

Magas átmeneti hőmérsékletű szupravezető fázisátalakulásának vizsgálata

Geresdi Attila, Halbritter András

2008. október 2.

1. Bevezetés

A mérés célja a későbbi Szupravezetés és Töltéssűrűség hullámok laboratóriumi gyakorlatokon is használt Keithley 2001 digitális multiméter és LakeShore 331 hőmérséklet szabályozó működésének és programozásának megismerése, a PID szabályozás gyakorlása, és magashőmérsékletű szupravezető minta fázisátalakulásának mérése. Ennek érdekében először egy fűtőellenállásból, hűtőbordából és Pt100 ellenálláshőmérőből álló rendszeren gyakoroljuk a hőmérséklet-szabályozást és PID paraméterek helyes beállítását, majd egy folyékony nitrogénnel töltött termoszban kimérjük egy high-Tc szupravezető minta ellenállásának hőmérsékletfüggését, és meghatározzuk a szupravezető fázisátalakulás kritikus hőmérsékletét.

2. Elméleti háttér

A szupravezető anyagok fázisátalakulásának egyik legkönnyebben mérhető bizonyítéka az egyenáramú ellenállás megváltozása, ami a kritikus hőmérséklet alatt minden határon túl zérusra csökken. A mérési gyakorlat célja ennek a jelenségnek a kimutatása és vizsgálata.

A magas átmeneti hőmérsékletű szupravezetők első képviselőjét 1986-ban találta meg Karl Alexander Müller és Johannes Georg Bednorz, akik 1987-ben Nobel-díjat kaptak. Bár a szupravezetést létrehozó mechanizmus részletei a mai napig nem ismertek, a terület dinamikus fejlődést mutatott az elmúlt 20 évben, és napjainkra a legmagasabb mért átmeneti hőmérséklet elérte a 195 K-t.

Az anyagcsalád közös jellemzői közé tartozik, hogy másodfajú szupravezetők, és a kevert fázis már viszonylag kis mágneses tér, illetve áramsűrűség hatására létrejön.

A szupravezető fázis létrejötte nagyban érzékeny a rácshibákra és ezért az ötvözetek növesztése komoly háttérrel igényel, illetve nem is hozhatunk létre tetszőlegesen nagy méretű szupravezetőt. Így a kisméretű vékonyréteg minták vizsgálata körültekintést igényel, hiszen a fémes fázisban is igen kicsi ellenállásértékekkel kell számolnunk.

3. PID szabályzás

Egy mérőrendszerben stabil hőmérsékletet úgy érhetünk el, ha a fűtőteljesítményt az aktuális hőmérséklet függvényében visszacsatoljuk. Erre egy megoldás a PID szabályzás, amely az alábbi képlet szerint működik:

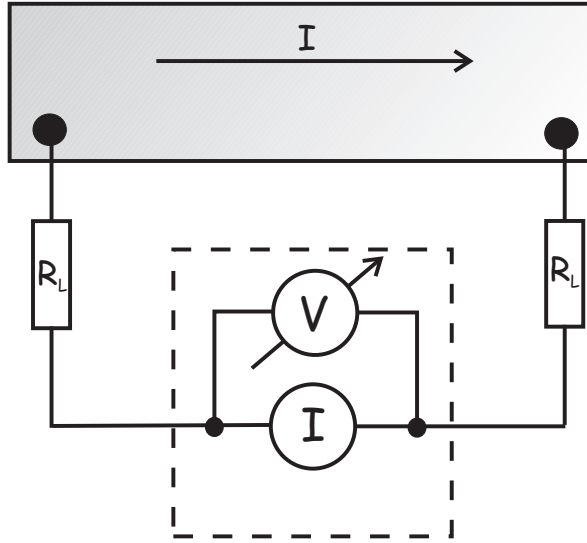
$$W = P \left(\Delta + I \int \Delta dt + D \frac{\partial \Delta}{\partial t} \right),$$

ahol Δ a beállított hőmérséklet (setpoint) és aktuális hőmérséklet közötti különbség, W a fűtés teljesítménye és P , I , D az algoritmus három paramétere, melyek megfelelő beállításával biztosíthatjuk, hogy az egyensúlyi hőmérsékletkülönbség zérus legyen. A hangolást a LakeShore hőmérséklet szabályozó műszerkönyvében található leírás alapján kell a gyakorlat során elvégezni.

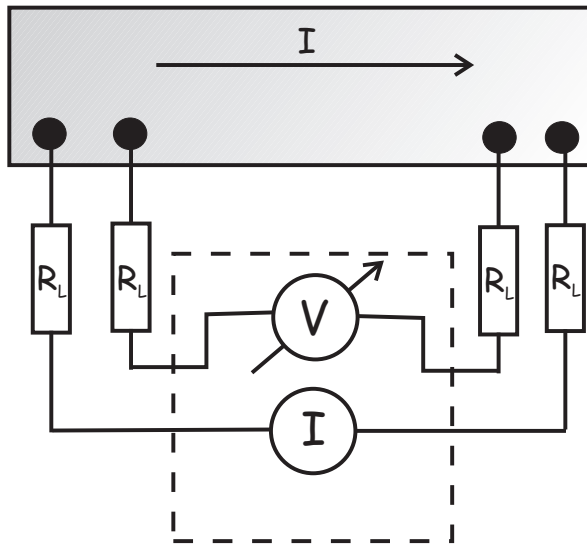
4. Kis értékű ellenállás mérése

A digitális multiméterek az ellenállást konstans átfolyó áram mellett mért feszültségéből számolják (1. ábra). Láthatjuk azonban, hogy így a mintához csatlakozó vezetékek, és a mintán található kontaktusok ellenállását is beleszámoljuk a kapott értékbe, ezzel adott esetben jelentős hibát okozva.

Erre a problémára megoldás a négypont ellenállásmérés, amely külön vezetéseken méri a mintán eső feszültséget, így a fenti hibaforrást eliminálva (2. ábra).



1. ábra.



2. ábra.

További probléma, hogy a mérőkörben a különböző fémek közötti csatlakozások miatt véges termofeszültség mérhető, ezzel négypont üzem-

módban is meghamisítva a mérést. A megoldást az jelenti, hogy a termofeszültség a mintán átfolyó áram függvényében konstans, míg a mintán eső feszültség arányos vele. Így felváltva pozitív és negatív árammal mérve a mintát ez a hibaforrás kiesik.

Zajos környezetben egymás utáni mérések átlagolása segíthet megbízható eredményeket kapni. Figyelembe kell venni azonban, hogy amennyiben egy időben változó mennyiség függvényében vizsgáljuk a mintát, úgy a túlzásba vitt átlagolás további hibákat vihet a mérésbe.

A gyakorlat kezdetén a digitális multiméter állítsuk be a fenti szempontok szerint. Vizsgáljuk meg, hogy milyen átlagolás mellett kapunk megbízható eredményeket, valamint hogy szükség van-e négypont ellenállásmérésre, valamint offszetkompenzációra!

5. Mérési feladatok

1. A mellékelt fűtőellenállás segítségével optimalizáld a hőmérséklet szabályozó vezérlő körnek P , I , D paramétereit úgy, hogy a fűtőellenállás mellett elhelyezett hőmérő szenzor hőmérséklete minél pontosabban be tudjon állni 305 Kelvinre! Ábrázold a hőmérséklet változását az idő függvényében optimális PID-vezérlés alkalmazása mellett, a szabályozást szobahőmérsékletről indítva! Készíts minél egyenletesebb hőmérséklet sweep-et 300K-ről 305K-ig kb. 10 perc alatt, ábrázold a hőmérsékletet az idő függvényében!

A jegyzőkönyv tartalmazza a hőmérséklet időfüggés görbéket az alkalmazott P , I , D értékekkel együtt, valamint a műszervezéléshez kapcsolódó programrészt.

2. A mérés során egy magas hőmérsékletű szupravezető minta fázisátalakulási hőmérsékletét kell meghatározni a minta négypont-ellenállásának hőmérsékletfüggése alapján. A szupravezető minta hőmérsékletét folyékony nitrogénnel töltött termoszba helyezhető mérőfej segítségével szabályozzuk. A fűtésről a mérőfej körül elhelyezett fűtőtekercs gondoskodik, amelynek teljesítményét a minta mért hőmérsékletéről szabályozzuk vissza.

Írd meg azt a mérésvezérlő rutint, ami beolvassa a multiméter által mért ellenállásértéket

az optimálisan megválasztott beállítások mellett. A program olvassa be továbbá a Lakeshore 331 hőmérséklet szabályozó egység által mért hőmérséklet értékeket. A hőmérséklet szabályozása ezek után a műszer P, I, D, Ramp- illetve fűtőteljesítmény paramétereinek beállításával történik.

Vedd fel az ellenállás-hőmérséklet görbéket

az átalakulási hőmérséklet körül szabályozott, lassú melegedésben és hűlésben!

A mérési jegyzőkönyv tartalmazza a kiértékelt $R(T)$ görbéket, a meghatározott fázisátalakulási hőmérsékletet, valamint a műszervezérléshez kapcsolódó programrészt.