



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN CRIOSTATO, PARA  
LA CARACTERIZACIÓN DE DIFERENTES  
MATERIALES POR SUS PROPIEDADES DE  
TRANSPORTE**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

**FÍSICO**

**P R E S E N T A :**

**MARCO ANTONIO MARTÍNEZ FUENTES**



**DIRECTOR DE TESIS:  
M. EN C. LUIS MANUEL LEÓN ROSSANO**

**2010**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## Hoja de Datos de Jurado

|   |
|---|
| <p>1. Datos del Alumno</p> <p>Martínez<br/>Fuentes<br/>Marco Antonio<br/>53 88 45 86<br/>Universidad Nacional Autónoma de México<br/>Facultad de Ciencias<br/>Física<br/>30108704-3</p> |
| <p>2. Datos del Tutor</p> <p>M. en C.<br/>Luis Manuel<br/>León<br/>Rossano</p>  |
| <p>3. Datos del Sinodal 1</p> <p>Dr.<br/>Francisco<br/>Morales<br/>Leal</p>   |
| <p>4. Datos del Sinodal 2</p> <p>Dra.<br/>Andrea Luisa<br/>Aburto<br/>Espina</p>  |
| <p>5. Datos del Sinodal 3</p> <p>Fís.<br/>Andrés Valentín<br/>Porta<br/>Contreras</p>   |
| <p>6. Datos del Sinodal 4</p> <p>Dr.<br/>Roberto José Raúl<br/>Gleason<br/>Villagrán</p>  |
| <p>7. Datos del Trabajo Escrito</p> <p>Diseño y construcción de un criostato, para la caracterización de diferentes materiales por sus propiedades de transporte<br/>75p<br/>2010</p>   |

# Agradecimientos

Quiero agradecer en primer lugar a mi asesor Luis Manuel León Rossano sobre todo por la amistad que me brindo. Y por la supervisión y apoyo en el proyecto de tesis desde el inicio hasta la conclusión del mismo. Así como los consejos en todo el tiempo de mi permanencia en el laboratorio.

Quiero agradecer a mi papá Marco Antonio Martínez Alegría. Quien me asesoro en la construcción, diseño y manufactura del criostato. Así como recomendaciones para el trabajo.

Quiero agradecer, en general, al personal del Laboratorio de Física Moderna por el apoyo en la construcción del criostato.

Quiero agradecer el Taller Mecánico Buenos Aires, por la manufactura de algunas piezas especiales del criostato. Así como los consejos de diseño y construcción del mismo.

# Dedicatorias

*Quiero dedicar esta tesis a mis padres (María Lucero Fuentes González y Marco Antonio Martínez Alegría) y mis dos hermanos (Luz María Martínez Fuentes y Jorge Eduardo Martínez Fuentes). Quienes sin ellos mi estancia en la carrera de física no hubiera podido ser posible, ya que me brindaron los recursos y un apoyo inigualable desde el inicio. Son ellos quienes me tuvieron que soportar cuando llegaba cansado, molesto, fastidiado y con quienes compartí siempre mis experiencias. Muchas Gracias.*

También al resto de mi familia, quienes me brindaron su confianza en todo momento.

Desde antes de empezar mi carrera en física, hasta el momento en que la concluí, existieron personas con las cuales siempre conté y a ellos también les pertenece parte de este trabajo. Me refiero a Alejandra Zarate, Patricia Ponciano y Janet Solís. Y también a Flor, Christian, Héctor, Juan y Karina, en donde quiera que se encuentren ahora.

Desde el inicio de la carrera he conocido a mucha gente, la cual ha cambiado mi forma de pensar y mi forma de actuar. Son estas personas a las cuales quiero dedicarles también esta tesis:

Tres personas con las cuales he viajado más que con cualquier otra persona: Alessio, Jorge y Alejandro. De ustedes 3 aprendí tanto que aún en éste momento me es útil. Y sobre todo gracias por las experiencias en los viajes, jamás lo olvidare.

A todos mis amigos y compañeros de Tiro con Arco (Lauro Franco) de la UNAM. Con quienes viaje, experimente la adrenalina, decepciones y triunfos. Sobre todo a Ares, Toño y Flash.

A los amigos del museo UNIVERSUM con quienes viví retos, dolores de cabeza y mucha diversión. Sobre todo a Rosario (rosaurio), Mónica, Samuel, Silvia, Paty (mo-shi-mo-shi), Brenda, Rebeca, Hugo, Mike e Isabel.

Hay personas quienes aparecieron en momentos difíciles y sin ellos hubiera sido todo un tormento este viaje, me refiero a Zurika y Tania, y aunque el tiempo decidió que se separaran nuestros caminos, gracias por todo.

Por ultimo, a Xitzel (morsa) quien desde el momento que la conocí me brindo su confianza, apoyo y no ha dejado de darme ánimos. Con ella aprendí que la “*La vida es un carnaval*” y en donde quiera que se encuentre espero que no lo olvide.

|  |    |
|--|----|
| Índice.....  | 1  |
| Introducción.....  | 3  |
| Capítulo 1 Conceptos básicos para el desarrollo del criostato.....                         | 7  |
| 1.1 Transferencia de calor y calor específico.....   | 7  |
| 1.2 Teoría de termopares.....  | 12 |
| 1.2.1 Termometría y sensores.....  | 14 |
| 1.3 Técnica de 4 puntas.....   | 15 |
| 1.4 Resistividad eléctrica y superconductividad.....                                       | 16 |
| Capítulo 2 Criostato.....  | 20 |
| 2.1 La primer sección del criostato.....   | 22 |
| 2.1.1 El recipiente principal de contención.....   | 22 |
| 2.1.2 El porta muestras.....   | 23 |
| 2.1.3 El calefactor.....   | 24 |
| 2.2 La segunda sección del criostato.....  | 27 |
| 2.2.1 El soporte del criostato.....  | 28 |
| 2.2.2 Los conectores eléctricos.....   | 29 |
| 2.3 La tercera sección del criostato.....  | 30 |
| 2.3.1 El sistema de vacío.....   | 31 |
| Capítulo 3 Sellos del criostato.....   | 34 |
| 3.1 Sellos de la primera sección del criostato.....  | 34 |
| 3.1.1 Aleación de Lipowitz.....  | 34 |
| 3.1.2 Barniz VGE-7031.....   | 36 |
| 3.2 Sellos de la segunda sección del criostato.....  | 37 |
| 3.2.1 Soldadura de plata.....  | 37 |
| 3.2.2 Acetato polivinilo (PVA) y silivolt.....   | 39 |
| 3.3 Sellos de la tercera sección del criostato.....  | 40 |
| Capítulo 4 Caracterización y resultados.....   | 41 |
| 4.1 Tiempo de enfriado del criostato.....  | 41 |
| 4.2 Calibración del termopar T y del controlador de temperatura.....                       | 42 |
| 4.2.1 Compensador electrónico.....   | 44 |
| 4.3 Caracterización de materiales (grafito policristalino, cobre y $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ )..... | 46 |
| 4.4 Incertidumbre de las mediciones y calibraciones .....                                  | 47 |
| 4.5 Distribución de la temperatura en el porta muestras.....                               | 49 |
| Capítulo 5 Conclusiones.....   | 55 |
| Apéndice A   |    |
| A.1 Planteamiento para la distribución de la temperatura.....                              | 57 |
| A.2 Solución de la distribución de la temperatura en la línea de soporte,                  |    |

|                  |   |    |
|------------------|---|----|
|                  | calefactor y porta muestras .....   | 59 |
| A.3              | Valores para las soluciones de la distribución de temperatura en la línea de soporte-calefactor-porta muestras..... | 61 |
| A.4              | Solución para la distribución de la temperatura del gas a baja presión dentro del criostato.....                    | 62 |
| Apéndice B       |   |    |
| B.1              | Incertidumbre.....  | 65 |
| Referencias..... |   | 69 |

# INTRODUCCIÓN

Si se observa el trasfondo en ciencia y tecnología, se da uno cuenta que para lograr algún avance es necesario estudiar y explicar diferentes fenómenos físicos, además de resolver muchos factores. Estos, factores pueden ser desde resolver problemas teóricos y/o experimentales, en la física, química, ingeniería, matemática, etc., hasta los económicos inclusive.

Los problemas en el área de la criogenia los podríamos fechar desde la época en que se trataba de licuar los llamados “gases permanentes”<sup>[0.1]</sup>. Y desde el momento en que se tienen líquidos a tan bajas temperaturas es posible enfriar cualquier tipo de material para su caracterización.

Bajo la iniciativa del profesor Nicholas Kurti se formó un grupo de trabajo, para estandarizar la terminología a bajas temperaturas.<sup>[0.2]</sup> El grupo de trabajo recomendó y fue aceptada por la comunidad científica en 1971, usar el término “criogenia” y el correspondiente prefijo “crio” para referirse a todos los fenómenos, procesos, técnicas o aparatos utilizados a temperaturas por debajo de 120 K. Es decir, por debajo de el punto de ebullición del gas natural licuado (donde el gas natural se compone típicamente de 85-95 % de metano y lo restante es básicamente nitrógeno, etano, propano y butano).<sup>[0.3]</sup>

En el siglo XVIII, no se tenían teorías sólidas que explicaran los conceptos de calor y temperatura de los cuerpos, sino más bien sólo se limitaban a explicar las sensaciones subjetivas de lo frío y lo caliente.

Cuenta una historia que en una noche invernal extremadamente fría, los tubos del órgano de San Petersburgo se hicieron pedazos. La gente se lo atribuyó al demonio, pues no había otra explicación para ese fenómeno. Los tubos de aquel órgano estaban hechos de estaño, pero en esa época no se sabía que el estaño es un metal cuyos átomos se reorganizan al enfriarlo por debajo de los 13 °C , y que a -50 °C, esta transformación es brutal y el estaño se pulveriza. A los físicos del lugar les intrigó mucho este fenómeno. Tiempo después, se comenzaron a estudiar los conceptos de calor y temperatura, surgiendo así la Termodinámica.<sup>[0.1]</sup>

En 1802, Gay Lussac demostró que el enfriamiento de un gas lo lleva a contraerse. Y James Joule en 1845, comprendió que el calor es una forma de energía. En 1848, William Thomson demostró que las moléculas de cualquier sustancia gaseosa, líquida o sólida pierden energía a un ritmo constante cuando la temperatura desciende. Y calculó que al perder toda la energía un cuerpo alcanzaba los -273.15 °C y ya no había temperatura menor a ésta, así que tenía que ser el cero absoluto. Tiempo después William Thomson, por los servicios prestados a la telegrafía transatlántica, recibió el título de caballero y posteriormente fue elevado a la dignidad de "Baron Kelvin of Largs".

Los físicos se cuestionaban sobre las propiedades de la materia a temperaturas cercanas al cero absoluto, como por ejemplo la temperatura en que los gases se podían hacer líquidos. Es por esto que empezaron a desarrollar métodos de enfriamiento para alcanzar las bajas temperaturas.

En 1835 el químico francés Thilorier pudo llegar a -110 °C, pero aún faltaba mucho para llegar a la temperatura en que los gases permanentes se licuan. Se encontraron métodos con los que se logró licuar el metano, el óxido de carbono y el nitrógeno. Pero faltaba el hidrógeno.<sup>[0.1]</sup>

James Dewar, antes de intentar licuar el hidrógeno, pensó en la manera de conservarlo líquido. Observó



que el mejor aislante térmico es el vacío y en 1892, fabricó un recipiente de doble pared entre las cuales extrajo el aire para hacer un vacío lo mejor posible. Además las paredes del recipiente estaban plateadas para reducir la absorción de calor reflejando los rayos. Este invento, le permitió conservar litros de gas licuado.<sup>[0.4]</sup>

En esos momentos, Olszewski en Cracovia y Kamerlingh Onnes en Leyden, también trabajaban en licuar el hidrógeno. Pero el que lo logró primero fue James Dewar, utilizando una máquina que funcionaba mediante la descompresión Joule-Thomson. Este principio consiste en lo siguiente: Si la descompresión de un gas, es decir la disminución de la presión ejercida sobre él, se realiza sin intercambios con el exterior, es preciso que el trabajo necesario para separar las moléculas sea provisto desde adentro, por consiguiente por el propio gas. Como gasta energía, se enfría. Pero hay excepciones, el hidrógeno a temperatura ambiente se recalienta cuando se descomprime. Hay que partir de una temperatura inferior a los  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  para que la descompresión se vea acompañada por un descenso de la temperatura.<sup>[0.1]</sup>

Dewar comprimió fuertemente el hidrógeno, que introdujo en un recipiente de nitrógeno líquido. Dejó que se descomprimiera el hidrógeno, luego permitió que se enfriara y circulara por una serpentina que lleva al grifo de descompresión nuevas cantidades de gas comprimido. Cada momento la temperatura de la serpentina desciende hasta la licuación del hidrógeno a los  $-252.76\text{ }^{\circ}\text{C}$ .<sup>[0.1]</sup>

Después del hidrógeno, el último de los gases que quedaba era el helio. Esta carrera la ganó Kamerlingh Onnes. En 1908, logró licuar el helio a 4.2 K. Dado su éxito con la licuación del helio, decidió estudiar las propiedades de la materia a bajas temperaturas, siendo él el iniciador de la caracterizar de materiales a bajas temperaturas.<sup>[0.5]</sup>

Luego comenzaron a desarrollarse nuevas técnicas de enfriamiento a muy bajas temperaturas. Utilizando procesos variados. Generar suficiente frío para licuar gases puede hacerse de diversas maneras. La elección adecuada se determina por la temperatura requerida para licuar el gas, y el grado de eficiencia dentro de un intervalo de temperaturas.

En el intervalo criogénico de 65 K a 250 K el proceso menos eficiente es el de Joule Thompson. Este se basa en la expansión a alta presión del gas por una válvula de estrangulación. El proceso Claude (turbina) es un poco más eficiente. El proceso Stirling es por mucho, el más efectivo de los principios para operaciones criogénicas. En 1816 Roberte Stirling inventó una máquina para generar potencia, que se puede usar en reversa para producir refrigeración. Sin embargo fue hasta los años 1950's que fue desarrollado como refrigerador por un grupo de investigación de la Compañía Phillips.<sup>[0.1]</sup>

A partir de entonces, hubo una rápida expansión tanto en la física de las bajas temperaturas, como en la explotación comercial de las técnicas de bajas temperaturas, sobre todo en la década de los 60's. Y como ya se indicó anteriormente, fue muy útil la estandarización del profesor Nicholas Kurti para la terminología a bajas temperaturas.<sup>[0.2]</sup> Pues existía confusión debido a la terminología adoptada en cada país, por ejemplo, en la Gran Bretaña se referían a temperaturas “bajas” por debajo de  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , “muy bajas” para aquellas alrededor de 100 K, “bajas profundas” alrededor de 4 K y “ultra bajas” para menos de 0.3 K. En Francia se tenían únicamente dos términos “bajas” y “muy bajas”, por lo que los ingleses nunca entendían como podían referirse a las temperaturas en la región de microkelvin.<sup>[0.1]</sup>

Se vio una gran actividad en el campo de la ingeniería criogénica, y aun más por el desarrollo de la superconductividad. La ingeniería criogénica cubre un amplio espectro de disciplinas, en los términos tradicionales abarca gran parte de los equipos eléctricos, productos químicos y de ingeniería

mecánica.<sup>[0.3]</sup>

De aquí, la importancia de los análisis a bajas temperaturas. Ya que para llegar al punto de dar un aplicación a un material es imperativo conocer sus propiedades. Como algunas de las aplicaciones de la materia a niveles criogénicos, podemos mencionar:

- En la electrónica: Muchos dispositivos electrónicos pueden operar en un ambiente criogénico. Son en general del tipo de transistor de efecto de campo (FET) y se basan en silicio o arseniuro de galio. Para propósitos de instrumentación, hay claras ventajas como el aumento de la velocidad en el switch o menor ruido. El uso de la criogenia en componentes electrónicos ha sido puesto al público para mejorar la confiabilidad y la calidad de todo tipo de sistemas electrónicos.<sup>[0.3]</sup>
- En el espacio: La criogenia ha tenido grandes aplicaciones, en particular el uso de hidrógeno y oxígeno líquidos para dar potencia a los vehículos de lanzamiento y el uso de nitrógeno líquido para propósitos de preenfriado. Además, el oxígeno líquido se lleva para sustentar la vida y el helio se usa para presurizar los tanques de combustible. Los cohetes serían mucho más pesados si las fuentes de combustible fueran gases de hidrógeno y oxígeno, en vez de líquidos.<sup>[0.6]</sup>
- Aplicaciones médicas y biológicas: La criogenia ha llevado a extender aplicaciones al campo de la Química, la Biología y más recientemente a la Medicina. Desde el almacenamiento de muestras biológicas hasta el desarrollo de la técnica de Resonancia Magnética Nuclear, la cual se ha hecho de uso rutinario en las clínicas. En las imágenes por resonancia, la resonancia del núcleo del hidrógeno (protón) se estimula aplicándole radiofrecuencias de radiación electromagnética, la frecuencia resonante es proporcional al campo magnético aplicado. El paciente es sujeto a un campo magnético uniforme de entre 0.5 y 1.5 T, sobre el cual se sobreponen pequeños gradientes en la dirección  $x$ ,  $y$ ,  $z$ . Cambiando la frecuencia aplicada y correlacionando la frecuencia resonante con el campo local, se obtiene información en 3 dimensiones. La información primaria es obtenida de la intensidad de la resonancia, la cual depende de la densidad local del protón.<sup>[0.3]</sup>
- Para la refrigeración de trampas frías en sistemas de vacío, especialmente cuando la contaminación se debe evitar, como en la fabricación de dispositivos semi-conductores.<sup>[0.3]</sup>
- Un electroimán creado con un hilo superconductor, puede producir campos magnéticos extremadamente altos sin generar calor y solo consumen energía eléctrica una vez que el campo es establecido y sigue enfriándose el metal. Estos metales, típicamente aleaciones de niobio son enfriados a 4.2 K, se utilizan para los imanes de la resonancia magnética (MRI) en la mayoría de los sistemas de hospitales.<sup>[0.3]</sup>
- Tratamiento en metales. Para mejorar la resistencia al desgaste en ciertas herramientas de acero. En el proceso de regeneración: cuando se hace uso de la fragilidad de metales y polímeros a bajas temperaturas. Los neumáticos para vehículos de motor en frío pueden ser pulverizados, el acero y los polímeros separados y volver a utilizarse. El recubrimiento de cables eléctricos puede ser destrozado en pedazos pequeños, mientras que el conductor de cobre o aluminio, el cual no se convierte en quebradizo, permanece intacto.<sup>[0.3]</sup>
- Grupo de congelación, para permitir la excavación de túneles y de las operaciones que se realizan en terreno húmedo e inestable. En bombas y explosivos para congelarlos temporalmente para hacerlos inocuos.

Hoy en día podemos caracterizar cualquier tipo de material, usando una diversidad de propiedades físicas, como propiedades eléctricas, magnéticas, térmicas, radiactivas, ópticas, mecánicas, etc.. De igual forma, podemos ver las variaciones de estas propiedades en diferentes ambientes, por ejemplo, al variar la presión, la temperatura, aplicando campos magnéticos, campos eléctricos, etc..

En este trabajo se diseño y se desarrollo un criostato, para la caracterización de materiales a temperaturas criogénicas. Este criostato, es un sistema en el cual podemos mantener, sobre los materiales a analizar, un ambiente controlado de vacío y de temperaturas criogénicas. Uno de los objetivos en la construcción del criostato, es usar materiales de fácil acceso en México. También se dan soluciones a problemas experimentales en el área de la criogenia. Para verificar la utilidad del criostato se caracterizaron los materiales: cobre, grafito y un superconductor. La medición de la temperatura se realizó con un termopar tipo T, calibrado con un sensor de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs) de LakeShore modelo TG-120PL.<sup>[0.7]</sup>

Para el análisis sobre materiales a bajas temperaturas, existen (actualmente) dispositivos llamados “cryocoolers” en los cuales se pueden hacer mediciones de propiedades de transporte, variaciones de propiedades eléctricas al aumentar la presión. Existen algunos con ventanas para utilizar luz láser, otros para medir campos magnéticos, etc. Para utilizarlos en diferentes intervalos de temperaturas, el diseño y materiales utilizados en ellos son distintos, y en ocasiones se requieren de materiales muy especiales para su fabricación. Estos dispositivos se enfrían a base de ciclos cerrados de compresión y expansión de gases.

Sin embargo, es posible obtener nitrógeno líquido a un costo relativamente bajo y es éste elemento el que utilizaremos como refrigerante.<sup>[0.8]</sup> De esta manera el criostato se enfría por contacto directo con el nitrógeno líquido. Éste tipo de líquidos son conocidos como líquidos criogénicos o criogentes.<sup>[0.9]</sup>

A lo largo de este trabajo escrito, se hará una descripción de las soluciones para el diseño, desarrollo, caracterización del criostato y para el análisis de transferencia de calor dentro de él, para lo cual será necesario utilizar propiedades de la materia. Estas propiedades por lo general se denominan *propiedades termofísicas* y se forman de dos categorías distintas: las propiedades de transporte y las termodinámicas. Las propiedades de transporte incluyen coeficientes de la velocidad de difusión como  $k$ , conductividad térmica (para transferencia de calor), y  $\nu$ , viscosidad cinemática (para transferencia de momento). Las propiedades termodinámicas, por otro lado, se relacionan con el estado de equilibrio de un sistema, la densidad ( $\rho$ ) y el calor específico ( $c_p$ ) son dos de estas propiedades que se usan extensamente en el análisis termodinámico.

*Nota:* las unidades de temperatura, voltaje eléctrico, energía, etc., usadas en este trabajo son del Sistema Internacional de Unidades<sup>[0.10][0.11]</sup> y del Sistema Ingles de Unidades<sup>[0.12]</sup>. Esto se debe a que las diferentes proveedores usan indistintamente los dos sistema de unidades.

# Capítulo 1

## Conceptos básicos para el desarrollo del criostato

### 1.1 Transferencia de calor y calor específico

Siempre que exista una diferencia de temperaturas en un cuerpo o entre cuerpos, ocurre una transferencia de calor. Ya sea para mantener la diferencia de temperatura o bien para estabilizar el sistema.

Esta transferencia de calor es “*la energía en tránsito debido a una diferencia de temperaturas*” y puede ser de diferentes formas: por conducción térmica, por convección y por radiación térmica.<sup>[1.1]</sup>

**Conducción Térmica.** Cuando existe un gradiente de temperatura en un medio material utilizamos el término *conducción* para referirnos a la transferencia de calor que se produce a través del medio. La conducción se considera como la transferencia de energía de las partículas más energéticas a las menos energéticas de una sustancia, debido a las interacciones entre ellas. En presencia de un gradiente de temperatura, la transferencia de calor por conducción debe ocurrir en la dirección de la temperatura más baja.<sup>[1.1]</sup>

La energía no entra simplemente por un extremo de la muestra y prosigue directamente en trayectos rectilíneos hacia el otro extremo, sino que se difunde a través de la muestra por las colisiones entre partículas. Si la energía se propagase a través de la muestra sin desviaciones, entonces el flujo térmico no dependería del gradiente de temperatura sino únicamente de la diferencia de temperatura  $\Delta T$  entre los extremos de la muestra, con independencia de su longitud. Se define el flujo de la energía térmica como  $j_U$  (ec. 1).

$$j_U = -k \frac{dT}{dx} \quad (1)$$

donde  $k$  es el coeficiente de conductividad térmica de un sólido respecto al flujo estacionario,  $T$  es la temperatura y  $x$  define la dirección.<sup>[1.2]</sup>

En un sólido, la conducción se atribuye a la actividad atómica en forma de vibraciones reticulares (fonones) y a la transferencia de energía debida al movimiento de traslación de los electrones libres. Cada uno de estos mecanismos está asociado a una conductividad térmica, y la conductividad total es la suma de estas dos contribuciones.

$$k = k_{\text{fonones}} + k_{\text{electrones}} \quad (2)$$

De la ec. 2,  $k_{\text{fonones}}$  es proporcional a  $1/T$  y  $k_{\text{electrones}}$  es proporcional a  $T$ . En cada material predominará un término u otro, o incluso en determinados intervalos de temperatura ambas contribuciones pueden

ser significativas. <sup>[1.2]</sup>

La contribución fonónica depende de su recorrido libre medio ( $\ell_f$ ) en el material. Éste puede estar determinado por la dispersión o “scattering” por otros fonones, además los efectos geométricos pueden ser también importantes en la limitación del recorrido libre medio. Debemos considerar la dispersión por los límites del cristal, la distribución de masas isotópicas en los elementos químicos naturales, las impurezas químicas, las imperfecciones de la red y las estructuras amorfas.

A temperaturas bajas, el recorrido libre medio resulta comparable con el espesor de la muestra, por lo que el valor de  $\ell_f$  está limitado por éste y la conductividad térmica resulta ser una función de las dimensiones de la muestra. La disminución abrupta de la conductividad térmica de los cristales puros a bajas temperaturas es producida por el tamaño. Sería de esperar entonces que  $\ell_f$  de los fonones resultase constante y del orden del espesor de la muestra.

Mientras, que a las temperaturas más altas, se asocian con las energías moleculares más altas y, cuando las moléculas vecinas chocan, como lo hacen constantemente, debe ocurrir una transferencia de energía de las moléculas más energéticas a las menos energéticas.

En los metales puros la contribución electrónica es dominante a todas las temperaturas. En los metales impuros o en aleaciones desordenadas, el camino libre medio  $\ell_e$  de los electrones se ve reducido por choques con las impurezas y la contribución de los fonones puede ser comparable con la contribución electrónica.

Una parte importante en el análisis del criostato será la interpretación de la pérdida (o ganancia) de calor. Para este análisis se utiliza la Ley de Fourier <sup>[1.1]</sup>, ec. 3.

$$\dot{q} = -kdydz \frac{\partial T}{\partial x} - kdzdx \frac{\partial T}{\partial y} - kdx dy \frac{\partial T}{\partial z} \quad (3)$$

donde el termino de la izquierda ( $q$  punto) es la rapidez a la que se genera energía por unidad de volumen en el medio ( $W/m^3$ ). Vemos que la transferencia de calor es direccional y normal al área de la dirección de la transferencia. El signo negativo es debido a que la transferencia de calor siempre es en la dirección decreciente de la temperatura.

A partir de la Ley de Fourier se obtiene la ecuación de difusión de calor (ecuación de calor), la cual proporciona la distribución de temperaturas  $T$  como función del tiempo:

$$\dot{q}_{fuente} + \frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4)$$

$$\dot{q}_{fuente} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( kr \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \phi} \left( k \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (5)$$

$$\dot{q}_{fuente} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( kr^2 \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2 \sin^2 \theta} \frac{\partial}{\partial \phi} \left( k \frac{\partial T}{\partial \phi} \right) + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left( k \sin \theta \frac{\partial T}{\partial \theta} \right) = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (6)$$

donde el primer termino de lado izquierdo ( $q$  punto-fuente) de las tres ecuaciones corresponde a la

rapidez a la que se genera energía por unidad de volumen en el medio ( $W/m^3$ ),  $c_p$  es el calor específico y  $\rho$  es la densidad del material. Las ecuaciones anteriores se encuentran en coordenadas cartesianas (ec. 4), cilíndricas (ec. 5) y esféricas (ec. 6). Para la solución de la ecuación de calor son necesarias condiciones iniciales y a la frontera. Posteriormente (**Capítulo 4**) se muestran las soluciones para la parte interna del criostato y en el **Apéndice A** se hace el desarrollo de estas soluciones.

El estudio de la conducción de calor a través de un gas, es de importancia en este trabajo, ya que trataremos de evitar pérdidas de calor por este medio en la parte interna del criostato (ver **Capítulo 4**). Si el camino libre medio  $\lambda$  de un gas de moléculas es menor que la distancia  $L$  (distancia entre las paredes del recipiente que lo contiene), el flujo de calor por unidad de área es:

$$q_{gas} = nc\lambda m C_v \left( dydz \frac{dT}{dx} + dx dz \frac{dT}{dy} + dy dx \frac{dT}{dz} \right) \quad (7)$$

donde  $n$  es la densidad molecular,  $c$  es la velocidad molecular media,  $m$  es la masa molecular y  $C_v$  es el calor específico a volumen constante de gas. Para un gas maxwelliano  $\lambda$  es proporcional a  $1/n$ , por lo que el flujo de calor es independiente de  $n$  y por tanto independiente de la presión del gas. <sup>[1.3]</sup>

Para calcular  $c$  y  $\lambda$  se considera la distribución de velocidad de Maxwell <sup>[1.4]</sup>:

$$f(v_x, v_y, v_z) dv_x dv_y dv_z = \left( \frac{m}{2\pi kT} \right)^{\frac{3}{2}} e^{-\frac{m}{2kT}(v_x^2 + v_y^2 + v_z^2)} dv_x dv_y dv_z \quad (8)$$

de donde se deduce que el camino libre medio es:

$$\lambda = \frac{1}{n\sigma\sqrt{2}} \quad (9)$$

donde  $n$  es la densidad molecular y  $\sigma$  es la sección transversal de la molécula (ver referencia [1.4]). Y la velocidad molecular media es:

$$c = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \quad (10)$$

donde  $k$  es la constante de Boltzmann,  $T$  la temperatura en K y  $m$  es la masa molecular.

**Convección.** A diferencia de la conducción térmica, el término *convección* se refiere a la transferencia de calor que ocurrirá entre una superficie y un fluido en movimiento cuando están a diferentes temperaturas. El modo de transferencia de calor por convección se compone de dos mecanismos; por la transferencia de energía debida al movimiento molecular aleatorio (difusión) y la transferencia de energía mediante el movimiento global, o macroscópico del fluido. El movimiento del fluido se asocia con el hecho de que, en cualquier instante, grandes cantidades de moléculas se mueven de forma colectiva o como agregados. Tal movimiento, en presencia de un gradiente de temperatura, contribuye a la transferencia de calor. Como las moléculas en el agregado mantienen su movimiento aleatorio, la transferencia total de calor se debe a una superposición de transporte de energía por el movimiento aleatorio de las moléculas y por el movimiento global del fluido. <sup>[1.1]</sup>

La transferencia de calor por convección se clasifica de acuerdo con la naturaleza del flujo. Se habla de

convección forzada cuando el flujo es causado por medios externos, como un ventilador, una bomba o vientos atmosféricos. En cambio, en la convección libre (o natural) el flujo es inducido por fuerzas de empuje que surgen a partir de diferencias de densidad ocasionadas por variaciones de temperatura en el fluido. Sin importar la naturaleza particular del proceso de transferencia de calor por convección, la ecuación (o modelo apropiado) es de la forma:

$$q'' = h(T_s - T_\infty) \quad (11)$$

donde  $q''$  es el *flujo de calor* por convección ( $\text{W}/\text{m}^2$ ), que es proporcional a la diferencia entre las temperaturas de la superficie del material y del fluido,  $T_s$  y  $T_\infty$ , respectivamente. Esta expresión se conoce como la *ley de enfriamiento de Newton*, y la constante de proporcionalidad  $h$  ( $\text{W}/\text{m}^2 \cdot \text{K}$ ) se denomina *coeficiente de transferencia de calor por convección*. Ésta depende de las condiciones en la capa límite, en las que influyen la geometría de la superficie, la naturaleza del movimiento del fluido y una variedad de propiedades termodinámicas del fluido y de transporte.

**Radiación Térmica.** Todas las superficies emiten energía en forma de ondas electromagnéticas. Por tanto, en ausencia de un medio, existe una transferencia neta de calor por radiación entre dos superficies a diferentes temperaturas. <sup>[1.1]</sup>

Sin importar la forma de la materia, la radiación se puede atribuir a cambios en las configuraciones electrónicas de los átomos o moléculas constitutivos. Mientras la transferencia de energía por conducción o por convección requiere la presencia de un medio material, la radiación no lo precisa. De hecho, la transferencia por radiación ocurre de manera más eficiente en el vacío.

Se puede demostrar que la potencia radiada en todas direcciones por cada metro cuadrado de la superficie de un cuerpo (cuerpo negro) <sup>[1.5]</sup> a temperatura  $T$ , es  $\sigma_{SB}T^4$  (Ley de Stefan-Boltzmann) en donde  $\sigma_{SB}$  es una constante universal (en particular, no depende del material de las paredes) llamada constante de Stefan-Boltzmann, con valor de  $\sigma_{SB} = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W}/\text{m}^2 \cdot \text{K}^4$ . De aquí se sigue que la densidad de energía de la radiación está dada por la ley de Stefan-Boltzmann:  $u = aT^4$ , en donde  $a = 4\sigma_{SB}/c$  y  $a = (\pi^2 k_B^4)/(15c^3\hbar^3)$ , en donde  $\hbar$  es la constante de Planck ( $\hbar \approx 1.054 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$ ) y  $k_B$  la constante de Boltzmann ( $k_B \approx 1.38 \times 10^{-23} \text{ J}/\text{K}$ ).

Sin embargo, el flujo de calor emitido por una superficie real es menor que el de un cuerpo negro a la misma temperatura y está dado por  $u = \epsilon\sigma_{SB}T^4$ , donde  $\epsilon$  es una propiedad radiante de la superficie denominada *emisividad*. Con valores en el intervalo  $0 \leq \epsilon \leq 1$ , esta propiedad proporciona una medida de la eficiencia con que una superficie emite energía en relación con un cuerpo negro. Esto depende del material de la superficie y de su acabado.

La radiación también puede incidir sobre una superficie desde sus alrededores. La radiación se origina desde una fuente o de otras superficies a las que se expone la superficie de interés. Sin tener en cuenta la fuente, designamos la velocidad a la que toda esa radiación incide sobre un área unitaria de la superficie como la *irradiación*  $G$ .

Una parte de la irradiación, o toda, tal vez sea absorbida por la superficie, y así se incrementaría la energía térmica del material. La velocidad a la que la energía radiante es absorbida, por área unitaria, se evalúa a partir del conocimiento de una propiedad radiante de la superficie denominada *absortividad*  $\alpha$ :

$$G_{abs} = \alpha_{abs} G \quad (12)$$



donde,  $G_{abs}$  es la irradiación absorbida y  $0 \leq \alpha_{abs} \leq 1$ . Si  $\alpha_{abs} < 1$ , la superficie es *opaca* y partes de la irradiación se *reflejan*. Si la superficie es *semitransparente*, partes de la irradiación también se *transmiten*. El valor de  $\alpha_{abs}$  depende de la naturaleza de la irradiación así como de la superficie misma. Sin embargo, mientras la materia absorba y emita radiación, en las mismas proporciones, su energía térmica no se vera alterada.

Otro factor que se toma en cuenta en éste trabajo, es el calor especifico de los sólidos. Ésta propiedad física da la razón de energía que es necesaria administrar o extraer, para elevar o disminuir un  $\Delta T$  a un material.

El calor especifico (a volumen constante), de un sólido es una constante, según la teoría clásica (ésta es la llamada *ley de Dulong-Petit*). Sin embargo, ya para 1900 se notó que en realidad el calor especifico de los sólidos tiende a cero cuando la temperatura absoluta va a cero. La contradicción se resuelve si se adopta el punto de vista propuesto por Einstein; despreciando las interacciones interatómicas y representando cada átomo del sólido como un oscilador de frecuencia común  $\nu$ , los  $N$  átomos que constituyen un mol del sólido contiene una energía media:

$$\bar{E} = \frac{3Nh\nu}{e^{h\nu/k_B T} - 1} \quad (13)$$

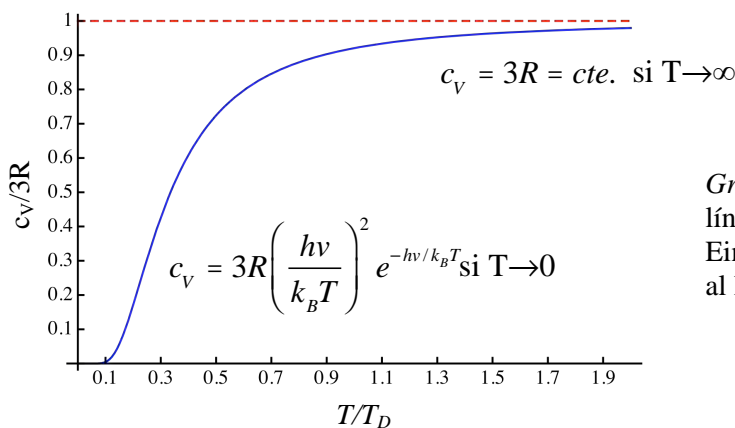
y si lo aplicamos a los  $3N$  grados de libertad de un sólido, y utilizando las expresiones:

$$\bar{E} = \frac{E_1}{e^{E_1/k_B T} - 1} \quad E_1 = h\nu \quad (14)$$

se llega a que el calor especifico a volumen constante es:

$$c_V = \left( \frac{\partial \bar{E}}{\partial T} \right)_V = 3R \left( \frac{h\nu}{k_B T} \right)^2 \frac{e^{h\nu/k_B T}}{\left( e^{h\nu/k_B T} - 1 \right)^2} \quad (15)$$

en donde  $R = k_B N$  es la constante universal de los gases ideales ( $R = 8.314472 \text{ J/mol}\cdot\text{K}$ ). Esta formula predice los resultados clásicos para temperaturas altas (respecto a la llamada temperatura de Debye ( $T_D = h\nu/k_B$ ), característica del material).



Gráfica 1.1 Calor especifico de un sólido. La línea continua corresponde al modelo de Einstein, mientras que la punteada corresponde al limite de altas temperaturas. <sup>[1.5]</sup>



En la gráfica 1.1 se ve representada la ec. 15. Esta curva se interpreta como la cantidad de calor que es necesario administrar (o retirar) a un material para calentarlo (o enfriarlo).

El concepto de calor específico se utilizará en el **Capítulo 4** para ver la variación de temperatura con respecto al tiempo. Y explica por que en el experimento la cantidad de nitrógeno líquido (usado para enfriar) es menor en un intervalo de temperaturas criogénicas que a temperatura por arriba de ellas.

## 1.2 Teoría de termopares

En 1823, Thomas Seebeck descubrió que aparece una caída de potencial a través de una muestra que tiene un gradiente de temperatura y si se unen dos metales distintos se verá una diferencia de potencial en la unión, la cual cambia si cambia la temperatura. Ésta diferencia de potencial es lo que genera la idea central para crear dispositivos capaces de medir temperatura. <sup>[1.6]</sup>

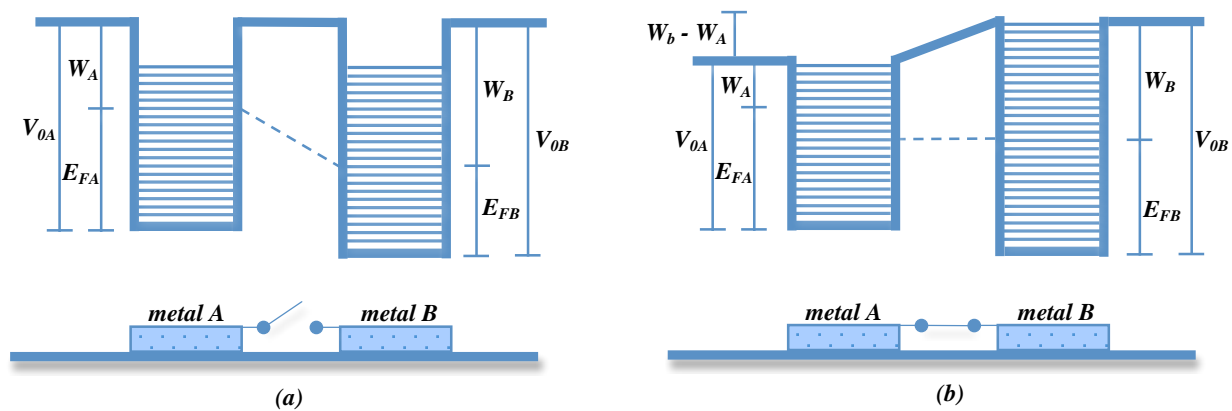


Figura 1.1 Se muestran dos metales diferentes A y B, con funciones de trabajo  $W_A$ ,  $W_B$  y energías de Fermi  $E_{FA}$  y  $E_{FB}$ . En (a) los dos metales están aislados y el potencial del vacío es común; al ponerlos en contacto eléctrico, como se muestran esquemáticamente en la parte inferior del dibujo (b), se iguala las energías de Fermi, transfiriéndose electrones del metal A y B; esto crea una diferencia de potencial entre los metales. <sup>[1.7]</sup>

Este fenómeno, consiste en que si las superficies de dos metales diferentes se ponen en contacto, aparece una diferencia de potencial entre ellas; el fenómeno puede explicarse en la siguiente forma: mientras los dos metales están aislados eléctricamente, los pozos que los representan tienen su borde superior al mismo nivel, que corresponde al potencial (común) del vacío, como se muestra en la figura 1.1a. Al ponerlos en contacto eléctrico, los electrones libres de cada metal quedan separados, de los del otro, por una barrera de potencia. Sin embargo, como la energía de Fermi del metal A queda arriba de la del B (véase la figura 1.1a), los electrones más energéticos del metal A pueden pasar al B, por tunelaje, ya que hay lugares vacíos en B que pueden ocupar. Puesto que no se puede realizar el proceso inverso, el efecto neto es la transferencia de electrones del metal A al B, hasta que se igualan las energías de Fermi de ambos metales, como se ilustra en la figura 1.1b. <sup>[1.7]</sup>

Como el número de electrones que se transfiere es sólo una fracción muy pequeña del total, las energías de Fermi no se alteran en forma apreciable; por lo tanto, la diferencia de potencial que se crea entre los metales está dada esencialmente por la diferencia de funciones de trabajo:

$$\Delta\epsilon_{AB} = \frac{W_B - W_A}{e_0} \quad (16)$$

donde  $\epsilon_{AB}$  es el potencial entre los metales (voltaje Seebeck),  $W_A$  y  $W_B$  son las funciones de trabajo del metal A y B, respectivamente y  $e_0$  es la carga del electrón.<sup>[1.7]</sup>

Los datos experimentales confirman este resultado (cabe observar que como la función de trabajo depende fuertemente del estado de las superficies metálicas, los datos experimentales tienen una gran dispersión). La explicación anterior es independiente de la forma que se suponga para el pozo; en otras palabras, el resultado anterior es esencialmente independiente del modelo específico.<sup>[1.7]</sup>

La función de trabajo de un metal varía ligeramente con la temperatura, por lo que también el potencial de contacto cambia con ella. Por lo que, al unir por sus extremos dos tiras de metales diferentes formando un anillo (dispositivo que constituye un termopar) y al calentar una de las uniones, se produce una fuerza electromotriz, conocida como potencial termoeléctrico. Existe el fenómeno inverso, que, como el anterior, es reversible: al aplicar una fuerza electromotriz a una de las uniones del termopar, una de ellas se enfría y la otra se calienta (efecto Peltier, 1834).

Para pequeños cambios en la temperatura, el voltaje Seebeck es linealmente proporcional a la temperatura:  $\Delta\epsilon_{AB} = \alpha\Delta T$ , donde  $\alpha$  es el coeficiente Seebeck. Por tanto, para conocer la temperatura basta con saber el valor del voltaje (voltaje Seebeck) y el coeficiente Seebeck.

Sin embargo, no es posible medir directamente el voltaje Seebeck. Para saber que está pasando al medir la temperatura con un termopar, supongamos que unimos dos metales distintos y se calienta la unión (figura 1.2). El voltaje del circuito abierto (voltaje Seebeck) es una función de la temperatura de la unión y la composición de los dos metales.<sup>[1.8]</sup>

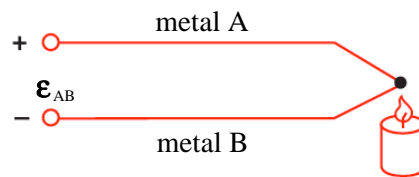


Figura 1.2 Voltaje Seebeck ( $\epsilon_{AB}$ ).<sup>[1.8]</sup>

Si suponemos al metal A como cobre y al metal B como constantan (termopar tipo T), y los conectamos a un voltímetro (figura 1.3). Entonces, al tratar de medir  $V_1$  para conocer la temperatura en la unión U1, hemos creado dos uniones más: U2 y U3.

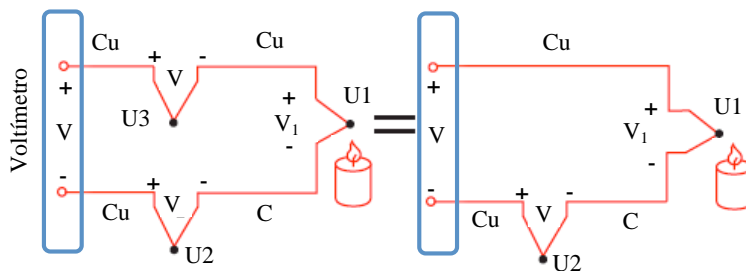


Figura 1.3 A la izquierda se mide el voltaje con un voltímetro, creando dos uniones más. A la derecha el circuito equivalente.<sup>[1.8]</sup>

Como U3 es una unión de cobre-cobre, no crea ninguna FEM ( $V_3 = 0$ ), pero U2 es una unión de cobre-constantan que agrega una FEM ( $V_2$ ) en oposición a  $V_1$ . Y el resultado que el voltímetro leerá será proporcional a la diferencia de temperatura entre U1 y U2. Esto dice que no podemos encontrar la temperatura en U1 a menos que encontremos primero la temperatura en U2. <sup>[1.8]</sup>

Una forma de determinar la temperatura de U2 es poner físicamente la unión en un baño de hielo, lo que obliga a la temperatura ir a  $0^\circ\text{C}$  y establece U2 como la referencia de unión (Figura 1.4).

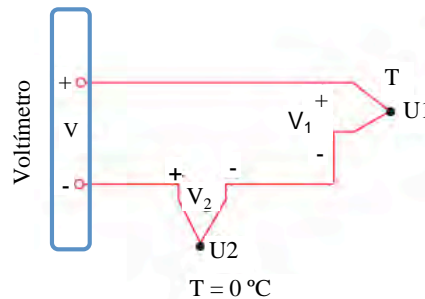


Figura 1.4 Referencia de “baño frío”, a  $0^\circ\text{C}$  en U2. <sup>[1.8]</sup>

Y la lectura en el voltímetro es:

$$V = (V_1 - V_2) \cong \alpha (t_{U1} - t_{U2}) \quad (17)$$

donde  $t_{U1}$  y  $t_{U2}$  son las temperaturas en K de las uniones U1 y U2, respectivamente. Si especificamos estas temperaturas en  $^\circ\text{C}$ :  $t_{U1} = T_{U1} (^\circ\text{C}) + 273.15^\circ\text{C}$  y  $t_{U2} = T_{U2} (^\circ\text{C}) + 273.15^\circ\text{C}$ , entonces  $V$  se convierte en:

$$V = V_1 - V_2 = \alpha[(T_{U1} + 273.15) - (T_{U2} + 273.15)] = \alpha(T_{U1} - T_{U2}) = \alpha(T_{U1} - 0)$$

$$V = \alpha T_{U1} \quad (18)$$

Lo anterior no implica que  $V_2$  sea cero, sino más bien es una función de la temperatura absoluta.

Al añadir el voltaje del punto frío (baño de hielo) en la unión, tenemos ahora referenciada la lectura de  $V$  a  $0^\circ\text{C}$ . Este método es muy preciso, porque la temperatura en el punto frío puede controlarse con precisión. <sup>[1.8]</sup>

Es posible sustituir el baño de hielo por un compensador electrónico el cual puede ser calibrado con respecto a la temperatura del cuarto. En el **Capítulo 4** se muestran los detalles de un compensador eléctrico para el uso del termopar tipo T (cobre-constantan).

## 1.2.1 Termometría y sensores

La termometría es “la parte de la física que se encarga de la medida de la temperatura”. La temperatura se define a partir de la Ley Cero de la Termodinámica <sup>[1.9]</sup> que establece que “si un sistemas  $U_1$  esta en equilibrio térmico con un sistema  $U_2$  y existe un sistema  $U_3$  también en equilibrio con el sistema  $U_2$ , entonces los sistemas  $U_1$  y  $U_3$  estarán en equilibrio térmico entre sí”. El que exista un

equilibrio térmico implica que comparten alguna propiedad física, a la cual se le llama temperatura.<sup>[1.1]</sup>

Físicamente, la temperatura es una magnitud escalar que está relacionada directamente con la energía interna, asociada a los movimientos de las partículas del sistema. Al suministrar (retirar) calor el movimiento de las moléculas aumenta (disminuye), por lo que sube (baja) la temperatura.<sup>[1.1]</sup>

Para medir la temperatura existen sensores. Estos sensores tienen propiedades muy variadas, las cuales son muy importantes para tomar la decisión de que tipo de sensor utilizar. Estos sensores pueden ser desde algo muy sencillo como los termómetros de alcohol hasta algo más elaborado como termopares, termómetros de radiación, sensores de temperatura de silicio, etc..

Los criterios para seleccionar un sensor (ver referencia [1.10]), son:

1. **Tamaño.** En el intervalo de la criogenia, un sensor pequeño es considerado importante, para evitar que gradientes de temperatura alteren la medición.
2. **Resistencia.** Muchos sensores son frágiles y puede que se requiera que estén en diferentes posiciones o en dispositivos con movimiento.
3. **Estabilidad.** En general todos los sensores permanecen estables una vez que se enfrían. Sin embargo, la temperatura cambiante del cuarto (temperatura del ambiente) puede cambiar la salida en algunos de los sensores. En el caso de que existan, se requiere que se corrobore la medición.
4. **Salida.** Termopares y diodos que usan una corriente constante tienen una sensibilidad fijada en términos de Volt por Kelvin. Y en general los sensores son calibrados para obtener su máximo funcionamiento en el intervalo de temperatura de interés.
5. **Costo.** Los sensores pueden tener un costo muy variado, por lo que se debe de decidir con cuidado cual adquirir. Ya que se podría tener un sensor muy caro que de resultados iguales a uno de menor costo.
6. **Magnetorresistencia.** Muchas aplicaciones requieren de un sensor que pueda estar en un campo magnético. Bajo estas circunstancias, los sensores con una baja magnetorresistencia y/o una magnetorresistencia que pueda calcularse en un campo magnético conocido puede utilizarse.

Considerando los puntos anteriores se usa un termopar. Éste sensor se usa en un intervalo de temperaturas muy amplio, pudiendo optimizarlo en el intervalo de temperaturas criogénicas, el costo de construcción es más barato que cualquier otro sensor en este intervalo de temperaturas. Al sólo necesitar que la punta del termopar este en contacto con el objeto a medir es fácil su instalación y por el tamaño de la punta se evitan gradientes de temperatura que puedan afectar la medición.

## 1.3 Técnica de 4 puntas

Uno de los propósitos en este trabajo de tesis, es la medición de la resistencia y resistividad eléctrica en diferentes materiales. Sin embargo, existen materiales que tienen una resistencia eléctrica muy pequeña como para ser medidas simplemente con un voltímetro. E incluso pueden tener resistencias tan

pequeñas que la resistencia de los alambres que se usan para medirla es más grande. Para solucionar esto se emplea la técnica de 4 puntas para medir resistencia eléctrica (4WR)<sup>[1.11],[1.12]</sup>. Ejemplos de uso de esta técnica se pueden encontrar en los trabajos de L. M. León Rossano<sup>[1.13]</sup> y John N. Fox, Frederick A.<sup>[1.14]</sup>. En el diagrama 1.1 se muestra el arreglo de esta técnica.

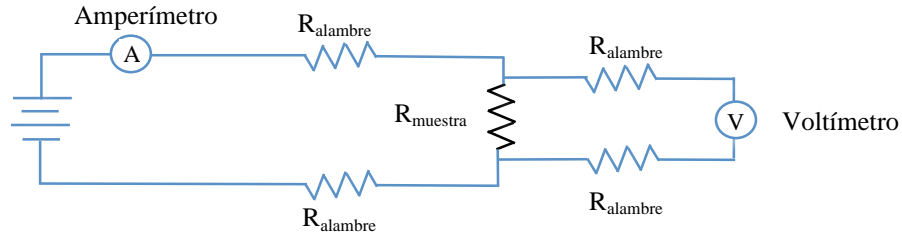


Diagrama 1.1 Medición de voltaje en la  $R_{muestra}$ , al introducir una corriente eléctrica.<sup>[1.12]</sup>

Parecería que éste arreglo introduce nuevas resistencias eléctricas debido a los alambres de las conexiones ( $R_{alambre}$ ) para medir el voltaje eléctrico. Sin embargo, estas resistencias no son relevantes ya que la corriente eléctrica sólo circula por la muestra ( $R_{muestra}$ ) y la lectura del cambio de voltaje se lleva a cabo solo en la muestra ( $R_{muestra}$ ). La ec. 19 muestra la como calcular la resistencia a 4 puntas.

$$R_{4-puntas} = \frac{\text{Lectura del Voltímetro}}{\text{Lectura del Amperímetro}} \quad (19)$$

## 1.4 Resistividad eléctrica y superconductividad

Se observa, que al aplicar un campo eléctrico sobre un material que posee cargas libres, se produce una corriente eléctrica. Ésta relación está relacionada con la estructura interna del material y se produce entre la intensidad del campo eléctrico y la densidad de corriente.

Se define, la densidad de corriente eléctrica como:

$$j = ne^2\tau E / m \quad (20)$$

donde  $\tau$  es el tiempo durante el cual el campo eléctrico ( $E$ ) actúa sobre el portador de carga,  $n$  es el numero de electrones,  $m$  es la masa y  $e$  la carga del electrón. Esta expresión se conoce como la *ley de Ohm*.<sup>[1.2]</sup>

De la expresión anterior, se define la conductividad eléctrica  $\sigma_{eléctrica}$  mediante  $j = \sigma_{eléctrica}E$ , de forma que:

$$\sigma_{eléctrica} = ne^2\tau / m \quad (21)$$

La resistividad eléctrica ( $\rho_{eléctrica}$ ) se define como el valor inverso de la conductividad eléctrica, de forma que:

$$\rho_{el\u00e9ctrica} = m / ne^2\tau \quad (22)$$

De la conductividad el\u00e9ctrica se espera que la carga transportada sea proporcional a la densidad de carga  $ne$ ; el factor  $e/m$  entra en la expresi\u00f3n debido a que la aceleraci\u00f3n en un campo el\u00e9ctrico determinado es proporcional a  $e$ , e inversamente proporcional a la masa  $m$ .<sup>[1.2]</sup>

Para medir  $\rho_{el\u00e9ctrica}$ , de manera experimental, en un material anisotr\u00f3pico, se utiliza la siguiente expresi\u00f3n:

$$\rho_{el\u00e9ctrica} = HE_{efectivo} R \quad (23)$$

donde  $H$  es una funci\u00f3n de  $L_2 / L_1$ ,  $E_{efectivo}$  es el espesor efectivo, que es igual a  $L_3$  mientras  $L_3 \ll (L_1 L_2)^{1/2}$  y  $R$  es la raz\u00f3n de  $V/I$  (ver figura 1.5).<sup>[1.15]</sup>

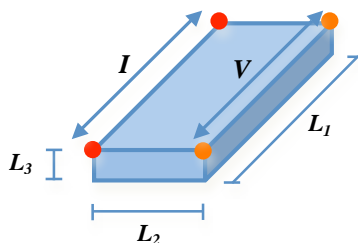


Figura 1.5 Esquema para la medici\u00f3n de la resistividad.<sup>[1.15]</sup>

Cuando  $L_2/L_1$  y  $L_3/L_1$  son peque\u00f1os y permanecen del mismo orden y magnitud, el bloque rectangular se convierte al problema de una barra delgada.<sup>[1.16]</sup> En \u00e9ste caso obtenemos que:

$$\rho_{el\u00e9ctrica} = \frac{L_2 L_3}{L_1} R = \frac{A}{L} R \quad (24)$$

Lo cual se reduce a medir la resistencia el\u00e9ctrica ( $R$ ), el \u00e1rea transversal ( $A$ ) a la direcci\u00f3n de la corriente el\u00e9ctrica y la longitud ( $L$ ) de la muestra.

En este trabajo nos enfocamos en la medici\u00f3n de la resistencia y resistividad el\u00e9ctrica de diferentes materiales a bajas temperaturas. En general, la teor\u00eda anterior es v\u00e1lida para cada uno de ellos. Uno de los materiales caracterizados merece una consideraci\u00f3n especial. Se trata de un material, que presenta el fen\u00f3meno de la superconductividad. Este es un material que pierde por completo su resistencia el\u00e9ctrica por debajo de su temperatura cr\u00edtica,  $T_C$ .<sup>[1.13]</sup> Esta temperatura est\u00e1 bien definida y es diferente para cada material superconductor.

El estado superconductor se puede abordar desde la teor\u00eda de bandas. En la figura 1.6, la disminuci\u00f3n vertical de las cajas indica las regiones de energ\u00eda permitida; las zonas sombreadas indican las regiones llenas con electrones a  $T = 0$  K. En un metal la banda est\u00e1 casi llena, mientras que en un semimetal una banda est\u00e1 casi llena y otra banda est\u00e1 casi vac\u00eda en el cero absoluto, pero en un semiconductor puro se transforma en un aislante en el cero absoluto. Un semiconductor y un aislante tienen la banda llena, de tal manera que existe una banda prohibida antes de llegar a la siguiente banda permitida, pero la banda prohibida del semiconductor es m\u00e1s peque\u00f1a que la del aislante.<sup>[1.17]</sup>

La banda prohibida de los superconductores es de un origen y naturaleza totalmente diferente que la banda prohibida de energía de los aislantes. En un aislante la banda prohibida está originada por la interacción electrón-red. Esta interacción liga a los electrones a la red. En un superconductor la interacción importante es la interacción electrón-electrón (pares de cooper) que ordena los electrones en el espacio  $k$  respecto al gas de electrones de Fermi. [1.18]

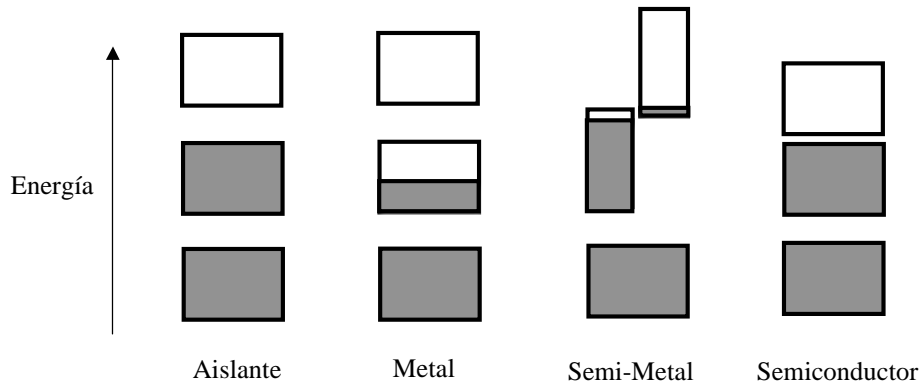


Figura 1.6 Esquemas de la ocupación electrónica de las bandas permitidas de energía correspondiente para aislantes, metales, semimetales y semiconductores. A  $T = 0$  K. [1.17]

Los electrones en estados excitados por encima de la banda prohibida se comportan como electrones normales: dichos electrones oponen resistencia; en corriente continua son cortocircuitados por los electrones superconductores (figura 1.7). En el cero absoluto no hay electrones encima de la banda prohibida. La banda  $E_g$  tiene un valor del orden de  $\sim 10^{-4} \epsilon_F$ , en donde  $\epsilon_F$  es la energía de Fermi.

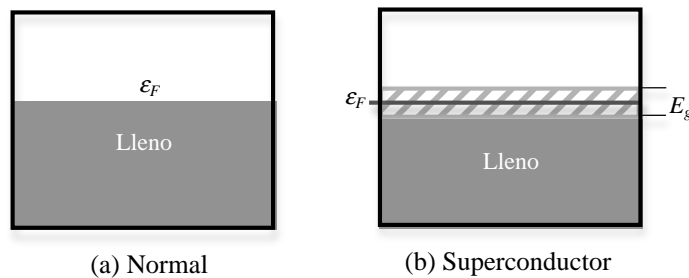


Figura 1.7 (a) Banda de conducción en el estado normal; (b) banda prohibida de energía, en el nivel de Fermi. [1.18]

Las caídas abruptas de la resistividad eléctrica a cero constituyen un indicador pobre, en ocasiones, para indicar la presencia del estado superconductor. Este comportamiento, puede provenir de muchas situaciones que no corresponden a un estado superconductor y que tienen que ser cuidadosamente exploradas antes de emitir conclusión alguna acerca de si se tiene o no un superconductor. Por ejemplo, es común que se encuentre que las caídas abruptas del valor de la resistencia hacia cero se deban a problemas de corto circuitos o, en la técnica de las cuatro puntas que es tan usual para este tipo de mediciones. En la práctica se encuentra que las muestras que han sido sobre-procesadas y que contienen muchas fases distintas del material son más susceptibles de presentar este tipo de problemas,

ya que son tan heterogéneas en su comportamiento eléctrico que pueden llevar a trayectorias alternativas para la corriente entre los electrodos y a resistencias de contacto que varían grandemente con la temperatura. <sup>[1.19]</sup>

Para estar seguros de caracterizar un material superconductor, se verifica la presencia del Efecto Meissner, que consiste en la expulsión de un campo magnético. Así que, al enfriar el material, se le aproxima un imán permanente y se debe observar una repulsión debido al estado superconductor del material. <sup>[1.20]</sup>

Con los conceptos expuestos hasta aquí, se entenderá y explicará: la distribución de la temperatura en el sistema construido en éste trabajo, cómo se mide la temperatura usando un compensador electrónico, que significado tienen las mediciones que se realizan (como la resistividad eléctrica y superconductividad) y la forma de medir estas propiedades. Esto se verá en el **Capítulo 4**.



# Capítulo 2

## Criostato

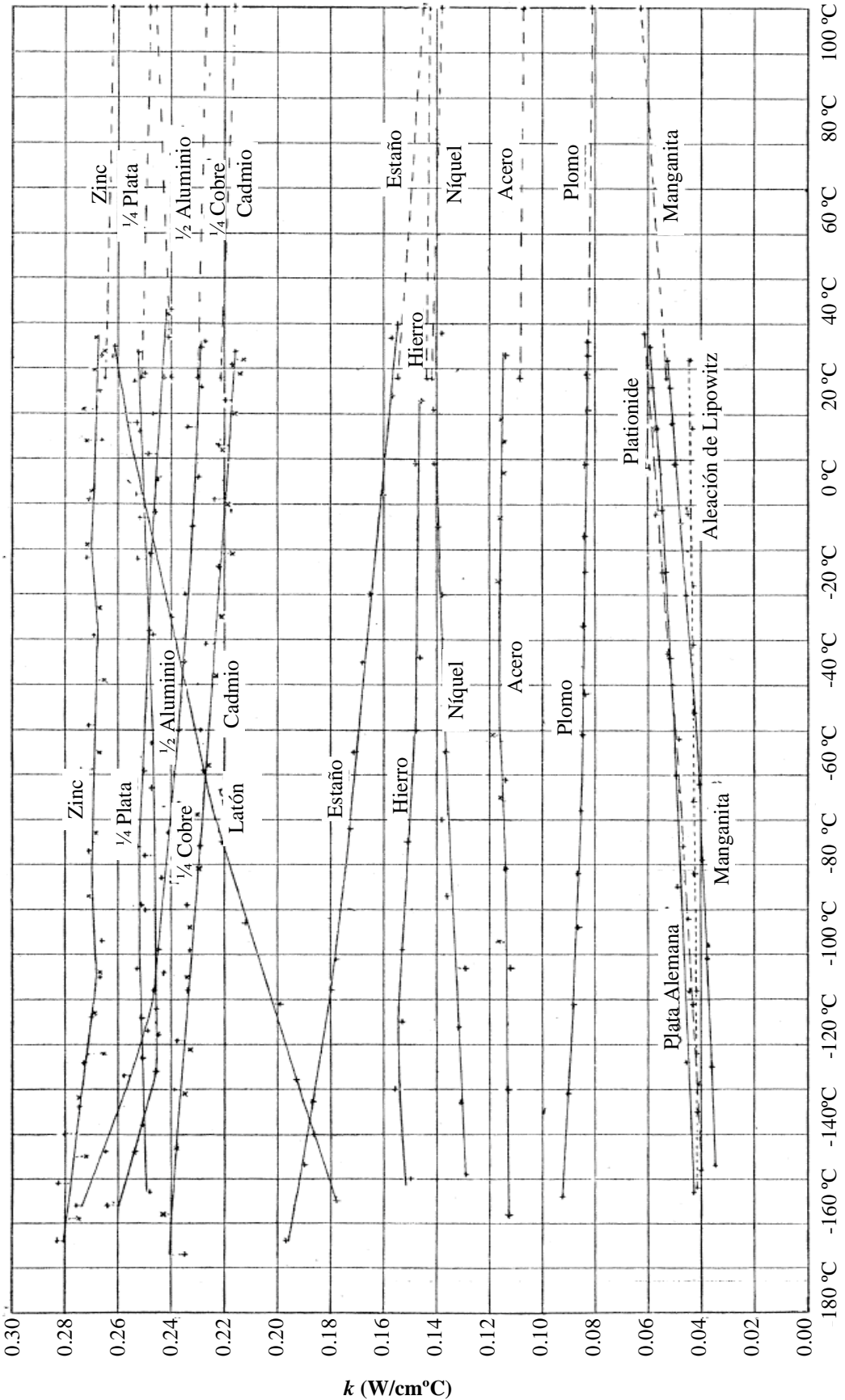
El criostato que se desarrolló es un sistema en el cual es posible mantener a los materiales, a analizar, en un ambiente controlado de temperaturas criogénicas y de vacío. Estas condiciones se consiguen por el diseño del criostato. En primer lugar funciona como una caja de Faraday, la cual no permite que la radiación electromagnética externa llegue a la muestra.<sup>[2.1]</sup> Su diseño es para mantener una presión más baja (vacío) en el interior. También es posible variar la velocidad de enfriamiento de forma controlada, utilizando un controlador de temperatura, como se explicara más adelante. En el interior del criostato, el único contacto con la muestra es por medio de una línea de soporte, ver el [Capítulo 4](#), por lo que la muestra se enfría por contacto térmico.

El criostato esta dividido en 3 secciones:

- La primera sección consta de un recipiente que se coloca en contacto directo con nitrógeno líquido. Éste recipiente se sella con la aleación de Lipowitz (aleación de bismuto, estaño, cadmio y plomo). El recipiente contiene un porta muestras y su respectivo calefactor.
- La segunda sección es una tubería: la línea evacuación de aire de la primer sección, por la cual se introducen las líneas eléctricas de adquisición de datos y control de temperatura.
- La tercera sección es la parte externa del sistema que está a temperatura ambiente. Se adaptaron conectores para las líneas eléctricas, una bomba mecánica de vacío y un medidor de presión.

Para escoger el tipo de materiales con los cuales se construyó el criostato, se consideraron las propiedades térmicas, propiedades eléctricas, los costos que pudieron tener y la facilidad con la que se puede maquinar. Una de las propiedades importantes a tomar en cuenta es la conductividad térmica, ya que estaremos trabajando a temperaturas criogénicas y los cambios de temperatura en la muestra son muy importantes de controlar. En la gráfica 2.1, se pueden ver la conductividad térmica de algunos materiales.<sup>[2.2]</sup>

Para contener el nitrógeno líquido se utilizo un termo o dewar. Reduciendo la transferencia de calor, manteniendo la radiación al mínimo. De esta manera, la vía principal por la cual se puede comunicar es sólo el cuello de la botella.<sup>[2.3]</sup>



Escala de temperatura media del Hidrógeno

Gráfica 2.1 Curvas de variación de conductividad térmica  $k$  ( $W/cm^{\circ}C$ ) de metales puros y aleaciones contra temperatura. Observen que los valores están indicados con  $-$  y  $+$ . Las líneas punteadas a la derecha unen los valores dados por Jäger y Diesselhorst para las conductividades de  $18^{\circ}C$  hasta  $100^{\circ}C$ , respectivamente. Para la plata (silver) y el cobre (copper) los valores están graficados como  $k/4$ , y el aluminio (aluminium) como  $k/4$ . [2-2]

## 2.1 La primera sección del criostato

La primera sección consta de un recipiente con sus respectiva tapa. Éste está en contacto directo con nitrógeno líquido. Dentro del recipiente hay un porta muestras con un calefactor para controlar la temperatura en el porta muestras (figura 2.1).

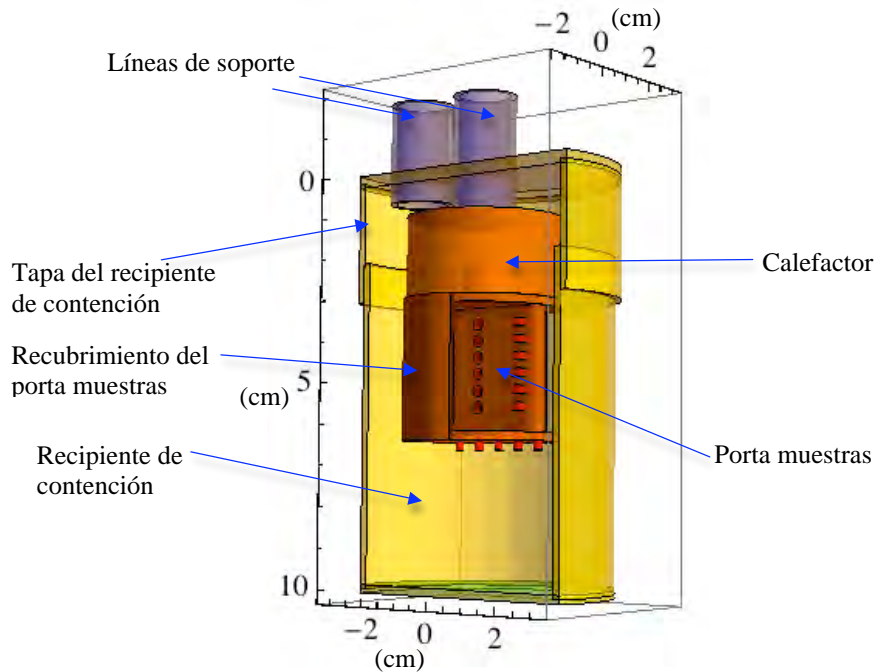


Figura 2.1 Criostato (figura elaborada para éste trabajo). La imagen muestra las partes que lo componen. El recipiente de contención, su tapa y el recubrimiento del porta muestras se muestran cortados, esto es para fines esquemáticos ya que en realidad se encuentran por completo cerrados.

### 2.1.1 El recipiente principal de contención

El recipiente de contención se fabricó de latón (70% de cobre y 30% de zinc, UNS C26000)<sup>[2.4]</sup>. Este material es comercial, de bajo costo y tiene una alta conductividad térmica. El material que tiene la conductividad térmica más elevada no es el latón sino el cobre, ver la gráfica 2.1. Sin embargo, el latón es más duro (lo que da una rigidez mayor al sistema), resiste más a la oxidación lo que es importante para el sello (ver Sección 3.1.1) inclusive es más fácil maquinar que el cobre.

Como comercialmente no se encuentra un envase de latón que se pueda utilizar, es necesario construirlo. Se partió de un tubo de latón de diámetro exterior de  $(31.70 \pm 0.05)$  mm, espesor de  $(0.81 \pm 0.05)$  mm y largo de  $(100.00 \pm 0.05)$  mm. El diámetro se escogió por las dimensiones del dewar y el espesor para reducir la masa del recipiente, para requerir menos nitrógeno líquido en el enfriarlo. La base del recipiente se hizo de lamina del mismo tipo de latón, del mismo espesor. Se corto a la medida para el tubo y la unión entra ambos se hizo con soldadura de plata (ver Capítulo 3).

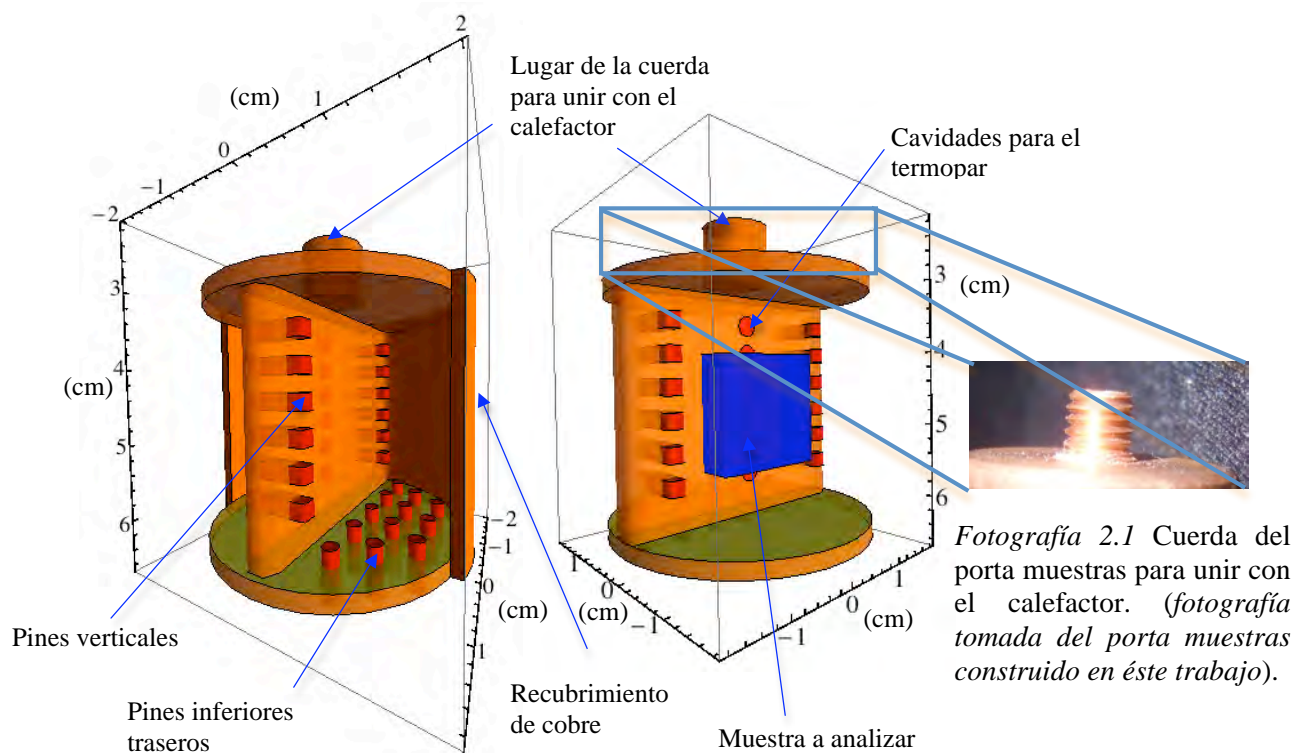
La tapa del recipiente requiere que su diámetro interior sea sólo un poco más grande que el diámetro

exterior del recipiente. Sin embargo, no existe comercialmente tubo que cumpla este requisito, por ese motivo la tapa se fabrica de una barra de latón, para dejar las dimensiones correctas. Las dimensiones son de  $(15.000 \pm 0.005)$  mm de largo, de grosor y de diámetro. Estas dimensiones permitirán variar el largo del recipiente de 10 cm a 11.5 cm si es que se requiere.

## 2.1.2 El porta muestras

El porta muestras se construyó de cobre por tener las propiedades de conductividad térmica y calor específico adecuadas (ver referencia [2.5]). Baja su temperatura de manera muy uniforme, en el **Capítulo 4** se hace un análisis de este punto.

La forma y dimensiones del porta muestras, se muestran en la figura 2.2. Se fabricó de una sola pieza para evitar uniones con su respectiva cubierta, ambas de cobre. La cubierta es para tener un equilibrio térmico lo más rápidamente posible y evitar que la radiación electromagnética llegue a la muestra a analizar. Se le colocaron pines de cobre (figura 2.2) para anclar las líneas de mediciones. Los pines están conectados hasta los conectores externos del sistema. En el **Capítulo 3** se hablara de la forma de fijar los pines.



Fotografía 2.1 Cuerda del porta muestras para unir con el calefactor. (fotografía tomada del porta muestras construido en este trabajo).

Figura 2.2 Porta muestras (figura elaborada para este trabajo). La imagen de la izquierda muestra el recubrimiento de cobre cortado, esto es solo de forma esquemática, ya que en realidad el recubrimiento está alrededor de todo el porta muestras. La imagen de la derecha muestra las cavidades para los termopares.

El porta muestras está unido directamente al calefactor, por medio de una cuerda que se hizo en la parte superior del porta muestras, mientras que al calefactor se le hizo una rosca (ver las figuras 2.2 y 2.3, y la fotografía 2.1).

Se hicieron 6 cavidades en el porta muestras, para colocar los sensores de temperatura (ver **Capítulo 4**). Cada una de las cavidades esta centrada a la altura de cada uno de los pines. Estas cavidades son para colocar los termopares y hacer que la punta del termopar no tenga gradientes de temperatura.

## 2.1.3 El calefactor

Esta parte (figura 2.3) del criostato es lo que controla la velocidad de enfriamiento del porta muestras y por lo tanto la temperatura de la muestra. Esto es posible ya que el calefactor suministra calor para compensar el cedido, por conducción térmica al nitrógeno líquido. Entonces es posible hacer algunas mediciones que requieran una velocidad de enfriamiento lento, o bien dentro de un intervalo de temperatura estable.

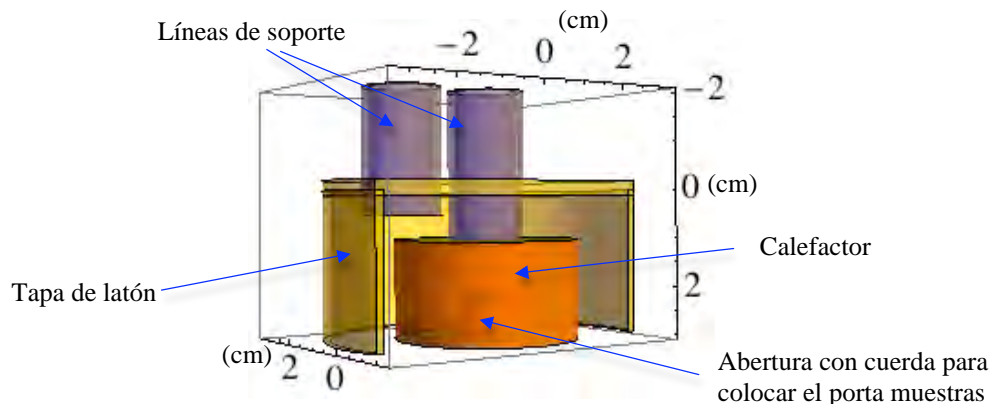
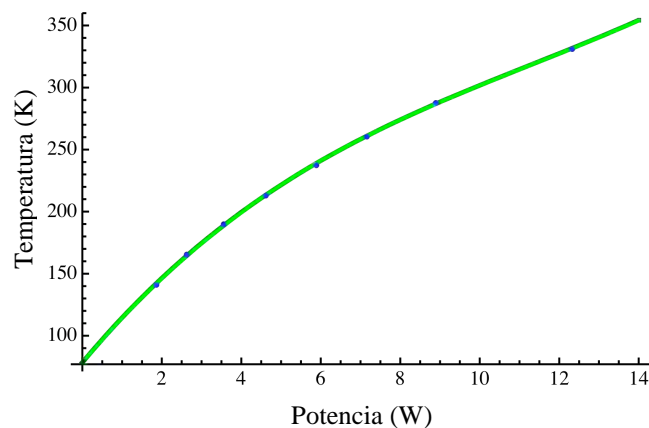


Figura 2.3 Calefactor (figura elaborada para éste trabajo). La imagen muestra el lugar en donde se encuentre el calefactor. La tapa de latón se muestra cortada, esto es solo para fines esquemáticos.



Gráfica 2.2 Potencia que suministra el calefactor contra la temperatura en el porta muestras. (Curva obtenida experimentalmente en el criostato).

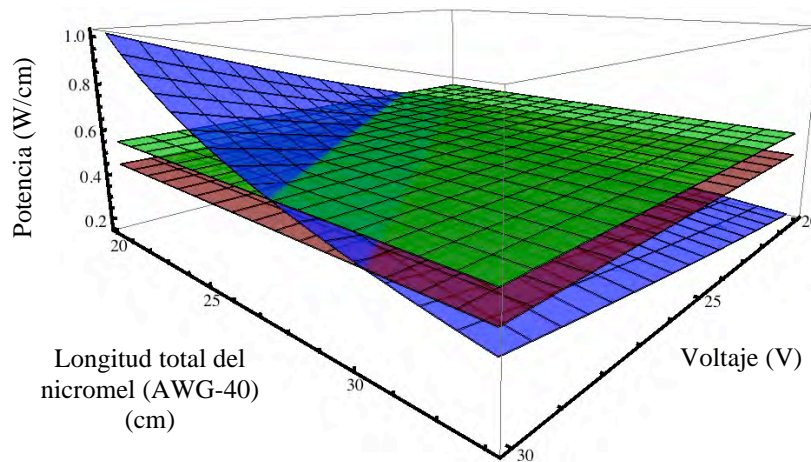


El calefactor es una disco de cobre de  $(10.000 \pm 0.005)$  mm de espesor y  $(20.000 \pm 0.005)$  mm de diámetro. Alrededor de esta pieza de cobre se coloca una mica térmica de fibra de vidrio, que se sujeta con un barniz VGE-7031 (ver **Capítulo 3**). Alrededor de la mica se colocaron dos capas de cinta de teflón, después se instaló un alambre de nicromel (una aleación de 80 % níquel y 20 % cromo) de calibre AWG-40 y longitud de  $(24.50 \pm 0.01)$  cm. Es éste alambre el que suministra calor para controlar el cambio de temperatura en el porta muestras.

La mica térmica y el teflón son para evitar que el nicromel haga contacto eléctrico con el calefactor. Por ultimo, se envolvió el alambre con fibra de vidrio, para evitar cortos eléctricos con las líneas eléctricas del porta muestras y conseguir una mejor distribución del calor a lo largo del calefactor.

Para comprender que ocurre se recurre a la ley de Joule, tomando en cuenta que el alambre actuará como una resistencia eléctrica. Sabemos que la potencia es  $P = V^2/R$  (donde  $P$  se mide en watts (W),  $V$  es mide en volts (V),  $R$  se mide en ohms ( $\Omega$ ))<sup>[2.6]</sup> y el calor producido por unidad de tiempo es  $Q = Pt$  (donde  $t$  es el tiempo medido en segundos (s)).

En la gráfica 2.2 se muestra la potencia que el porta muestras requiere para ser elevado a cierta temperatura. Se requieren de al menos 10 W para llegar a 300 K. Para que el nicromel suministre el calor requerido se puede variar tanto su longitud como el voltaje aplicado. Experimentalmente se observa que la resistencia de nicromel (AWG-40) soporta un máximo de  **$(0.55 \pm 0.001)$  W/cm**.



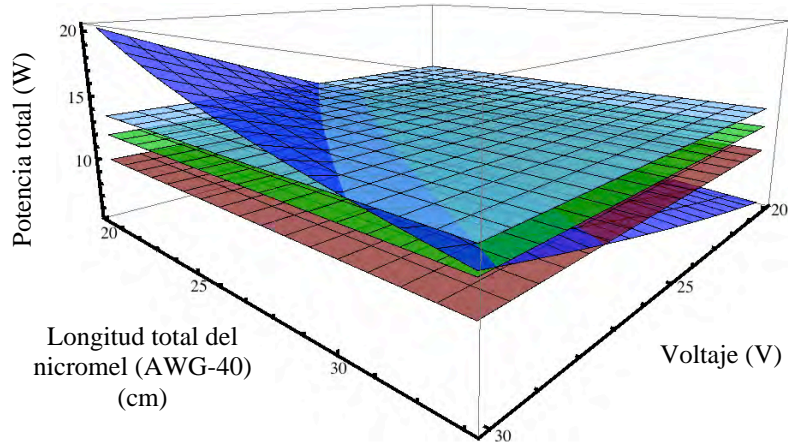
Gráfica 2.3 Potencia por cm del nicromel (AWG-40). La curva azul es del nicromel, el plano verde representa el limite máximo de potencia (0.55 W/cm) que puede soportar el nicromel y la curva roja representa al valor tomado para el calefactor (0.49 W/cm). (Curvas obtenidas experimentalmente)

De la gráfica 2.3 se obtienen los parámetros de voltaje y longitud del alambre de nicromel AWG-40. En esta gráfica, vemos que todo los valores que se encuentren por debajo del plano verde son posibles opciones. Sin embargo, tenemos que tomar en cuenta los 10 W mínimos para calentar el porta muestras. En la gráfica 2.4, vemos las soluciones posibles a usar en el calefactor. Los valores que se tomaron para usarse en este criostato son:

$$R=(54.4 \pm 0.01) \Omega$$

$$L=(24.5 \pm 0.01) \text{ cm}$$

$$V=(25.5 \pm 0.01) \text{ V}$$

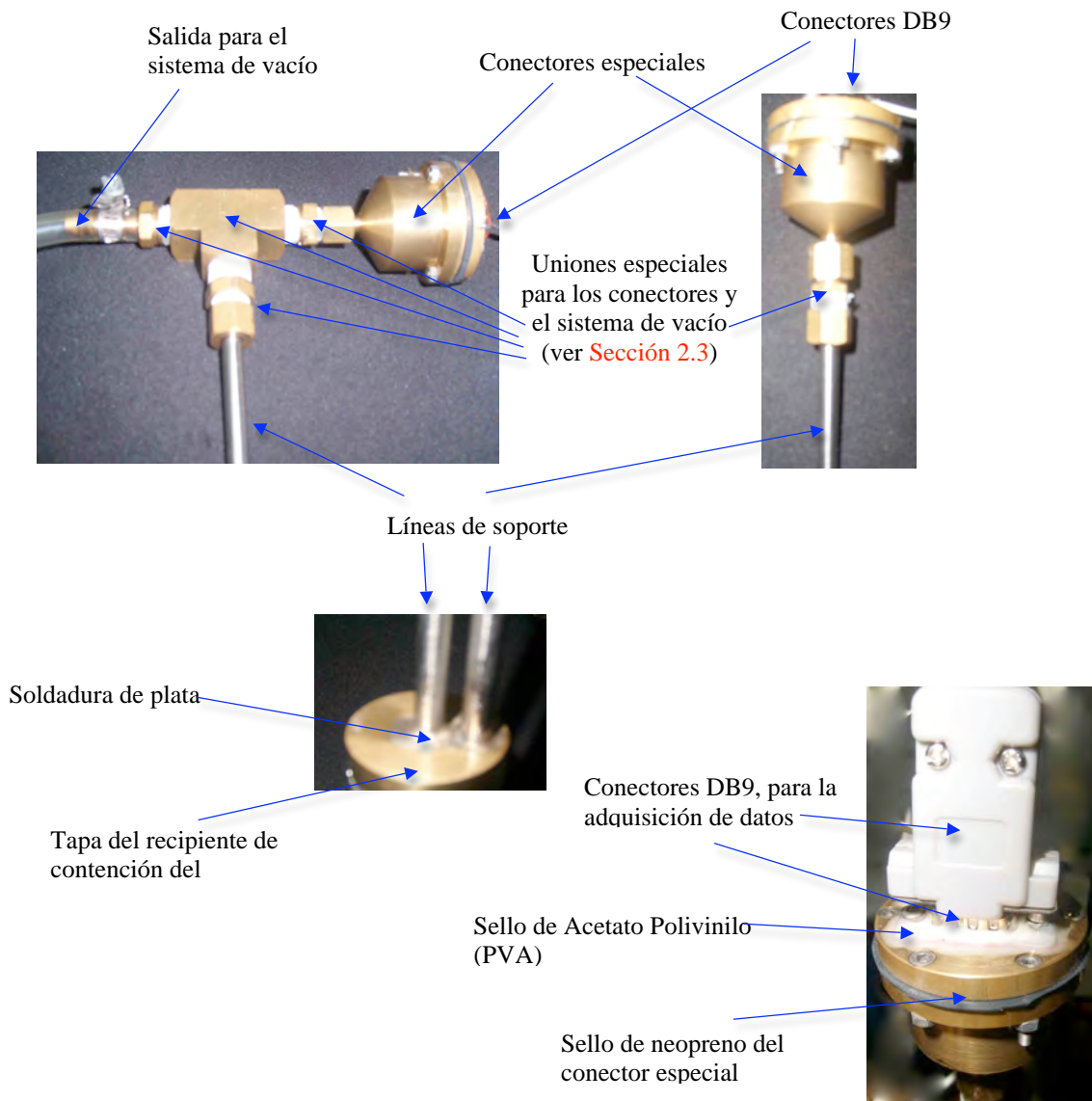


*Gráfica 2.4* Potencia total del nicromel (AWG-40). La curva azul fuerte es del nicromel, el plano rojo representa la potencia mínima que debe de suministrar el nicromel (10 W), el plano verde representa la potencia tomada para el calefactor (12 W) y el plano azul claro representa la potencia máxima que soporta el nicromel (13.5 W). (*Curvas obtenidas experimentalmente*)

El calefactor requiere un control para suministrar la corriente necesaria a la resistencia de nicromel. Se utiliza un transformador de 30V a 1A de corriente AC y el control se hace con un potenciómetro de hilo. Este potenciómetro de hilo soporta un máximo de 5 W y permite tener un excelente control de potencia sobre el calefactor. El control del tiempo de admisión de calor se hace por medio de un controlador EMKO-4450<sup>[2.7]</sup>, producto de la compañía EMKO ELEKTRONIK A.S. Este controlador permite medir la temperatura del porta muestras usando un termopar tipo T y programarlo para que administre la corriente cuando se llegue la punta del termopar a cierta temperatura por medio de un relevador EMO-400<sup>[2.7]</sup> interno, de la misma compañía que el controlador.

## 2.2 La segunda sección del criostato

La segunda sección que consiste en las líneas de soporte (tubos de acero inoxidable) y conectores especiales (de latón) para la adquisición de datos y control de la temperatura. Las mismas líneas de soporte sirven para la evacuación de aire de la primera sección, y por la cual se introducen las líneas eléctricas de adquisición y control.



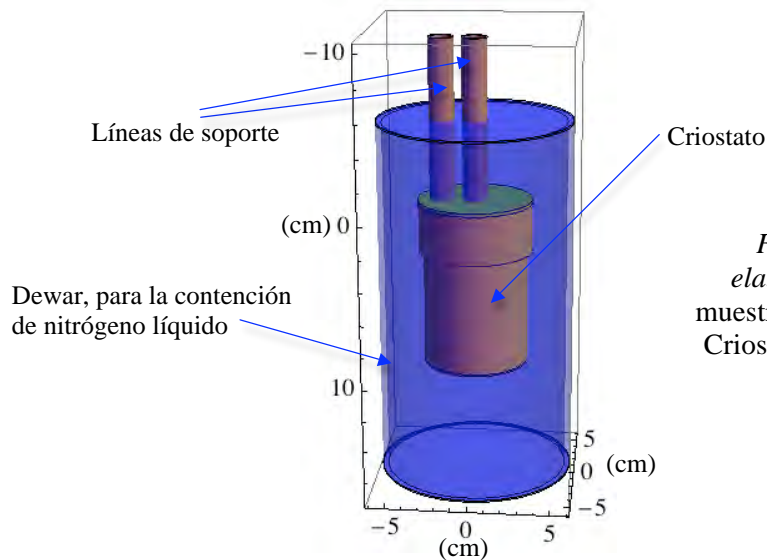
Fotografías 2.2 Segunda sección del criostato (*fotografías tomadas de las piezas construidas en éste trabajo*). Se muestran las partes que conforman la segunda sección del criostato: líneas de soportes, salida para el sistema de vacío y conectores especiales para la adquisición y control de datos.



## 2.2.1 El soporte del criostato

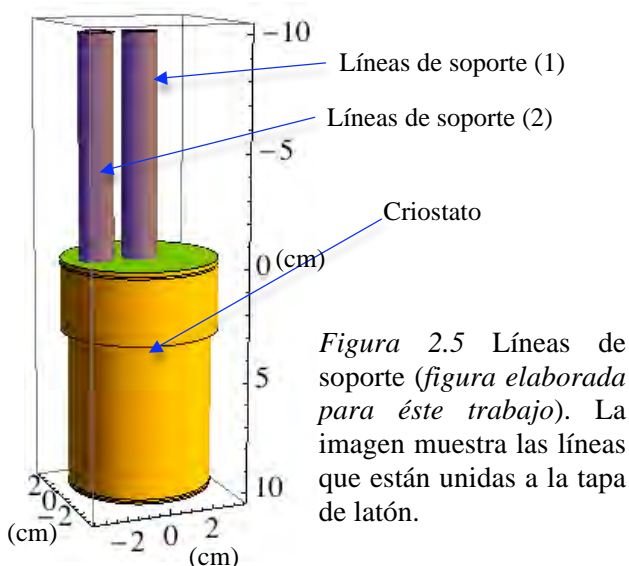
Se desarrollaron líneas de soporte para sostener el criostato dentro del dewar (figura 2.4). Estas líneas son el único conducto para el alambrado que comunica desde el interior del criostato hasta el exterior (tomando las mediciones de voltaje, corriente, temperatura, etc.).

Estas líneas, se construyeron de tubo de acero inoxidable 316, este material es muy rígido, tiene una baja conductividad térmica y un calor específico elevado (ver referencia [2.8]). De esta manera minimizamos la entrada de calor por estas líneas, ya que estarán en contacto directo con el nitrógeno líquido y el aire (que está a temperatura ambiente), ver [Capítulo 4](#).

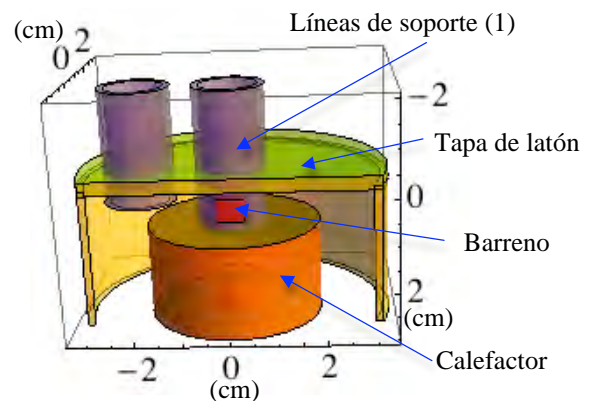


*Figura 2.4* Líneas de soporte (figura elaborada para éste trabajo). La imagen muestra el dewar y dentro de él se encuentra el Criostato, el cual está sostenido por las líneas de soporte. Esto es solo para fines esquemáticos.

En las figuras 2.1, 2.5 y 2.6 y la fotografías 2.2, vemos que ambas líneas atraviesan la tapa de latón del criostato, pero solo la línea central esta unida con el calefactor. La línea (1) sirve para el soporte del sistema interno, para la evacuación de aire y es posible introducir líneas eléctricas; en la línea (2) se introducen las líneas eléctricas y da un soporte extra al sistema.



*Figura 2.5* Líneas de soporte (figura elaborada para éste trabajo). La imagen muestra las líneas que están unidas a la tapa de latón.



*Figura 2.6* Barreno en la línea (1) (figura elaborada para éste trabajo). El punto rojo solo muestra de manera esquemática el lugar del barreno.

La línea (1) tiene un barreno perpendicular a la dirección longitudinal, de tal manera que está por arriba del calefactor pero por debajo de la tapa del recipiente de contención (figura 2.6). Por este barreno se introduce el sensor de temperatura del controlador EMKO-4450.

## 2.2.2 Los conectores eléctricos

El acceso al interior del criostato es por las 2 líneas de soporte. Para tener control sobre interior del criostato se construyeron 2 conectores especiales que se ajustan a las líneas de soporte.

Estos conectores están integrados por 3 partes, cada uno:

1. La primer parte, consiste en una pieza de latón en forma de cono (ver fotografías 2.2 y figura 2.7), hay un suficiente espacio suficiente en el interior para evitar que las uniones de las líneas eléctricas se toquen, evitando algún corto eléctrico. La parte de abajo del cono tiene el mismo diámetro interno y externo que las líneas de acceso, de esta manera será más fácil unirlos. En la parte de arriba del cono se hicieron 6 barrenos de 1/8 de pulgada, con el fin de sujetar la segunda parte con tornillos (fotografía 2.3);

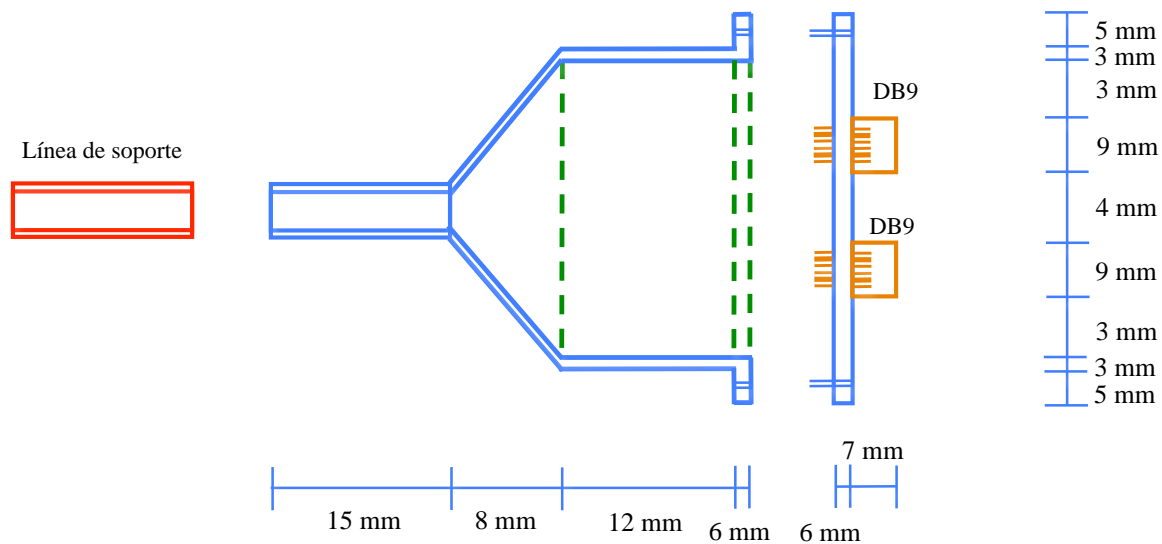
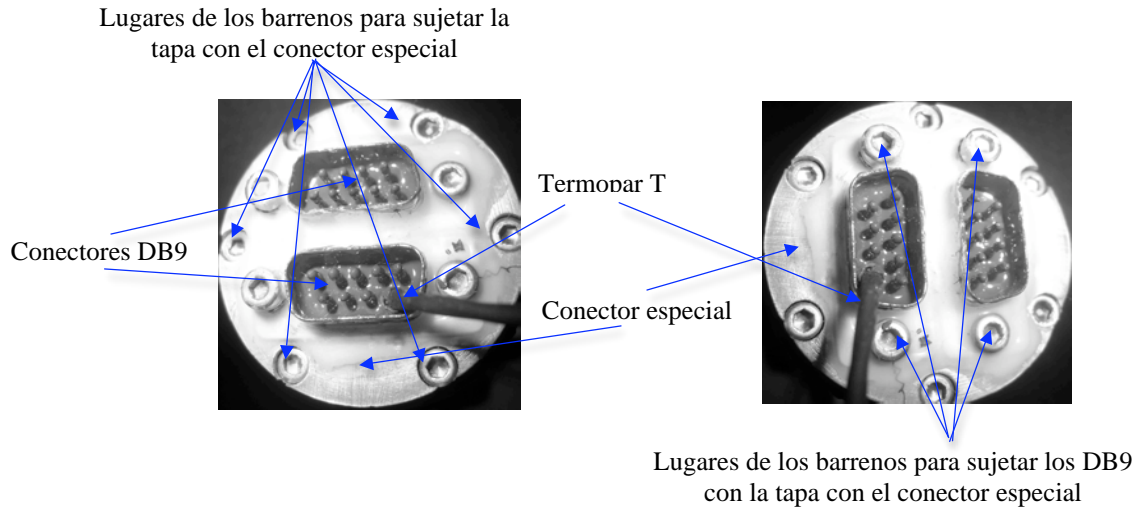


Figura 2.7 Conector especial (figura elaborada para éste trabajo). Muestra las dimensiones del conector especial y su tapa.

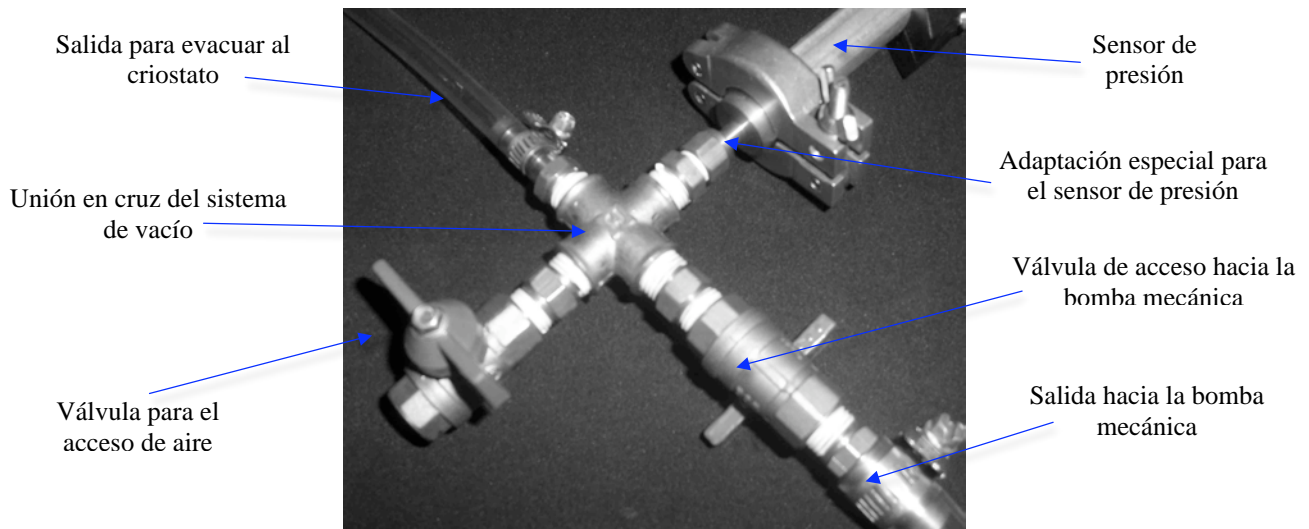
2. La segunda parte, es una tapa para la pieza anterior, también hecha de latón y a la medida. Tienen 6 barrenos para sujetarla a la primer pieza, con tornillos. Se hicieron 2 ranuras especiales, cada una con la forma que tiene un conector DB9 de computadora (fotografía 2.3);
3. La tercera parte, son conectores DB9 de computadora. En estos conectores se hicieron las uniones de las líneas eléctricas para el control de temperatura y adquisición de datos. Se sujetaron con tornillos, por medio de 2 barrenos por cada conector en la tapa (ver fotografía 2.3).



*Fotografía 2.3 Tapa del conector especial (fotografías tomadas del conector construido en éste trabajo). Muestra los conectores DB9 y los lugares de los barrenos, para unir la tapa con el conector especial y de los DB9.*

## 2.3 La tercera sección del criostato

La tercera sección es la parte en donde se conecta la bomba de vacío, un medidor de presión, se ubica el controlador del calefactor y el sistema para el control y la adquisición de datos.



*Fotografía 2.4 Sistema de vacío (fotografía tomada del sistema de vacío construido en éste trabajo). Se muestra las válvulas de acceso, el medidor de presión y su adaptación especial.*

## 2.3.1 El sistema de vacío

El término *vacío* se refiere a cierto espacio lleno con gases a una presión total menor que la presión atmosférica, por lo que el grado de vacío se incrementa en relación directa con la disminución de presión del gas residual. Esto significa que en cuanto más disminuyamos la presión, mayor vacío obtendremos, lo que nos permite clasificar el grado de vacío:

1) *Bajo y mediano vacío*. El intervalo de presión atmosférica, con estas características, se manifiesta desde un poco menos de 760 Torr hasta  $10^{-2}$  Torr. Aquí, los gases que componen el aire se evacúan a diferentes velocidades y esto altera la composición de gases del aire residual.

2) *Alto vacío*. El intervalo de presión se extiende desde cerca de  $10^{-3}$  hasta  $10^{-7}$  Torr. La composición de gases residuales presenta un alto contenido de vapor de agua ( $H_2O$ ).

3) *Ultra alto vacío*. El intervalo de presión va desde  $10^{-7}$  hasta  $10^{-16}$  Torr. Las superficies internas del recipiente se mantienen “limpias” de gas. En este intervalo el componente dominante de los gases residuales es el hidrógeno.

Las razones para hacer vacío en el criostato son las siguientes:

1) Se utiliza para extraer la humedad, gases ocluidos o disueltos, dentro del sistema. De esta manera evitamos la acumulación de cristales de agua (hielo) o la formación de capas de materiales que se encuentren en el aire, sobre la muestra a analizar y en los contactos eléctricos.

2) Disminuir la transferencia de calor entre el porta muestras y el envase de contención (ver [Capítulo 4](#)).

El tipo de medidor de presión es importante considerar de antemano el tipo de sistema con el cual se cuenta y las condiciones necesarias para medir la presión. Una manera sencilla de elegir el medidor adecuado a nuestros propósitos es tomar en cuenta los siguientes puntos:

1) El intervalo de presión para el cual es requerido el medidor.

2) Saber la presión parcial de cada componente del gas o la presión total.

3) Considerar si la lectura del medidor depende del tipo de gas existente en la cámara.

4) La precisión necesaria al medir.

5) El tipo de montadura del medidor.

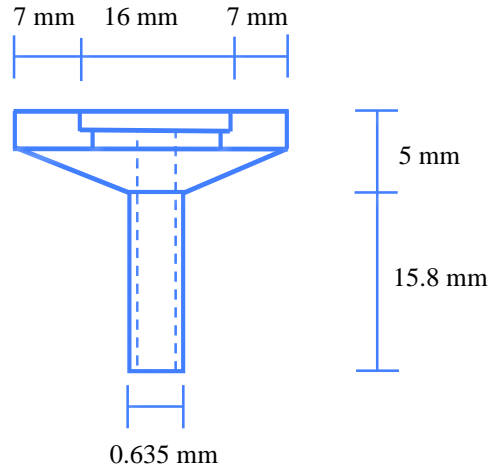
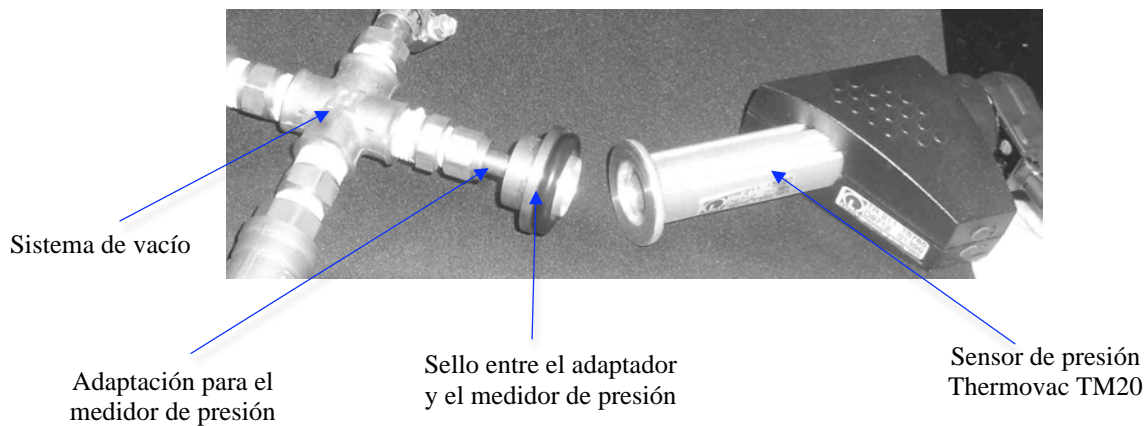
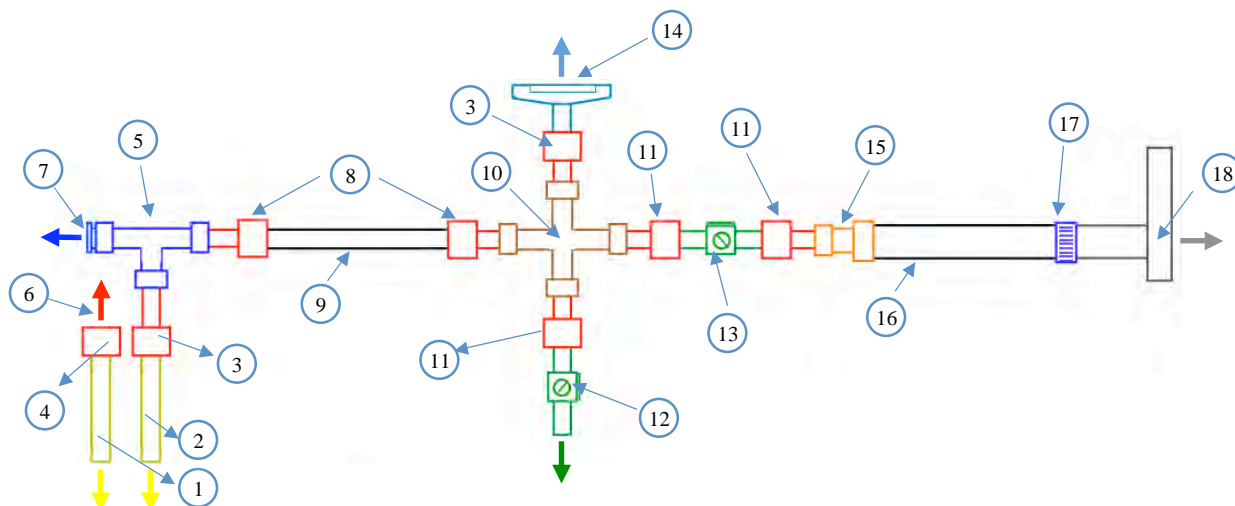


Figura 2.8 Conector especial para el sensor de presión (figura elaborada para éste trabajo). Muestra las dimensiones del conector especial.



Fotografía 2.5 Conector especial para el sensor de presión (fotografía tomada del conector especial construido en éste trabajo). Se muestra el sistema de vacío, la adaptación para el sistema de vacío y el sensor de vacío.

Se utilizó una bomba de vacío Trivac D10E<sup>[2.9]</sup>, de la compañía Leybold, para hacer la evacuación de aire. Un medidor TR 211<sup>[2.10]</sup> y un Thermovac TM20<sup>[2.11]</sup>, también de la compañía Leybold, para hacer las mediciones de presión. Para el medidor de presión fue necesario desarrollar un adaptador especial, uno de los lados de esta adaptación cumple los requerimientos de un adaptador DN16KF<sup>[2.12]</sup> y el otro lado del adaptador es una salida en forma de tubo de 1/4" o 0.635 mm (ver figura 2.8). Se armó el sistema utilizando conexiones especiales para gas (ver fotografía 2.5 y esquema 2.1). En el siguiente esquema se muestra la forma en que se armó el sistema de vacío.



Esquema 2.1 Sistema de vacío. (figura elaborada para éste trabajo).

- 1.- Línea de soporte (2)
- 2.- Línea de soporte (1)
- 3.- Niple unión de  $\frac{1}{4} \times \frac{1}{4}$ ", tubo-macho
- 4.- Niple unión de  $\frac{1}{4} \times \frac{1}{4}$ ", tubo-tubo
- 5.- Tee unión hembra de  $\frac{1}{4}$ ", hembra
- 6.- Lugar para el conector (1)
- 7.- Lugar para el conector (2)
- 8.- Niple de  $\frac{1}{4} \times \frac{1}{4}$ ", macho – espiga
- 9.- Manguera para vacío de  $\frac{1}{4}$ "
- 10.- Cruz unión de  $\frac{1}{4} \times \frac{1}{4}$ ", hembra
- 11.- Niple unión de  $\frac{1}{4} \times \frac{1}{4}$ ", macho-macho
- 12.- Válvula de  $\frac{1}{4}$ ", para acceso de aire
- 13.- Válvula de  $\frac{1}{4}$ ", hacia la bomba de vacío
- 14.- Adaptación especial para el medidor de presión DN16KF-tubo de  $\frac{1}{4}$ "
- 15.- Reducción niple de  $\frac{1}{4}$ "- $\frac{1}{2}$ ", macho-espiga
- 16.- Manguera de  $\frac{1}{2}$ "
- 17.- Unión a la bomba de vacío
- 18.- Bomba de vacío

**Nota:** Para las partes 3 y 4 se utiliza una tuerca especial que utiliza un "barril" para el sello.

# Capítulo 3

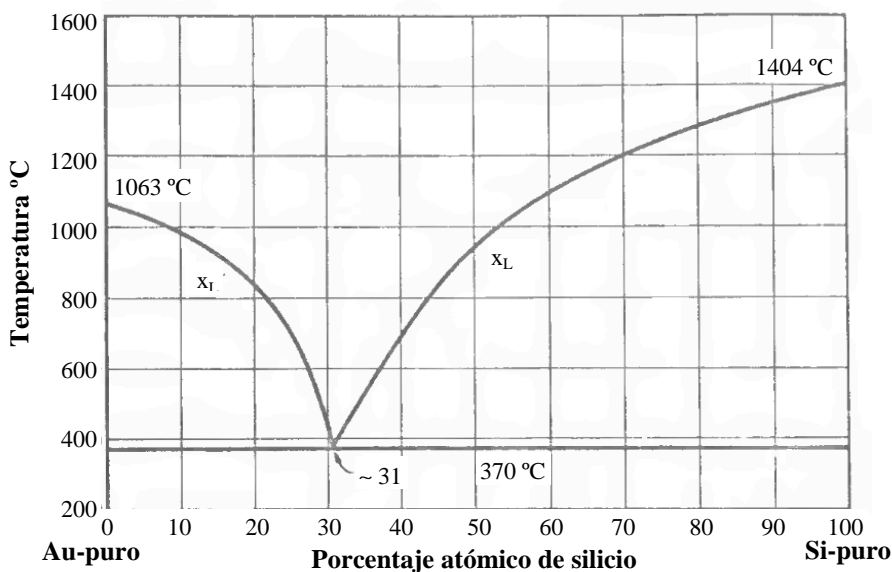
## Sellos del criostato

Existe una amplia variedad de sellos, de diferentes materiales, los cuales pueden usarse para el criostato. Incluyendo adhesivos, epóxicos, barnices, materiales aislantes, etc. Sin embargo, no es posible utilizar un único material para sellar todas las uniones debido a que se encuentran en diferentes condiciones (ya sean de temperatura, por el tipo de material a sellar, etc.). A continuación se presentan los diferentes sellos usados para cada sección del criostato.

### 3.1 Sellos de la primera sección del criostato

#### 3.1.1 Aleación de Lipowitz

La primera sección del criostato se encuentra inmersa en nitrógeno líquido. Los sellos de esta sección deben ajustarse a los cambios de las temperaturas criogénicas. Y para colocar y retirar con facilidad la muestra. Como se menciona en el **Capítulo 2**, la primera sección del criostato consta de un recipiente de contención (figura 2.1). En su interior se encuentra el porta muestras, el calefactor y la muestra a analizar.



Gráfica 3.1 Diagrama de fases con eutéctico de enlaces oro-silicio. El eutéctico se compone de dos ramas que coinciden a  $T_e=370\text{ °C}$  y  $x_e = 0.31\%$  en átomos de Si. <sup>[3.1]</sup>



Se uso una aleación eutéctica para el sello del envase de contención. Este tipo de aleaciones son mezclas de dos (o más) elementos, que tienen puntos de fusión más altos que la aleación final. Como ejemplo y para fines ilustrativos, consideremos en diagrama de fase de dos ramas de “liquidus” para el sistema Au-Si (gráfica 3.1). La temperatura mínima de solidificación se denomina temperatura eutéctica y la composición correspondiente es la composición eutéctica.<sup>[3.1]</sup>

En general las aleaciones eutécticas se solidifican en forma muy parecida a un metal puro. Solo que en este caso la solidificación tiene lugar a una temperatura que es menor que la de los componentes individuales. El tamaño de grano producido con una aleación eutéctica es menor que el un metal puro bajo las mismas condiciones, esto se debe a un gradiente de temperatura menor y a la formación de un número más grande de puntos de nucleación para el inicio de los granos.<sup>[3.2]</sup>

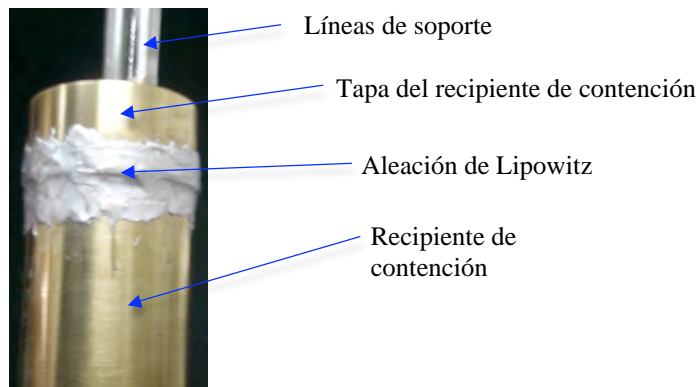
La aleación eutéctica utilizada fue la *Aleación de Lipowitz* o *metal de Wood*, la cual tiene una conductividad térmica que va de 0.042 W/cm·°C en -170 °C (103 K) a 0.044 W/cm·°C en 18 °C (291 K), ver gráfica 2.1.<sup>[2.2]</sup> Esta aleación es capaz de soportar las bajas temperaturas al no romperse ni quebrarse. La temperatura eutéctica experimental de esta aleación es  $T_e = 67.0 \text{ °C} \pm 0.5\text{°C}$  (340.0 K  $\pm$  0.5 K) y la temperatura de oxidación experimental es de  $T_o = 360.0 \text{ °C} \pm 0.5 \text{ °C}$  (633 K  $\pm$  0.5 K). Si se excede la temperatura  $T_o$  la aleación ya no servirá para sellar el recipiente.

Debido a la baja temperatura de fusión de la aleación eutéctica, permite colocarla y retirarla con facilidad. No se corre el riesgo de quemar las partes internas, incluyendo el barniz usado en el porta muestras y en el calefactor (el cual soporta un máximo de 150 °C o 423 K), ver **Sección 3.1.2**.

Esta aleación se elaboró en el Laboratorio de Física Moderna. La aleación tiene una apariencia plateada (igual a la plata), ver fotografía 3.1. En la fotografía 3.2 se observa como queda la aleación aplicada en el criostato.



*Fotografía 3.1 Aleación eutéctica (aleación de Lipowitz) para el sello del recipiente de contención. (fotografía tomada del Aleación de Lipowitz elaborada para éste trabajo).*



*Fotografía 3.2 Aplicación de la aleación de Lipowitz, en el recipiente de contención. (fotografía tomada del recipiente de contención construido en éste trabajo).*



*Nota: el procedimiento para la elaboración de esta aleación, el procedimiento para aplicarla y verificar el sello<sup>[3.3]</sup>, está en el reporte que se elaboro para el Laboratorio de Física Moderna, para desarrollar prácticas de bajas temperaturas en el criostato.*

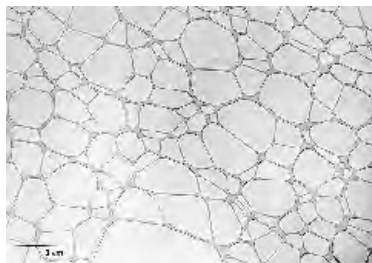
### 3.1.2 Barniz VGE-7031

El porta muestras tiene una serie de pines en la parte vertical y trasera (ver figura 2.2) y el calefactor tiene una mica especial de fibra de vidrio. Para sujetar tanto los pines como la mica de fibra de vidrio se uso el barniz VGE-7031<sup>[3.4]</sup> (Tabla 3.1), logrando un excelente contacto térmico y evitando cualquier contacto eléctrico.

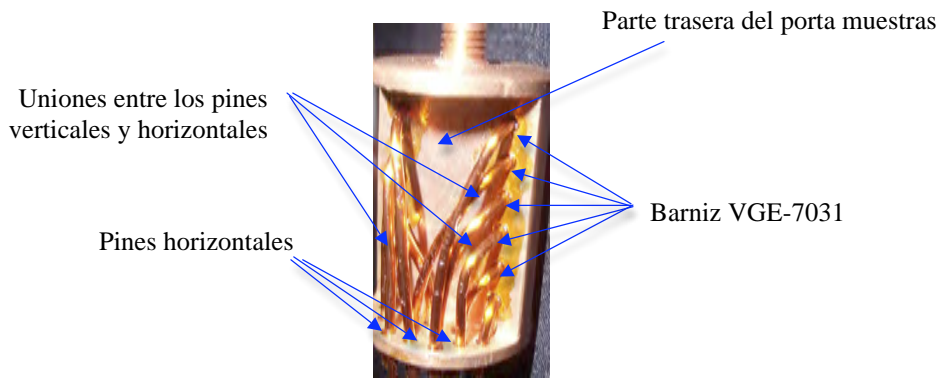
| Tabla 3.1 Propiedades del VGE-7031 <sup>[3.4]</sup>  |                 |                |
|--|-----------------|----------------|
| Temperatura Máxima de Funcionamiento   |                 | 423 K (150 °C) |
| Conductividad Térmica  | 1 K (-272 °C)   | 0.034 W/(m·K)  |
|  | 4.2 K (-269 °C) | 0.062 W/(m·K)  |
|  | 77 K (-196 °C)  | 0.22 W/(m·K)   |
|  | 100 K (-173 °C) | 0.24 W/(m·K)   |
|  | 300 K (27 °C)   | 0.44 W/(m·K)   |
| Punto de inflamación, en vaso cerrado: 269 K (-4 °C)   |                 |                |
| Tiempo de secado (25 micras en película): 5 min a 10 min a 298 K (25 °C), 2 min a 5 min a 398 K (125 °C) |                 |                |
| Sistema disolvente: xileno, alcohol, acetona   |                 |                |

Este barniz es un adhesivo eléctricamente aislante a temperaturas criogénicas y puede usarse a bajas presiones hasta  $1.33 \times 10^{-6}$  Pa ( $9.98 \times 10^{-9}$  Torr). Los solventes en el barniz tienden a formar un aislamiento Formvar (polivinilo formal, ver la fotografía 3.3), por lo que el barniz no debe alterarse durante su curado (de 12 a 24 horas).<sup>[3.4]</sup>

El barniz se diluye con una mezcla de 50 % de tolueno y 50 % alcohol etílico desnaturalizado, lo que permite cambiar su viscosidad. Esto se hace hasta que el barniz tome una consistencia semejante a la miel. En la fotografía 3.4 se ve como queda el barniz en los pines.



Fotografía 3.3 Rejilla de Formvar, hecha en los laboratorios de EM (Microscopía Electrónica) de Structure Probe, Inc. y SPI Supplies).<sup>[3.5]</sup>



*Fotografía 3.4* Aplicación del barniz VGE-7031, en los pines del porta muestras. Se muestra la parte trasera del porta muestras. (fotografía tomada del porta muestras construido en éste trabajo).

Este material es peligroso y se tiene que tener cuidado al manejarlo. De la tabla 3.1 se ve que la temperatura máxima de operación es de 423 K (150 °C), pasando este punto se vuelve inflamable. También pueden formarse vapores, los cuales son muy explosivos, si eso ocurre se tiene que evacuar el área y controlar el incendio desde una distancia segura, lo cual se puede hacer con alcohol en espuma, dióxido de carbono o químicos secos.<sup>[3.6]</sup>

## 3.2 Sellos de la segunda sección del criostato

A diferencia de la primera sección del criostato, la segunda sección no se encuentra trabajando por completo a temperaturas criogénicas. Esto implica que el tipo de sellos, a utilizar, no son tan elaborados, lo que disminuye el costo y aumenta la facilidad de aplicación.

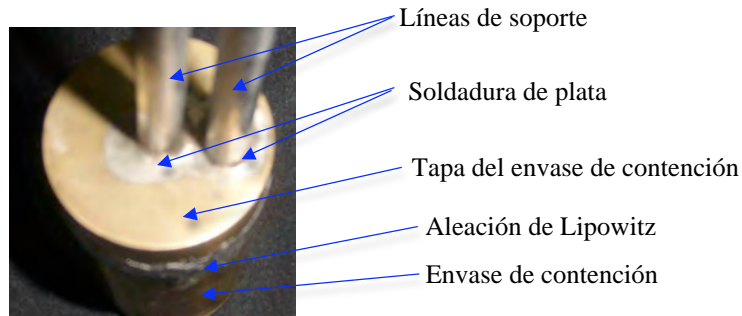
### 3.2.1 Soldadura de plata

Se usan 2 líneas de acero inoxidable que están unidas a la tapa del recipiente de contención, para la comunicación desde el interior del criostato hasta el exterior (**Capítulo 2**). La unión de las líneas de acero inoxidable y el recipiente de contención se hizo por medio de una soldadura permanente. De esta manera, entre la soldadura y las piezas a soldar se forman enlaces atómicos lo que da más rigidez al sistema y un mejor sello.

Para colocar la soldadura se requiere de una limpieza superficial para evitar el óxido o la suciedad, logrando que se unan las superficies de interés.<sup>[3.7]</sup> Se suministra calor para fundir la soldadura, lo cual forma enlaces atómicos más fuertes al tener mayor número de átomos interactuando. El calor debe suministrarse localmente en el área por soldar, teniendo cuidado de fundir solo la soldadura y no dañar las áreas adyacentes, para que estas no se fundan o se deformen.

La soldadura que se utilizó está hecha a base de plata. Esta soldadura tiene un punto de fusión bajo, de 605 °C a 745 °C (878 K a 1018 K)<sup>[3.8]</sup>, en comparación al acero inoxidable que tiene un punto de fusión de 1375 °C a 1400 °C (1648 K a 1673 K)<sup>[3.9]</sup>, el cobre del calefactor que tiene un punto de fusión de

~1083 °C (1356 K)<sup>[3.10]</sup> y el latón de la tapa del recipiente de contención que tiene un punto de fusión entre 820 °C a 1030 °C (1093 K a 1303 K)<sup>[3.11]</sup>.



Fotografía 3.5 Aplicación de la soldadura de plata entre las líneas de soporte y el envase de contención. (fotografía tomada del recipiente de contención construido en éste trabajo).

El trabajo de soldar se llevó acabo en el Taller Mecánico Buenos Aires<sup>1</sup>. Primero se calientan las piezas a unir con un soplete de oxiacetileno (soldadura autógena) aproximadamente a una temperatura de 800 °C (1073 K). Después se aplica un fundente para soldadura de plata en las piezas ya calientes y por ultimo se acerca la soldadura de plata, esta se vuelve líquida y cubre toda el área entre las piezas. En la fotografía 3.5 se ve el lugar en donde se aplico la soldadura de plata.

El orden para soldar las piezas es: primero se unen la línea de acero inoxidable con el calefactor, para esto se hizo un barreno al calefactor (ver figura 3.1); segundo, se unen las dos líneas de acero inoxidable con la tapa del recipiente de contención, estas líneas atraviesan la tapa por los barrenos que se hicieron en ella (ver figura 3.1<sup>2</sup>), dejando la línea que está unida al calefactor en el centro, ver figura 2.1.

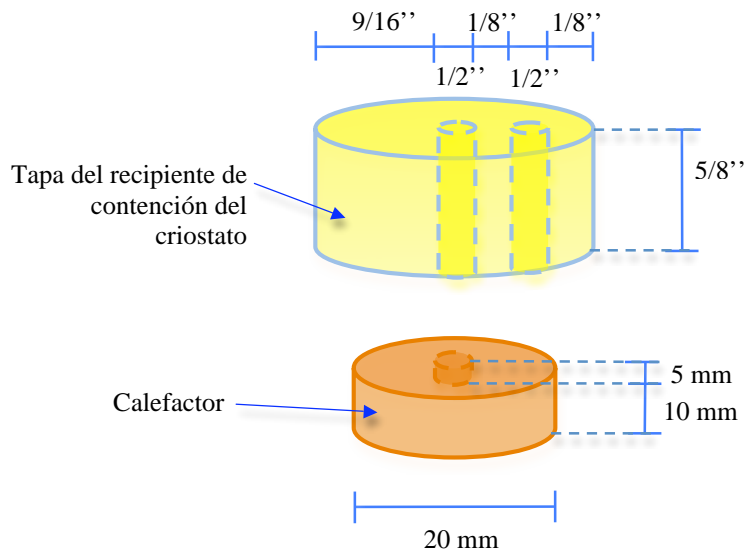


Figura 3.1 Dimensiones de la tapa del envase de contención y el lugar en donde se colocaron los barrenos para las líneas de soporte. Dimensiones del calefactor y lugar en donde está el barreno para la línea de soporte. (figura elaborada para éste trabajo).

<sup>1</sup> TALLER MECÁNICO BUENOS AIRES, FABRICACIÓN Y DISEÑO DE ELEMENTOS ELECTROMECAÑICOS, ubicado en Dr. Barragan 336, Col. Doctores, México, D. F., C. P 06720.

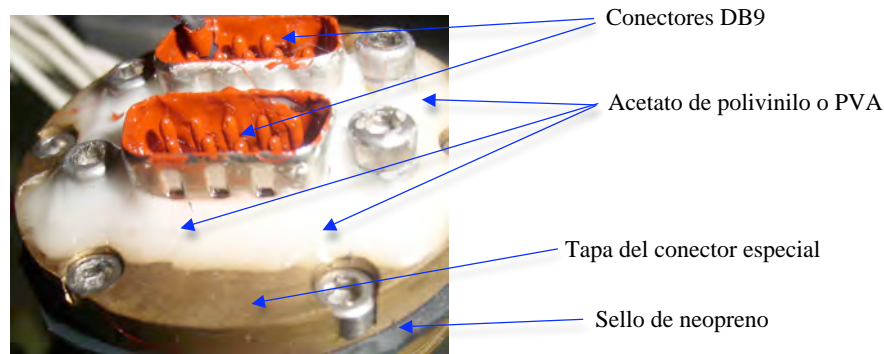
<sup>2</sup> Las dimensiones se dan en unidades inglesas. Los equivalentes en el sistema métrico son: 9/16" = 14.2875 mm, 1/2" = 12.7 mm, 1/8" = 3.175 mm, 5/8" = 15.875 mm.

## 3.2.2 Acetato polivinilo (PVA) y silivolt

Se construyeron conectores especiales para las líneas eléctricas, hechos de una pieza especial de latón y conectores macho (plug) DB9 para computadora (ver Sección 2.2.2). Es necesario sellar entre los DB9 y la pieza de latón, he incluso dentro del propio DB9, ya que esta pieza no está hecha para equipos que trabajan con vacío.

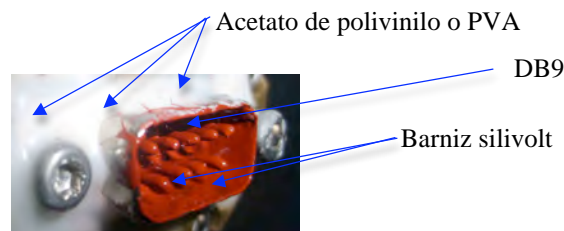
Experimentalmente se observa que la temperatura de la segunda sección no varía mientras se hace alguna medición, por lo que no es necesario utilizar un sello para bajas temperaturas y solo que soporte la diferencia de presión del sistema. Al saber esto podemos utilizar algún material de bajo costo, como adhesivos, barnices, epóxicos, etc..

El usar un adhesivo brinda mecanismos de enlace de tipo electrostáticos, covalentes, fuerzas de Van de Waals y un entrelazado mecánico, entre el adhesivo y las piezas a unir.<sup>[3.7]</sup> Y el resultado de estas interacciones dan por resultado una unión fuerte, que podemos utilizar en el sellado de los conectores.



Fotografía 3.6 Aplicación del acetato polivinilo o PVA para sellar entre los DB9 y el conector especial. (fotografía tomada de conector especial construido en éste trabajo).

El sello entre DB9 y la pieza de latón se utilizó un adhesivo comercial, llamado acetato de polivinilo o PVA (ver fotografía 3.6). Este adhesivo es un polímero de fácil aplicación, de gran limpieza, de bajo costo y no requiere de temperaturas elevadas para su secado. Como el latón y el DB9 no son materiales porosos, se requiere un tiempo de secado relativamente largo aproximadamente de 12 horas, ya que el área de exposición es relativamente pequeña. Para aplicarlo se limpia con acetona el área entre los DB9 y la pieza de latón, después se coloca el PVA entre ambas piezas.



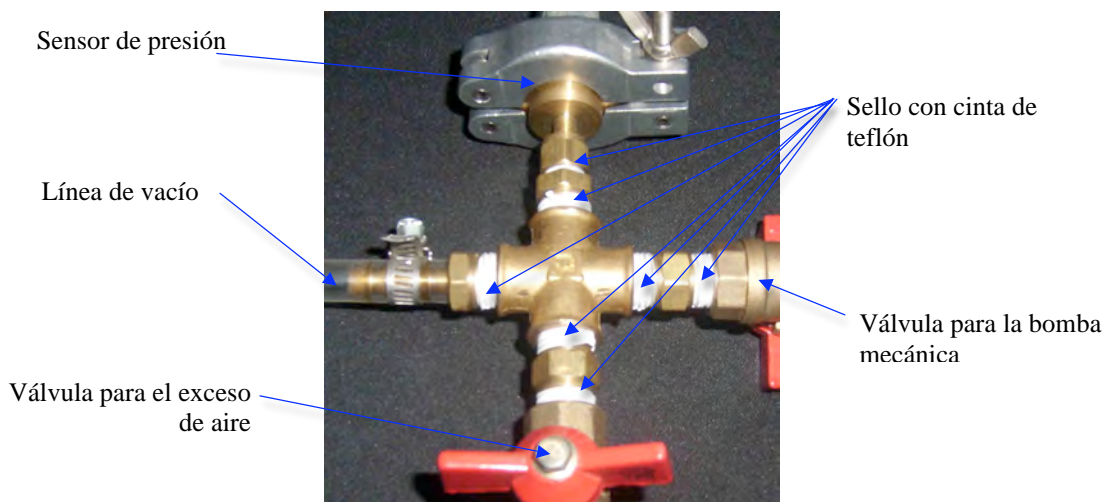
Fotografía 3.7 Aplicación del barniz silivolt para sellar en el interior del los DB9. (fotografía tomada del DB9 usando en el conector especial).

El sello en el interior del DB9 se uso el barniz Silivolt<sup>[3.12]</sup> (fotografía 3.7) de la compañía Silimex. Este barniz es un aislante eléctrico, utilizado para sellar dispositivos de alto voltaje. De esta manera evitamos cortos eléctricos entre las agujas de los DB9. Se coloca en el área dentro de los DB9 y se espera a que seque antes de utilizarlos (el tiempo de secado es de aproximadamente 72 horas). Una vez que se conecte el DB9 macho, que van a los dispositivos de medición (como multímetros, controlador de temperatura, fuentes de voltaje, etc.), la entrada de las agujas raspa un poco del barniz permitiendo el contacto eléctrico sin perder el sello.

### 3.3 Sellos de la tercera sección del criostato

Esta sección del criostato corresponde al sistema de vacío. Incluye la conexión a la bomba de vacío, el medidor de presión, válvulas y uniones especiales (ver **Sección 2.3**). El sello entre cada una de las piezas se hizo con cinta de Teflón (fotografía 3.8), ya que es un material de bajo costo, de gran limpieza y muy fácil de aplicar. Los pasos para su aplicación son:

1. Primero se limpian las piezas, utilizando acetona;
2. La cinta se aplica solo a las pieza que tenga cuerda (piezas macho), dando 3 vueltas en sentido inverso a su cuerda;
3. Se colocan en las piezas que tienen rosca (piezas hembra). Este procedimiento se repite para cada conexión;
4. Para verificar el sello: prentiendo la bomba de vacío, se colocando acetona en cada unión y se observa el medidor de presión. Si existiera alguna fuga, es necesario retirar la pieza y el teflón, y se repiten nuevamente los pasos anteriores (1, 2 y 3).



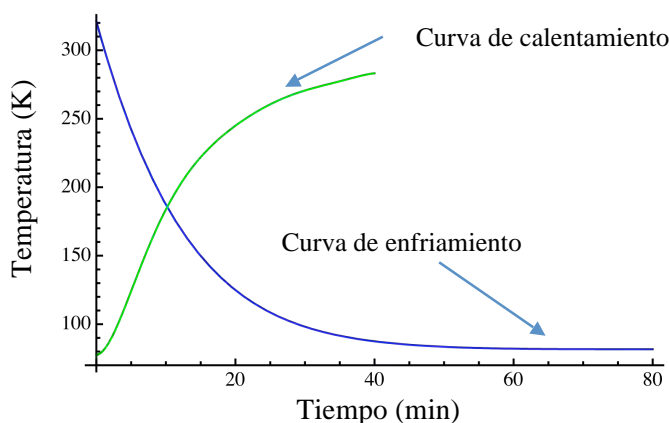
*Fotografía 3.8 Sellos de teflón para el sistema de vacío. (fotografía tomada del sistema de vacío construido en éste trabajo).*

# Capítulo 4

## Caracterización y resultados

### 4.1 Tiempo de enfriado del criostato

En la caracterización de muestras a bajas temperaturas es muy importante la velocidad a la que estas se enfrían. Si el cambio en temperatura es súbito, entonces las mediciones de temperatura pueden no concordar con las mediciones de las propiedades físicas.



Gráfica 4.1 Se muestran las curvas del tiempo que tarda en enfriarse el porta muestras y la del tiempo que tarda en calentarse (medidas en el centro del porta muestras). (Curva obtenida experimentalmente).

Para despejar esta duda se colocó un sensor de temperatura en el centro del porta muestras (el sensor es un diodo de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs) de LakeShore modelo TG-120PL), fijado con grasa de conducción térmica Cry-Con<sup>[4.1]</sup> de LakeShore. A una presión de  $(5.20 \pm 0.05) \times 10^{-2}$  Torr. La incertidumbre del tiempo es de  $\pm 1$  seg. La toma de datos de corriente y voltaje se hace a través de multímetros Keithley 2000<sup>[4.2]</sup> y 2001<sup>[4.3]</sup>, y para la adquisición se hizo por medio de un programa de computadora.<sup>[4.4]</sup> Para la admisión de la corriente al diodo se usó una fuente DCI de la compañía LakeShore<sup>[4.5]</sup>, introduciendo  $10.0 \mu\text{A} \pm 0.05 \mu\text{A}$  de corriente directa.

El resultado es la gráfica 4.1, en donde se puede apreciar que el tiempo que tarda en enfriarse el porta muestras es de alrededor de  $50 \text{ min} \pm 1 \text{ seg}$ , mientras que el tiempo que tarda en calentarse es de  $40 \text{ min} \pm 1 \text{ seg}$ . Se tiene que remarcar que el tiempo que tarda en enfriarse y calentarse el porta muestras es suficiente como para hacer mediciones sobre las muestras (ver Sección 4.3).

Sin embargo, estos tiempos se pueden modificar, obteniendo periodos más largos de tiempo para mejorar las mediciones utilizando el controlador ESM-4450 EMKO. Un ejemplo de lo que es posible hacer con el ESM-4450 EMKO, se ve en la Sección 4.2, en la caracterización de un termopar T.

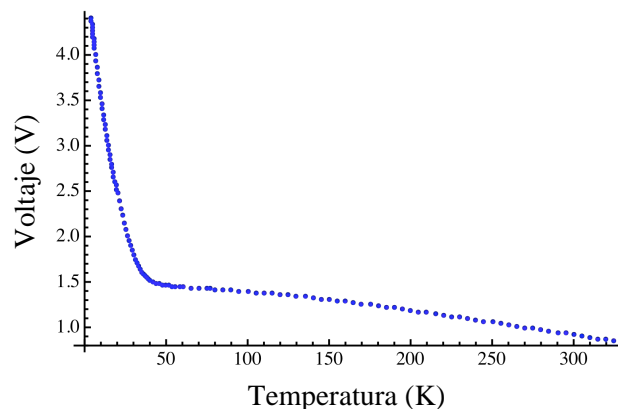
## 4.2 Calibración del termopar $T_{cc}$ y del controlador de temperatura

En la medición de la temperatura dentro del crióstato se utiliza un termopar tipo T (cobre-constantan), que simbolizaremos por  $T_{cc}$ . Éste se calibró con un diodo de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs) de LakeShore modelo TG-120PL. El diodo de GaAlAs está calibrado dentro de un intervalo de 77.35 K a 325.0 K, con la ec. 25.

$$T_{GaAlAs} = -1052.6857 + 6284.6079 \cdot V - 9781.7349 \cdot V^2 + 6373.1434 \cdot V^3 - 1553.0809 \cdot V^4 \quad (25)$$

donde  $V$  es el voltaje en el diodo y se mide en volt y la  $T_{GaAlAs}$  es la temperatura asociada que se mide en K.

Esta curva se obtiene del ajuste de los datos de voltaje y temperatura que dan el proveedor, ver gráfica 4.2.<sup>[4.6]</sup>



Gráfica 4.2 Curva del diodo GaAlAs.<sup>[4.6]</sup>

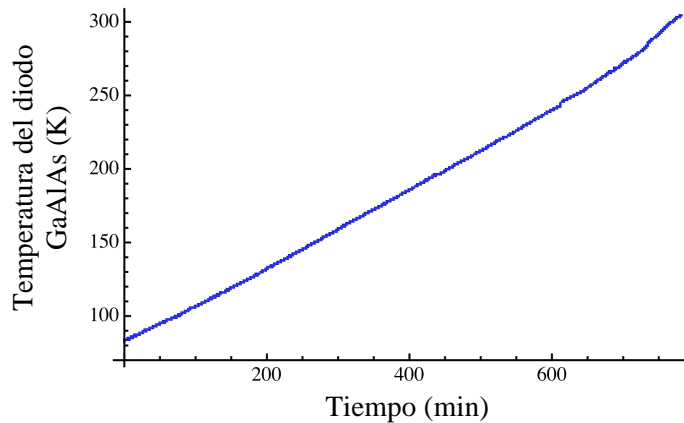
El diodo de GaAlAs se ubicó cerca del termopar T. Ambos se sujetan con una grasa de conducción térmica Cry-Con<sup>[4.1]</sup> de LakeShore y se colocó una pieza especial de cobre sobre ellos (para aumentar la masa). Esto hace que la temperatura sea más uniforme y que los cambios sean lo suficientemente lentos. A una presión de  $(2.6 \pm 0.05) \times 10^{-2}$  Torr. La admisión de la corriente al diodo se hizo con una fuente DCI de la compañía LakeShore<sup>[4.5]</sup>, introduciendo  $10.0 \mu A \pm 0.05 \mu A$  de corriente directa. La toma de voltaje se hace a través del multímetro 2000<sup>[4.2]</sup> y 2001<sup>[4.3]</sup>.

Para el termopar  $T_{cc}$ , se utilizó un compensador electrónico para la referencia de punto frío. El circuito del compensador y la forma de calibrarlo se describe en la Sección 4.2.1. Del compensador electrónico se obtienen voltajes los cuales se toman con el multímetro Keithley 2000<sup>[4.2]</sup>. Y para la adquisición de datos del diodo y del termopar  $T_{cc}$  se hizo por medio de un programa de computadora.<sup>[4.4]</sup>

Hay dos formas de tomar las mediciones para la calibración. La primera, usando el controlador ESM-4450 EMKO se fija en una temperatura y se mide el voltaje del termopar T y el del diodo GaAlAs. La segunda forma, es calentando el sistema en un tiempo largo, de tal manera que las variaciones de

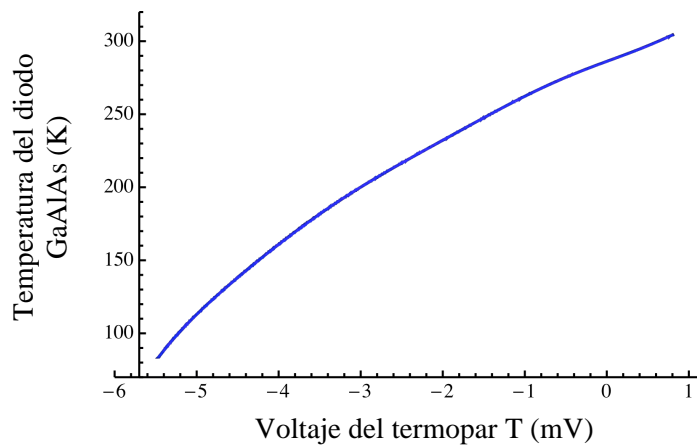


temperatura sean tan pequeñas como para considerar que están estables ambos sensores.



Gráfica 4.3 Curva de calentamiento del diodo GaAlAs. Se utilizó el controlador ESM-4450 EMKO, para variar la velocidad de calentamiento, en un periodo de 13 horas. (Curva obtenida experimentalmente).

Experimentalmente se observó que si el tiempo de calentamiento es muy largo coincide con la temperatura del sistema si esta se deja fija. Así que usando el controlador ESM-4450 EMKO, se calienta de 77 K a 300 K en un periodo de 13 horas, obteniendo la gráfica 4.3. Y al hacer la comparación con los voltajes del termopar T con la temperatura del diodo GaAlAs se obtiene la gráfica 4.4, la cual corresponde a la curva de calibración. Al traducir el voltaje del termopar a temperatura se genera un error. Ya que es difícil coincidir con la no linealidad del voltajes del termopar contra la temperatura característica lineal. Por este motivo se genera un polinomio de grado 9<sup>[4.7]</sup>. El polinomio de ajuste del termopar  $T_{cc}$  es la mostrada en la ec. 26.



Gráfica 4.4 Calibración del termopar  $T_{cc}$ , usando el diodo GaAlAs de LakeShore. (Curva obtenida experimentalmente).

$$T_{termoparT} = 286.231 + 20.6996 \cdot V - 0.634907 \cdot V^2 + 4.13711 \cdot V^3 + 1.011 \cdot V^4 - 1.11641 \cdot V^5 - 0.731494 \cdot V^6 - 0.175017 \cdot V^7 - 0.0189834 \cdot V^8 - 0.000775352 \cdot V^9 \quad (26)$$



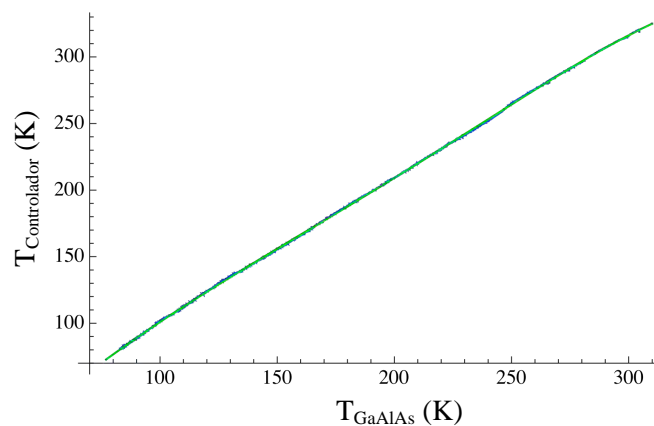
donde V es el del termopar que se mide en mV y  $T_{\text{termoparT}}$  en K.

Siguiendo el procedimiento anterior para la calibración del termopar T, se calibra el termopar del controlador de temperatura ESM-4450 EMKO, éste termopar también es tipo T. Sin embargo, la calibración no es mismo polinomio debido a que el controlador tiene su propio compensador electrónico y por lo tanto los valor de temperatura cambian.

Las condiciones son las mismas que en la calibración anterior. El polinomio (ver gráfica 4.5) de ajuste del controlador es:

$$T_{\text{controlador}} = -49.2696 + 1.93768 \cdot T_{\text{GaAlAs}} - 0.00509309 \cdot T_{\text{GaAlAs}}^2 + 3.15799 \cdot 10^{-6} \cdot T_{\text{GaAlAs}}^3 + 5.35476 \cdot 10^{-8} \cdot T_{\text{GaAlAs}}^4 - 1.13726 \cdot 10^{-10} \cdot T_{\text{GaAlAs}}^5 \quad (27)$$

donde  $T_{\text{GaAlAs}}$  es la temperatura del diodo (que corresponde a la temperatura que se desea elevar al porta muestras) y se mide en K y  $T_{\text{controlador}}$  es la temperatura del controlador, en K, con un error de  $\pm 1$  K con respecto a la curva del diodo GaAlAs. Para la adquisición de datos del controlador se uso el programa PROTAKAL<sup>[4.8]</sup>.



Gráfica 4.5 Curva de calibración del controlador de temperatura ESM-4450 EMKO con respecto al diodo GaAlAs. (Curva obtenida experimentalmente).

## 4.2.1 Compensador electrónico

Se puede cambiar la referencia del punto frío por un compensador electrónico el cual es muy conveniente por el precio y es posible ajustarlo con buena precisión. El circuito de compensación que se utilizo se muestra en el diagrama 4.1.<sup>[4.9]</sup>

Para calibrarlo, se ajusta R1 para que  $V1 = \alpha T$ , donde  $\alpha$  es el coeficiente Seebeck y T es la temperatura del cuarto en donde se encuentra el compensador, en K. Se ajusta R2 de tal manera que  $V1 - V2$  sea igual al voltaje de salida del termopar a la temperatura del cuarto en donde se encuentre el compensador (ver tabla 4.1).

Para calcular el coeficiente Seebeck ( $\alpha$ ) se considera que la temperatura del cuarto no varía mucho. Se ajusta una recta a los voltajes del termopar  $T_{cc}$  <sup>[4.10]</sup> dentro de un intervalo de temperatura en la que pudiera cambiar el cuarto, donde la pendiente será el coeficiente Seebeck.

| Temperatura (°C) | Voltajes (mV) | Error (mV) | Temperatura (°C) | Voltajes (mV) | Error (mV) |
|------------------|---------------|------------|------------------|---------------|------------|
| 10               | 0.391         | -0.0068560 | 26               | 1.033         | -0.0014256 |
| 11               | 0.431         | -0.0066416 | 27               | 1.074         | -0.0002112 |
| 12               | 0.470         | -0.0074272 | 28               | 1.114         | 0.0000032  |
| 13               | 0.510         | -0.0072128 | 29               | 1.155         | 0.0012176  |
| 14               | 0.549         | -0.0079984 | 30               | 1.196         | 0.0024320  |
| 15               | 0.589         | -0.0077840 | 31               | 1.238         | 0.0046464  |
| 16               | 0.629         | -0.0075696 | 32               | 1.279         | 0.0058608  |
| 17               | 0.669         | -0.0073552 | 33               | 1.320         | 0.0070752  |
| 18               | 0.709         | -0.0071408 | 34               | 1.362         | 0.0092896  |
| 19               | 0.749         | -0.0069264 | 35               | 1.403         | 0.0105040  |
| 20               | 0.790         | -0.0057120 | 36               | 1.445         | 0.0127184  |
| 21               | 0.830         | -0.0054976 | 37               | 1.486         | 0.0139328  |
| 22               | 0.870         | -0.0052832 | 38               | 1.528         | 0.0161472  |
| 23               | 0.911         | -0.0040688 | 39               | 1.570         | 0.0183616  |
| 24               | 0.951         | -0.0038544 | 40               | 1.612         | 0.0205760  |
| 25               | 0.992         | -0.0026400 |                  |               |            |

Considerando una temperatura ambiente de 28 °C (301.15 K), se usa un coeficiente Seebeck  $\alpha = 0.0397856$ ,  $V1 = (11.981 \pm 0.00024)$  mV y  $V2 = (10.867 \pm 0.00022)$  mV. El coeficiente Seebeck se calcula usando los datos del termopar tipo  $T$  <sup>[4.10]</sup> de la NIST (National Institute of Standards and Technology), tabla 4.1 y en la gráfica 4.6 se hace el ajuste. Las resistencias son de  $R4 = (856.00 \pm 1.71)$   $\Omega$  y  $R6 = (315.00 \pm 0.63)$   $\Omega$ .

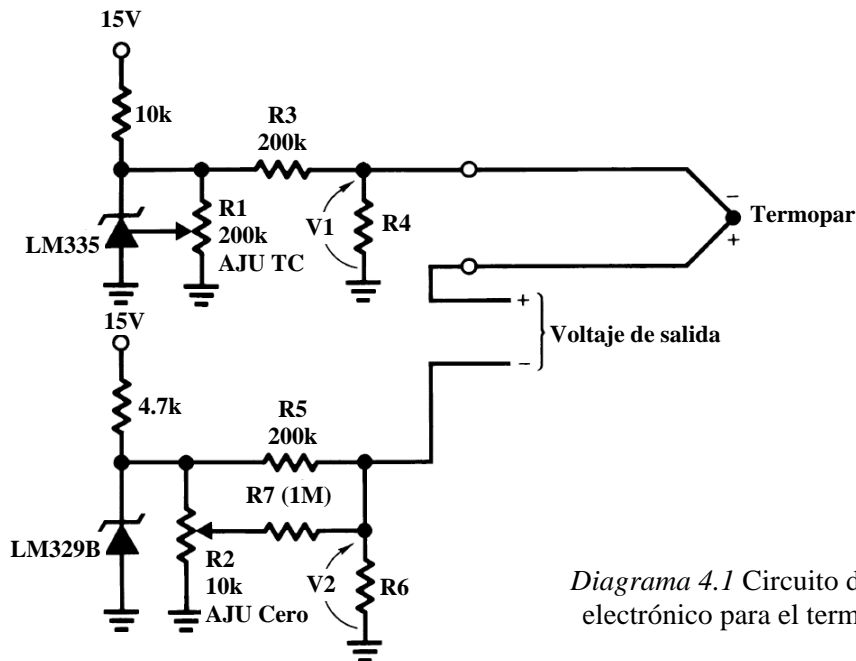
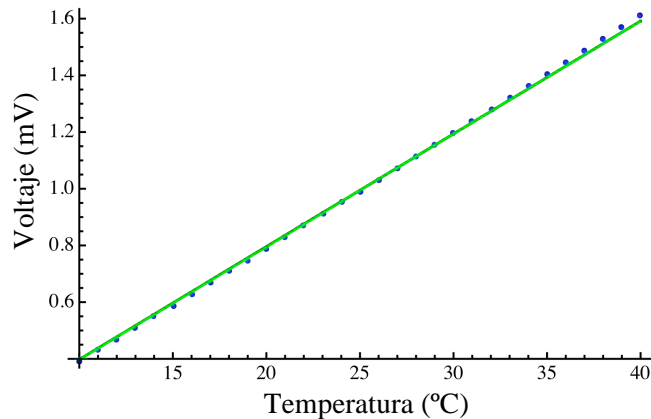


Diagrama 4.1 Circuito del compensador electrónico para el termopar tipo  $T$  <sup>[4.9]</sup>



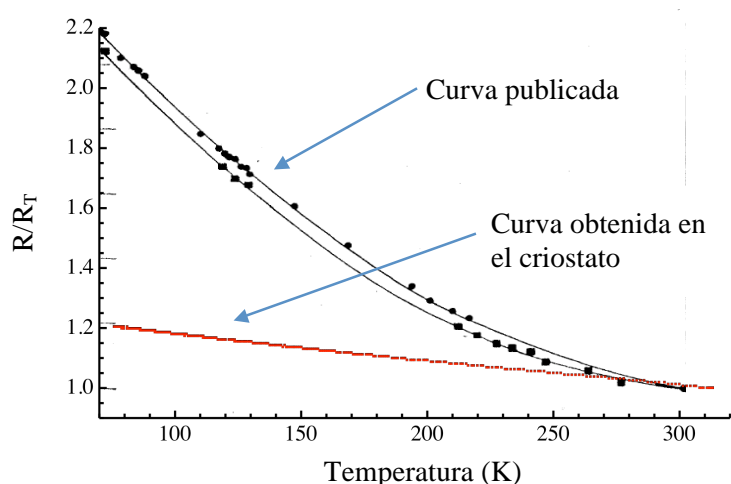
Gráfica 4.6 Aproximación lineal:  $V = 0.039785 T$ . La pendiente de este ajuste corresponde al coeficiente Seebeck. (La curva se obtiene de la tabla 4.1).

### 4.3 Caracterización de materiales (grafito policristalino, cobre y $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ )

Con la técnica de 4 puntas (ver Sección 1.3) se caracterizaron 3 muestras diferentes, grafito policristalino, cobre y de un superconductor  $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ . Las curvas obtenidas son similares a las reportados por Reynolds<sup>[4.11]</sup> para grafito policristalino natural, por Keith-Hyung<sup>[4.12]</sup> para el cobre y por León-Rossano<sup>[1.13]</sup> para la muestra superconductora, en el intervalo de temperatura ambiente a temperatura de ebullición de nitrógeno.

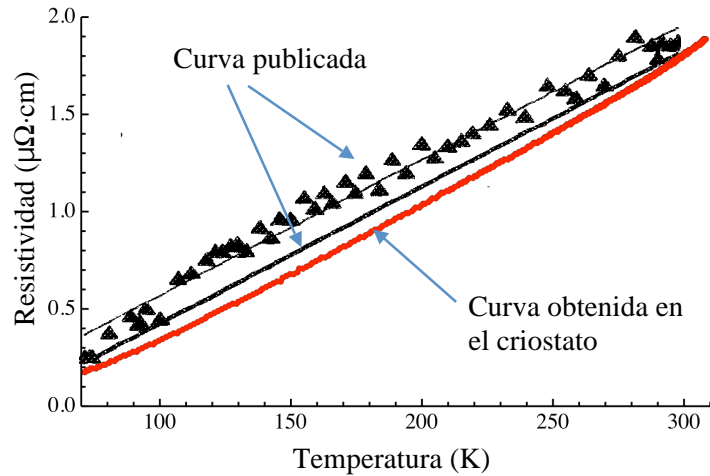
Las condiciones para obtener las curvas son: una presión interna de  $(4.8 \pm 0.05) \times 10^{-2}$  Torr y para el compensador electrónico del termopar  $T_{cc}$  se usan los valores de  $V_1 = (11.981 \pm 0.00024)$  mV y  $V_2 = (10.867 \pm 0.00022)$  mV. Las mediciones de voltajes y resistencia (para la técnica de 4 puntas), se hace a través de multímetros Keithley 2000<sup>[4.2]</sup> y 2001<sup>[4.3]</sup>, y para la adquisición se hizo por medio de un programa de computadora.<sup>[4.4]</sup> En las gráficas 4.7, 4.8 y 4.9 se muestran los datos obtenidos y la comparación con los reportados.

Gráficas 4.7 Gráfica de  $R/R_T$  vs. T. Del grafito policristalino con helvita obtenida con el crióstato y la curva del grafito policristalino publicada por Reynolds. Donde R es la resistencia y  $R_T$  es el valor de la resistencia a temperatura ambiente.

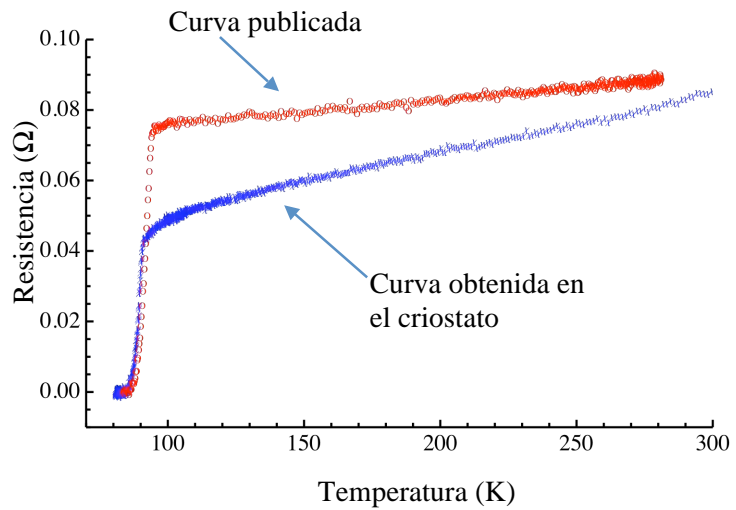


El grafito que se analizó en el criostato no es puro, sino que es una mezcla de grafito policristalino y helvita, que es una arcilla compuesta por manganeso y silicato de bismuto. La gráfica 4.7, muestra los datos de la medición de grafito y se ve una variación con respecto al grafito reportado, esta variación se le atribuye a la impureza.

Gráficas 4.8 A Gráfica de  $\rho$  vs. T. Del cobre obtenida con el criostato y la publicada por Keith-Hyung.



Gráficas 4.9 Gráfica de R vs. T. Del superconductor  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  obtenida con el criostato y la publicada por León-Rossano.



En la gráfica 4.8 (cobre), la curva obtenida con el criostato presenta la misma tendencia que la reportada (ver referencia [4.12]). En la gráfica 4.9 (YBCO), se obtuvo una temperatura de transición de  $T_c = (87 \pm 0.55) \text{ K}$  para la muestra medida con el criostato en comparación con la temperatura de transición reportada  $T_{c\text{-reportada}} = 91 \text{ K}$  (ver referencia [1.13]).

## 4.4 Incertidumbre de las mediciones y calibraciones

Las mediciones de temperatura, corrientes eléctricas, resistencias eléctricas y voltajes eléctricos se hace a través de 2 multímetros Keithley 2000<sup>[4.2]</sup> y 2001<sup>[4.3]</sup>, ambos tienen una incertidumbre asociada del

**0.002 %** al valor leído. La corriente eléctrica para la técnica de 4-puntas se suministra por medio de una fuente DCI de la compañía LakeShore<sup>[4.5]</sup>, que tiene una incertidumbre del **0.05 %**.

La incertidumbre asociada en la medición de la resistencia a 4-puntas depende de la forma que se mida. Usando los multímetros Keithley hay dos formas de medir la resistencia a 4-puntas: la primera es directa, ya que los multímetros dan la opción de medir 4WR (resistencia a 4-puntas) y la incertidumbre de estas mediciones corresponde al **0.002 %** al valor leído. La segunda opción es introduciendo corriente eléctrica y midiendo el voltaje eléctrico, usando la ley de ohm para obtener el valor de la resistencia (ec. 19) y utilizando la teoría de incertidumbre (ver **Apéndice B**). La incertidumbre asociada (ver la referencia [4.13] y como ejemplo la referencia [4.15]) queda como:

$$u_c(R_{4-puntas}) = \left( \sum_{i=1}^N \left[ \left( \frac{\partial}{\partial V_i} \left( \frac{V_i}{I_i} \right) \right) \cdot u(V_i) \right]^2 + \sum_{i=1}^N \left[ \left( \frac{\partial}{\partial I_i} \left( \frac{V_i}{I_i} \right) \right) \cdot u(I_i) \right]^2 + \sum_{\substack{i,j=1 \\ i \neq j}}^N \left( \frac{\partial}{\partial V_i} \left( \frac{V_i}{I_i} \right) \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial I_j} \left( \frac{V_j}{I_j} \right) \right) \cdot u(V_i) \cdot u(I_j) \cdot r(V_i, I_j) \right)^{\frac{1}{2}}$$

Las incertidumbres asociadas a las calibraciones de los termopares  $T_{cc}$  (del compensador electrónico y el del controlador EMKO) se obtienen tomando la incertidumbre asociadas entre las ecuaciones de ajuste al diodo de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs) y los termopares. La incertidumbre del diodo de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs) es:

$$u_c(T_{GaAlAs}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \left( \frac{\partial T_{GaAlAs}}{\partial V_i} \right) \cdot u(T_{GaAlAs}) \right]^2} \approx 0.55$$

donde  $u(T_{GaAlAs})$  es la incertidumbre estándar del ajuste (ecuación 25) al diodo a los datos del proveedor (ver referencia [4.6]). La incertidumbre del termopar  $T_{cc}$  es la incertidumbre entre la ec. 25 y la ec. 26, la cual queda como:

$$u_c(T_{termoparT_{cc}}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \left( \frac{\partial T_{termoparT_{cc}}}{\partial V_i} \right) \cdot u(T_{GaAlAs-termoparT_{cc}}) \right]^2} \approx 0.00088$$

a esta incertidumbre se le tiene que sumar la incertidumbre del diodo. Por lo tanto la incertidumbre del termopar  $T_{cc}$  es de  $\pm 0.55 \text{ K} \pm 0.00088 \text{ K} = \pm 0.55088 \text{ K} \approx \pm \mathbf{0.55 \text{ K}}$ .

La incertidumbre del controlador de temperatura es la incertidumbre entre la ec. 25 y la ec. 27, la cual queda como:

$$u_c(T_{controlador}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \left( \frac{\partial T_{controlador}}{\partial T_{i-GaAlAs}} \right) \cdot u(T_{GaAlAs-controlador}) \right]^2} \approx 0.0025$$

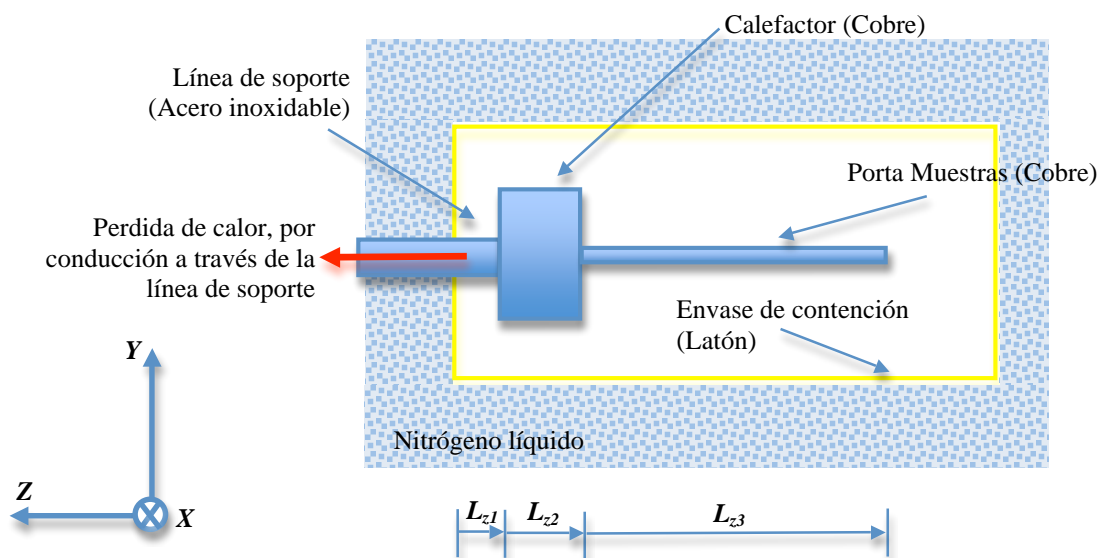
a esta incertidumbre se le tiene que sumar la incertidumbre del diodo. Por lo tanto la incertidumbre del controlador de temperatura es de  $\pm 0.55 \text{ K} \pm 0.0025 \text{ K} = \pm 0.5525 \text{ K} \approx \pm 0.55 \text{ K}$ .

Uno de los errores en la medición de temperatura con termopares es ocasionado por el circuito de compensación, por las imprecisiones de los componentes, ya que el circuito no produce una salida ideal la cual debe de coincidir con el “punto frío de referencia”, que corresponde a la temperatura del ambiente. De la tabla 4.1, vemos el error del voltaje si la temperatura del cuarto (que para este caso particular es de 28 °C) aumenta o disminuye, este voltaje se tiene que tomar en cuenta si el cuarto aumenta su temperatura.

También hay que evitar el óxido de estaño en las resistencias ya que generan una FEM térmica de 20  $\mu\text{V}$  por cada 1°C en el cambio de la temperatura ambiente. Para evitar estos errores se debe tener cuidado al ajustar el LM335, se debe mantener el circuito ya sea en aire en movimiento o dentro de una caja ventilada.

## 4.5 Distribución de la temperatura en el porta-muestras

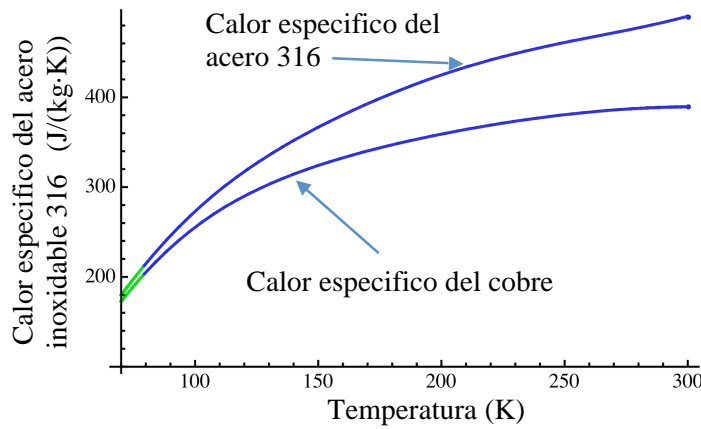
Otra forma de variar la rapidez de enfriamiento en el porta muestras es cambiando los tipos de materiales de los que se encuentra construido. Por ejemplo, un material que conduzca menos calor que el acero inoxidable (línea de soporte) o bien si la línea de soporte fuera más larga, haría más lento el cambio de temperatura en el porta muestras. Cuantificar esta afirmación requiere conocer la distribución de temperaturas en el sistema interno del recipiente de contención (línea de soporte - calefactor - porta muestras) y al variar parámetros (como el tipo de materiales o dimensiones) es posible ver como se modifica esta temperatura en el sistema.



Esquema 4.1 Sistema utilizado para el análisis de la distribución de temperatura. Sistema interno del recipiente de contención (línea de soporte - calefactor - porta muestras). (Esquema elaborado para éste trabajo).

Cabe señalar que la rapidez de cambio de temperatura se puede modificar con el controlador ESM-4450 EMKO, el cual tiene control sobre el calefactor modificando la temperatura en el porta muestras. Así, que modificar los materiales es más recomendable cuando no se tiene un controlador de temperatura.

Para el análisis de la distribución de la temperatura se considera el sistema simplificado del esquema 4.1. Tenemos tres contribuciones a la pérdida de calor: por radiación electromagnética, por conducción a través del aire (que está a baja presión) dentro del criostato y por conducción a través de la línea de soporte. Empecemos por ver la cantidad de calor necesaria a extraer del sistema. Para esto debemos de considerar el calor específico del cobre<sup>[2.5]</sup> y del acero inoxidable 316<sup>[2.8]</sup> (ver gráfica 4.10).



Gráfica 4.10 La curva de arriba corresponde al calor específico del acero inoxidable 316 y la curva de abajo corresponde al calor específico del cobre. La línea azul corresponde al intervalo de 77K a 300K, mientras que la verde corresponde de 50K a 77K. Con un error de 2% respecto a las mediciones.<sup>[2.5][2.8]</sup>

Donde la cantidad de calor extraída será:

$$q = m \int_{T_0}^{T_f} c dT \quad (28)$$

donde  $q$  es la cantidad de calor extraída,  $m$  es la masa,  $c$  es el calor específico,  $T_0$  es la temperatura inicial y  $T_f$  es la temperatura final.

$$c_{cobre} = 10^{a_0 + a_1 \log_{10} T + a_2 (\log_{10} T)^2 + a_3 (\log_{10} T)^3 + a_4 (\log_{10} T)^4 + a_5 (\log_{10} T)^5 + a_6 (\log_{10} T)^6 + a_7 (\log_{10} T)^7 + a_8 (\log_{10} T)^8} \quad (29)$$

$$a_0 = -1.91844 ; a_1 = -0.15973 ; a_2 = 8.61013 ; a_3 = -18.996 ; a_4 = 21.9661 ; \\ a_5 = -12.7328 ; a_6 = 3.54322 ; a_7 = -0.3797 ; a_8 = 0$$

$$c_{inox316} = 10^{b_0 + b_1 \log_{10} T + b_2 (\log_{10} T)^2 + b_3 (\log_{10} T)^3 + b_4 (\log_{10} T)^4 + b_5 (\log_{10} T)^5 + b_6 (\log_{10} T)^6 + b_7 (\log_{10} T)^7 + b_8 (\log_{10} T)^8} \quad (30)$$

$$b_0 = -1879.464 ; b_1 = 3643.198 ; b_2 = 76.70125 ; b_3 = -6176.028 ; b_4 = 7437.6247 ; \\ b_5 = -4305.7217 ; b_6 = 1382.4627 ; b_7 = -237.22704 ; b_8 = 17.05262$$

La ec. 29 representa el calor específico del cobre<sup>[2.5]</sup> y la ec. 30 representa el calor específico del acero inoxidable 316<sup>[2.8]</sup>.

Midiendo la masa del sistema se obtienen  $25 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$  para el porta muestras,  $40 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$  para el calefactor y  $5 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$  para el acero inoxidable. Utilizando las expresiones anteriores obtenemos que la cantidad de calor a extraer es de  $q \approx 5310 \text{ J}$ .

Ahora, se considera que el único sumidero de calor, que afecta al porta muestras, está en la unión de la línea de soporte con el envase de latón, ya que se encuentra en contacto directo con el nitrógeno líquido. Podemos ajustar un modelo de conducción térmica para ver la variación de temperatura con respecto al tiempo. Como la extracción de calor sólo es en una dirección, podemos suponer una distribución de la temperatura solo a lo largo del eje  $z$  (ver esquema 4.1).

Se resuelve la ecuación de calor en la dirección  $z$  en coordenadas cartesianas, con la temperatura dependiente de  $z$  y del tiempo ( $T(z,t)$ ). Se toma la ec. 4 para el análisis y se omite el termino de rapidez a la que se genera energía por unidad de volumen del medio ( $q_{fuente}$ ):

$$\frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T(z,t)}{\partial z} \right) = \rho c_p \frac{\partial T(z,t)}{\partial t}$$

El desarrollo de las soluciones se ve en el **Apéndice A**. Haciendo uso de las expresiones de la **Sección A.3**, de conducción de calor de la línea de soporte, del calefactor y del porta muestras, podemos calcular la cantidad de calor perdida por radiación electromagnética. En el capítulo 1, se vio que la potencia radiada de la superficie de un cuerpo negro a temperatura  $T$ , es  $\sigma T^4$ , en donde  $\sigma$  es la constante de Stefan- Boltzmann, con valor de  $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4 = 5.67 \times 10^{-12} \text{ W/cm}^2 \cdot \text{K}^4$ . Como vemos, esto solo depende del área y la temperatura.

La potencia perdida por radiación es igual a la potencia radiada por la línea de soporte, mas la del calefactor, mas el porta muestras menos la potencia radiada del recipiente de contención:

$$q_{rad} = \sigma(L_{x1}) \int_0^{L_{z1}} \int_{t_0}^{t_f} T_{inox316}^4 dt dz + \sigma(L_{x2}) \int_{L_{z1}}^{L_{z1}+L_{z2}} \int_{t_0}^{t_f} T_{calef}^4 dt dz + \sigma(L_{x3}) \int_{L_{z1}+L_{z2}}^{L_{z1}+L_{z2}+L_{z3}} \int_{t_0}^{t_f} T_{porta}^4 dt dz - \sigma(L_{x4}) \int_0^{L_{z4}} \int_{t_0}^{t_f} T_{envase}^4 dt dz \quad (31)$$

donde  $q_{rad}$  es la potencia total radiada después de cierto tiempo,  $t_0$  es el tiempo inicial,  $t_f$  es el tiempo final,  $L_{x1}$  es la longitud transversal a la dirección de la conducción de calor de la línea de soporte,  $L_{x2}$  la del calefactor,  $L_{x3}$  la porta muestras y  $L_{x4}$  la del envase del criostato. La expresión anterior significa que se integra en la dirección de conducción y se multiplica por la longitud transversal a la de conducción y se considera un tiempo de 60 min, ya que después de este tiempo el sistema llega al equilibrio térmico (**Sección 4.1**).

Los valores de las longitudes son:  $L_{x1} \approx 4 \text{ cm}$ ,  $L_{x2} \approx 6 \text{ cm}$ ,  $L_{x3} \approx 3.8 \text{ cm}$ ,  $L_{x4} \approx 12.6 \text{ cm}$ ,  $L_{z4} \approx 10 \text{ cm}$ . De forma experimental se observa que el tiempo en el que el envase de contención llega a temperatura del nitrógeno líquido es muy corto y se hace una aproximación usando la ec. 32, donde  $t$  se mide en minutos y  $T_{envase}$  en K.

$$T_{envase} = 223e^{-5t} + 77 \quad (32)$$



La ec. 32 deja ver que al inicio se encuentra en 300 K y después de transcurrido un tiempo de aproximadamente de 30 seg llega a ~77 K.

Usando la ec. 31 y la ec. 32 se llega a que el calor perdido por radiación es  $q_{rad} \approx 2 \text{ J}$ . Que corresponde al **0.038%** de calor perdido en 60 min. Se tiene que resaltar que  $q_{rad}$  es un resultado en donde consideramos al sistema como un cuerpo negro, por tanto la potencia total perdida real por radiación electromagnética es menor a los **2 J**.

Falta ver la contribución debida a la conducción de calor a través del aire a baja presión dentro del recipiente de contención. En éste caso se toma un modelo de conducción de calor en coordenadas cilíndricas, debido a la simetría del envase de contención. Partiendo de la ec. 5, se toma solo el termino radial y se omite el termino de rapidez a la que se genera energía por unidad de volumen del medio ( $q_{fuente}$ ) ya que no hay fuentes externas de calor que estén admitiendo calor al sistema:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( kr \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial r} \right) = \rho c_p \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial t}$$

Las soluciones se de esta ecuación se ven en el **Sección A.4**. Vemos que la distribución de la temperatura es de la forma de la gráfica 4.11.

Retomando las ecuaciones 7, 9 y 10:

$$q_{C_{gas}} = nc\lambda m C_v \left( rd\phi dz \frac{dT}{dr} \right) \quad c = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \quad \lambda = \frac{1}{n\sigma\sqrt{2}}$$

Se combinan para obtener:

$$q_{gas} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \frac{1}{\sigma\sqrt{2}} m C_v \left( rd\phi dz \frac{dT}{dr} \right) \quad (33)$$

Donde vemos que la transferencia de calor no depende directamente del número de partículas interactuando, pero sí depende del calor especifico el cual si depende del tipo de sistema (tipo de moléculas, de la cantidad de ellas y de la temperatura). La mayor concentración de gas en el interior es de nitrógeno (N<sub>2</sub>), por lo que solo se considera esta contribución.

Para calcular el calor transmitido por el gas, se utilizan los siguientes datos <sup>[1.4]</sup>:

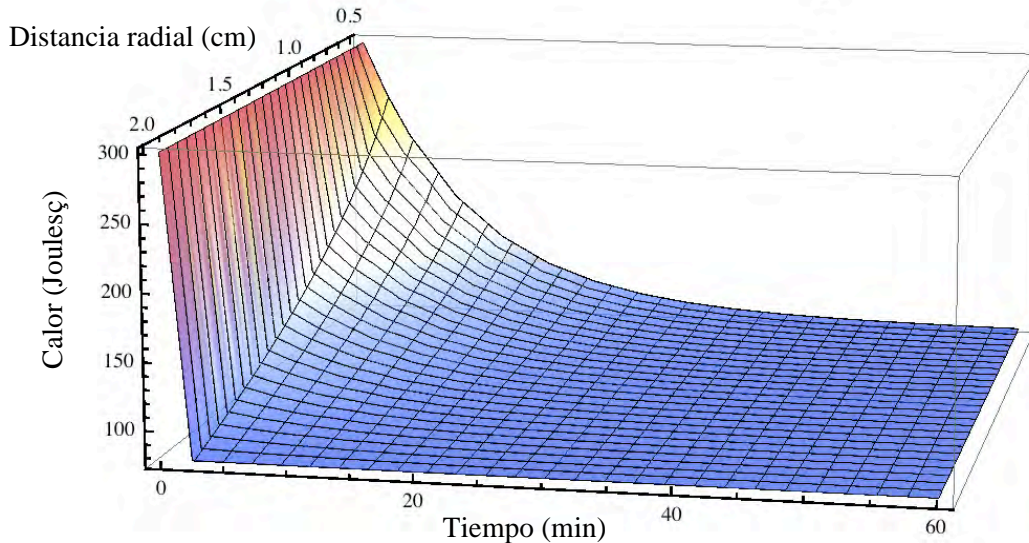
$$m_{nitrogeno} = 46.5 \times 10^{-24} \text{ g}$$

$$\sigma_{nitrogeno} = 4\pi a^2 = 45.4 \times 10^{-16} \text{ cm}^2$$

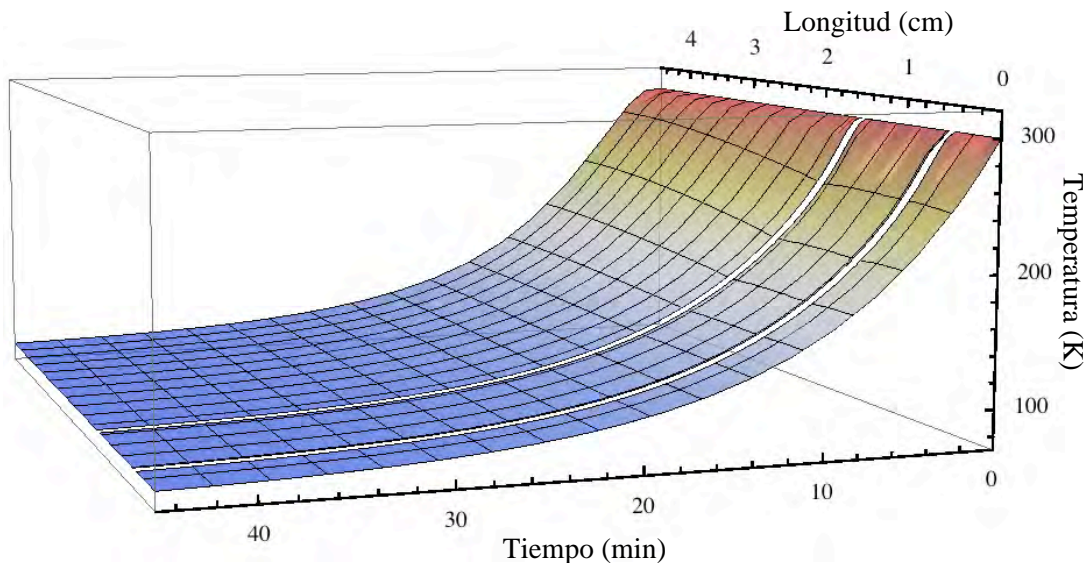
Integrando cada contribución dentro de los intervalos  $0 \text{ cm} < z < 10 \text{ cm}$ ,  $0 < \phi < 2\pi$  y  $0 \text{ min} < t < 60 \text{ min}$ :

$$q_{T_{gas}} = \int_0^{60} \int_0^{2\pi} \int_0^{10} r d\phi dz dt \sqrt{\frac{8kT}{\pi m_{nitrogeno}}} \frac{1}{\sigma_{nitrogeno} \sqrt{2}} m_{nitrogeno} C_{V_{nitrogeno}} \frac{dT}{dr}$$

Para hacer el cálculo de  $q_{Tgas}$  se necesita saber el valor de  $C_{Vnitrógeno}$ , sin embargo, este valor depende específicamente de cada sistema y condiciones a las cuales se encuentren. Calcular  $C_{Vnitrógeno}$  se requiere de otro tipo de experimentos los cuales no se realizaron en esta tesis ya que conllevaría un análisis el cual se sale del propósito del trabajo. Como aproximación tomaremos el valor de  $C_{Vnitrógeno} = 2.04 \text{ J/(g}\cdot\text{K)}$ , a 77 K. [4.15] Obtenemos que el calor transferido a través del gas dentro de el es de  $q_{Tgas} \approx 0.434 \text{ J}$  en un tiempo de 60 min. Que corresponde al 0.00816 % de calor perdido en 60 min.



Gráfica 4.11 Distribución de temperatura en el gas dentro del recipiente de contención en un tiempo de 60 minutos. (Curva obtenida a partir del modelo físico).

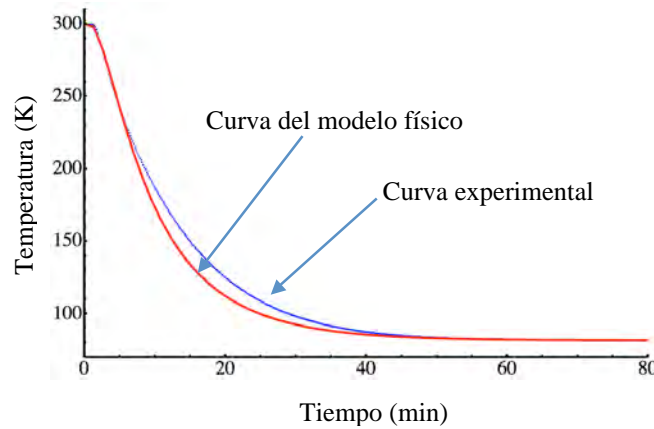


Gráfica 4.12 Distribución de temperatura a lo largo del sistema que se muestra en el esquema 4.1. Donde de  $0 \text{ cm} < z < 0.5 \text{ cm}$  representa a la línea de soporte, de  $0.5 \text{ cm} < z < 1.5 \text{ cm}$  representa al calefactor y de  $1.5 \text{ cm} < z < 4.5 \text{ cm}$  representa al porta muestras. (Curva obtenida a partir del modelo físico).

De lo anterior podemos concluir que la mayor transferencia de calor es debido a la conducción térmica a través del sistema interno del criostato (línea de soporte - calefactor - porta muestras), ya que representa una contribución del **99.95 %**.

Utilizando el modelo de conducción térmica, mencionado anteriormente, para ver la variación de temperatura con respecto al tiempo en una dirección (**Apéndice A**). Se obtiene la gráfica 4.12, de la distribución:

Como resultado final, podemos comparar los datos experimentales mostrados en la **Sección 4.1** con modelo de conducción térmica, obteniendo la gráfica 4.13.



Gráfica 4.13 Curva de enfriamiento. Se muestran la curva obtenida experimentalmente y del el modelo físico.

# Capítulo 5

## Conclusiones

Se diseñó y se construyó un criostato de bajo costo, para el intervalo de temperaturas de 300 K a 77 K. El sistema se ensambló y se soldó con materiales comerciales y de fácil acceso. Éste dispositivo sirve para caracterizar materiales por sus propiedades de transporte, a temperaturas criogénica. Con el desarrollo de este dispositivo se puede ver que es posible construir estos sistemas en nuestro país, con buena calidad y utilidad comparable con la de los equipos construidos en el extranjero.

Las piezas que componen al criostato son de diseño único y no se consiguen comercialmente. Las piezas especiales que componen a este sistema son: el adaptador para el sensor de presión, los conectores especiales para la adquisición de datos, las líneas de vacío, el calefactor, el porta muestras y el recipiente de contención. Y el vacío que se alcanzó con una bomba mecánica fue de  $(4 \pm 0.5) \times 10^{-3}$  Torr.

Se utilizaron una variedad distinta de sellos para cada una de las secciones del criostato; teflón para las sellos externos (tercera sección del criostato); barniz silivolt y acetato de polivinilo para los conectores especiales; el recipiente de contención se unió de manera permanente con las líneas de soporte y se elaboró la aleación de Lipowitz (aleación eutéctica) para sellar el recipiente de contención del criostato.

Esta aleación de Lipowitz se elaboro en el Laboratorio de Física Moderna. La temperatura eutéctica de esta aleación es de  $T_e = 67.0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$  ( $340.0 \text{ K} \pm 0.5 \text{ K}$ ) y la temperatura de oxidación es de  $T_o = 360.0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $633 \text{ K} \pm 0.5 \text{ K}$ ). Si se excede la temperatura  $T_o$  la aleación deja de ser útil para sellar.

En el porta muestras se utilizo un barniz especial para alto vacío y temperaturas criogénicas (barniz VGE-7031). Este barniz permita la instalación de pines sobre el porta muestras sin el riesgo de cortos circuitos. Para la instalación del alambre de nicromel se utiliza éste barniz para evitar los posibles cortos circuitos entre él y el calefactor.

Se calibraron 2 termopares usando como referencia un diodo de arseniuro de galio aluminio (GaAlAs). Al primer termopar se le implementó un circuito electrónico para la referencia de punto frío. El segundo termopar es de un controlador EMKO ESM-4450, el cual tiene internamente el compensador para el punto frío. Cada termopar se calibro con una incertidumbre asociada de  $\pm 0.55 \text{ K}$ .

Se implemento y adapto un controlador EMKO ESM-4450 de temperatura el cual sirvió para la caracterización de los termopares. Con éste controlador se introduce calor al porta muestras para variar la velocidad de enfriamiento sobre él. El control permite colocarse sobre una temperatura dentro del intervalo de 77 K a 300 K, con incertidumbre de  $\pm 0.55 \text{ K}$ .

Para verificar el funcionamiento del sistema, se midió la resistencia y resistividad eléctrica, en función de la temperatura, de los materiales de grafito policristalino natural, cobre y superconductor. Las curvas obtenidas son muy similares a las reportadas por Reynolds,<sup>[4.5]</sup> Keith-Hyung,<sup>[4.6]</sup> y por León-

Rossano<sup>[1.13]</sup>. Las mediciones se hicieron de manera dinámica, dejando que el sistema se enfriara por inercia térmica.

Se adaptó un modelo físico de transferencia de calor por conducción, al criostato. Este modelo permite modificar los parámetros como: dimensiones de la línea de soporte, del calefactor y del porta muestras, sus propiedades térmicas (conductividades térmicas y calores específicos). Estos cambios son muy útiles para desarrollar un criostato con propiedades diferentes, por ejemplo, si se quiere un criostato que pierda más lentamente el calor en su interior se buscaran materiales con un alto calor específico o bien solo modificando las dimensiones de la línea de soporte (que para este caso sería hacerla más larga).

# Apéndice A

## A.1 Planteamiento para la distribución de la temperatura

Para resolver la distribución de la temperatura (tomando el esquema 4.1) en la línea de soporte, en el calefactor y el porta muestras,  $T_1(z,t)$ ,  $T_2(z,t)$  y  $T_3(z,t)$  respectivamente (donde  $z$  define la dirección de la distribución y  $t$  el tiempo), se siguen los pasos:

**Primer paso:** Se plantea la ecuación a resolver (ec. 4), que en este caso es la ecuación de calor en 1 dimensión y dependiente del tiempo<sup>[1.1]</sup>:

$$\frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T(z,t)}{\partial z} \right) = \rho c_p \frac{\partial T(z,t)}{\partial t}$$

donde las soluciones de  $T_1(z,t)$ ,  $T_2(z,t)$  y  $T_3(z,t)$ , debe de satisfacer las siguientes condiciones, respectivamente:

Para la línea de soporte:

$$\begin{aligned} T_1 &= T_1(z,t) \\ T_1(z,0) &= f_1(z) \\ T_1(0,t) &= N_0(t) \\ T_1(z,t \rightarrow \infty) &= g_1(z) \end{aligned}$$

Para el calefactor:

$$\begin{aligned} T_2 &= T_2(z,t) \\ T_2(z,0) &= f_2(z) \\ T_2(0,t) &= T_1(L_{z1},t) \\ T_2(z,t \rightarrow \infty) &= g_2(z) \end{aligned}$$

Para el porta muestras:

$$\begin{aligned} T_3 &= T_3(z,t) \\ T_3(z,0) &= f_3(z) \\ T_3(0,t) &= T_2(L_{z2},t) \\ T_3(z,t \rightarrow \infty) &= g_3(z) \\ \frac{dT_3(L_{z3},t)}{dz} &= 0 \end{aligned}$$

donde  $f_1(z)$ ,  $f_2(z)$  y  $f_3(z)$  son las distribuciones de temperatura iniciales en la línea de soporte, en el calefactor y el porta muestras respectivamente. Se definen  $g_1(z)$ ,  $g_2(z)$  y  $g_3(z)$  como las distribuciones finales de temperatura (que corresponde al caso estacionario) en la línea de soporte, en el calefactor y el porta muestras respectivamente, y  $N_0(t)$  como una función que determina como cambia la temperatura con respecto al tiempo en la unión de la línea de soporte y el nitrógeno líquido. Y la derivada de  $T_3$  restringe que la transferencia de calor será únicamente hacia la línea de soporte.

**Segundo paso:** Resolver  $T_1(z,t)$  o  $T_2(z,t)$  o  $T_3(z,t)$  directamente con las condiciones anteriores es bastante complicado, debido a las condiciones no homogéneas en la frontera. Por esa razón, la solución de  $T_1(z,t)$ ,  $T_2(z,t)$  y  $T_3(z,t)$  se obtiene reduciendo el problema a uno que tenga condiciones homogéneas en la frontera, y el razonamiento es el siguiente: se expresan a  $T_1(z,t)$ ,  $T_2(z,t)$  y  $T_3(z,t)$  como sumas de una distribución de temperaturas del estado estable y otra distribución (transitoria) de temperaturas. Donde la distribución del estado estable se considera cuando  $t \rightarrow \infty$ , por lo que dependerán solo de  $g_1(z)$ ,  $g_2(z)$  y  $g_3(z)$ , que es independiente del tiempo y de las condiciones iniciales. <sup>[A.1]</sup>

Se definen nuevas condiciones iniciales tomando en cuenta el argumento anterior. Para la línea de soporte:

$$T_1(z,0) = f_1(z)$$

$$T_1(0,t) = T_1(L_{z1},t) = 0$$

Para el calefactor:

$$T_2(z,0) = f_2(z)$$

$$T_2(0,t) = T_2(L_{z2},t) = 0$$

Para el porta muestras:

$$T_3(z,0) = f_3(z)$$

$$T_3(0,t) = T_3(L_{z3},t) = 0$$

Por simetría resultará que en  $z = L_{z3} / 2$  la transferencia de calor es cero. Por esta propiedad, se consideran al porta muestras del doble de longitud, pero solo se toman las soluciones hasta la mitad de su longitud. Y es de aquí de donde se obtiene la condición faltante, para que solo la transferencia de calor, del porta muestras, sea en dirección de la línea de soporte:

$$\frac{dT_3(L_{z3},t)}{dz} = 0$$

**Tercer paso:** Se definen las condiciones generales de la ecuación de calor independiente del tiempo. Para la línea de soporte:

$$T_{10}(z = 0) = f_{10}$$

$$T_z(z = L_{z1}) = g_{10}$$

Para el calefactor:

$$T_{20}(z = 0) = f_{20}$$

$$T_z(z = L_{z2}) = g_{20}$$

Para el porta muestras:

$$T_{30}(z = 0) = f_{30}$$

$$T_z(z = L_{z3}) = g_{30}$$

Estas condiciones implican que cada lado (de la línea de soporte, el calefactor y el porta muestras). En el caso más general, que terminan a una temperatura diferente.

## A.2 Solución de la distribución de la temperatura en la línea de soporte, calefactor y porta muestras

Se resuelve la distribución de temperatura en la línea de soporte solamente, ya que resolver la distribución en el calefactor o el porta muestras conlleva el mismo procedimiento. Partiendo de la ecuación de calor dependiente del tiempo:

$$\frac{\partial}{\partial z} \left( k_1 \frac{\partial T_1(z,t)}{\partial z} \right) = \rho_1 c_{p1} \frac{\partial T_1(z,t)}{\partial t}$$

donde  $c_{p1}$  es el calor específico,  $\rho_1$  es la densidad y  $k_1$  es la conductividad térmica de la línea de soporte. Se considera a la conductividad térmica independiente de la posición y se propone una solución de variables separables<sup>[A.1]</sup>,  $T_1(z,t) = Z(z)\Pi(t)$ :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} &= \frac{\rho_1 c_{p1}}{k_1} \frac{\partial T}{\partial t} \Rightarrow \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{\alpha_1^2} \frac{\partial T}{\partial t} \\ \Rightarrow \Pi(t) \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} &= Z(z) \frac{1}{\alpha_1^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} \Rightarrow \frac{1}{Z(z)} \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} = \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_1^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} \end{aligned}$$

donde la  $\alpha_1^2 = k_1/\rho_1 c_{p1}$  es la difusividad térmica.<sup>[A.1]</sup> En el paso anterior se sustituyó la solución propuesta y se dividió por la misma solución.

La última expresión solo se cumple si son iguales a una constante:

$$\Rightarrow \frac{1}{Z(z)} \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} = \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_1^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} = -\lambda^2$$

Se puede demostrar de las condiciones a la frontera que la constante a la que se iguala debe de ser negativa.<sup>[A.1]</sup> De la ecuación anterior obtenemos la solución para el tiempo:

$$\begin{aligned} \Rightarrow \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_1^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} &= -\lambda^2 \Rightarrow \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} + \lambda^2 \alpha_1^2 \Pi(t) = 0 \\ \Rightarrow \Pi(t) &= e^{-\lambda^2 \alpha_1^2 t} \end{aligned}$$

Tomando en cuenta las condiciones a la frontera se obtiene la solución para  $Z(z)$ :

$$\begin{aligned} \frac{1}{Z(z)} \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} &= -\lambda^2 \Rightarrow \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} + \lambda^2 Z(z) = 0 \\ \Rightarrow Z(z) &= C_1 \text{sen}(\lambda z) + C_2 \text{cos}(\lambda z) \\ \Rightarrow Z(z) &= C_n \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{L_{z1}}\right) \\ \lambda &= \frac{n\pi}{L_{z1}} \end{aligned}$$



Ahora consideremos el caso de temperatura estable:

$$\frac{\partial}{\partial z} \left( k_1 \frac{\partial T_{10}(z)}{\partial z} \right) = 0 \Rightarrow \frac{\partial^2 T_{10}(z)}{\partial z^2} = 0$$

Entonces integrando:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{10}(z)}{\partial z} &= C_1 \Rightarrow T_{10}(z) = \int C_1 dz \\ &\Rightarrow T_{10}(z) = C_1 z + C_2 \end{aligned}$$

donde  $C_1$  y  $C_2$  son constantes de integración. Los valores de estas condiciones dependen de la distribución final de la línea de soporte. Tomando en cuentas las condiciones de frontera:

$$\Rightarrow T_{10}(z) = (g_{10} - f_{10}) \frac{z}{L_{z1}} + f_{10}$$

Por tanto la solución general para la distribución de temperatura en la línea de soporte es:

$$\begin{aligned} T_1(z,t) &= T_{10}(z) + \sum_{n=1}^{\infty} A_n \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z1}} \right) e^{-\alpha_1^2 \left( \frac{n^2 \pi^2}{L_{z1}^2} \right) t} \\ \Rightarrow T_1(z,t) &= (g_{10} + f_{10}) \frac{z}{L_{z1}} + f_{10} + \sum_{n=1}^{\infty} A_n \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z1}} \right) e^{-\alpha_1^2 \left( \frac{n^2 \pi^2}{L_{z1}^2} \right) t} \end{aligned}$$

donde

$$\begin{aligned} A_n &= \frac{2}{L_{z1}} \int_0^{L_{z1}} (f_1(z) - T_{10}(z)) \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z1}} \right) dz \\ \Rightarrow A_n &= \frac{2}{L_{z1}} \int_0^{L_{z1}} \left( f_1(z) - (g_{10} + f_{10}) \frac{z}{L_{z1}} - f_{10} \right) \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z1}} \right) dz \end{aligned}$$

Siguiendo los pasos anteriores se obtiene las soluciones para el calefactor:

$$\begin{aligned} T_2(z,t) &= T_{20}(z) + \sum_{n=1}^{\infty} B_n \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z2}} \right) e^{-\alpha_2^2 \left( \frac{n^2 \pi^2}{L_{z2}^2} \right) t} \\ \Rightarrow T_2(z,t) &= (g_{20} + f_{20}) \frac{z}{L_{z2}} + f_{20} + \sum_{n=1}^{\infty} B_n \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z2}} \right) e^{-\alpha_2^2 \left( \frac{n^2 \pi^2}{L_{z2}^2} \right) t} \end{aligned}$$

donde

$$\Rightarrow B_n = \frac{2}{L_{z2}} \int_0^{L_{z2}} \left( f_2(z) - (g_{20} + f_{20}) \frac{z}{L_{z2}} - f_{20} \right) \operatorname{sen} \left( \frac{n\pi z}{L_{z2}} \right) dz$$

Y la solución para el porta muestras:

$$T_3(z,t) = T_{30}(z) + \sum_{n=1}^{\infty} C_n \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{L_{z3}}\right) e^{-\alpha_3^2 \left(\frac{n^2 \pi^2}{L_{z3}^2}\right) t}$$

$$\Rightarrow T_3(z,t) = (g_{30} + f_{30}) \frac{z}{L_{z3}} + f_{30} + \sum_{n=1}^{\infty} C_n \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{L_{z3}}\right) e^{-\alpha_3^2 \left(\frac{n^2 \pi^2}{L_{z3}^2}\right) t}$$

donde

$$\Rightarrow C_n = \frac{2}{L_{z3}} \int_0^{L_{z3}} \left( f_3(z) - (g_{30} + f_{30}) \frac{z}{L_{z3}} - f_{30} \right) \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{L_{z3}}\right) dz$$

### A.3 Valores para las soluciones de la distribución de temperatura en la línea de soporte-calefactor-porta muestras

Línea de Soporte; se toman los valores de  $f_1(z)=300K$ ,  $f_{10}=N_0(t)$ ,  $g_{10}=N_0(t)$ , se toma un periodo de  $2L_{z1}$ , el intervalo que se considera es  $0 < z < L_{z1}$ , y  $2L_{z1}=1cm$ .

$$\Rightarrow A_n = \frac{2}{2L_{z1}} \int_0^{2L_{z1}} (300 - N_0(t)) \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{2L_{z1}}\right) dz \Rightarrow A_n = \frac{2(-300 + N_0(t))(-1 + \cos(n\pi))}{n\pi}$$

$$\Rightarrow T_1(z,t) = N_0(t) + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2(-300 + N_0(t))(-1 + \cos(n\pi))}{n\pi} \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{2L_{z1}}\right) e^{-\alpha_1^2 \left(\frac{n^2 \pi^2}{4L_{z1}^2}\right) t}$$

con

$$N_0(t) = T_{\text{envase}} = 223e^{-5t} + 77$$

Calefactor; con las condiciones  $f_2(z)=300K$ ,  $f_{20}=T_1(L_{z1},t)$ ,  $g_{20}=T_1(L_{z1},t)$ , se toma un periodo de  $2L_{z2}$ , el intervalo que se considera es  $L_{z1} < z < L_{z1} + L_{z2}$ , y  $2L_{z2}=2cm$ .

$$\Rightarrow B_n = \frac{2}{2L_{z2}} \int_0^{2L_{z2}} (300 - T_1(L_{z1},t)) \text{sen}\left(\frac{n\pi z}{2L_{z2}}\right) dz \Rightarrow B_n = \frac{2(-300 + T_1(L_{z1},t))(-1 + \cos[n\pi])}{n\pi}$$

$$\Rightarrow T_2(z,t) = T_1(L_{z1},t) + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2(-300 + T_1(L_{z1},t))(-1 + \cos[n\pi])}{n\pi} \text{sen}\left(\frac{n\pi(z - L_{z1})}{2L_{z2}}\right) e^{-\alpha_2^2 \left(\frac{n^2 \pi^2}{4L_{z2}^2}\right) t}$$

Porta muestras; con las condiciones  $f_3(z)=300K$ ,  $f_{30}=T_2(L_{z2},t)$ ,  $g_{30}=T_2(L_{z2},t)$ , se toma un periodo de  $2L_{z3}$ , el intervalo que se considera es  $L_{z1} + L_{z2} < z < L_{z1} + L_{z2} + L_{z3}$ , y  $2L_{z3}=6cm$ .

$$\Rightarrow C_n = \frac{2}{2L_{z3}} \int_0^{2L_{z3}} (300 - T_2(L_{z2}, t)) \text{sen} \left( \frac{n\pi z}{2L_{z3}} \right) dz \Rightarrow C_n = \frac{2(-300 + T_2(L_{z2}, t))(-1 + \cos[n\pi])}{n\pi}$$

$$\Rightarrow T_3(z, t) = T_2(L_{z2}, t) + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2(-300 + T_2(L_{z2}, t))(-1 + \cos[n\pi])}{n\pi} \text{sen} \left( \frac{n\pi(z - L_{z1} - L_{z2})}{2L_{z3}} \right) e^{-\alpha_3^2 \left( \frac{n^2 \pi^2}{4L_{z3}^2} \right) t}$$

## A.4 Solución para la distribución de la temperatura del gas a baja presión dentro del criostato

En este caso se debe de resolver la ecuación de calor en coordinas cilíndricas (ec. 5) sin tomar en cuenta el termino de rapidez a la que se genera energía por unidad de volumen del medio <sup>[A.1]</sup>:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( kr \frac{\partial T_{gas}(r, t)}{\partial r} \right) = \rho c_p \frac{\partial T_{gas}(r, t)}{\partial t}$$

donde la solución  $T_{gas}(r, t)$  debe de satisfacer las siguientes condiciones:

$$\begin{aligned} T_{gas}(r, 0) &= f_{gas}(r) \\ T_{gas}(r_1, t) &= W_1(t) \\ T_{gas}(r_2, t) &= W_2(t) \\ T_{gas}(r, t \rightarrow \infty) &= g_{gas}(r) \end{aligned}$$

donde  $f_{gas}(r)$  es la distribución inicial de la temperatura,  $g_{gas}(r)$  es la distribución final de temperatura (que corresponde al caso estacionario) en el gas, y  $W_1(t)$  es una función que determina como varia la temperatura en el centro del criostato (el cual consideraremos como la temperatura en el porta muestras) y  $W_2(t)$  es una función que determina como varia la temperatura en el recipiente de contención.

Resolver  $T_{gas}(r, t)$  directamente con las condiciones anteriores es bastante complicado, debido a las condiciones no homogéneas en la frontera. Por esa razón, la solución de  $T_{gas}(r, t)$  se obtiene reduciendo el problema a uno que tenga condiciones homogéneas en la frontera, y el razonamiento es el siguiente: se expresan a  $T_{gas}(r, t)$  como sumas de una distribución de temperaturas de estado estable y otra distribución (transitoria) de temperaturas. Donde la distribución de estado estable se considera cuando el tiempo  $t \rightarrow \infty$ , por lo que dependerán solo de  $g_{gas}(z)$ , que es independiente del tiempo y de las condiciones iniciales. <sup>[A.1]</sup>

Se definen las condiciones para la ecuación de calor dependiente del tiempo:

$$\begin{aligned} T_{gas}(r, 0) &= f_{gas}(r) \\ T_{gas}(r_1, t) &= T_{gas}(r_2, t) = 0 \end{aligned}$$

La solución general de la ecuación de calor de condiciones estable (independiente del tiempo) debe de

satisfacer las siguientes condiciones:

$$\begin{aligned} T_{gas}(r_1) &= W_1 \\ T_{gas}(r_2) &= W_2 \end{aligned}$$

Estas condiciones implican que el centro del recipiente de contención y las paredes del mismo, en el caso más general, terminan a diferente temperatura.

Partiendo de la ecuación de calor dependiente del tiempo:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( k_{gas} r \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial r} \right) = \rho_{gas} c_{pgas} \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial t}$$

Se toma la conductividad térmica independiente de la posición y proponiendo una solución de variables separables<sup>[A.2]</sup>,  $T_{gas}(r,t) = R(r)\Pi(t)$ :

$$\begin{aligned} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial r} \right) &= \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial T_{gas}(r,t)}{\partial t} \\ \Rightarrow \Pi(t) \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial R(r)}{\partial r} \right) &= R(r) \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} \Rightarrow \frac{1}{R(r)} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial R(r)}{\partial r} \right) = \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} \end{aligned}$$

Donde la  $\alpha_{gas}^2 = k_{gas}/\rho_{gas}c_{pgas}$  es la difusividad térmica del gas.<sup>[1.1]</sup>

La última expresión sólo se cumple si son iguales a una constante:

$$\Rightarrow \frac{1}{R(r)} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial R(r)}{\partial r} \right) = \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} = -\lambda^2$$

Se puede demostrar que de las condiciones a la frontera la constante, a la que se igualo, debe de ser negativa.<sup>[A.2]</sup> De la ecuación anterior obtenemos la solución para el tiempo:

$$\begin{aligned} \Rightarrow \frac{1}{\Pi(t)} \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} &= -\lambda^2 \Rightarrow \frac{\partial \Pi(t)}{\partial t} + \Pi(t) \lambda^2 \alpha_{gas}^2 = 0 \\ \Rightarrow \Pi(t) &= e^{-\lambda^2 t \alpha_{gas}^2} \end{aligned}$$

Para la solución de  $R(r)$ , tomando en cuenta las condiciones a la frontera:

$$\begin{aligned} \frac{1}{R(r)} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial R(r)}{\partial r} \right) &= \frac{1}{\Gamma(t)} \frac{1}{\alpha_{gas}^2} \frac{\partial \Gamma(t)}{\partial t} = -\lambda^2 \\ \Rightarrow r^2 \frac{\partial^2 R(r)}{\partial r^2} + r \frac{\partial R(r)}{\partial r} + r^2 \lambda^2 R(r) &= 0 \\ \Rightarrow R(r) &= C_1 J_0(\lambda r) + C_2 Y_0(\lambda r) \end{aligned}$$

las soluciones para  $R(r)$  son las funciones de Bessel de orden cero:

$$\begin{aligned}\Rightarrow R(r_1) &= C_1 J_0(\lambda r_1) + C_2 Y_0(\lambda r_1) = 0 \\ R(r_2) &= C_1 J_0(\lambda r_2) + C_2 Y_0(\lambda r_2) = 0\end{aligned}$$

donde las constantes  $C_1$  y  $C_2$  se encuentran con las condiciones a la frontera:  $C_1 = 0$  y  $C_2 = 0$ . Lo cual era de esperarse ya que el sistema tiene simetría axial.

Ahora consideremos el caso de temperatura estable:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_{gas}(r)}{\partial r} \right) = 0 \Rightarrow \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_{gas}(r)}{\partial r} \right) = 0$$

Entonces:

$$\begin{aligned}r \frac{\partial T_{gas}(r)}{\partial r} &= C_a \Rightarrow T_{gas}(r) = \int \frac{C_a}{r} dr \\ \Rightarrow T_{gas}(r) &= C_a \log(r) + C_b\end{aligned}$$

Tomando en cuentas las condiciones de frontera y resolviendo para  $C_a$  y  $C_b$ :

$$\Rightarrow T_{gas0}(r) = \frac{W_1 - W_2}{\ln\left(\frac{r_1}{r_2}\right)} \ln\left(\frac{r}{r_2}\right) + W_2$$

Modelando el tiempo que tarda en enfriarse el recipiente de contención por:

$$W_2 = 223e^{-5t} + 77$$

y el tiempo que tarda en enfriarse la el centro del criostato lo modelamos por:

$$W_1 = 223e^{-\frac{t}{10}} + 77$$

La solución de la distribución de temperatura del gas dentro del recipiente de contención con las condiciones  $r_1 = 0.5cm$  y  $r_2 = 2cm$ , es:

$$T_{gas}(r, t) = \frac{W_1 - W_2}{\ln\left(\frac{r_1}{r_2}\right)} \ln\left(\frac{r}{r_2}\right) + W_2$$

# Apéndice B

## B.1 Incertidumbre

El propósito de una medición es determinar el valor de una magnitud, llamada el mensurando, que es el atributo sujeto a medición de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente.<sup>[4.13]</sup>

La imperfección natural de la realización de las mediciones, hace imposible conocer con certeza absoluta el valor verdadero de una magnitud. Toda medición lleva implícita una incertidumbre, que es un parámetro que caracteriza la dispersión de los valores que pueden ser atribuidos al mensurando.

La incertidumbre se compone de contribuciones de diversas fuentes, algunas de ellas descritas por las magnitudes de entrada respectivas. Algunas contribuciones son inevitables por la definición del propio mensurando, mientras otras pueden depender del principio de medición, del método y del procedimiento seleccionados para la medición.

Considerando a la medición como un proceso, se identifican magnitudes de entrada denotadas por el conjunto

$$\{X_i\}$$

expresión en la cual el subíndice  $i$  toma valores entre 1 y el número de magnitudes de entrada  $N$ .

Se define el mensurado  $Y$  como la relación entre las magnitudes de entrada y la magnitud de salida como una función

$$Y = f(\{X_i\}) = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

representada por una tabla de valores correspondientes, una gráfica o una ecuación.

La incertidumbre de una magnitud de entrada  $X_i$  obtenida a partir de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad, se estima con base en la dispersión de los resultados individuales.

Si  $X_i$  se determina por  $n$  mediciones independientes, resultando en valores  $q_1, q_2, \dots, q_n$ , el mejor estimado  $x_i$  para el valor de  $X_i$  es la media de los resultados individuales:

$$x_i = \bar{q} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{j=1}^n q_j \quad (\text{B1})$$

La dispersión de los resultados de la medición  $q_1, q_2, \dots, q_n$ , para la magnitud de entrada  $X_i$  se expresa por su desviación estándar<sup>[4.13][4.14]</sup> experimental:

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2} \quad (\text{B2})$$

La incertidumbre estándar  $u(x_i)$  de  $X_i$  se obtiene finalmente mediante el cálculo de la desviación estándar experimental de la media:

$$u(x_i) = s(\bar{q}) = \frac{s(q)}{\sqrt{n}} \quad (\text{B3})$$

Así que resulta para la incertidumbre estándar de  $X_i$ :

$$u(x_i) = \frac{1}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2} \quad (\text{B4})$$

Para una medición que se realiza por un método bien caracterizado y bajo condiciones controladas, es razonable suponer que la distribución (dispersión) de los  $q_j$  no cambia, o sea se mantiene prácticamente igual para mediciones realizadas en diferentes días, por distintos metrólogos, etc. (esto es, la medición está bajo control estadístico). En este caso esta componente de la incertidumbre puede ser más confiablemente estimada con la desviación estándar  $s_p$  obtenida de un solo experimento anterior, que con la desviación estándar experimental  $s(q)$  obtenida por un número  $n$  de mediciones, casi siempre pequeño, según la ec. B2.<sup>[4.13]</sup>

La incertidumbre estándar de la media se estima en este caso por:

$$u(x_i) = \frac{s_p}{\sqrt{n}} \quad (\text{B5})$$

Cabe mencionar que  $n$  es el número de mediciones repetidas para evaluar  $x_i$  es igual a la media de los resultados individuales (ec. B1), mientras  $s_p$  se determinó por un número distinto (y grande) de mediciones.

El resultado de la combinación de las contribuciones de todas las fuentes es la incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$ , la cual contiene toda la información esencial sobre la incertidumbre del mensurando  $Y$ .

La contribución  $u_i(y)$  de cada fuente a la incertidumbre combinada depende de la incertidumbre estándar  $u(x_i)$  de la propia fuente y del impacto de la fuente sobre el mensurando. Es posible encontrar que una pequeña variación de alguna de las magnitudes de influencia tenga un impacto importante en el mensurando, y viceversa. Se determina  $u_i(y)$  por el producto de  $u(x_i)$  y su coeficiente de sensibilidad  $c_i$  (o factor de sensibilidad):

$$u(y) = c_i \cdot u(x_i) \quad (\text{B6})$$

El coeficiente de sensibilidad describe, qué tan sensible es el mensurando con respecto a variaciones de la magnitud de entrada correspondiente. Para su determinación existen dos métodos:

a) *Determinación a partir de una relación funcional*: Si el modelo matemático para el mensurando  $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$  describe la influencia de la magnitud de entrada  $X_i$  suficientemente bien mediante una

relación funcional, el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  se calcula por la derivada parcial de  $f$  con respecto a  $X_i$ :

$$c_i = \left. \frac{\partial f(X_1, \dots, X_N)}{\partial X_i} \right|_{X_1=x_1 \dots X_N=x_N} \quad (\text{B7})$$

b) *Otros métodos de determinación:* Si la influencia de la magnitud de entrada  $X_i$  en el mensurando  $Y$  no está representada por una relación funcional, se determina el coeficiente de sensibilidad  $c_i$  por una estimación del impacto de una variación de  $X_i$  en  $Y$  según:

$$c_i = \frac{\partial Y}{\partial X_i} \quad (\text{B8})$$

Esto es, manteniendo constantes las demás magnitudes de entrada, se determina el cambio de  $Y$  producido por un cambio en  $X_i$  por una medición o a partir de la información disponible (como una gráfica o una tabla).

En el caso de magnitudes de entrada no correlacionadas, la incertidumbre combinada  $u_c(y)$  se calcula por la suma geométrica de las contribuciones particulares:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y)$$

Considerando la ec. B6 y la ec. B7 resulta finalmente:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i \cdot u(x_i)]^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial X_i} \cdot u(x_i) \right]^2} \quad (\text{B9})$$

La regla presentada en ec. B9 es llamada *ley de propagación de incertidumbre*. Note que la última expresión en esta ecuación se aplica cuando se dispone de la relación funcional entre  $Y$  y  $\{X_i\}$ .<sup>[4.13]</sup>

Si algunas de las magnitudes de entrada están correlacionadas, hay que considerar las covarianzas entre las magnitudes correlacionadas y la ec. B9 se modifica a

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial X_i} \cdot u(x_i) \right]^2 + \sum_{\substack{i,j=1 \\ i \neq j}}^N \frac{\partial f}{\partial X_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial X_j} \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(X_i, X_j)} \quad (\text{B10})$$

donde  $r(X_i, X_j)$  es el factor de correlación entre las magnitudes de entrada  $X_i$  y  $X_j$ .

A menudo los resultados de mediciones de dos magnitudes de entrada están ligados, ya sea porque existe una tercera magnitud que influye sobre ambas, porque se usa el mismo instrumento para medir o el mismo patrón para calibrar.

Desde el punto de vista estadístico, dos variables son independientes cuando la probabilidad asociada a una de ellas no depende de la otra, esto es, si  $q$  y  $w$  son dos variables aleatorias independientes, la



probabilidad conjunta se expresa como el producto de las probabilidades de las variables respectivas:

$$p(q, w) = p(q) \cdot p(w)$$

Frecuentemente, se encuentran magnitudes de entrada que no son independientes. La independencia lineal de dos variables puede estimarse estadísticamente con el coeficiente de correlación

$$r(q, w) = \frac{u(q, w)}{u(q) \cdot u(w)} \quad (\text{B11})$$

En el denominador aparecen las incertidumbres estándar de las variables aludidas y en el numerador la covarianza de las mismas. La covarianza puede ser estimada:

a) por medio de las relaciones funcionales entre ambas variables y la tercera que influye sobre ellas,

b) a partir de un conjunto de  $n$  valores de  $q$  y  $w$  según:

$$u(q, w) = \frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q}) \cdot (w_k - \bar{w})$$

Un valor de  $r = 0$  indica independencia de  $q$  y  $w$ . Los valores de  $r = +1$  o  $-1$  indican una correlación total.

# Referencias

- [0.1] Sven Ortoli y Jean Klein, “*Historia y leyendas de la superconductividad*”, Editorial Gedisa, España, 1990.
- [0.2] N. Kurti, “*Low Temperature Terminology*”, Proc. XIII Int. Congr. Refrig., Vol I, pp 593-597 (Int. Inst. Refring. 1973)
- [0.3] B. A. Hands, “*Cryogenic Engineering*”, Academic Press, INC, 1986. ISBN: 0-12-322990-1  
Capítulo 1.
- [0.4] Cryogenic Society of America, Inc. History of Cryogenics;  
[http://www.cryogenicsociety.org/resources/cryo\\_central/history\\_of\\_cryogenics/](http://www.cryogenicsociety.org/resources/cryo_central/history_of_cryogenics/)
- [0.5] Ramón Peralta- Fabi. “*Fluidos: Apellidos de líquidos y gases*”, Capítulo VI Superfluidos. Colección *La ciencia para todos*. 1ª Ed. Fondo de Cultura Económica. 1993.
- [0.6] Información proporcionada por NASA: [http://www.nasa.gov/worldbook/rocket\\_worldbook.html](http://www.nasa.gov/worldbook/rocket_worldbook.html)
- [0.7] Información proporcionada por LakeShore: <http://www.lakeshore.com/temp/sen/gd.html>
- [0.8] Información proporcionada por NASA: [http://cryo.gsfc.nasa.gov/introduction/Cryo\\_Intro.html](http://cryo.gsfc.nasa.gov/introduction/Cryo_Intro.html)
- [0.9] Información proporcionada por National Institute of Standards and Technology (NIST):  
<http://cryogenics.nist.gov/AboutCryogenics/CryogenicsII.pdf>
- [0.10] Información proporcionada por el Centro Nacional de Metrología de México:  
<http://www.cenam.mx/siu.aspx>
- [0.11] Información proporcionada por el Bureau International des Poids et Mesures:  
[http://www.bipm.org/en/si/si\\_brochure/](http://www.bipm.org/en/si/si_brochure/)  
[http://www.bipm.org/utis/common/pdf/si\\_brochure\\_8\\_en.pdf](http://www.bipm.org/utis/common/pdf/si_brochure_8_en.pdf)
- [0.12] Información proporcionada por el Metric Information and Conversions de la National Institute of Standards and Technology (NIST): [http://ts.nist.gov/WeightsAndMeasures/Metric/mpo\\_home.cfm](http://ts.nist.gov/WeightsAndMeasures/Metric/mpo_home.cfm)
- 
- [1.1] Frank P. Incropera, David P. DeWitt, “*Fundamentos de Transferencia de Calor*” Cuarta Edición, Prentice Hall, México, 1999. Capítulo 1 y Capítulo 2.
- [1.2] Kittel, Charles, *Introduction to Solid State Physics*, 7th Ed., Wiley, (1996), Chapter 6 – *Free Electron Fermi Gas*.
- [1.3] B. A. Hands, “*Cryogenic Engineering*”, Capítulo 4, Academic Press, INC, 1986. ISBN: 0-12-322990-1
- [1.4] Ryogo Kubo, “*Statistical Mechanics*”, Elsevier Science Publishers B. V., eight edition 1990 ISBN: 0-444-87103-9, Capítulo 6, pag. 367-370.
- [1.5] Luis de la Peña, “*Introducción a la Mecánica Cuántica*”, Capítulo 1.2, Fondo de Cultura Económica, México, 2006.
- [1.6] G. D. Mahan, B. C. Sales and J. Sharp, “*Thermoelectric materials: new approaches to an old problem*”, Physics Today, Vol. 50 (1997).
- [1.7] Luis de la Peña, “*Introducción a la Mecánica Cuántica*”, Capítulo 7.5, Fondo de Cultura Económica, México, 2006.
- [1.8] Información proporcionada por OMEGA ENGINEERING. INC., en “*Thermocouple Introduction and Theory*”; <http://www.omega.com/temperature/Z/pdf/z021-032.pdf>
- [1.9] Herbert B. Callen, “*Thermodynamics and an Introduction to Thermostatistics*”, Segunda Edición, John Wiley and Sons, Inc., 1985.
- [1.10] B. A. Hands, “*Cryogenic Engineering*”, Academic Press, INC, 1986. Capítulo 18 “*Thermometry*”, pag. 457.
- [1.11] Información obtenida de Keithley Instruments, Inc.:

<http://www.keithley.com/products/dcac/dmm/broadpurpose/?path=2000/Documents#4>  
<http://www.keithley.com/data?asset=16310>

[1.12] Información obtenida de [http://www.allaboutcircuits.com/vol\\_1/chpt\\_8/9.html](http://www.allaboutcircuits.com/vol_1/chpt_8/9.html)

[1.13] L. M. León –Rossano “*An inexpensive and easy experiment to measure the electrical resistance of a high  $T_C$  superconductors as a function of temperature*”, Am J. Phys. 65, 1024-1026 (1997).

[1.14] John N. Fox, Frederick A. Rustad and Roger W. Smith, “*Measurements of the transition temperature of a high  $T_C$  superconductors*”, Am. J. Phys. 56, 980-982,(1987).

[1.15] H. C. Montgomery, “*Method for measuring electrical resistivity of anisotropic materials*”, Journal of Applied Physics, Volume 42, Number 7, June 1971.

[1.16] B. F. Logan, S. O. Rice and R. F. Wick, “*Series for Computing Current Flow in a Rectangular Block*”, Journal of Applied Physics, Volume 42, Number 7, June 1971. Pag 2975-2980

[1.17] Kittel, Charles, *Introduction to Solid State Physics*, 7th Ed., Wiley, (1996), Chapter 7 – Energy Bands.

[1.18] Kittel, Charles, *Introduction to Solid State Physics*, 7th Ed., Wiley, (1996), Chapter 12 – Superconductivity.

[1.19] Magaña Solís, Luis Fernando. “*Los Superconductores*”, Capítulo III Los Superconductores Duros. Colección *La ciencia para todos* / 64. 2ª Ed. Fondo de Cultura Económica. 1997

[1.20] *Nature*, vol. 325, 19 de febrero de 1987. Pag. 664-665, “*Superconductivity at high temperatures in doped oxides*”.

[2.1] David J. Griffiths, “*Introduction to Electrodinamic*”, Ed. Prentice Hall, 1999. Capítulo 2, Electroestática.

[2.2] Charles H. Lees, “*The Effects of Temperature and Pressure on the Thermal Conductivities of Solids.-Part II\* The Effects of Low Temperatures on the Thermal and Electrical Conductivities of Certain Approximately Pure Metals and Alloys.*”, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, Vol. 208, (1908), pp. 381-443, Published by: The Royal Society.

[2.3] Laura Talavera y Mario Farías “*El vacío y sus aplicaciones*”, Fondo de Cultura Económica, 1995, México.

[2.4] Información proporcionada por el National Institute of Standards and Technology (NIST), Physical and Chemical Properties Division, Chemical Science and Technology Laboratory:  
[http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/Brass/Brass\\_rev.htm](http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/Brass/Brass_rev.htm)

[2.5] Información proporcionada por el National Institute of Standards and Technology (NIST), Physical and Chemical Properties Division, Chemical Science and Technology Laboratory:  
[http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/OFHC%20Copper/OFHC\\_Copper\\_rev.htm](http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/OFHC%20Copper/OFHC_Copper_rev.htm)

[2.6] David J. Griffiths, “*Introduction to Electrodinamic*”, Ed. Prentice Hall, 1999. Capítulo 7, Electrodinámica.

[2.7] Producto de EMKO ELEKTRONIK A.S: el manual se puede ver en:  
[http://www.crobel.es/emko/English/manuals/ezm-xx50%20Multifunctional%20Counter,%20Timer/EZM-4450\\_Eng%20V03.pdf](http://www.crobel.es/emko/English/manuals/ezm-xx50%20Multifunctional%20Counter,%20Timer/EZM-4450_Eng%20V03.pdf)

[2.8] Información proporcionada por el National Institute of Standards and Technology (NIST), Physical and Chemical Properties Division, Chemical Science and Technology Laboratory:  
[http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/316Stainless/316Stainless\\_rev.htm](http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/316Stainless/316Stainless_rev.htm)

[2.9] Información obtenida de LEYBOLD VACUUM: Operating Instructions of TRIVAC E, D 10 E. GA 01.600/5.02.

[2.10] Información obtenida de LEYBOLD VACUUM:

[http://www.highervacuum.com/product/p15/TR211\\_216.pdf](http://www.highervacuum.com/product/p15/TR211_216.pdf), and Operating Instructions of THERMOVAC Gauge Head TR211. GA 09.210/7.02

[2.11] Información obtenida de LEYBOLD VACUUM: Operating Instructions of THERMOVAC TM 20. GA 09.215/4.02

[2.12] Información obtenida de LEYBOLD AG: Vacuum Fitting and Leadthroughs, Catalogue HV 250, Section 7, Edition 01/90

[3.1] Kittel, Charles, *Introduction to Solid State Physics*, 7th Ed., Wiley, (1996), Chapter 21 - Alloys.

[3.2] Donald R. Kibbey, Harry D. Moore, “*Manual del Ingeniero Mecánico 1*”, Capituló 8, Ediciones Orientación S. A. de C. V., México, 1988.

[3.3] Tesis profesional de Bañuelos Muñeton, J. Guadalupe, “*Caracterización y optimización de un sistema de alto vacío*”, septiembre de 1992, Facultad de Ciencias, UNAM.

[3.4] Información proporcionada por LakeShore;  
[http://www.lakeshore.com/pdf\\_files/accessories/LSTC\\_epoxygv\\_1.pdf](http://www.lakeshore.com/pdf_files/accessories/LSTC_epoxygv_1.pdf)

[3.5] Información proporcionada por SPI-Supplies;  
<http://www.2spi.com.mx/catalog/grids/cusctgrd.html>

[3.6] Información proporcionada por LakeShore; “*Material Safety Data Sheet*” del producto identificado como el producto 7031.

[3.7] Donald R. Kibbey, Harry D. Moore, “*Manual del Ingeniero Mecánico 2*”, Capituló 15, Ediciones Orientación S. A. de C. V., México, 1988.

[3.8] Información proporcionada por la compañía Tecnoweld, <http://www.tecnoweld.com.pe/ages.htm>

[3.9] Información proporcionada de MatWeb;  
<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=c02b8c0ae42e459a872553e0ebfab648>

[3.10] Información proporcionada de MatWeb;  
<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=9aabe83845c04c1db5126fada6f76f7e>

[3.11] Información proporcionada de MatWeb;  
<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=d3bd4617903543ada92f4c101c2a20e5>

[3.12] Información proporcionada por la compañía Silimex, <http://www.silimex.com.mx/>

[4.1] Cry-Con grasa conductiva, model GCC-28, Lake Shore Cryotronics, Inc., 64 East Walnut Street, Westerville, OH 43081.

[4.2] Producto de la compañía Keithley Instruments, Inc.: [www.keithley.com/data?asset=814](http://www.keithley.com/data?asset=814)  
[www.keithley.com/products/dcac/dmm/broadpurpose/?path=2000/Documents](http://www.keithley.com/products/dcac/dmm/broadpurpose/?path=2000/Documents)

[4.3] Producto de la compañía Keithley Instruments, Inc.: [www.keithley.com/data?asset=828](http://www.keithley.com/data?asset=828),  
[www.keithley.com/products/dcac/dmm/highper/?path=2001/Documents](http://www.keithley.com/products/dcac/dmm/highper/?path=2001/Documents)

[4.4] El programa de adquisición de datos (voltaje eléctrico, corriente eléctrica y temperatura) fue desarrollado en el Laboratorio de Física Moderna por el M. en C. Luis Manuel León Rossano.

[4.5] Producto de la compañía LakeShore:  
[http://www.lakeshore.com/pdf\\_files/instruments/LSTC\\_100\\_1.pdf](http://www.lakeshore.com/pdf_files/instruments/LSTC_100_1.pdf)

[4.6] Datos obtenidos de LakeShore Cryotronics, Inc. Datos de voltaje y temperatura para la calibración del diodo tipo GaAlAs, con número de serie 9173, modelo TG-120PL.

[4.7] V. A. Drebuschak, “*Approximation of the emf of a thermocouple*”, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 96 (2009) 1, 315-420.

[4.8] Producto de EMKO ELEKTRONIK A.S:  
<http://www.emkoelektronik.com.tr/Content.asp?id=3.11.18.212>

[4.9] National Semiconductor Corporation, Application Note 225, IC Temperature Sensor Provides Thermocouple Cold-Junction Compensation, <http://www.national.com/an/AN/AN-225.pdf>

[4.10] Datos del termopar tipo T, obtenidos de la National Institute of Standards and Technology (NIST): [http://srdata.nist.gov/its90/type\\_t/-270to0.html](http://srdata.nist.gov/its90/type_t/-270to0.html)

[4.11] Reynolds J. M., Hemstreet H. W., Leinhardt T. E. “*The Electrical Resistance of Graphite at Low Temperatures*”. *Phys. Rev.* 91,1152 - 1155 (1953).

[4.12] Keith A. Ross and Hyung-Taek Kim, “A method of measuring the resistivity of copper from 298 to 77 K” Rev. Sci. Instrum. 61(12), December 1990.

[4.13] Información proporcionada por Centro Nacional de Metrología de México (CENAM), “Guía para la estimar la incertidumbre de la medición” por Wolfgang A. Schmid y Ruben J. Lazos Martínez: [http://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/descarga/default.aspx?arch=/GUIA\\_P\\_ESTIMAR\\_INCERTIDUMBRE\\_Med%202004\\_09\\_27.pdf](http://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/descarga/default.aspx?arch=/GUIA_P_ESTIMAR_INCERTIDUMBRE_Med%202004_09_27.pdf)

[4.14] Berta Oda Noda, “Introducción al análisis gráfico de datos experimentales”, Facultad de Ciencias, UNAM, 2008, ISBN: 970-32-1150-X

[4.15] Información proporcionada por Centro Nacional de Metrología de México (CENAM), “Incertidumbre en la calibración de calibradores tipo vernier” por Héctor González Muñoz: <http://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/descarga/default.aspx?arch=/ejercestim/vernierV2.pdf>

[4.16] Dato obtenido de Brookhaven National Laboratory: [www.bnl.gov/magnets/Staff/Gupta/cryogenic-data-handbook/Section6.pdf](http://www.bnl.gov/magnets/Staff/Gupta/cryogenic-data-handbook/Section6.pdf)

[A.1] William E. Boyce y Richard C. DiPrima, “Ecuaciones y problemas con valores en la frontera”, Limusa S. A. de C. V., México D.F. 2000. ISBN 968-18-4974-4

[A.2] R.P. Agarwal, D. O’Regan, “Ordinary and Partial Differential Equations”, Lecture 36 Two-Dimensional Heat Equation, Springer Science, 2009.