

Dissertação de Mestrado Profissionalizante

**Interface de Controle e
Caracterização de MicroSQUIDs
Histeréticos**

Érick Britis Ortiz

CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS/MCT

Rio de Janeiro, janeiro de 2007

Agradecimentos

Aos meus pais e à minha irmã Ingrid, por todo o apoio, durante tanto tempo.

Ao CBPF pelos laboratórios, salas, aulas, e corredores onde a Ciência é feita.

Ao meu orientador, Geraldo Cernicchiaro, por todo o esforço cotidiano e a paciência.

A Luiz Sampaio, do CBPF, Antonio Carlos Seabra, do Laboratório de Sistemas Integrados da Escola Politécnica da USP, e Antonio Domingues dos Santos, do Instituto de Física da USP, cuja expertise e dedicação tornaram este trabalho possível.

A Armando Yoshihaki Takeuchi e Rubem Luís Sommer, pela atenção e pela freqüente cessão dos sistemas de medida em baixa temperatura do Laboratório de Resistividade do CBPF, onde muitas das medidas deste trabalho foram realizadas.

Ao colega Emmanuel Favre-Nicolin, pelo apoio e análises que me acrescentaram muito.

Ao meu bom e velho amigo Antonio J. S. M. Domingues, por ser o primeiro a me mostrar o que é um Físico de verdade, com letra maiúscula.

Ao meu professor de Mecânica Quântica Aplicada, Flávio Garcia, por me mostrar o que era rigor científico. Tive vários outros exemplos, mas ele me deu o parâmetro.

A Victor Montero del Aguila pelo incentivo e discussão teórica; Rafael Barmak e Ricardo Herbert, pela colaboração e prática; e Edivaldo Santos Filho, pela ajuda meticulosa e metódica.

A todos os professores, colegas e amigos que contribuíram, alguns com uma frase, outros com horas a cada semana.

Resumo

Neste trabalho, realizado por uma colaboração do Centro Brasileiro de Pesquisa Física (CBPF) com o Instituto de Física e a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (IFUSP e EPUSP), foi desenvolvida uma interface eletrônica específica para transdutores de fluxo magnético conhecidos como microSQUIDs hysteréticos, com conexão com computadores PC via barramento USB. Descrevemos também um processo de fabricação destes dispositivos, que atingiu bons resultados com filmes finos de nióbio e o trabalho nas estruturas teve avanços significativos, respectivamente realizados pelo IFUSP e EPUSP, e medidas feitas no CBPF. Foram testadas micropontes de 50 nm a 5 μm , alcançando temperaturas críticas de até 9.9 K, e boa reprodutibilidade na resistividade. Os microSQUIDs fabricados são quadrados, com 4 μm de lado e o furo central de 1.9 μm . No Laboratório de Instrumentação e Medidas do CBPF, foram desenvolvidos tanto os programas utilizados para a caracterização e análise dos filmes finos e estruturas, quanto a eletrônica e programas para o controle e medidas com microSQUIDs.

Abstract

In this work, carried by a collaboration between the Brazilian Center for Research in Physics (CBPF) and the Physics Institute and the Polytechnic School of the University of São Paulo (IFUSP and EPUSP, respectively), a custom electronics interface for magnetic flux transducers known as hysteretic microSQUIDs was developed, which connects to PC computers via USB bus. We also describe a fabrication process for the devices, with good results attained in niobium thin films and the work on structures had advanced significantly, respectively executed by IFUSP and EPUSP, with measurements carried in CBPF. Microbridges with widths between 50 nm and 5 μm were tested, with critical temperatures up to 9.9 K, and good reproducibility of the results. The microSQUIDs fabricated are square, with 4 μm of side, and a central hole of 1.9 μm . In the Laboratory for Instrumentation and Measurement at CBPF were developed the softwares used for characterization and analysis of thin films and structures, and the electronics and software for control and measurements with microSQUIDs.

Sumário

1. Introdução	1
1.1. Apresentação	1
1.2. Supercondutividade	3
1.3. SQUIDs	11
2. Fabricação	15
2.1. Métodos e técnicas de fabricação utilizados	16
3. Métodos Experimentais.....	21
3.1. Configuração experimental para caracterização.....	21
3.1.1. Criostato.....	24
3.1.2. Suporte de inserção (<i>Insert</i>).....	26
3.1.3. Bobina de realimentação	27
3.1.4. Porta-amostras.....	28
3.1.5. Controle de temperatura	29
3.2. Instrumentação Eletrônica	30
3.2.1. Blindagem de radiofrequência.....	31
3.2.2. Condicionamento de sinal	32
3.2.3. Controle do experimento	41
3.2.4. Protocolo de comunicação	51
4. Resultados Experimentais.....	57
4.1. Deposição de filmes de nióbio e litografia de micropontes	57
4.2. Problemas e soluções encontradas.....	59
4.3. Resultados com micropontes e microSQUIDs.....	65
4.4. Medidas da interface eletrônica	84
4.4.1. Medidas de temporização	84
4.4.2. Medida de nível de tensão	86

5. Conclusão	89
6. Bibliografia	92

Lista de Figuras

Figura 1.1: Cabos normais em uso no LEP (acima) e supercondutores, do LHC (abaixo).....	9
Figura 1.2: SQUID DC	12
Figura 1.3: SQUID com junções a microponte.....	13
Figura 1.4: Periodicidade da corrente crítica em um microSQUID.....	14
Figura 2.1: Processo de fabricação utilizado [22]	16
Figura 2.2: Desenho esquemático da coluna do MEV	17
Figura 2.3: Desenho para teste de largura de micropontes no software PROXY ..	18
Figura 3.1: Configurações de medida para caracterização.....	22
Figura 3.2: Topo do criostato	25
Figura 3.3: Diagrama do criostato utilizado.....	26
Figura 3.4: Base do <i>insert</i>	27
Figura 3.5: Suporte em acrílico para a bobina	27
Figura 3.6: Medidas da bobina utilizando sonda Hall.....	28
Figura 3.7: Projeto do porta-amostras	29
Figura 3.8: Foto do porta-amostras montado, com suportes e bobinas de realimentação	29
Figura 3.9: Histograma da temperatura ao longo de uma medida de uma hora	29
Figura 3.10: Diagrama de blocos do sistema.....	31
Figura 3.11: Seqüência de condicionamento de sinal.....	33
Figura 3.12: Foto do módulo de condicionamento de sinal.....	33
Figura 3.13: Esquemático do módulo de condicionamento de sinal	34
Figura 3.14: Forma de onda de corrente gerada a partir das entradas de tensão .	36
Figura 3.15: Modo de teste (ciclo 1) e modo normal (ciclo 2)	37
Figura 3.16: Um Amplificador de Instrumentação básico ^[11]	38

Figura 3.17: Características dos Amplificadores Operacionais versus Amplificadores de Instrumentação ^[11]	38
Figura 3.18: Conexões de circuito básicas para o INA217 ^[13]	39
Figura 3.19: Rede de estabilização de entrada ^[13]	39
Figura 3.20: Foto do módulo de controle, face do microcontrolador	41
Figura 3.21: Diagrama de blocos do microcontrolador MSC1211	42
Figura 3.22: Módulo de controle – Esquemático do microcontrolador	43
Figura 3.23: Módulo de controle – Esquemático dos circuitos auxiliares.....	43
Figura 3.24: Foto do módulo de controle, face da interface USB	51
Figura 3.25: Conectores USB tipo A e B	52
Figura 3.26: Cabo e Conexões de Resistores para o modo USB Full-Speed ^[17]	53
Figura 4.1: Curva de R x T para filme de Nb com ampliação da região de transição	58
Figura 4.2: Medidas R(T) de uma linha de Nb de 500 nm utilizando diversos valores de corrente	59
Figura 4.3: Temperatura crítica sem resiste (resistência normalizada).....	64
Figura 4.4: Padrão implementado com micropads de Au para contato elétrico	66
Figura 4.5: Micropontes de 50 e 100 nm originais	66
Figura 4.6: Micropontes modificadas	66
Figura 4.7: Geometria das linhas	67
Figura 4.8: Curva de transição de uma microponte típica.....	68
Figura 4.9: Curva de transição com contato térmico pobre e duas Tc's	68
Figura 4.10: Temperatura de transição	69
Figura 4.11: Resistência a 300K x Largura da junção ⁻¹	71
Figura 4.12: RRR das linhas de Nb em função da temperatura de deposição para diferentes larguras	73
Figura 4.13: Etapas de litografia	74

Figura 4.14: Fotografia final do padrão de teste, montado em uma PCI.....	75
Figura 4.15: Fotografia de um microSQUID por MEV, primeira versão	76
Figura 4.16: Detalhe das pontes de Dayem por MFA, versão atual.....	76
Figura 4.17: Substrato mostrando alinhamento do resiste com microSQUIDs	77
Figura 4.18: SQUID S4 esquerdo e bobina conectados	77
Figura 4.19: Configuração de medida da corrente crítica com osciloscópio e gerador de função.....	79
Figura 4.20: Curva $V(I)$ do microSQUID Q8 a 4.2 K, obtida em um Keithley 2400	80
Figura 4.21: Dependência térmica da corrente crítica da amostra Q8 a campo zero	81
Figura 4.22: Perímetro do furo: 1.9 μm de lado	82
Figura 4.23: Curva $I \times V$ típica, SQUID Q8R	83
Figura 4.24: Detalhe do gráfico ao lado, mostrando a dupla corrente crítica.....	83
Figura 4.25: Código utilizado para o teste 1 e leitura no osciloscópio	85
Figura 4.26: Código utilizado para o teste 2 e leitura no osciloscópio	86
Figura 4.27: Histograma do <i>threshold</i> em AC (largura das colunas: 0.2 mV)	87
Figura 4.28: Ajuste de curva gaussiana.....	87
Figura 4.29: Resposta do DAC de <i>threshold</i>	87
Figura 4.30: Saída do pré-amplificador versus <i>threshold</i>	88

Lista de Tabelas

Tabela 1.1: Supercondutores do tipo I.....	5
Tabela 1.2: Supercondutores do tipo II (convencionais).....	5
Tabela 3.1: Conector entre os módulos eletrônicos.....	35
Tabela 3.2: Parâmetros de geração do perfil de corrente.....	36
Tabela 3.3: Interrupções.....	44
Tabela 3.4: Indicadores de modo de operação e condições de erro.....	46
Tabela 3.5: Funções do programa de controle.....	50
Tabela 3.6: Pinagem dos conectores USB.....	52
Tabela 3.7: Espaços de aplicação do padrão USB.....	53
Tabela 3.8: Comandos de controle da interface.....	54
Tabela 3.9: Byte de estado.....	55
Tabela 3.10: Frequência de aquisição versus taxa de transferência.....	56
Tabela 4.1: Impacto dos resistes sobre o filme de Nb não estruturado.....	62
Tabela 4.2: Impacto do aquecimento sobre o filme de Nb não estruturado.....	63
Tabela 4.3: Identificação das amostras.....	65
Tabela 4.4: Temperatura de transição, T_c (K), das micropontes.....	69
Tabela 4.5: Resistência a 300K (Ω).....	70
Tabela 4.6: Resistência a 300K x Largura da junção ⁻¹	70
Tabela 4.7: SQUIDs fabricados, por amostra, e dimensões das micropontes.....	78
Tabela 4.8: Comparação da saída do pré-amplificador.....	88
Tabela 4.9: Escala e ruído no DAC da rampa de corrente.....	89

Lista de siglas e abreviaturas

ADC	<i>Analog to Digital Converter</i> (Conversor Digital-Analógico)
ASCII	<i>American Standard Code for Information Interchange</i>
CI	Circuito Integrado
CMRR	<i>Common Mode Rejection Ratio</i> (Razão de Rejeição de Modo Comum)
CRC	<i>Cyclic Redundancy Check</i> (Checagem de Redundância Cíclica)
DAC	<i>Digital to Analog Converter</i> (Conversor Digital-Analógico)
EEPROM	<i>Electrically Erasable Programmable Read-Only Memory</i>
FPM	<i>Flash Programming Mode</i>
HCR	<i>Hardware Control Register</i> (Registrador de Controle de Hardware)
IDE	<i>Integrated Development Environment</i> (Ambiente Integrado de Desenvolvimento)
IPA	<i>Isopropyl Alcohol</i> (Álcool Isopropílico)
MEV	microscopia eletrônica de varredura
MFA	microscopia de força atômica
mil	milésimo de polegada (25.4 μm)
NPLC	<i>Number of Power Line Cycles</i>
PCI	Placa de Circuito Impresso
PMGI	poli-metil-glutarimida
PMMA	poli-metil-metacrilato
RAM	<i>Random Access Memory</i>
RFI	<i>Radio Frequency Interference</i> (Interferência por Rádio-freqüência)
ROM	<i>Read-Only Memory</i>
SFR	<i>Special Function Register</i> (Registrador de Função Especial)
SNR	<i>Silicone-based Negative Resist</i> (Resiste Negativo baseado em Silicose)
THD	<i>Total Harmonic Distortion</i> (Distorção Harmônica Total)

TTL	<i>Transistor-Transistor Logic</i>
UAM	<i>User Application Mode</i>
UART	<i>Universal Asynchronous Receiver/Transmitter</i>
USB	<i>Universal Serial Bus</i>

1. Introdução

1.1. Apresentação

Na Física, uma das áreas que mais têm atraído atenção nos últimos anos é a nanotecnologia, com possibilidades e fronteiras constantemente sendo expandidas. O nanomagnetismo, em particular, é de interesse não só para o nosso conhecimento científico sobre o universo onde vivemos, mas também por inúmeras aplicações práticas, de armazenamento de dados à interface com organismos vivos.

As técnicas mais diversas são hoje usadas para pesquisas em magnetismo. Os experimentos em nanomagnetismo impõem duas exigências básicas ao sensor utilizado: alta sensibilidade e maior acoplamento com amostras de tamanho em escala microscópica. O objetivo final é medir variações de magnetização em moléculas isoladas, e idealmente o sensor deveria ser da mesma escala que a amostra medida.

O sensor mais adequado a estas investigações é o SQUID (*Superconductor Quantum Interference Device* – Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica), um transdutor de fluxo magnético que trabalha a temperaturas criogênicas. Ele não apenas é o transdutor mais sensível até hoje, como pode ser fabricado em tamanhos pequenos o suficiente para a aplicação desejada. Como um duplo estímulo à miniaturização do dispositivo, também é maximizada a sensibilidade em energia, otimizando ambos os critérios pela utilização de SQUIDs em escala micrométrica.

Um inconveniente de SQUIDs deste tamanho é que estes exibem comportamento histerético, diferentemente dos de maior tamanho. Isso exige técnicas de medida e uma interface eletrônica próprias, não disponíveis comercialmente. Os grupos que utilizam microSQUIDs fabricam sua própria instrumentação. No CBPF, o mestrado em Instrumentação Científica foi criado precisamente para atender às demandas de qualificação e desenvolvimento de instrumentação específica para experimentos em Física, e tem incluído projetos

em áreas desde a Física de Partículas até a Biofísica. A idéia de construir estes dispositivos e sua interface específica se situa nesse contexto naturalmente.

Sendo o objetivo do grupo para o projeto fabricar tanto a eletrônica de leitura, quanto os próprios microSQUIDs, o Centro não possuía todos os elementos necessários à execução da tarefa. No início do projeto foi estabelecida uma colaboração com a Universidade de São Paulo (USP), onde os pesquisadores interessados possuíam tanto a experiência e o conhecimento como os equipamentos necessários para complementar a proposta do CBPF.

As etapas de fabricação dos dispositivos, desde a deposição dos filmes finos de nióbio até a solda por ultra-som dos contatos para medidas, foram realizadas no Instituto de Física e na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (IF-USP e EP-USP), pelos Dr. Antonio Carlos Seabra, Dr. Antonio Domingues dos Santos, e seus alunos e colaboradores.

O trabalho de fabricação e caracterização começou por produzir filmes de nióbio e testar a litografia por MEV (microscopia eletrônica de varredura) nestes filmes, utilizando procedimentos padrão usados em microeletrônica, estruturando microSQUIDs com sucesso.

O primeiro passo foi produzir filmes de nióbio em que se verificasse supercondutividade. Investigando, então, cada etapa de litografia, descobriu-se que apenas aquecendo o filme sem aplicação dos resists (material cuja resistência à etapa de corrosão é alterada pela exposição a um estímulo, neste caso o feixe de elétrons) já ocorria significativa degradação da T_c . O nióbio é muito reativo, combinando-se rapidamente com outros elementos, principalmente o oxigênio atmosférico. A solução desse problema foi a adição de uma camada de proteção de nitreto de silício (Si_3N_4) ao filme produzido. Com isso, tivemos bons resultados, mesmo após o processo completo de litografia. Então testamos diversas larguras de micro ponte para avaliação das características de T_c e I_c .

Finalmente, os últimos testes foram com microSQUIDs completos, sendo desenhados dois dispositivos por substrato, com diferentes larguras de ponte, e uma bobina de ouro para teste litografada na mesma operação que os contatos elétricos. As medidas ainda não foram conclusivas em determinar se os SQUIDs fabricados são funcionais, pois não foi detectada como esperado a periodicidade

da corrente crítica com o fluxo magnético. Foram produzidos vários SQUIDs estruturalmente bons, mas o processo ainda não está completamente dominado, pois várias pontes resultaram abertas ou em curto.

Iniciamos por uma breve introdução à supercondutividade, frisando os pontos essenciais ao entendimento do funcionamento dos SQUIDs (a quantização do fluxo magnético em um anel supercondutor e os efeitos Josephson), e mostrando as diferenças entre os SQUIDs histeréticos e não-histeréticos. Procedemos aos métodos usados para a fabricação, e após isso, a uma descrição detalhada da instrumentação usada para a caracterização dos filmes e estruturas, e da interface eletrônica projetada e construída para a medida utilizando os dispositivos funcionais. Finalmente, são apresentados os resultados de cada etapa da fabricação, com os problemas e soluções encontrados, e as medidas de teste feitas com a interface eletrônica.

1.2. Supercondutividade

Todos os elementos e compostos conhecidos apresentam resistência à passagem da corrente elétrica à temperatura ambiente. Dependendo da estrutura eletrônica e cristalina de um sólido, a resistividade pode variar muitas ordens de grandeza, mas não chega a zero. Dos materiais que permitem a passagem de corrente com facilidade diz-se que apresentam baixa resistividade elétrica, e são chamados condutores. Neles, o portador de carga é o elétron, que sofre espalhamento ao se deslocar pela rede cristalina, e portanto dissipa energia.

Sob certas condições, alguns materiais atravessados por uma corrente elétrica apresentam resistividade nula: eles não dissipam energia e queda de tensão sobre a amostra é zero. Estes são denominados supercondutores. Além disso, suas propriedades magnéticas são tão surpreendentes quanto as elétricas: não é possível explicá-las apenas assumindo um condutor normal com resistência elétrica zero. Voltaremos a isso mais tarde, com o efeito Meissner.

O primeiro supercondutor a ser descoberto foi o mercúrio, em 1911, enquanto Kamerlingh Onnes pesquisava a resistividade dos materiais a baixa temperatura. A resistividade dos metais cai com a temperatura, mas estaciona em um valor residual não-zero devido a impurezas e irregularidades na sua rede

cristalina. Assim, o mercúrio estava sendo investigado porque era o metal que podia ser melhor purificado à época.

Os métodos para atingir baixas temperaturas são variados, mas tanto naqueles dias como hoje o método usual para resfriar amostras de material é utilizar líquidos criogênicos. Estes são gases liquefeitos, com temperaturas de ebulição muito abaixo da temperatura ambiente. Era um avanço recente à época a liquefação de diversos gases, sendo o hélio o de menor temperatura de ebulição, a 4.2 K.

O comportamento observado durante a medida de resistividade com uma amostra de mercúrio era o esperado para um material metálico de alta pureza, com a sua resistência caindo vagarosamente com a temperatura. No entanto, quando a marca dos 4.3 K foi ultrapassada, a resistência da amostra reduziu-se repentinamente até tornar-se imensurável. Fora atingida a temperatura crítica do mercúrio, e ele havia se tornado supercondutor.

O resultado inesperado se repetiu com diversos outros metais elementais, sendo o de temperatura crítica mais alta o nióbio, com 9.3 K. Conforme o entendimento do fenômeno crescia, esta lista passou a incluir algumas ligas feitas com estes materiais. Hoje, os materiais nos quais observamos esta propriedade são tão diversos que incluem nanotubos de carbono, fulerenos e certos compostos cerâmicos. Os mecanismos da supercondutividade nestes materiais não são completamente entendidos, carecendo até o momento de uma teoria completa que explique seu comportamento.

As tabelas 1.1 e 1.2 apresentam alguns materiais supercondutores. Uma lista completa conteria dezenas de entradas, e está fora do escopo de um texto introdutório. Os parâmetros listados serão explicados no texto a seguir, e com exceção de T_c , os valores são valores teóricos para o zero absoluto, baseados em medidas a temperatura muito baixas.

Tabela 1.1: Supercondutores do tipo I

Material	T_c (K)	λ_L (nm)	ξ (nm)	H_c (mT)
Al	1.18	50	1600	10.5
In	3.41	65	360	23.0
Sn	3.72	50	230	30.5
Pb	7.20	40	90	80.0
Nb	9.25	85	40	198.0

Tabela 1.2: Supercondutores do tipo II (convencionais)

Material	T_c (K)	λ_{GL} (nm)	ξ_{GL} (nm)	$H_{c2,0}$ (mT)
Nb-Ti	9.5	300	4	13
Nb-N	16	200	5	15
Nb ₃ Sn	18	65	3	23
Nb ₃ Ge	23	90	3	38

Resistividade nula

Não é possível afirmar experimentalmente que a resistividade de um material é de fato zero, porque nenhum método nos permite medir uma resistência nula. É mais correto estimar um limite superior, como o próprio Onnes^[2] fez em seu artigo: ele diz que a 3 K verificou-se que a resistência caiu abaixo de 3×10^{-6} ohms, que é um décimo de milionésimo da resistência que teria a 0°C; quando a temperatura desceu até 1.5 K este valor permaneceu como o limite superior da resistência.

Atualmente, usamos o fato de que a corrente induzida em um solenóide por uma variação de fluxo magnético decai exponencialmente de acordo com a sua resistência. A meia-vida dessa corrente é muito curta, mesmo para os melhores condutores. Para os supercondutores, foi demonstrado experimentalmente que é de no mínimo 10^6 anos^[1], da ordem de 10^{18} vezes maior que para o cobre. Esse fator é tão grande que justifica-se expressar a resistência como zero.

Parâmetros críticos

Os parâmetros, chamados críticos, que definem a região onde a supercondutividade ocorre são três: temperatura, corrente elétrica, e campo magnético. Cada um destes parâmetros tem um limite superior para que o material esteja no estado supercondutor. Eles não são independentes, e várias teorias

foram propostas para descrever o relacionamento entre eles de forma fenomenológica até surgir uma que conseguisse explicar as observações a partir de uma base microscópica. O mais importante destes parâmetros é a temperatura crítica, T_c . Um fato notório sobre os supercondutores é que não há hoje algum que exiba suas propriedades à temperatura ambiente. A temperatura crítica é a temperatura de transição entre o estado normal e o supercondutor. Os outros dois parâmetros, densidade de corrente, J_c , e campo magnético críticos, H_c , estão fortemente relacionados. Na verdade, H_c é simplesmente o campo criado à superfície por uma corrente cuja densidade é J_c . Em uma amostra física diz-se que pode sustentar uma corrente crítica I_c , onde esse valor depende de J_c e de sua geometria.

Efeito Meissner

Além de sua propriedade mais evidente, a condutividade infinita, existe uma outra que também é exclusiva dos supercondutores. O efeito Meissner, também conhecido como diamagnetismo gigante, faz com que o campo magnético seja expulso de uma amostra macroscópica de material supercondutor. A sua magnetização anula precisamente o campo magnético aplicado, H , resultando em uma densidade de fluxo magnético, B , igual a zero no seu interior.

O diamagnetismo, a resposta negativa a um campo magnético aplicado, está presente em todos os materiais devido à lei de Lenz que se aplica aos elétrons que orbitam cada um de seus átomos, efetivamente minimizando a densidade de fluxo magnético. Mas essa resposta negativa é extremamente pequena, e normalmente é mascarada se o material possui também qualquer outro comportamento magnético. O ferromagnetismo, por exemplo, é várias ordens de grandeza mais forte. Nos metais em geral, os elétrons livres também respondem à lei de Lenz, gerando uma resposta maior, mas ainda pequena para evitar totalmente a penetração do campo magnético externo. Devido à sua resistividade finita (não-zero), a corrente de oposição ao campo surgida não se mantém, decaindo rapidamente.

Nos supercondutores, não é simplesmente este o mecanismo de expulsão do campo, pois se fosse assim, quando o material entrasse no estado supercondutor na presença de campo magnético este não seria expulso e sim

aprisionado: a magnetização seria zero no momento da transição, e com qualquer variação anulada, quando o campo externo fosse removido a magnetização o restabeleceria para manter o valor de B . Esse comportamento nunca foi detectado experimentalmente. Observar essa diferença é o motivo pelo qual, durante a investigação experimental de novos materiais supercondutores, mede-se a magnetização durante a transição duas vezes: na presença (FC, *field cooling*) e na ausência (ZFC, *zero-field cooling*) de campo aplicado. O efeito Meissner não pode ser explicado utilizando apenas a Física Clássica, o que indica a natureza quântica do fenômeno observado.

A magnetização nos supercondutores é devida a supercorrentes (correntes de pares de Cooper, os portadores de carga nos supercondutores, anteriormente chamados “superelétrons”) em uma fina camada superficial de material onde o campo ainda não é zero, mas decai exponencialmente em uma escala de λ_L , o comprimento de penetração de London. O cancelamento do campo externo é completo nos supercondutores ditos do tipo I, que abrangem basicamente os elementais, e pode ser total ou parcial nas ligas e compostos do tipo II, dependendo dos valores dos parâmetros críticos a que o material é submetido.

Quando o campo aplicado é baixo, ele é totalmente expulso pelo supercondutor, e os do tipo I transitam para o estado normal quando o campo aplicado atinge H_c . O comportamento dos do tipo II é mais complexo: a partir de um certo valor do campo, H_{c1} , o material admite a penetração de campo magnético em regiões no estado normal por onde pode passar um quantum de fluxo, Φ_0 . À medida que o campo aumenta, também aumenta o número dessas regiões, chamadas vórtices, permitindo que mais quanta de fluxo penetrem no material pelas bordas se organizando em uma rede de densidade crescente. O material deixa de ser supercondutor quando o campo aplicado atinge o valor H_{c2} . Entre H_{c1} e H_{c2} a resistividade elétrica é pequena, mas não nula: a corrente elétrica provoca o movimento dos vórtices, o que dissipa energia. Para minimizar esse movimento são introduzidos, em pequena quantidade, impurezas ou defeitos na rede cristalina. Isso induz os vórtices a ficarem presos (*flux pinning*), reduzindo seu movimento e portanto a resistência observada.

Teorias da supercondutividade

Entre as teorias fenomenológicas da supercondutividade, a de Ginzburg e Landau (1950) é a que obteve os maiores sucessos, baseada na teoria de transição de fase de segunda ordem de Landau. Nela, a energia livre é descrita em termos de um parâmetro de ordem ψ , que indica o quão dentro da fase supercondutora está o sistema. Um valor zero de ψ significa que o sistema está na fase normal, e não-zero, na fase supercondutora.

A teoria GL introduziu mais um comprimento característico, independente de λ_L . Sendo a supercondutividade um fenômeno quântico, ψ é um parâmetro complexo, implicando uma coerência de fase. A densidade de “superelétrons” não pode mudar instantaneamente de um ponto a outro dentro do supercondutor [2], e a escala característica onde isso pode ocorrer é ξ_0 , o comprimento de coerência.

Uma teoria microscópica completa foi finalmente alcançada em 1957, e batizada BCS com as primeiras letras dos nomes de seus criadores, Bardeen, Cooper, e Schrieffer. Seu impacto é demonstrado pelo prêmio Nobel outorgado em 1972, e seu ponto central é a explicação do mecanismo que origina os “superelétrons”, agora chamados pares de Cooper, que curto-circuitam os elétrons normais no estado supercondutor e formam um superfluido que não sofre dissipação de energia. Para o trabalho em questão não há necessidade de cobrirmos toda a sua extensão, mas veremos alguns de seus pontos mais relevantes.

Duas descobertas foram chave para o desenvolvimento da teoria BCS. Uma foi o efeito isotópico, onde é observada uma dependência de T_c com M^α , sendo M a massa atômica do isótopo e α um parâmetro que vale aproximadamente $\frac{1}{2}$ para muitos supercondutores. Outra é a de que os portadores de carga não têm carga e^- como o elétron, mas $2e^-$, o que sugere a idéia de pares de elétrons (por isso, a idéia original de que o portador era um “superelétron”).

O grande *insight* é de que o mecanismo de formação desses pares usa como mediador os fônons, partículas virtuais de oscilação da rede cristalina. Os fônons são os responsáveis pelo espalhamento que cria a resistência observada à temperatura ambiente, então é contra-intuitivo que estes sejam o fator que a remove a baixa temperatura. Uma indicação nesse sentido é de que os metais

com as menores resistividades à temperatura ambiente como o cobre, a prata e o ouro, não se tornam supercondutores a temperaturas observáveis, mesmo milésimos de Kelvin acima do zero absoluto. Devido à interação elétron-fônon neles ser baixa, estes não conseguem mediar a formação dos pares de Cooper. Apenas nos metais com resistividades maiores essa interação é suficiente. Por exemplo, entre a prata, que não é um supercondutor, e o chumbo, que tem $T_c=7.2$ K, a diferença na resistividade a temperatura ambiente é um fator 13.

Aplicações

A supercondutividade tem aplicações diretas e indiretas em um sem-número de áreas: física, medicina, engenharia, e metrologia são algumas das mais beneficiadas. A aplicação de maior volume é a geração de campos magnéticos utilizando bobinas supercondutoras. Devido à resistência nula, essas bobinas são usadas para gerar campos persistentes de alta estabilidade temporal e com gasto de energia de manutenção nulo, sendo o custo principal a manutenção do sistema de criogenia. Isso viabiliza não apenas exames de ressonância magnética nuclear e trens que se deslocam sem tocar o solo, mas também pesquisa básica desde medidas de magnetização de amostras diminutas até o LHC (Large Hadron Collider, um acelerador sendo construído no CERN para a pesquisa de física de partículas) e tokamaks (dispositivos de fusão nuclear usados para pesquisa e futuramente para usinas elétricas). Na figura 1.1 podemos comparar o volume de cabos necessário para estabelecer os campos magnéticos usados no LEP (Large Electron-Positron Collider, o acelerador usado anteriormente no CERN) e no LHC.



Figura 1.1: Cabos normais em uso no LEP (acima) e supercondutores, do LHC (abaixo)

Muitas outras aplicações utilizam junções Josephson (a serem descritas adiante) como componentes básicos, como eletrônica supercondutora ultra-rápida e realização física de padrões de tensão. Os órgãos normalizadores de vários países já adotam este método: fabricando uma grande quantidade de junções em série, e irradiando-as com microondas, surge uma tensão DC, com precisão uma ordem de grandeza superior ao padrão adotado anteriormente. Também é possível fabricar componentes eletrônicos simples (como flip-flops) trabalhando a centenas de gigahertz, com baixíssima dissipação de energia. E finalmente, inserindo uma ou duas junções em um anel supercondutor, temos o dispositivo conhecido por SQUID. Estas estruturas que o compõem e suas características específicas serão explicadas agora.

Quantização do fluxo em um anel supercondutor

A função de onda ψ da teoria BCS, que descreve as propriedades dos pares de Cooper em um supercondutor é complexa e apresenta coerência de fase. A amplitude de probabilidade é mensurável na aproximação clássica, portanto ψ precisa ter valores únicos em cada ponto. Considerando estes dois fatores, em um anel supercondutor a fase precisa ser um múltiplo de 2π . Pelo teorema de Stokes, isso resulta na quantização do fluxo magnético Φ que passa pelo anel^[2]. O quantum de fluxo é chamado fluxóide ou fluxon, e tem valor Φ_0 :

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.0678 \times 10^{-15} \text{ tesla} \cdot \text{m}^2$$

Quando o anel transita para o estado supercondutor surgem supercorrentes de compensação que ajustam o valor do fluxo para um múltiplo de Φ_0 . Ainda, se o fluxo variar, essas supercorrentes novamente se ajustam para manter este múltiplo constante, já que não há como um quantum de fluxo “entrar” ou “sair” do anel.

Em um determinado ponto da circunferência do anel, a fase da função de onda é função do fluxo que atravessa o anel. Esta função é senoidal, repetindo-se o mesmo valor periodicamente a cada Φ_0 aplicado. Esta característica é essencial para o funcionamento dos SQUIDs, como veremos adiante.

Efeitos Josephson

Como a supercondutividade é um fenômeno quântico macroscópico, ocorrem vários efeitos que não poderiam ser explicados em um modelo clássico para o que ocorre no material. Em 1962, Brian Josephson previu teoricamente que em uma junção supercondutor-isolante-supercondutor (S-I-S), se a camada isolante for muito fina, é possível o tunelamento de pares de Cooper por ela^[5]. Quando uma diferença de potencial é aplicada, há corrente de tunelamento de elétrons isolados para estados desocupados de um lado para o outro da junção, mas mesmo com $V = 0$, existe uma corrente de valor máximo I_0 , produzida pelo tunelamento dos pares de Cooper. Este fenômeno é chamado efeito Josephson DC. Esta corrente I_0 é de natureza quântica, e seu valor depende da fase da função de onda do estado supercondutor dos dois lados. Por permitir eletronicamente a leitura deste parâmetro quântico, esta é uma estrutura necessária à construção de diversos dispositivos supercondutores, em particular os SQUIDs.

Neste tipo de junção também ocorre um outro fenômeno importante, o efeito Josephson AC. A aplicação de uma tensão contínua V na junção produz uma corrente alternada com frequência

$$f = \frac{2e}{h}V = \frac{V}{\Phi_0}.$$

A razão $2e/h$ vale 483.6 GHz/mV. Igualmente, se a junção é irradiada com microondas, surge uma tensão DC proporcional à frequência. Este efeito tem aplicação imediata na realização do padrão de volt em metrologia.

1.3. SQUIDs

Os dispositivos supercondutores de interferência quântica (SQUIDs) são transdutores de fluxo magnético que se baseiam nas características citadas de anéis e junções supercondutores para compor um dispositivo funcional.

Devido à quantização do fluxo magnético no anel, temos a fase da função de onda ψ na circunferência do anel sempre completando um múltiplo de 2π , e

variando em um ponto periodicamente com o fluxo aplicado. Mas essa característica é de pouca valia se não há como termos acesso à fase nesse ponto. Usando para isso as junções Josephson, podemos construir um transdutor que permita a leitura do fluxo magnético que o atravessa. Se tomarmos um anel de material supercondutor, e inserirmos interrupções utilizando um isolante extremamente fino, essas junções supercondutor-isolante-supercondutor (S-I-S) se comportam como um *weak link* (elo fraco) no anel, que exhibe o efeito Josephson. É importante também notar que este *weak link*, seja fabricado com junções SIS como descrito aqui ou alternativamente pelo método de estrangulamento do anel citado adiante, tem uma corrente crítica muito inferior à do material supercondutor do anel.

SQUIDS DC

Introduzindo duas junções, e polarizando-o com uma corrente DC, a tensão lida sobre o isolante é função periódica do fluxo magnético que atravessa o anel. O dispositivo assim realizado é chamado SQUID DC, mostrado na figura 1.2 de forma ilustrativa, com as linhas de campo e a espessura das junções Josephson exageradas para maior clareza.

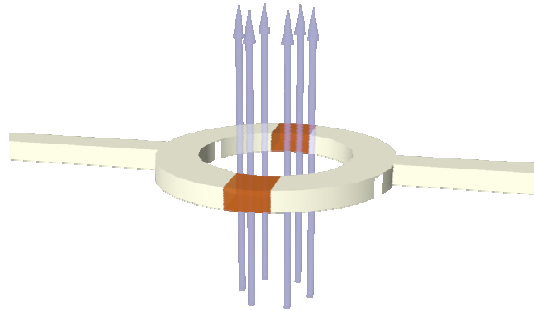


Figura 1.2: SQUID DC

SQUIDS RF

Com apenas uma junção, temos um outro tipo de dispositivo, o SQUID RF. A polarização neste caso é por uma frequência RF, tipicamente dezenas de megahertz, e o sinal lido é a alteração na indutância do anel.

SQUIDs Histeréticos

Além da junção supercondutor-isolante-supercondutor (S-I-S), é possível utilizar outras estruturas, e conseqüentemente outros métodos de fabricação, para reproduzir o comportamento físico esperado por junções Josephson. Uma alternativa é reduzir a secção reta do filme depositado. Junções assim produzidas são conhecidas como micropontes, ou pontes de Dayem. Com este processo é possível produzir SQUIDs de tamanho da ordem de microns, que chamaremos microSQUIDs, e obter um ganho de resolução em energia devido à redução da área do furo central, o que faz com que Φ_0 corresponda a um valor também reduzido de campo aplicado.

Em estudos de nanomagnetometria, este tipo de SQUID é particularmente indicado, pois além da maior resolução em energia também há um maior coeficiente de acoplamento com pequenas amostras, evitando a utilização de transformadores de fluxo, e sua produção pode ser feita em apenas uma operação de litografia.

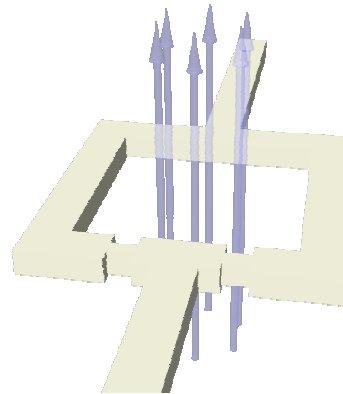


Figura 1.3: SQUID com junções a microponte

Uma característica diferenciada é a presença de histerese na determinação da corrente crítica da junção, dependente do sentido da transição. Normalmente tanto a transição do estado supercondutor para estado normal, quanto a inversa, ocorrem no mesmo valor de corrente na junção S-I-S. O mesmo não ocorre com SQUIDs histeréticos: as curvas I-V com corrente crescente e decrescente não são idênticas. Há histerese, ou mais precisamente, o valor de corrente crítica é diferente dependendo do sentido da transição. A corrente crítica segue um padrão

senoidal cujo período é igual a Φ_0 , mostrado na figura 1.4. Esta histerese é devida ao aquecimento quando é atingida a corrente crítica da micropontes, e quando esta transita para o estado normal passa a aquecer o dispositivo todo em um processo de avalanche térmica.

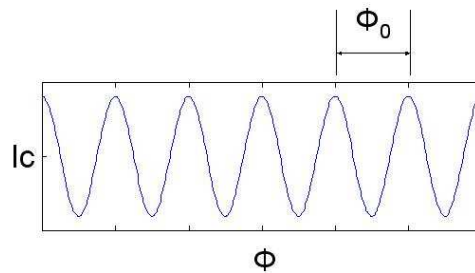


Figura 1.4: Periodicidade da corrente crítica em um microSQUID

2. Fabricação

Foram feitos testes de transporte elétrico em várias estruturas em nióbio: filmes finos, fios, micropontes, e microSQUIDs. Normalmente, é feita a deposição do nióbio, litografadas as estruturas de interesse em um microscópio eletrônico de varredura, e acrescentados contatos de ouro, para a realização das medidas. No filme não estruturado, também foram feitas medidas de magnetização com o objetivo de determinar a temperatura crítica. A cada etapa completa, as estruturas fabricadas são verificadas por microscopia óptica e eletrônica. Ao final, o substrato é enviado ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), onde são realizadas as medidas de transporte elétrico. Quando o objeto de pesquisa é o filme não estruturado, a fase de litografia do nióbio não é executada. O procedimento completo (mostrado na figura 2.1) compreende as seguintes fases:

- 1) Deposição por *sputtering* (etapa **a**):
 - o Filme de nióbio (20 nm):
 - Temperatura de deposição: 300°C;
 - Taxa de deposição maximizada: 400W (0.16 nm/s);
 - Pressão: 6.7×10^{-7} Torr ($8,9 \times 10^{-5}$ Pa).
 - o Proteção do filme com uma camada de Si_3N_4 (20 nm).
- 2) Litografia de microestruturas em nióbio:
 - b. Aplicação de resiste SNR (tom negativo) por *spinning* (200 nm);
 - c. Desenho das estruturas ao microscópio eletrônico de varredura (modelo Philips 615);
 - d. Revelação do resiste não exposto ao MEV;
 - e. Corrosão a seco da parte desprotegida do filme;
 - f. Remoção do resiste restante do substrato com as estruturas.
- 3) Acréscimo dos contatos elétricos por *lift-off*:
 - g. Aplicação dos resistes PMGI e PMMA (poli-metil glutarimida e poli-metil metacrilato, ambos de tom positivo);

- h. Desenho das estruturas no MEV;
 - i. Revelação do resiste sensibilizado;
 - j. Deposição de uma camada de ouro;
 - k. Remoção do resiste, deixando parte do filme.
- 4) Solda por ultra-som dos fios de ouro.

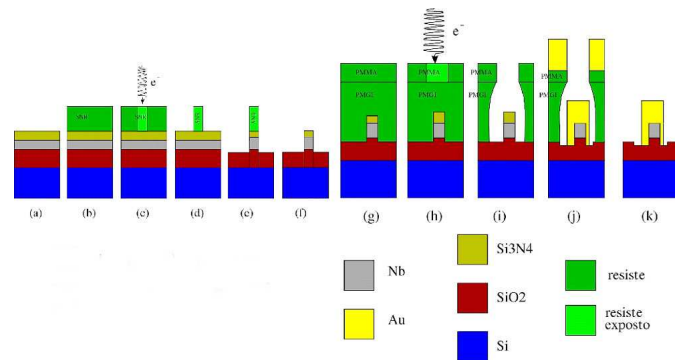


Figura 2.1: Processo de fabricação utilizado [22]

2.1. Métodos e técnicas de fabricação utilizados

Deposição de filmes finos por *sputtering*

Sputtering é o processo de deposição por vapor, capaz de depositar uma grande variedade de materiais em um substrato. Este processo utiliza colisões atômicas para remover material da superfície de uma fonte, normalmente chamada de alvo, e funciona atingindo um plasma entre dois eletrodos em uma câmara de vácuo cheia com gás a baixa pressão. Este gás normalmente é argônio, mas pode ser também um gás reativo para formar compostos.

Um alto potencial negativo é aplicado ao alvo por meio de uma fonte DC ou RF acoplada capacitivamente. Elétrons são emitidos da superfície do alvo e ionizam o gás, produzindo íons positivos. Estes são então fortemente atraídos, acelerando em sua direção, atingindo-o com tal força que átomos do alvo são removidos, cobrindo um substrato situado próximo na vizinhança.

Fontes magnetron para *sputtering* incorporam fortes magnetos abaixo do alvo. Os campos magnéticos aprisionam e concentram os elétrons, intensificando o plasma para produzir altas taxas de deposição. Os elétrons assim também são mantidos longe do substrato evitando o aquecimento deste e danos por colisão.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O poder de resolução de um microscópio óptico não é suficiente para definir estruturas abaixo do comprimento de onda da luz visível, da ordem de centenas de nanômetros. Mesmo com comprimentos de onda mais curtos, como na luz ultravioleta, a resolução máxima não é suficiente para atingir uma resolução da ordem de 20 nm necessária para o desenho das micropontes. Como a resolução máxima está relacionada com o comprimento de onda da partícula que é usada, ao invés de fótons são usados elétrons, cujo comprimento de onda é muito menor.

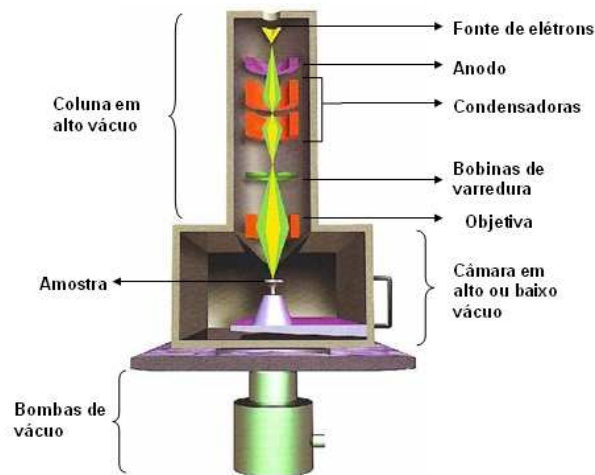


Figura 2.2: Desenho esquemático da coluna do MEV
(Microscópio Eletrônico de Varredura)

Na microscopia por feixe de elétrons, um canhão de elétrons gera um feixe, que é concentrado e depois defletido por lentes magnéticas. As leis que regem a microscopia eletrônica são surpreendentemente parecidas com as da microscopia óptica: as mesmas equações são usadas para determinar os parâmetros do sistema, como distância focal.

Litografia por Feixe de Elétrons (*e-beam lithography*)

Para criar estruturas em um filme fino, é necessário de alguma forma preservar o desenho dessas estruturas e remover o restante, em uma etapa da fabricação chamada litografia. Essas figuras nanométricas podem ser gravadas em um substrato, ou um filme fino de material depositado sobre um substrato ou outras estruturas já existentes. No processo de litografia usado, isso consiste em transferir o desenho destas estruturas para o filme e utilizar corrosão seca por plasma para a remoção do excesso de material. O desenho da microestrutura é feito no *software* **PROXY** para IBM-PC, mostrado na figura 2.3, e é transferido para o filme utilizando uma camada de material sensível ao feixe de elétrons, ou seja, que responda tornando-se mais ou menos resistente quando é submetido ao feixe. Este tipo de material é genericamente chamado **resiste**, porque é ele que vai resistir a uma etapa posterior de corrosão, e portanto proteger o filme abaixo dele. O procedimento completo de limpeza do substrato e aplicação do resiste está descrito abaixo.

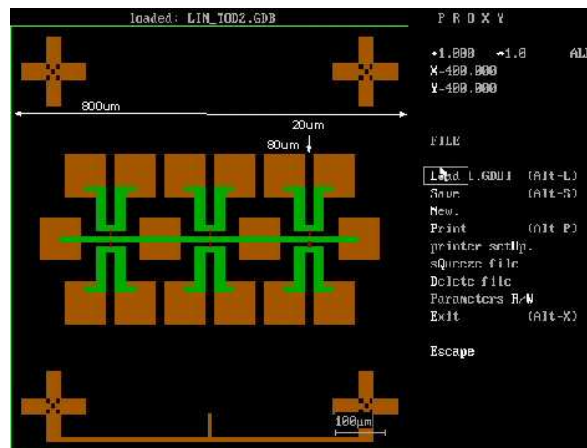


Figura 2.3: Desenho para teste de largura de micropontes no software PROXY

Acrescentando um computador que controle as lentes de deflexão, este pode direcionar o feixe de elétrons para uma posição arbitrária na amostra. O controle é executado pelo mesmo software **PROXY**. Assim, idealmente, o resiste é polimerizado naquela posição, e o desenho é transferido. Na prática, entretanto, o sistema não é uma simples impressora: as áreas próximas também são afetadas

(efeito de proximidade), distorcendo o desenho, o que impõe limitações às dimensões mínimas realizáveis. Por esse motivo o projetista sabe que ao desenhar estruturas próximas do tamanho mínimo (cerca de 20 nm), estas têm que ser relativamente isoladas. Também pode acontecer do resiste ficar fracamente sensibilizado, pois cada combinação de tipo de amostra, energia do feixe de elétrons, e tempo de exposição tem conseqüências diferentes na exposição. Isso é levado em conta pelo software, mas são necessários dados empíricos para determinar a dose correta e conseguir sensibilizar o resiste minimizando a interação com áreas próximas. São utilizados padrões para calibração, e os resultados guiam o processamento. Naturalmente, o resultado não é ideal, mas conseguem-se estruturas em escala nanométrica, como as utilizadas nesse projeto.

Corrosão por plasma (*Plasma Etching*)

Depois de transferido o desenho para o resiste, vem a operação de corrosão, ou *etching*, onde é removido o material indesejado. A corrosão pode ser úmida (química) ou a seco (plasma), cujo nome completo é *Reactive Ion Etching (RIE)* – Corrosão por Íons Reativos. Uma das diferenças-chave entre elas é que a corrosão úmida tende a ser isotrópica, e a RIE, anisotrópica. Na litografia, se a remoção do material fosse isotrópica, haveria distorção no desenho e possivelmente destruição das estruturas. A corrosão a seco é a alternativa.

Litografia por *Lift-off*

Esta é outra técnica de fabricação de estruturas para dar forma a filmes depositados, normalmente para metalização. Um gabarito é gravado em uma camada de resiste de tom positivo, que é revelado deixando o filme exposto nas regiões sensibilizadas. O material desejado é então depositado em todo o substrato, cobrindo tanto o resiste quanto as áreas nas quais este foi removido. Como essas áreas onde o filme original ficou exposto são depressões no resiste, o material que se situa ali não está fisicamente conectado ao que ficou em cima do resiste. Finalmente, o resiste é removido, levando com ele a maior parte do novo filme, e deixando somente a parte que foi depositada diretamente sobre o substrato.

Para garantir que o material depositado não cubra as paredes do resiste formando um filme contínuo, utiliza-se um outro resiste diferente por baixo do primeiro, e uma etapa de revelação independente para cada um. O processo é realizado de forma que se formem abas no resiste superior (resultando em um perfil negativo) para forçar a descontinuidade do filme metálico.

Já que o filme fica apenas onde o resiste foi removido para formar o desenho, os defeitos que podem ocorrer no processo são de natureza oposta ao esperado nos processos que envolvem corrosão: por exemplo, enquanto falhas ou arranhões no resiste levam a interrupções na corrosão, as mesmas falhas levam a curtos no *lift-off*.

3. Métodos Experimentais

3.1. Configuração experimental para caracterização

A caracterização dos filmes, linhas e junções de nióbio produzidas foi conduzida utilizando diversas configurações de medida. Foram feitas primariamente medidas de transporte elétrico, e nos filmes iniciais, também medidas de magnetização.

O primeiro parâmetro a ser avaliado é a temperatura crítica, onde a amostra é atravessada por uma corrente fixa, pequena em relação à corrente crítica prevista, e reduzindo a temperatura, verifica-se quando ocorre a transição para o estado supercondutor. A medida pode ser realizada a intervalos regulares de temperatura, esperando a termalização da amostra a cada ponto, ou 'em vô', onde a temperatura segue vagarosamente uma rampa, e as medidas são tomadas sem o sistema atingir o equilíbrio térmico. Caso a medida seja realizada em vô, esse processo é repetido com a curva de subida de temperatura para avaliar a histerese térmica da configuração de medida.

As primeiros filmes foram testados em um sistema de magnetometria SQUID MPMS XL, da Quantum Design, com controle integrado de temperatura e bobinas de campo. Com isso, puderam ser feitas medidas de magnetização e resistividade no mesmo criostato. Os contatos elétricos foram feitos com epóxi prata, diretamente nos filmes, e para as medidas de resistividade a 4 pontos, o instrumento usado foi o multímetro digital Keithley 199 (indicado na figura 3.1 como configuração **A**), com os filmes colocados em um pequeno porta-amostras. Este é feito de duas placas de fibra de vidro fixadas por parafusos, com 6 contatos de ouro para a amostra, que fica presa entre as duas.

As necessidades de aperfeiçoamento da medida, como acrescentar contatos elétricos às estruturas fabricadas (onde o posicionamento é importante, diferentemente de um filme não estruturado), simplificar a montagem com um porta-amostras de encaixe rápido, e usar uma bobina de realimentação, não são possíveis com o diâmetro disponível de 6 mm no sistema MPMS. Usamos então um criostato da Oxford Instruments (seção 3.1.1), com diâmetro interno de 20 mm.

A instrumentação também foi alterada (configuração **B**), utilizando um nanovoltímetro (Keithley 181) e uma fonte de corrente (Keithley 224) em separado para medida da resistividade.

Em um segundo momento, o parâmetro de interesse é a corrente crítica: já definido o processo que resulta em filmes com temperatura crítica adequada, procedemos à avaliação da corrente máxima que pode atravessar uma dada estrutura. Essa segunda fase compreende os testes com linhas e junções de diferentes larguras para determinação da geometria que será usada na fabricação dos dispositivos finais, feito com um SourceMeter Keithley 2400 (configuração **C**), um instrumento que funciona ao mesmo tempo como uma fonte de corrente controlável e um voltímetro coordenados, o que permitiu a simplificação da configuração de medida e maior velocidade na aquisição. Uma configuração alternativa com um gerador de função Agilent 33120A e um osciloscópio Tektronix TDS220 também foi usada nas medidas dos microSQUIDs (configuração **D**).

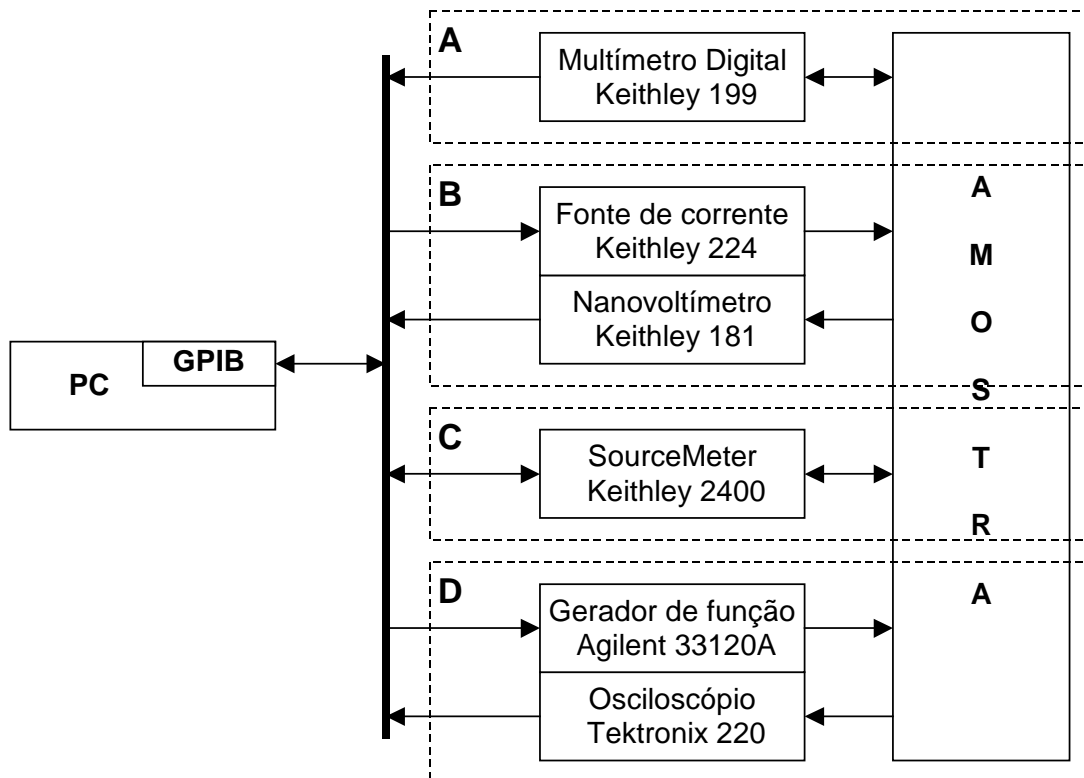


Figura 3.1: Configurações de medida para caracterização

Todos os instrumentos foram conectados ao computador de controle do experimento utilizando barramento GPIB (*General Purpose Interface Bus* – Barramento de Interface de Propósito Geral), um padrão para interface largamente utilizado em laboratórios de medição. É considerado maduro, tendo sido criado pela Hewlett-Packard ainda na década de 1960, e padronizado com o nome de IEEE-488 em 1975, mas ainda convive lado a lado com outros mais modernos. Permite que se conecte até 15 dispositivos em configuração *daisy-chain* (cada equipamento conectado com o seguinte), com endereços definidos de forma única entre 0 e 30. O comprimento total dos cabos de conexão deve ser de até 4 metros, com média de até 2 metros. Os níveis lógicos utilizados seguem o padrão TTL, com os sinais de controle ativados em nível lógico falso (lógica negativa), e linhas paralelas para 8 bits de dados. As taxas de transmissão chegam até aproximadamente 1 Mbyte por segundo, sendo incorporada em 2003 ao padrão uma atualização para estender esse limite até 8 Mbytes/seg (HS-488), que pelo menos até o momento não teve ampla aceitação no mercado.

Finalmente, chegamos ao SQUID, onde agora a característica medida é a função de transferência de fluxo magnético para corrente crítica. O objetivo é observar a variação periódica da corrente crítica com o fluxo aplicado. Essa é a assinatura do fenômeno da interferência quântica, o princípio de funcionamento do SQUID.

Para aplicar campo magnético, estão disponíveis quatro opções, duas para campos altos e duas para campos baixos. Na primeira caracterização dos filmes finos de nióbio, medidas de magnetização foram tomadas com o sistema MPMS, usando a bobina integrada. Os testes posteriores visando aperfeiçoar a produção dos filmes foram feitos no criostato Oxford Instruments, que também possui uma bobina de alto campo integrada. Adicionalmente, no substrato onde são litografados os SQUIDs é desenhada uma bobina de ouro na mesma camada dos contatos elétricos. Finalmente, o porta-amostras inclui um par de bobinas, acima e abaixo da amostra, montadas em um suporte de acrílico.

As bobinas do porta-amostras cumprem duas funções. Uma, durante a caracterização, é aplicar campo para verificar a periodicidade da função de transferência. Outra, já de posse desta informação, é realimentar o campo externo aplicado durante uma medida, de modo que o microSQUID esteja sempre

submetido a fluxo nulo. A leitura então, é exatamente a fração de Φ_0 cancelada pelo campo aplicado pela bobina. Caso o campo externo cresça até ultrapassar um ou mais quanta de fluxo, a cada múltiplo de Φ_0 atingido a corrente de realimentação volta a zero. Portanto, a faixa dinâmica do transdutor pode ser estendida pois a parte inteira (em unidades de Φ_0) do campo aplicado não é cancelada, apenas a fração. Basta contar o número de vezes que um quantum de fluxo é atingido, e acrescentar ao valor final lido.

O próximo passo, com os SQUIDs caracterizados, é utilizá-los para executar medidas de magnetização. Foi projetada e construída uma interface eletrônica de condicionamento de sinal e aquisição específica para microSQUIDs, apresentada em detalhe na seção 3.2.

Para a conexão com o computador de controle do experimento, o barramento USB (*Universal Serial Bus* – Barramento Serial Universal) foi o escolhido para o projeto por ser uma opção moderna e flexível que tem sido adotado de forma crescente em novos equipamentos de medida. Posteriormente será feita uma introdução a ele, onde é explicado o protocolo de comunicação utilizado.

3.1.1. Criostato

Sendo a supercondutividade um fenômeno que ocorre em temperaturas muito abaixo da temperatura ambiente (que é de cerca de 300K), o trabalho tem que ser realizado em um compartimento com baixo contato térmico com o exterior. A menos que desejemos trabalhar em uma temperatura fixa, devemos ter também meios de controlar a temperatura, resfriando e aquecendo o compartimento interno e/ou a amostra, podendo estabilizar o sistema na temperatura de interesse. Esses recipientes são chamados criostatos, e para isolamento térmico geralmente utilizam uma ou mais paredes de vácuo, com partes internas espelhadas. Com isso não há contato entre as paredes, evitando a troca de calor por condução, e são diminuídas as trocas por convecção e irradiação.

Para reduzir a temperatura, normalmente são utilizados líquidos criogênicos, dos quais os mais comuns são o nitrogênio (que liquefaz-se a $\sim 77\text{K}$) e o hélio (4.2K) líquidos. É estabelecido um fluxo de gás sobre a amostra para resfriá-la, e o controle é exercido por um aquecedor elétrico que permite elevar sua temperatura.

Para melhor isolamento do reservatório de hélio, ainda pode ser usada uma reservatório de nitrogênio líquido para reduzir o aquecimento por irradiação da temperatura ambiente, como é o caso do criostato utilizado nestas medidas. Este é um sistema de magneto de alto campo fabricado pela empresa Oxford, projeto #38029 (figura 3.2).

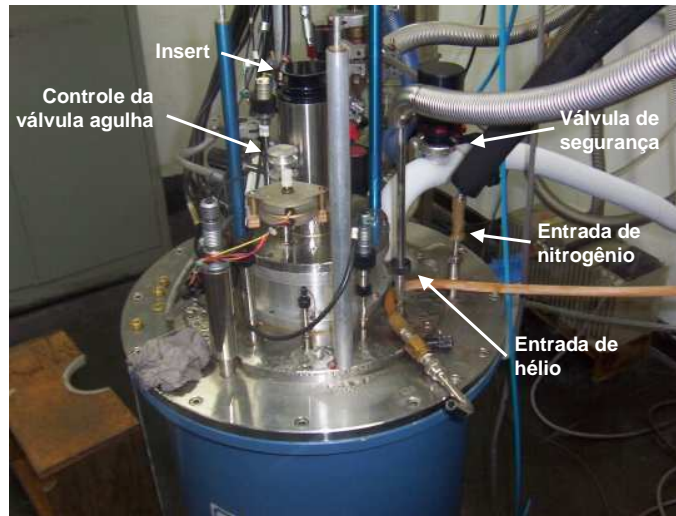


Figura 3.2: Topo do criostato

O fluxo de gás responsável pelo resfriamento da amostra é ajustado por uma válvula agulha, que conecta o câmara da amostra ao reservatório de hélio líquido (detalhe na figura 3.3). Se esta for deixada muito aberta, o hélio vai entrar no compartimento ainda no estado líquido e acumular-se. Para temperaturas acima de 4.2 K, normalmente são feitos pequenos ajustes na válvula, para que apenas o fluxo de hélio gasoso resfrie a amostra. Como o fluxo do gás é turbulento, ele introduz flutuações na temperatura da amostra, então uma jaqueta de teflon ou cobre é usada para homogeneização da troca de calor. Para temperaturas abaixo de 4.2 K, o hélio é bombeado da câmara da amostra, atingindo assim temperaturas de até 2 K.

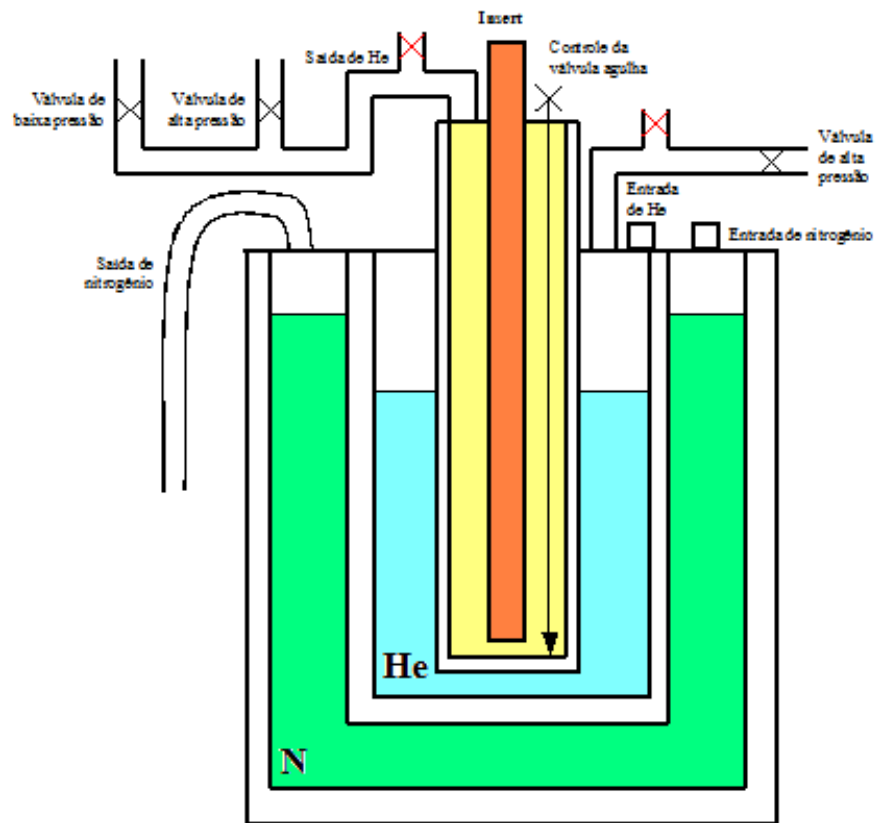


Figura 3.3: Diagrama do criostato utilizado

3.1.2. Suporte de inserção (*Insert*)

Além de conservar a temperatura baixa, precisamos de algum acesso à nossa amostra para realizar as medidas. Os parâmetros de controle são a temperatura, o campo magnético, e como as medidas são de transporte elétrico, a corrente sobre a amostra. A variável lida é a tensão sobre a amostra ou parte dela. Portanto, bastam contatos elétricos, e também um modo de trocar a amostra quando necessário. Tudo isso é função do suporte da amostra, ou *insert*, já que ele é inserido no espaço de trabalho.

O *insert* utilizado foi projetado para medidas de resistividade, e provê conectores separados para o controle de temperatura e a amostra, ambos do fabricante Oxford, especificação A1-108, de 10 pinos. No conector B, são utilizados 4 fios para o sensor de temperatura e 2 para o aquecedor. No conector A, para a amostra, todos os 10 fios estão disponíveis para uso. As conexões estão descritas no anexo III.

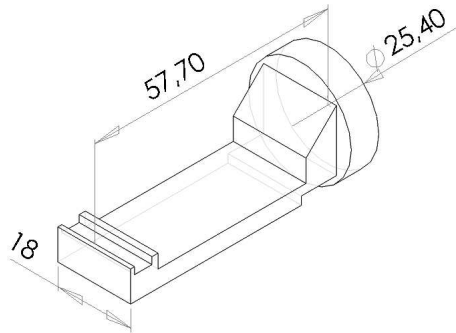


Figura 3.4: Base do *insert*

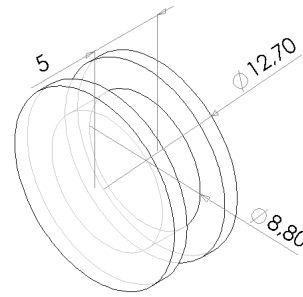


Figura 3.5: Suporte em acrílico para a bobina

3.1.3. Bobina de realimentação

No mesmo substrato que o SQUID, foi desenhada uma bobina de ouro com uma espira (800 μm de diâmetro externo e 600 μm de diâmetro interno) para teste. A vantagem é que ela está perfeitamente alinhada com o dispositivo, mas devido ao aquecimento do substrato, a corrente sobre esta bobina não deve ser muito alta. Por esse motivo, esta bobina não é indicada para a realimentação dos SQUIDs.

A bobina principal para calibração e realimentação (*feedback*) é um par montado no porta-amostras (figura 3.7), uma acima e outra abaixo da amostra, e contém 100 espiras de fio de cobre, com diâmetro médio de 10 mm, e distância entre elas de 10 mm. Para maximizar a uniformidade, a melhor geometria é um par de bobinas de Helmholtz, com separação igual ao raio. Isso se mostrou proibitivo, por um lado pelas dimensões da câmara da amostra (um par de bobinas com 20 mm não cabe no compartimento), e por outro pela separação entre elas necessária para o substrato (a manipulação é delicada, menos de 10 mm de separação tornaria mais difícil e propensa a erro a montagem da PCI com o substrato), portanto a opção foi pela geometria descrita.

Para calibração do campo gerado, foram feitas leituras utilizando uma sonda Hall, mostradas na figura 3.6. A constante de proporcionalidade entre a corrente e o campo foi avaliada em 1.94 μT por mA.

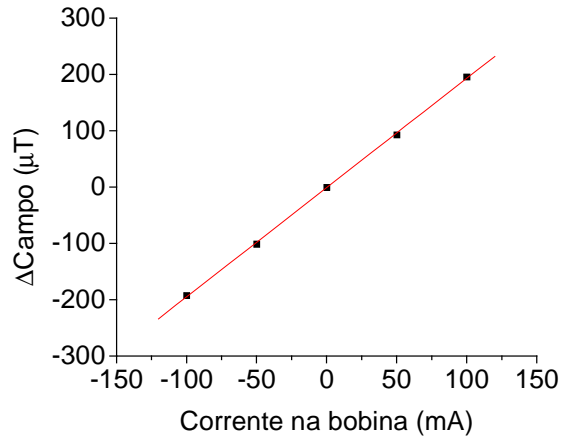


Figura 3.6: Medidas da bobina utilizando sonda Hall

3.1.4. Porta-amostras

As estruturas fabricadas foram depositadas em substratos de silício, com apenas alguns milímetros quadrados de área, e pontos de contato de $80 \times 80 \mu\text{m}$. Visando a praticidade de manuseio e evitar erros de manipulação, estes substratos são montados em uma placa de circuito impresso (PCI) com área livre de $8 \times 8 \text{ mm}$.

Os contatos elétricos são então conectados com fios de ouro a contatos maiores, de espaçamento 100 mils e tamanho compatível. São 12 contatos disponíveis no total, em duas bordas, com pinos para montagem, que servem tanto como conexões elétricas como suporte mecânico. Normalmente, apenas 4 a 6 contatos elétricos são utilizados por vez, e os outros estão livres para uso futuro. O projeto do porta-amostras é mostrado na figura 3.7, e uma foto do conjunto montado, na figura 3.8.

No desenho atual, a área do substrato é um quadrado de cobre, com uma área estendida para contato térmico, que tem o objetivo de aumentar o acoplamento térmico entre o substrato e a base do *insert* onde a PCI é montada. Entre a base e a PCI é adicionada pasta térmica, onde o contato térmico é maximizado por partículas de cobre em quantidade abaixo do limite de percolação, e portanto, sem contato elétrico.

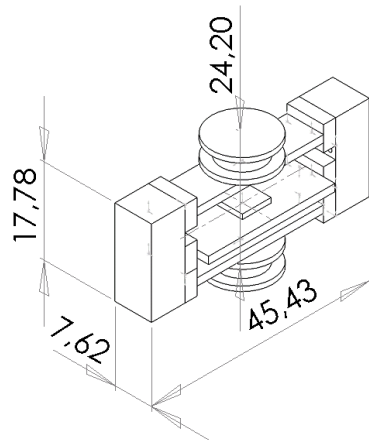


Figura 3.7: Projeto do porta-amostras

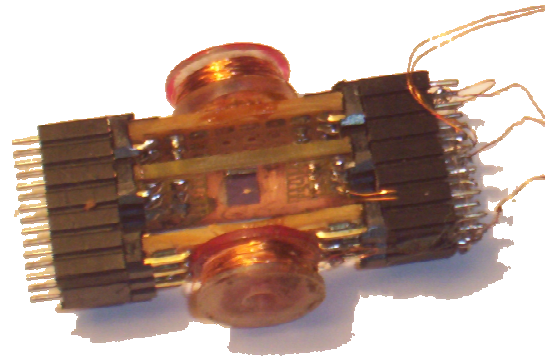


Figura 3.8: Foto do porta-amostras montado, com suportes e bobinas de realimentação

3.1.5. Controle de temperatura

Um dos parâmetros mais importantes para um supercondutor é a temperatura crítica, e para sua caracterização deve haver um controle de temperatura com boa estabilidade. Obteve-se estabilidade entre 10 e 20 mK utilizando o controlador LakeShore 340, e um sensor de ferro-ródio (RhFe) Oxford 8124. O histograma de uma hora de medidas é mostrado na figura 3.9. O desvio padrão é de 4.3 mK, mas a diferença entre os valores maior e o menor é de 18.6 mK.

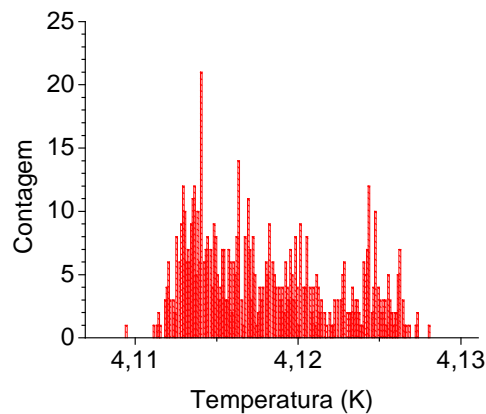


Figura 3.9: Histograma da temperatura ao longo de uma medida de uma hora

É importante fazer a correção da calibração feita no sensor, pois devido à deriva anual do valor calibrado, o erro introduzido pode ser significativo. Essa

deriva apenas desloca a curva do sensor, mas o seu formato não é alterado com o tempo, portanto é suficiente medir o sensor em comparação com outro calibrado mais recentemente em uma temperatura conhecida. Utilizamos a temperatura do hélio líquido, e a correção foi de 15 mK.

Quando a temperatura de trabalho desejada é a do hélio líquido, e não é necessária nenhuma variação controlada, pode-se mergulhar a amostra diretamente. O procedimento consiste em abrir ao máximo a válvula de entrada, encher o espaço da amostra, e fechar a válvula quando este estiver cheio, para evitar o fluxo de líquido que iria adicionar perturbações na temperatura. Com isso atinge-se maior estabilidade (em torno de 2 mK), mas é necessário monitorar cuidadosamente o fluxo de saída de gás hélio da câmara da amostra quando a válvula estiver aberta: quando a câmara estiver quase cheia, acrescentar uma pequena quantidade de hélio pode fazer a pressão subir rapidamente. Existem válvulas de segurança, mas esse é um momento em que a atenção deve ser redobrada.

3.2. Instrumentação Eletrônica

Já foi descrito que o objetivo no microSQUID é verificar a sua corrente crítica, e que isso nos traz informação sobre o fluxo magnético que o atravessa, essa informação sendo utilizada para medir a magnetização de nanopartículas ou amostras mesoscópicas depositadas junto ao SQUID. A variação da corrente crítica do SQUID histerético com o fluxo magnético que o atravessa é senoidal, com período igual a um quantum de fluxo, Φ_0 , definido como $h/2e$.

Como o fluxo magnético é proporcional à área do anel do SQUID, tendo determinado com precisão essa área podemos utilizar uma bobina (de forma que o campo gerado atravesse perpendicularmente o anel) para medir a periodicidade de I_c , assim determinando o campo aplicado sem recorrer a nenhum outro padrão externo.

O método escolhido é aplicar uma rampa de corrente sobre o dispositivo, monitorando a queda de tensão sobre ele. Enquanto o SQUID se encontrar no estado supercondutor, esse valor deve ser nulo. Quando estiver no estado normal, com resistência finita, não-nulo. Mas essa é uma visão ideal da situação: na

prática, essa diferença de potencial nunca é exatamente zero, então para detectar a transição, compara-se a tensão lida com uma tensão fixa de referência (chamada tensão de comparação ou *threshold*). O momento da transição é registrado, e a corrente crítica é determinada verificando o ponto da rampa correspondente. Esse ciclo é repetido sucessivas vezes, até atingir o número de leituras desejado.

Para esta tarefa foi implementado o módulo de condicionamento de sinal, descrito na seção 3.2.2. O controle do experimento é executado por um segundo módulo visto na seção 3.2.3, e o protocolo utilizado para a comunicação da interface eletrônica com o computador onde os dados são finalmente armazenados é descrito na seção 3.2.4. O diagrama de blocos do sistema usado é mostrado na figura 3.10.

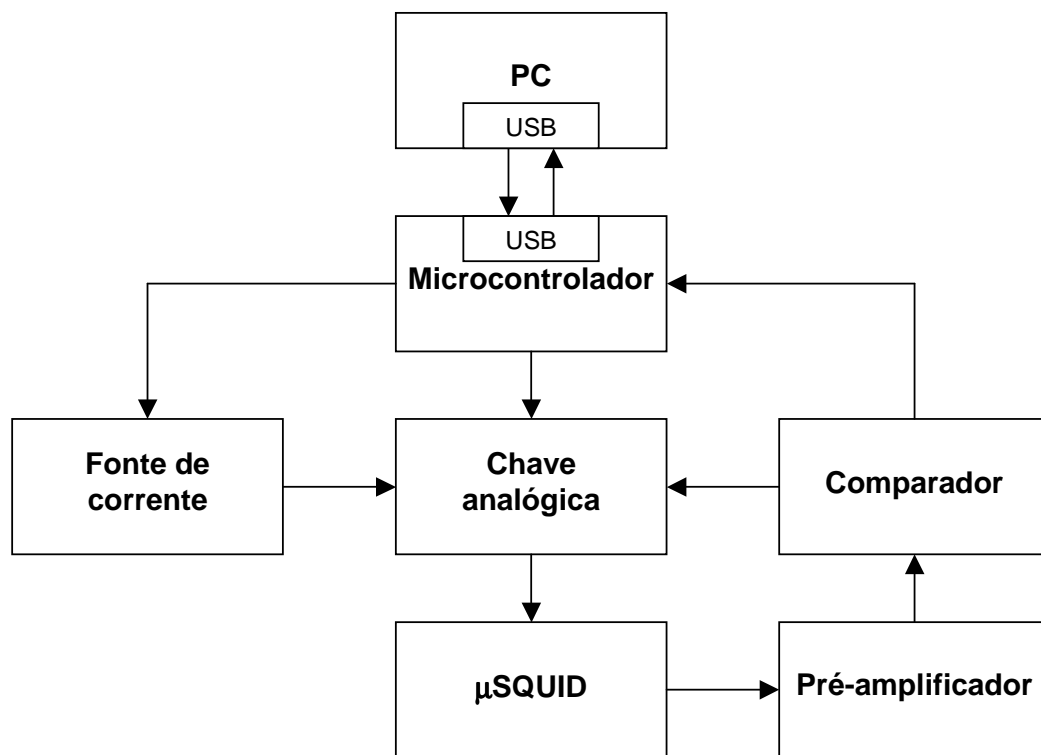


Figura 3.10: Diagrama de blocos do sistema

3.2.1. Blindagem de radiofreqüência

Com o intuito de minimizar o ruído presente no sistema, em todos os pontos onde pode penetrar interferência eletromagnética foi utilizada blindagem,

consistindo de caixa de alumínio para a eletrônica de condicionamento de sinal e aquisição^{[18],[19]}, e cabos trançados até a amostra.

Caixa blindada

A eletrônica de aquisição é acondicionada em uma caixa de alumínio, de dimensões 95 x 65 x 34 mm e 3 mm de espessura, com um conector Oxford para o *insert*, conector LEMO de 4 vias para alimentação, espaço para o conector USB (no módulo de interface), e 3 conectores coaxiais para monitoramento. Estas conexões são descritas no item 3.2.2(Conectores), e o desenho da caixa consta do anexo II.

3.2.2. Condicionamento de sinal

Os SQUIDs histeréticos trabalham com polarização de corrente, mas se distinguem da variedade DC por um comportamento diverso em sua curva I-V e, portanto, por seu funcionamento e leitura.

Se for aplicada a uma junção Josephson uma rampa de corrente, cujo valor máximo ultrapasse a sua corrente crítica, a junção apresentará diferença de potencial zero entre seus terminais até que o valor de I_c seja atingido. Reciprocamente, sendo esta rampa decrescente do valor máximo de corrente até zero, a mesma curva será obtida, com o estado supercondutor atingido novamente em I_c .

Em uma microponte^[20] (ponte de Dayem), quando a corrente crítica desta é ultrapassada, ocorre uma avalanche térmica que força todo o supercondutor próximo à ponte, e não apenas ela, de volta ao estado normal. No SQUID histerético, o valor desta corrente traz informação sobre o fluxo magnético no anel, como em um SQUID DC. A diferença é que aqui não é a tensão sobre a junção o parâmetro, e sim a própria corrente crítica, com a mesma periodicidade de Φ_0 .

Como Φ_0 é um valor baseado apenas em constantes físicas e na geometria do dispositivo, esta característica resulta em uma auto-calibração: verificando a periodicidade de I_c é possível calibrar o sistema em função de Φ_0 sem nenhum padrão externo, e posteriormente usar essa informação para executar as medidas.

Devido aos microSQUIDs serem dispositivos não-lineares, é necessária uma etapa de condicionamento de sinal antes de qualquer informação poder ser lida do transdutor por um circuito convencional. Esta tarefa é realizada segundo a seqüência mostrada na figura 3.11, onde é indicada cada parte do circuito: fornecer a corrente de polarização para o microSQUID, amplificar a tensão sobre o dispositivo, comparar a tensão lida com uma tensão limite para determinação da transição supercondutor-metal normal, e anular de forma rápida a corrente sobre o dispositivo caso haja a transição, guardando em um elemento de memória o resultado. Uma foto do módulo que executa estas funções é mostrada na figura 3.12, e o diagrama esquemático, na figura 3.13.

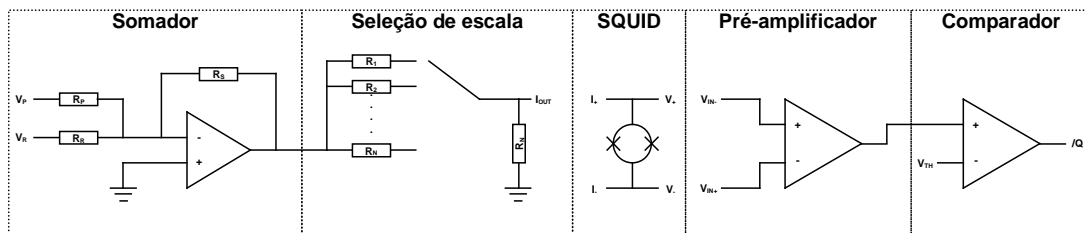


Figura 3.11: Seqüência de condicionamento de sinal

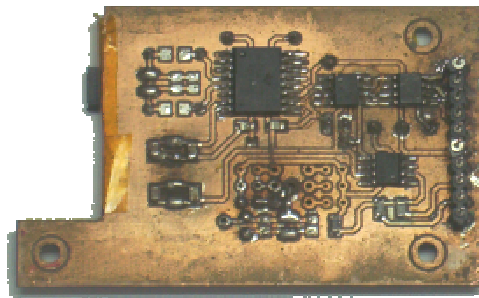


Figura 3.12: Foto do módulo de condicionamento de sinal

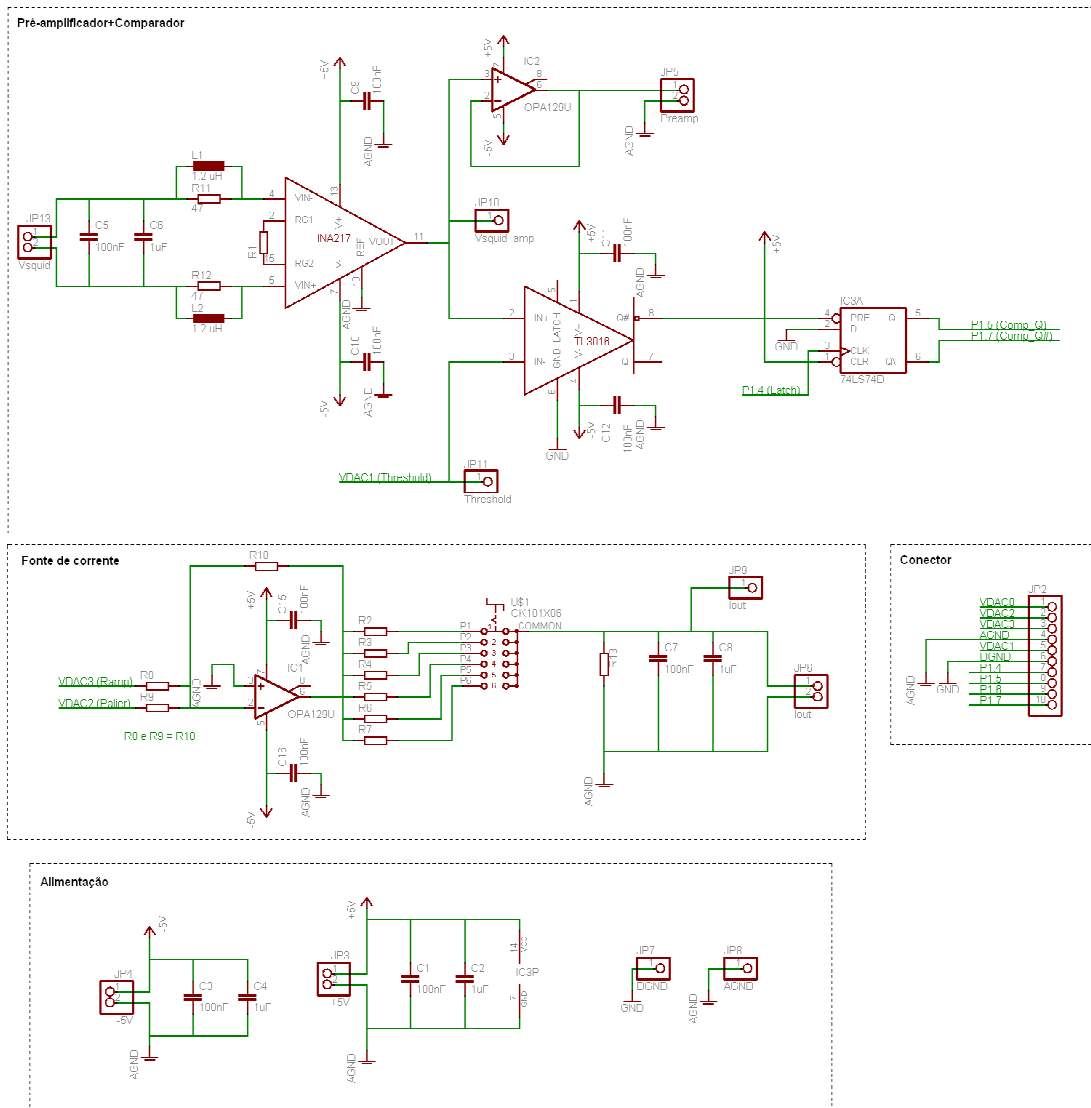


Figura 3.13: Esquemático do módulo de condicionamento de sinal

Conectores

Entre o módulo de condicionamento de sinal e o módulo de controle e interface é usado um conector de barra de pinos, de linha simples e espaçamento 100 mils. A pinagem é descrita na tabela 3.1.

Tabela 3.1: Conector entre os módulos eletrônicos

Pino	Condicionamento de Sinal	Função no MSC1211
01	Tensão de referência para realimentação	VDAC0
02	Tensão de referência de palier	VDAC2
03	Tensão de referência da rampa	VDAC3
04	Terra analógico	AGND
05	Tensão de comparação (<i>threshold</i>)	VDAC1
06	Terra digital	DGND
07	Controle do <i>latch</i>	P1.4/INT2/#SS
08	Saída do comparador	P1.5/#INT3/MOSI
09	(reservado para uso futuro)	P1.6/INT4/MISO/SDA
10	Saída invertida do comparador	P1.7/#INT5/SCK/SCL

Além disso, estão disponíveis duas saídas para osciloscópio (resultado do comparador e buffer de tensão do pré-amplificador), e os seguintes pontos de teste: tensão (não-buferizada) do pré-amplificador, tensão de comparação, saída do comparador, e controle do flip-flop e *latch*.

Corrente de Polarização

O primeiro passo é polarizar o transdutor, com uma rampa de corrente que visa retirá-lo do estado supercondutor. Para isso o módulo tem duas entradas de tensão, cuja soma controla a corrente fornecida. Como até a transição o dispositivo é essencialmente um curto, sabemos a corrente sobre ele usando um resistor de valor conhecido ligado em série. Esse valor define o fundo de escala para uma dada tensão de alimentação.

O objetivo aqui é determinar com precisão a corrente necessária para a transição (a corrente crítica, I_c), ao mesmo tempo mantendo o transdutor o mínimo de tempo possível fora do estado supercondutor e maximizando a frequência de leitura.

Para isso, geramos um perfil de corrente que é o resultado da soma de duas entradas de tensão. No início de cada ciclo de leitura, ambas as entradas estão em zero. Após o tempo $t_{WAITPALIER}$, se inicia em um nível preestabelecido abaixo de I_c , determinado por uma das entradas (que permanece fixa até o fim da leitura) e com a outra em zero. Este nível é mantido pelo tempo $t_{TIMEPALIER}$, necessário para estabilização do sistema. Na segunda entrada o microcontrolador sintetiza uma rampa para atingir a transição supercondutora. Somadas as duas

entradas, obtém-se a forma de onda em corrente desejada, mostrada na figura 3.14.

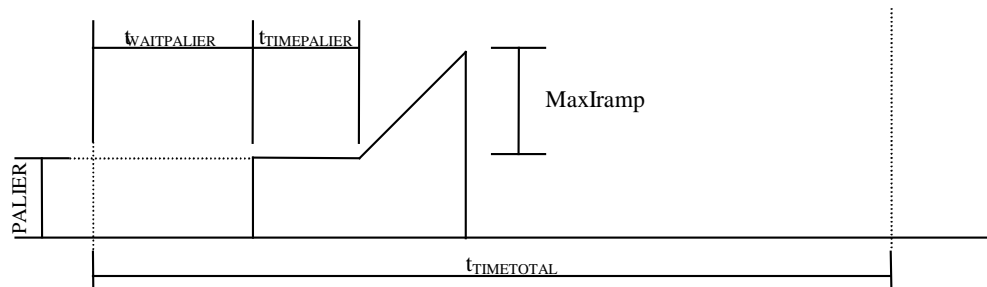


Figura 3.14: Forma de onda de corrente gerada a partir das entradas de tensão

Tabela 3.2: Parâmetros de geração do perfil de corrente

Parâmetro	Descrição
$t_{\text{TIMETOTAL}}$	Tempo total de um ciclo de leitura
$t_{\text{WAITPALIER}}$	Tempo de espera antes do início da leitura
$t_{\text{TIMEPALIER}}$	Tempo de estabilização com corrente mínima
Palier	Nível mínimo de corrente
$\text{MaxI}_{\text{ramp}}$	Corrente máxima da rampa

Um dos objetivos da eletrônica de condicionamento de sinal é conseguir a maior frequência de leitura possível. O fator físico limitante é o aquecimento do dispositivo, e para minimizá-lo, no modo normal de operação anulamos a corrente de polarização sobre o SQUID assim que a corrente crítica é atingida. No programa de aquisição, esse procedimento configura o chamado **modo normal**. No estado supercondutor não há aquecimento, pois a resistência é zero, mas no estado normal ficamos com um resistor de filme metálico de resistência finita, onde ocorre o efeito Joule. Para verificação de funcionamento, é mantida a possibilidade de levar a rampa até o seu valor máximo ($\text{MaxI}_{\text{ramp}}$), no **modo de teste**. Os diagramas de tempo dos dois modos são mostrados na figura 3.15, mostrando os sinais gerados em cada caso, e o tempo que o dispositivo está em estado normal indicado em cor cinza.

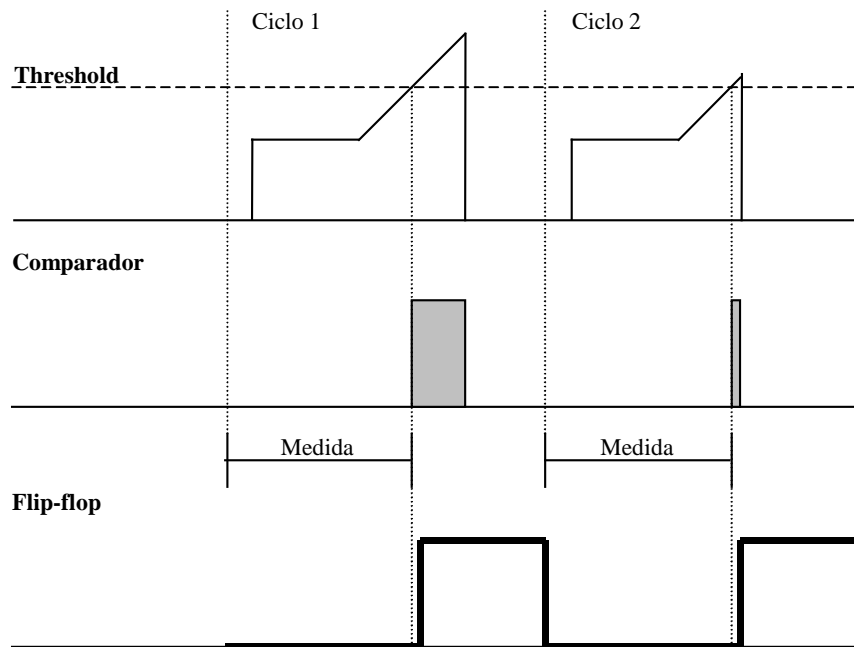


Figura 3.15: Modo de teste (ciclo 1) e modo normal (ciclo 2)

Pré-Amplificação

Esta etapa do circuito é baseada no Amplificador de Instrumentação de baixo ruído e baixa distorção INA217 da Texas Instruments. O CI selecionado atende a todos os requisitos do pré-amplificador:

- entrada diferencial
- alta impedância de entrada (60 MΩ), idêntica em ambas as entradas
- baixo ruído: 1.3 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ a 1kHz com ganho = 100
- alta rejeição de modo comum (CMRR – *Common Mode Rejection Ratio*): >100dB
- baixa distorção (THD – *Total Harmonic Distortion*): 0.004% a 1 kHz, Ganho = 100

Algumas das condições acima são difíceis de ser atingidas por um amplificador operacional, mesmo de qualidade excepcional. Devido à realimentação necessária à operação do amplificador operacional, a impedância de entrada não é a mesma em ambas as entradas: como se vê na figura 3.17, enquanto a impedância de entrada em um dos terminais (vista pela fonte) normalmente é entre 10^6 a 10^{12} ohms, no outro pode ser várias ordens de grandeza menor.

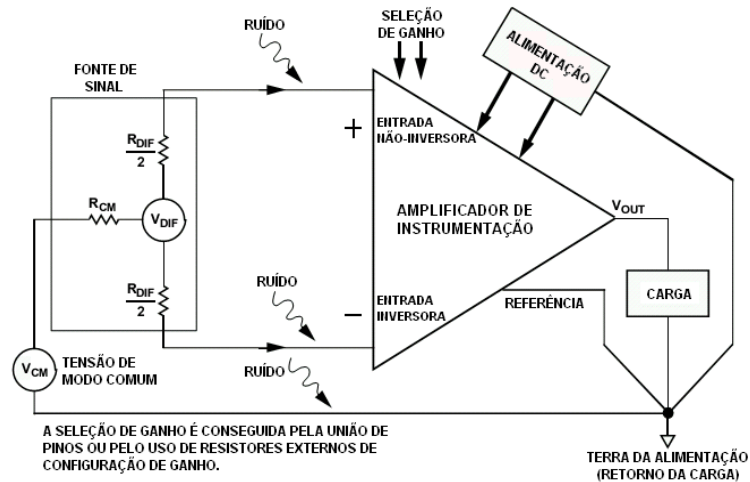


Figura 3.16: Um Amplificador de Instrumentação básico^[11]

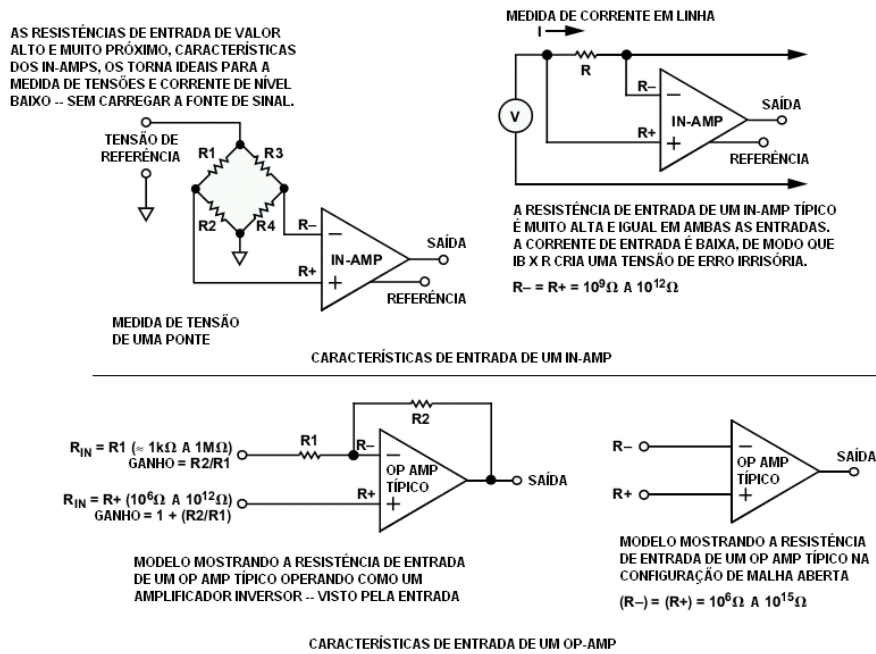


Figura 3.17: Características dos Amplificadores Operacionais versus Amplificadores de Instrumentação^[11]

Para garantir uma alta impedância de entrada e ao mesmo tempo atingir um CMRR alto, seria necessário utilizar de 2 a 3 amplificadores operacionais: teoricamente, se todos os resistores de realimentação forem idênticos, a tensão de modo comum seria eliminada perfeitamente (ou seja, CMRR infinito). Mas um desbalanceamento de apenas 0.1% entre os resistores pode degradar o CMRR para apenas 60 dB^[12].

A solução a estes problemas é a utilização de um único componente que integre todas estas características: o Amplificador de Instrumentação. Dentre as opções disponíveis no mercado, o INA217 foi selecionado pelas suas figuras de ruído e CMRR, mantendo boas características de distorção e banda passante. Sua configuração interna é de 3 amplificadores operacionais (figura 3.18), com os resistores de alimentação ajustados a laser. Em particular, o estágio de entrada do INA217 é otimizado para uma impedância de fonte de 200Ω , que é da ordem de grandeza da resistência calculada para os microSQUIDS fabricados pelo grupo, dado este confirmado nas primeiras medidas experimentais.

A figura 3.18 mostra as conexões básicas requeridas para a operação. As condições necessárias para garantir a performance do circuito são: a alimentação deve estar desacoplada por capacitores de tântalo de $0.1 \mu\text{F}$ próximos aos pinos do dispositivo; a referência de saída deve ser uma conexão de baixa impedância (mesmo uma resistência de alguns ohms em série causa degradação da rejeição de modo comum).

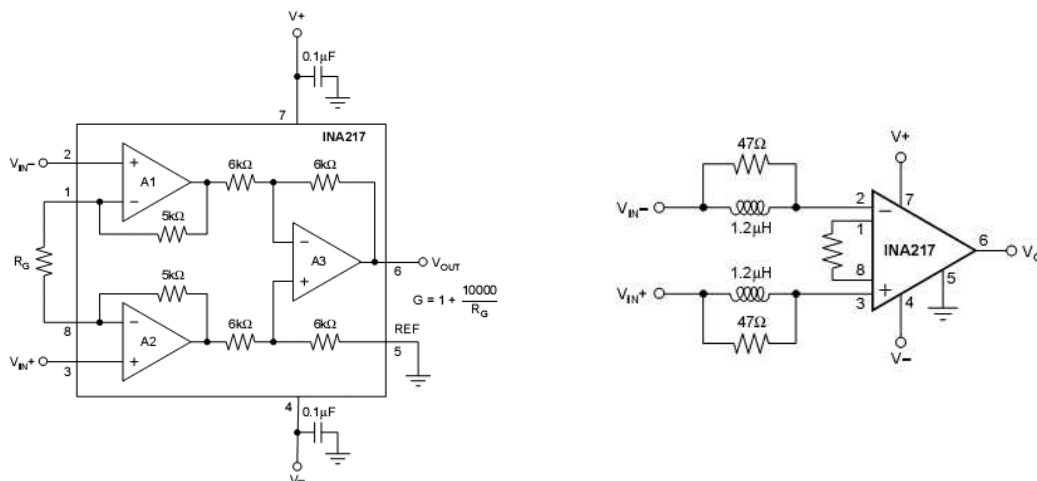


Figura 3.18: Conexões de circuito básicas para o INA217^[13] Figura 3.19: Rede de estabilização de entrada^[13]

Mesmo atingindo sua melhor performance em impedâncias de fonte menores que $1 \text{ k}\Omega$, é necessário um certo cuidado para evitar que o pré-amplificador oscile, principalmente quando esta está abaixo dos 10Ω . Este é exatamente o caso quando o SQUID estiver no estado supercondutor, onde mesmo considerando os cabos a impedância não chega a esse valor. Para isso é adicionada uma rede de estabilização em série com cada entrada (figura 3.19),

consistindo de um indutor e um resistor; com isso, a tendência à oscilação é grandemente reduzida.

Discriminador

Para o discriminador, os critérios de seleção são o tempo de propagação e tensão de saída compatível com o estágio digital do projeto. O Comparador de Precisão TL3016, da Texas Instruments, oferece 7.6 ns de tempo típico de resposta com saídas padrão TTL.

Uma tensão de comparação (*threshold*) é fornecida pelo módulo microcontrolado, gerada por um conversor digital-analógico (ou DAC, de *Digital-Analog Converter*) de 16 bits. O fundo de escala é o valor da alimentação analógica, 3.3V, o que resulta em um LSB de 50.3 μ V.

O resultado da comparação é armazenado em um flip-flop, por sua entrada *clock*. Ou seja, o flip-flop muda para o estado habilitado (valor lógico verdadeiro) assim que o comparador indica a transição, independente do microcontrolador. O módulo microcontrolado recebe esta informação na forma de uma interrupção, e posteriormente limpa (muda para valor lógico falso) novamente o flip-flop mandando um sinal assíncrono em sua entrada *reset*, preparando o módulo para a próxima leitura.

Monitoramento da pré-amplificação

É necessário também que haja uma conexão externa para monitoramento da tensão de saída do pré-amplificador, sem que isso influencie o funcionamento do circuito. Assim, foi adicionado um *buffer* de tensão realizado com o amplificador operacional OPA129.

Chaveamento

Para manter o transdutor fora do estado supercondutor o menor tempo possível, existe um estágio de chaveamento de corrente que obedece ao estado do flip-flop: assim que a transição é atingida, e esta informação é armazenada, uma chave analógica de alta velocidade corta a corrente sobre o transdutor.

Quando uma nova leitura se inicia, e o módulo de condicionamento de sinal é reinicializado, a chave novamente permite que o microSQUID receba corrente.

3.2.3. Controle do experimento

A necessidade do projeto não é apenas visualizar em um instrumento de medida (como um osciloscópio) o momento em que a corrente crítica é atingida, mas quantificar essa corrente e armazenar esse valor, transferindo-o para um computador para análise posterior. Todo o controle, tanto do condicionamento de sinal quanto da comunicação, é exercido por um microcontrolador que se comunica com um PC utilizando um barramento USB. Um foto do módulo de controle com o microcontrolador é mostrada na figura 3.20.

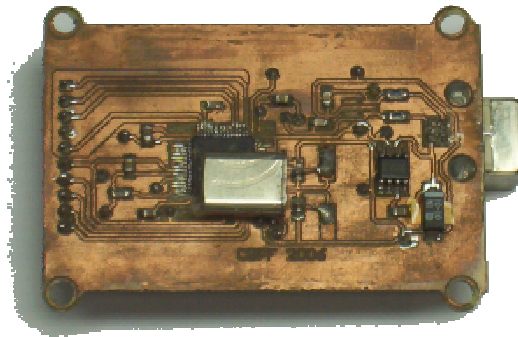


Figura 3.20: Foto do módulo de controle, face do microcontrolador

Microcontrolador MSC1211

Um microcontrolador é um computador em apenas um chip, contendo processamento, memória, e todas as funções de acesso direto a periféricos em um pacote, enquanto os microprocessadores são projetados para servirem como unidades de processamento central em um sistema completo que necessita de diversas outras partes para executar suas funções mínimas. Por esse motivo, já foi denominado *System On a Chip* (SoC), e hoje é utilizado em qualquer equipamento que deve tomar uma decisão baseada em parâmetros variáveis (de fornos de microondas a aparelhagem médica, passando por controles remotos, televisões, e freios ABS).

Para este projeto, o microcontrolador utilizado é um MSC1211, da Texas Instruments, que conta com numerosas funções, incluindo 4 conversores digital-

analogicos (DAC – *Digital-Analog Converter*) de 16 bits e diversos pinos de entrada e saída digital com interrupções programáveis por software. Um diagrama de blocos é mostrado na figura 3.21. No laboratório já temos placas de desenvolvimento produzidas pelo grupo, e foi projetado um módulo de controle utilizando os 4 DACs disponíveis. Três deles são usados para referência de tensão: tensão de comparação, valor mínimo de corrente (*palier*) e rampa de corrente; e o último controla a corrente na bobina de realimentação, que não está sendo usado no momento pela bobina estar sendo controlada externamente. Além disso, foram previstas 4 vias de interface digital para leitura do resultado do comparador (saídas normal e invertida), controle do elemento de memória (flip-flop) do resultado da comparação, e uma reservada para uso futuro.

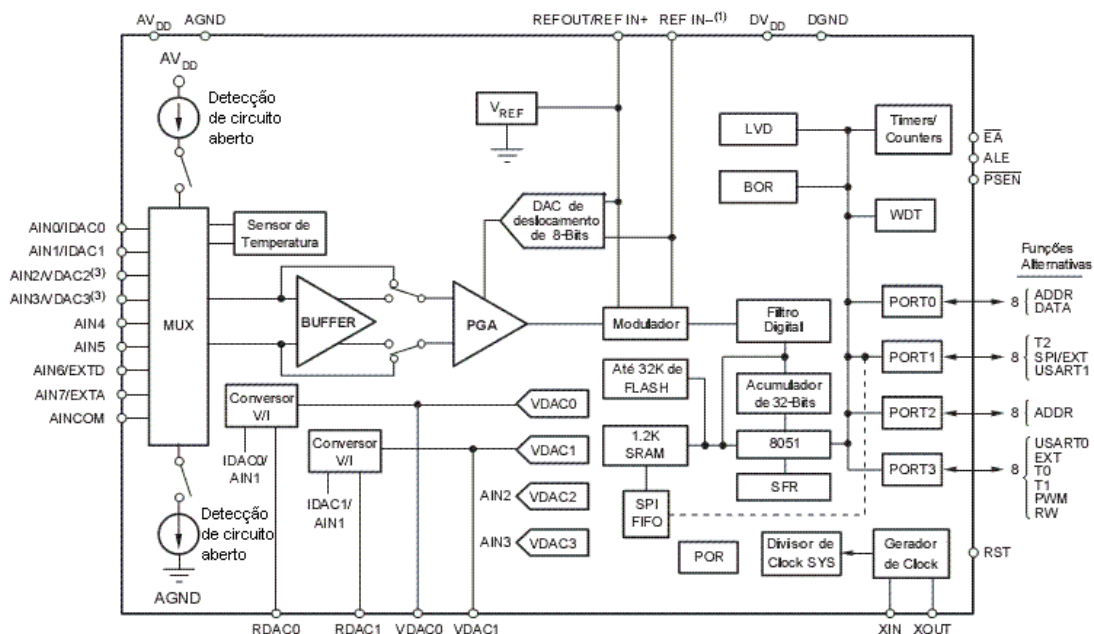


Figura 3.21: Diagrama de blocos do microcontrolador MSC1211

Conversores Digital-Analógicos

A característica principal de um conversor digital-analógico é a sua resolução em bits, o que define a resolução em volts em relação ao fundo de escala. No nosso caso, o fundo de escala é 3.3 volts com 16 bits, o que leva a uma resolução de aproximadamente 50 μV . Mas o valor da resolução não leva em consideração a precisão do próprio DAC, nem o ruído do sistema como um todo.

Nas medidas mostradas na seção 4.4.2 apresentamos um algoritmo para determinação do ENOB (*effective number of bits* – número efetivo de bits).

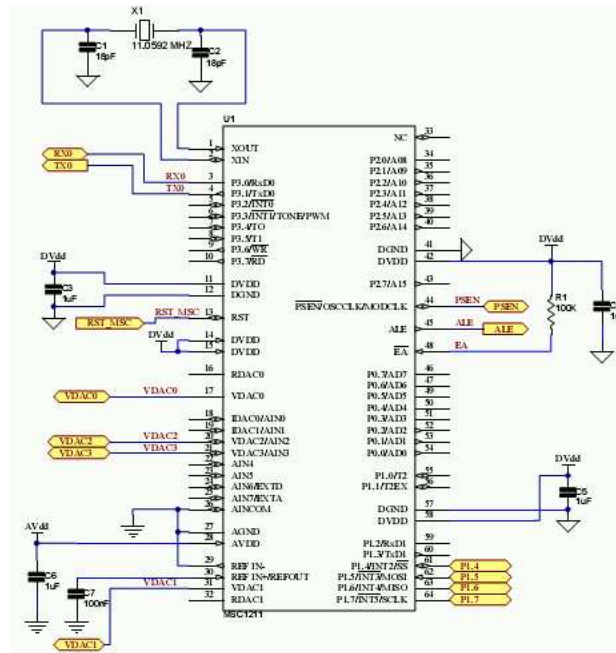


Figura 3.22: Módulo de controle – Esquema do microcontrolador

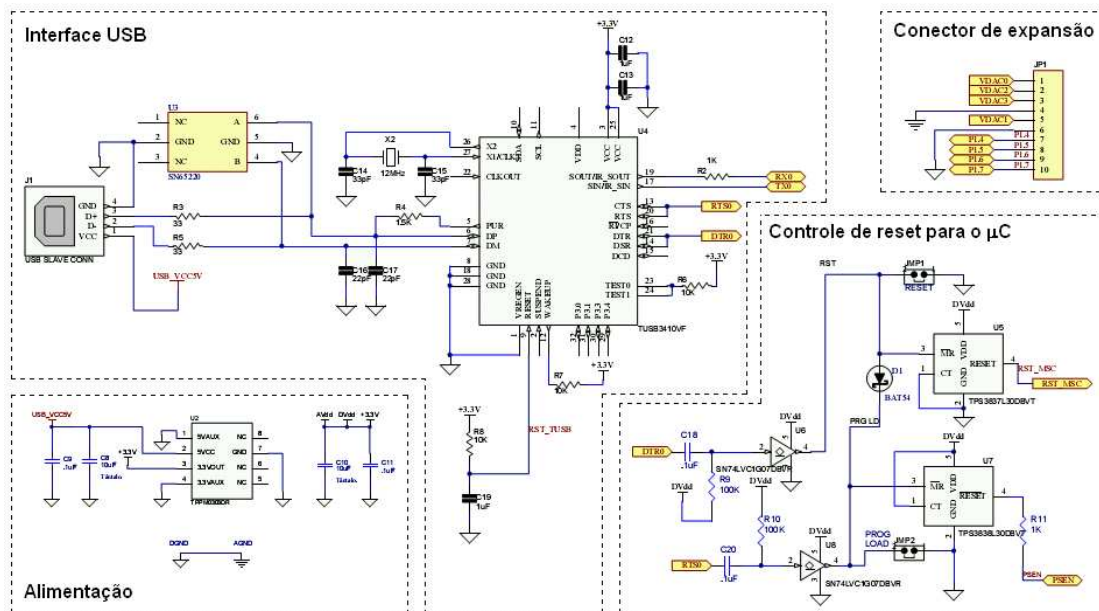


Figura 3.23: Módulo de controle – Esquema dos circuitos auxiliares

Firmware

Firmware é um programa que é executado por um equipamento dedicado, geralmente residente em memória não-volátil. Essa definição contrasta com o que normalmente é chamado *software*, também um programa, mas que é usado em uma plataforma de hardware que não está vinculada a uma tarefa específica, permitindo a mudança do programa de acordo com a função desejada.

A operação normal do programa consiste em gerar uma rampa de corrente que atinja a corrente crítica (I_c) do microSQUID, sendo especificados um valor mínimo e um máximo. O nível mínimo deve ser sabidamente abaixo de I_c , e mantido fixo por um tempo de espera configurável para que o sistema se estabilize antes que a rampa se inicie. Ao se iniciar a rampa, a tensão sobre o SQUID é amplificada e comparada com um nível fixo gerado pelo DAC (*threshold*). Quando ocorrer a transição, esta é detectada por comparação com o nível de *threshold*, o que faz com que uma chave analógica desvie a corrente sobre o SQUID, e o valor da corrente crítica seja estimado.

Interrupções

Uma interrupção é uma mudança no fluxo normal de um programa, com prioridade sobre este, causada por um evento pré-programado. Este evento pode ser, entre outras coisas, um final de contagem de um temporizador (*timer*) ou mudança no estado de um pino de entrada. Para utilizar qualquer interrupção, é necessário habilitar o bit EA (IE.7), que as controla globalmente (*Global Interrupt Enable*). As interrupções utilizadas são listadas na tabela 3.3, junto com seus bits de controle, explicados abaixo.

Tabela 3.3: Interrupções

Evento	INT#	Enable	Indicador	Função
Timer 0	01	ET1 (IE.1)	TF0	Controle da rampa
Timer 1	03	ET1 (IE.3)	TF1	Freqüência de leitura (TIMETOTAL)
/INT5	11	EX5 (EIE.3)	IE5 (EXIF.7)	Checagem do comparador

Para identificar a mudança no estado do microSQUID é utilizado o resultado do comparador, ligado à interrupção 5 (/INT5). Lembrando que no estado supercondutor a resistência é zero, e no estado normal a resistência é finita, basta

verificar quando a tensão sobre o dispositivo é maior do que um limite estipulado (tensão de *threshold*), depois de ser adequadamente amplificada. A interrupção selecionada trabalha com borda negativa, ou seja, ela identifica a transição de nível alto, quando a tensão no SQUID está abaixo do *threshold*, para o nível baixo, quando ocorre a mudança para o estado normal.

Para habilitar cada interrupção no MSC1211, é necessário habilitar ainda (além do bit EA) um bit correspondente a ela, e limpar um indicador (*flag*) que avisa quando ocorreu o evento. Quando ocorre a interrupção, este indicador é habilitado, e enquanto não for limpo (ou seja, zerado), não é permitida outra interrupção de mesmo número. Se for utilizada uma sub-rotina de interrupção, como é usual, o próprio microprocessador limpa o indicador. Caso contrário, é responsabilidade do programador.

Cada interrupção tem uma prioridade, e normalmente a INT5, que é utilizada para detectar a transição, a tarefa central do projeto, não é a de maior prioridade. Isso é alterado habilitando-se o bit PX5 (EIP.3), o que faz com que ela tenha prioridade sobre todas as demais. Assim, garante-se que mesmo que outra tarefa esteja sendo executada, as tarefas relativas à detecção da corrente crítica (leitura do ponto na rampa de corrente, e acionamento do *latch* e chave analógica de desligamento) interrompem qualquer processamento, ou mesmo outra interrupção, para tratar o evento.

Modos de operação e condições de erro

Existem 5 opções independentes de modo de operação e 2 indicadores de erro, cada um deles sinalizado por um bit no *firmware*, descritos na tabela 3.4. Juntos, eles formam um byte que descreve o estado atual do *firmware*. O byte de estado é enviado sempre que é feita uma mudança de modo de operação ou ocorre um erro (tempo total insuficiente para completar a leitura dentro dos parâmetros especificados, ou tempo insuficiente para o envio dos dados), no formato indicado no item 3.2.4 (Byte de estado).

Temporização

A unidade básica de tempo do sistema é um ciclo de *clock*, cujo período atual é aproximadamente 45,2 ns (utilizando um cristal de 22,1184 MHz). Cada

temporizador (*timer*) do MSC1211 pode ser ajustado para fazer uma contagem a cada 4 ou 12 períodos do *clock* do sistema. O controle de frequência de leitura é exercido por um desses temporizadores, configurado para contagem de 12 períodos, o que resulta na granularidade de 542 ns.

Tabela 3.4: Indicadores de modo de operação e condições de erro

SerialCheck	Checgem de comunicação serial
bit 6	1 – Comunicação ok: nenhum dado perdido 0 – Erro, dados perdidos: não houve tempo em um ciclo de leitura para mandar todos os dados adquiridos (*)
TimeCheck	Checgem de tempo de ciclo de leitura
bit 5	1 – TIMETOTAL é suficiente para um ciclo completo de leitura 0 – Erro, TIMETOTAL insuficiente: diminuir a frequência de leitura ou ajustar os parâmetros de geração de forma de onda
TestMode	Modo de teste
bit 4	0 – Modo normal: habilita a chave de desvio de corrente. Neste modo, o tempo que o microSQUID permanece fora do estado supercondutor é minimizado 1 – Modo de teste: desabilita a chave de desvio de corrente. O dispositivo continua recebendo corrente mesmo após a transição supercondutora
IsReadingNow	Modo Leitura
bit 3	O bit habilitado indica leitura em andamento
OutputMean	Modo de média (**)
bit 2	1 – a média dos valores do bloco 0 – a última leitura do bloco
OutputBin	Modo binário
bit 1	0 – leituras enviadas em ASCII (4 bytes/leitura) 1 – leituras enviadas em binário (2 bytes/leitura)
ReadingType	Tipo de leitura
bit 0	1 – Valor de saída no DAC da rampa 0 – Tempo decorrido desde o início do ciclo de leitura atual

Observações: (*) Os dados são enviados durante a leitura, exceto durante a rampa. É necessário diminuir a frequência de leitura, aumentar o tempo de palier, ou aumentar o tamanho do bloco.
(**) O resultado de cada leitura é armazenado em um bloco de tamanho NMEDIDAS. Se NMEDIDAS for igual a 1, as duas opções são equivalentes.

Parâmetros de medida e registradores

Existem 9 parâmetros de operação do sistema, sendo 4 de temporização, 4 de configuração dos DACs, e um que define o tamanho do bloco de medidas. Estes parâmetros foram descritos no item 3.2.2, e são implementados em registradores que armazenam os valores para uso posterior pelo programa.

Os registradores disponíveis para configuração são:

- 1) RAMPSTEP: Número de LSBs por passo no DAC da rampa de corrente
- 2) TIMESTEP: Número de ciclos de clock por unidade da base de tempo (granularidade de WAITPALIER, TIMEPALIER e TIMETOTAL)
- 3) THRES: Valor do DAC para o nível de tensão de comparação
- 4) PALIER: Valor do DAC para nível inicial da rampa de corrente
- 5) MAXIRAMP: Valor máximo do DAC para rampa de corrente
- 6) WAITPALIER: Tempo de espera antes do palier
- 7) TIMEPALIER: Tempo de duração do palier
- 8) TIMETOTAL: Tempo total de uma leitura
- 9) NMEDIDAS: Número total de medidas por bloco

Desenvolvimento do *Firmware*

O programa foi feito em linguagem C, e compilado no Keil μ Vision 3, um ambiente de desenvolvimento integrado (*Integrated Development Environment, IDE*) para microcontroladores. É compatível com uma lista extensa de variantes do 8051, inclusive a linha MSC1210/1211/1212 utilizados no laboratório.

O projeto ('SQUIDControl') contém as configurações necessárias, e os seguintes arquivos (os arquivos incluídos no projeto podem ser listados pelo menu "View / Project View"):

- HCR_config.a51: Declaração dos Registradores de Configurações de Hardware (*Hardware Configuration Registers – HCR*)
- ROM.a51: Pontos de entrada para rotinas embutidas na ROM do MSC121x
- stdio.h: Protótipos para funções padrão de entrada e saída em C
- reg1211.h: Declaração dos registradores de funções especiais (*special function registers, SFRs*) do MSC121x
- intrins.h: Declaração de funções intrínsecas (p.ex.: `_nop_`, `_push_`, `_pop_`)

- `SQUIDControl.c`: código-fonte em C do programa de controle

I - `HCR_config.a51`

Além do código em si, algumas configurações de funcionamento do MSC121x são acessíveis por uma região especial da memória flash, de 8000h a 807Fh. Essa região de 128 bytes é chamada de Memória de Configuração (*MSC121x Configuration Memory*), e pode ser lida e escrita no modo de programação da memória *flash* (*Flash Programming Mode – FPM*), mas apenas lida no modo de aplicação do usuário (*User Application Mode – UAM*). Os Registradores de Configurações de Hardware (HCR), localizados nas posições de memória 807Eh (HCR1) e 807Fh (HCR0), contendo os controles das funções de *watchdog* e *brownout* do microcontrolador, que são desligados na nossa aplicação. O método para alterar esses registradores é simplesmente incluir o arquivo `HCR_config.a51` e alterar os valores descritos nele para os desejados, e estes serão durante a próxima operação de programação da flash.

II - `ROM.a51`

Existem diversas funções úteis na ROM do MSC121x, relacionadas principalmente com escrita e leitura na memória *flash* e comunicação serial. Este arquivo lista seus endereços iniciais (pontos de entrada), e as declara para uso posterior em programas C.

Antes de qualquer comunicação serial, é preciso configurar a taxa de transferência da UART usada em um temporizador dedicado. Isso pode ser feito explicitamente pelo código da aplicação ou chamando a função *autobaud()*, presente na ROM e declarada neste arquivo: um caractere <ENTER> (hexadecimal 0x0D) é esperado na UART0, e de acordo com o *bitrate* utilizado, os valores dos registradores do temporizador 2 (*timer 2*) são ajustados.

O projeto atualmente fixa como taxa de transferência 115200 bits por segundo (bps, ou equivalentemente neste caso, bauds), declarando “#define BAUDRATE 115200”, no início do código. Os valores do *timer 2* são calculados posteriormente e configurados pela função *Initialize()*. Para esse cálculo, é usada a frequência atual do sistema, e esta precisa ser definida necessariamente antes do *baud rate* (nesse caso, “#define XTAL 22118400”, para um cristal de 22.1184 MHz).

Se outro *bitrate* for desejado, basta substituir o valor nesta linha, ou se ela for comentada, o programa automaticamente utiliza *autobaud()*.

III - `stdio.h`

Este arquivo contém as declarações do conjunto padrão de funções de entrada e saída da linguagem C. Estas funções são utilizadas com a entrada e a saída padrão (*stdin* e *stdout*, respectivamente), normalmente um teclado e monitor de vídeo para um computador de mesa, ou uma porta de comunicação para um terminal, no caso a UART0.

IV - `reg1211.h`

Declaração dos registradores de funções especiais (*Special Function Registers – SFRs*) do MSC121x, permitindo que sejam referenciados pelo nome (por exemplo, P0, DACSEL, TMOD, etc).

V - `intrins.h`

Neste arquivo são declaradas funções do 8051 que foram implementadas na biblioteca como funções intrínsecas, ou seja, ao invés da função ser chamada normalmente utilizando as instruções *assembly* **ACALL** e **LCALL**, seu código é inserido onde a função for chamada. Por um lado, isso gera um programa compilado maior, mas é muito mais rápido e eficiente do que se a função causasse um desvio no processamento normal do programa para executar uma tarefa pequena. Exemplos disso são *_nop_()*, *_push_()*, e *_pop_()*, que são simplesmente uma instrução em *assembly*.

VI - `SQUIDControl.c`

Este é o corpo principal do programa, onde é implementado o algoritmo de controle e leitura, e também o gerenciamento da comunicação.

A primeira tarefa do programa é inicializar o hardware (função *Initialize()*): são carregados os valores iniciais dos registradores, configurados os parâmetros da comunicação serial, e inicializados DACs, temporizadores, e interrupções. Caso a porta serial não esteja ajustada para uma taxa de transmissão fixa, é chamada a função *autobaud()*, já descrita no item II.

Então os DACs são zerados, e se inicia a aquisição. Um laço *while* infinito cumpre as tarefas de verificar os comandos enviados pelo computador de controle (funções *ProcessLoad()* e *ProcessCommand()*, respectivamente para o comando *load* e outros) e cuidar das tarefas relativas à aquisição, de acordo com o estado atual (função *ProcessStatus()*).

Uma descrição resumida das funções do programa está na tabela 3.5.

Tabela 3.5: Funções do programa de controle

Função	Descrição
Acesso ao hardware	
<code>void ClearDACs()</code>	Limpa os DACs de rampa e palier, e zera o registrador de rampa (preparando para um novo ciclo)
<code>void SoftFlipFlop()</code>	Atende ao pedido de interrupção 5, desabilitando a interrupção e fazendo uma leitura (Observação: a diretiva "#pragma disable" é usada para evitar que haja execução múltipla)
Processamento de comandos e status	
<code>void CountReadings()</code>	Conta o número de leituras, e envia o total lido se for o fim de um bloco
<code>void ProcessStatus()</code>	Controla a máquina de estados que identifica a tarefa atual dentro de um ciclo de leitura (WAIT, PALIER, RAMP, PADDING, IDLE)
<code>void ProcessCommand()</code>	Interpreta e executa o comando recebido pela porta serial
<code>void ProcessLoad()</code>	Executa o comando <i>Load</i> ("L")
Comunicações	
<code>void SendToQueue(char *buf)</code>	Adiciona o buffer <i>buf</i> à fila de espera para envio
<code>void SendStatusByte()</code>	Envia um byte de descrição de estado
<code>void ManageSerialQueue()</code>	Verifica se a fila de espera está vazia; caso não esteja, e for possível, envia um byte e retira-o da fila
Funções intrínsecas (<i>inline</i>)	
<code>void LatchOn()</code>	Liga a trava (<i>latch</i>) do comparador
<code>void LatchOff()</code>	Desliga a trava (<i>latch</i>) do comparador
<code>unsigned int ReadTime()</code>	Retorna o valor atual de tempo decorrido no ciclo de leitura
<code>void ResetTotalTime()</code>	Reinicia o contador de tempo decorrido no ciclo de leitura
Outras	
<code>void Initialize()</code>	Inicializa o <i>hardware</i> e os registradores do programa
<code>void ExecutaLeitura()</code>	Lê o valor atual da rampa e trava o estado do comparador
<code>void Main()</code>	Rotina principal do programa

3.2.4. Protocolo de comunicação

A comunicação entre o aparato de medida e o computador que controla o experimento se dá por interface USB (*Universal Serial Bus* – Barramento Serial Universal), tecnologia de uso corrente no Laboratório de Instrumentação e Medidas (LIM). É uma necessidade da pesquisa atual a aquisição de dados por computador e o armazenamento de quantidades significativas de dados para análise. Somando-se a isso a funcionalidade de controle em tempo real de um experimento, definiram-se os pré-requisitos para a escolha de um padrão de comunicação que atenda às necessidades de velocidade, flexibilidade, e ruído aceitáveis no experimento, e o USB modo Full-Speed foi a opção: existe disponibilidade de diversas soluções de conexão por fabricantes diferentes (tanto componentes eletrônicos e conectores, como *drivers* e programas), não está vinculado a especificações de difícil execução, permite transferência rápida dos dados (com expansão futura até 480 Mb/s, no modo High-Speed), e por padrão usa cabos de comunicação trançados e blindados.

Foi usado o circuito integrado TUSB3410^[15] (mostrado na figura 3.24), da Texas Instruments, um conversor de barramento USB para porta serial assíncrona RS-232 (atual EIA/TIA-232). Os níveis de tensão TTL usados (no padrão RS-232 os níveis são diferentes), são compatíveis com o microcontrolador MSC1211. Em particular, este conversor foi selecionado por obedecer ao padrão USB 2.0^{[14],[15],[16]} no modo Full-Speed (12 Mbps). Note-se que, apesar de estar implementada a comunicação a 12 Mbps, a porta serial do TUSB3410 transmite a uma taxa máxima de 921.6 kbps.

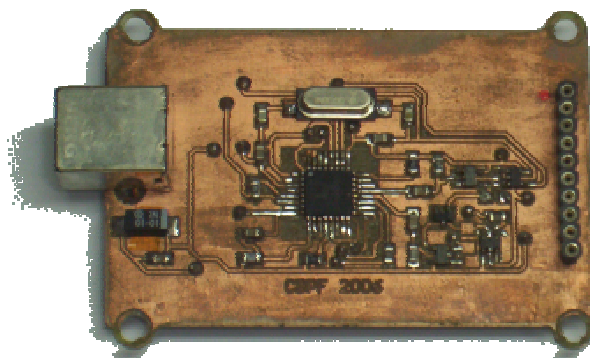


Figura 3.24: Foto do módulo de controle, face da interface USB

Para otimizar o uso do canal de comunicação, o protocolo prevê a transmissão do valor médio de um número (reconfigurável pelo computador de controle do experimento) de medidas feitas em bloco ao invés do valor de cada medida individual. Nesta versão do sistema, por razões explicadas abaixo na tabela 3.10, a taxa de transferência foi definida em 115.2 kbps, mas os próximos melhoramentos no sistema podem mudar este parâmetro aumentando a frequência de operação do microcontrolador para 29 MHz, caso isto seja necessário, permitindo atingir os citados 921.6 kbps.

O padrão USB^[16] oferece alimentação de 5V e corrente de até 100 mA para cada dispositivo conectado ao barramento, individualmente. A opção foi feita por converter esta tensão para 3.3V via reguladores LDO (*Low-Dropout*, classe de reguladores de baixa queda de tensão, ou seja, baixa diferença entre o valor da tensão original e o valor regulado), para alimentar o MSC1211. Até 500 mA podem ser fornecidos a um dispositivo pelo barramento USB, mediante protocolo específico, mas visando a redução de ruído, a alimentação do módulo de condicionamento de sinal é externa, com filtragem própria e blindagem eletromagnética do módulo de interface.

Tabela 3.6: Pinagem dos conectores USB

Pino	Sinal	Cor
1	Vbus	Vermelho
2	D-	Branco
3	D+	Verde
4	GND	Preto

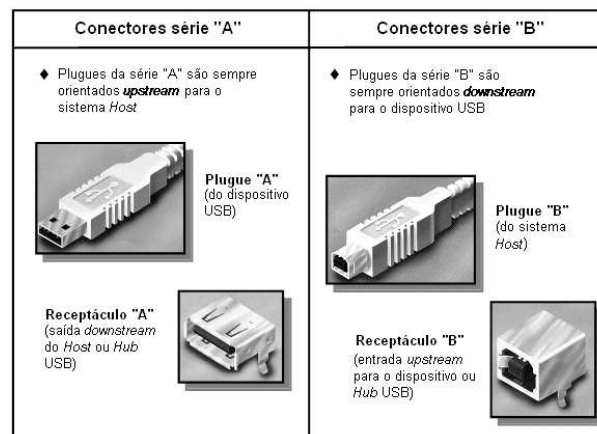


Figura 3.25: Conectores USB tipo A e B

Apesar de ser um padrão serial, altas taxas de transmissão podem ser atingidas pelo USB 2.0 de forma segura devido à comunicação ser diferencial, com cabos trançados e blindados, e um protocolo de comunicação com detecção de erro por CRC (*Cyclic Redundancy Check*, checagem cíclica de redundância). As taxas de transferência e banda disponível especificadas no padrão USB são descritas na tabela 3.7. Os modos Low-Speed e Full-Speed existem desde as versões 1.0/1.1 do padrão, e o High-Speed só foi introduzido na versão 2.0.

Tabela 3.7: Espaços de aplicação do padrão USB

Performance	Taxa de transferência	Banda disponível	Aplicações previstas
Low-Speed	1.5 Mbps	10 – 100 Mb/s	Dispositivos interativos
Full-Speed	12 Mbps	500 kb/s – 10 Mb/s	Telefonia, áudio, vídeo comprimido
High-Speed (USB 2.0)	480 Mbps	25 – 400 Mb/s	Vídeo, armazenamento

O computador que controla o barramento é chamado *host*, e o dispositivo conectado a este barramento é chamado *endpoint* ou *função*. A taxa de transferência é definida por meio de uma combinação de *pull-ups* e *pull-downs* (resistores de polarização), conectando a linha de dados a uma tensão de referência de 3.0V a 3.6V, e ao terra, respectivamente. Neste caso, para definir o modo Full-Speed, o dispositivo-função deve utilizar um *pull-up* de 1.5 k Ω .

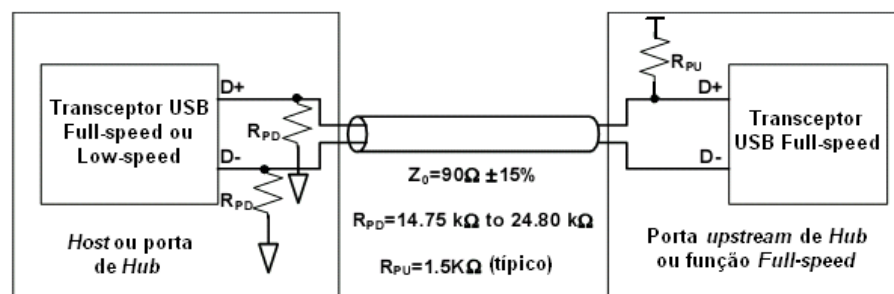


Figura 3.26: Cabo e Conexões de Resistores para o modo USB Full-Speed^[17]

Reconhecimento automático da interface

Quando uma interface baseada no TUSB3410 é conectada a um computador, ela é reconhecida como uma porta serial USB, mediante drivers

específicos. No ambiente Windows, o default é que seja a COM6, sendo esse parâmetro configurável em uma EEPROM externa ao chip. Atualmente, não há previsão de se conectar mais de uma interface no mesmo computador, portanto esta foi mantida. Futuramente, basta acrescentar uma EEPROM serial e gerar um identificador único para cada módulo, para que o sistema possa distingui-los.

Se a interface for conectada quando o software de controle em Windows já estiver carregado, este reconhece a conexão e configura automaticamente um conjunto de parâmetros iniciais no microcontrolador. Caso o programa seja carregado após a conexão física, são listadas todas as portas seriais encontradas e feita a seleção a partir de uma lista. Se for encontrada a COM6, esta é indicada como opção *default*.

Comandos

Os comandos implementados para o controle do modo de operação e alteração de registradores estão listados na tabela 3.8, de acordo com as funções listadas na seção 3.2.3, tabela 3.5. Todos são de um caractere, com exceção do comando 'L' (do inglês *load*, carregar) que é usado para modificar o valor dos registradores do firmware, e sua sintaxe é:

Lxyyy Carregar (*load*) o registrador número x com o valor yyy

Sendo o valor yyy 16 bits em hexadecimal ASCII, com MSB primeiro.

Tabela 3.8: Comandos de controle da interface

Comando	hexa	Descrição
L	4C	Carregar registrador (muda o valor de um registrador)
T	54	Iniciar/parar modo de teste
<espaço>	20	Iniciar/parar leitura
R	52	Alterna tipo de leitura (ponto da rampa ou tempo)
M	4D	Alterna entre envio de médias ou última leitura do bloco
H	48	Alterna entre envio dos valores em ASCII ou binário
\	5C	Envia descrição textual do estado
S	53	Envia byte de estado
<ENTER>	0D	Retorna '.': testa se a comunicação está ligada e funcionando

Byte de estado

O estado atual da eletrônica de aquisição é descrito por 7 indicadores, já definidos no item 3.2.3 (Modos de operação e condições de erro). Sempre que um destes indicadores é modificado, ou ocorre uma situação de erro, um byte de

estado contendo todos eles é enviado. O comando “S” também pode ser usado para enviar esse byte a qualquer momento. O significado de cada bit no byte de estado enviado está sumarizado na tabela 3.9, e está listada a máscara de bits que é aplicada na operação lógica *E* (ou *AND*, em inglês) para verificar o estado do bit ignorando os demais. Para diferenciar o byte de estado durante a comunicação, ele é o único (quando a leitura é no modo ASCII) que tem o bit 7 habilitado (máscara 0x80).

O software no PC deve eliminar esse byte do resto do buffer de comunicação serial, preservando o restante, pois ele pode ser enviado no meio de uma leitura devido a uma condição de erro. Quando a leitura é enviada no modo binário e não no modo ASCII, caso ocorra uma condição de erro, a última leitura é eliminada: isso garante que a leitura sempre compreenda 3 bytes contíguos, sendo o primeiro o indicador de início (“_”), e os outros dois a medida em formato binário.

Tabela 3.9: Byte de estado

bit	máscara	Indicador	Descrição
6	0x40	SerialCheck	Buffer serial cheio: perda de dados
5	0x20	TimeCheck	Tempo do ciclo de leitura (TIMETOTAL) insuficiente
4	0x10	TestMode	Indicador de modo de teste/modo normal
3	0x08	IsReadingNow	Indicador de leitura em andamento
2	0x04	OutputMean	Indicador de envio de médias/última leitura
1	0x02	OutputBin	Indicador de envio de leituras em binário/ASCII
0	0x01	ReadingType	Indicador de tipo de leitura (ponto na rampa/tempo)

Medidas

Uma medida envia 6 caracteres pela interface: o formato é “<####>” ou “[#####]”, sendo ##### o valor hexadecimal da medida em formato texto (‘0’ a ‘9’, e ‘A’ a ‘F’), 16 bits de 0000 a FFFF, com o byte mais significativo enviado primeiro (formato *low endian*); caracteres especiais delimitam a leitura e indicam se se trata de média (“<>”) ou a última medida feita em um bloco (“[]”). Portanto, contando os bits de início e fim de enquadramento no protocolo RS232, são 60 bits de informação transferida. A tabela seguinte sumariza a frequência máxima de leitura atingível respectivamente a cada frequência de clock do microcontrolador:

Tabela 3.10: Frequência de aquisição versus taxa de transferência

Clock (MHz)	Freq. acq. (Hz)	Tempo acq. (μs)	baud rate (kbps)	T_{60bits} (μs)
11.0592	150 - 200 (*)	5000 - 6700	38.4	1563
14.318	220	4550	38.4	1563
22.1184	350	2860	115.2	521
29.4912	450 - 500 (*)	2000 - 2300	921.6	65

(*) valor previsto

Com isto, vemos que o fator limitante à frequência de leitura não é a taxa de transferência, portanto esta foi fixada em 115.2 kbps. Este valor oferece margem suficiente para a transmissão dos valores em tempo real, e a vantagem de ser compatível com qualquer software ou hardware existente para depurar a comunicação quando necessário.

Note-se que seria possível tornar esse protocolo muito mais eficiente, caso necessário. Por exemplo, bastaria codificar o valor em formato binário ao invés de texto, e mandar apenas um caractere de início para a transmissão (“_”). Com isso, o número de bytes transmitidos cai de 6 para 3. O *firmware* atual já possui essa opção. Além disso, caso necessário, é possível adicionar um algoritmo de compressão de dados em tempo real: um ganho de fator 2 ou maior é passível de ser implementado, mesmo em um microcontrolador (por exemplo, enviando apenas diferencialmente os valores, em bloco).

No total, sacrificando um pouco de processamento e aumentando a velocidade de transmissão, o fator final seria 10 ou maior. Nenhuma dessas medidas é requerida enquanto a frequência de leitura não quadruplicar, então optou-se pela simplicidade e didatismo: mantendo a comunicação em ASCII, é possível acompanhar a comunicação por leitura direta dos valores adquiridos, sem nenhuma conversão adicional por software.

4. Resultados Experimentais

Ao longo do trabalho desenvolvemos um processo que permite fabricar um microSQUID com litografia de duas camadas. Começamos por otimizar a deposição de um filme fino de nióbio com 20 nm de espessura até suas propriedades supercondutoras atingirem valores adequados para trabalho, investigando e minimizando a interação com impurezas, principalmente o oxigênio. A etapa de litografia também evoluiu resolvendo problemas que impediam uma avaliação consistente das estruturas, como o descolamento dos contatos. Muitos pequenos avanços foram conseguidos: executar litografia em um filme fino sem degradar a supercondutividade se revelou uma tarefa mais complexa do que o antecipado.

Apresentamos a seguir os resultados com filmes de nióbio e litografia de micropontes, depois os problemas e soluções encontrados, e finalmente os novos resultados atingidos com a otimização dos processos de deposição e litografia. Então são mostrados os resultados preliminares com microSQUIDs e as medidas em bancada da interface eletrônica construída.

4.1. Deposição de filmes de nióbio e litografia de micropontes

Filmes de nióbio

A figura 4.1 mostra uma transição supercondutora medida por transporte elétrico em um filme de nióbio de 20 nm de espessura. A T_c avaliada em 5.1K está acima da temperatura do hélio líquido prevista para trabalho, mas confirmou que a etapa de deposição ainda não estava adequada às necessidades do projeto. Próximo a T_c as propriedades supercondutoras não são estáveis, e haviam as etapas de litografia a serem cumpridas, que degradam ainda mais a T_c como veremos adiante.

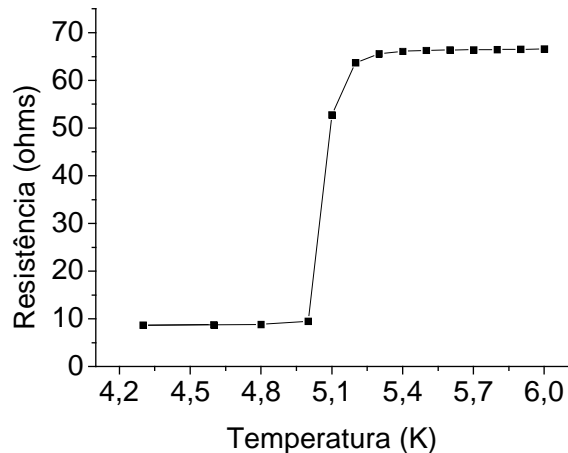


Figura 4.1: Curva de $R \times T$ para filme de Nb com ampliação da região de transição

Observa-se resistência não-zero no estado supercondutor pela medida ter sido realizada a três e não a quatro pontos. O primeiro porta-amostras que fabriquei (descrito na seção 3.1) oferecia seis contatos, mas quando a temperatura era reduzida de 300K para 2K, nem sempre se mantinham dois contatos do mesmo lado para que os pontos de tensão e corrente estejam separados. A resistência residual de 8Ω corresponde à do fio que conecta os dois pontos conjugados.

Fabricação de micropontes

Procedendo à litografia, foi preparada uma série de amostras contendo um conjunto de linhas de nióbio ligadas a contatos de ouro, com larguras de 500 nm a 5 μm , para investigação da corrente crítica. Esta primeira tentativa falhou devido a diversos fatores: não apenas não foi identificada a transição supercondutora nas amostras, mas a aderência dos contatos de ouro ao nióbio e ao substrato era pobre e sequer o comportamento observado nos filmes foi metálico. Claramente, mais de uma etapa do processo precisava ser revisada.

A figura 4.2 mostra ruído crescente na descida em temperatura. Esse ruído provavelmente é causado por um descolamento dos contatos pela diferença entre os coeficientes de expansão térmica do ouro e do substrato. Essa hipótese foi reforçada por um grande número de contatos rompidos depois de uma ciclagem de baixa temperatura.

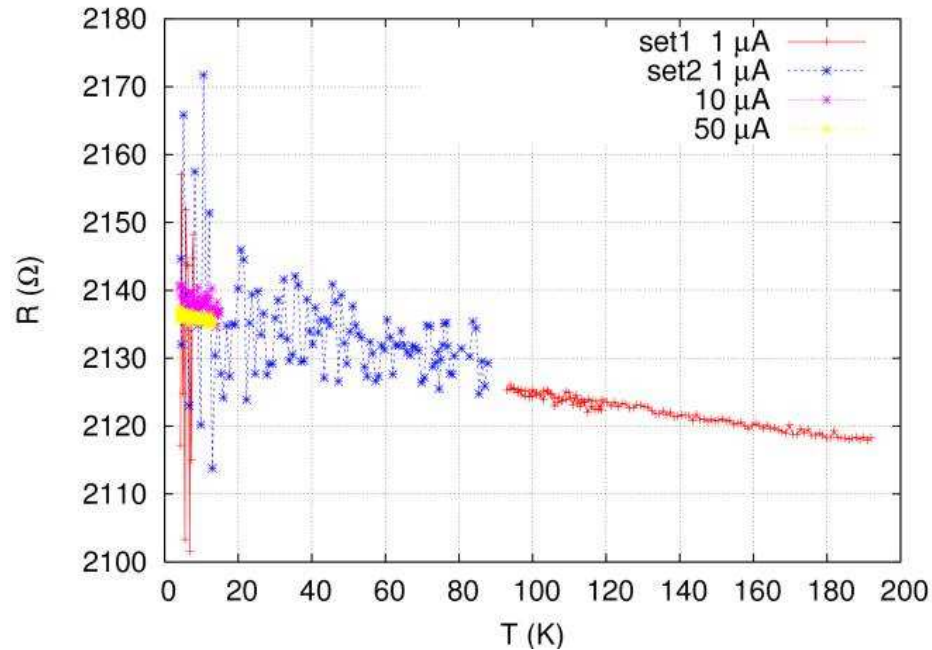


Figura 4.2: Medidas $R(T)$ de uma linha de Nb de 500 nm utilizando diversos valores de corrente

4.2. Problemas e soluções encontradas

A baixa aderência do ouro ao óxido de silício do substrato já havia sido notada durante a micro-soldagem dos fios. O ouro é um metal nobre, e sua baixa reatividade não permite que forme ligações com um óxido, apenas ligações metálicas. Para resolver esse problema, foi depositada uma camada de tântalo entre o substrato e a camada de ouro. O tântalo se oxida, permitindo ligações iônicas e covalentes com o substrato, mas forma também ligações metálicas com o ouro e nióbio, compatibilizando os sistemas envolvidos.

Outro problema foi o comportamento não-metálico evidenciado pela derivada negativa da resistividade com a temperatura observada na curva. Isso foi interpretado como uma camada de óxido de nióbio sobre o dispositivo, que foi medida a dois pontos em baixa temperatura mostrando uma resistência da ordem de 37 k Ω , muito acima da esperada para as micropontes no estado normal. Para eliminar essa camada de óxido, foi feito *sputter etching in situ*, com bons resultados.

Devido a estes dois imprevistos, não foi possível detectar a transição supercondutora de forma conclusiva. A corrente para medida foi de 1 μA e a resistência esperada dos fios sem a contribuição do óxido é da ordem de 50 ohms, mascarada pelo ruído causado pelos motivos acima. Para melhorar a relação sinal-ruído, tentamos medidas com correntes maiores. Estas também não foram conclusivas, pois nesse caso o fato da transição não ter sido observada pode ser atribuído à corrente de polarização ter sido maior que a I_c dos fios.

Otimização da deposição dos filmes de Nb

O oxigênio é um dos principais contaminantes do nióbio, atingindo uma redução de 1K na T_c para aproximadamente 1%at. Outras impurezas como nitrogênio, carbono, hidrogênio, podem reduzir substancialmente a T_c .

Quatro medidas podem ser tomadas para reduzir a concentração destas impurezas. A primeira delas é diminuir a pressão de base na câmara de *sputtering*, atingindo condições de alto vácuo ^[25]. Isso já era feito desde os primeiros filmes, com pressões da ordem de 10^{-7} Torr. Segundo, aumentamos a taxa de deposição, o que altera a relação entre a quantidade de nióbio e de impurezas em um dado intervalo de tempo. Outro fator de importância é a taxa de aderência (fator de *sticking*), que corresponde ao número médio de partículas que adsorve na superfície pelo choque de uma partícula. Este é fortemente reduzido quando a temperatura é aumentada ^[26], e os testes realizados visaram avaliar também a melhor temperatura de deposição. As temperaturas testadas são listadas por amostra na tabela 4.3. Por último, como o alvo de nióbio para *sputtering* também se oxida facilmente, fazemos uma limpeza do alvo (*pré-sputtering*) antes da deposição no substrato. Essa medida tem função dupla, porque além de remover o óxido e outras impurezas do alvo também deposita nióbio nas paredes da câmara. Como esse nióbio também se oxida, é induzido um bombeamento que reduz ainda mais o oxigênio restante.

Depois de todas essas medidas implementadas a temperatura crítica atingida subiu de pouco mais de 5K (figura 4.1) até mais de 9K (tabelas 4.1, 4.2, e 4.4). Não apenas isso é um indicador importante da qualidade dos filmes em si, mas tem o efeito prático das propriedades supercondutoras estarem muito mais estáveis à temperatura do hélio líquido, 4.2K, já que próximo a T_c qualquer

pequena flutuação de temperatura causa variações significativas de I_c que podem mascarar o funcionamento dos microSQUIDs.

Efeito dos resistes sobre a supercondutividade do filme

Após conseguir filmes finos supercondutores com T_c suficientemente alta para trabalho, o passo seguinte foi a verificação da interação dos resistes com o filme sobre o fenômeno supercondutor.

Para os contatos elétricos foi depositado ouro nas amostras fabricadas. Evitando a litografia nesse momento, existe um método simples para o desenho dos contatos: uma fita Kapton é colocada transversalmente no meio da amostra, sem cobri-la totalmente, expondo de cada lado apenas uma parte do filme que receberá o ouro. Após a deposição, a fita é removida, levando consigo o ouro depositado sobre ela e deixando dois contatos separados.

Foram depositadas 6 amostras, separadas em 2 grupos (amostras 1,2,3 e 4,5,6). O primeiro foi usado para avaliar o impacto da litografia dos resistes PMMA+PMGI, usados na fase de *lift-off*, em comparação com o SNR, usado no desenho do nióbio. O segundo grupo testa um processo ligeiramente diferente de uso do resiste SNR em comparação com o usualmente executado em litografia de semicondutores, que veio a atingir o mesmo resultado. Para estabelecer um parâmetro de comparação, em cada grupo uma amostra (“Testemunha”) gerada nas mesmas condições de deposição foi testada sem ser submetida aos resistes.

Os resultados da tabela 4.1 mostram que todos os processos têm algum impacto sobre a T_c , sendo particularmente evidente no caso do PMGI+PMMA. A razão de resistência residual (RRR - *Residual Resistance Ratio*) também foi medida. É um parâmetro que indica o grau de pureza e uniformidade da amostra. Ela é definida como a razão entre a resistência à temperatura ambiente e a resistência residual à baixa temperatura, naturalmente, no caso de supercondutores, acima de T_c . Neste caso, nenhuma correlação foi encontrada.

Tabela 4.1: Impacto dos resistes sobre o filme de Nb não estruturado

Amostra	Processo	T_c (K)	ΔT_c (K)	RRR
1	Testemunha	8.02	--	1.65
2	PGMI+PMMA	4.50	-3.52	1.47
3	SNR old	7.20	-0.82	1.64
4	Testemunha	7.80	--	1.29
5	SNR old	7.40	-0.40	1.73
6	SNR new	7.40	-0.40	2.71

Foi nesse momento que foi introduzido o pré-*sputtering* do alvo de Nb, com o aumento resultante da T_c para aproximadamente 8K. Este valor já permite que trabalhemos à temperatura do hélio líquido sem variação significativa nas propriedades supercondutoras do filme por pequenas flutuações de temperatura. O único ponto ainda pendente para a litografia é a interação fortemente negativa dos resistes orgânicos PMMA e PMGI com o filme de Nb, chegando a uma redução de mais de 40% da T_c . Nesse processo, o filme fica exposto no *hot plate* por mais tempo do que no SNR, portanto havia a possibilidade da causa da redução ser tanto a interação com o resiste quanto com o oxigênio e umidade do ar. Uma nova rodada de testes foi planejada para determinar o impacto do aquecimento como fator de degradação da T_c .

Efeito do aquecimento dos filmes

O que há em comum entre os vários passos testados do processo de litografia é aquecer o substrato em uma placa quente (*hot plate*), em uma operação chamada *bake*. O *bake* tem funções variadas, desde desidratar o substrato antes da aplicação do resiste (*dehydration bake*), passando por remover o solvente (*soft bake*), até enrijecer o resiste para a corrosão após a revelação (*hard bake*). Devido à alta reatividade do nióbio poderia haver contaminação do filme mesmo sem os resistes quando o substrato fosse aquecido em presença de ar atmosférico. Foram conduzidos testes onde uma amostra de filme fino passou por todas as etapas do processo de litografia que envolviam submeter a amostra à placa quente, sem aplicação dos resistes.

O procedimento para cada amostra é listado abaixo, com os tempos e temperaturas de *hot plate*. O substrato é colocado diretamente na placa quente exceto nas etapas de limpeza com IPA (álcool isopropílico), onde ele é colocado

mergulhado em um béquer com o líquido. A primeira etapa foi planejada para a temperatura de 200 °C, mas medindo a temperatura obteve-se 225°C, para os substratos 1 e 2. A temperatura listada no método é a corrigida.

- Amostra A (procedimento normal SNR): 10 min a 225°C ; 1 min a 105°C; 1 min a 100°C
- Amostra B (procedimento normal para o PMGI e o PMMA): 10 min a 225°C; 5 min a 180°C; 10 min a 170°C
- Amostra C (IPA2): 10 min no IPA a 80°C; 5 min a 150 °C; 10 min a 140°C
- Amostra D (IPA1): 10 min no IPA a 80°C; 1 min a 105 °C; 1 min a 100°C
- Amostra E: amostra de testemunha que não passou por nenhuma etapa de temperatura

Nos resultados mostrados na figura 4.3 e na tabela 4.2 (o tempo t_{HP} corresponde ao tempo total na placa quente, e T_{HP} , à maior temperatura) fica evidente a redução da T_c . O RRR também foi medido, sem nenhuma correlação observada. Houve também um alargamento da transição, confirmando a degradação das propriedades supercondutoras. Finalmente, este resultado mostra que além da contaminação pelo ar atmosférico também é necessário considerar a interação com os resistes para explicar completamente a redução da T_c no teste anterior.

Tabela 4.2: Impacto do aquecimento sobre o filme de Nb não estruturado

Amostra	Processo	t_{HP}(min)	T_{HP}(°C)	T_c(K)	Largura	RRR
A	SNR	12	225	6.29	0.43	1.46
B	PGMI+PMMA	25	225	6.56	0.31	1.45
C	IPA2	15	150	7.46	0.09	1.85
D	IPA1	2	105	7.79	0.06	1.51
E	Testemunha	--	--	7.95	0.08	1.67

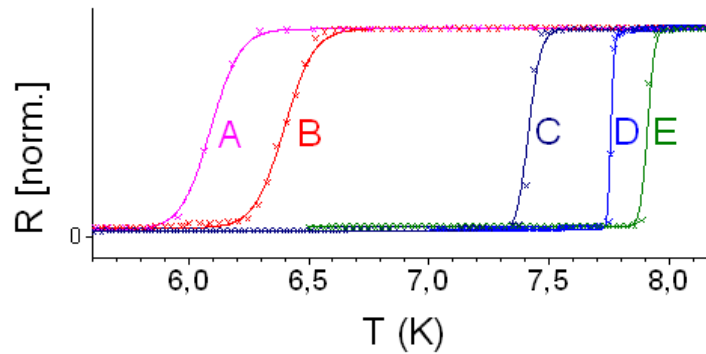


Figura 4.3: Temperatura crítica sem resiste (resistência normalizada)

A contribuição como impureza em percentual atômico, e mesmo a própria oxidação, não são os únicos mecanismos pelo qual a contaminação por oxigênio reduz a T_c . Podem ainda existir indentações de Nb_2O_5 podendo chegar até 10 nm de profundidade entre os grãos de Nb [27]. As fronteiras dos grãos podem ser também oxidadas e ter T_c reduzida comportando-se como junções Josephson, induzindo uma corrente crítica muito menor que no caso do Nb puro.

Proteção do filme

A solução encontrada foi cobrir o filme de Nb com uma camada de proteção de nitreto de silício (Si_3N_4). Essa camada é depositada *in situ* na mesma operação que o filme de nióbio impedindo a oxidação, pois o filme não é exposto nem ao ar contendo oxigênio e umidade, nem ao resiste orgânico.

Quando os contatos elétricos são depositados, essa camada tem que ser removida para permitir o contato direto do ouro com o nióbio. Como a remoção também tem que ser *in situ* para evitar qualquer contaminação, o método usado foi *sputter etching* RF. A taxa de remoção foi calibrada por RBS (*Rutherford Backscattering*) com uma série de filmes depositados sobre substratos de carbono amorfo.

4.3. Resultados com micropontes e microSQUIDS

Testes de corrente crítica de micropontes

Com estes resultados, procedemos à investigação da T_c em função da temperatura de deposição e largura de microponte. As amostras possuem um conjunto de 6 junções, mostrado na figura 4.4, de larguras programadas de: 50 nm, 100 nm, 200 nm, 500 nm, 1 μm , e 5 μm .

A nomenclatura de identificação das amostras, seguindo a temperatura de deposição dos filmes, é numérica (com exceção da temperatura ambiente). Quando o substrato foi cortado em mais de um pedaço, um segundo número o identifica. Finalmente, há duas amostras para cada temperatura: A e B.

Tabela 4.3: Identificação das amostras

ID	Temperatura
Tamb-A	Ambiente (~25° C)
Tamb-B	
T1-A	250° C
T2-A	
T2-1A	350° C
T2-1B	
T3-4A	450° C
T3-4B	

A estrutura implementada para teste de largura de micropontes é a mostrada na figura 4.4. Esta estrutura é a mesma mostrada na figura 2.3, onde foram acrescentados contatos maiores em nióbio, e posteriormente os contatos em ouro.

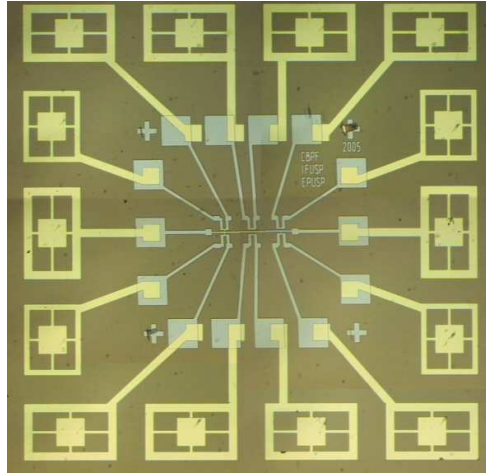


Figura 4.4: Padrão implementado com micropads de Au para contato elétrico

Durante a fabricação, foi detectado nos testes de condutividade que várias pontes de largura pequena resultavam abertas, então sua estrutura foi alterada. As micropontes de 50 e 100 nm são mostradas em detalhe nas figuras 4.5 e 4.6, nas versões original e modificada.

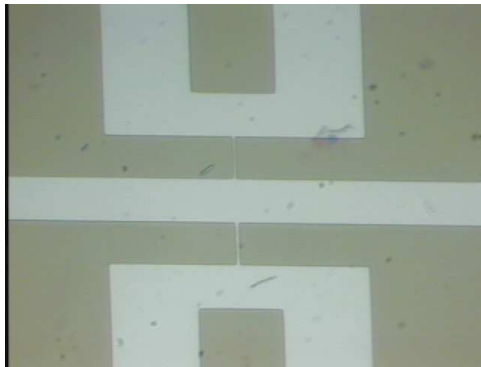


Figura 4.5: Micropontes de 50 e 100 nm originais

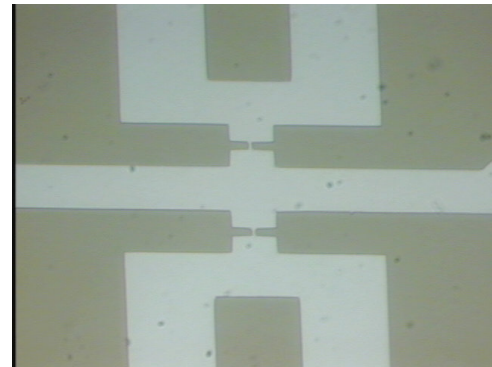


Figura 4.6: Micropontes modificadas

A identificação das junções é feita alfabeticamente designando os contatos a partir do canto superior esquerdo, em sentido anti-horário. Conforme a figura 4.7:

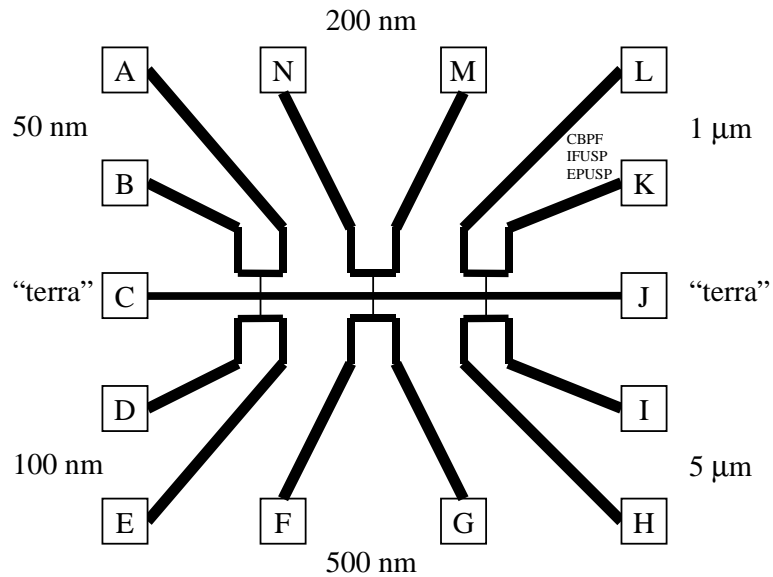


Figura 4.7: Geometria das linhas

Análise dos resultados de micropontes

A figura 4.8 mostra uma curva de transição típica no programa de análise, feito em LabVIEW. São desenhadas duas curvas de resistência versus temperatura, uma para a temperatura sendo incrementada e outra decrementada, de modo que é possível avaliarmos a histerese térmica. Cada ponto mostrado no gráfico é a média de três medidas, e uma barra de ruído representando a estimativa do erro é mostrada em cinza, claro ou escuro dependendo do sentido da variação de temperatura. Esta barra de erro se mostra imperceptível na maioria das medidas.

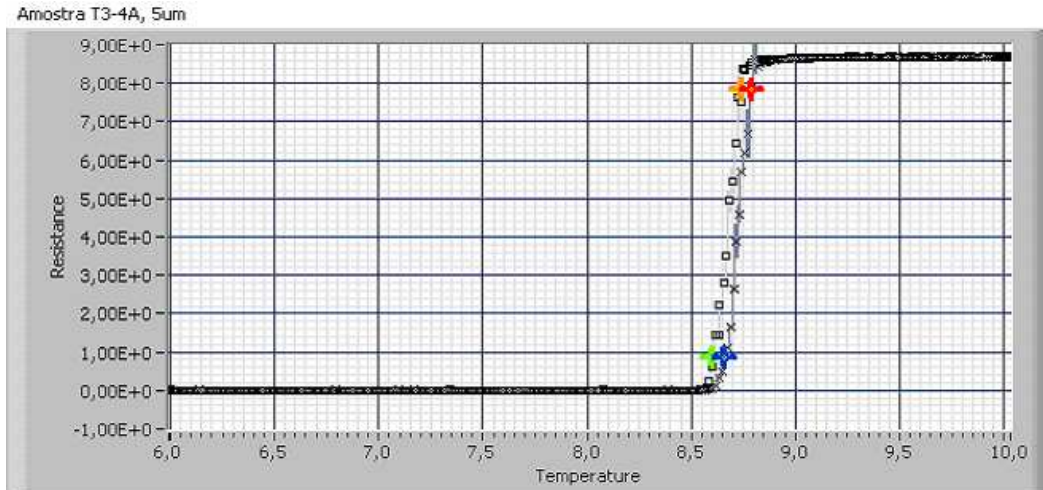


Figura 4.8: Curva de transição de uma microponte típica

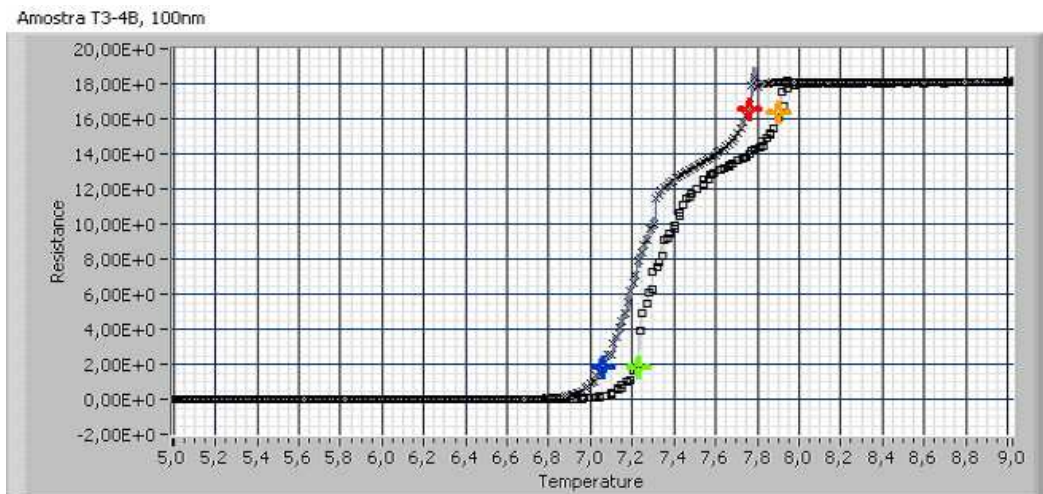


Figura 4.9: Curva de transição com contato térmico pobre e duas T_c 's

Cada gráfico vem acompanhado de uma análise dos parâmetros que podem ser retirados dele. O par de quadros à direita se refere a cada curva, e abaixo do gráfico os parâmetros que se aplicam a ambas. Um exemplo de medida com duas temperaturas de transição é mostrado na figura 4.9. Também é aparente o pobre contato térmico nessa medida, causando uma diferença de 90 mK entre as duas curvas, enquanto tipicamente essa diferença é de 20 a 30 mK.

Nos primeiros testes a T_c era determinada visualmente com uma estimativa do ponto de inflexão do gráfico, o que poderia provocar erros de interpretação. Não há um algoritmo de avaliação de largura de transição universalmente na literatura,

então implementei o mais utilizado e amplamente aceito: a partir da resistência antes da transição, são selecionados os pontos a 90% e 10% dela, verificando suas temperaturas. A distância entre as duas é a largura da transição, e a T_c é o ponto onde a resistência é 50%. Este método apresenta um erro maior se ocorrem duas transições durante a medida.

A tabela 4.4 e o gráfico da figura 4.10 mostram um sumário destes testes, com as T_c 's encontradas em função da largura das micropontes. As posições em branco não chegaram a ser testadas, e as marcadas com um "X" são junções em aberto: algumas durante a fabricação, outras devido a problemas com manipulação ou eletricidade estática.

Tabela 4.4: Temperatura de transição, T_c (K), das micropontes

Largura	Amostra							
	Tamb		T1 (250°C)		T2-1 (350°C)		T3-4 (450°C)	
	A	B	A	B	A	B	A	B
50 nm		6,58		X		X	7,37	X
100 nm	6,52	7,40		X		X	7,78	7,31
200 nm	X	5,33		X	7,42	X	7,15	7,56
500 nm	6,13	X		X	9,89	9,16	7,40	8,03
1 μ m	7,45	7,73		8,50	9,72	9,33	7,72	X
5 μ m	7,60	7,52		9,03		9,73	8,71	X

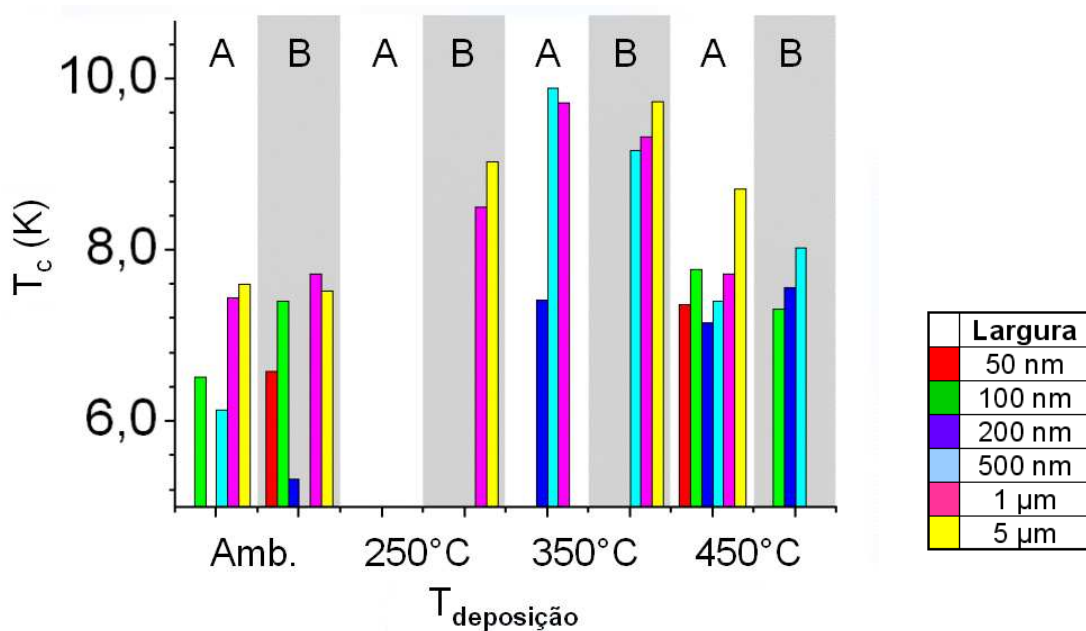


Figura 4.10: Temperatura de transição

As tabelas 4.4 a 4.6 resumizam os resultados. A tabela 4.6 e o gráfico da figura 4.11 mostram consistência entre as larguras estimadas e a resistência medida em quase todas as junções, excetuando-se T2-1A 500 nm e Tamb-B 5 microns. A reprodutibilidade foi particularmente boa entre as amostras Tamb-A, T1-B, T2-1B, T3-4A, e T3-4B, com a resistência medida caindo com o aumento da largura. Isso denota resistividade coerente entre as medidas, evidenciando a eficácia do processo de fabricação. Foram retiradas as junções de 50 e 100 nm, por terem uma estrutura diferente das outras (e portanto, os resultados diferem do padrão seguido).

Tabela 4.5: Resistência a 300K (Ω)

Largura (μm)	Amostra							
	Tamb		T1 (250°C)		T2-1 (350°C)		T3-4 (450°C)	
	A	B	A	B	A	B	A	B
50 nm		80,08		X		X	46,17	X
100 nm	57,95	318,47		X		X	43,07	26,35
200 nm	X	454,83		X	380,32	X	326,01	338,74
500 nm	209,91	X		X	76,50	182,34	167,21	168,43
1 μm	114,5	305,14		60,50	220,59	67,56	80,44	X
5 μm	63,28	20,27		14,00		14,00	18,81	X

Tabela 4.6: Resistência a 300K x Largura da junção⁻¹

Largura ⁻¹ (μm^{-1})	Amostra							
	Tamb		T1 (250°C)		T2-1 (350°C)		T3-4 (450°C)	
	A	B	A	B	A	B	A	B
5,0	X	454,83		X	380,32	X	326,01	338,74
2,0	209,91	X		X	76,50	182,34	167,21	168,43
1,0	114,50	305,14		60,50	220,59	67,56	80,44	X
0,2	63,280	20,27		14,00		14,00	18,81	X

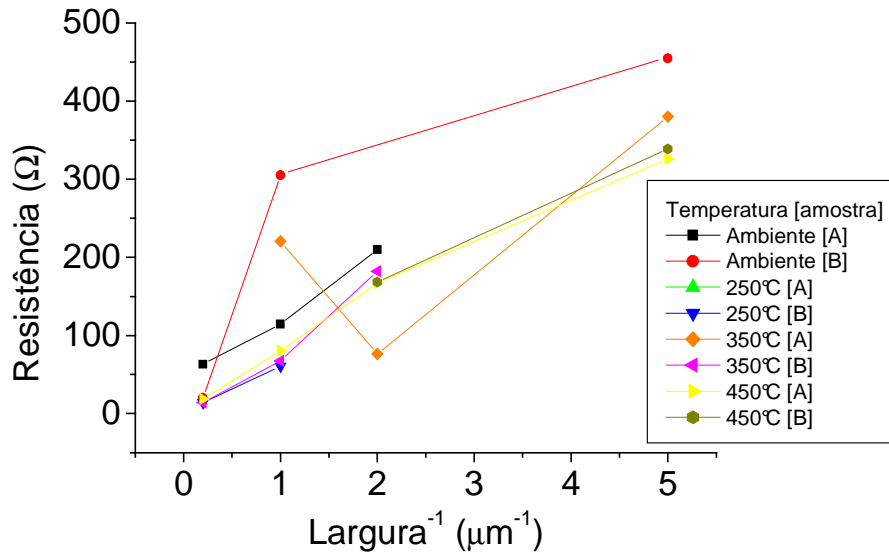


Figura 4.11: Resistência a 300K x Largura da junção⁻¹

Efeito da temperatura de deposição

Observa-se que uma maior T_c é alcançada com as linhas depositadas a 350 °C e uma redução geral de T_c ocorre quando a largura das linhas são menores. As amostras depositadas à 450 °C têm então T_c menor do que as linhas depositadas em 350 °C. Isso pode ser devido a tensões diferentes nas duas amostras. Como o fator de *sticking* no caso do amostra depositada à 450 °C é menor do que o da amostra à 350 °C, a causa dessa inversão de comportamento deve ser devido a uma outra origem, sendo a tensão dentro dos grãos o candidato mais provável. A tensão nos filmes finos de Nb ocorre devido ao crescimento dos grãos cristalográficos ^[28]. Além disso as características cristalinas dos filmes de Nb crescidos sobre SiO₂ em função da temperatura de crescimento mostra vários tipos de comportamento ^[30]. Os filmes de Nb submetidos a uma tensão biaxial forte podem atingir T_c maior do que o T_c do cristal maciço (9.3 K) ^[29]. Submetido a uma pressão hidrostática da ordem de 20 GPa o Nb pode atingir T_c de 10 K ^[31].

Considerando nossas condições de deposição podemos inferir que ocorre uma transição morfológica entre 350 e 450 °C e os filmes devem apresentar grãos com orientações cristalográficas diferentes e conseqüentemente uma tensão diferente. A pureza de um cristal de Nb pode ser obtida com a medida do

coeficiente RRR. Esse coeficiente depende fortemente da resistividade a baixa temperatura a qual é diretamente ligada a concentração de impurezas. Na figura 4 é mostrado o coeficiente RRR dos fios de Nb em função da temperatura de deposição.

Se um cristal de Nb tem majoritariamente impurezas de oxigênio, o que é geralmente o caso pois o Nb tem uma afinidade maior com o oxigênio, o coeficiente RRR vale aproximadamente $(14.5+4.5a)/(4.5a)$, onde a é a concentração atômica em oxigênio do Nb em porcentagem atômica ^[26]. No caso do melhor filme de Nb em termos de T_c (à 350 °C) o qual também tem o maior coeficiente RRR (=3.2) a aplicação numérica direta permite obter uma concentração em oxigênio de 1.5%. Esse resultado não faz sentido porque com essa concentração em oxigênio T_c não poderia atingir os 9 K observados, então deve ter uma contribuição da resistividade importante nas junções entre os grãos. Finalmente a variação de RRR entre as diferentes temperaturas de deposição não foi claramente evidenciada devido ao espalhamento forte dos valores obtidos. Em contrapartida os filmes com T_c maior que o Nb maciço mostram que existe uma presença de deformações elásticas importantes, as quais permitem obter filmes com tal propriedade. As deformações elásticas parecem ser então o parâmetro mais relevante para explicar o comportamento dos filmes (variações de RRR e T_c na figura 4.12). Finalmente os fios feitos a partir do filme depositado à 350 °C são os melhores (maior T_c) e são os mais adaptados para preparar microSQUIDs usando processos de litografia que foi otimizado para aumentar a confiabilidade das nanoestruturas obtidas.

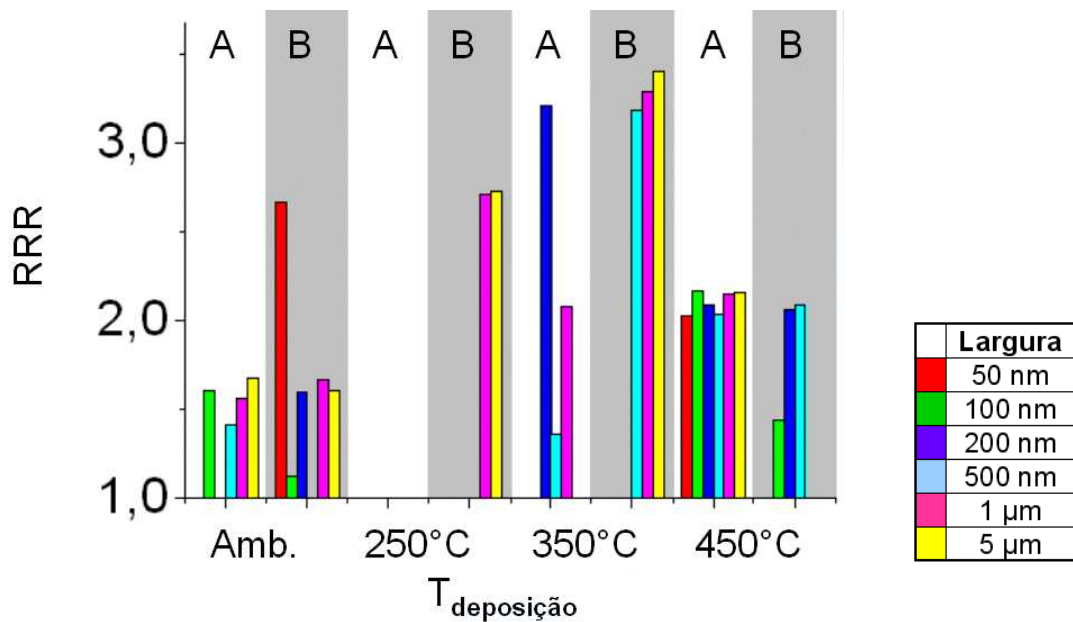


Figura 4.12: RRR das linhas de Nb em função da temperatura de deposição para diferentes larguras

Processo otimizado de litografia

O processo de litografia consiste em dois níveis: no primeiro são feitas as linhas de Nb e no segundo os contatos de ouro. Esses dois níveis de litografia correspondem a 9 etapas esquematizadas na figura 4.13:

- a) deposição do filme de Nb (20 nm) e da camada de proteção Si_3N_4 ;
- b) espalhamento do resiste SNR;
- c) desenho das linhas de Nb com MEV (campo de $200 \times 200 \mu\text{m}^2$);
- d) revelação do resiste;
- e) *plasma etching* do Nb não protegido;
- f) espalhamento de duas camadas dos resistes PMGI e PMMA;
- g) desenho dos contatos de ouro com microscópio de varredura;
- h) revelação dos resistes PMMA e PMGI-SF5;
- i) *sputter etching* da camada de Si_3N_4 e deposição do Ta/Au;
- j) *lift-off* do ouro.

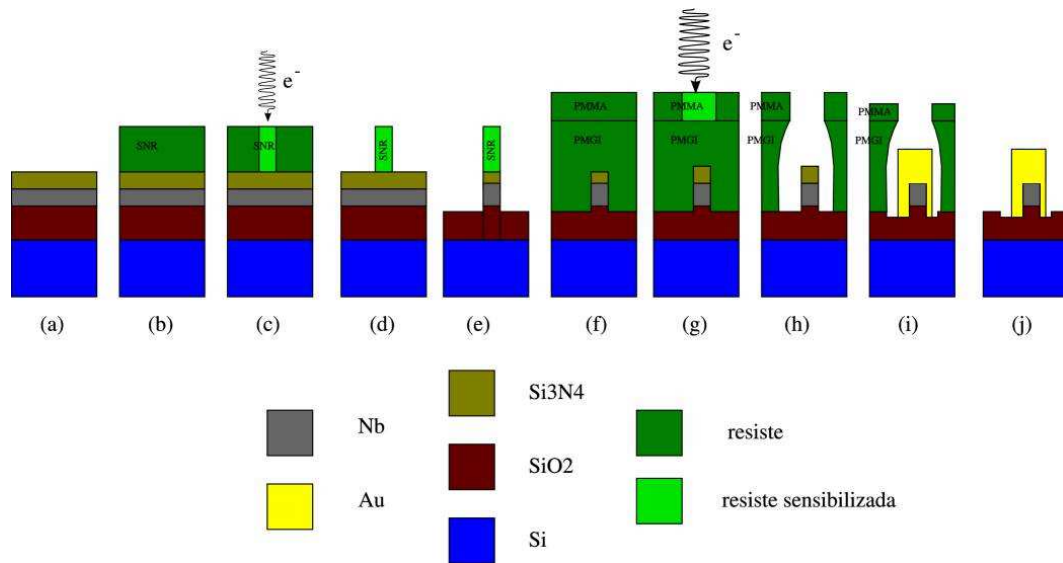


Figura 4.13: Etapas de litografia

As etapas de (a) até (e) correspondem ao primeiro nível de litografia. Na etapa (a), o filme de Nb otimizado é depositado e protegido *in situ* por uma camada de proteção de Si_3N_4 , como descrito previamente. Na etapa (b), uma camada de SNR-200 de espessura 200 nm é colocado por cima do filme de Nb. O resiste SNR é um resiste negativo com amplificação química que permite reduzir a dose de exposição de um fator 3 em comparação do resiste PMMA. As doses são respectivamente $30 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ e $100 \mu\text{C}/\text{cm}^2$. As linhas de Nb são feitas com um campo de varredura de 200 por 200 μm como será usado para litografar os microSQUIDs. Na etapa (c), as linhas/nanoestruturas são desenhadas pelo feixe de elétrons. Na etapa (d), o resiste é revelado depois de um aquecimento pós-exposição que provoca a amplificação química das cadeias de polímeros. Na etapa (e), o filme de Nb não protegido pela máscara formada nas etapas precedentes é atacado por *plasma etching* usando gás SF_6 . E feito o desbaste, logo depois vem o fim do filme de Nb (o *plasma etching* é parado em torno de 10 nm depois do filme de Nb).

O segundo nível de litografia corresponde às etapas (f) até (j). Na etapa (f) é espalhada uma camada de PMGI-SF5 de 500 nm de espessura e uma camada de PMMA de 250 nm de espessura. Na etapa (g), os resistes são expostos ao feixe de elétrons. Na etapa (h), os resistes são revelados usando os dois solventes dos resistes. Na etapa (i), o *sputter etching* da camada de Si_3N_4 é efetuada dentro da

câmara de deposição usando *sputtering* RF que permite desbastar a camada isolante de Si_3N_4 . Em seguida dentro da câmara de deposição, os filmes de Ta e de Ouro são depositados. Na última etapa (j), o *lift-off* é efetuado dentro do solvente dos resists. Depois da etapa (j), é necessário fazer as conexões elétricas com a máquina de micro-soldagem para poder medir a resistividade das linhas de Nb. A figura 4.14 mostra uma fotografia de uma estrutura litografada depois de todas as etapas apresentadas.

Observa-se também que o dispositivo possui conexões elétricas feitas com micro-fios de ouro. Na parte ampliada da fotografia, observa-se os grandes contatos de ouro com os contatos de micro-fios de ouro. Observa-se também quatro cruzeiros que são marcadores de alinhamento dos dois níveis de litografia. O processo de fabricação desenvolvido permite agora realizar estruturas que conservam suas propriedades supercondutoras após todo o processo.

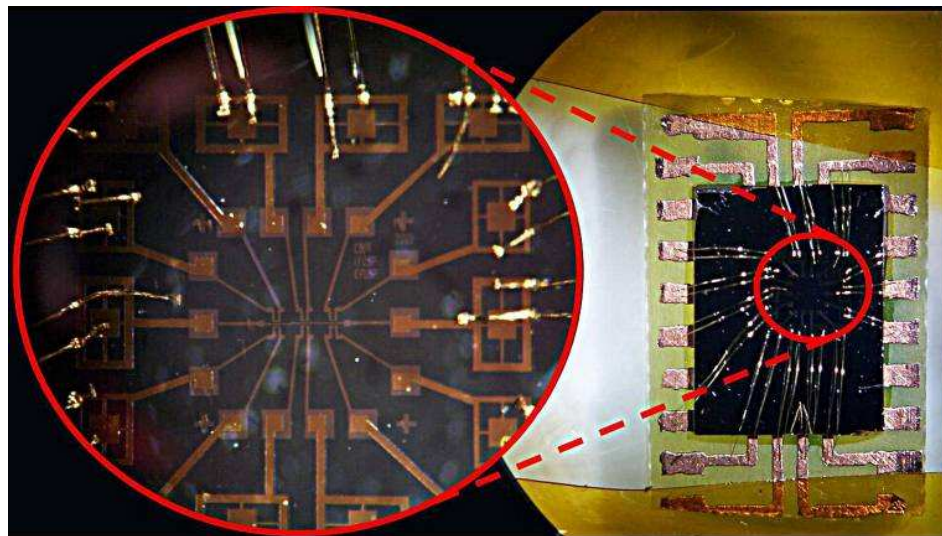


Figura 4.14: Fotografia final do padrão de teste, montado em uma PCI

MicroSQUIDs

A figura 4.15 mostra os primeiros SQUIDs fabricados no início do projeto, que ainda não eram supercondutores, vistos ao microscópio eletrônico de varredura, com o marcador branco medindo $10\ \mu\text{m}$. Os contatos elétricos são quadrados com $4\ \mu\text{m}$ de lado, a área vazada central tem $1.9\ \mu\text{m}$ de lado, e os

braços têm 1 μm de largura, assim como a barra que conecta o anel aos contatos elétricos. As micropontes do SQUID esquerdo têm 50 nm de largura, e o direito foi feito para caracterização e não contém microponte. A indutância não foi medida, mas valores da ordem de alguns picohenries são esperados, baseados em microSQUIDs de dimensões comparáveis apresentados na literatura^[32].

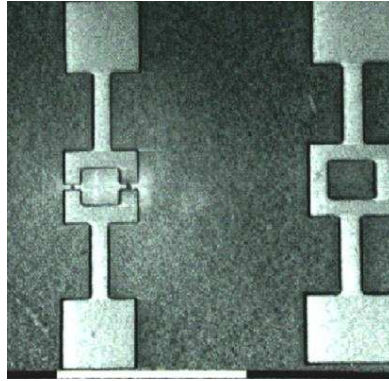


Figura 4.15: Fotografia de um microSQUID por MEV, primeira versão

A estrutura foi ligeiramente modificada nas versões seguintes de microSQUIDs, aproximando as pontes da barra central. Esse desenho é mantido até agora, e a figura 4.16 mostra o detalhe em microscopia de força atômica.

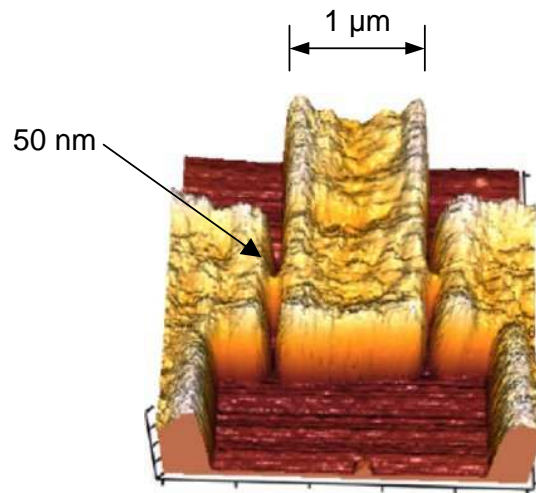


Figura 4.16: Detalhe das pontes de Dayem por MFA, versão atual

A figura 4.17 mostra três fotografias do substrato, ao microscópio óptico, após a litografia do filme de nióbio e aplicação da camada de resiste para a

deposição da camada de ouro. A foto à esquerda mostra o desenho da bobina de ouro (com raio interno de 600 μm e externo de 800 μm) e dos contatos, com 80 μm de lado. As fotos ao centro e à direita mostram maior aproximação, onde pode-se ver o resiste corretamente alinhado com os contatos de nióbio (cores invertidas na figura da direita).

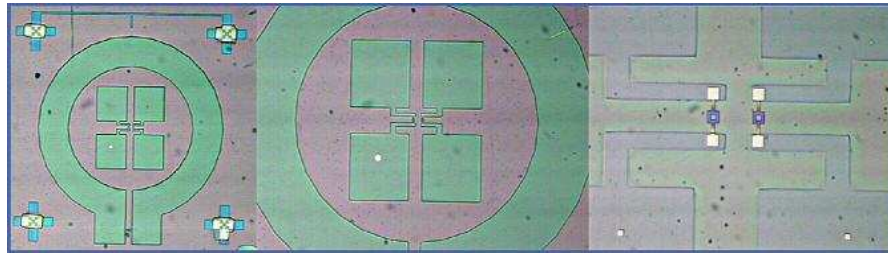


Figura 4.17: Substrato mostrando alinhamento do resiste com microSQUIDs

Após a deposição da camada de ouro e solda dos fios de 20 μm nos contatos, pode-se ver o dispositivo acabado na figura 4.18.



Figura 4.18: SQUID S4 esquerdo e bobina conectados

A lista completa dos SQUIDs produzidos está na tabela 4.7, listando a localização das amostras e as larguras das micropontes, observadas ao MEV. Os selecionados para teste, que foram montados nas PCIs e soldados com fios de ouro estão indicados com uma seta. Para evitar problemas com eletricidade

estática, foram soldados fios de ouro entre os contatos elétricos na PCI, posteriormente removidos no momento dos testes.

Tabela 4.7: SQUIDs fabricados, por amostra, e dimensões das micropontes

Amostra	Dimensões das micropontes (nm)	
	SQUID esquerdo	SQUID direito
Q1	100x100	230x150
Q2	aberto	aberto
Q4	200x100/60	300x50 (*)
→ Q5	140x90	340x90/60
→ Q6	fechado	300x90/60
→ Q8	fechado	150x200
S3	200x200	fechado
S4	150x200	aberto
→ S5	160x130	aberto
→ S6	150x200	120x?
→ S7	OK	150x?
→ S8	OK	aberto

Observações:

- Os SQUIDs selecionados para teste estão indicados com uma seta

(*) Este SQUID particular apresentou resistência anormalmente alta (~103 k Ω), provavelmente devido a contatos semicondutores, e foi rejeitado.

Caracterização dos microSQUIDs

Os dispositivos foram preparados em dezembro de 2005 e janeiro de 2006. No total foram 12 microSQUIDs com micropontes entre 50 e 230 nm. Destes, 6 foram inutilizados na fabricação ou manipulação, 4 outros foram queimados no criostato antes de medir uma corrente crítica, 1 foi medido muito pouco e o último foi medido extensivamente. Esse último era a amostra Q8.

Foram testadas duas configurações diferentes de medidas de correntes críticas, uma usando um gerador de função e um osciloscópio e a segunda usando diretamente um SourceMeter Keithley 2400. Nos dois casos foi usado LabVIEW para controlar a aquisição e gravar os dados.

Com a configuração gerador de função/osciloscópio, o gerador de função age como uma pseudo-fonte de corrente com o uso de uma resistência de 100 Ω em série com o microSQUID (figura 4.19). Uma medida típica de um microSQUID é mostrada na figura 4.23.

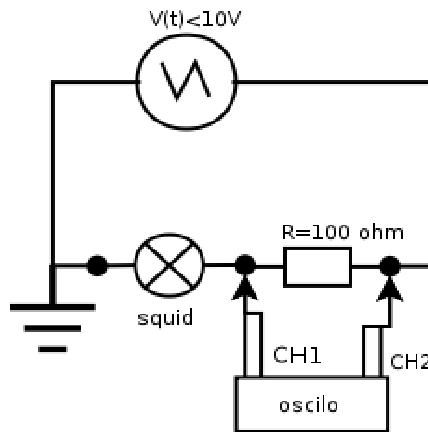


Figura 4.19: Configuração de medida da corrente crítica com osciloscópio e gerador de função

O osciloscópio mede as duas tensões V_{CH1} e V_{CH2} . As curvas $V(I)$ estão reconstituídas, usando as fórmulas seguintes:

$$I_{SQUID} = (V_{CH2} - V_{CH1}) / R$$

$$V_{SQUID} = V_{CH1}$$

As medidas foram feitas usando 100 médias.

Com o SourceMeter Keithley 2400, as medidas $V(I)$ estão feitas diretamente, com o SQUID conectado no Keithley em modo 4 pontos usando a função SWEEP do Keithley 2400.

Cada curva $V(I)$ permite deduzir dois valores de correntes críticas I_c . Para obter a característica do microSQUID, I_c versus o fluxo magnético que atravessa o SQUID, é preciso gerar um campo perpendicular ao microSQUID. O campo foi gerado com bobinas acopladas às amostras usando uma fonte de corrente Keithley 224, com escala de -100 a +100 mA, para injetar a corrente.

Medidas de $I_c(T)$

Uma curva $V(I)$ permite obter 2 valores de I_c , $I_c(\text{up})$ e $I_c(\text{down})$, que são respectivamente I_c quando a corrente está positiva ou negativa. Em torno de 18000 curvas foram medidas com o Keithley 2400 e 55000 com o osciloscópio, em

diferentes valores de campo magnético e temperatura. Uma das medidas do SQUID Q8 a 4.2K, feita com o Keithley 2400, é mostrada na figura 4.20.

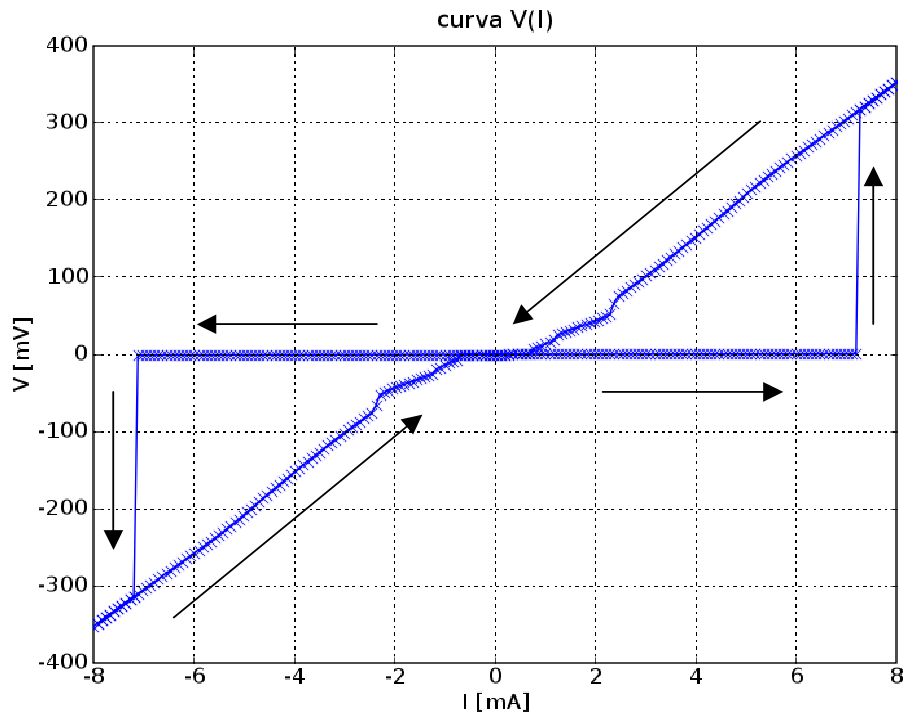


Figura 4.20: Curva V(I) do microSQUID Q8 a 4.2 K, obtida em um Keithley 2400
(as setas indicam o sentido de variação da corrente no tempo)

A corrente crítica extraída da curva I(V) é de aproximadamente 7.2 mA. Com uma espessura de 20nm e uma largura de 200nm do microsquid, a densidade de corrente J_c dentro da ponte de Dayem, a corrente crítica dividida pela área, é da ordem de 10^{12} A/m².

No caso de um filme "fino" ideal (espessura muito inferior ao comprimento de penetração do campo), a densidade de corrente crítica pode ser calculada a partir do campo magnético crítico B_c e comprimento de penetração do campo λ com a seguinte fórmula:

$$J_c = 0.54 \times B_c / (\mu_0 \lambda) = 10^{12} \text{ A/m}^2 \text{ usando } B_c = 0.2\text{T}, \mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}; \lambda \sim 20 \text{ nm}$$

Na literatura, J_c de filmes pode atingir valores da mesma ordem de grandeza $3 \times 10^{11} \text{ A/m}^2$ [33]. O efeito observado se aproxima de um efeito maciço.

A partir das curvas $V(I)$ similares às da curva da figura 4.20, os I_c foram obtidos por software por detecção da ultrapassagem do derivativo $dV(I)/dI$ de um valor escolhido de tal maneira que o ruído da medida não induz uma detecção antes do verdadeiro valor do I_c . A curva $I_c(T)$ obtida assim é mostrada na figura 4.21 no caso de medidas efetuadas a campo magnético aplicado nulo.

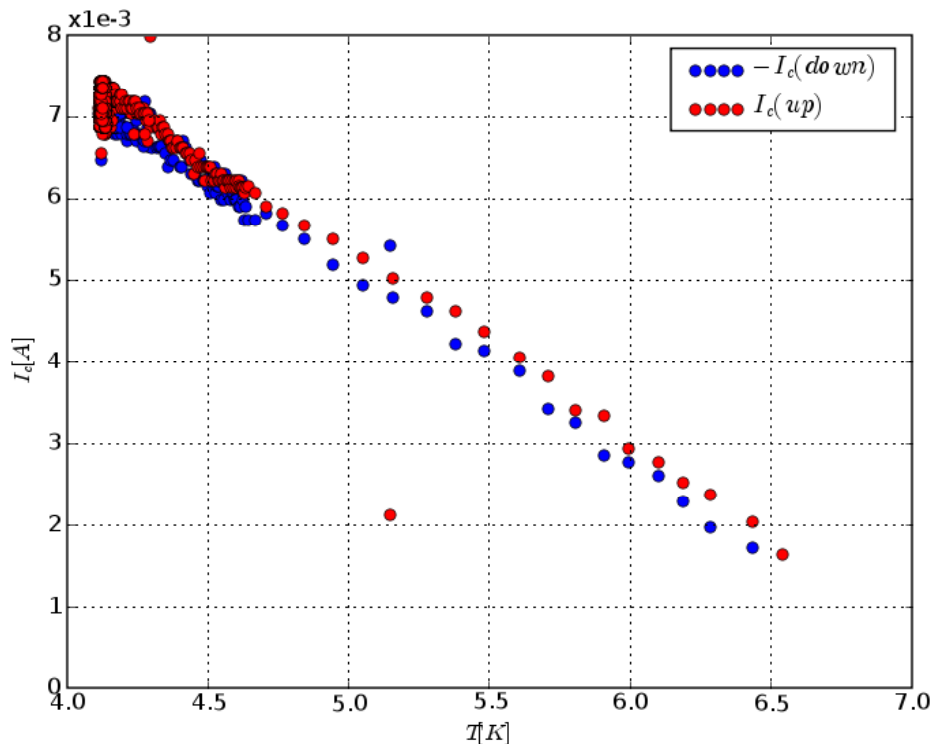


Figura 4.21: Dependência térmica da corrente crítica da amostra Q8 a campo zero

No intervalo medido a dependência da corrente crítica é claramente linear. Num filme supercondutor de espessura inferior ao comprimento de penetração (λ) espera-se que I_c seja a proporcional a $B_c(T)/\lambda(T)$ ou seja a $[(T_c-T)/T_c]^{3/2}$. Essa função tem um comportamento relativamente linear compatível com o que observamos na figura 4.21. O μ SQUID Q8 tem uma T_c de $\sim 6.7\text{K}$ que é confirmado pela observação direta das curvas $V(I)$ a mais alta temperatura.

No caso de um filme granular de Nb o comprimento de coerência é geralmente inferior ao comprimento de coerência do Nb maciço (~50nm), e então em geral menor do que o comprimento da ponte de Dayem o que é o caso da amostra Q8. Nessas condições a curva $I_c(H)$ deve ser mais próxima de uma função triangular do que a senoidal $I_c(0) |\cos(\pi\phi/\phi_0)|$ e os mínimos dessa função não correspondem a $I_c = 0$. O campo máximo gerado pelas bobinas usadas foi atingido com $I_{bob}=100$ mA que deu $195\mu T$ ou $0.38\phi_0$ sabendo que ϕ_0 é equivalente a $515\mu T$. Então o intervalo atingido pela bobina em unidades de ϕ_0 é de -0.38 a $+0.38$.

Medidas de $I_c(H)$

A medida de campo foi conduzida utilizando a bobina descrita na seção 3.1.3. Ela foi projetada originalmente para $8 \Phi_0$ de excursão de campo com uma corrente de -100 a $+100$ mA, os valores mínimo e máximo para a fonte de corrente prevista para este experimento, uma Keithley 224. Devido a dois erros cumulativos, um de cálculo e outro na medida da área do furo do microSQUID, ela alcança menos de $1 \Phi_0$ no total com esta corrente. A geometria correta do furo é um quadrado com $1.9 \mu m$ de lado, visto ao MEV na figura 4.22. O campo magnético necessário para estabelecer um fluxo Φ_0 pelo microSQUID é de $550 \mu T$, o que resulta em 283 mA/ Φ_0 com esta bobina.

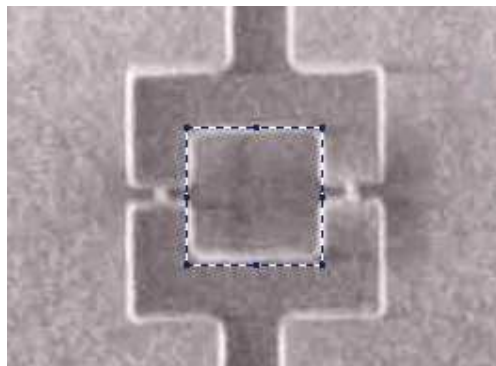


Figura 4.22: Perímetro do furo: $1.9 \mu m$ de lado

Para evidenciar a importância da seleção do *threshold*, tomamos uma medida do SQUID Q8 direito, feita com o osciloscópio a 500 Hz, campo $58.3 \mu T$ ($.206 \phi_0$), nas figuras 4.23 e 4.24. Os gráficos mostrados foram gerados no programa de análise, feito em LabVIEW. Os pontos negros são pontos adquiridos

do osciloscópio, indicando a tensão e a corrente sobre o microSQUID, e a linha cheia representa a derivada. A detecção da transição para o estado normal pode ser conduzida utilizando tanto os valores adquiridos quanto a derivada.

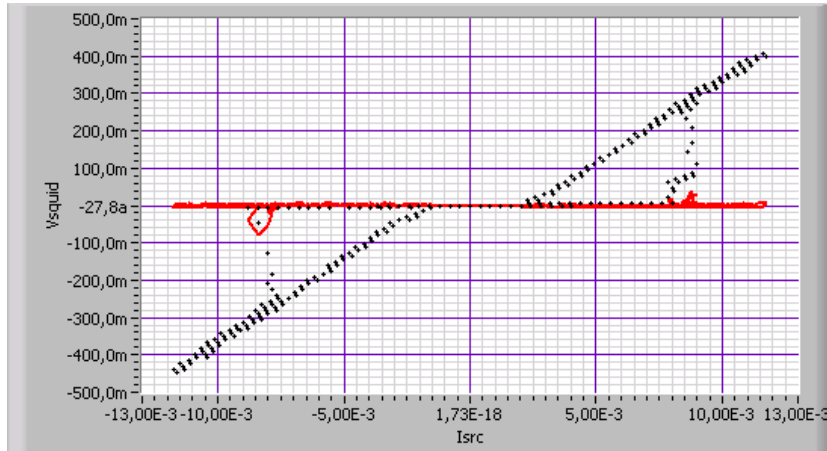


Figura 4.23: Curva IxV típica, SQUID Q8R

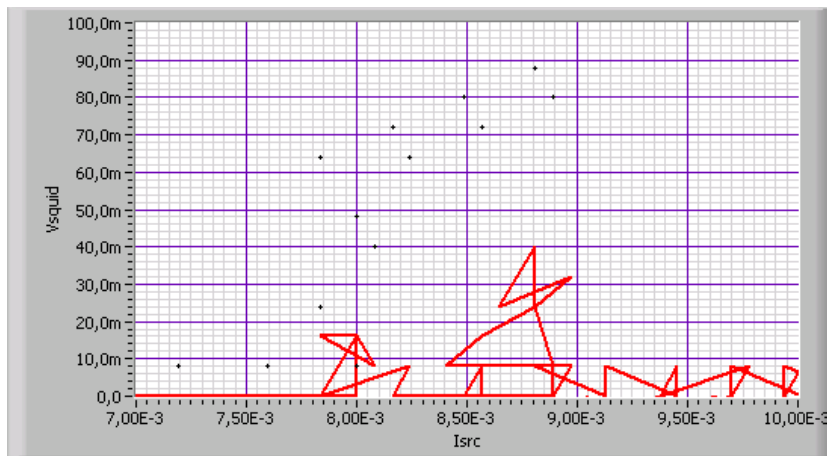


Figura 4.24: Detalhe do gráfico ao lado, mostrando a dupla corrente crítica

Uma aquisição feita com o *threshold* de derivada é mostrada na figura 4.24. Podemos observar que um *threshold* configurado em 40 mV é suficiente para excluir o primeiro salto na resistência observada, detectando o segundo, que leva à curva correspondente a comportamento ôhmico.

Não foram observadas oscilações periódicas conclusivas em nenhuma das medidas. O fato de não ter atingido campos magnéticos superiores a $1 \phi_0$ para

evidenciar as oscilações também dificultou a medida. Uma nova bobina de campo está sendo preparada de tal maneira a maximizar o campo gerado num espaço cilíndrico limitado do criostato sendo usado.

Após estas medidas, o setor de criogenia do CBPF entrou em obras, em fevereiro de 2006. A fabricação foi colocada em compasso de espera até que fosse possível efetuar novas medidas. O fornecimento retornou em novembro de 2006.

4.4. Medidas da interface eletrônica

Dois tipos de medidas foram executados na interface eletrônica: temporização e tensão. As medidas de temporização se destinam à avaliação da maior taxa de aquisição que pode ser atingida, e as de tensão, às conversões de valores dos DACs para unidades de engenharia e avaliação de ruído.

4.4.1. Medidas de temporização

A função central do condicionamento de sinal é gerar uma rampa, onde o número de passos é a nossa resolução, na frequência de aquisição desejada. O fator limitante aqui é o tempo de acomodação do DAC da rampa, quando o seu valor é mudado. Pelo *datasheet*, esse valor é de 8 μ s para estabilizar em $\pm 0.003\%$ da escala (2 LSBs, ou 100.7 μ V em uma escala de 3.3V), quando o passo corresponde a uma mudança de 0x0200 a 0xFD00. Para mudanças menores no valor, o tempo de acomodação também é reduzido.

Para quantificar esse parâmetro, avaliamos a menor resolução desejada, que resulta no maior passo e tempo de acomodação. Um caso extremo seria uma rampa com resolução de apenas 16 passos, onde cada passo do DAC é de 4096 códigos (hexa 0x1000), o que corresponde na escala atual a 206 mV.

Os dois testes mostrados ilustram o tempo de acomodação observado adquirindo o sinal no osciloscópio, comparado com o tempo que o *firmware* demora por passo da rampa. A figura mostra o sinal lido na saída do DAC, junto ao programa original em linguagem C, e o código gerado em linguagem *assembly*. O primeiro teste implementa o código usual para uma rampa no passo e valor máximo especificados. Dentro do bloco condicional (*if*) entra o código de saída do laço ou reinicialização (*reset*), que não foi inserido neste teste. O segundo usa o

código mínimo para uma rampa infinita, especificando apenas o passo e sem nenhuma condicionalidade.

O tempo de acomodação do DAC é estimado em aproximadamente 3 μ s, compatível com o tempo de execução do *firmware*, como demonstrado no teste 2 (figura 4.26). Portanto não há necessidade de considerar o tempo de 8 μ s citado no *datasheet*, pois a mudança no valor final do DAC é muito menor. Considerando o código da aplicação (teste 1, figura 4.25) com uma rampa limitada, o ganho é de quase 20%. Como a condicionalidade não pode ser removida, para aumentar a freqüência de aquisição uma alternativa é elevar a freqüência de processamento para 29 MHz. Qualquer melhoria além desse ponto implicaria na troca do DAC utilizado, pois o programa não deve alterar o valor do DAC antes que este se estabilize.

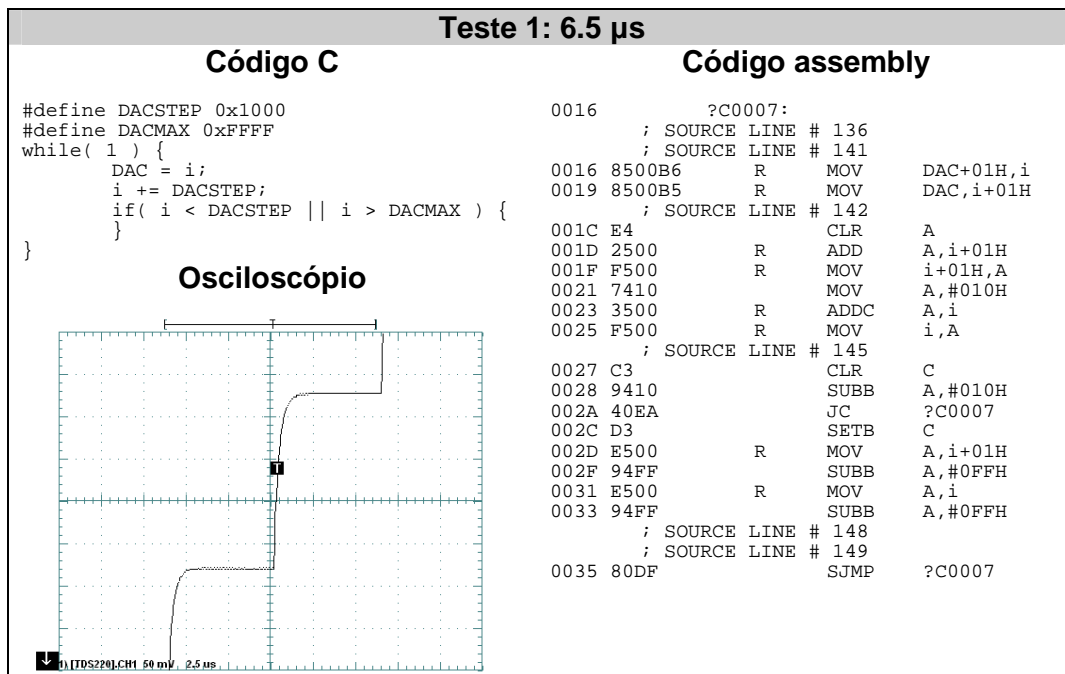


Figura 4.25: Código utilizado para o teste 1 e leitura no osciloscópio

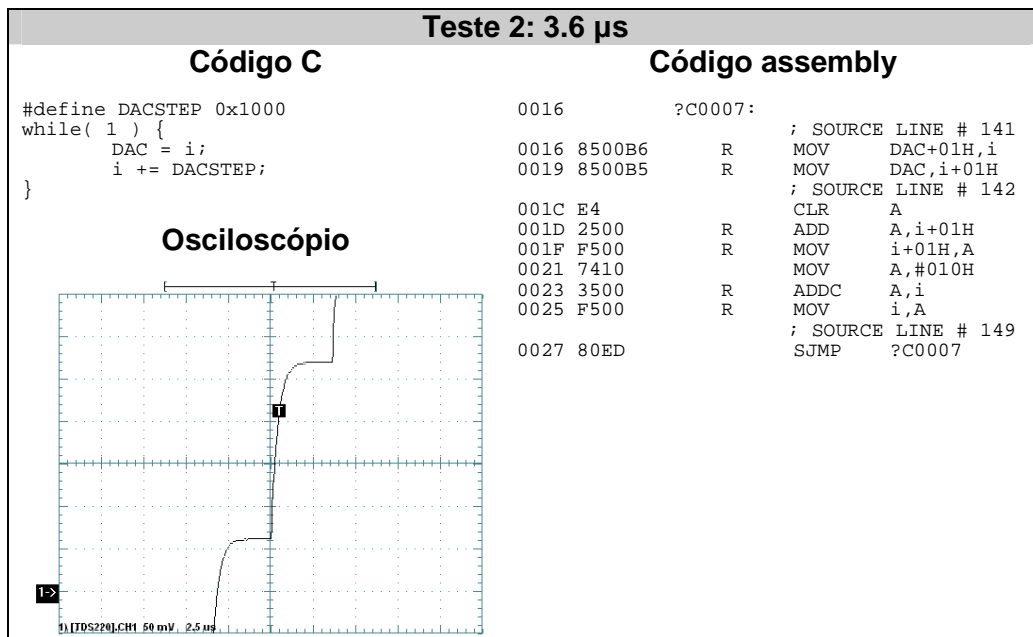


Figura 4.26: Código utilizado para o teste 2 e leitura no osciloscópio

4.4.2. Medida de nível de tensão

Foram realizadas medidas de nível DC em todos os DACs, para avaliação das características de ganho e ruído medidos em cada conversor digital-analógico. O método para avaliação do número efetivo de bits (ENOB), envolve a aquisição de um código fixo do DAC. Fazendo um histograma da tensão gerada, e dividindo o valor observado para o desvio padrão, temos o ruído RMS em LSBs. Subtraindo este valor do número de bits do conversor temos o ENOB.

Medidas de *threshold* em AC

Para a estimativa do ruído na tensão de *threshold*, o método usado foi adquirir 2500 pontos em um osciloscópio Tektronix TDS220 no modo AC, e o *threshold* em 0V. Os dados foram importados no programa Microcal Origin, e feito um ajuste de curva gaussiana. A razão da largura a meia altura da curva pelo desvio padrão é um fator 2.35^[35].

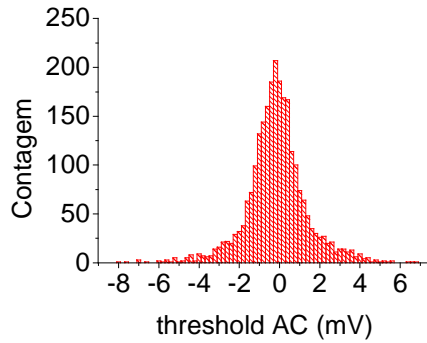


Figura 4.27: Histograma do *threshold* em AC (largura das colunas: 0.2 mV)

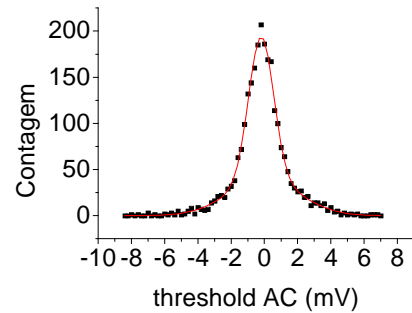


Figura 4.28: Ajuste de curva gaussiana

Medidas de *threshold* em DC

Para a medida de ganho e offset da tensão de comparação, a resposta foi medida utilizando o software de medida em LabVIEW com o *threshold* configurado em 5 pontos (em hexadecimal, 0x0000, 0x4000, 0x8000, 0xC000, 0xFFFF), com 5000 medidas por ponto, onde cada medida é a média de 16 leituras, perfazendo 80000 leituras por ponto.

Sintetizando estas medidas, o gráfico resultante (figura 4.29) mostra uma resposta com boa linearidade, com 52 μV por código do DAC e *offset* de -49.7 mV. A barra de erro corresponde a um desvio padrão.

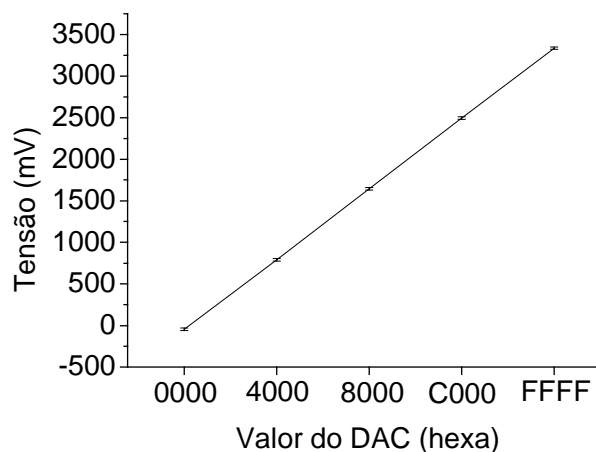


Figura 4.29: Resposta do DAC de *threshold*

Medidas de Saída do Pré-amplificador

Seguindo o mesmo método para verificar a tensão de disparo do comparador na rampa, na saída do pré-amplificador, de acordo com o threshold configurado, na tabela 4.8.

Tabela 4.8: Comparação da saída do pré-amplificador

DAC <i>threshold</i>		Preamp (mV)	σ (mV)
decimal	hex		
8192	2000	955.1	4.0
16384	4000	1919.0	1.5
24576	6000	2869.6	2.0
32768	8000	3829.2	3.9
40960	A000	4788.1	1.5

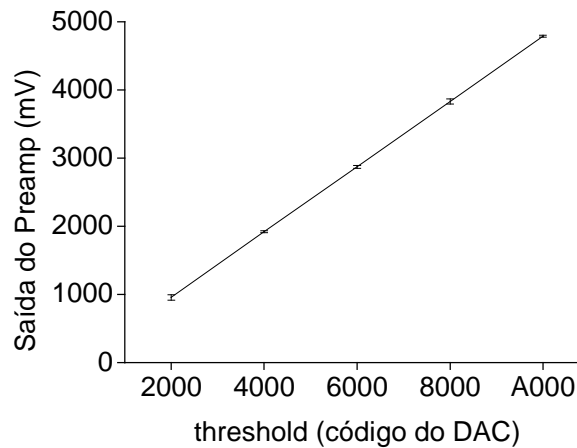


Figura 4.30: Saída do pré-amplificador versus *threshold*

Medidas do DAC de rampa de corrente

Os testes do DAC da rampa de corrente foram realizados sobre um resistor de 146 ohms, equivalente à dos microSQUIDS testados até o momento, com 30000 medidas, corrente de 100 μ A, e freqüência de aquisição de 200 Hz. A escala testada com um resistor em série de 1775 Ω . O DAC tem um fundo de escala de 3300 mV e um LSB de 50 μ V. Os resultados do teste são mostrados na tabela 4.9.

Tabela 4.9: Escala e ruído no DAC da rampa de corrente

Parâmetro	$R_s=1775 \Omega$
LSB	50 μV
Fundo de escala	1.72 mA
Resolução do DAC (corrente)	28 nA
Ruído (LSB)	2.3
ENOB	13.7 bits
Ruído (corrente)	61 nA
Resolução do método	$\sim 1:10^4$

Considerada a relação sinal-ruído na escala inteira de corrente, a resolução estimada é de 13.7 bits, aproximadamente $1:10^4$. A instrumentação eletrônica hoje atinge uma frequência de leitura de 200 Hz com resolução de uma parte em 10^3 da escala usada.

5. Conclusão

Neste trabalho acompanhei etapas importantes da fabricação de filmes finos de nióbio e da litografia de estruturas mesoscópicas nestes filmes, incluindo micropontes de largura com largura da ordem de 50 nm e microSQUIDs com 4 μm de largura. Fui responsável pelo software e hardware de caracterização dos filmes, junções, e primeiros protótipos. Projetei e implementei o *hardware*, *firmware* e *software* da interface de controle e análise dos resultados.

A caracterização mostra que as amostras fabricadas contendo filmes finos de nióbio estruturados e contatos de ouro alcançaram parâmetros adequados. Temperaturas críticas acima de 9 K e correntes críticas compatíveis com a literatura foram alcançadas em estruturas de até 500 nm. Mesmo nas estruturas de 50 e 100 nm, as T_c medidas foram superiores a 6.5 K, ainda suficiente para apresentar propriedades supercondutoras estáveis na temperatura do hélio líquido, a 4.2 K. Foram ultrapassadas as dificuldades causadas por impurezas, oxidação e baixa aderência dos filmes. Nos últimos testes foram produzidos microSQUIDs, mas os testes ainda não foram conclusivos em determinar sua funcionalidade.

A interface eletrônica para estes dispositivos também foi projetada e realizada, abrangendo o condicionamento de sinal, controle e comunicação com um computador PC por interface USB através de protocolo próprio. O programa de controle de experimento e aquisição de dados desenvolvido em LabVIEW permite

ao usuário ajustar parâmetros do teste e visualizar o resultado em tempo real, gravando os dados em disco para processamento posterior. Da mesma forma, essa facilidade está disponível nos programas desenvolvidos para caracterização e análise de temperatura e corrente críticas.

Devido a não ter havido ainda uma verificação plena da periodicidade da corrente crítica dos microSQUIDs em função do campo, não é possível determinar a resolução em campo ou energia dos transdutores e do sistema, ou identificar fatores limitantes. Uma perspectiva para o aperfeiçoamento da interface eletrônica é aumentar sua resolução e frequência de aquisição. Atualmente a aquisição na resolução máxima estimada ($\sim 10^4$) acarretaria uma correspondente diminuição da frequência de aquisição, portanto esta pode ser melhorada pela adição de um circuito lógico programável (FPGA, *Field Programmable Gate Array*) e de um DAC rápido externos ao microcontrolador, implementados no módulo de condicionamento de sinal da instrumentação atual.

A perspectiva para os próximos testes é mapear a característica de transferência $\Phi \times I_c$ dos microSQUIDs hysteréticos, e medir sua periodicidade. Com isso teremos desenvolvido um dispositivo funcional, e quando o processo atingir a reprodutibilidade, eles estarão disponíveis para o uso em experimentos de nanomagnetismo.

Entre as aplicações possíveis para os microSQUIDs estão medidas de magnetização de partículas mesoscópicas, com dimensões da ordem de 1 μm , a serem colocadas sobre os braços do SQUID. Quando a partícula for magnetizada por um campo perpendicular ao dispositivo, suas linhas de campo podem penetrar o anel e gerar uma resposta mensurável. A perspectiva futura é integrar diversos dispositivos em uma matriz uni- ou bidimensional, permitindo a observação do comportamento magnético ao longo de linhas de novos materiais, nanotubos de carbono, ou filmes.

Pretendo continuar trabalhando com SQUIDs, e se possível colaborando com o laboratório no sentido de aperfeiçoar a interface eletrônica e os programas utilizados. Devido aos conhecimentos adquiridos ao longo do mestrado, foi possível obter uma bolsa de doutorado do CNPq para trabalhar na Universidade de Tübingen, Alemanha, com magnetoencefalografia fetal, uma aplicação que

utiliza uma matriz de SQUIDs para mapear os campos biomagnéticos fetais em gestantes.

6. Bibliografia

- [1] GALLOP, J. C., *SQUIDS, the Josephson Effects, and Superconducting Electronics*. IOP Publishing Ltd (1991)
- [2] KITTEL, Charles, *Introduction to Solid State Physics, 7th Edition*, 1996
- [3] TINKHAM, M., *Introduction to Superconductivity*. McGrawHill (1975)
- [4] GINZBURG, V. L., ANDRYUSHIN, E. A., *Superconductivity*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. (1994)
- [5] REZENDE, S. M., *A Física de Materiais e Dispositivos Eletrônicos*, Editora da Universidade Federal de Pernambuco (1996)
- [6] ORLANDO, T., DELIN, K., *Foundations of Applied Superconductivity*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc (1991)
- [7] SWANN, S., *Magnetron Sputtering*, Phys. Technol. 19 (1988) p. 67-75
- [8] STUART, R. V., *Vacuum Technology, Thin Films, and Sputtering*, Academic Press, Inc. (1983)
- [9] IF-USP, Instituto de Física da Universidade de São Paulo, *Microscopia Eletrônica de Varredura*. Disponível em: <<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>>. Acesso em: 6 de setembro de 2006
- [10] CNTUW, Center for Nanotechnology at University of Washington, *Electron Beam Lithography at the Center for Nanotechnology*. Disponível em: <<https://depts.washington.edu/ntuf/facility/docs/e-beamlith.pdf>>. Acesso em: 6 de setembro de 2006
- [11] KITCHIN, C., COUNTS, L., *A Designer's Guide To Instrumentation Amplifiers (2nd Edition)*, Analog Devices Incorporated, 2004. Disponível em: <http://www.analog.com/UploadedFiles/Associated_Docs/404380967COMPLETE_IN_AMP_GUIDE.pdf>. Acesso em: 23 de agosto de 2006.
- [12] NASH, E., *A Practical Review of Common Mode and Instrumentation Amplifiers*, Analog Devices Incorporated, (1998/1999). Disponível em: <http://www.analog.com/library/techArticles/amplifiersLinear/Common.pdf>. Acesso em: 23 de agosto de 2006.

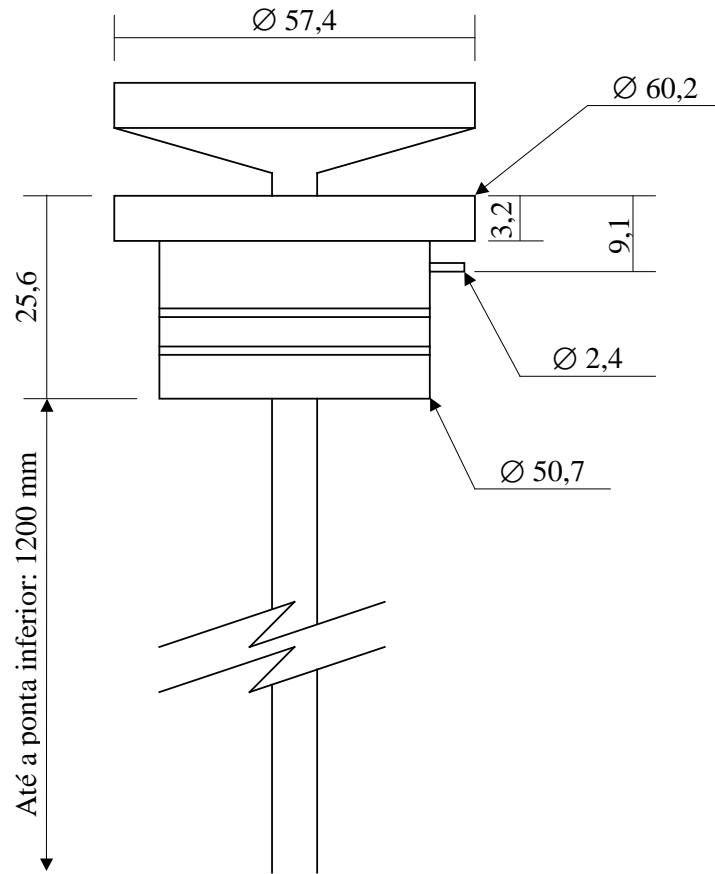
- [13] Texas Instruments Incorporated, *INA217 Datasheet*, 2002. Disponível em: <<http://www-s.ti.com/sc/ds/ina217.pdf>>. Acesso em: 28 de junho de 2004
- [14] MENDONÇA, A., ZELENOVSKY, R., *PC: Guia Prático de Hardware e Interfaceamento*, 3ª Edição. MZ Editora Ltda (2002)
- [15] Texas Instruments Incorporated, *TUSB3410 Data Manual*, 2003. Disponível em <<http://www-s.ti.com/sc/ds/tusb3410.pdf>>. Acesso em: 13 de setembro de 2004
- [16] USB Implementers Forum, *Universal Serial Bus Revision 2.0 specification*, 2000. Disponível em: <http://www.usb.org/developers/docs/usb_20_05122006.zip>. Acesso em: 22 de agosto de 2006
- [17] USB Implementers Forum, *Pull-up/pull-down Resistors Engineering Change Notice*, 2002. Disponível em: <http://www.usb.org/developers/docs/resistor_ecn.pdf>. Acesso em: 22 de agosto de 2006
- [18] ZIMMERMANN, J. E., *SQUID instruments and shielding for low-level magnetic measurements*. Journal of Applied Physics **48** (1977) p. 702-10
- [19] RICH, A., *Application Note AN-347: Shielding and Guarding*, Analog Devices Inc., 1983. Disponível em: <http://www.analog.com/UploadedFiles/Application_Notes/41727248AN_347.pdf>. Acesso em: 6 de fevereiro de 2004
- [20] LIKHAREV, K. K., *Superconducting weak links*. Reviews of Modern Physics **51** (1979) p. 101-59
- [21] RICH, A., *Application Note AN-346: Understanding Interference Type Noise*, Analog Devices Inc., 1982. Disponível em: <http://www.analog.com/UploadedFiles/Application_Notes/428462123AN346.pdf>. Acesso em: 13 de setembro de 2006.
- [22] TRIPPE, S. C., Pôster apresentado na European School On Nanosciences & Nanotechnologies 2006 (ESONN2006)
- [23] KOCH, C. C., SCARBROUGH, J. O., KROEGER, D. M., *Effects of interstitial oxygen on the superconductivity of niobium*, Physical review B **9** 888 (1974)

- [24] JISRAWI et al., *Reversible depression in the T_c of thin Nb films due to enhanced hydrogen adsorption*, Physical review B 58, 6585 (1998)
- [25] IMAMURA, T., SHIOTA T., HASUO, S., *Fabrication of high quality Nb/AlOx-Al/Nb Josephson junctions*, IEEE Transaction on applied superconductivity 2, 1051-8223 (1992)
- [26] MALEV, M. D., Weisser, D. C., *Oxygen desorption during niobium sputtering for superconducting RF accelerators*, Nuclear Instruments and methods in Physics Research A364, 409 (1995)
- [27] HALBRITTER J., *On the oxidation and on the superconductivity of niobium*, Applied Physics A 43, 1 (1987)
- [28] MURAKAMI M., TADASHI Y., *Strain in evaporated Nb thin films*, Journal of Applied Physics 57, 211 (1985)
- [29] BOOI et al., *Intrinsic stress in DC sputtered niobium*, IEEE Transaction on Applied Superconductivity 3(2), 3029 (1993)
- [30] LI, B., KOJIMA, I., *Growth of Nb thin films on SiO₂*, Applied Surface Science 169-170, 371 (2001)
- [31] STRUZHUKIN, V. V. et al., *Superconducting T_c and Electron-Phonon Coupling in Nb to 132 GPa: Magnetic Susceptibility at Megabar Pressures*, Physical Review Letters 79, 4262 (1997)
- [32] BOUCHIAT, V. et al, *Josephson junctions and superconducting quantum interference devices made by local oxidation of niobium ultrathin films*, Appl. Phys. Lett. 79, 123 (2001)
- [33] FAUCHER, M. et al. *Niobium and niobium nitride SQUIDs based on anodized nanobridges made with an atomic force microscope*, Physica C 368, 211-217 (2002)
- [34] MORITZ, J. et al., *Temperature dependence of the chemical short-range order in undercooled and stable Al-Fe-Co liquid*, Europhys. Lett. 65, 123 (2004)
- [35] NÓBREGA, R. A., *FEET - Sistema de Caracterização e Teste da Eletrônica de Aquisição de Sinal dos Detectores de Múons MWPC do*

LHCb, Dissertação de Mestrado, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (2003)

- [36] KITCHIN, C., COUNTS, L., GERSTENHABER, M., *Application Note AN-671: Reducing RFI Rectification Errors In In-Amp Circuits (Rev.0)*, Analog Devices Inc. Disponível em: <http://www.analog.com/UploadedFiles/Application_Notes/5731282210277AN671_0.pdf>. Acesso em: 14 de janeiro de 2004.
- [37] BROKAW, P., BARROW, J., *Application Note AN-345: Grounding for Low- and High Frequency Circuits*, Analog Devices, 1989. Disponível em: <http://www.analog.com/UploadedFiles/Application_Notes/698455131755584673020828AN_345.pdf>. Acesso em: 14 de novembro de 2003
- [38] BROKAW, P., *Application Note AN-202: An IC Amplifier User's Guide to Decoupling, Grounding, and Making Things Go Right for a Change (Rev. B)*, Analog Devices Inc. Disponível em: http://www.analog.com/UploadedFiles/Application_Notes/135208865AN-202.pdf. Acesso em: 9 de fevereiro de 2004

Anexo I: Suporte de inserção (*insert*)



Anexo II: Caixa blindada

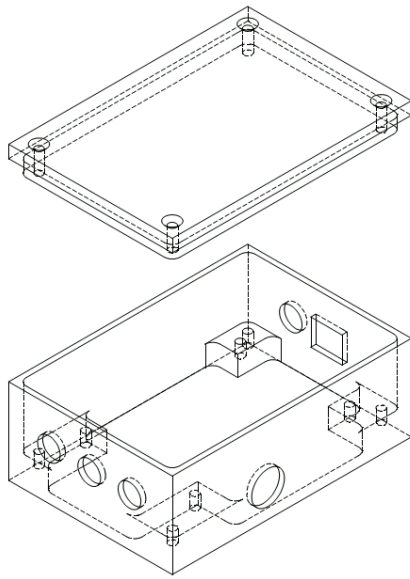


Figura II.1: Vista isométrica

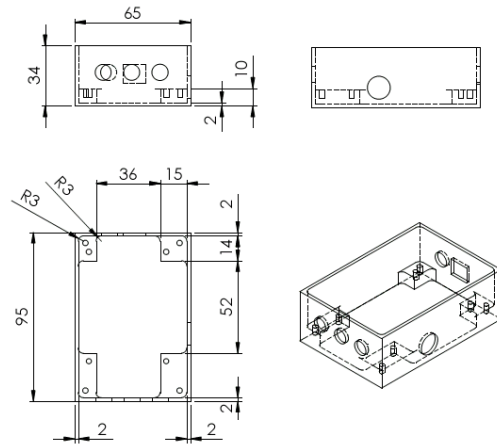


Figura II.2: Usinagem

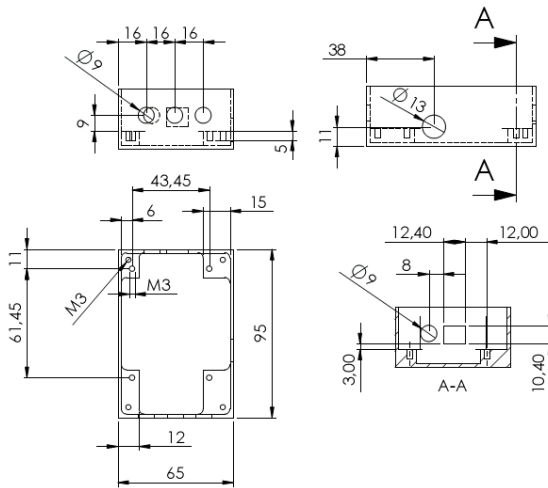


Figura II.3: Furação

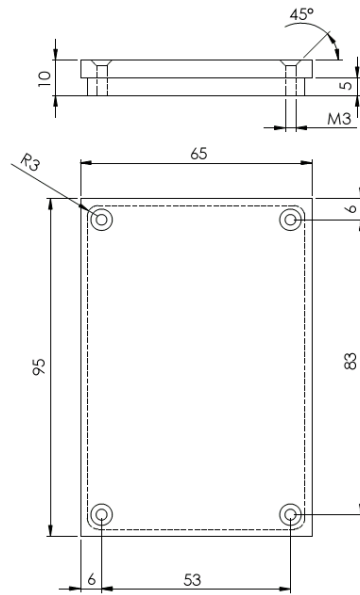


Figura II.4: Tampa

Anexo III: Conexões

Insert

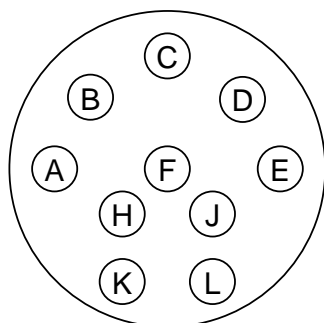


Figura III.1: Conector Oxford de 10 pinos, macho

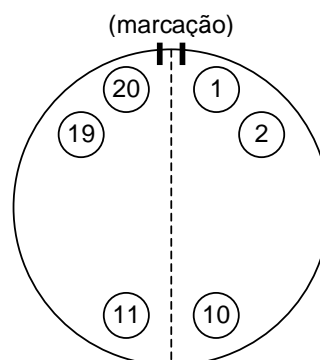


Figura III.2: Disco de interconexões

Tabela III.1: Pinagem dos conectores no criostato

	Amostra	Disco	Oxford		LEMO
			Letra	Pino	
Sensor de temperatura	V+	01	B	L	
	V-	02	B	K	
	I-	06	B	E	
	I+	08	B	C	
	Heater	09	B	B	
	Heater	10	B	A	
Amostra	I+	11	A	L	1
	V+	12	A	K	4
		13	A		
		14	A		
		15	A		
		16	A		
	V-	17	A	D	3
	I-	18	A	C	2
		19	A		
		20	A		

Observações: no conector B, os pinos C e K estão do mesmo lado (+ ou -), e os pinos E e L, do outro lado (- ou +); mas qual é V e qual é I não é fixo, foi arbitrado.

Caixa: Conector LEMO de 4 vias

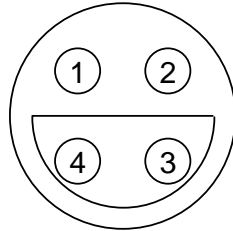


Figura III.3: Cabo, frente

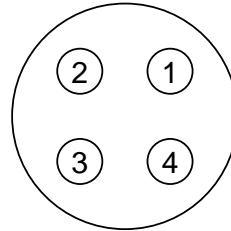


Figura III.4: Cabo, verso

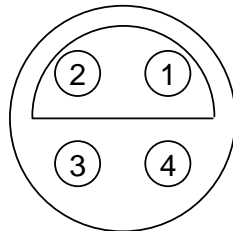


Figura III.5: Plate, frente

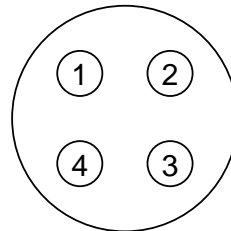


Figura III.6: Plate, verso