



Trabajo Fin de Máster

Estudio del movimiento de vórtices en microhilos superconductores de alta temperatura crítica

Study of vortices movement in superconducting microwires of high critical temperature

Autor

Eduardo Arcos García

Directores

Antonio Badía Majós

Irene Lucas del Pozo

FACULTAD DE CIENCIAS
2017

Índice

1. Introducción	1
1.1. Ideas básicas sobre superconductividad	1
1.1.1. Propiedades básicas de los materiales superconductores	2
1.1.2. Parámetros básicos de la superconductividad	2
1.1.3. Clasificación de los materiales superconductores	3
1.1.4. Superconductores conocidos	4
1.1.5. Transición al estado normal	5
1.2. La física de los vórtices	5
1.2.1. Ideas básicas sobre la teoría de Ginzburg-Landau	5
1.2.2. Los vórtices en equilibrio (red triangular)	7
1.2.3. Disipación de energía por dinámica de vórtices	7
1.3. YBaCuO	9
1.4. Objetivos	10
2. Técnicas experimentales utilizadas	11
2.1. Deposición por láser pulsado	11
2.2. Litografía	12
2.3. Finalización de la fabricación de las muestras	14
2.4. Caracterización estructural	14
2.4.1. Difracción de rayos X	14
2.4.2. Reflectividad de rayos X	16
2.5. Caracterización eléctrica	17
3. Resultados experimentales	18
3.1. Caracterización previa	18
3.1.1. Crecimiento y propiedades estructurales	18
3.1.2. Transición superconductora	20
3.2. Magnetorresistencia (propiedades físicas)	22
3.2.1. Observaciones experimentales	22
3.2.2. Propiedades de los resultados	23

4. Fenómenos físicos en la transición superconductora	26
4.1. Parámetros físicos característicos	26
4.2. Modelo de magnetoresistencia oscilante	27
4.3. Discusión de los resultados experimentales	28
5. Conclusiones	31
Bibliografía	32

Capítulo 1

Introducción

La superconductividad es uno de los fenómenos que han atraído mayor atención en la Física de la Materia Condensada, tanto por la complejidad de los problemas físicos que involucra, como por su enorme potencial en las aplicaciones tecnológicas. Tanto es así, que desde su descubrimiento en 1911 no han dejado de aparecer nuevos materiales y nuevos modelos teóricos que tratan de explicar la fenomenología observada.

Dentro de los problemas físicos que todavía merecen atención [1] se encuentra el comportamiento de estos materiales en configuraciones complejas de campos magnéticos y corrientes aplicadas. Se hablará de los promedios *mesoscópicos* $\vec{B}(\vec{r})$ y $\vec{J}(\vec{r})$.

Hoy en día, gracias a las técnicas de nanofabricación se pueden obtener muestras superconductoras que permitan realizar y analizar experimentos con mayor claridad, para entender estas propiedades. En concreto, podemos fabricar hilos casi unidimensionales en los cuales el flujo de corriente está perfectamente definido, por lo que en condiciones estacionarias se puede definir el vector $\vec{J} \equiv J_0 \hat{k}$ y centrarse en los aspectos relacionados con \vec{B} .

1.1. Ideas básicas sobre superconductividad

En 1908, *Heike Kamerlingh Onnes*, considerado como el padre de la superconductividad, consigue licuar grandes cantidades de helio, lo que le permitió realizar diversos experimentos en la física de estado sólido a bajas temperaturas. Tres años más tarde, en 1911, descubre la superconductividad al observar que la resistividad del mercurio se anulaba completamente por debajo de los 4.3K. Este fenómeno ocurría en un intervalo de temperaturas muy estrecho de 0.05K.

La resistencia del mercurio usado era de $172.7\ \Omega$ en estado líquido a 273.15K. En estado sólido a 234.35K era de $39.7\ \Omega$. A 4.3K había descendido a $0.084\ \Omega$. Al bajar más la temperatura, resultaba inapreciable.

1.1.1. Propiedades básicas de los materiales superconductores

Ya en los primeros años del siglo pasado, tras la expectación creada por el descubrimiento de *Onnes*, se comprendió que macroscópicamente los materiales superconductores presentan dos propiedades básicas:

- **Resistividad nula, $\rho = 0$**

En los metales puros (cristalográficamente perfectos) la resistividad decae al bajar la temperatura de tal manera que la resistencia es cero cuando la temperatura de éste tiende a $0K$. Sin embargo cuando los metales presentan impurezas, aparece resistividad incluso a $T \rightarrow 0$, que dependerá de la concentración de dichas impurezas. Un material superconductor no tiene resistencia eléctrica en un campo eléctrico constante incluso para temperatura finita ($T > 0$).

- **Expulsión del campo magnético**

Un superconductor se puede considerar como un material diamagnético perfecto. Si se sumerge a este material en equilibrio térmico en el seno de un campo magnético no demasiado alto se originan en su superficie corrientes eléctricas persistentes que crean un campo magnético opuesto al aplicado provocando que el campo magnético en el interior del material sea nulo ($B = 0$). Este fenómeno es conocido como efecto Meissner. Se descubrió en 1933.

1.1.2. Parámetros básicos de la superconductividad

Como es natural, las propiedades anteriores se verifican en tanto en cuanto el material no se vea sometido a condiciones extremas que *destruyan* la superconductividad.

La superconductividad es una propiedad intrínseca que poseen ciertos materiales por debajo de una temperatura, T_c , y un campo magnético crítico, H_c .

- **Temperatura crítica, T_c**

La temperatura crítica de un superconductor (T_c) es aquella en la que en ausencia de campo magnético aplicado se produce la transición del estado superconductor al estado normal.

- **Campo crítico, H_c**

Aplicando un campo magnético (H_c) suficientemente alto es posible hacer desaparecer la superconductividad. Este campo es función de la temperatura tal

y como se muestra en la figura 1.1. La ley fenomenológica de variación del campo crítico con la temperatura se ajusta bien a una ecuación de tipo parabólico [2,3]

$$H_c = H_0 \left(1 - \frac{T^2}{T_c^2} \right). \quad (1.1)$$

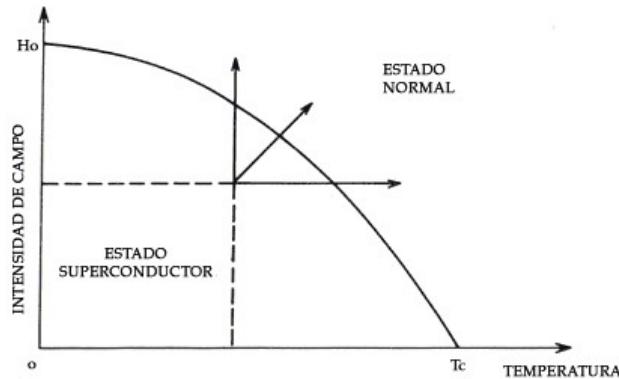


Figura 1.1: Curva campo magnético crítico frente a la temperatura en un superconductor. Se indica la transición al estado normal.

1.1.3. Clasificación de los materiales superconductores

Tras décadas de investigación se descubrió que no todos los materiales superconductores obedecen a un *diagrama de fases* como el que muestra la figura 1.1. De hecho, en muchos casos aparece una nueva *frontera* dentro del propio estado superconductor y hay que hablar de dos parámetros de campo crítico [2,3]. Esto se muestra en la figura 1.2 y se explica a continuación:

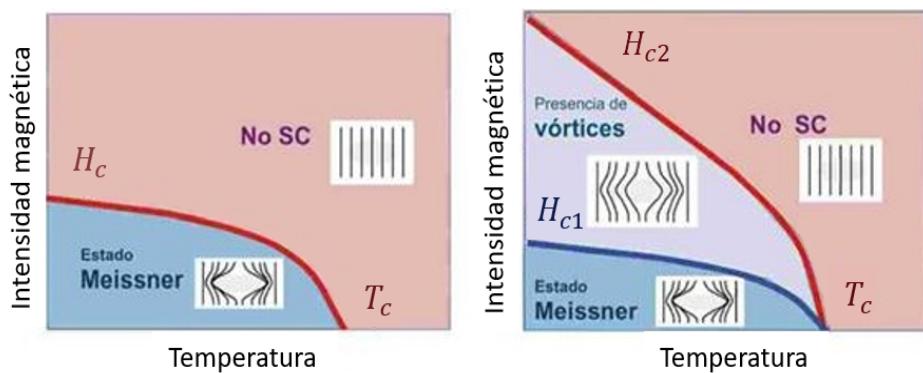


Figura 1.2: Superconductores (a) tipo I, (b) tipo II.

– Superconductores de tipo I

Se denominan superconductores de tipo I o superconductores blandos aquellos materiales que tienen un único campo crítico, con una transición a estado

superconductor brusca. Ejemplos de superconductores de tipo I son los metales puros, como el mercurio.

– Superconductores de tipo II

Los superconductores de tipo II suelen ser aleaciones o metales de transición con valores elevados de la resistividad eléctrica en el estado normal. Estos materiales tienen propiedades eléctricas superconductoras hasta un campo H_{c2} , presentando en el rango entre el denominado campo crítico inferior H_{c1} y el superior H_{c2} un efecto Meissner incompleto (es decir $B \neq 0$ en el interior del material). En la región comprendida entre los dos campos críticos el superconductor está atravesado por líneas de flujo y se dice que se encuentra en estado vórtice.

1.1.4. Superconductores conocidos

Desde que fue descubierta la superconductividad, no han parado de surgir nuevos materiales superconductores con temperaturas críticas cada vez más altas. Así en los últimos años han aparecido superconductores que tienen una temperatura crítica por encima de los 77K, temperatura a la cual se encuentra el nitrógeno en su fase líquida. Esto es muy importante ya que para temperaturas inferiores a esta se necesita helio líquido, elemento mucho más escaso y por tanto más caro. (Figura 1.3). El

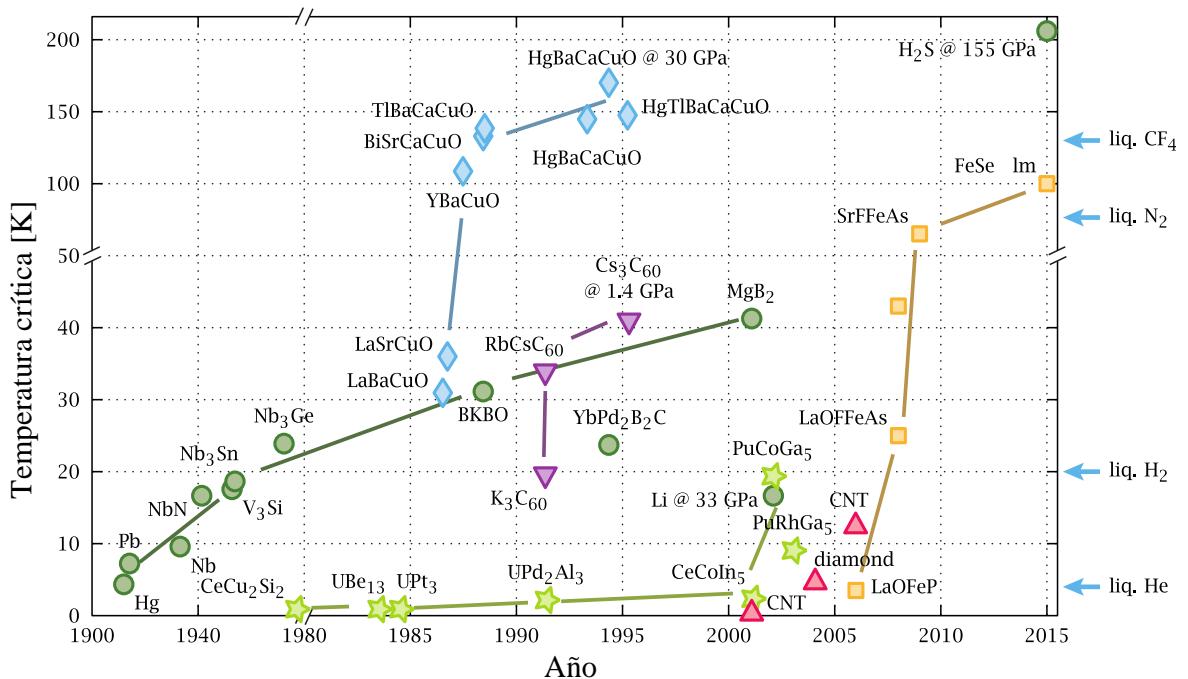


Figura 1.3: Historia del descubrimiento de los materiales superconductores.

gran salto entre los materiales de baja temperatura y alta temperatura crítica se debió a la introducción de materiales cerámicos, es decir compuestos formados por

metales y no metales (óxidos, nitruros, carburos, etc.). Estos son los conocidos cupratos superconductores de tipo II, entre los que se halla el YBaCuO objeto de este trabajo.

1.1.5. Transición al estado normal

En los experimentos (y esto importa mucho en los superconductores de alta temperatura debido al valor de la energía característica $k_B T_c$) las transiciones serán graduales por efecto de la excitación térmica.

Este hecho se puede cuantificar mediante diferentes modelos. Por ejemplo, en superconductividad tipo I se introdujo el llamado modelo de dos fluidos [2, 3]. En éste, una fracción de los electrones de conducción se *condensan* en un estado ordenado y forman un superfluído que no interactúa con la red cristalina de la manera usual, no presenta resistencia al flujo, y es responsable de las propiedades superconductoras características. La fracción restante de electrones de conducción que están en estado normal forman el otro fluido que es responsable de la resistencia en corriente alterna y de la conducción de calor. Estos dos fluidos son interpenetrantes y no interactuantes. Bien por debajo de T_c , aunque la corriente normal y la supercorriente se mueven paralelamente ante un campo eléctrico E , la primera es despreciable frente a la segunda. En general, se puede escribir la densidad de corriente como la suma de las contribuciones de electrones normales y superelectrones, $j = j_N + j_S$ donde $j_N = \sigma_0 E$ y j_S viene definido por la ecuación, $j_S = -e n_S v_S$.

La aparición de resistencia se parametriza por la dependencia decreciente de la densidad de superelectrones $n_S(T)$ y la relación $n_{TOTAL} = n_N + n_S$.

En el próximo apartado se verá que en muchos materiales superconductores la aparición de resistencia también se relaciona con efectos galvanomagnéticos.

1.2. La física de los vórtices

Sin descender al nivel microscópico, la existencia de materiales superconductores tipo II y sus extraordinarias propiedades se pueden describir mediante la teoría fenomenológica de Ginzburg-Landau [2, 3].

La hipótesis esencial es que por contra al valor homogéneo que toma en teorías anteriores, la densidad de portadores de carga superconductores (n_S) puede variar. Esto se materializa con la definición de lo que se denomina *parámetro de orden*, $\psi(r)$.

1.2.1. Ideas básicas sobre la teoría de Ginzburg-Landau

La teoría de Ginzburg-Landau postula que cuando se baja la temperatura y cruza la temperatura crítica el parámetro de orden (complejo), $\psi(r) = \sqrt{n_s^*(r)} \exp(i\theta(r))$, que

describe la fase ordenada (el estado superconductor) aparece y se incrementa desde cero a medida que la temperatura decrece. Nótese que $\psi\bar{\psi} = n_s^*$.

La búsqueda del valor de equilibrio para la energía libre de Gibbs (G) del sistema conduce a ecuaciones diferenciales que conectan el parámetro de orden con los campos electromagnéticos. Dichas ecuaciones surgen al buscar un mínimo para la expresión de G en función de $\psi(r)$.

$$\underbrace{G_S(\vec{\mathcal{H}}, T, \psi(r)) - G_n(0, T)}_1 = \underbrace{\int_V \left[\alpha |\psi(r)|^2 + \frac{1}{2} \beta |\psi(r)|^4 + \frac{1}{2m^*} \left| \left(\frac{\hbar}{i} \nabla - q^* A(r) \right) \psi(r) \right|^2 \right] dv}_2 + \underbrace{\frac{1}{2\mu_0} \int_V B^2(r) dv - V_S \vec{\mathcal{H}} \cdot \vec{\mathcal{B}}}_3 \quad (1.2)$$

La ecuación 1.2 está formada por 3 términos. La contribución de estos términos se pueden explicar brevemente como:

- 1^{er} término. Hace referencia a la variación de la energía libre de Gibbs en la transición a superconductor del material.

- 2^{do} término. Este término está relacionado con el parámetro de orden $\psi(r)$.

Se puede observar que en el primer sumando de este término que la energía libre de Gibbs se expande en una serie de potencias. Además se introducen los parámetros, $\alpha(T)$ y $\beta(T)$, ambos dependientes de la temperatura. El segundo sumando representa el acoplamiento con el campo electromagnético.

- 3^{er} término. Hace referencia a la energía magnetostática, valorando la función de Gibbs con $\vec{\mathcal{H}}$ como variable.

La resolución de esta ecuación es compleja y costosa. Por lo general al material se le aplica un campo magnético $\vec{\mathcal{H}}$ a una temperatura T para obtener de la ecuación 1.2 el parámetro de orden $\psi(r)$ una vez incluidas las condiciones de contorno, en la minimización.

La ecuación 1.2 contiene parámetros que van a definir el material del que se trate. Utilizando normalizaciones adecuadas puede reducirse su número a dos (λ, ξ) , que tienen especial significado físico ¹. Se definen a continuación.

¹De modo que el problema básico se reduce a resolver la ecuación $\xi \left(\frac{\nabla}{i} + \frac{2\pi}{\Phi_0} A \right)^2 f + |f|^2 f - f = 0$, siendo f una normalización de $\psi(r)$ que contiene λ .

El primero es la profundidad de penetración o profundidad de London, λ , que da información acerca de cuánto penetra el campo magnético en el interior del superconductor. El segundo es la longitud de coherencia o longitud de correlación electrónica, ξ , el cual indica la distancia máxima hasta la cual los electrones están correlacionados para producir superconductividad. En la teoría de Ginzburg-Landau, se considera el cociente entre estas dos longitudes, $\kappa = \lambda/\xi$. Los materiales que cumplen $\kappa > 1/\sqrt{2}$ (especialmente $\kappa \gg 1$) serían tales que la ecuación 1.2 posee soluciones tipo vórtice, es decir, se trata de superconductores tipo II. De la misma manera pero al contrario, los materiales que cumplen $\kappa < 1/\sqrt{2}$ (especialmente $\kappa \ll 1$) no poseen soluciones tipo vórtice puesto que se trata de superconductores tipo I.

Este trabajo se centra en un material tipo II extremo (YBaCuO): $\kappa \gg 1$.

1.2.2. Los vórtices en equilibrio (red triangular)

Se puede deducir de la figura 1.2 que cuando un superconductor de tipo II se somete a un campo magnético ligeramente superior a su campo crítico inferior H_{c1} , dado por [3]

$$H_{c1} = \frac{\phi_0}{4\pi\mu_0\lambda^2} \ln \frac{\lambda}{\xi}, \quad (1.3)$$

aparecen las primeras líneas de flujo en el superconductor ². Es decir, la solución de $\psi(r)$ que minimiza la energía es tipo vórtice. Inicialmente, sólo se producen unas pocas líneas de vórtices y, por lo tanto, es posible tratarlas como líneas de vórtice aisladas.

Por otra parte, sin más que atender a su naturaleza dipolar magnética, la interacción entre dos líneas de vórtices que son paralelas con \vec{H} en el mismo sentido provoca una fuerza repulsiva mientras que si son paralelas y con \vec{H} en sentido opuesto la fuerza es atractiva.

Se conoce que, en equilibrio, los vórtices se disponen en una red triangular. Esta configuración es la de menor energía.

1.2.3. Disipación de energía por dinámica de vórtices

Transporte de flujo

Como se decía, para un superconductor ideal de tipo II que no transporta corriente, las líneas de vórtice interactúan produciendo la estructura triangular. Sin embargo, si transporta una corriente neta J_{ext} que fluye por el superconductor, las líneas de vórtice pueden moverse bajo la acción de la fuerza de Lorentz sobre las líneas de vórtice tal y

²Como se verá más adelante, estos vórtices de corriente superconductor, *abrazan* flujo de campo magnético cuantizado de la unidad fundamental $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$.

como se observa en la figura 1.4 y se describe [3]

$$\vec{f}_L = \vec{J}_{ext} \times \hat{\phi}_0 . \quad (1.4)$$

Debido a esto, un superconductor de tipo II ideal, en estado mixto es incapaz de

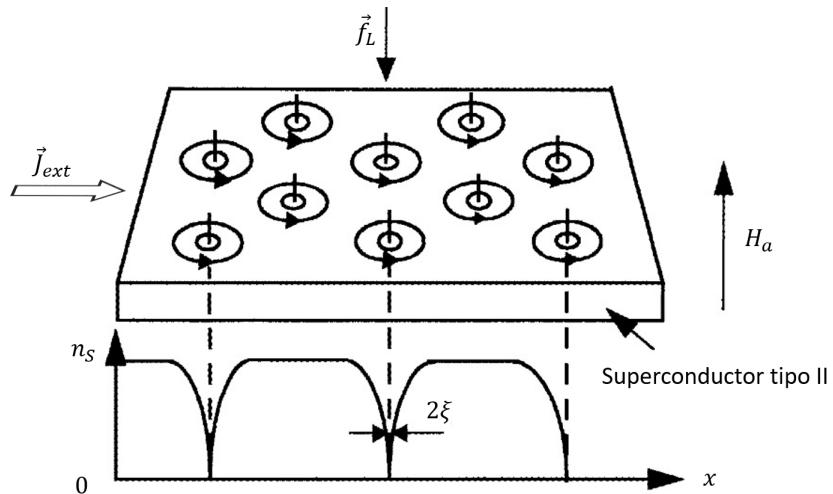


Figura 1.4: Diagrama esquemático del estado mixto en el que se encuentra el superconductor cuando aparecen vórtices. Se indica también la fuerza de Lorentz inducida por corriente externa.

transportar corrientes sin pérdidas, dado que la fuerza de Lorentz que actúa sobre la estructura de vórtices desplazará las mismas. Esto generará campos eléctricos en el superconductor ³, produciendo dissipación.

Aniquilación de flujo

Dado que los vórtices no son realmente objetos rígidos pueden aparecer mecanismos de dissipación por aniquilación de campo correspondiente a líneas de vórtice próximas antiparalelas ⁴. Normalmente se produce cuando la corriente local no es perpendicular al campo local y, en estas circunstancias, el concepto de líneas de flujo moviéndose como líneas continuas desaparece ya que no puede definirse una velocidad única para la línea cuando dos vórtices se cruzan [4].

³Basta considerar que la zona normal interior del vórtice se cruza con J_{ext} y hay transporte a través de ella.

⁴Aunque por presión del campo externo se inducen vórtices paralelos, debido a su elasticidad pueden formarse bucles que localmente produzcan fragmentos antiparalelos que se atraigan y se aniquilen.

1.3. YBaCuO

Entre los materiales superconductores de alta temperatura crítica (HTS o HTCS, del inglés High-temperature Critical Superconductors), el más estudiado es el $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBaCuO), debido en parte al buen conocimiento de su síntesis óptima. Su temperatura crítica es de $95K$. Este superconductor es el que se ha elegido en este trabajo. A continuación se describirán algunas de las propiedades que van a ser relevantes. Como en la mayoría de los *cupratos*, en el YBaCuO la superconductividad está fuertemente relacionada con la presencia de planos de CuO_2 en la celda unidad, ver figura 1.5.

Un detalle importante es la existencia de un *dopaje* óptimo que da lugar a un máximo en la T_c del cuprato. En los cupratos, por lo general el valor de T_c está ligada parabólicamente con el número de portadores tal y como se puede ver en la figura 1.6 de manera que dentro de cada familia existe un grado de dopado o concentración de portadores superconductores óptimo, para el cual se da la máxima T_c .

El $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ pertenece a la familia de la perovskita debido a la estructura cristalina que le otorga su composición química. Dicha estructura cristalina se presenta en una red tridimensional tal y como se muestra en la imagen 1.5. Presenta una celda unidad ortorrómbica en la que se distinguen tres planos atómicos a lo largo del eje c , son los iones de cobre y oxígeno los que le dan una estructura similar a la perovskita. Los parámetros de red del YBaCuO son, $a = 3,819\text{\AA}$, $b = 3,819\text{\AA}$ y $c = 11,656\text{\AA}$.

En la tabla 1.1 se muestran los valores aproximados de los parámetros de superconductividad para el YBaCuO. Como estos materiales son anisótropos, estas longitudes se dan a lo largo del eje principal. Las direcciones \hat{a} y \hat{b} se extiende a lo largo del plano de $Cu-O$ y \hat{c} se toma de tal manera que sea perpendicular a dicho plano.

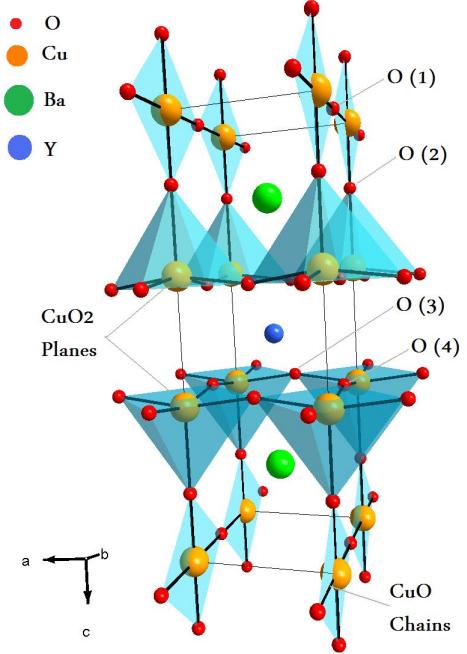


Figura 1.5: Celda unidad del YBaCuO.

Material	$T_c [K]$	$\lambda_{a,b} [nm]$	$\lambda_c [nm]$	$\xi_{a,b} [nm]$	$\xi_c [nm]$
$YBa_2Cu_3O_7$	95	30	200	3	0,4

Tabla 1.1: Valores aproximados de los parámetros superconductores del YBaCuO [2].

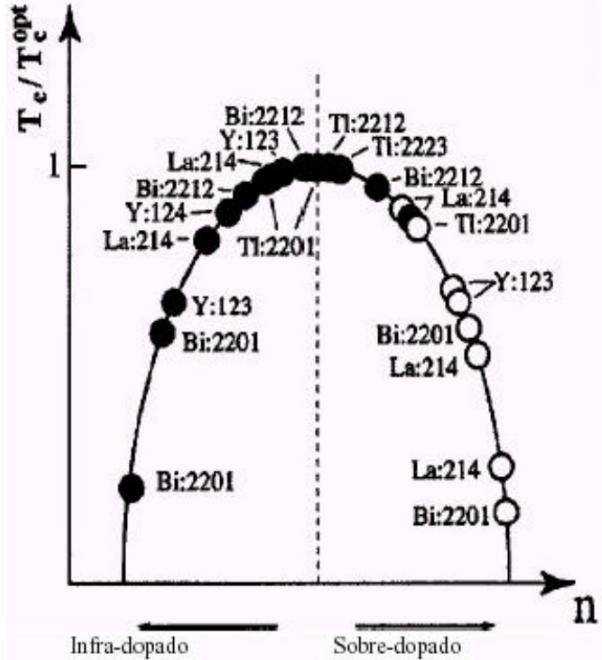


Figura 1.6: Dependencia de la T_c con respecto al dopado de portadores de los planos superconductores para varias familias de cupratos.

1.4. Objetivos

El objetivo último de este Trabajo Fin de Máster es poder realizar experimentos de resistividad en configuraciones que permitan establecer bien (lo mejor posible) la orientación relativa de los vectores $\hat{\phi}_0$ y \vec{J} . Esto ayudará a comprender/modelizar los fenómenos de aparición de resistencia. Para ello se definen una serie de pasos:

- **1^{er} Fabricación de la película delgada.** Se crecerá una película delgada de material superconductor sobre un substrato mediante ablación por láser pulsado.
- **2^{do} Obtención del hilo.** De la película delgada se obtendrá el hilo mediante litografía óptica y eliminación de material sobrante por *ion milling*.
- **3^{er} Caracterización del material.** Se caracterizará la estructura del material mediante diferentes técnicas que emplean rayos X. A bajas temperaturas se caracterizarán eléctricamente la película delgada y el hilo para verificar la superconductividad.
- **4^{to} Diseño y realización de los experimentos.** Se realizarán medidas de voltaje en el hilo a distintos ángulos en un magnetorresistómetro.
- **5^{to} Interpretación de los resultados.** Se buscarán modelos teóricos que respondan al comportamiento observado y se analizarán los aspectos cuantitativos y cualitativos de los experimentos.

Capítulo 2

Técnicas experimentales utilizadas

En este capítulo se van a describir las diferentes técnicas empleadas para la fabricación y caracterización de las muestras. A grandes rasgos, se empezará por la producción de películas delgadas de YBaCuO, de las cuales se obtendrán los hilos por técnicas litográficas. Se describirá también el equipo donde se realizará la posterior caracterización eléctrica.

2.1. Deposición por láser pulsado

La técnica de deposición por láser pulsado, PLD, en inglés *Pulsed Laser Deposition*, es un proceso físico de deposición de vapor llevado a cabo en una cámara de alto vacío. El haz láser es focalizado sobre el blanco que contiene el material que se desea depositar. Para una densidad de energía láser suficientemente alta, cada pulso láser vaporiza una pequeña cantidad del material creando una pluma de plasma. Así el material vaporizado es expulsado desde el blanco mediante dicha pluma dirigida hacia adelante, donde se encuentra el substrato en el cual se formará la película delgada. El proceso de extracción de material mediante un haz láser se denomina ablación láser.

Son varios los motivos que hacen atractiva esta técnica para el crecimiento de películas delgadas. Uno de los más importantes es la capacidad de transferir material con la misma estequiometría. El motivo es que se trata de un proceso que no se encuentra en equilibrio termodinámico debido a la absorción de una alta densidad de energía en un volumen pequeño del material. Además el material se deposita en las posiciones más favorables de la red definida por el substrato.

Como toda técnica, el PLD también tiene sus desventajas. Entre éstas destacan la posibilidad de expulsión de partículas de tamaño micrométrico hacia el substrato de la muestra provocando irregularidades en la estructura de ésta. Ésto es conocido en inglés como *splashing of micron-sized particulates*. Otra desventaja es el pequeño área de uniformidad ($\sim 1 \text{ cm}^2$), la distribución del espesor de una pluma estacionaria

es bastante no uniforme debido a la naturaleza de la pluma de ablación altamente dirigida hacia adelante.

Son diversos los parámetros que afectan a la fabricación de la película delgada en el PLD: (i) la energía del láser, (ii) la frecuencia de los pulsos, (iii) la presión de la cámara, (iv) la rotación del substrato y del blanco que favorecen un crecimiento homogéneo, (v) la atmósfera reactiva y su presión, oxígeno en este caso. La estequiometría final de la muestra dependerá de la presión de éste, (vi) el parámetro de red del substrato.

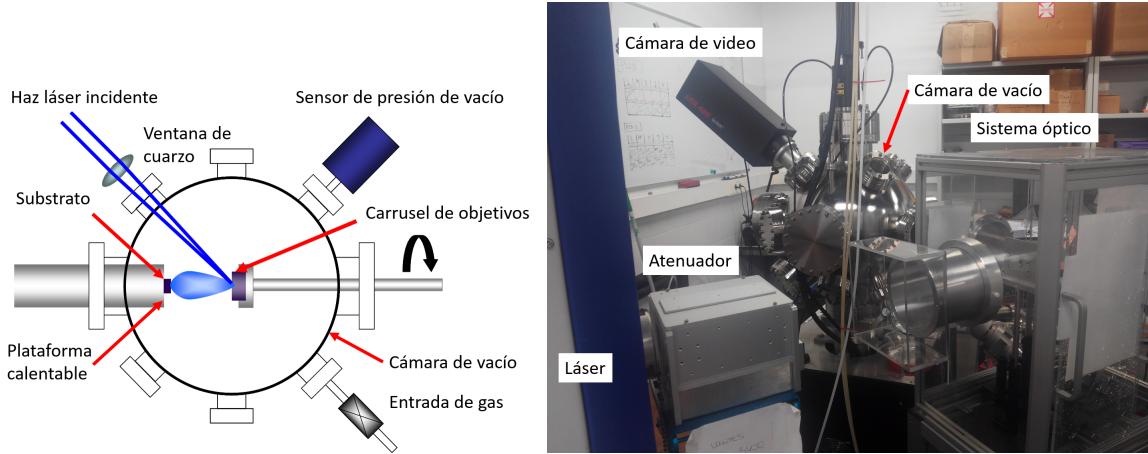


Figura 2.1: (a) Esquema simplificado de un sistema PLD y (b) equipo PLD del INA.

2.2. Litografía

La litografía es una técnica empleada para la fabricación de microestructuras sobre un substrato, en este caso sobre las películas delgadas producidas en el PLD mediante la impresión o grabado de patrones. Existen diferentes tipos de litografiado: litografía óptica, litografía electrónica, litografía de rayos X, litografía láser...

Para la fabricación de las muestras de este trabajo se ha empleado la litografía óptica. La litografía óptica es un proceso de microfabricación basado en la transferencia de un patrón o diseño usando máscaras y materiales fotosensibles en una serie de etapas que se repiten en función de la complejidad del elemento a fabricar. Los procesos de litografiado son muy sensibles a cualquier tipo de contaminación por lo que se deben realizar siempre en salas blancas donde se controlan las condiciones ambientales: (i) la humedad, (ii) la temperatura, (iii) la iluminación, (iv) la diferencia de presión y el flujo de aire, (v) el polvo, (vi) las partículas y (vii) microbios. La sala blanca donde se realizó el proceso de litografiado de las muestras es una sala de clase 100, lo que significa que la contaminación permitida es de $100 \text{ partículas}/\text{ft}^3$ para partículas con un tamaño $\geq 0,5 \mu\text{m}$, $300 \text{ partículas}/\text{ft}^3$ para partículas con un tamaño $\geq 0,3 \mu\text{m}$ y $750 \text{ partículas}/\text{ft}^3$ para partículas con un tamaño $\geq 0,2 \mu\text{m}$.

Generalmente, el proceso de litografiado comienza con el diseño de las máscaras a emplear las cuales contienen los patrones de las estructuras que se quieren obtener. En la figura 2.2 se muestran las máscaras empleadas. En el caso de este trabajo, este paso no fue necesario ya que se disponía de éstas. A continuación se cubre la muestra con una resina fotosensible y se coloca la máscara entre la muestra y la fuente de U.V. para someterla al proceso de exposición. La resina que no ha sido expuesta a la luz U.V. es la que queda protegiendo a la muestra tras el revelado químico. Tras esto, la muestra se somete a un ataque de *ion milling* que es un proceso que mediante iones de argón acelerados por un campo eléctrico impactan sobre la muestra con la finalidad de eliminar el material que no está protegido por la resina. Se vuelve a realizar un litografiado para definir los microcontactos, para ello se requiere una máscara complementaria a la empleada en el primer litografiado. En este litografiado se empleó la misma resina pero con un comportamiento de resina negativa debido al proceso de reversal bake que se le aplicó. De ahí que ésta segunda máscara sea la complementaria a la primera.

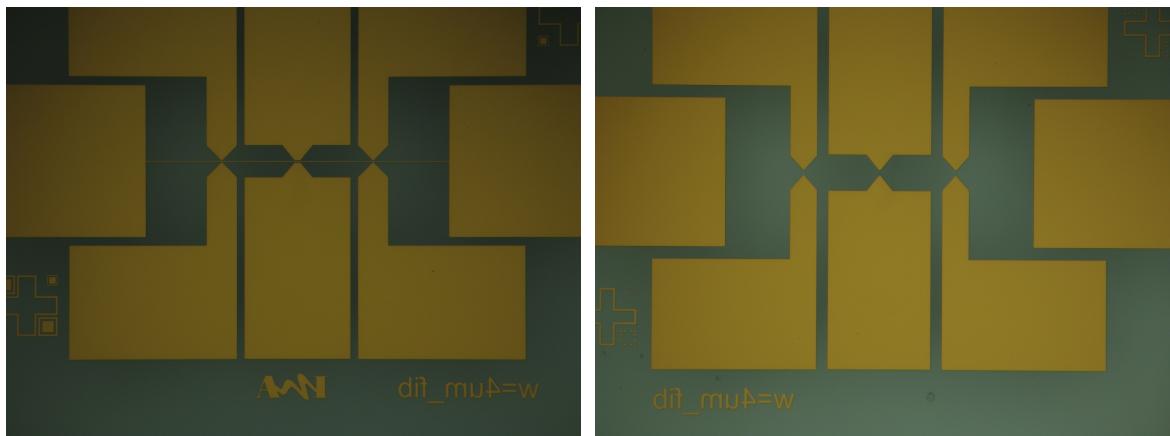


Figura 2.2: Máscaras empleadas en la (a) primera etapa antes del *ion milling* y (b) segunda etapa de metalización por *lift-off*.

La resina empleada está compuesta por (i) un polímero que se encarga de la adherencia con el material, (ii) un solvente que facilita la deposición de la resina sobre la muestra, y (iii) una mezcla fotosensible a los rayos U.V. que permite el cambio de la solubilidad del polímero. Para la producción de las muestras se empleó una resina positiva, ésta actúa de manera que las zonas las cuales no se deseen eliminar deben protegerse de la luz U.V. con la máscara en el proceso de exposición. La resina positiva empleada es la AZ ECI 3027.

2.3. Finalización de la fabricación de las muestras

Tras la segunda litografía se tiene la muestra con el patrón deseado sin resina y el resto con. La muestra ahora se introduce en un evaporador de oro para depositar una fina capa de unos 5nm de éste metal con la finalidad de poder soldar los hilos conductores que van al zócalo en la muestra. Este paso es necesario debido a que la soldabilidad de los hilos con el material de la muestra (YBaCuO) es mala y podría no soldarse o soltarse en cualquier momento mientras que el oro tiene una buena soldabilidad con el hilo. Tras la evaporación del oro le sigue ahora la etapa del lift-off, ésta consiste en eliminar en un baño de acetona la resina sobrante de la segunda litografía y con esta el oro de encima.

Para finalizar con una microsoldadora por ultrasonidos se soldarán los hilos que van del zócalo a la muestra. En la figura 2.3 se puede ver la muestra terminada con los hilos conectados de la muestra al zócalo.

Se quiere destacar que cualquier carga estática podría destruir el hilo. Así pues, para su manipulación hay que evitar tocar el hilo directamente y descargarse a tierra de las posibles cargas.

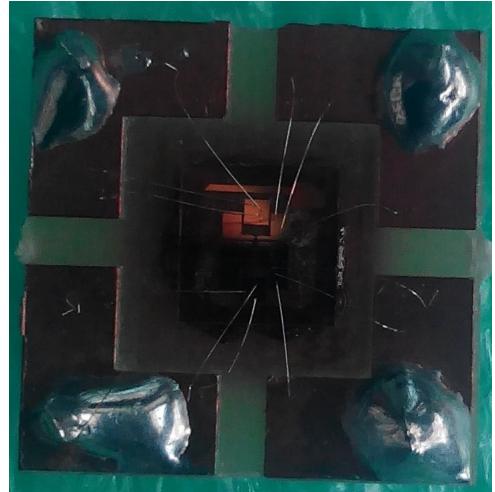


Figura 2.3: Muestra terminada con los hilos contactados al zócalo.

2.4. Caracterización estructural

En este apartado se explican las técnicas utilizadas para la caracterización estructural de la muestra fabricada. Se ha empleado la difracción de rayos X (XRD) de alta resolución (HRXRD) para determinar la estructura cristalina y la reflectividad de rayos X (XRR) para determinar la rugosidad y el espesor.

2.4.1. Difracción de rayos X

La difracción de rayos X, XRD, en inglés *X-Ray Diffraction*, es una técnica no destructiva de caracterización que permite obtener información sobre la estructura cristalina de la red del material. Cuando un haz de rayos X monocromático en el mismo orden de magnitud que el espaciado atómico del material incide sobre éste, los rayos X se dispersan en todas las direcciones. La mayor parte de la radiación dispersada de un átomo cancela la radiación dispersada de otros átomos, sin embargo, los rayos

X que inciden sobre ciertos planos cristalográficos en ángulos específicos interfieren de forma constructiva en vez de aniquilarse. Esto se muestra en la figura 2.5 y ocurre cuando se satisface la ley de Bragg:

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}}, \quad (2.1)$$

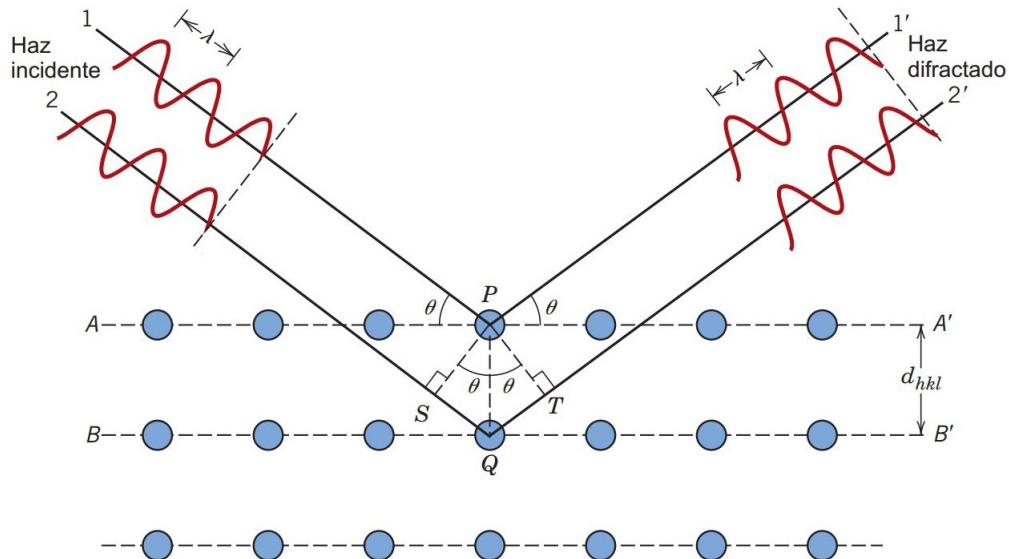


Figura 2.4: Interferencia constructiva de un haz monocromático que incide sobre un cristal con una familia de planos atómicos (hkl) [5].

En un difractómetro, un detector de rayos X en movimiento registra los ángulos 2θ en los que el haz es difractado, dando un patrón de difracción característico. Conociendo la longitud de onda de los rayos X, se pueden determinar los espaciamientos interplanares y, eventualmente, la identidad de los planos que causan la difracción. En un XRD, los rayos X se producen bombardeando un blanco metálico con un haz de electrones de alta energía. Normalmente y en el caso de este trabajo el blanco metálico es de cobre, el cual produce unos rayos X con una longitud de onda de $\lambda = 1,54060\text{\AA}$ (línea $K_{\alpha 1}$ del cobre).

Por otra parte, el difractómetro empleado en este trabajo emite rayos X de alta resolución (HRXRD). Está formado por un ánodo de cobre y un monocromador de germanio el cual selecciona la línea $K_{\alpha 1}$ del cobre. El haz difractado por la muestra situada en la llamada *cuna euleriana* es recogido por el detector para posteriormente conocer los planos atómicos de ésta. En este trabajo, es interesante averiguar si la muestra ha crecido en la misma orientación que la del substrato (MgO en este caso), ya que si es así habrá más planos de CuO alineados, siendo estos responsables de la superconductividad. Para verificarlo, se han efectuado barridos simétricos ($2\theta/\omega$), por lo que el detector y el portamuestras barren simultáneamente los ángulos θ y ω ,

manteniendo $\theta = \omega$, por tanto se tiene que, $h=k=\theta$, esto es así porque la dirección del substrato es la (001). Con los haces detectados se observarán los planos de difracción paralelos a la superficie y por tanto se conocerá también la existencia de planos anómalos con un crecimiento en otras direcciones no deseadas.

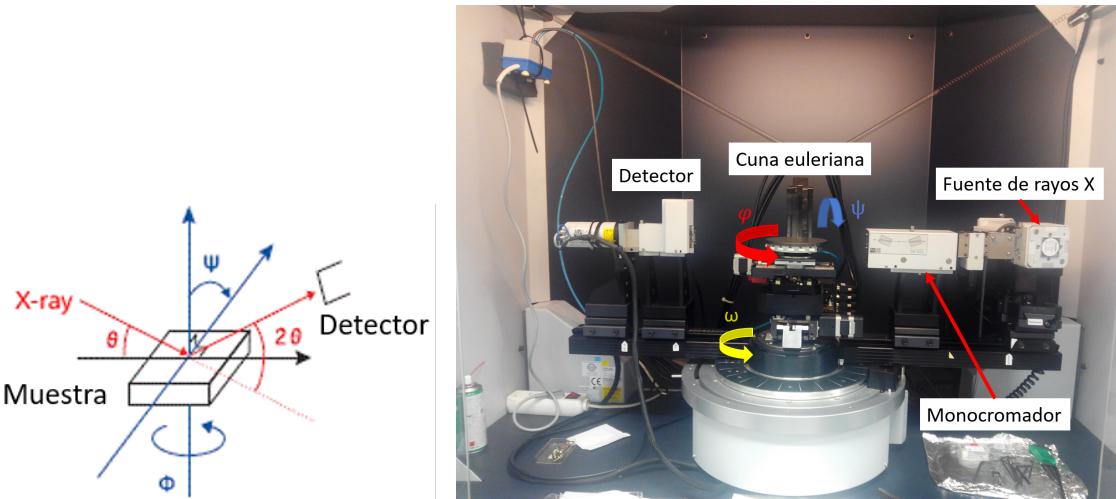


Figura 2.5: (a) Ángulos que se pueden barrer con la cuna euleriana y (b) equipo HRXRD del INIA.

2.4.2. Reflectividad de rayos X

La reflectividad de rayos X, XRR, en inglés, *X-Ray Reflectivity*, emplea un haz colimado monocromático de rayos X que incide en la muestra con un bajo ángulo. Este haz será completamente reflejado si el ángulo de incidencia es menor que el ángulo límite de transmisión; si lo superamos, hay decrecimiento exponencial de la señal reflejada. Así pues, el ángulo incidente debe ser mayor que el ángulo crítico (éste depende de los cambios en el índice de refracción de la muestra), lo que asegura que existan franjas interferenciales denominadas oscilaciones de Kiessig. Estas oscilaciones, relacionadas con la interferencia del haz reflejado en la superficie de la muestra o substrato permiten conocer el espesor de la muestra, cuantas más oscilaciones aparecen menor periodo tienen éstas dada su relación inversa y su espesor será mayor. El decaimiento exponencial aporta información sobre la rugosidad. Un decaimiento rápido indica una mayor rugosidad.

En el caso de este trabajo, la muestra estudiada es una heteroestructura multicapa por el hecho de estar formada por el substrato de MgO y la película delgada de YBaCuO. Debido a esto, existe un cambio en el índice de refracción en las intercaras el cual se hace notar en el perfil XRR viéndose una interferencia entre los haces de rayos X difractados por cada capa, permitiendo detectar el espesor de éstas, la

densidad y la rugosidad de las intercaras. La caracterización XRR se realizó en el mismo difractómetro descrito en el caso del XRD.

2.5. Caracterización eléctrica

Para la caracterización eléctrica de la muestra se han realizado medidas de transporte eléctrico en un magnetoresistómetro. Éste es un sistema desarrollado en el INA¹, el cual consiste en una serie de equipos interconectados y controlados por un ordenador mediante programas desarrollados en LabVIEW. A continuación enumeramos los equipos que lo forman:

- Nanovoltímetro *Keithley 2182A*. Mide la caída de tensión en la muestra.
- Fuente-medidor *Keithley 236*. Inyecta corriente desde 100 fA hasta 100 mA.
- Multímetro *Keithley 2000* de 6 1/2 dígitos. Resistencia de entrada de hasta 10 GΩ, dependiendo del rango de voltaje.
- Criostato de flujo continuo *Oxford*. Controla temperaturas entre 4 y 400 K.
- Electroimán serie HV-4V alimentado por una fuente *TDK-Lambda*. Puede producir un campo magnético de hasta 1 T.

Este sistema permite tomar medidas magnéticas, térmicas y eléctricas. Regula la temperatura gracias al criostato de flujo continuo y un calentador situado cerca de la muestra. La temperatura se mide con un termopar. Para las medidas de resistividad eléctrica, se utilizó el *Keithley 236* como fuente para inyectar corriente, y el *Keithley 2000* y el nanovoltímetro para medir la caída de tensión según la magnitud de ésta.

Se ha empleado el magnetoresistómetro tanto para la caracterización de las muestras como para su posterior estudio detallado, ya que permite rotar la muestra con respecto al campo aplicado. De esta manera, es posible observar la dependencia de la caída de tensión en la muestra con respecto a la orientación angular de ésta.

Los zócalos para colocar la muestra y poder realizar las medidas de densidad de corriente en los hilos también se fabricaron en el INA. Éstos zócalos se colocan en una barra que permiten posicionar la muestra en el campo magnético y poder girarla manualmente para orientarla en la dirección deseada.

¹Instituto de Nanociencia de Aragón

Capítulo 3

Resultados experimentales

3.1. Caracterización previa

3.1.1. Crecimiento y propiedades estructurales

Como se comentó en el capítulo anterior, el equipo de crecimiento de películas delgadas (PLD) posee una serie de parámetros de control que deben ser optimizados para cada material. En el caso del superconductor YBaCuO, el equipo fue optimizado en estudios previos por lo que se pasará directamente a exponer los valores utilizados en este trabajo.

La muestra se creció en el PLD sobre un substrato de MgO cortado en el plano (001) con unas dimensiones de $5 \times 5 \times 0,5 \text{ mm}^3$. El espesor de la película delgada se ha controlado seleccionando adecuadamente los parámetros de energía del láser y número de pulsos. La muestra se creció empleando una frecuencia de repetición del láser de 10 Hz y una energía de $27,6 \pm 1,49 \text{ mJ}$, a partir de un blanco de $\text{YBa}_2\text{Cu}_2\text{O}_7$. Como blanco se utilizó un bloque monolítico comercial de YBCO, material fabricado por fusión de elevada cristalinidad. La presión base previa al crecimiento era de $1,33 \cdot 10^{-2} \text{ Torr}$. La presión de oxígeno durante el crecimiento fue de 500 mTorr a $T = 850^\circ\text{C}$. Se emplearon 19500 pulsos láser para el crecimiento.

Una vez fabricadas las películas, es de gran importancia verificar el valor del parámetro de red de la celda unidad correspondiente a la dirección perpendicular a la superficie del substrato. Para ello se seleccionan los ángulos con picos de gran intensidad y cercanos a la difracción del plano del substrato y se aplica la ecuación 2.1. En el caso de la muestra estudiada se obtuvo que el parámetro de red es 11.827 \AA .

En la figura 3.1 se muestra el patrón de difracción de la muestra. Con este análisis XRD obtenido mediante barridos simétricos $2\theta/\omega$ se puede conocer cómo es la estructura cristalina.

En dicha figura se observan claramente todos los planos de difracción según la dirección del substrato. Esto indica que ha habido una buena estructuración del

YBaCuO debido a que los planos de CuO responsables de la superconductividad están en esa dirección. Para la identificación de los planos de difracción correspondientes a los picos obtenidos en el XRD, se ha empleado una tabla numérica extraída de la Ref. [6], que contiene un listado con el ángulo y su intensidad y plano de difracción correspondiente.

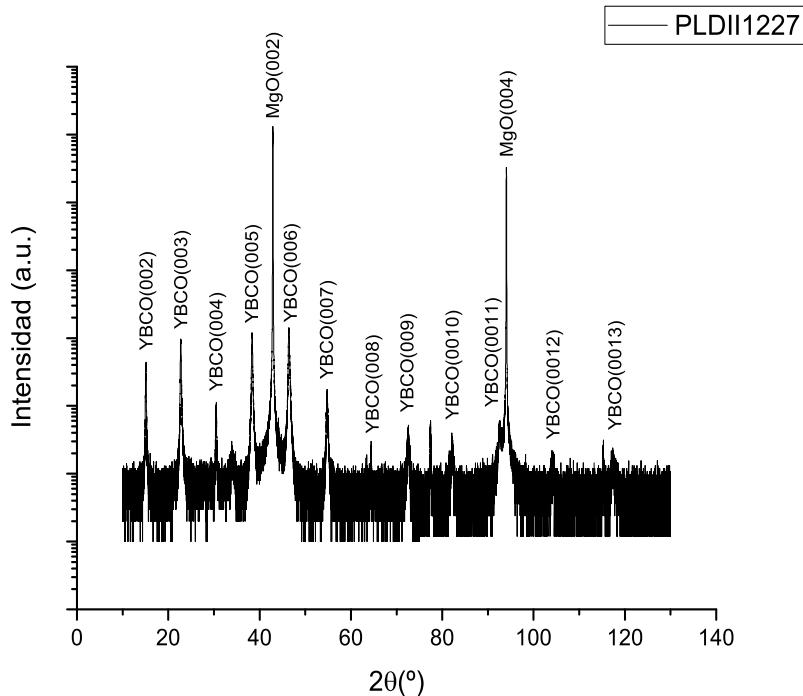


Figura 3.1: Patrón de difracción de la película delgada de YBaCuO.

El espesor de las muestras se ha determinado en el mismo equipo mediante reflectividad, XRR. Para el cálculo de éste se ajusta la curva experimental a la simulada con el programa *Leptos* mediante el algoritmo de *simulated annealing*. Este algoritmo busca los parámetros que mejor se ajustan a la curva proporcionando los valores de grosor, rugosidad, densidad, entre otros.

En la Figura 3.2 se observan las dos curvas superpuestas, en rojo se encuentra la simulación generada y en negro la obtenida mediante los datos experimentales. El programa *Leptos* genera un informe sobre los parámetros a los que ha convergido la simulación, en la tabla 3.1 se pueden ver los más relevantes de éstos.

Material	Grosor [nm]	Rugosidad [nm]	Densidad [g/cm ³]
$YBa_2Cu_3O_7$	62.16	0.639	6.66312
MgO (substrato)	-	0.763	3.56980

Tabla 3.1: Valores extraídos del informe XRR.

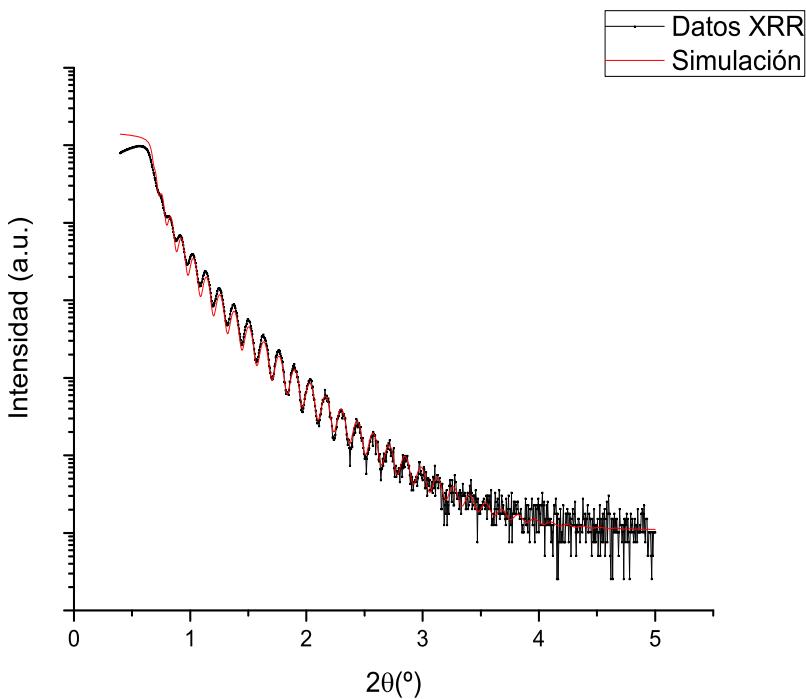


Figura 3.2: Ajuste de las curvas de reflectividad de la muestra de YBaCuO.

3.1.2. Transición superconductora

Como caracterización inicial y para comprobar que el material obtenido es superconductor,¹ se sometió la película delgada a un enfriamiento por debajo de la temperatura crítica y se midió su resistencia aplicando una intensidad de corriente continua de $20\mu A$ en el magnetoresistómetro. De esta manera, midiendo la caída de tensión, se puede estimar la resistividad a cada valor de temperatura. En la Figura 3.3 se puede observar como la resistividad disminuye a razón que lo hace la temperatura. Se observa una caída de resistividad no abrupta en la que se distinguen tres zonas, una en el estado normal, otra en la franja de transición y la última en el estado superconductor *perfecto*.

Puede notarse que la resistividad del estado normal se caracteriza por tener un comportamiento casi lineal con la temperatura. En la franja de transición habrá zonas del material que se comportarán como un superconductor (con vórtices) y otras como un conductor normal. Por último la zona superconductora presenta una resistencia nula, por lo que idealmente se puede transmitir energía eléctrica sin pérdidas y se caracteriza por la ausencia de vórtices². Se debe tener en cuenta que el ensanchamiento en la transición, aparte de lo mencionado en lo anterior, se puede ver incrementado por

¹Esta verificación es importante, ya que como se dijo, la superconductividad de estos materiales es muy sensible al contenido en oxígeno, factor no determinable en rayos X.

²O al menos de vórtices *activos* que por moverse produzcan dissipación.

fluctuaciones de composición en la muestra.

Tras comprobar que la película delgada se comporta como un superconductor, se llevó a litografiar para obtener el hilo. Las dimensiones del hilo obtenido: 1,2 mm de largo, 4 μm de ancho y 62 nm de espesor. Para asegurar que el material se comporta adecuadamente y no ha sido afectado por el proceso de litografiado se volvió a hacer la misma medida de transporte eléctrico en función de la temperatura. En la figura 3.3 se observan las dos curvas experimentales, la de la película delgada con símbolos en blanco y la del hilo en color, con la finalidad de comprobar que la fabricación del hilo fue exitosa (no destructiva de la superconductividad).

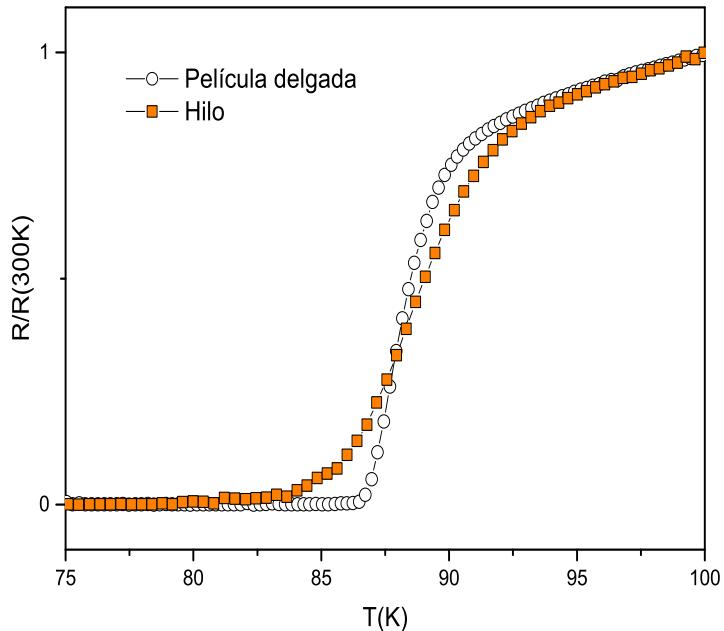


Figura 3.3: Resistividad del YBaCuO a campo magnético nulo en la película delgada (negro) e hilo (naranja).

En la figura 3.3 se observa una diferencia en la zona de transición antes y después del litografiado, esto se debe principalmente a efectos geométricos. La resistividad de la película delgada es un promedio a las diferentes densidades de corriente que circulan por el interior del material. La medida de transporte eléctrico en la película delgada se ha llevado a cabo mediante cuatro hilos de 25 μm contactados con pintura de plata en las esquinas de la muestra tal y como se observa en la figura 3.4. Este método para medir la resistividad por cuatro puntos se conoce como técnica de

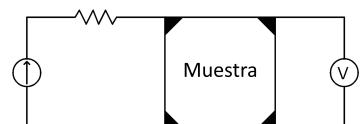


Figura 3.4: Esquema eléctrico del montaje para la medida de la película delgada.

Van der Pauw. Se emplea en materiales laminares homogéneos e isotropos y con una resistividad baja para determinar un valor de resistividad medio. La resistencia a la salida de la fuente de corriente del circuito que aparece en la figura 3.4 sirve para que en la fase superconductora el voltaje de la fuente de corriente este controlado (por la resistencia). La medida en el hilo se hizo por el método tradicional de cuatro puntos.

El hecho más relevante en la figura 3.3 es la aparición de un ensanchamiento de la transición para el caso del hilo. Esto es algo habitual en sistemas nanofabricados y se debe a que tratándose habitualmente de materiales granulares, aparece una mayor sensibilidad a cualquier tipo de fluctuación (térmica, composicional...) por las mayores restricciones al paso de la corriente [7].

Tras todo lo mencionado anteriormente, se puede decir que no se ha observado ninguna degeneración del material por las substancias químicas empleadas en el proceso de litografiado.

3.2. Magnetoresistencia (propiedades físicas)

Las medidas físicas realizadas en este trabajo han sido de voltaje frente al campo aplicado para poder conocer el comportamiento del superconductor a distintos ángulos entre \vec{B} y \vec{J} . Los ángulos a los que se ha colocado la muestra para las medidas se muestran en la figura 3.5.

Para la realización de estas medidas se ha empleado el magnetoresistómetro del INA, el cual puede aplicar campos magnéticos de hasta 1T. La muestra se introduce en el magnetoresistómetro con la orientación deseada y el equipo de medida se encargará de tomar los valores de la caída de tensión en el hilo para una temperatura fija bajo un campo magnético que barre los valores de 0T a 1T (secuencia 0 → 1T → -1T → 0). Cada punto de medida se realiza alternativamente en los dos sentidos de corriente (+, -) con el propósito de poder compensar posibles contribuciones termoeléctricas a la resistencia debidas al calentamiento de los microcontactos por donde se aplica la corriente al hilo o bien *offsets* electrónicos.

3.2.1. Observaciones experimentales

Los hechos básicos en el comportamiento experimental se recogen en la figura 3.6. La caída de tensión presenta tres regímenes claramente diferenciados: (i) a temperaturas próximas a T_c el voltaje cambia de signo con el sentido de \vec{J} y depende muy poco de \vec{H} , (ii) al bajar T se observa un comportamiento típico creciente de $V(H)$ [13] y antisimétrico con el sentido de \vec{J} y (iii) al bajar más la temperatura aparecen oscilaciones en el voltaje, a la vez que se rompen la simetría respecto de \vec{H} y antisimetría

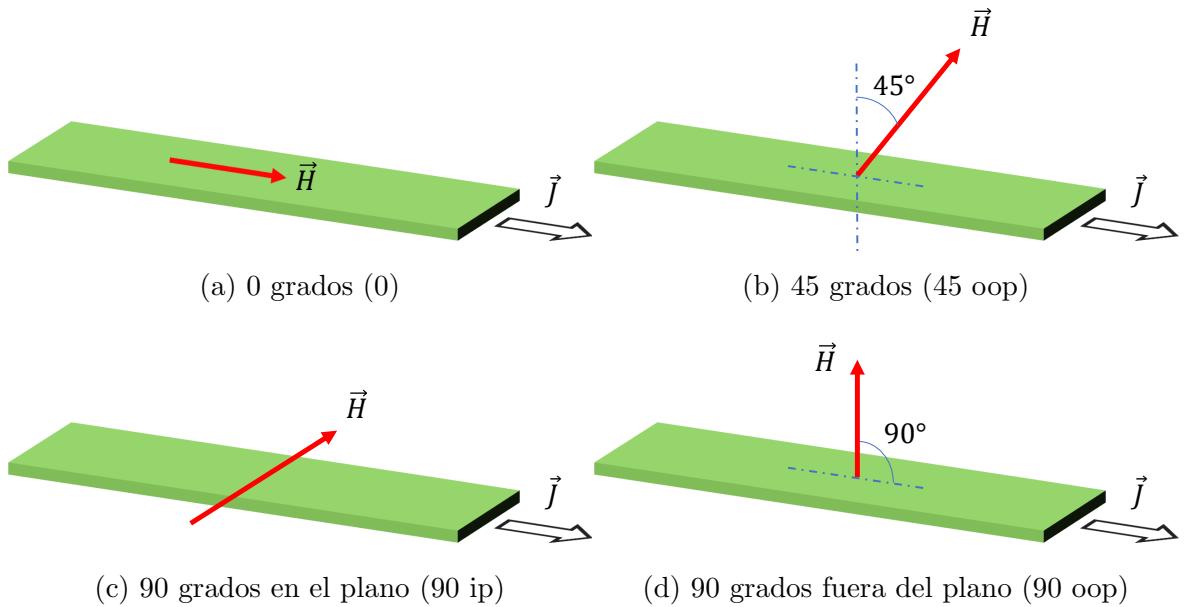


Figura 3.5: Configuraciones estudiadas

respecto de \vec{J} .

En la figura 3.7 se puede observar que al *restar* los datos obtenidos con corrientes opuestas se *recupera* el comportamiento monótono simétrico de $R(H)$ esperado.

Por otra parte, en la figura 3.8, se puede observar que la resistencia depende de la orientación angular de la muestra con respecto al campo magnético. En particular, el comportamiento oscilante se modula con dicha orientación.

3.2.2. Propiedades de los resultados

A partir de las figuras anteriores se puede deducir la siguiente sistemática en la magnetorresistencia del hilo de YBaCuO en la zona de transición superconductora. Para simplificar el análisis, se hace referencia directamente al voltaje medido entre los contactos fijados.

Comportamiento esperado

A las temperaturas mayores, se tiene:

$$\begin{cases} V(H, I_0) \simeq V(-H, I_0) \\ V(H_0, I) \simeq -V(H_0, -I) \end{cases} \quad (3.1)$$

con una dependencia en H cada vez menor al aumentar la temperatura, es decir ($dR/dH \rightarrow 0$)³.

³Téngase en cuenta que se han medido voltajes *longitudinales*(no es configuración de voltaje Hall).

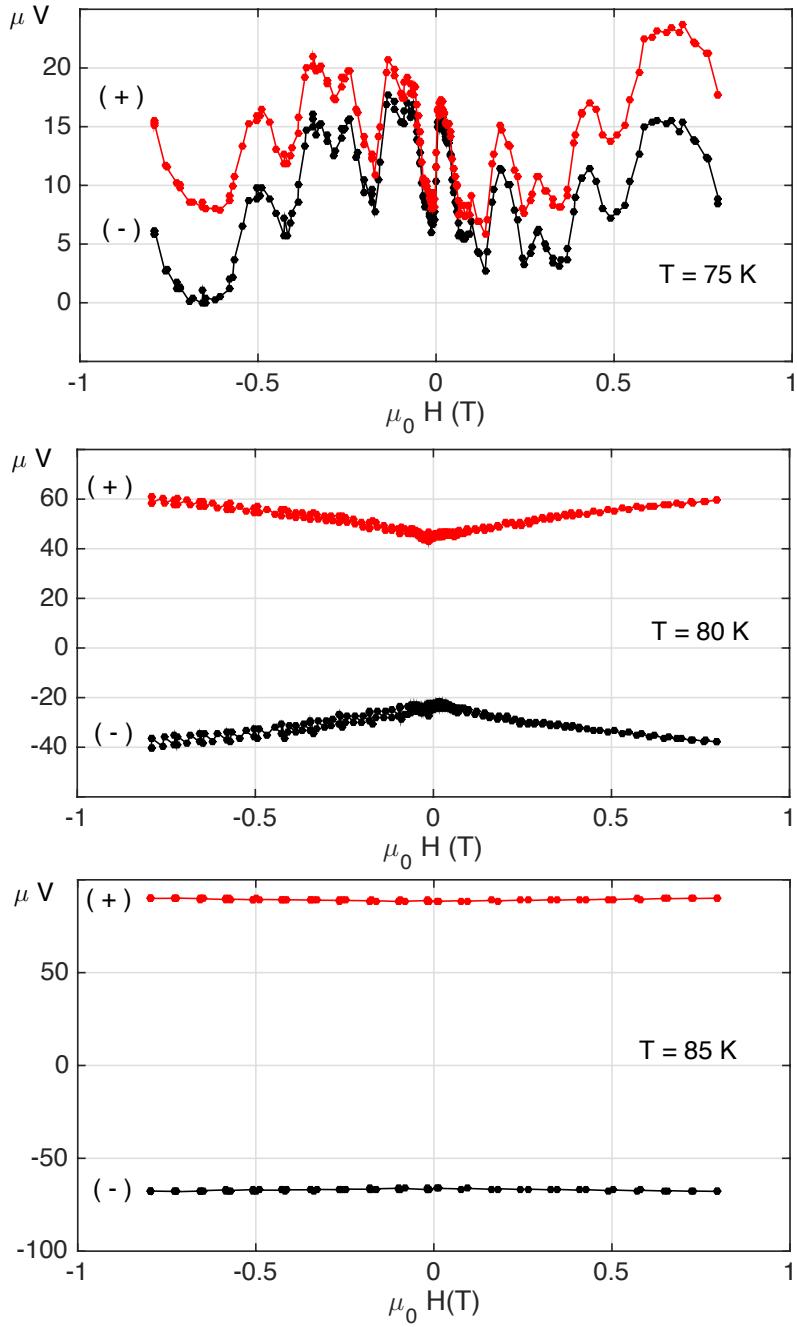


Figura 3.6: Evolución de la magnetorresistencia con la temperatura para la configuración 90° fuera del plano en la zona de transición.

Comportamiento *anómalo*.

En las temperaturas más bajas de la zona de transición:

$$\begin{cases} V(H, I_0) \simeq -V(-H, I_0) + \text{offset} \\ V(H_0, I) \neq -V(H_0, -I) + \text{offset} \end{cases} \quad (3.2)$$

Por otra parte, los efectos *anómalos* son más notables conforme \vec{H} se acerca al plano de la película delgada y cuanto más se acerca a la dirección de \vec{J} .

En el siguiente capítulo se va a realizar un análisis de estas observaciones con el fin

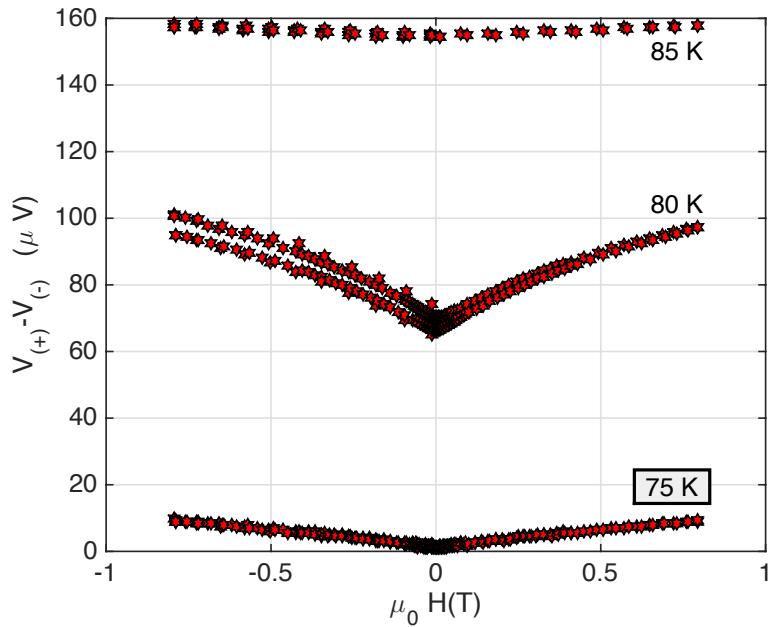


Figura 3.7: Diferencia de las curvas de voltaje para corriente $\pm I$ de la figura 3.6.

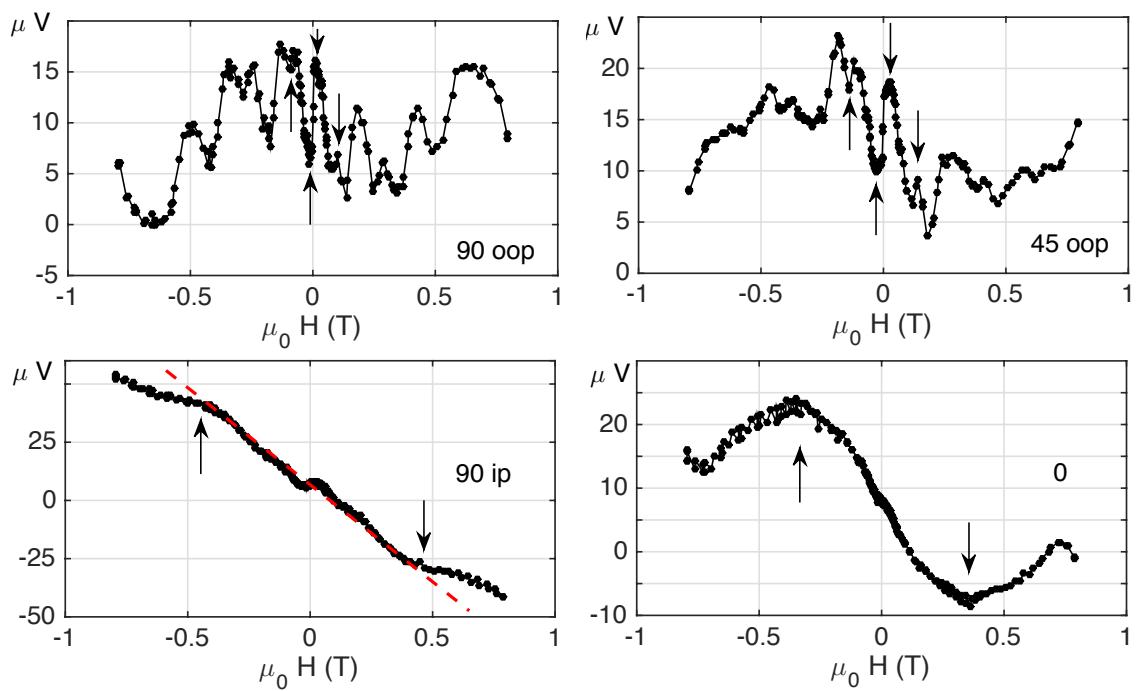


Figura 3.8: Evolución del efecto *anómalo* en la magnetoresistencia para las orientaciones estudiadas y $T = 75K$.

de dilucidar los posibles mecanismos físicos que operan en la transición superconductora inducida por el campo magnético.

Capítulo 4

Fenómenos físicos en la transición superconductora

Se intentará aportar una racionalización de las observaciones anteriores fundamentada en los conceptos básicos sobre física de vórtices que se introdujeron en la sección 1.2. Con este fin se enmarcarán nuestras observaciones en alguno de los modelos teóricos conocidos para describir fenómenos de oscilación en la magnetoresistencia de superconductores nanoestructurados. Para validar el sentido físico de dichos modelos aplicados a los experimentos realizados en este trabajo se comenzará ofreciendo una serie de valores numéricos de referencia en el material superconductor que se ha utilizado. Esto permitirá contrastar los parámetros de ajuste utilizados con los mecanismos físicos subyacentes.

4.1. Parámetros físicos característicos

Se ofrecen una serie de valores típicos de parámetros físicos relevantes en el hilo de YBaCuO. Básicamente dependen de las longitudes características del material (tabla 1.1 en la sección 1.3), de características geométricas de la muestra (anchura W y espesor d) y de las condiciones experimentales en uso (temperatura y campo magnético aplicado).

- **Campo crítico inferior** (límite $T \rightarrow 0$) (basado en [8]).

$$\mu_0 H_{c1} \sim 10mT \text{ (basado en [9])}.$$

Los fenómenos que se observen para campos superiores a este valor podrán guardar relación con la presencia de vórtices

- **Campo crítico de atrapamiento**

$$\mu_0 H_0 \sim \begin{cases} \Phi_0/W^2 \sim 10mT \\ \Phi_0/d^2 \sim 500mT \end{cases} \quad (4.1)$$

Cuantifica el campo característico de atrapamiento de una fila de vórtices en una película delgada de anchura W . El número de filas de vórtices que van entrando al material se puede estimar como:

$$N \sim \left[W^2 \frac{\mu_0 H - \mu_0 H_0}{\Phi_0} \right] \quad (4.2)$$

Donde N es un número entero más próximo a esta magnitud.

– Energía de creación de pares

La energía de creación de un par vórtice/antivórtice viene dada por:

$$E_v \sim \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2\Lambda} \ln \frac{2W}{\pi\xi} \quad (4.3)$$

– Energía de interacción vórtice-loop

La energía de interacción de un vórtice con un *loop* de corriente de radio a y flujo cuantizado ¹.

$$E_0 \sim \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2\Lambda} \frac{W}{a} \quad (4.4)$$

Estos dos últimos parámetros van a ser básicos en el modelo, se definieron en la Ref. [13] y los valores típicos en unidades normalizadas son:

$$\frac{E_v}{\mu_0 k_B} \sim \frac{E_0}{\mu_0 k_B} \sim 50K \quad (4.5)$$

cuando se utiliza λ y ξ del superconductor YBaCuO.

4.2. Modelo de magnetorresistencia oscilante

La observación de oscilaciones en la magnetorresistencia de los superconductores de tipo II es un fenómeno ampliamente conocido desde hace tiempo [10] que recientemente ha recibido nueva atención por aparecer con frecuencia en muestras nanoestructuradas [12]. En general, por tratarse de una propiedad asociada a variaciones locales, su descripción requiere hacer pleno uso de la teoría de Ginzburg-Landau, lo cual evidentemente es complejo. No obstante, se han publicado algunos modelos, que utilizando parámetros básicos recogen la esencia de dicha teoría, permitiendo evaluar las propiedades físicas sin más que utilizar una expresión analítica sencilla, si bien aproximada. En principio se conciben para muestras superductoras con estructuras regulares (periódicas) nanoestructuradas, sin embargo las ideas esenciales permiten aplicarlos en el sistema de este trabajo. A continuación se muestran las ideas básicas que expone la Ref. [13].

¹Se ha introducido $\Lambda = \frac{2\lambda^2}{d}$ (longitud de penetración de Pearl).

El punto de partida es la relación propuesta por Tinkham [14] para la transición resistiva en superconductores de alta T_c .

$$r \equiv \frac{R}{R_n} = \left[I_0 \left(\frac{E_{act}}{k_B T} \right) \right]^{-2} \quad (4.6)$$

donde I_0 denota la función de Bessel modificada de primera especie, R_n la resistencia normal y E_{act} representa la energía de activación de vórtices.

Sochnikov [13] propone reemplazar E_{act} por una expresión dependiente de las energías descritas en las ecuaciones 4.3 y 4.4, moduladas por el número de *loops* presentes, y contabilizando la energía (dipolar) de los vórtices en el campo externo aplicado (H). Se contabiliza la probabilidad de entrada/expulsión de vórtices/antivórtices:

$$\Delta E_{in}^{\pm} = E_v + E_0 \left[\left(N - \frac{H}{H_0} \right) + \frac{1}{2} \right] \mp \mu H \quad (4.7)$$

$$\Delta E_{out}^{\pm} = E_v + E_0 \left[\left(N - \frac{H}{H_0} \right) - \frac{1}{2} \right] \mp \mu H. \quad (4.8)$$

En esta expresión N es el entero más próximo a H/H_0 y proporciona el comportamiento oscilante. μ representa el momento magnético del vórtice.

Finalmente se propone el modelo estadístico clásico de mezcla de estos procesos:

$$\Delta E_{eff} = \frac{\sum \Delta E_i^j e^{-\Delta E_i^j / k_B T}}{\sum e^{-\Delta E_i^j / k_B T}}. \quad (4.9)$$

Eventualmente se reemplaza $E_{act} \rightarrow \Delta E_{eff}$ en la ecuación 4.6.

A modo de ejemplo, se presenta la figura 4.1 obtenida a partir de la ecuación 4.6 y suponiendo o no la presencia de vórtices (+) como antivórtices (\pm). Se muestra la resistencia normalizada r y su derivada respecto del campo aplicado para el caso $E_v = 94$, $E_0 = 72$ y $\mu = 28$. Se presentan los comportamientos $r(H)$ para $T = 30K$ y $T = 90K$.

Se quiere destacar el efecto que tiene aumentar la temperatura, la aparición de oscilaciones asociadas a los valores sucesivos del número entero N (de filas de vórtices) y la línea base (discontinua) para los casos sólo vórtice o vórtice/antivórtice.

4.3. Discusión de los resultados experimentales

La figura 4.1, obtenida a partir de la ecuación 4.6 para valores razonables de los parámetros del modelo en nuestros experimentos, pretende ser una herramienta básica de interpretación. Nos permite hacer algunas hipótesis para identificar fenómenos físicos subyacentes, que enumeramos a continuación.

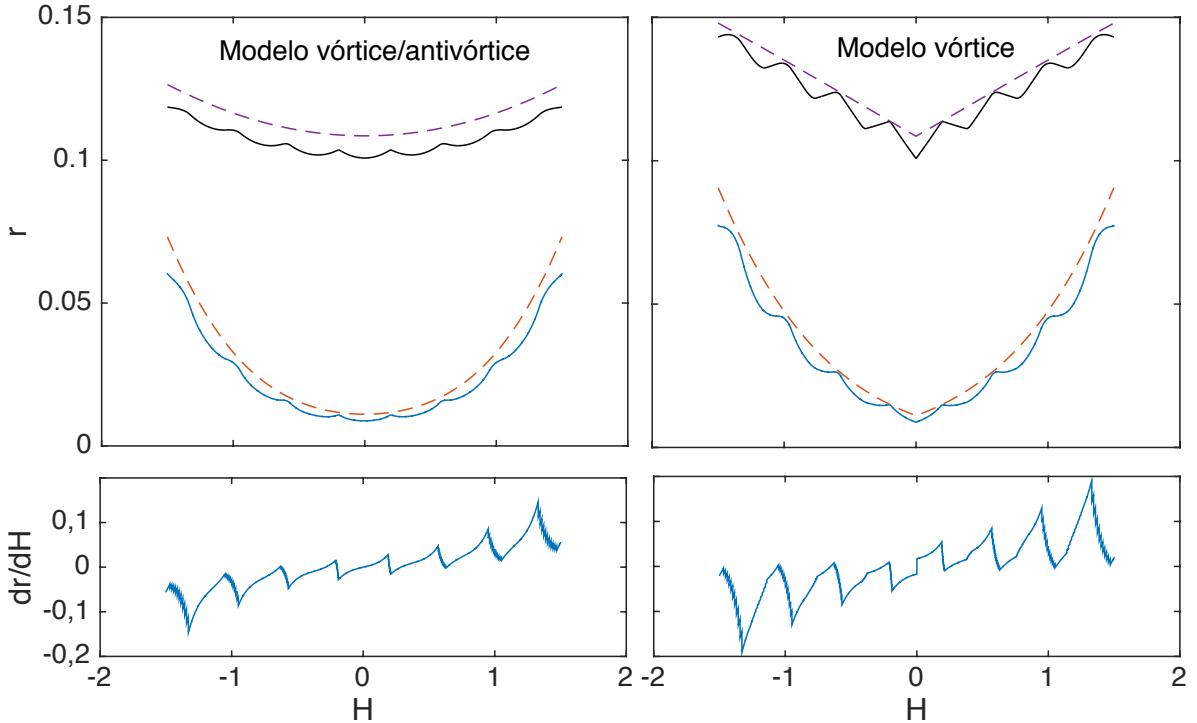


Figura 4.1: Oscilaciones en la magnetoresistencia predichas por el modelo Vórtice-Antivórtice y solo Vórtice.

- El comportamiento esperado de $R(H)$ a temperaturas más elevadas ($T > 80K$) apunta a los modelos de sólo vórtice, según indica la curvatura de la línea base (discontinua) en la figura 4.1.
- A las temperaturas elevadas, los vórtices penetran sin que sea apreciable el efecto de oscilaciones debidas a la interacción de éstos con loops de corriente presentes en el medio.
- Cuando se observan oscilaciones en $R(H)$ ($T \lesssim 75 K$ en las figuras 3.6 y 3.8) el *periodo* de las mismas indica valores característicos de H_0 que, según la ecuación del campo de atrapamiento coinciden con la formación de loops del tamaño de la muestra (dimensiones d, W) de modo aproximado, como se indica respectivamente en las medidas *in-plane* y *out-of-plane* de la figura 3.6.
- ★ Notablemente, el comportamiento oscilante tiene las características de antisimetría (respecto a la variable H) propias de la función (teórica) dR/dH en lugar de la simetría propia de $R(H)$. Este fenómeno, que según nos consta, no ha sido observado hasta la actualidad, merece mayor atención. Por el momento, podemos afirmar que se trata de una observación reproducible. Lo hemos encontrado en diferentes muestras y orientaciones del campo magnético aplicado. Por otra parte, es muy estable ante el procedimiento de medida, en lo que se refiere

a la aplicación de las corrientes de transporte (I_+, I_-, I_{\pm}). Sin tener elementos suficientes resulta aventurado hacer una hipótesis sobre su origen. No obstante, podemos pensar que nuestro experimento “conlleve” gradientes internos de alguna de las magnitudes físicas, por efecto del tamaño finito de la muestra, que afecten a la entrada/salida de vórtices en la misma. Téngase en cuenta que nuestro análisis asume simetría de traslación a lo largo del hilo.

Capítulo 5

Conclusiones

El propósito de este trabajo era la fabricación y caracterización de hilos superconductores para el estudio de propiedades de magnetorresistencia en los mismos. Los fenómenos asociados (física de vórtices) son complejos, por lo que la simplicidad de la geometría resulta esencial.

Se han empleado diversas técnicas físicas para la fabricación de las películas delgadas mediante la deposición de material por láser pulsado, la caracterización de la microestructura por rayos X y la obtención de hilos superconductores de YBaCuO por litografía óptica y *ion milling*.

Se ha analizado el comportamiento magnetorresistivo a un nivel mesoscópico de la muestra gracias al estudio de la influencia del campo magnético en módulo y orientación. En el análisis de los datos se ha encontrado: (i) por una parte el comportamiento esperado de la magnetorresistencia para valores de temperatura próximos al crítico ($T \lesssim T_c$) y (ii) un comportamiento no esperado para temperaturas más bajas.

Atendiendo a las medidas de caracterización, se puede decir que se ha logrado fabricar muestras de calidad suficiente para realizar la investigación de $R(H)$.

De estas últimas, además de confirmar propiedades conocidas en la literatura, se han obtenido resultados, que si bien son reproducibles, solo entendemos parcialmente a la luz de la teoría existente. Esto deja un campo abierto para posteriores trabajos.

Para terminar queremos mencionar que la realización de este trabajo ha supuesto el aprendizaje de una serie de condicionantes importantes en la Física Experimental. Concretamente, ha sido importante un esfuerzo de planificación ya que se han utilizado equipos con mucha demanda.

Por otro lado, en el caso concreto de las medidas resistivas, éstas se hacen con uso de helio líquido, cuyo elevado precio obliga a optimizar el tiempo de duración de los experimentos.

Bibliografía

- [1] A Badía-Majós y C López. Modelling current voltage characteristics of practical superconductors. *Superconductor Science and Technology*, 28(2):024003, 2015.
- [2] T.P. Orlando and K.A. Delin. *Foundations of Applied Superconductivity*. Electrical Engineering Series. Addison-Wesley, 1991.
- [3] M. Tinkham. *Introduction to Superconductivity: Second Edition*. Dover Books on Physics. Dover Publications, 2004.
- [4] J. R. Clem. Flux-line-cutting losses in type-II superconductors. *Physical Review B*, 26(5):2463, 1982.
- [5] W.D. Callister and D.G. Rethwisch. *Materials Science and Engineering: An Introduction, 9th Edition: Ninth Edition*. John Wiley and Sons, Incorporated, 2013.
- [6] Z. Jirak *et al.* Structure an the Orthorhombic-Tetragonal Transitions in YBCO. *Physica Status Solidi A*, 102:K61, 1987
- [7] A. V. y Dynes R. C. Sharifi, F. y Herzog. Crossover from two to one dimension in in situ grown wires of Pb. *Physical Review Letters*, 71:428–431, 1993.
- [8] K.H. Kuit *et al.* Vortex trapping and expulsion in thin-film ybacuo strips. 77(13):134504–, 2008.
- [9] C Böhmer, G Brandstätter, and H W Weber. The lower critical field of high-temperature superconductors. *Superconductor Science and Technology*, 10(7A):A1, 1997.
- [10] M. Tinkham. Effect of Fluxoid Quantization on Transitions of Superconducting Films. *Physical Review*, 129:2413–2422, 1963.
- [11] R. D. Parks and J. M. Mochel. Evidence for Quantized Vortices in a Superconducting Strip. *Physical Review Letters*, 11:354–358, 1963.
- [12] R. Córdoba *et al.* Magnetic field-induced dissipation-free state in superconducting nanostructures. *Nature Comunications*, 4:1437, 2013.
- [13] Sochnikov *et al.* Oscillatory magnetoresistance in nanopatterned superconducting $\text{la}_{1,84} \text{ sr}_{0,16} \text{ cuo}_4$ films. *Physical Review B*, 82, 09 2010.
- [14] M. Tinkham. Resistive transition of high-temperature superconductors. *Physical Review Letters*, 61:1658–1661, 1988.
- [15] V. Ambegaokar and B. I. Halperin. Voltage Due to Thermal Noise in the dc Josephson Effect. *Physical Review Letters*, 23:274–274, 1969.
- [16] A.B. Pippard. *Magnetoresistance in Metals*. Cambridge Studies in Low Temperature Physics. Cambridge University Press, 1989.