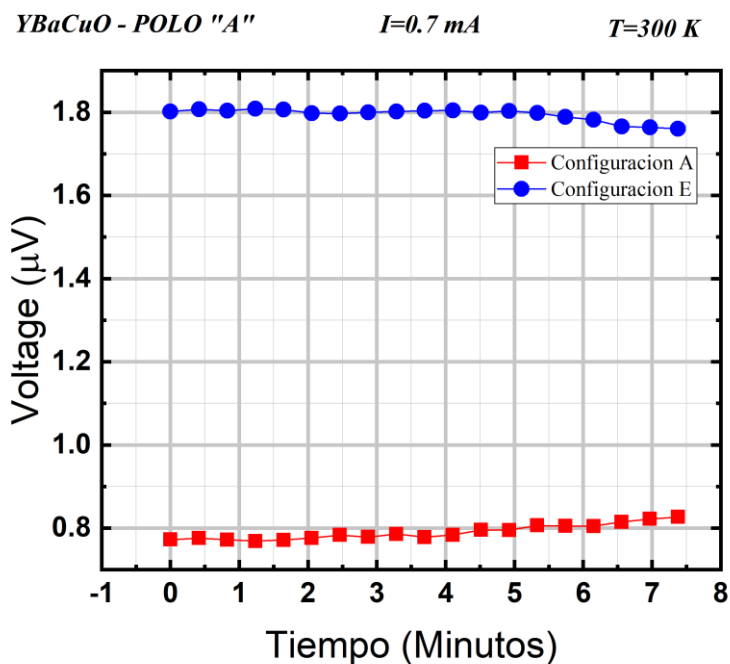


Figura 4.1. Comparación de los voltajes de las configuraciones recíprocas A y E, usando una corriente 0.7 mA

4.2 Comparación de los voltajes en configuraciones reciprocas usando varias corrientes

Como pudimos observar en la sección anterior, el Teorema de Reciprocidad no se cumple cuando se usa corriente de excitación de **0.7 mA**. Por esta razón, nos dimos a la tarea de realizar los mismos experimentos variando la corriente para la misma configuración de A y E.

En estos nuevos experimentos, se variaron las corrientes desde **0.1 mA** hasta **1.5 mA** con pasos de **0.2 mA** y manteniendo constante la temperatura a **300.0 K** como en el caso anterior. Igualmente, se obtuvieron 20 lecturas de los voltajes de respuesta de la muestra. Los voltajes promedios de las configuraciones son nuevamente muy pequeñas, del orden de μV .

La **Tabla 4.1** muestra los resultados de esta nueva serie de experimentos. Se presentan los promedios de las 20 lecturas de los voltajes medidos en las configuraciones reciprocas, para cada una de las corrientes y sus respectivos errores de medición (errores absolutos). De esta manera podemos observar que los valores de voltaje para V_1 y V_2 para cada una de las corrientes nos son parecidos entre sí.

Corriente (mA)	V_1 (μV)	Error V_1 (μV)	V_2 (μV)	Error V_2 (μV)
0.1	0.59	0.01	0.48	0.02
0.3	0.17	0.01	0.90	0.01
0.5	0.33	0.01	1.35	0.03
0.7	0.79	0.02	1.79	0.02
0.9	1.28	0.02	2.17	0.01
1.1	1.81	0.02	2.55	0.01
1.3	2.24	0.02	3.01	0.02
1.5	2.91	0.08	3.18	0.05

Tabla 4.1. Comparación entre los voltajes medidos en la muestra debido a las configuraciones recíprocas A y E para cada una de las corrientes utilizadas.

A partir de los resultados mostrados en la **Tabla 4.1** podemos concluir que, bajo nuestras condiciones experimentales actuales, tampoco se cumple el Teorema de Reciprocidad. Para que esto quede más claro, graficamos estos datos en la **Figura 4.2**. Se observa el comportamiento de los voltajes de las configuraciones A y E, respecto a las corrientes variadas. En esta gráfica podemos observar como estos valores no son iguales. Por lo tanto, no se cumple el Teorema de Reciprocidad.

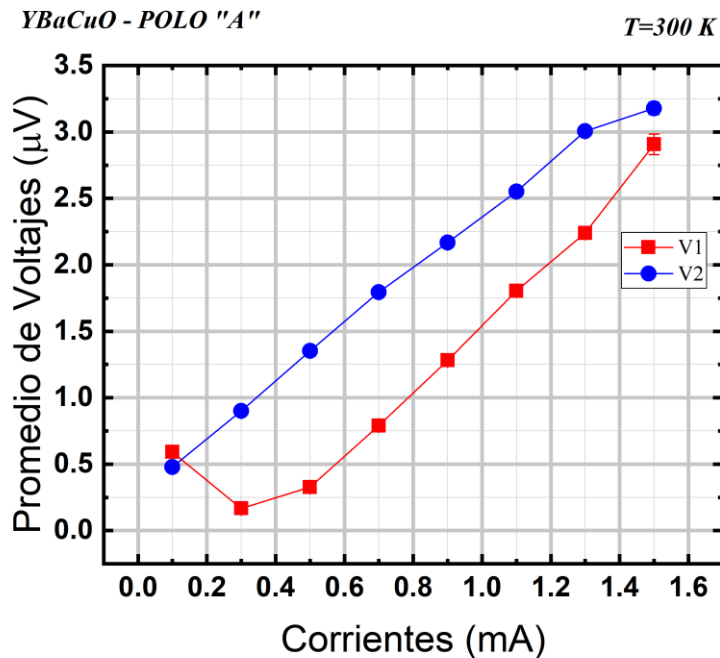


Figura 4.2. Comparación de los voltajes de las configuraciones recíprocas A y E, con todas las corrientes.

Podemos concluir que el Teorema de Reciprocidad no se cumple cuando variamos las corrientes y mantenemos fijo los puntos de la medición. En el siguiente Capítulo se estudiarán los factores que estamos omitiendo durante las mediciones que hacen que no se cumpla el teorema a temperatura ambiente.

Capítulo 5

Método de Conmutación

En este capítulo se presenta el Método de Conmutación. Este método se incorpora en la Técnica de Cuatro Puntas para poder eliminar la Fem Térmica que afectan el valor de los voltajes medidos en la muestra. Se presentan también los resultados que se obtienen al aplicar el Método de Conmutación a los experimentos mostrados en el capítulo anterior.

5.1 Método de Conmutación

Como se ha podido ver en el Capítulo 4, al realizar el análisis de las mediciones de voltaje en la muestra del compuesto de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, se sugirió que la Fem Térmica podría estar contribuyendo en el incumplimiento del Teorema de Reciprocidad suponemos que se miden otras señales externas además del voltaje de la muestra y es posible que por esa razón no se llegue a cumplir el Teorema de Reciprocidad.

Las señales de voltaje que se mide en la muestra deben tener una contribución de la muestra de prueba y otra señal de las uniones de dos materiales (unión de conexiones). Para las mediciones de voltaje (V) en muestras térmicamente estables, la señal estar dada por:

$$V = V_s + V_{th} \quad (5.1)$$

donde V es el voltaje medido, V_s es el voltaje de la muestra y V_{th} es el voltaje asociado a la Fem Térmica. La estrategia experimental para poder separar estos dos voltajes es tomar dos pares de configuraciones reciprocas. Se realiza primero una medición con la corriente hacia un sentido y se mide V_a . La **Fig. 5.1 (a)** muestra un esquema del arreglo experimental para medir V_a . A continuación, se cambia la polaridad de la corriente y se toma una segunda medición V_b . La **Fig. 5.1 (b)** muestra un esquema del arreglo experimental para medir V_b . A este proceso se le llama Método de Conmutación. Cada fotografía de la **Figura 5.1** está acompañada de un diagrama de circuito equivalente para observar la contribución de la unión, la cual se representa como señal externa o Fem Térmica.

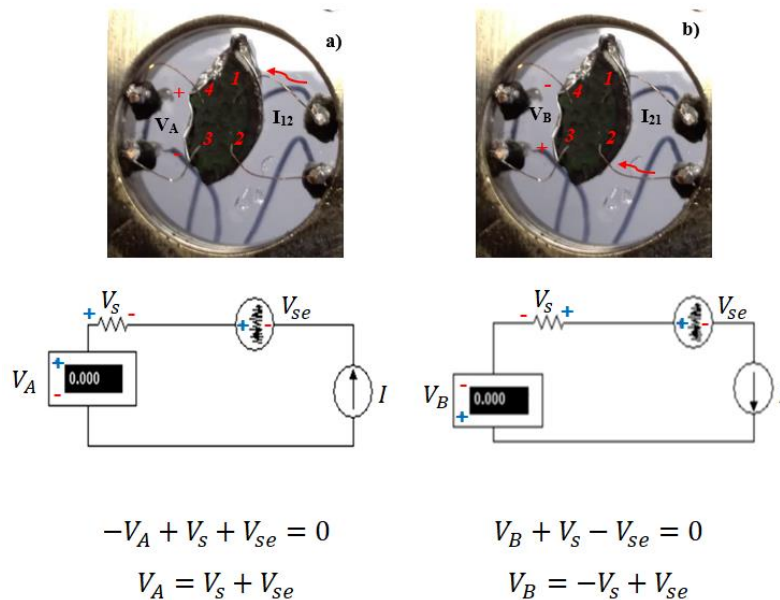


Figura 5.1. Método de Conmutación. (a) En esta imagen se muestra cuando se toma una medición V_a con una corriente I . (b) En este otro caso se invierte el sentido de la corriente I y se toma una segunda medición V_b [13].

Las dos ecuaciones obtenidas de los circuitos (5.1) se resuelven para encontrar el voltaje de muestra y la señal externa. Esta solución se obtiene algebraicamente y de esta manera es posible separar el valor del voltaje de la muestra y la señal externa (Fem Térmica). Las expresiones del voltaje de la muestra y la señal externa son:

$$V_s = \frac{V_B - V_A}{2} \quad (5.2)$$

$$V_{th} = \frac{V_B + V_A}{2} \quad (5.3)$$

Aplicando la Ley de Ohm en la ecuación (5.2) obtenemos el valor de la Resistencia Eléctrica de la muestra R_s , la cual esta expresada en la siguiente manera:

$$R_s = \frac{V_B - V_A}{2I} \quad (5.4)$$

Estas expresiones matemáticas se cumplen solamente cuando se realizan mediciones en materiales de resistencias pequeñas, que es el caso de la muestra del compuesto de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

5.2 La Fem Térmica como una señal externa o Corrimiento de Voltaje

Como se mencionó en la sección anterior, existen otras contribuciones a las mediciones de voltaje. Una de ellas es la resistencia de los cables la cual se elimina con la Técnica de Cuatro Puntas. Y la otra es la contribución en las uniones.

Estas uniones son las que se producen cuando se conectan los cables que van a medir el voltaje y suministrar la intensidad de corriente, con la superficie de la muestra y la pintura de plata que los une. Esta unión induce una diferencia de potencial térmico, o también conocido como fem térmica o fuerza electromotriz térmica y como dice su nombre depende de la temperatura. Sabemos a partir de la literatura [4, 35, 38] que la unión de dos materiales distintos, a una cierta temperatura dada, puede producir una diferencia de potencial. A este efecto se le conoce como Efecto Seebeck. La fem térmica o volteejes térmicos ocurren cuando existe un gradiente de temperatura a través de una unión de dos materiales diferentes. Por esta situación se busca en varios de los sistemas o experimentos que las conexiones sean entre cobre a cobre para poder prevenir la formación de uniones. Sin embargo, en las conexiones de una muestra es inevitable que se produzca un efecto Seebeck. Por esta razón estas señales externas o corrimientos de voltaje que se producen por las uniones, se consideran una fuente de ruido en las mediciones. En la **Figura 5.2 (a)** se muestra la formación inevitable de las juntas cuando se conectan los alambres sobre la superficie de la muestra. De esta manera se mide el voltaje producido en la muestra más la fem térmica, como se muestra en la **Figura 5.2 (b)**.

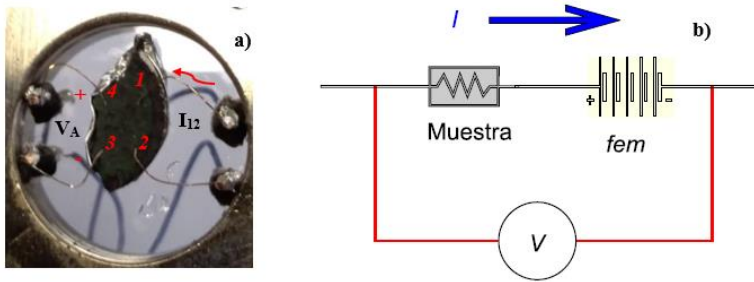


Figura 5.2. Fem térmica. (a) Fotografía de la medición del voltaje que contienen no solo la señal de la muestra sino también la producida por las uniones con los cables y la superficie de la muestra. (b) Circuito equivalente, en donde la contribución de la unión se representa mediante una fem [13].

Por esta razón podemos decir que la fem térmica es un corrimiento de voltaje en la señal y puede ser el factor que nos está afectando en nuestras mediciones para poder comprobar el Teorema de Reciprocidad.

5.3 Resultados Experimentales con mediciones a temperatura constante con el Método de Conmutación

Como se mencionó en la sección anterior, el Método de Conmutación permite eliminar la Fem Térmica, la cual estamos suponiendo es el factor que nos afecta en las mediciones para poder comprobar el Teorema de Reciprocidad. Por esta razón se repiten los experimentos descritos en el Capítulo 4 con este método. También se presentan resultados más configuraciones eléctricas con la Técnica de Cuatro Puntas.

5.3.1 Configuraciones en la Técnica de Cuatro Puntas

Las configuraciones que se utilizan en el Método de Cuatro Puntas permiten realizar mediciones eléctricas de bajo nivel. La **Figura 5.3.**

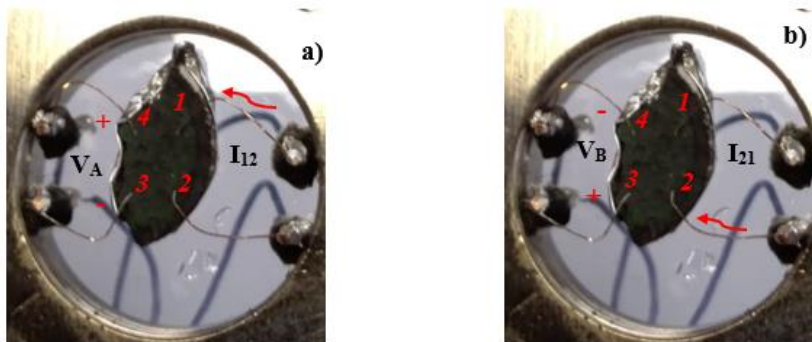


Figura 5.3. Método de Inversión de Corriente. (a) Configuración A. (b) Configuración B

Una configuración se define como la medición de voltaje de respuesta en dos puntas cuando la corriente circula en un sentido por las otras dos puntas. Se hace circular la corriente I de la punta 1 a la punta 2 (configuración A). Al aplicar el Método de Conmutación se invierte la polaridad de la corriente. Es decir, la corriente circular de la punta 2 a la punta 1, para la configuración B.

Al Implementar el Método de Conmutación en la Técnica de Cuatro Puntas se puede realizar mediciones con distintas combinaciones o configuraciones. En el sistema que se utilizó en esta tesis es posible medir 12 configuraciones diferentes.

La **Figura 5.4** muestra las 12 configuraciones que pueden ser medidas. Las puntas se han numerado del 1 al 4 en sentido horario iniciando por la parte superior derecha. En el caso en que la corriente de excitación circula en las puntas 1 y 2 mientras el voltaje se mide en las puntas 3 y 4 se le llamara configuraciones A y B. Mientas que las configuraciones C y D son aquellas que corresponden cuando la corriente circula a través en las puntas 2 y 3. Las configuraciones E y F son opuestas a las configuraciones A y B, es decir, circula en las puntas 3 y 4.

Por último, en las configuraciones G y H la corriente circula por las puntas 4 y 1. Hasta ahora solo se tiene 8 diferentes configuraciones. Las 4 configuraciones restantes se tomarán de manera cruzada, ver las dos líneas punteadas azules que se cruzan en el centro de la **Figura 5.4**. Una corresponde a las configuraciones denominadas MA-MB, en este par de configuraciones la corriente circula por las puntas 1 y 3, mientras que las configuraciones MC-MD donde la corriente circula a través de las puntas 2 y 4.

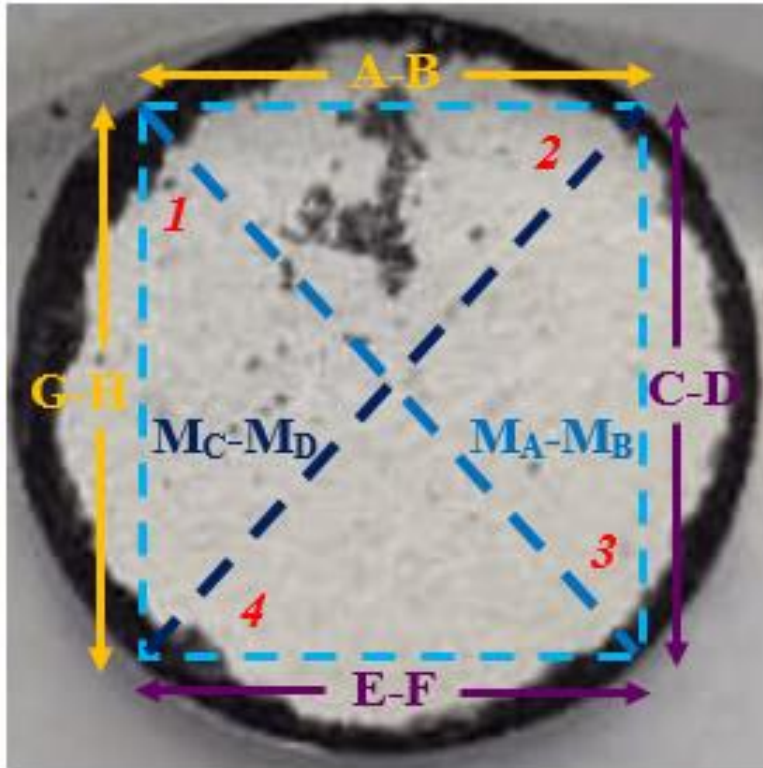


Figura 5.4. Representación gráfica de las 12 configuraciones que pueden ser medidos usando la Técnica de Cuatro Puntas incorporando el Método de Conmutación. Cada par de combinaciones se refieren a la inyección de la corriente I usando polaridades opuestas en los contactos que se indican con flechas. Para cada una de estas configuraciones, los voltajes son medidos en los contactos opuestos.

5.3.2 Comparación de los voltajes de dos pares de configuraciones recíprocas con una corriente fija

Para esta subsección se realizaron los mismos experimentos del Capítulo 4 pero utilizando la Técnica de Cuatro Puntas y el Método de Conmutación para dos pares de configuraciones recíprocas con una corriente de **0.7 mA**.

En la **Figura 5.5** podemos observar, que las mediciones eléctricas hechas a **0.7 mA** dan valores de voltaje muy aproximados en los dos pares de configuraciones reciprocas V_{A-B} y V_{E-F} . En otras palabras, se observa un traslape entre ellas. Los dos pares de Configuraciones A-B y E-F están entre **1.55 μV** y **1.6 μV** . Estos resultados indican que el Teorema de Reciprocidad si se cumple.

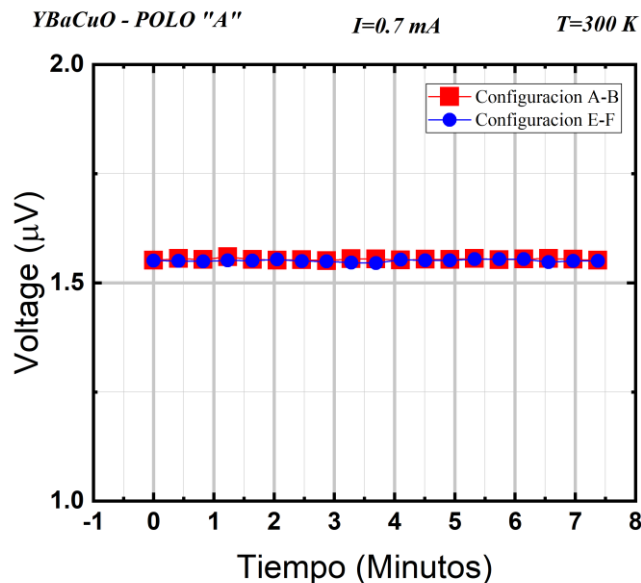


Figura 5.5. Comparación de los voltajes de las configuraciones reciprocas A-B y E-F, con corriente **0.7 mA**.

5.3.3 Comparación de los voltajes de dos pares de configuraciones reciprocas variando corrientes

Se realizaron experimentos para varias corrientes usando los mismos dos pares de configuraciones de A-B y E-F.

Las corrientes se variaron desde **0.1 mA** hasta **1.5 mA** con pasos de **0.2 mA**. La temperatura se estabilizo a un valor constante de **300.0 K**. Se obtuvieron 20 lecturas de los voltajes de respuesta de la muestra.

La **Tabla 5.1** muestra los resultados de los promedios de las 20 lecturas de los voltajes medidos en los pares de configuraciones reciprocas, para cada una de las corrientes y sus respectivos errores de mediciones (errores absolutos). Se observa que los valores de los voltajes para V_{A-B} y V_{E-F} para cada una de las corrientes son muy parecidas y tomando sus respectivos errores se aproximan mucho a ser iguales.

Corriente (mA)	V_{A-B} (μV)	Error Absoluto (μV)	V_{E-F} (μV)	Error Absoluto (μV)
0.1	0.222	0.003	0.219	0.003
0.3	0.665	0.002	0.663	0.002
0.5	1.109	0.001	1.106	0.002
0.7	1.554	0.002	1.551	0.003
0.9	1.997	0.002	1.995	0.002
1.1	2.442	0.003	2.438	0.003
1.3	2.884	0.008	2.882	0.003
1.5	3.325	0.004	3.325	0.002

Tabla 5.1. Comparación de resultados para los pares de configuraciones reciprocas A-B y E-F, para cada una de las corrientes utilizadas.

Los resultados de la **Tabla 5.1** se muestran gráficamente en la **Figura 5.6**. Se observa que el comportamiento de los voltajes de los pares de configuraciones A-B y E-F, respecto a las corrientes variadas es igual. Además, se obtiene un comportamiento lineal. El inserto en la figura es una vista ampliada de uno de los puntos experimentales donde es posible visualizar las barras de error. Estos resultados demuestran que el teorema de reciprocidad si se cumple cuando se elimina la contribución de la Fem Térmica en la señal de los voltajes medidos.

YBaCuO - Polo "A"

$T=300\text{ K}$

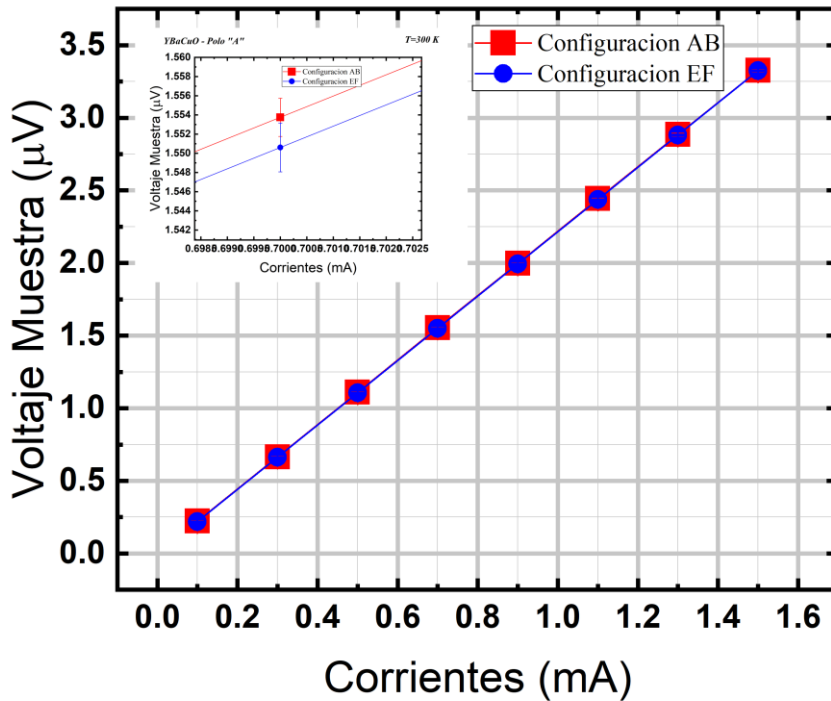


Figura 5.6. Comparación de los voltajes de los pares de configuraciones reciprocas A-B y E-F, con todas las corrientes.

De esta manera podemos concluir que también se cumple el Teorema de Reciprocidad cuando variamos las corrientes y mantenemos fijo los puntos de la medición. Por lo tanto, ahora vamos a ver si esto se cumple para todos los pares de configuraciones.

5.3.4 Comparación de los voltajes para los 12 pares de configuraciones reciprocas con una corriente fija

Se realizaron experimentos para los 12 pares de configuraciones bajo una corriente de 0.7 mA . Los resultados se presentan en la **Figura 5.7** y **Figura 5.8**. Los valores de voltaje son muy aproximados en cada uno de los pares de configuraciones reciprocas como es el caso de V_{C-D} con V_{G-H} y V_{MA-MB} con V_{MC-MD} . Para los dos pares de configuraciones C-D y G-H los valores de voltaje oscilan entre $34.5 \mu\text{V}$ y $35 \mu\text{V}$. En el caso de los dos pares de configuraciones MA-MB y MC-MD los valores de voltaje están entre $33.3 \mu\text{V}$ y $33.5 \mu\text{V}$. Estos resultados demuestran que, bajo las condiciones actuales de mediciones, si se cumple el Teorema de Reciprocidad.

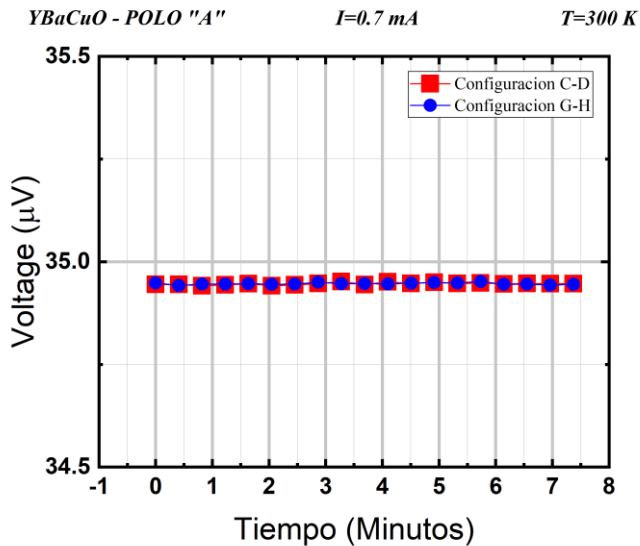


Figura 5.7. Comparación de los voltajes de las configuraciones reciprocas C-D y G- H, con corriente 0.7 mA .

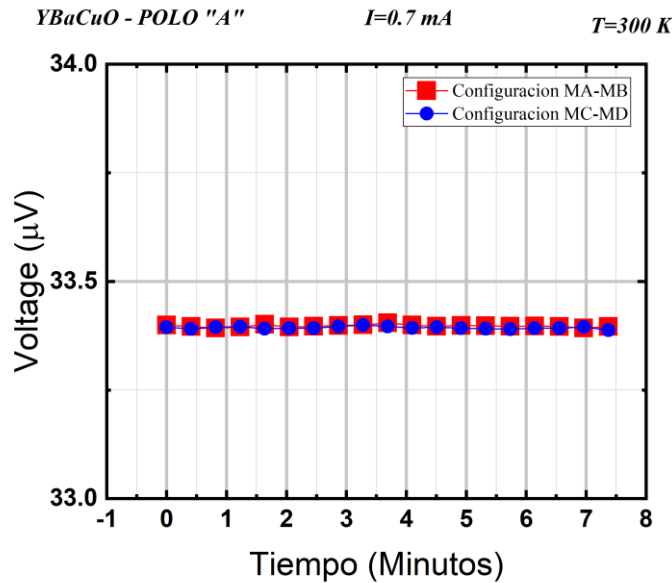


Figura 5.8. Comparación de los voltajes de las configuraciones recíprocas MA-MB y MC-MD, con corriente **0.7 mA**.

5.3.5 Comparación de voltajes para los 12 pares de configuraciones recíprocas variando corrientes

En la sección anterior, se demostró que el Teorema de Reciprocidad se cumple para los 12 pares de configuraciones usando la corriente de **0.7 mA**. En esta sección se presentan los resultados obtenidos en los pares de configuraciones A-B con E-F, C-D con G-H y MA-MB con MC-MD para diferentes valores de corriente.

Nuevamente, las corrientes se variaron desde **0.1 mA** hasta **1.5 mA** con pasos de **0.2 mA**. La temperatura se estabilizó a un valor constante de **300.0 K**. Se obtuvieron 20 lecturas de los voltajes de respuesta de la muestra. Los voltajes promedios de las configuraciones son muy pequeñas, del orden de **μV**.

Las **Tabla 5.2** y **Tabla 5.3** muestran los resultados de los promedios de las 20 lecturas de los voltajes medidos en cada uno de los pares de configuraciones recíprocas, para cada una de las corrientes y sus respectivos errores de mediciones (errores absolutos). Se observa que los valores de los voltajes para V_{C-D} con V_{G-H} y V_{MA-MB} con V_{MC-MD} para cada una de las corrientes son muy parecidas y tomando sus respectivos errores se aproximan mucho a ser iguales.

Corriente (mA)	V_{C-D} (μV)	Error Absoluto (μV)	V_{G-H} (μV)	Error Absoluto (μV)
0.1	4.989	0.003	4.991	0.002
0.3	14.973	0.002	14.975	0.003
0.5	24.955	0.001	24.959	0.003
0.7	34.946	0.002	34.947	0.002
0.9	44.931	0.002	44.933	0.002
1.1	54.919	0.003	54.921	0.002
1.3	64.905	0.008	64.906	0.004
1.5	74.886	0.004	74.888	0.004

Tabla 5.2. Comparación de resultados de los voltajes medidos para cada uno de los pares de configuraciones recíprocas C-D y G-H, para cada una de las corrientes utilizadas.

Corriente (mA)	V_{MA-MB} (μV)	Error Absoluto (μV)	V_{MC-MD} (μV)	Error Absoluto (μV)
0.1	4.771	0.002	4.771	0.003
0.3	14.311	0.003	14.309	0.002
0.5	23.851	0.003	23.849	0.002
0.7	33.397	0.003	33.393	0.003
0.9	42.939	0.002	42.934	0.003
1.1	52.483	0.003	52.477	0.003
1.3	62.028	0.007	62.020	0.006
1.5	71.564	0.003	71.554	0.004

Tabla 5.3. Comparación de resultados de los voltajes medidos para cada uno de los pares de configuraciones recíprocas MA-MB y MC-MD, para cada una de las corrientes utilizadas.

Los resultados de la **Tabla 5.2** y **Tabla 5.3** se presentan gráficamente en las **Figura 5.9** y **Figura 5.10**. Se observa que los valores de voltaje tienen un comportamiento lineal con valores de voltaje prácticamente iguales para los distintos pares de configuraciones. Los insertos en las gráficas son vistas amplificadas de los puntos experimentales donde es posible apreciar las barras de error

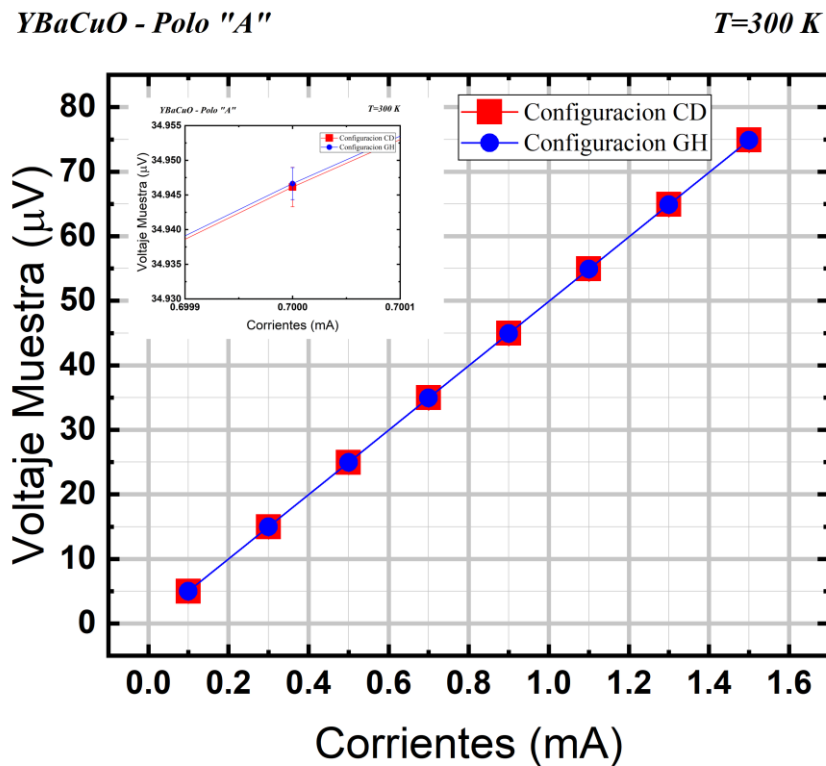


Figura 5.9. Comparación de los voltajes de los pares de configuraciones reciprocas C-D y G-H, con todas las corrientes.

YBaCuO - Polo "A"

$T=300\text{ K}$

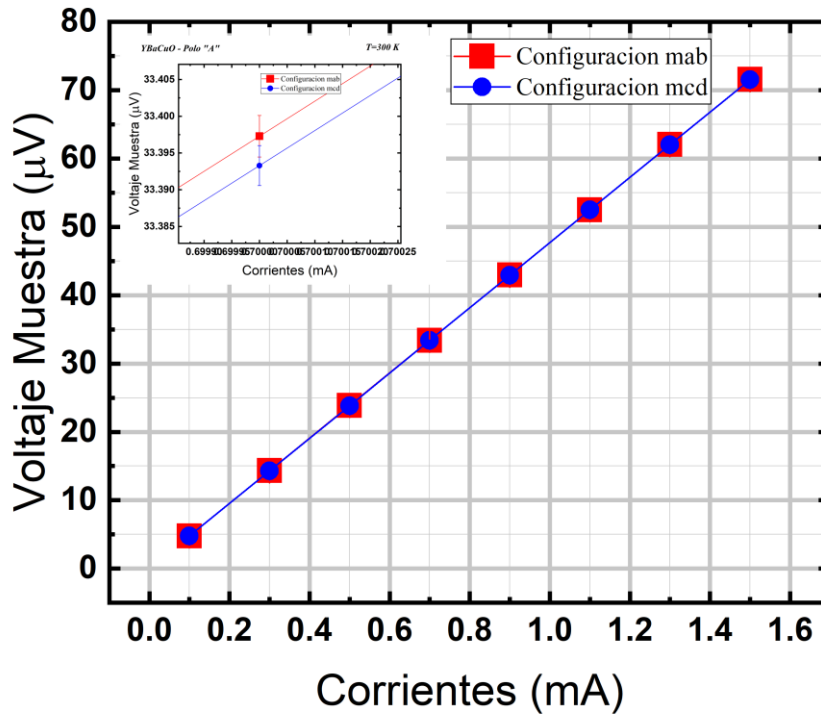


Figura 5.10: Comparación de los voltajes de los pares de configuraciones reciprocas MA-MB y MC-MD, con todas las corrientes.

Estos resultados, demuestran que bajo las condiciones de medición y análisis actuales el Teorema de Reciprocidad si se cumple. Ni los cambios en corriente o par de configuraciones empleada tienen influencia en el cumplimiento del Teorema de Reciprocidad cuando se tiene en cuenta la Fem Térmica durante el análisis.

Capítulo 6

Resultados a Bajas Temperaturas

En este capítulo se presentan los resultados del análisis de la validez del Teorema de Reciprocidad en el Circuito de la Técnica de Cuatro Puntas aplicado a una muestra superconductora de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ expuesta a bajas temperaturas. Para el análisis, se ha eliminado el voltaje térmico mediante el Método de Conmutación descrito en el Capítulo 5. Las mediciones se hicieron entre 20.0 K y 300.0 K .

6.1. Introducción

Como pudimos observar en el Capítulo 5, el Teorema de Reciprocidad se cumple a temperatura ambiente solo cuando se aplica el Método de Conmutación. Además, mostramos que el teorema se sigue cumpliendo sin importar que pares de configuraciones reciprocas se usen y sin importar que valor de corriente se utilice. Ahora en este capítulo, se presentan los resultados de los experimentos realizados a bajas temperaturas. Se escogió la corriente de 1.5 mA y se realizaron las comparaciones para los pares de configuraciones de A-B con E-F, de C-D y de MA-MB con MC-MD.

6.2 Diferencia entre perfil ascendente y descendente de temperatura

Es importante considerar la condición ascendente o descendente de la temperatura. La adquisición de valores de voltaje se realiza al vuelo. En los perfiles ascendentes, el equipo de enfriamiento responde con una velocidad de calentamiento (dV/dT) que es mucho más suave respecto a la velocidad de enfriamiento, esto permite una mejor estabilización de la temperatura para cada medición de voltaje. Por tal razón, se escogió realizar las mediciones durante el perfil ascendente de la temperatura.

6.3 Interpolación de los datos experimentales

Como los valores son tomados al vuelo, se imposibilita que los valores de voltajes para las diferentes configuraciones recíprocas puedan ser tomados con exactamente el mismo valor de temperatura. Este problema puede ser resuelto haciendo una interpolación de datos respecto a la temperatura para garantizar que la comparación de voltajes recíprocas se realice a exactamente a la misma temperatura.

Sin embargo, persiste aun otro problema. Al aplicar el Método de Conmutación para la eliminación de los voltajes térmicos, la introducción de la corriente procede bajo dos situaciones, una positiva y otra negativa. En ambas situaciones se toman datos de la caída de voltaje en la muestra.

El problema que se presenta es que, la adquisición no se realiza de manera simultánea en el tiempo. Esto conduce a una lectura de voltaje para la corriente positiva/negativa con un corrimiento erróneo. A esto se le conoce como la No Simultaneidad en la Adquisición de Datos [42]. La forma más sencilla de eliminar el error producido por la no simultaneidad es a través de una interpolación de los datos de voltaje experimentales. El mismo análisis se extiende para todas las configuraciones recíprocas.

Para resolverlos dos problemas presentados, se realizaron interpolaciones de datos. Se utilizó el Método de Trazadores Cúbicos (cubic spline). Las interpolaciones se realizaron desde **20.0** a **300.0 K**, tomando **0.1 K** de incremento en la temperatura.

6.4 Comparación de los voltajes de los circuitos recíprocos

Los resultados finales se muestran a continuación. Se compararon los voltajes para cada uno de los pares de configuraciones recíprocas. Las comparaciones se hicieron entre las configuraciones A-B y la E-F, la C-D con G-H y la MA-MB con MC-MD. Los correspondientes perfiles de voltaje en función de la temperatura, se presentan en la **Figura 6.1**, **Figura 6.2** y **Figura 6.3**, respectivamente. En todos los casos, la corriente de excitación fue de **1.5 mA**

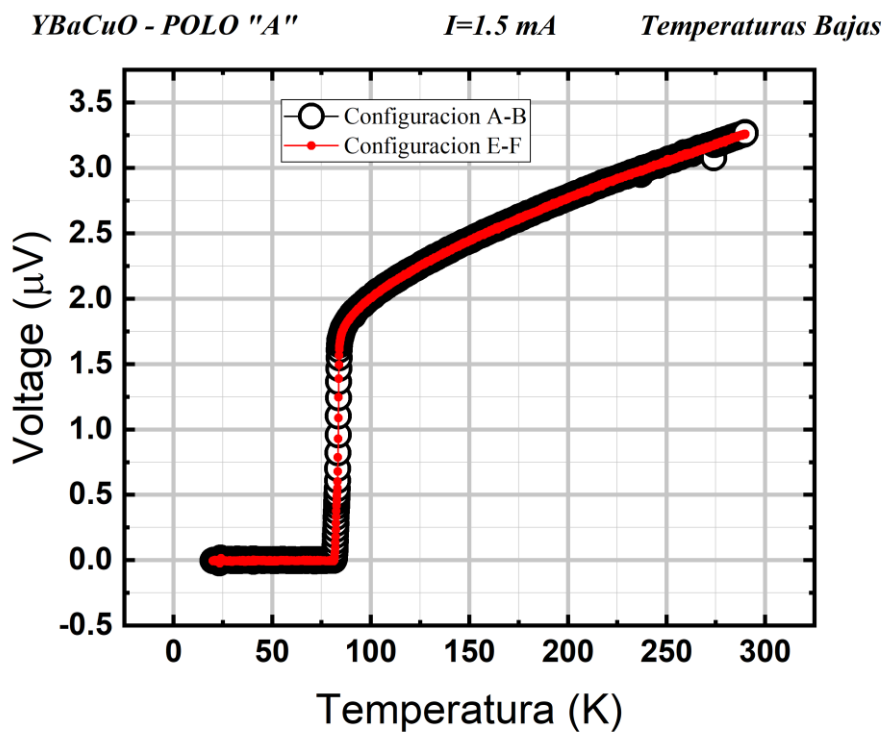


Figura 6.1. Comparación de los voltajes de las configuraciones reciprocas A-B y E-F.

YBaCuO - POLO "A"

I=1.5 mA

Temperaturas Bajas

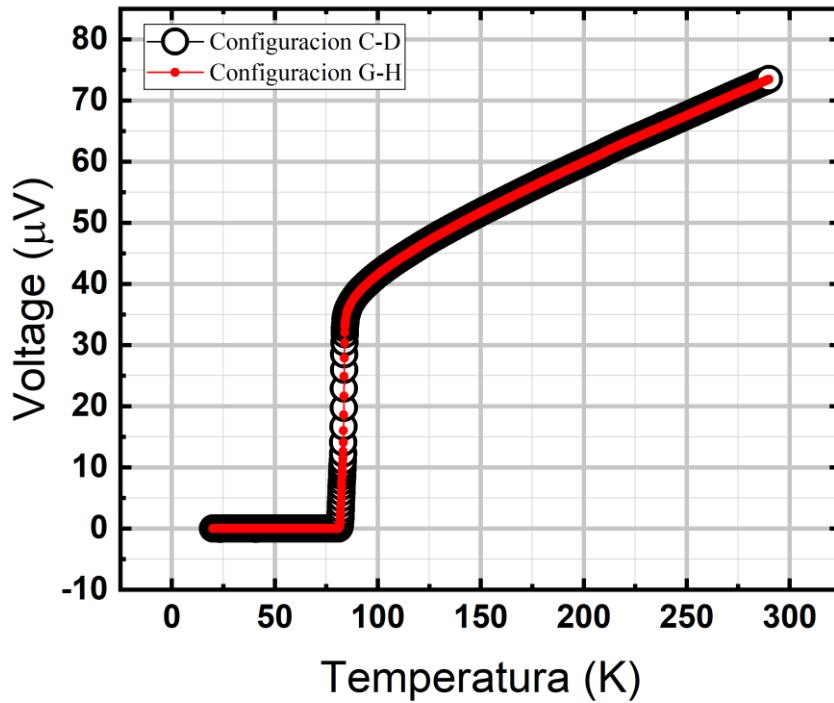


Figura 6.2. Comparación de los voltajes de las configuraciones recíprocas C-D y G-H.

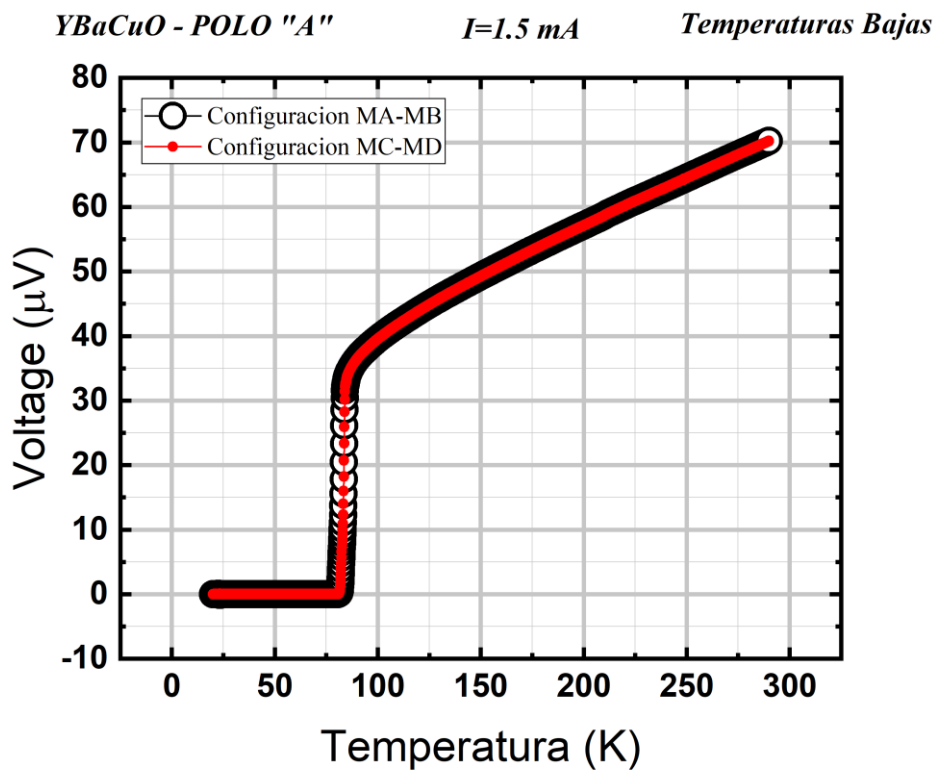


Figura 6.3. Comparación de los voltajes de las configuraciones reciprocas MA-MB y MC-MD.

Como puede observarse en las tres figuras, los voltajes recíprocos coinciden en todas las temperaturas medidas, excepto en la transición superconductor. En cada figura se logra apreciar como los datos se traslapan solamente en las temperaturas correspondientes al Estado Superconductor (voltajes muy cercanos a cero) y en las temperaturas correspondientes al Estado Normal (voltajes diferentes a cero). Sin embargo, en la transición superconductor (alrededor de **83 K**), se logra notar que los voltajes recíprocos dejan de coincidir.

Para mayor claridad, se hizo una ampliación de los tres casos alrededor de la temperatura de transición superconductor. Las **Figuras 6.4, 6.5 y 6.6** muestran las ampliaciones correspondientes a las **Figuras 6.1, 6.2 y 6.3**, respectivamente. En las ampliaciones logra apreciarse mejor que los voltajes recíprocos no coinciden.

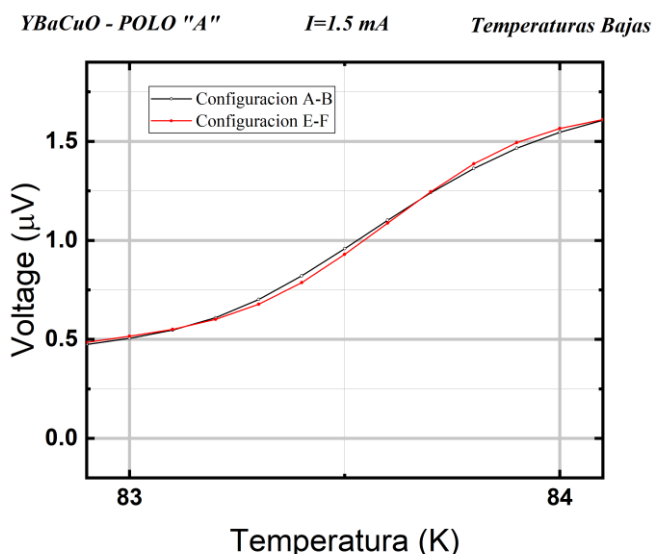


Figura 6.4. Ampliación alrededor de la temperatura de la transición superconductor en el par de configuraciones recíprocas A-B y E-F.

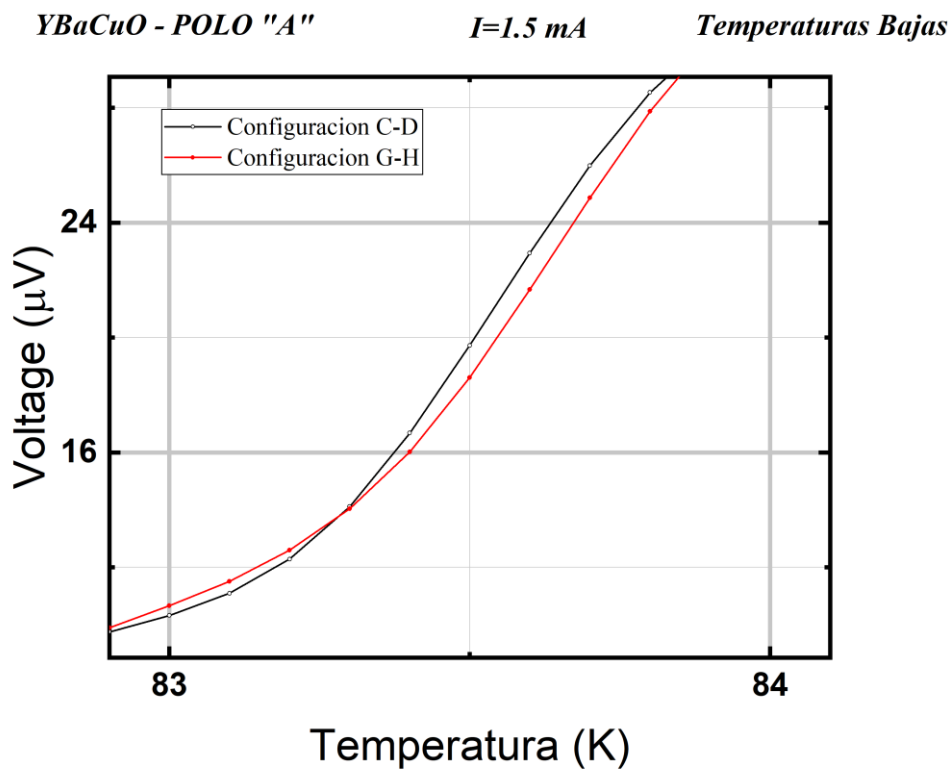


Figura 6.5. Ampliación alrededor de la temperatura de la transición superconductor en el par de configuraciones recíprocas C-D y G-H.

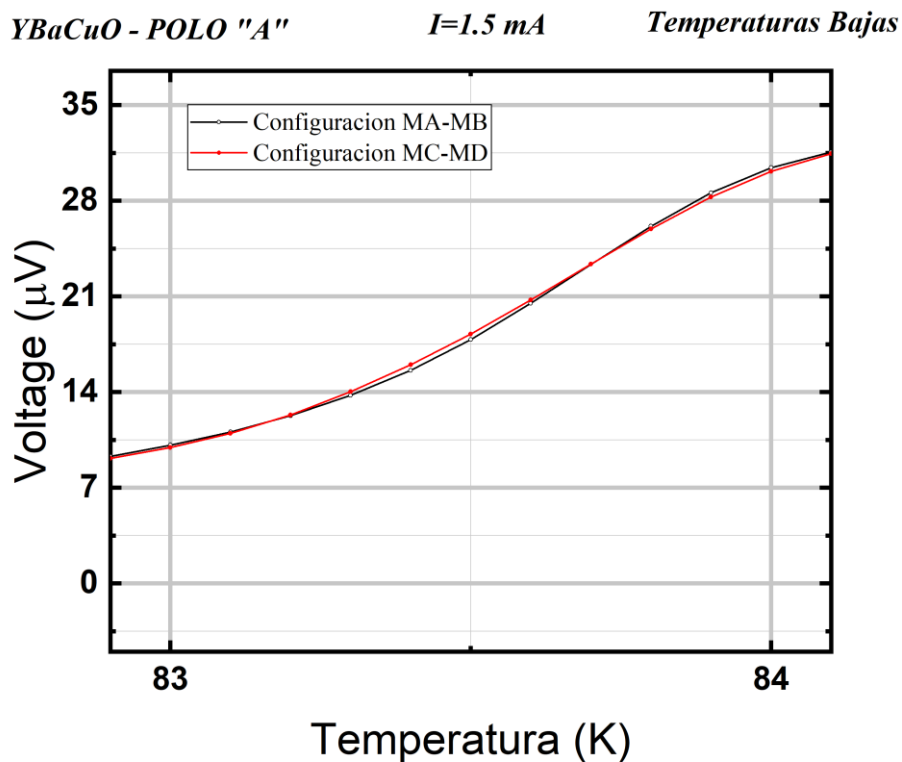


Figura 6.6. Ampliación alrededor de la temperatura de la transición superconductor en el par de configuraciones reciprocas MA-MB y MC-MD.

Por lo tanto, podemos concluir que el Teorema de Reciprocidad solo se cumple (a) a temperatura ambiente, (b) en la Estado Normal, y (c) en el Estado Superconductor. Además, en todos estos casos se cumple, sin importar los pares de configuraciones reciprocas que se usen. Por otro lado, en la región de la Transición Superconductor, el Teorema de Reciprocidad no se cumple.

Capítulo 7

Discusión

El circuito estudiado fue el de la Técnica de Cuatro Puntas aplicado a una muestra superconductora de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. En el Capítulo 4 se encontró que las mediciones de voltaje no satisfacen el Teorema de Reciprocidad debido a que no se tomó en cuenta la contribución de la Fem Térmica. Al eliminar la Fem Térmica, mediante el Método de Conmutación, se demostró que el Teorema de Reciprocidad ya se cumple para mediciones de voltaje a temperatura ambiente (Capítulo 5).

El conocimiento adquirido en el Capítulo 5 se aplicó para realizar mediciones confiables de voltaje a bajas temperaturas. En el superconductor empleado como muestra de prueba, tres regiones de temperatura fueron observadas. Estas regiones fueron analizadas en términos del Teorema de Reciprocidad. (1) Región del Estado Normal (arriba de **85.0 K**), (2) Región Superconductora (debajo de **81.0 K**) y (3) Región de la Transición Superconductora (entre **81.0 K** y **85.0 K**).

En las Regiones (1) y (3), observamos que el Teorema de Reciprocidad se cumple dentro de la resolución experimental de los equipos de medición utilizados. Las pequeñas discrepancias experimentales de los voltajes recíprocos medidos en estas dos regiones caen dentro de las barras de error. En las mediciones de voltaje, las incertidumbres obtenidas fueron de unos pocos nV .

Estos valores son tan pequeños que no logran notarse en las gráficas presentadas en el Capítulo 6. Con la escala utilizada en esas gráficas, los perfiles de voltaje en función de la temperatura muestran un extraordinario traslape en las Regiones (1) y (3), satisfaciendo así el Teorema de Reciprocidad.

Sin embargo, la validez del Teorema de Reciprocidad encontrada en las Regiones (1) y (3) está condicionada por las limitaciones experimentales. Sería prudente decir que solo hemos encontrado que esta validez es cierta dentro de la resolución experimental de unos cuantos nV . Aunque el medidor de voltaje permite medir voltajes tan bajos como $0.1 nV$, las incertidumbres son **10-500 veces mayores**. Por lo tanto, debemos decir que Teorema de Reciprocidad se cumple en el circuito estudiado solo en las Regiones (1) y (2) pero solo dentro de la resolución experimental de **50 nV**. Sería interesante utilizar a futuro un **SQUID** para mejorar las sensibilidades (valores más bajos) y resoluciones (número de dígitos confiables) en las mediciones de voltaje. Especulamos que aun así, el Teorema de Reciprocidad pudiera seguir satisfaciéndose en estas dos regiones de temperatura.

En la Región (2), el Teorema de Reciprocidad no se cumple. En la transición del Estado Normal, Región (1), al Estado Superconductor, Región (3), los voltajes recíprocos difieren. La diferencia en los voltajes es mayor a las barras de error. Esto puede notarse directamente en las **Figuras 6.4, 6.5 y 6.6** mostradas en el capítulo anterior. Las barras de error son tan pequeñas que no pueden mostrarse en las figuras.

Podemos decir con la confianza que nos brinda la comparación con las barras de error que efectivamente el Teorema de Reciprocidad no se cumple justo en la transición superconductora. Este es un resultado sorprendente y representa uno de los aportes más significativos de la presente Tesis.

La pregunta inmediata que surge es el por qué el Teorema de Reciprocidad deja de cumplirse en la transición superconductora. Resulta ahora interesante el investigar a fondo cuales son los factores físicos involucrados en la Región de la transición que conducen al incumplimiento del Teorema de Reciprocidad. Hasta nuestro conocimiento, estudios de esta propiedad están ausentes en la literatura.

En las mediciones que se realizaron con **AFM** y **SEM** a la muestra de prueba utilizada en esta tesis (Ver Apéndice A), pudimos observar que la muestra tiene una morfología rugosa y granular. Al principio creemos que, esto podría afectar la verificación del Teorema de reciprocidad en todas las temperaturas. Sin embargo, encontramos que el teorema se cumple, en las regiones (1) y (3) a pesar de las notorias irregularidades que presenta la muestra de prueba. Por lo tanto, debemos descartar que el incumplimiento del Teorema de Reciprocidad en la transición superconductora se deba a las irregularidades y falta de uniformidad en la muestra.

Otros factores deberían considerarse. El tamaño finito de los contactos eléctricos podría ser un factor. Los contactos eléctricos para los cuatro alambres de prueba sobre la superficie de la muestra se pegan con pintura de plata. Aunque se tiene extremo cuidado para definir un tamaño homogéneo en diámetro de la gota de plata, existen variaciones fuertes a nivel micrométrico. La transición superconductora podría ser muy sensible a esta fuente de error. Otro factor podrá ser la velocidad y aceleración de calentamiento durante la adquisición de datos de los voltajes.

En la transición superconductora la dV/dT y d^2V/dT^2 tienen cambios bruscos, lo que imposibilita realizar una corrección precisa mediante interpolación. Una posible estrategia para abordar esta fuente de error ser a aumentar la tasa de adquisición de datos en la región de transición. Otro factor podría ser cambios estructurales en el material durante la transición. Por otra, el uso de equipos más precisos, como el **SQUID**, tampoco son ayuda. Lo que se encontraría en la Región de la Transición Superconductora es que las barras de error serían más pequeñas, y por lo tanto seguir a sin cumplirse el teorema.

Los mecanismos que dan origen al incumplimiento del Teorema de Reciprocidad durante la transición superconductora queda como un problema abierto para futuras investigaciones.

Capítulo 8

Conclusiones

Se investigó la simetría en las mediciones eléctricas en una muestra del compuesto superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ utilizando la Técnica de Cuatro Puntas. Se encontró que los voltajes térmicos (o fem térmica) influyen drásticamente en las mediciones de voltaje. Si estas no son eliminadas, las mediciones de voltaje son alteradas severamente. Estas corrupciones en los datos de voltaje conducen a que el Teorema de Reciprocidad sea interpretado erróneamente que no se cumple, como se mostró en las mediciones a temperatura ambiente presentadas en el Capítulo 4. En realidad, se trata de un problema de medición que debe ser resuelto antes de verificar el Teorema de Reciprocidad. Una vez resuelto el problema, con ayuda del Método de Conmutación presentado en el Capítulo 5, el Teorema de Reciprocidad sí se satisface a temperatura ambiente. Se demostró también que el teorema sigue siendo válido sin importar las configuraciones recíprocas estudiadas ni el valor de la corriente utilizada.

Una vez eliminada la fem térmica, se realizaron también mediciones a bajas temperaturas con la finalidad de romper la simetría durante la transición superconductor de la muestra de prueba, el compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

El Teorema de Reciprocidad se cumple en toda la región de temperaturas que corresponde al Estado Normal (entre **85.0** y **300.0 K**), al igual que en la región de temperaturas correspondientes al Estado Superconductor (abajo de **81.0 K**). Durante la Transición Superconductor (entre **81.0** y **85.0 K**), se rompe la simetría al intercambiar la fuente de corriente y medidor de voltaje en el circuito de la Técnica de Cuatro Puntas, haciendo que el Teorema de Reciprocidad deje de cumplirse.

El rompimiento de la simetría durante la transición superconductor es un tema interesante. Podría ayudar a entender mejor los mecanismos que dan origen al surgimiento de la superconductividad, un tema que aún no ha sido resuelto en los cerámicos de alta temperatura crítica, como lo es el compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Más trabajos sobre el incumplimiento del Teorema de Reciprocidad durante la transición superconductor deben investigarse a futuro.

Apéndice A

Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y de Fuerza Atómica (AFM)

En este apéndice mencionaremos las Técnicas de Microscopia que se aplican a nuestra muestra. Estas técnicas son **SEM** y **AFM**, las cuales ocupamos para medir la morfología de nuestra muestra y poder descartar la contribución de la morfología microscopia en el incumplimiento del Teorema de Reciprocidad en la transición superconductor.

A.1 Microscopio Electrónico de Barrido

El Microscopio Electrónico de Barrido (**SEM**, por Scanning Electron Microscope) es una técnica de microscopia electrónica capaz de producir imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra utilizando las interacciones electrón-materia. Utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen.

El **SEM** que ocupamos para analizar la morfología de nuestra muestra del compuesto de **YBaCuO** es un microscopio electrónico de barrido Field Emission Scanning Electron Microscope modelo JSM-7800F (Ver **Figura A.1** y **Figura A.2**)



Figura A.1. Modelo del SEM.



Figura A.2. SEM: (a) Vista frontal del SEM. (b) Vista lateral del SEM.

Al medir la muestra en SEM pudimos observar que tiene una morfología granular, la cual al inicio podría ser un factor para que no se llegue a cumplir el Teorema de Reciprocidad en la muestra. Pero resulta que nuestra muestra a pesar de tener esa morfología si cumple con el Teorema de Reciprocidad a temperatura ambiente, en el Estado Normal y en el Estado Superconductor. Por esa razón desechamos la morfología granular como factor. Esto lo podemos observar en las **Figura A.3** y **Figura A.4**.

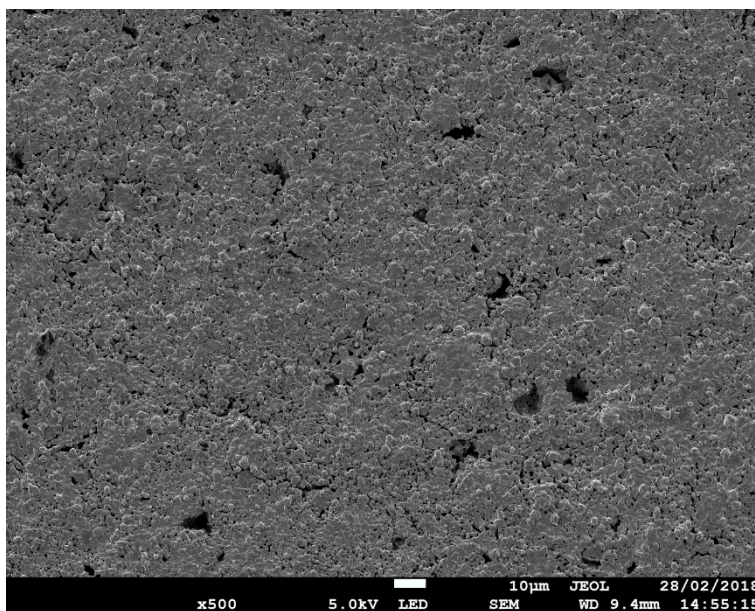


Figura A.3. Imagen en SEM de la muestra de YBaCuO, a x500.

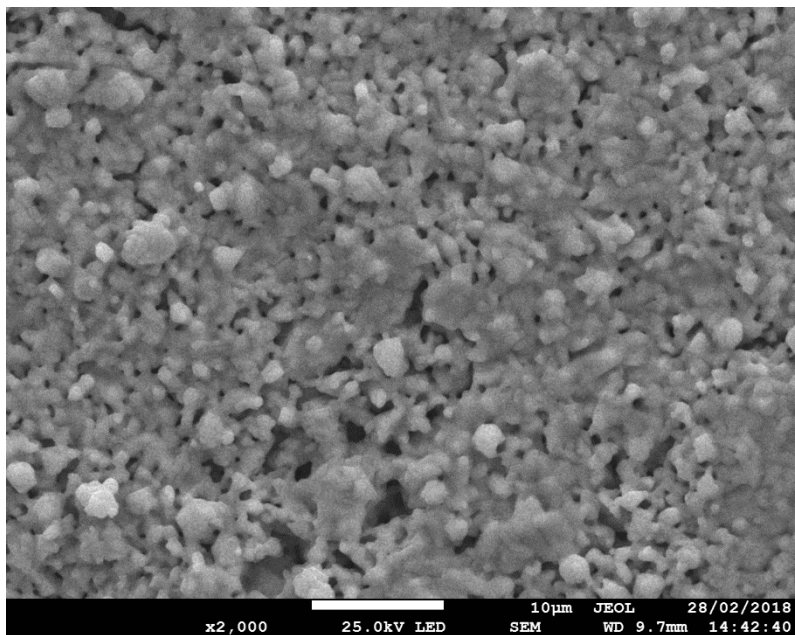


Figura A.4. Imagen en SEM de la muestra de YBaCuO, a x2000.

En la **Figura A.5** podemos observar los relieves característicos del YBaCuO. Esos relieves pueden ser factores de error en nuestras mediciones. Pero como se cumple el Teorema de Reciprocidad a temperatura ambiente y en las regiones del Estado Normal y en el Estado Superconductor, entonces queda desechada esta idea.

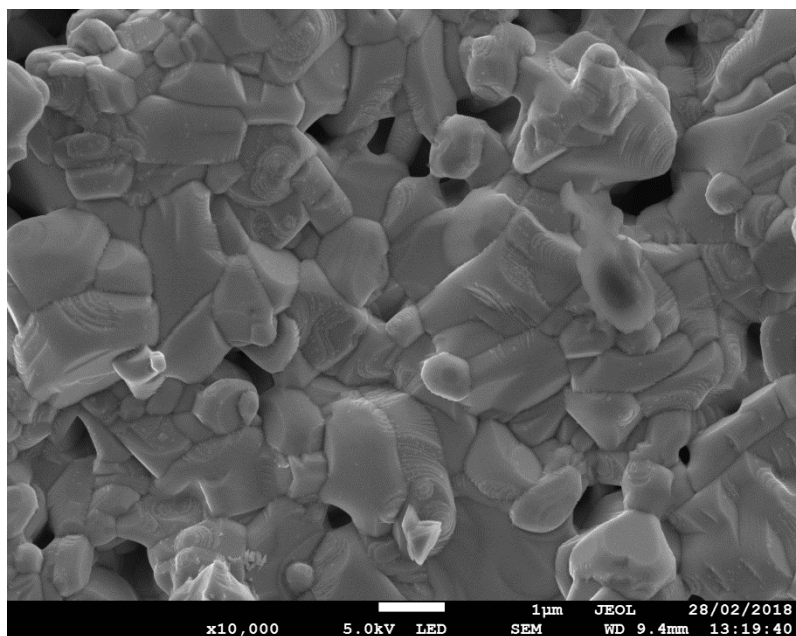


Figura A.5. Imagen en SEM de la muestra de YBaCuO, a x10000.

Se le realizó a la pastilla un análisis EDS en donde se observa que el primer pico corresponde al carbono (**C= 284.2 eV**), el cual no pertenece al YBCO. El carbono resulta por impurezas adheridas en el proceso de fabricación de la pastilla; la intensidad es tan baja que se puede despreciar. Recordar que EDS es una técnica volumétrica y por lo tanto se puede asociar la intensidad del pico con la cantidad de volumen en la muestra. Las siguientes líneas son las del oxígeno (**O = 0.5431 keV**), cobre (**Cu = 0.932 keV** y **Cu = 0.9523 keV**), itrio y luego las del bario entre los **4 keV** y **6 keV**.

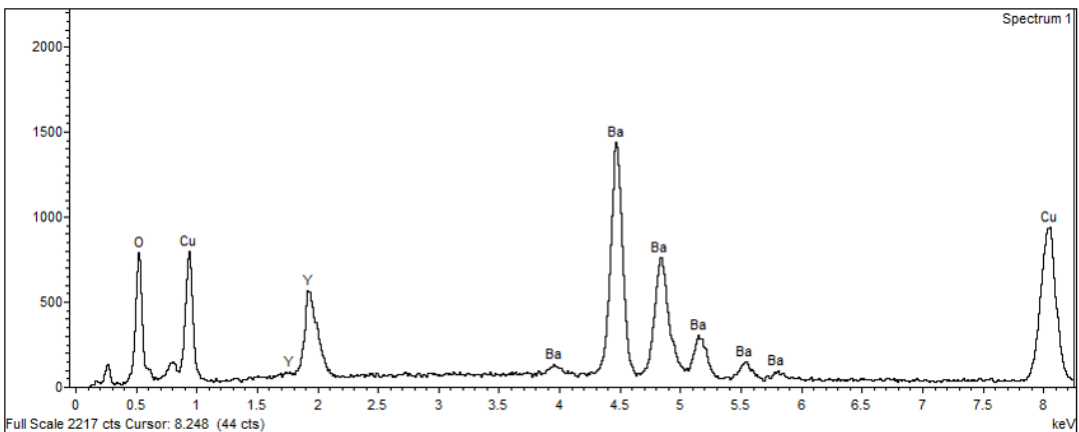


Figura A.6. Espectro EDS característico del YBACO.

A.2 Microscopia de Fuerza Atómica

La microscopia de fuerza atómica es una técnica mecano-óptico capaz de detectar fuerzas de orden de los nanomewtons. Al rastrear una muestra con la sonda piramidal es capaz de registrar continuamente su topografía. La sonda va acoplada a una palanca microscópica muy flexible de aproximadamente **400 μm** .

El microscopio de fuerza atómica que se utilizó para realizar las mediciones de este trabajo es un modelo Dimension Edge System de la marca Bruker y tiene las siguientes especificaciones. Realiza mediciones de topografía en condiciones de aire y liquido en muestra de hasta **150 mm** de diámetro, **15 mm** de espesor y con una resolución lateral de **10 nm** (Ver **Figura A.7**).



Figura A.7. AFM Dimension Edge System Bruker

Las imágenes que se pudieron obtener para estudiar la topografía del material por **AFM**, nos muestran que tiene una superficie muy rugosa (Ver. **Figura A.8**). La **Figura 8.8 (a)** es la medición de la topografía a en una escala de **5.0 μm** , en ella podemos observar la rugosidad de la muestra. Además, se observan las fronteras entre dos granos. La **Figura 8.8 (b)** está a una escala de **2 μm** , la imagen de la topografía y es donde se ve mejor las fronteras y la rugosidad de la muestra. La **Figura 8.8 (c)** es una topografía a **2.5 μm** .

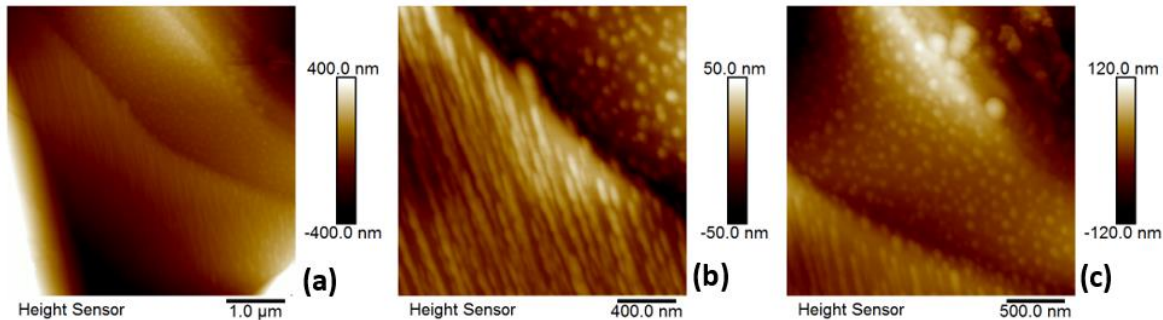


Figura A.8. Imágenes Topografía de la muestra a diferentes magnificaciones.

La **Figura A.9** muestra tres imágenes de fase obtenidas con el modo tapping del equipo. Estas imágenes se obtuvieron de manera simultánea con las de la **Figura A.8**.

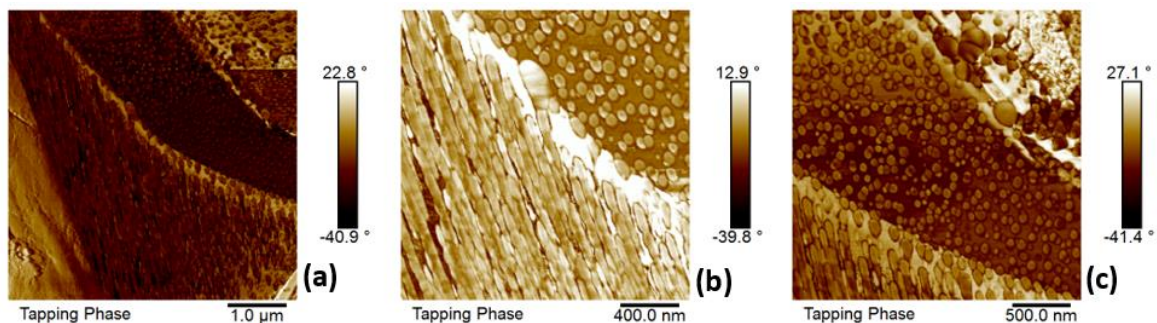


Figura A.9. Imágenes de fase obtenidas con el AFM.

La **Figura A.10** muestra las imágenes de la topografía en **3D**, la **Figura A.10 (a)** muestra la imagen **3D** de la **Figura A.8 (b)**, la **Figura A.10 (b)** muestra la imagen **3D** de la **Figura A.8 (a)** y la **Figura A.10 (c)** muestra la imagen **3D** de la **Figura A.8 (c)**.

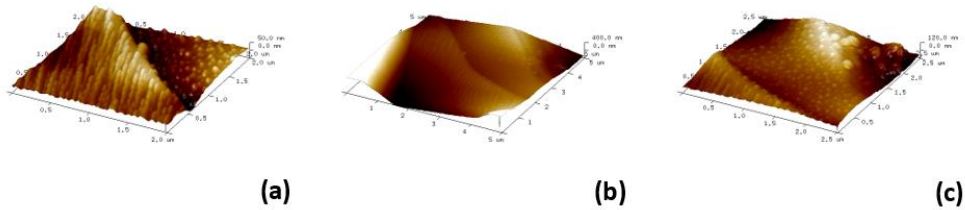


Figura A.10. Imágenes Topográficas en **3D**: (a) **Figura A.8 (b)**. (b) **Figura A.8 (a)**. (c) **Figura A.8 (c)**.

Por ultimo mostro los mapas de conductividad que obtuvimos en **AFM**, donde podemos notar las zonas de mejor conductividad de la muestra, en diferentes regiones de la superficie. En la **Figura A.11** muestra un mapa de conductividad que tiene un tamaño de escaneo de **1.0 μm** .

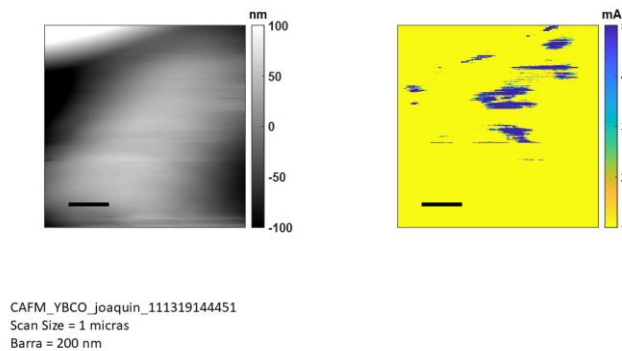


Figura A.11. Mapa de Conductividad: Tamaño de Mapeo de **1.0 μm** .

La **Figura A.12** muestra mapas de conductividad que tiene un tamaño de escaneo de **2.0 μm** , estos 4 paneles son de diferentes regiones de la muestra, este tamaño de escaneo fue la óptima para realizar varias mediciones en esta muestra.

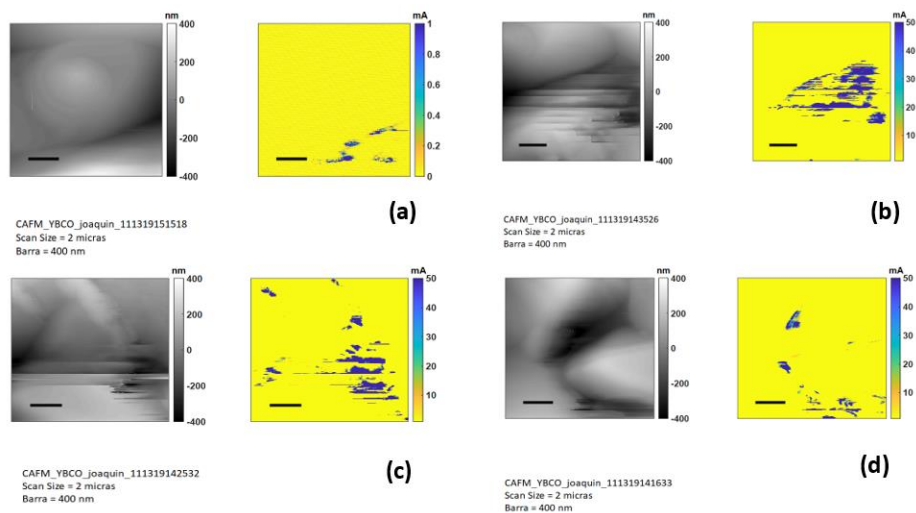
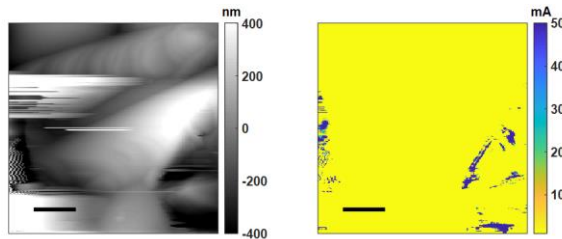


Figura A.12. Mapa de Conductividad: Tamaño de Mapeo de **2.0 μm**

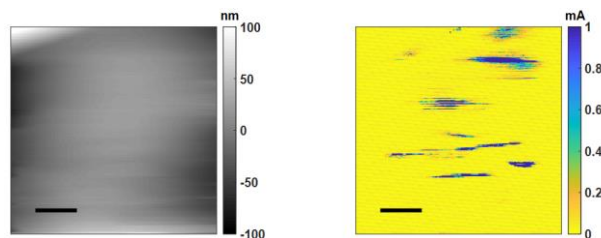
La **Figura A.13** muestra un mapa de conductividad que tiene un tamaño de escaneo de **5.0 μm** .



CAFM_YBCO_joaquin_111319135325
Scan Size = 5 micras
Barra = 1 micra

Figura A.13. Mapa de Conductividad: Tamaño de Mapeo de **5.0 μm** .

La **Figura A.14** muestra un mapa de conductividad que tiene un tamaño de escaneo de **800.0 nm**. La idea de mostrar mapas de conductividad con diferentes tamaños de escaneo, fue para analizar la mejor manera la superficie conductora de la muestra.



CAFM_YBCO_joaquin_111319145340
Scan Size = 800 nm
Barra = 160 nm

Figura A.14. Mapa de Conductividad: Tamaño de Mapeo de **800.0 nm**.

A.3 Conclusiones

A pesar de los grandiosos descubrimientos en la morfología de la muestra, tanto en **SEM** donde observamos que esta muestra es muy granular y en **AFM** que es muy rugosa. Estos factores fueron desechados como posibles fuentes de error en nuestras mediciones para que no se valide el Teorema de Reciprocidad en la región de transición superconductora. Ya que la muestra tiene esa morfología y el teorema se valida en la región normal, superconductora y a temperatura ambiente por eso se desechó la morfología como fuente de error.

Bibliografía

- [1] F. J. García, Teoría de circuitos, EUITI Virgen de La Paloma (Universidad Politécnica de Madrid UPM). 2000.
- [2] A. H. Robbins and W. C. Miller, Análisis de Circuitos. Cuarta Edición. CENGAGE Learning. Ciudad de México, México, 2008.
- [3] Keithley, Low Level Measurements Handbook, 7th Edition. Tektronix, 2010.
- [4] J. E. Edminister, Teoría y problemas de circuitos electrónicos, McGraw-Hill. Ciudad de México, México, 1986.
- [5] V. M. Parrar, Circuitos Eléctricos, Editorial UNED, Volumen I. 2003.
- [6] V. M. Parra, Circuitos Eléctricos, Editorial UNED, Volumen II. 2003.
- [7] V. M. Parrar, Teoría de Circuitos, Editorial UNED, Volumen I. 1988.
- [8] E. Lazaror, Teoría de circuitos eléctricos, McGraw-Hill. Ciudad de México, México, 1997.
- [9] J. A. P. Lucas, ESTUDIO DE RESISTIVIDAD EN PELICULAS DELGADAS MEDIANTE EL METODO DE VAN DER PAUW A BAJAS TEMPERATURAS. Tesis de Maestría, Instituto de Física Luis Rivera Terrazas, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Apartado Postal J-48, Puebla Pue 72570, México. 2019.
- [10] I. Janecek and P. Vasek, Reciprocity theorem in high temperature superconductors. University of Ostrava, Duprakova, Ostrava, Czech Republic. 2002.
- [11] C. B. Carter and M. G. Norton, Ceramic Materials. Second edition. Springer, New York, 2013.
- [12] M. Cryot and D. Pavona, Introduction to Superconductivity High-Tc Material, (World Scientific), P. 1995.

- [13] N. P. Amaro, Sistema para realizar mediciones finas de resistencia en materiales superconductores. Tesis de Licenciatura, Facultad de Físico-Matemáticas, Universidad Autónoma de Puebla, Apartado Postal J-48, Puebla, Pue 72570, México. 2002.
- [14] P. J. Ouseph and S. Carter, Automatic measurement of resistance of high-temperature superconductors, *Review of Scientific Instruments*, vol. 60, no. 3. 1989.
- [15] N. P. Amaro, Superconductividad reentrante como un Pseudo Efecto. Tesis de Maestría, Instituto de Física. Puebla, Pue., México. 2004.
- [16] I. Miccoli and C. Tegenkamp., The 100th anniversary of the four-point probe technique: The role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems, *Journal of Physics Condensed Matter*, vol 27, no, 22. 2015.
- [17] R. W. G. and D. B. Rogers., Four-probe device for accurate measurement of temperature dependence of electrical resistivity on small, irregularly shaped single crystals with parallel sides, *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 37. 1966.
- [18] A. Cybriwsky, Wide temperature range four point probe device for measuring electrical resistivity, *Review of Scientific Instruments*, vol. 37, no. 7. 1966.
- [19] J. G. Pack and G. G. Libowitz, Low temperature electrical resistivity measurements on reactive samples, *Review of Scientific Instruments*, vol. 40, no. 3. 1969.
- [20] D. Cahen and J. R. Anderson, A four probe cell for rapid resistivity measurements, *Review of Scientific Instruments*, vol. 44, no. 11. 1973.
- [21] M. N. Pitsakis and X. Wang, Automated superconductor measurements system, *Review of Scientific Instruments*, vol. 60, no. 1. 1989.
- [22] L. R. Tessler, Low cost data acquisition system for transport characterization of high-Tc superconductors, *Review of Scientific Instruments*, vol. 61, no. 2. 1990.
- [23] J. J. Wnuk and H. J. L. van der Steen, Automated system for resistance and critical current measurements, *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, no. 7. 1991.

- [24] M. Futamata., A computer-controlled measurement system for electrical conductivity using the Reciprocity Theorem at various temperatures, *Measurement Science and Technology*, vol. 3. 1992.
- [25] H. R. Kokabi and G. Desgardin, A new device for electrical resistivity measurements as a function of temperature (86-700 K) under controlled atmosphere by the four-probe method, *Review of Scientific Instruments*, vol. 64, no. 6. 1993.
- [26] M. K. Marhas and R. Srinivasan, A fully automated precise electrical resistance measurement system, *Review of Scientific Instruments*, vol. 67, no. 8. 1996.
- [27] A. L. Pope and T. M. Tritt, Apparatus for the rapid measurement of electrical transport properties for both needle-like and bulk materials, *Review of Scientific Instruments*, vol. 72, no. 7. 2001.
- [28] L. Abadlia and J. G. Gasser, New experimental methodology, setup and LabView program for accurate absolute thermoelectric power and electrical resistivity measurements between 25 and 1600 K: Application to pure copper, platinum, tungsten, and nickel at very high temperatures, *Review of Scientific Instruments*, vol. 85, no. 9. 2014.
- [29] J. Chaussy and J. Mazuer, Simultaneous measurements of thermopower, thermal conductivity, and electrical resistivity between 1.2 and 350 K, *Review of Scientific Instruments*, vol. 52, no. 11. 1981.
- [30] T. Nakama and K. Yagasaki, Experimental set-up for thermopower and resistivity measurements at 100-1300 K, *Measurement Science and Technology*, vol. 12. 2001.
- [31] O. Bouou and B. Lenoir, Experimental setup for the measurement of the electrical resistivity and thermopower of thin films and bulk materials, *Review of Scientific Instruments*, vol. 76, no. 5. 2002.
- [32] A. Soni and G. S. Okram, Resistivity and thermopower measurement setups in the temperature range of 5-325 K, *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 12. 2008.

- [33] L. van der Pauw, A METHOD OF MEASURING SPECIFIC RESISTIVITY AND HALL EFFECT OF DISCS OF ARBITRARY SHAPE, Philips Research Reports, vol. 13, no. 1. 1958.
- [34] L. van der Pauw, A Method of Measuring the Resistivity and Hall Coefficient on Lamellae of Arbitrary Shape, Philips Technical Review, vol. 20, no. 8. 1958.
- [35] L. van der Pauw, Determination of resistivity tensor and Hall tensor of anisotropic conductors, Philips Res. Repts, vol. 16, no. 1. 1961.
- [36] D. C. Worledge, Reduction of positional errors in a four-point probe resistance measurement, Applied Physics Letters, vol. 84, no. 10. 2004.
- [37] J. Mackey and A. Sehirlioglu, Uncertainty analysis for common Seebeck and electrical resistivity measurement systems, Review of Scientific Instruments, vol. 85, no. 8. 2014.
- [38] R. Hall, Minimizing errors of four point probe measurements on circular wafers, Journal of Scientific Instruments, vol. 44, no. 1. 1967.
- [39] J. K. Hargreaves and D. Millard, The accuracy of four-probe resistivity measurements on silicon, British Journal of Applied Physics, vol. 13, no. 5. 1962.
- [40] F. M. Smits, Measurement of Sheet Resistivities Four-Point Probe, The Bell System Technical Paper, vol. 37, no. 3. 1957.
- [41] D. S. Perlo, Four-point sheet resistance correction factors for thin rectangular samples, Solid State Electronics, vol. 20, no. 8. 1977.
- [42] Z. Zhou and C. Uher, Apparatus for Seebeck coefficient and electrical resistivity measurements of bulk thermoelectric materials at high temperature, Review of Scientific Instruments, vol. 76, no. 2. 2005.
- [43] V. G. Vazquez, Biased four-point probe resistance, Review of Scientific Instruments, vol. 88, no. 11. 2017.
- [44] M. Buttiker, Four-Terminal Phase-Coherent Conductance, Review of Scientific Instruments, Vol. 57. pag. 1761-1764. 1989.
- [45] V. G. Vazquez and A. C. Cabrera, Selected error source in resistance measurements on superconductors. Instituto de Física Luis Rivera Terrazas, Universidad Autónoma de Puebla, Apartado Postal J-48, Puebla, Pue 72570, México. 2001.
- [46] Electrical4U, Reciprocity Theorem. 2018.

