

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

# PATENTCHRIFT

(19) **DD** (11) **249 355 A1**

4(51) H 01 L 27/18  
H 01 L 39/16  
G 01 K 15/00

**AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

---

(21) WP H 01 L / 290 305 4 (22) 16.05.86 (44) 02.09.87

---

(71) Friedrich-Schiller-Universität Jena, 6900 Jena, August-Bebel-Straße 4, DD  
(72) Fellmuth, Bernd, Dr.; Rudloff, Hartmut; Köhler, Hans-Joachim, Dipl.-Phys.; Blüthner, Klaus, Dipl.-Phys., DD

---

(54) **Supraleitendes Fixpunktelement**

---

(57) Die Erfindung betrifft ein supraleitendes Fixpunktelement, das insbesondere für die Thermometrie und Kalorimetrie im Tieftemperaturbereich geeignet ist. Das Fixpunktelement soll mit vergleichsweise geringem Aufwand herstell- und anwendbar sein und in Thermometer eingeschlossen werden können. Die Lösung dieser Aufgabe gelingt mit einem Fixpunktelement, das erfindungsgemäß aus mindestens einer auf einem Substrat angeordneten supraleitenden Schicht und Anschlüssen zur resistiven Messung des Supraleitungsüberganges der Schicht besteht. Es können auf dem Substrat mehrere aus dem gleichen oder unterschiedlichen Materialien bestehende Schichten über- oder nebeneinander angeordnet sein. Das Substrat kann aus Si, SiO<sub>2</sub> oder Saphir, die supraleitende Schicht aus Nb, V, Ta, Mo, Pb, Al, Cd, Zn oder I<sub>n</sub> bestehen.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

## **Erfindungsanspruch:**

1. Supraleitendes Fixpunktelement, **dadurch gekennzeichnet**, daß es aus mindestens einer auf einem Substrat angeordneten supraleitenden Schicht und Anschlüssen zur resistiven Messung des Supraleitungsüberganges der Schicht besteht.
2. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es bis zu zehn aus dem gleichen Material bestehende supraleitende Schichten enthält, die auf dem Substrat nebeneinander oder unter Zwischenschaltung isolierender Schichten übereinander angeordnet sind.
3. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mehrere supraleitende Schichten aus unterschiedlichen Materialien, die auf dem Substrat neben- oder übereinander angeordnet sind, enthält.
4. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 1 oder 2 und/oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß mehrere Elemente miteinander kombiniert sind.
5. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Substrat aus Si, SiO<sub>2</sub> oder Saphir besteht.
6. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die supraleitende Schicht aus Nb, V, Ta, Mo, Pb, Al, Cd, Zn oder In besteht.
7. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente vakuumdicht in einer mit Austauschgas gefüllten Kapsel untergebracht sind.
8. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente fest mit einem Temperatursensor verbunden sind.
9. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente gemeinsam mit dem Temperatursensor in einer Kapsel untergebracht sind.
10. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente gemeinsam mit dem Temperatursensor auf einem Substrat angeordnet sind.
11. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente mit Vorrichtungen zur Messung von Wärmewiderständen bzw. Temperaturdifferenzen verbunden sind.
12. Supraleitendes Fixpunktelement nach Punkt 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Element bzw. die Kombination mehrerer Elemente mit Vorrichtungen zur Messung von thermischen Zeitkonstanten verbunden sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

## **Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein supraleitendes Fixpunktelement. Sein Hauptanwendungsgebiet liegt auf dem Gebiet der Thermometrie und Kalorimetrie im Tieftemperaturbereich in der angewandten und Grundlagenforschung (z. B. Materialentwicklung und Kryoelektronik) und im industriellen Einsatz (z. B. Charakterisierung von Halbleitermaterialien).

Temperaturfixpunkte sind auch für praktische Temperaturmessungen mit mittlerem Genauigkeitsniveau, d. h. also mit einer Unsicherheit  $< 0,1$  K, von großer Bedeutung, da bekannte praktische Temperaturfühler nicht die notwendige Langzeitstabilität der Anzeige von 50 mK besitzen. Daraus folgt die Notwendigkeit einer regelmäßigen Überprüfung der Stabilität. Ebenso wichtig ist die Bestimmung der aus den jeweiligen Meßbedingungen resultierenden Temperaturmeßfehler unter Anwendung von Fixpunktelementen.

## **Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Im Tieftemperaturbereich ist die Anwendung von Tripelpunkten und Siedepunkten kryogener Gase als Temperaturfixpunkte bekannt (Metrologia, 12 [1976]; Metrologia, 15 [1979], 57).

Das gleiche gilt für die Anwendung von Supraleitungsfixpunkten auf der Basis massiver supraleitender Proben (Cryogenics, 20, [1980], 193; Metrologia, 21 [1985], 169).

Die Realisierung derartiger Fixpunkte erfordert aufwendige experimentelle Einrichtungen, mit deren Hilfe nur in Ausnahmefällen eine in-situ-Kalibrierung von Temperaturfühlern angenommen werden kann.

Soll eine Meßeinrichtung für die Darstellung von Supraleitungsfixpunkten unter Verwendung massiver supraleitender Proben realisiert werden, ist dafür das Vorhandensein eines adiabatischen Kryostaten, einer Gogeninduktivitätsmeßbrücke und eines Selektivverstärkers hoher Auflösung erforderlich.

Eine derartige technische Ausrüstung ist aber nur in speziellen Forschungseinrichtungen vorhanden, da sie einen sehr hohen Investitionsaufwand erfordert.

Eine genannte und wünschenswerte in-situ-Kalibrierung scheitert an den Unterschieden in den geometrischen Abmessungen von Thermometer ( $2 \times 2 \times 5 \text{ mm}^3$ ) und Fixpunktelement ( $2 \times 2 \times 5 \text{ cm}^3$ ). Aus diesen Gründen ist sowohl die Anwendung von Supraleitungsfixpunkten auf der Basis von massiven Proben wie bei Tripel- und Siedepunkten auf die Präzisionsmessung in einem Speziallabor beschränkt.

### Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, Elemente für die Darstellung von Tieftemperaturfixpunkten zu schaffen, die in der wissenschaftlichen und industriellen Praxis ökonomisch eingesetzt werden können. Der Aufwand für die Herstellung und die Anwendung derartiger Elemente soll den Kosten der Thermometer angleichbar sein.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Fixpunktelemente zu schaffen, die in Thermometern eingeschlossen werden können und damit eine Selbstkalibrierung zulassen.

Die Lösung dieser Aufgabe gelingt mit einem supraleitenden Fixpunktelement, das erfindungsgemäß aus mindestens einer auf einem Substrat angeordneten supraleitenden Schicht und Anschlüssen zur resistiven Messung des Supraleitungsüberganges der Schicht besteht.

Vorteilhafterweise können bis zu zehn aus dem gleichen Material bestehende supraleitende Schichten vorgesehen sein, die auf dem Substrat nebeneinander oder unter Zwischenschaltung isolierender Schichten übereinander angeordnet sind.

Es können aber auch mehrere supraleitende Schichten aus unterschiedlichen Materialien auf dem Substrat neben- oder übereinander angeordnet sein. Ebenso ist die Kombination mehrerer Elemente möglich.

Das Substrat kann aus Si,  $\text{SiO}_2$  oder Saphir, die supraleitende Schicht aus Nb, V, Ta, Mo, Pb, Al, Cd, Zn oder In bestehen. Das Element oder eine Kombination mehrerer solcher kann vakuumdicht in einer mit Austauschgas gefüllten Kapsel untergebracht sein, die gleichzeitig einen fest mit dem Element verbundenen Temperatursensor enthält.

Beide, Element und Temperatursensor, können auf einem gemeinsamen Substrat angeordnet sein.

Das erfindungsgemäße Element kann auch für die Messung von Wärmewiderständen, Temperaturdifferenzen oder thermischen Zeitkonstanten verwendet werden.

Das Wesen der Erfindung besteht also in der Realisierung von Fixpunktelementen für Tieftemperaturmessungen unter Verwendung supraleitender Schichten.

Die Supraleitungsübergänge von Schichten sind als Fixpunkte in einem sehr breiten Umfang ökonomisch vertretbar, weil sie mit einfachen Mitteln resistiv gemessen werden können.

Die notwendigen apparativen Voraussetzungen (Stromversorgung, z. B. Batterie und Spannungsmeßgerät, z. B. einfaches Digitalvoltmeter oder elektronisches Galvanometer) sind mit geringem Aufwand zu schaffen. Sie stehen in einem sehr günstigen Verhältnis zu dem für die induktive Messung der Supraleitungsübergänge in massiven Proben notwendigen Aufwand.

Die zu realisierenden geringen Abmessungen der Fixpunktelemente ( $1 \times 1 \times 2 \text{ mm}^3$ ) lassen ihren Einbau in Tieftemperaturthermometern zu.

Der mögliche Einsatz supraleitender Schichten ist an sich für den Fachmann nicht zu erwarten. Dagegen spricht insbesondere, daß die Schichten durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Schicht bei den Zyklen zwischen Zimmer- und Übergangstemperatur starken mechanischen Belastungen ausgesetzt sind und daß die Realstruktur (Kristallbaufehler und Verunreinigungen) von Schichten bei vertretbarem Herstellungsaufwand auch nicht annähernd die Qualität massiver Proben erreicht.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß Schichten unter optimalen Herstellungsbedingungen (Druck  $\leq 5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$ , Aufdampftrate  $\geq 2 \text{ nm/sec}$  und hoher Reinheit des Aufdampfmaterials) sehr gute Eigenschaften für den Einsatz als Fixpunktelement besitzen. Das betrifft besonders die Stabilität ihrer Supraleitungsübergangstemperatur (Instabilität  $< 10 \text{ mK}$ ) und die Breite der Supraleitungsübergänge von wenigen mK. Diese Leistungsfähigkeit war nicht zu erwarten.

### Ausführungsbeispiel

Das Wesen der Erfindung soll zu einem in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Die Fig. zeigt den Aufbau eines erfindungsgemäßen Fixpunktelementes. Auf einem Kupferblock 1 ist in der Mitte eine  $\text{SiO}_2$ -Scheibe 2 aufgeklebt. Auf dieser Scheibe ist eine Nb-Schicht 3 mit einer Dicke von 200 nm aufgedampft und photolithographisch derart strukturiert, daß eine H-förmige Schicht entsteht. Der mittlere Nb-Streifen 4 mit Abmessungen von  $70 \times 1900 \mu\text{m}^2$  stellt das eigentliche supraleitende Fixpunktelement dar. Die H-förmige Struktur der Nb-Schicht wurde gewählt, um mit Hilfe einer Vierpunktmessung den Widerstand des mittleren Nb-Streifens 4 sehr genau bestimmen zu können. Auf beiden Seiten der  $\text{SiO}_2$ -Scheibe 2 sind je ein Plättchen aus kupferkaschiertem Material 5 aufgeklebt, deren Oberfläche so bearbeitet ist, daß jeweils zwei getrennte lötbare Anschlußkontakte 6 entstehen. Die elektrische Verbindung zwischen den vier Anschlußkontakten 6 und der H-förmigen Nb-Schicht 3 wird durch Alu-Drähte 7 hergestellt, die einen Durchmesser von  $25 \mu\text{m}$  aufweisen und die jeweils beiderseits angebondet werden.

Durch den Kupferblock 1 wird eine gute thermische Ankopplung an die Temperatur-Meßstelle erreicht.

