



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5314279466

TI-1995/3

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES

**Corriente Crítica y Mecanismos de Disipación en
Películas y Superredes de Superconductores de Alta T_c**

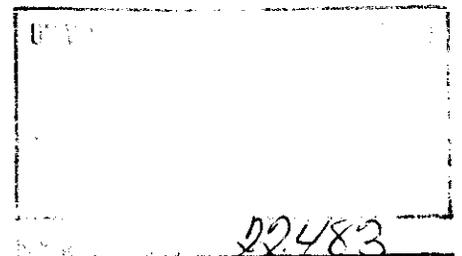
(Relación con la microestructura y propiedades de anisotropía)

Memoria que presenta
MARÍA VÉLEZ FRAGA
para optar al grado de

DOCTOR EN CIENCIAS FÍSICAS

dirigida por el Profesor José Luis Vicent López

Madrid, Diciembre 1995



A mis padres

A José Ignacio

INDICE

Agradecimientos	ix
CAPÍTULO 1: Introducción	1
CAPÍTULO 2: Técnicas experimentales:	9
2.1 Técnicas de deposición de láminas delgadas: Pulverización catódica	9
2.2 Técnicas de caracterización estructural	18
2.3 Técnicas de medida de propiedades magnéticas y de transporte eléctrico	21
2.3.1 Licuefactor de Helio líquido	22
2.3.2 Criostatos y medida de propiedades de transporte eléctrico	28
2.3.3 Susceptómetro ac y magnetómetro dc	35
Bibliografía	39
CAPÍTULO 3: La corriente crítica: técnicas de medida y ejemplos característicos	41
3.1 Introducción	41
3.2 Método de transporte: Láminas delgadas de superconductores de alta temperatura crítica	48
3.3 Métodos magnéticos	51
3.3.1 Ciclos de histéresis dc: Monocristales superconductores de LiTi_2O_4	55

3.3.2 Susceptibilidad ac: Películas delgadas de superconductores de alta temperatura crítica	59
3.3.1 Efectos no lineales en la susceptibilidad ac: Monocristales del superconductor orgánico κ -(ET) ₂ Cu(NCS) ₂	65
3.4 Conclusiones	73
Bibliografía	75
CAPÍTULO 4: Crecimiento y caracterización de láminas delgadas superconductoras de EuBa₂Cu₃O₇ y de superredes EuBa₂Cu₃O₇/PrBa₂Cu₃O₇ y EuBa₂Cu₃O₇/SrTiO₃	
4.1 Películas delgadas simples de EuBa ₂ Cu ₃ O ₇ /SrTiO ₃ (100)	77
4.2 Superredes EuBa ₂ Cu ₃ O ₇ /PrBa ₂ Cu ₃ O ₇ con orientación eje-c y eje-a	91
4.3 Superredes EuBa ₂ Cu ₃ O ₇ /SrTiO ₃ con orientación eje-c y eje-a	100
4.4 Conclusiones	115
Bibliografía	117
CAPÍTULO 5: Microestructura y propiedades de transporte en el estado mixto de láminas delgadas de EuBa₂Cu₃O₇ con orientación eje-a	
5.1 Microestructura y propiedades de transporte en el estado normal	123
5.2 Corriente crítica sin campo magnético aplicado y las fronteras de 90°	127
5.3 Corriente crítica en presencia de un campo magnético: anclaje de flujo magnético	134
5.4 Magnetorresistencia y activación térmica	148

5.5 Transición de fase de vidrio de vórtices: leyes de escala	157
5.6 Conclusiones	167
Bibliografía	169
CAPÍTULO 6: Anisotropía en películas y superredes: Dependencia angular de la corriente crítica y la magnetorresistencia	173
6.1 Propiedades de anisotropía en películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a y eje-c	173
6.2 Superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a: Competición entre la anisotropía natural y el efecto de la estructura de multicapa	190
6.3 Superredes eje-c $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$	205
6.4 Conclusiones	212
Bibliografía	215
CAPÍTULO 6: Conclusiones generales	219

Agradecimientos

Este trabajo ha sido realizado en el Departamento de Física de Materiales de la Universidad Complutense de Madrid y su desarrollo ha sido posible gracias a la concesión de una beca predoctoral del Ministerio de Educación y Ciencia (1992-1995). Asimismo se agradece la financiación de proyectos por parte de la CICYT y la Universidad Complutense.

Durante estos años son muchas las personas que me han proporcionado su apoyo de mil maneras distintas para la realización de esta tesis y a las que quisiera expresar mi agradecimiento:

A todos los miembros del Departamento de Física de Materiales, y a su director, Prof. Javier Piqueras que me han facilitado siempre la realización de este trabajo en lo que pudiera ser necesario.

A la Prof. Nai Chang Yeh, del California Institute of Technology (CalTech, Pasadena, EEUU), así como a Wen Jiang, Ushma Kriplani y David Beam por hacer posible una estancia en su laboratorio y enseñarme muchos de los secretos del vidrio de vórtices.

Al Prof. Iván K. Schuller, de la Universidad de California-San Diego (EEUU), por algunos difractogramas de alta resolución realizados en su laboratorio de La Jolla, así como por las siempre interesantes discusiones científicas.

Al Prof. Pedro Prieto, de la Universidad del Valle en Cali (Colombia), por su ayuda durante su estancia en nuestro laboratorio; también a la Dra. M. Elena Gómez por algunas imágenes de microscopía electrónica de transmisión.

Al Prof. José Luis Álvarez Rivas, al Dr. Miguel Jiménez y a Ángel Perea, del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC), con quienes di mis primeros pasos en el mundo de la investigación, por su gran apoyo durante ese período.

Al Prof. Isidoro Rasines del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC) junto con todo su grupo, por la fructífera colaboración y por crecer los mejores

monocristales superconductores de LiTi_2O_4 . Y también al Dr. G. W. Crabtree y al Dr. J. M. Williams, del Laboratorio Nacional de Argonne (EEUU), por proporcionarnos los monocristales del superconductor orgánico $\kappa(\text{ET})_2\text{Cu}(\text{NCS})_2$.

Al Prof. Miguel Ángel Alario y a todo su grupo, de la Facultad de Ciencias Químicas (Universidad Complutense), por prestarme su ayuda en todo cuanto de ellos pudiera depender.

A Elvira, Macarena y Ana así como a José Ignacio, Miguel Ángel, Colino, y Germán, por todos los ratos pasados en el laboratorio, por su apoyo y amistad en los momentos fáciles y difíciles y por todas las discusiones, no siempre sobre Física, que contribuyen a crear un ambiente de trabajo muy agradable.

Al Prof. José Luis Vicent, director de esta tesis, por su gran dedicación y por brindarme la oportunidad de entrar a formar parte de su grupo, de trabajar con las diversas técnicas de su laboratorio y, sobre todo, de aprender un montón de Física y Superconductividad.

También quiero agradecer a mis amigos por su comprensión en estos años de tesis, en especial a María y a Elena porque siempre una becaria entiende mejor a otra. Y, cómo no, tengo que dar las gracias a toda mi familia, sobre todo a mis padres y hermanos, por todo el afecto que siempre me han demostrado y por las divertidas tertulias de Física que se forman de vez en cuando. Finalmente, me gustaría agradecerle a José Ignacio su cariño y ayuda, que han sido fundamentales para la conclusión de esta tesis doctoral.

CAPÍTULO 1

Introducción

En 1911, al medir la resistividad del mercurio a baja temperatura, Kamerlingh Onnes observó que por debajo de 4.2 K esta se hacía abruptamente cero [1], lo que constituyó el primer descubrimiento de un material superconductor. Desde entonces los avances tanto teóricos en la comprensión del fenómeno, primero fenomenológicamente (F. London y H. London en 1935 [2] y Ginzburg y Landau en 1950 [3]) y luego de manera microscópica (Bardeen, Cooper y Schrieffer [4]), como desde el punto de vista de la ciencia de los materiales (descubrimiento de nuevos superconductores y técnicas de preparación ya sea en forma de cable, como pueden ser los hilos formados por filamentos de NbTi dentro de una matriz de Cu [5], o en forma de lámina delgada, entre otros NbN [6] o PbBi [7]) han permitido que hoy en día contemos con numerosas aplicaciones de los materiales superconductores, por ejemplo, para la producción de campos magnéticos intensos [5] o para la medida de campos magnéticos débiles con mucha precisión (SQUIDs) [8].

Sin embargo, la mayor parte de las aplicaciones de la superconductividad siguen dependiendo de otro de los logros fundamentales de Kamerlingh Onnes, es decir, la licuefacción del Helio [9]. Por ello supuso una auténtica revolución en este campo el descubrimiento de Bednorz y Müller en 1986 [10] de una transición superconductora en el La-Ba-Cu-O por encima de 30 K, rápidamente seguido por la aparición de nuevas familias de superconductores de alta temperatura, el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [11], el $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ [12], el Hg-Ba-Ca-Cu-O [13] con temperaturas de transición de 92 K, 125 K y 150 K, respectivamente, cada vez más altas y por encima de los 77 K, la temperatura del nitrógeno líquido.

Desde entonces la comunidad científica viene realizando un esfuerzo importante tanto en el estudio de los mecanismos microscópicos de la superconductividad de alta temperatura como en la obtención de estos materiales en formas adecuadas para la integración en diversos tipos de dispositivos. Cabe destacar que, aunque han pasado menos de diez años desde el trabajo de Bednorz y Müller, ya están empezando a aparecer resultados en este sentido, como dispositivos SQUID funcionando con N_2 líquido con nivel de ruido suficientemente bajo para aplicaciones médicas [14], dispositivos de microondas experimentales capaces de funcionar en el interior de un satélite [15], o la fabricación de hilos como paso previo a la construcción de solenoides superconductores a 77 K, en primer lugar de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8/Ag$ [16] y, más recientemente [17], de $YBa_2Cu_3O_7$ texturado sobre aceros Hastelloy con corrientes críticas altas en presencia de campos magnéticos intensos (superiores a 10^4 A/cm² en 100kOe y 77 K).

Por otro lado, un superconductor es algo más que un material de resistividad nula, si bien esta fue la primera propiedad característica de este fenómeno, sino que es un auténtico estado termodinámico separado por una transición de fase del estado normal. Dentro de este estado superconductor pueden aparecer distintos mecanismos de disipación, que suelen caracterizarse a través de la corriente crítica, esto es, la máxima corriente que se puede hacer pasar por el material antes de que se detecte una caída de potencial no nula, y cuyo estudio constituye un punto clave tanto desde el punto de vista básico como de cara a las aplicaciones.

El origen de la resistencia cero, dentro de la teoría fenomenológica de Landau-Ginzburg, viene dada por la existencia de correlaciones de largo alcance en la fase del un parámetro de orden complejo tipo $\psi(r,t) = |\psi| e^{i\varphi}$ que se emplea para describir el estado superconductor. De hecho, a partir de la ecuación de Schrödinger para esta función de onda macroscópica se encuentra una relación general entre el potencial químico del sistema μ y la fase φ

$$\partial\varphi/\partial t = -2\mu/\hbar; \quad (1.1)$$

lo cual implica que las diferencias de potencial que puedan generarse en el sistema han

de estar relacionadas con variaciones temporales de la distribución espacial de esta fase, ya que $\nabla\mu \propto -\partial(\nabla\varphi)/\partial t$. Es decir, teniendo en cuenta que la corriente eléctrica fluye en la dirección donde φ aumenta ($J \propto \nabla\varphi$), cualquier proceso que tienda a reducir estas variaciones en la fase y, por tanto, a disipar la corriente, necesitará de un voltaje eléctrico finito para mantenerse en estado estacionario. Así, por ejemplo, en un hilo superconductor de tipo I sin campo magnético aplicado, la disipación se explica mediante procesos de "deslizamiento en la fase" o *phase slips* activados térmicamente en los que la fase cambia en saltos de 2π [18]. Si se trata de un superconductor de tipo II en presencia de un campo magnético, este puede penetrar en el interior del material en forma de vórtices [19] o líneas de flujo magnético cuantizado ($\Phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-7}$ gauss cm^2), de tal modo que la fase de la función de onda cambia en 2π en torno a cada uno de ellos, $\oint \nabla\varphi \cdot ds = 2\pi$. Cuando estos vórtices se ponen en movimiento a través del material modifican el valor de φ y generan también un campo eléctrico disipativo [20], lo que hace necesario el estudio de la dinámica de vórtices para comprender los mecanismos de disipación en este tipo de superconductores.

El movimiento de los vórtices depende tanto de la estructura de defectos en el material, que puede proporcionar diversos centros de anclaje, así como del efecto de la temperatura a través de las fluctuaciones térmicas. La existencia de defectos en el material puede tener distintos efectos sobre la corriente crítica según su forma, tamaño, concentración, etc, pudiéndose diferenciar diversos tipos de anclaje: de un sólo defecto o colectivo, de un sólo vórtice o de muchos, aleatorio o sincronizado... Además, un mismo tipo de defecto como es una frontera de grano, por ejemplo, puede constituir tanto un centro de anclaje muy efectivo [21] como mostrar un comportamiento de unión débil [22], esto es, una barrera no superconductora entre dos regiones que sí lo son, según sea su tamaño en comparación con la longitud coherente superconductora ξ . La corriente crítica a través de una unión débil se reduce respecto al material masivo, ya que las correlaciones entre la fase a ambos lados de la barrera, φ_1 y φ_2 , son más débiles al ser menor el acoplamiento entre las dos regiones superconductoras. J_c depende de forma general de la diferencia de fase $\gamma = \varphi_1 - \varphi_2$ como $J_c = J_0 \sin(\gamma)$ [23]. La diferencia de

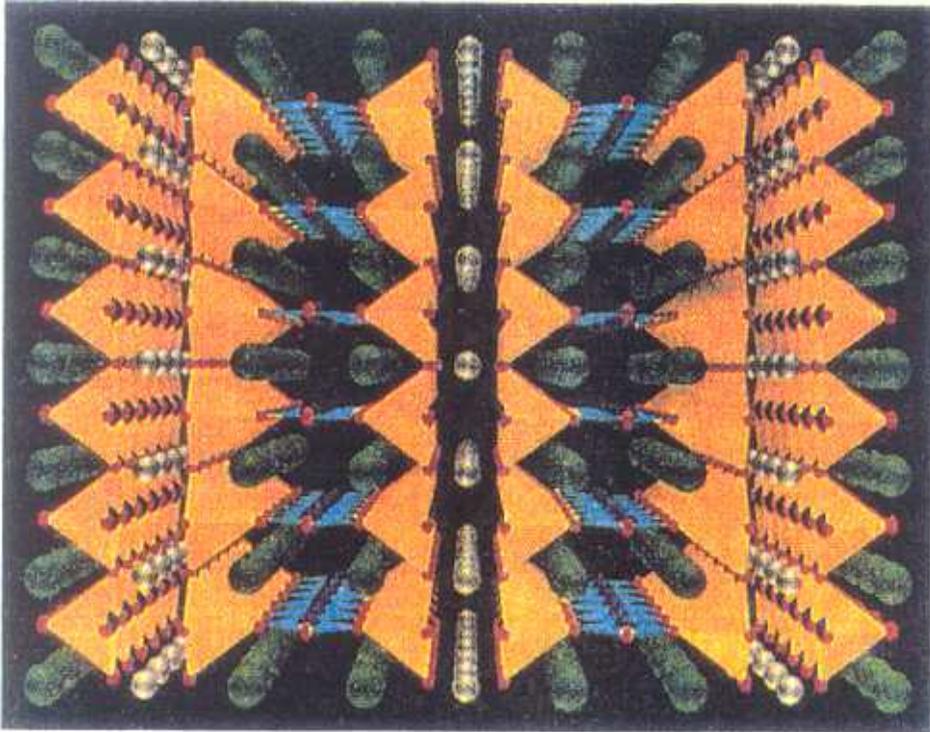


FIGURA 1.1: Esquema de la estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, tomada de la referencia [24]. El código de colores es: rojo=O, azul=Cu, verde=Ba, gris=Y, y los poliedros amarillos muestran la coordinación del Cu con el oxígeno apical.

fase y se ve modificada por campos magnéticos débiles que pueden penetrar en la unión haciendo que la corriente crítica de esta disminuya rápidamente. Este efecto, que resulta claramente perjudicial para las aplicaciones en las que se necesitan corrientes críticas elevadas, está sin embargo en la base de la fabricación de dispositivos electrónicos superconductores y de los SQUIDS.

Por todos estos motivos, el descubrimiento de un nuevo material superconductor, como ha sido el caso de los óxidos de cobre de alta T_C , lleva asociados una serie de retos desde el punto de vista de la ciencia de materiales para conseguir muestras de alta calidad con un buen conocimiento de sus características microestructurales y su relación con los distintos mecanismos de limitación de la corriente crítica. Además, los cupratos superconductores son materiales muy anisotrópicos, con una estructura cristalina claramente laminar formada por planos de CuO_2 , a los que se asocia la superconductividad, separados por bloques intermedios que actúan como reservas de

carga, tal y como se puede ver en la figura 1.1 para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [24]. Por tanto resulta conveniente disponer de muestras con orientaciones cristalinas definidas, esto es, monocristales o películas delgadas altamente texturadas. Así pues, se han desarrollado distintas técnicas de deposición de lámina delgada en las que, en general, lo más sencillo resulta que la muestra crezca con orientación eje-c [25], esto es, con el eje c de la estructura cristalina perpendicular al sustrato y con los planos de CuO_2 paralelos a este. Por otro lado, el crecimiento de muestras con otras orientaciones, como por ejemplo las películas eje-a en las que los planos son perpendiculares al sustrato, permite aprovechar la mayor longitud coherente a lo largo de estos para su aplicación en dispositivos electrónicos superconductores. Sin embargo existen muchos menos trabajos acerca de este tipo de muestras en comparación con las películas eje-c ya que, como veremos más adelante, se necesita de un ajuste mucho más cuidadoso de los diferentes parámetros de la deposición para poder obtener las muestras eje-a con orientación pura y buenas propiedades de transporte.

El paso siguiente a la obtención de películas delgadas de alta calidad constituye la fabricación de estructuras de multicapa, combinando el material superconductor con otros óxidos con estructura de perovskita aislantes o metálicos. Si se trata de bicapas o tricapas se podrán desarrollar diversos dispositivos electrónicos basados en el acoplo a través del óxido no superconductor [26, 27]. Por otro lado, si se realiza la deposición alternada del material superconductor y el no superconductor en capas de espesores fijos de manera que se defina una nueva periodicidad en la muestra, se puede obtener una superred con una estructura artificial que sirva para mimetizar la propia estructura laminar intrínseca del cuprato superconductor. Este proceso permite, jugando con los espesores, los materiales constituyentes, y la orientación de la periodicidad artificial respecto a los planos de CuO_2 , modificar de manera controlada la anisotropía del material.

Durante la realización de esta tesis, hemos comenzado por estudiar las distintas técnicas de medida de la corriente crítica (Capítulo 3), tanto por métodos de transporte como magnéticos, que hemos aplicado para la investigación de las propiedades

superconductoras de varios sistemas concretos: monocristales de algunos materiales de baja temperatura crítica como la espinela de LiTi_2O_4 o el superconductor orgánico $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$, y también láminas delgadas de $\text{RBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\text{R}=\text{Y, Eu}$). A continuación (Capítulo 4), se describe el método de crecimiento por pulverización catódica y las características microestructurales más importantes de las muestras empleadas para el estudio de las propiedades de transporte superconductoras: películas delgadas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación no sólo eje-c sino también eje-a, así como superredes superconductor/no superconductor. En primer lugar hemos empleado como componente no superconductor el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y, posteriormente, hemos investigado también el crecimiento de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ de cuya fabricación no existían resultados previos en la literatura.

En lo que se refiere al análisis detallado de la corriente crítica y de las propiedades de transporte en el estado mixto, hemos comenzado por intentar comprender mejor el papel que juegan los distintos mecanismos de disipación en las películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con orientación eje-a (capítulo 5), relacionándolo con su microestructura característica. Por último, se ha analizado también la influencia de la anisotropía en las propiedades de transporte (corriente crítica y magnetorresistencia) de estas películas altamente texturadas, así como las modificaciones que se producen al introducir la estructura artificial de capas no superconductoras en las superredes con las distintas orientaciones, eje-c y eje-a (Capítulo 6).

Bibliografía

- [1] H. Kamerlingh Onnes, Leiden Commun 120b (1911).
- [2] F. London y H. London, Proc. Roy. Soc. (London) **A149**, 71 (1935).
- [3] V. L. Ginzburg y L. D. Landau, Zh. Eksperim. i Teor. Fiz. **20**, 1064 (1950).
- [4] J. Bardeen, L. N. Cooper y J. R. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957).
- [5] M. N. Wilson, C. R. Walters, J. D. Lewin y P. F. Smith, J. Phys. D **3**, 1518 (1970).
- [6] D. W. Capone II, R. T. Kampwirth y K. E. Gray, en *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, ed. R. P. Reed y A. F. Clark (Plenum, 1986) vol. 32, p. 659.
- [7] H. Raffy, J. C. Renard y E. Guyon, Solid State Commun. **11**, 1679 (1972).
- [8] V. L. Newhouse en *Superconductivity*, ed. R. D. Parks (Marcel Dekker, 1969).
- [9] H. Kamerlingh Onnes, Leiden Commun 108 (1908).
- [10] J. G. Bednorz y K. A. Müller, Z. Phys. B **64**, 189 (1986).
- [11] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang y C. W. Chu, Phys. Rev. Lett. **58**, 908 (1987).
- [12] Z. Z. Zheng y A. M. Hermann, Nature **332**, 55 (1988).
- [13] C. W. Chu, L. Gao, F. Chen, Z. J. Huang, R. L. Meng y Y. Y. Xue, Nature **365**, 323 (1993).
- [14] M. S. Dilorio, K. Y. Yang y S. Yoshizumi, Appl. Phys. Lett. **67**, 1926 (1995).
- [15] M. Nisenoff, J. C. Ritter, G. Price y S. A. Wolf, IEEE Trans. Appl. Supercond. **3**, 2885 (1993).
- [16] ver por ejemplo P. Haldar, J. G. Hoehn, Y. Iwasa, H. Lim y M. Yunus, IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 512 (1995).
- [17] M. R. Beasley, IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 141 (1995).
- [18] J. S. Langer y V. Ambegaokar, Phys. Rev. **164**, 498 (1967).
- [19] A. A. Abrikosov, Zh. Eksperim. i Teor. Fiz. **32**, 1442 (1957).
- [20] B. D. Josephson, Phys. Lett. **16**, 242 (1965).
- [21] A. M. Campbell y J. E. Evetts, Adv. Phys. **21**, 199 (1972) y sus referencias.

- [22] S. E. Babcock, Mat. Res. Soc. Bull. **XVII**, 20 (1992).
- [23] B. D. Josephson, Phys. Lett. **1**, 251 (1962).
- [24] P. M. Grant, Adv. Mater. **2**, 232 (1990) y sus referencias.
- [25] A. Fartash, I. K. Schuller y J. Pearson, J. Appl. Phys. **67**, 2524 (1990).
- [26] S. Hontsu, N. Mukai, J. Ishii, T. Kawai y S. Kawai, Appl. Phys. Lett **63**, 1576 (1993).
- [27] L. P. Lee, M. Teepe, V. Vinetskiy, R. Cantor y M. S. Colclough, Appl. Phys. Lett. **66**, 3059 (1995).

CAPÍTULO 2

Técnicas Experimentales

2.1 Técnicas de deposición de láminas delgadas: Pulverización catódica

La pulverización catódica o *sputtering* es una de las técnicas de deposición de láminas delgadas que más se ha utilizado para la fabricación de películas de óxidos superconductores de alta temperatura de buena calidad, y es la que se ha empleado para preparar las muestras durante la realización de esta tesis.

El principio de esta técnica consiste en generar un plasma al producir una descarga eléctrica a través de un gas a baja presión [1], que habitualmente se trata de argón, al ser un gas noble pesado, y por tanto inerte. Los iones positivos del gas son acelerados contra el cátodo y, al chocar contra él arrancan átomos de la superficie de éste, que viajan hasta depositarse sobre las superficies cercanas. Por lo tanto, si se coloca un blanco del material que queremos depositar en el cátodo, y en las proximidades de la descarga se sitúa un sustrato adecuado, se formará sobre este una lámina delgada.

Cuando los iones chocan con el cátodo, su carga eléctrica es neutralizada y vuelven al plasma como átomos. Por esta razón suelen emplearse fuentes de corriente dc para generar la descarga. Sin embargo, si queremos depositar un material aislante, este proceso conduciría a la acumulación de una carga positiva en la superficie del blanco, que finalmente sería suficiente para repeler los iones y detener la pulverización catódica. Para reanudar el proceso sería necesario invertir la polaridad del blanco y, de este modo, atraer un número suficiente de electrones de la descarga que neutralicen esta carga. Habitualmente se emplean frecuencias en el rango de los MHz para conseguir

atraer los electrones sin repeler a los iones. Este proceso es lo que se conoce como pulverización catódica en radiofrecuencia o *sputtering rf*.

Uno de los parámetros más importantes para la aplicación de una técnica de deposición de láminas delgadas es el ritmo de crecimiento de la película. En el caso de la pulverización catódica depende tanto del rendimiento, o número de átomos del blanco que son arrancados por ión incidente, como de la concentración del plasma en las proximidades del blanco, lo que puede incrementarse de manera importante utilizando campos magnéticos intensos con una configuración geométrica adecuada.

En sistemas tipo magnetron planar (Figura 2.1), como los que se han utilizado en nuestro caso, se aplica un campo magnético (50-100 Oe), creado por una serie de imanes situados detrás del blanco, de tal manera que los campos eléctrico E y magnético B sean perpendiculares en la superficie del blanco para conseguir que las líneas de $E \times B$ se

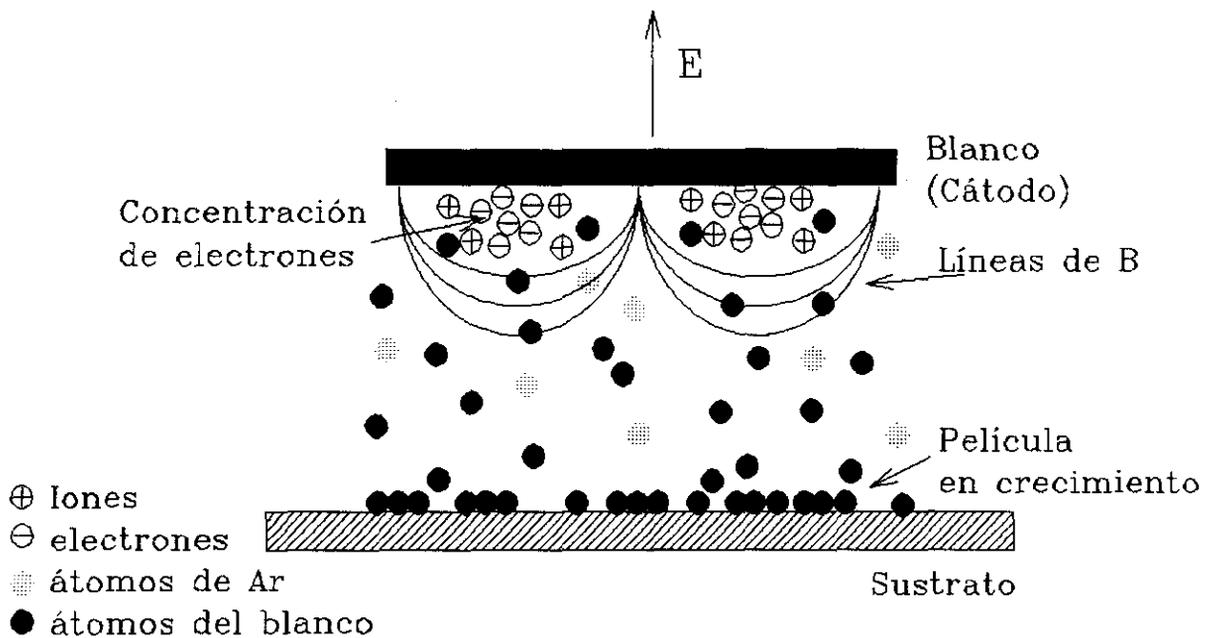


FIGURA 2.1: Esquema en sección transversal de la pulverización catódica tipo magnetron, en el que se muestra la concentración del plasma en las proximidades del cátodo por acción de las líneas de campo magnético.

cierran sobre sí mismas. De este modo se consigue atrapar a los electrones en las cercanías del cátodo, aumentando la eficiencia de la ionización, por lo que se necesita una menor presión para generar la descarga. Así se pueden conseguir velocidades de deposición del orden de diez veces mayores que en sistemas tipo diodo convencional. Este aumento de la eficiencia se produce tan sólo en una región circular en la superficie del blanco, dando lugar a un anillo de plasma toroidal, y por lo tanto a que el blanco sea desgastado de manera preferencial en una corona circular, sin afectar al resto del material.

Otro aspecto que hay que tener en cuenta, especialmente cuando se realiza la pulverización catódica de un material compuesto, es que el rendimiento de este proceso, depende no sólo de la energía y la masa del ión incidente, sino también de la naturaleza de los átomos del blanco, y es, en general, diferente para cada uno de ellos. En el caso de los óxidos de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ empleados en este trabajo, el elemento más volátil es el oxígeno, por lo que es necesario utilizar como gas de descarga una mezcla de argón y oxígeno, para evitar que el blanco cerámico utilizado pierda oxígeno y se vuelva aislante. Además, este es necesario, como veremos en el Capítulo 3, para conseguir obtener las películas con la estequiometría adecuada.

SISTEMA DE DEPOSICIÓN POR PULVERIZACION CATODICA

Durante la realización de esta tesis se ha utilizado un sistema de deposición de la compañía Microscience, tipo Researcher 101, cuya vista general se muestra en la figura 2.2 [2]. Se trata de un equipo muy versátil, con posibilidad de incluir hasta diez magnetrones, portasustratos caldeable hasta $1000\text{ }^\circ\text{C}$, y precámara para la introducción de muestras sin pérdida de vacío en la cámara principal, como podemos ver el esquema de la figura 2.3. Sus elementos principales son los que se describen a continuación:

-Sistema de vacío: Cada una de las dos cámara se evacúa con una bomba rotatoria de asistencia y una bomba turbomolecular. En la cámara principal se trata de una bomba turbomolecular Balzers de 500 l/seg con la que se puede obtener un vacío residual de 10^{-7}

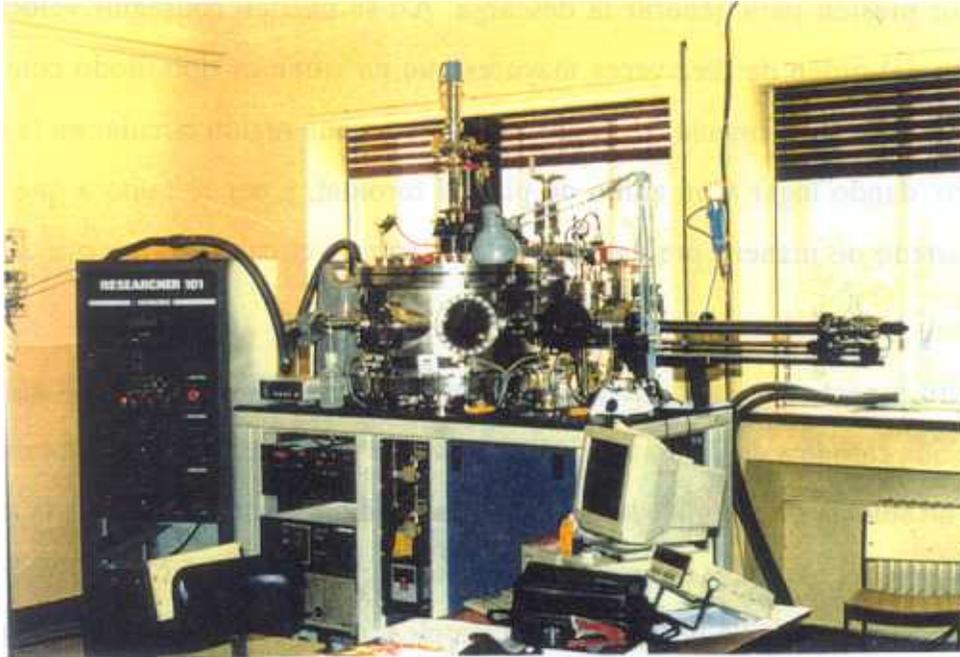


FIGURA 2.2: Vista general del equipo Microscience R101 empleado para la fabricación de las láminas delgadas durante esta tesis.

Torr. En ambas cámaras, si se parte de presión atmosférica, se puede realizar el bombeo directamente con las rotatorias a partir de una conexión de puente o *bypass*.

-Bloque portasustratos: Dispone de un calefactor incorporado que permite alcanzar temperaturas de hasta 1000 °C. Está formado por dos piezas metálicas unidas a un cuerpo cerámico de alúmina en el que está situado el calefactor resistivo. En la placa de alúmina superior se sitúan los sustratos, pegados con indio para asegurar el contacto térmico, y sujetos mediante plaquillas metálicas.

-Brazo en forma de "T": Sujeta el bloque portasustratos, mediante dos piezas metálicas que proporcionan el contacto eléctrico con la fuente de alimentación del calefactor resistivo, y permite el movimiento en el interior de la cámara principal de 360° en el plano horizontal. Lleva incorporado un termopar para la medida de temperatura durante la deposición. Este proporciona valores de T nominales, superiores en

aproximadamente $\sim 80^{\circ}\text{C}$ a la temperatura real, que se obtiene mediante la calibración con un pirómetro óptico.

-Brazo de transferencia: Sujeta el portasustratos con un enganche en forma de tenedor, y permite su colocación en el brazo en forma de "T" de la cámara principal. También lleva un termopar para permitir la realización de tratamientos térmicos en la precámara.

-Manipulador y motor paso a paso: Permiten el movimiento del brazo en forma de "T" en altura, y a lo largo del círculo de la cámara principal. También permite un

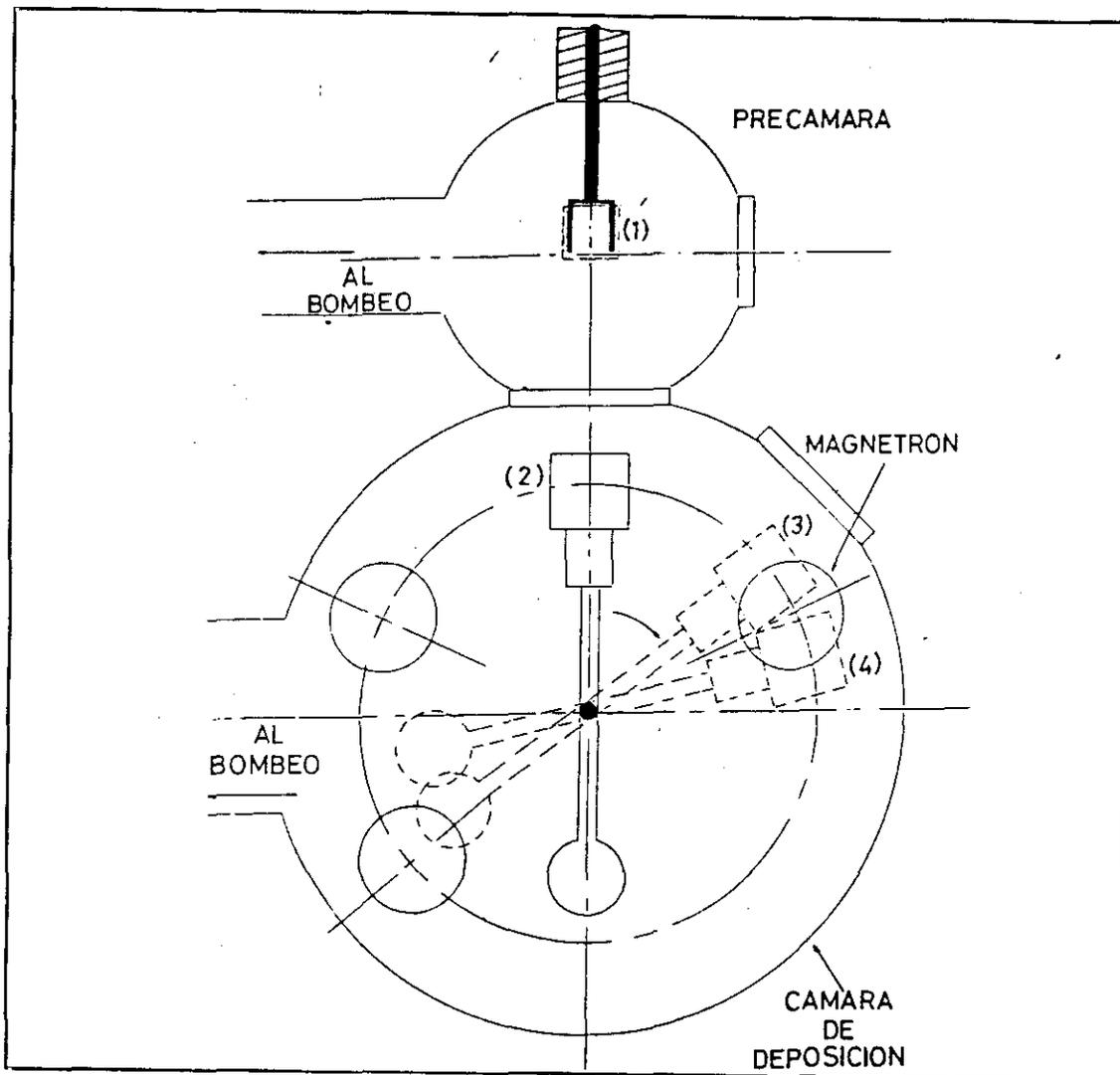


FIGURA 2.3: Esquema de las dos cámaras del equipo R-101 en vista superior. Se indica el brazo de transferencia (1) y el brazo en forma de "T" (2) que sujeta el portamuestras y puede girar en ese plano para situarse sobre los magnetrones (posiciones (3) y(4)).

pequeño desplazamiento x - y .

-Electrónica: Fuentes dc y rf para polarizar los magnetrones, medidores de presión, controlador de temperaturas del bloque calefactor, controladores de los gases, pantallas, unidad de control del motor paso a paso, etc.

-Grúa eléctrica: Permite levantar la tapa superior, para realizar cambios en el interior.

Además, en el sistema están instaladas cuatro fuentes de pulverización tipo magnetron de cátodo plano circular, tres de ellas operan en corriente continua, y la cuarta, que se ha puesto a punto durante esta tesis, funciona en radiofrecuencia. La geometría de deposición que se ha empleado es con el sustrato paralelo al plano del blanco, pero fuera del eje de la descarga [3], como se indica en la figura 2.4, a diferencia de la práctica habitual de colocar el sustrato directamente sobre el plasma para aprovechar la mayor cantidad de material arrancado del blanco. En el caso de los óxidos

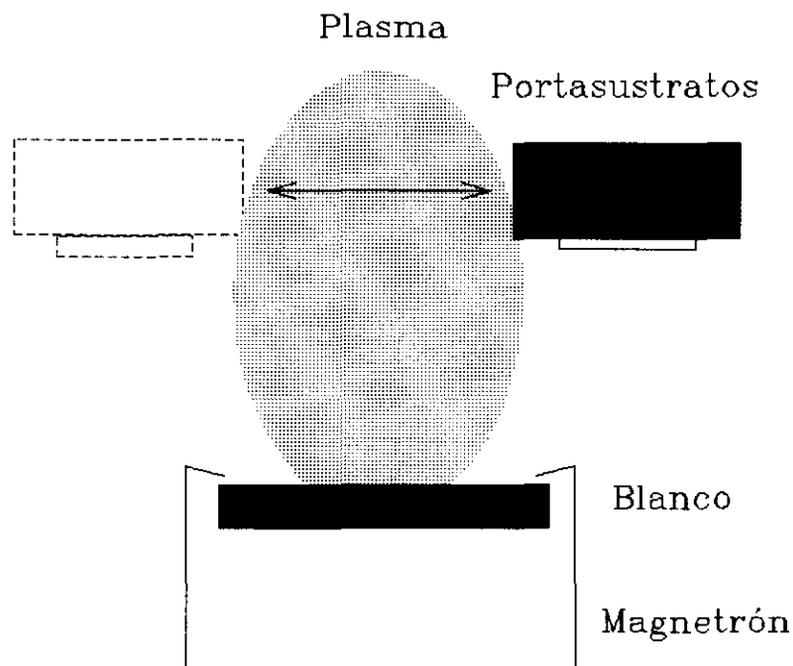


FIGURA 2.4: Geometría de deposición con el sustrato paralelo al blanco y fuera del eje, alternando ambos lados. Tomado de la referencia [3].

superconductores esto no es posible pues, como ya comentábamos antes, el gas que se emplea para generar el plasma contiene una parte de oxígeno, cuya consecuencia es la presencia de iones negativos O_2^- . Estos son repelidos por el cátodo, y podrían bombardear un sustrato colocado sobre el eje de este, deteriorando seriamente la calidad de la película en crecimiento. Por este motivo se coloca el sustrato desviado unos 8° respecto al eje del blanco, alternado sucesivamente ambos lados para evitar inhomogeneidades en el espesor.

Estos magnetrones dc se han utilizado para la pulverización de blancos cerámicos estequiométricos de $EuBa_2Cu_3O_7$ (99.99% pureza) obtenidos bien de la compañía Kristalhandel Kelpin, bien fabricados mediante un proceso de prensado (~ 10 Tm) y sinterización a $935^\circ C$ a partir de polvo estequiométrico. También se han utilizado para la deposición de $PrBa_2Cu_3O_7$ (99.99% pureza) que, si bien no es un metal, es suficientemente conductor para mantener la descarga en condiciones similares al $EuBa_2Cu_3O_7$. En las condiciones de trabajo habituales, 25 W de potencia dc, presión de 300 mTorr (94% Ar, 6% O_2) y distancia vertical blanco-sustrato de 30 mm se obtienen velocidades de deposición de estos óxidos en torno a $20 \text{ \AA}/\text{min}$.

MAGNETRON RF

El cuarto magnetrón instalado en la campana es un modelo miniMak de U.S. Inc, que permite pulverizar blancos de materiales aislantes de 1.3" de diámetro. En la figura 2.5 podemos ver una sección transversal de este magnetrón. Debajo de la posición del blanco (01) se encuentra el imán (05) que genera el campo magnético responsable del efecto magnetrón, y que supone la diferencia fundamental con las fuentes de pulverización que solo pueden funcionar en dc, ya que se trata de un núcleo de ferrita que puede operar en el rango de los MHz.

La refrigeración del cátodo, que se calienta por efecto del impacto de los iones sobre el blanco, se realiza a través de un bloque de cobre, (10) y (49), que a su vez está en contacto térmico con la línea de agua de refrigeración procedente del exterior, (26)

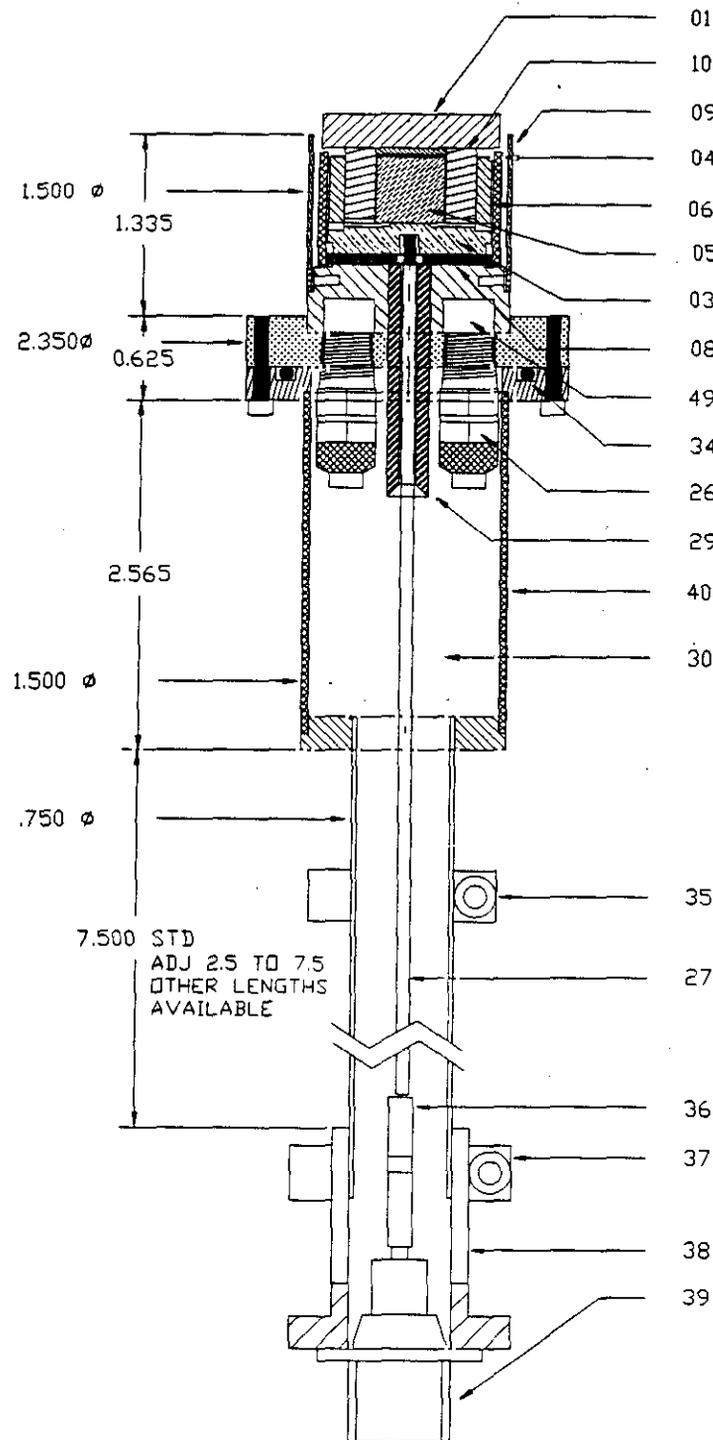


FIGURA 2.5: Esquema en sección transversal del magnetron rf 1.3" miniMak de US Inc. en el que aparecen los siguientes elementos: (01) blanco, (10) bloque de refrigeración, (09) pantalla a tierra, (04) cerámica, (06) imán exterior, (05) núcleo magnético, (03) retorno del imán, (08) aislante de AlN, (49) bloque de cobre de refrigeración, (34) o-ring, (26) conexión de agua, (29) aislante de la línea de potencia, (40) carcasa, (30) lugar para la línea de agua, (35) abrazadera, (37) línea de potencia, (36) conexión móvil, (37) abrazadera, (38) final del adaptador y (39) conector. Las distancias indicadas están en pulgadas.

y (30). Este diseño evita el deterioro del imán de ferrita por efecto del agua al estar completamente aislados. El blanco se monta sobre un disco de cobre que lleva pegado en su parte trasera otro imán que se fija de manera sencilla sobre el magnetrón. El contacto térmico entre el blanco y el bloque de refrigeración se asegura mediante una pasta de plata.

Este magnetrón puede trabajar con una presión de Argón entre 0.6 y 600 mTorr, con una potencia rf máxima de 150 W. La fuente empleada para suministrar esta potencia es una PFG 300RF de Hüttinger que opera a una frecuencia de 13.56 MHz y puede proporcionar hasta 300 W rf. La conexión entre la fuente y el magnetrón se hace a través de una caja adaptadora de impedancias que permite minimizar y anular la potencia reflejada modificando las capacidades de dos condensadores, ya que la impedancia del magnetrón depende del estado del plasma, y por tanto, de las condiciones de deposición. Este proceso se realiza de manera automática gracias a la comunicación a través de fibra óptica entre el generador rf y la caja de impedancias.

En nuestro caso, hemos empleado este sistema para la deposición de capas del material aislante SrTiO₃, empleando las mismas condiciones que para los óxidos de la familia 123, con el objeto de incorporarlas en la fabricación de multicapas como se describe en el capítulo 3. Es decir, las condiciones de trabajo habituales han sido una presión de 300 mTorr (94%Ar-6%O₂), con 30W de potencia rf, y situando el sustrato a una distancia de 30 mm, en la misma geometría paralelo y fuera del eje descrita anteriormente. Hay que mencionar que este magnetrón rf no se puede hacer funcionar al mismo tiempo que los magnetrones dc, ya que podrían aparecer interferencias que impiden la utilización simultánea.

Para calibrar la velocidad de deposición se depositó una película de SrTiO₃ sobre vidrio, en la que se pudo definir un escalón al cubrir una región del sustrato con una máscara de acero durante el crecimiento. A continuación se procedió a la medida de la altura de este escalón mediante un perfilador de punta de contacto (Talystep). El resultado obtenido, 650 Å en 4.5 horas de deposición corresponde a un ritmo de aproximadamente 2.4 Å/min, sensiblemente inferior al de los óxidos superconductores.

2.2 Técnicas de caracterización estructural

La difracción de rayos X es una técnica de caracterización estructural, no destructiva, que proporciona información acerca de las propiedades del material masivo. Por este motivo resulta de gran utilidad para el conocimiento de la microestructura de las muestras que se fabrican por pulverización catódica en nuestro laboratorio, y en las que posteriormente se realizarán las medidas ya sea magnéticas o de transporte.

Esta técnica permite analizar estructuras cristalinas, ya que la longitud de onda de los rayos X es comparable a las distancias interplanares de los sólidos [4]. De este modo, si se hace incidir un haz monocromático de rayos X sobre una muestra, se produce interferencia constructiva que da lugar a máximos en la intensidad difractada cuando se cumple la condición de Bragg

$$2d\sin\theta = n\lambda, \quad (2.1)$$

donde d es la distancia entre planos de la familia (hkl) que origina la difracción, λ es la longitud de onda de la radiación empleada, θ es el ángulo de incidencia entre el haz incidente y los planos, y n es un entero que indica el orden de la difracción (Figura 2.6). El vector de dispersión o *scattering* $\mathbf{Q}=\mathbf{k}-\mathbf{k}'$, donde \mathbf{k} y \mathbf{k}' son los vectores de onda del haz incidente y difractado respectivamente, es normal a la familia de planos (hkl) .

Las medidas de difracción de rayos X fueron realizadas en un difractómetro Siemens D-5000. La fuente de radiación de este equipo es un tubo de rayos X con anticátodo de Cu refrigerado por agua, con una potencia máxima de 2 kW, aunque las condiciones de trabajo habituales son 40 kV y 30 mA, es decir, 1.2 kW. Se ha empleado como radiación la correspondiente a la línea $K\alpha$ del Cu, cuya longitud de onda es $\lambda=1.541 \text{ \AA}$, eliminando las restantes con un monocromador de cristal de grafito.

El equipo consta también de un detector de rayos X, dos goniómetros que permiten controlar la posición de la muestra y el detector de manera independiente y con una precisión de 0.001° entre -100° y 168° , y de la electrónica necesaria para permitir el control por ordenador, así como el tratamiento de los datos.

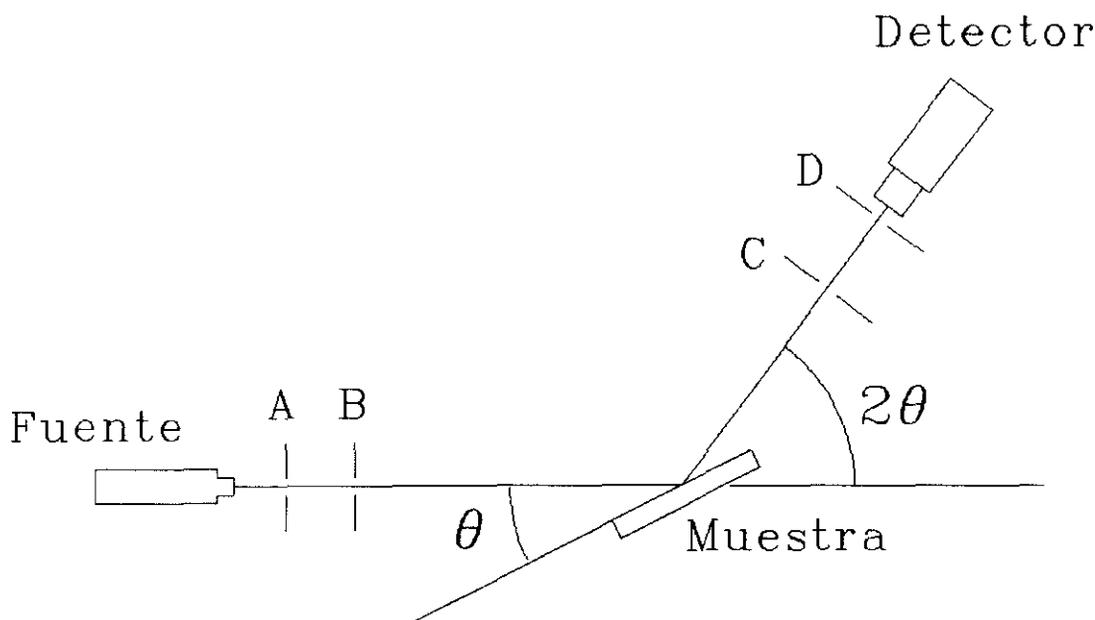


FIGURA 2.6: Esquema de la difracción de rayos X en la geometría Bragg-Bentano. θ es el ángulo de incidencia, y A, B, C, y D representan las rendijas que definen el haz.

Este sistema trabaja en la geometría Bragg-Bentano, en la que tanto las distancias fuente-muestra como muestra-detector son fijas e iguales, dando a la muestra sólo un grado de libertad de rotación y moviendo el detector en un círculo. La muestra se coloca en un portamuestras de metacrilato en el centro de este círculo. El haz de rayos X se define mediante dos rendijas de 0.3° en el camino del haz incidente, y otras dos de 0.3° y 0.018° delante del detector (A, B, C y D en la figura 2.6). Estas rendijas determinan la resolución del perfil de las líneas.

Se han empleado dos métodos distintos de barrido que proporcionan diferente información, el barrido θ - 2θ y la curva de balanceamiento o curva *rocking*. En primer lugar, en un barrido θ - 2θ el movimiento de la muestra y el detector está correlacionado, de tal manera que la muestra se mueve con velocidad angular constante, mientras que el detector gira alrededor de ella al doble de velocidad (Figura 2.6). De este modo el haz incidente y el difractado forman siempre el mismo ángulo θ con la superficie de la muestra. El vector de *scattering* \mathbf{Q} está dirigido según la normal a esta, por lo que solo

se observa la difracción de familias de planos paralelos a la superficie de la muestra. Si se trata de una muestra policristalina el resultado de un barrido θ - 2θ es equivalente a un espectro de polvo, ya que para cualquier valor 2θ posible, existe estadísticamente la posibilidad de encontrar granos con esa familia de planos paralelos a la muestra. Por el contrario, si se trata de una película texturada, por ejemplo una película eje a, sólo se observarán las reflexiones correspondientes a los planos ($h00$). En el caso de las muestras texturadas resulta muy importante que el vector de *scattering* \mathbf{Q} esté perfectamente alineado con la normal a la superficie de la muestra, lo cual puede conseguirse mediante los difractogramas tipo *rocking*.

Para realizar una curva de balanceamiento se fija la posición del detector en un ángulo $2\theta_0$, que corresponde a una reflexión importante (hkl) del sustrato o de la película, y se varía el ángulo θ girando la muestra. El valor de θ para el que se obtiene la máxima intensidad corresponde con la alineación de la normal a la película y \mathbf{Q} . Este tipo de barridos, además de ser útiles para alinear el sistema, proporcionan información acerca del grado de textura o *mosaic spread* de la muestra [4], ya que ponen en condiciones de difracción planos de la misma familia (hkl) pero que forman un ángulo $\theta-\theta_0$ con la superficie. La anchura a media altura (FWHM) de esta curva *rocking* se utiliza como medida de la distribución angular de planos con un mismo espaciado de red.

A partir de los barridos θ - 2θ se puede realizar el cálculo de los espaciados de red, mediante la fórmula de Bragg (2.1). Conviene emplear reflexiones del más alto orden posible, ya que el error cometido, que puede estimarse derivando (2.1) es

$$\Delta d/d = -\Delta\theta \cot\theta \quad (2.2)$$

y se reduce cuando θ tiende a 90° , lo que corresponde a reflexiones de ángulo alto.

También es posible obtener información, en muestras donde existen distintas orientaciones, del volumen relativo V de cada una de ellas. Como veíamos antes, la intensidad de las distintas reflexiones estará determinada por la probabilidad de encontrar esos planos paralelos a la superficie de la muestra así como por el factor de estructura de la reflexión F_{hkl}^2 , por lo que se verificará

$$I_{hkl}^A/I_{h'k'l'}^B = (F_{hkl}^2V)^A/(F_{h'k'l'}^2V)^B \quad (2.3)$$

donde A y B indican los dos tipos de orientación e I_{hkl} es la intensidad integrada del pico Bragg correspondiente a la reflexión (hkl). Los factores de estructura pueden conocerse a partir de los difractogramas de polvo publicados [5]. En nuestro caso concreto hemos empleado las reflexiones (200) y (005) para caracterizar las orientaciones eje-a y eje-c, respectivamente, cuya relación de factores de estructura en el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es $F_{200}^2/F_{005}^2 \approx 3$. Es esencial utilizar en (2.3) la intensidad integrada, es decir, el área del pico Bragg, ya que su intensidad absoluta es más sensible a microtensiones, tamaño de grano, etc [4].

En resumen, podemos decir que los rayos X constituyen una técnica no destructiva que nos permite obtener información tanto de la orientación de la película como de los parámetros de red y del grado de textura. Conviene, sin embargo, completarla con otros métodos que den información más microscópica, como son las distintas técnicas de microscopía electrónica de transmisión o de barrido que se han utilizado también en algunos casos concretos para el estudio de la microestructura de nuestras láminas.

2.3 Técnicas de medida de propiedades magnéticas y de transporte eléctrico

La mayor parte de las medidas realizadas en esta tesis han tenido por objeto el estudio del estado mixto de distintos superconductores. Esto supone que se ha de trabajar en un rango de temperaturas inferior a la temperatura crítica del material, $T_c(H=0) = 92$ K para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ por ejemplo, y aplicando campos magnéticos intensos en el rango de varias decenas de kOe. Por este motivo es necesario disponer de sistemas experimentales que permitan alcanzar este rango de temperaturas relativamente bajas. Esto se consigue habitualmente mediante el empleo de distintos líquidos criogénicos como es el caso del nitrógeno o del helio líquido, cuya temperatura de ebullición a presión atmosférica es de 77.3 K y 4.2 K respectivamente. En ambos casos

se trata de líquidos inertes lo que facilita su manejo frente a otros como podrían ser el oxígeno o el hidrógeno líquidos.

El primero de ellos, el N_2 , es un gas muy abundante en la atmósfera, por lo que es relativamente barato y fácil de usar, sin embargo, por su temperatura de ebullición más elevada, no puede ser utilizado para refrigerar los solenoides superconductores capaces de generar los campos magnéticos intensos, que, todavía, están fabricados con materiales superconductores convencionales de baja T_C . Esto hace necesario el empleo de He líquido, más escaso que el nitrógeno. Por ello resulta conveniente disponer de un circuito cerrado de helio, de tal manera que el gas que se evapora en el sistema de medida pueda ser recogido y almacenado [6], y posteriormente licuado para una nueva utilización. En este apartado vamos a describir en primer lugar el aparato licuefactor de He, puesto a punto durante la realización de esta tesis, y los distintos criostatos utilizados tanto para medidas de transporte eléctrico como para medidas magnéticas.

2.3.1 Licuefactor de Helio Líquido

Se trata de un equipo de la casa Quantum Technology Corporation tipo CR-HLQ1, y cuyo principio de operación está basado en el proceso de estrangulación isentálpica Joule-Thompson (J-T) que se emplea habitualmente para licuar el helio [7,8]. En este proceso se parte de un gas a una presión P_i y temperatura T_i al que se hace atravesar un pequeño orificio, manteniendo la presión al otro lado en un valor menor P_f . La temperatura del gas que sufre este proceso de estrangulación se modifica alcanzando un valor T_f tal que la entalpía h del gas en (P_i, T_i) es la misma que en (P_f, T_f) y se producirá un enfriamiento del gas cuando el coeficiente de Joule-Thompson $\mu = (\partial T / \partial P)_h$ sea positivo. Sin embargo, esto sólo sucede en una cierta región del diagrama (P, T) cuyo límite, llamado curva de inversión, estará dado por el lugar de los puntos donde este coeficiente se anula, $\mu = 0$. En el caso del He la temperatura máxima de inversión se encuentra en 4.2 K, por lo que para conseguir licuar el He gas habrá que enfriarlo por debajo de esta temperatura, situándose en un punto (P_i, T_i) tal que la curva

isentálpica esté por debajo de la temperatura de ebullición del He líquido en la presión final del proceso P_f .

El equipo de licuefacción empleado en esta tesis es un sistema de refrigeración de circuito cerrado con tres etapas (Figura 2.7) en el que el fluido de trabajo es helio gas de alta pureza (C60, esto es, 99.9999% de pureza libre de trazas de Ne). Las dos primeras etapas, cuyas temperaturas son 78 K y 18 K respectivamente, son necesarias para enfriar el He por debajo de la temperatura máxima de inversión a partir de la cual el proceso J-T permite enfriar el gas, y la tercera es la estrangulación J-T propiamente dicha con la que se alcanzan finalmente 4.2 K. Este circuito cerrado está en contacto térmico en cada una de las etapas con el He gas procedente del exterior del sistema, para conseguir reducir su temperatura y licuarlo. El líquido resultante se almacena en un dewar de 40 l de capacidad, desde donde puede ser trasvasado a los criostatos de medida. El primer estadio de 78 K está también en contacto térmico con una capa de superaislante que rodea todo el sistema y sirve de pantalla térmica para aislarlo del exterior. Además el equipo está protegido por una camisa de vacío.

Las dos primeras etapas están basadas en un ciclo Gifford-McMahon (G-M) en el que la presión del gas oscila de manera isoterma entre 20 bar y 5 bar. A continuación, el gas enfriado a 18 K por las dos etapas G-M previas y a una presión de 17 bar fluye a lo largo de un intercambiador de calor de contraflujo, es decir, donde se pone en contacto térmico con un flujo de gas en sentido contrario que proviene del estadio 3 y que por lo tanto está ya frío, con lo que el gas que entra es enfriado a 4.2 K. En el tercer estadio este gas sufre la expansión isentálpica al atravesar el orificio JT, cuya apertura puede regularse mediante una válvula de aguja, convirtiéndose en una mezcla de líquido y gas a una presión ligeramente por debajo de presión atmosférica. La fracción líquida se evapora en tres intercambiadores térmicos sucesivos; en el primero para licuar el He del exterior, en el segundo para mantener frío el dewar de almacenamiento y evitar que se sobrepresione, y en el tercero para enfriar a contraflujo el He puro que entra en este tercer estadio, como ya comentamos. El rendimiento del equipo depende fundamentalmente de la apertura del orificio J-T, ya que si es muy

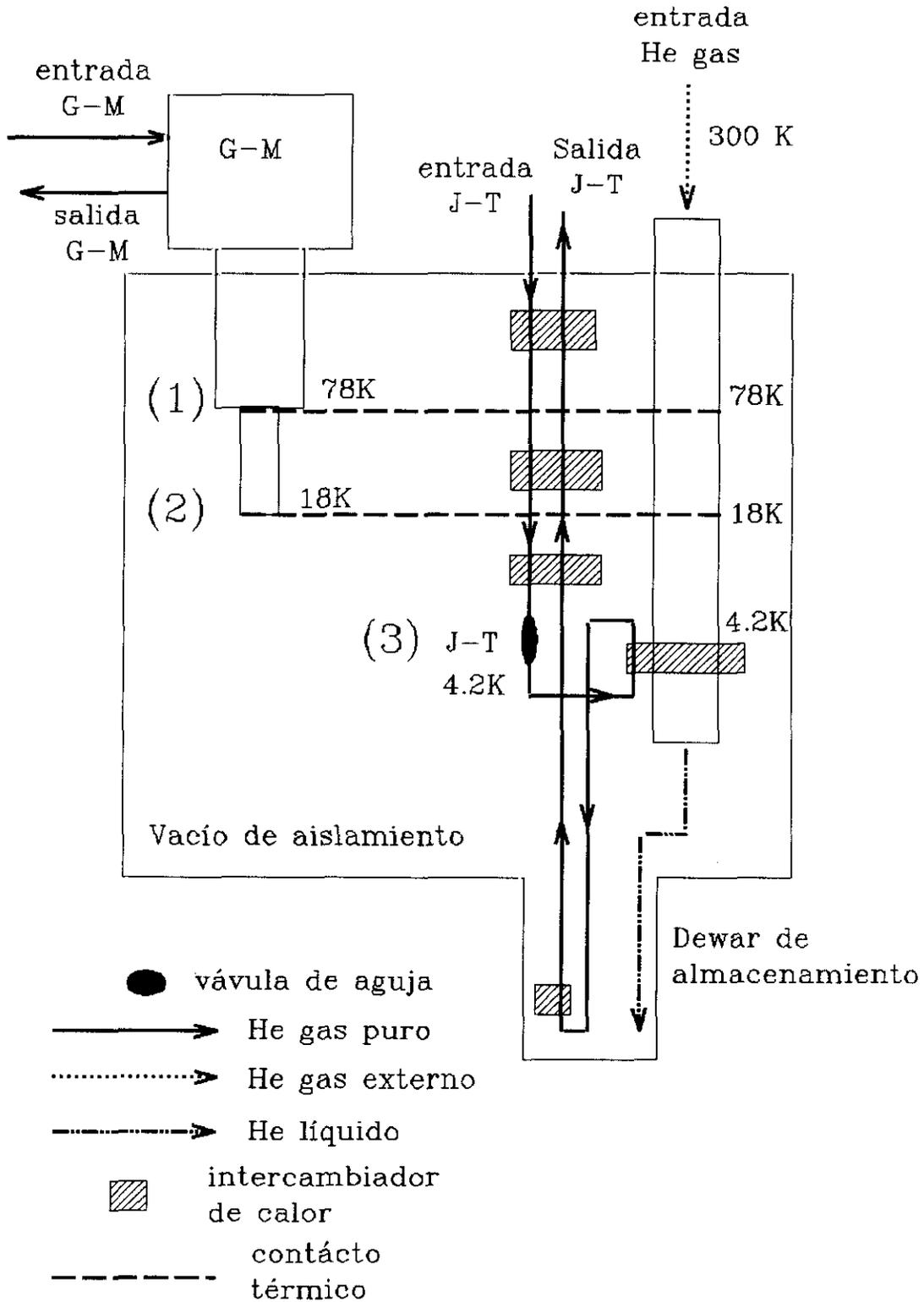


FIGURA 2.7: Esquema de la circulación de helio en el interior del licuefactor; se indica la temperatura de las diferentes etapas, (1), (2) y (3), así como el contacto térmico entre los distintos niveles.

pequeña la mezcla líquido-gas sale muy fría, pero el flujo es muy pequeño y tiene poca capacidad de enfriamiento, y si, por el contrario, es demasiado grande hay mucho flujo pero el proceso J-T apenas enfría el gas. En la posición óptima de la válvula de aguja el rendimiento del sistema son 12 litros de Helio líquido al día.

En la figura 2.8 podemos ver el interior del licuefactor desde dos ángulos distintos. En la imagen (a) se puede ver, encima de la tapa del dewar, la cabeza fría (CTI-Cryogenics) donde está el compresor correspondiente al ciclo G-M (A), y los dos cilindros acoplados donde se produce el ciclo (B y C). En torno a ellos está arrollado



FIGURA 2.8: *Vista del interior del sistema de licuefacción de helio líquido desde dos ángulos diferentes (a) y (b).*(A) cabeza fría, (B y C) cilindros del circuito G-M, (D) intercambiadores de calor en contraflujo, (E) intercambiador de calor con el dewar de almacenamiento (F) entrada de gas del exterior, (H) etapa de estrangulación J-T.

tubo de cobre por el que circula el gas que entra hacia el circuito J-T. Se observan también varios tubos de acero verticales que consisten sucesivos intercambiadores de calor en contraflujo (D). Asimismo sobre la tapa del dewar aparece, todavía sin finalizar, el arrollamiento de tubo de cobre en el que la mezcla de líquido y gas a 4.2 K enfría el dewar (E). En la imagen (b) se observa también, a la izquierda, el tubo grueso de acero (F) por el que entra el gas del exterior en contacto térmico, a distintas alturas, primero con las dos etapas del circuito G-M, a través de tiras de cobre, y después con la mezcla de líquido-gas del circuito J-T en el arrollamiento de tubo de cobre inferior. En torno a él se pueden ver varios cables eléctricos que conectan con un calefactor cuya finalidad está en el mecanismo de las purgas que explicaremos a continuación. Se realizó una inspección cuidadosa del equipo con un detector de fugas durante su instalación para prevenir posibles fugas de gas.

El gas que penetra en el licuefactor proviene del sistema de medida, a través del recuperador de helio gas que lo almacena en botellas. Durante este proceso ha podido sufrir contaminación con diversas impurezas, principalmente de N_2 y otros gases presentes en el aire. Antes de ser introducido en el sistema atraviesa una serie de filtros que permiten eliminarlas en su mayor parte, sobre todo el vapor de agua. Las impurezas restantes se congelan en las paredes del tubo por el que entran, de tal manera que finalmente pueden llegar a taponarlo. Para eliminarlas se realiza un ciclo de purga de 5 minutos de duración. En este proceso se corta la entrada de gas del exterior, se paran los compresores y se conecta un calefactor para evaporar las impurezas (la temperatura del segundo estadio sube hasta 50 K). Al mismo tiempo se abre la válvula de purgas por la que se expulsan al exterior. Los ciclos de purga se activan de manera automática mediante un interruptor de presión diferencial que detecta la disminución de presión en el dewar de almacenamiento, respecto a la presión de entrada del gas, debido a la reducción del flujo de entrada.

Para mantener un buen control del equipo es necesario llevar un registro cuidadoso de los diferentes parámetros físicos, presión y temperatura de cada una de las etapas. En la figura 2.9 podemos ver la evolución de la temperatura de las tres etapas,

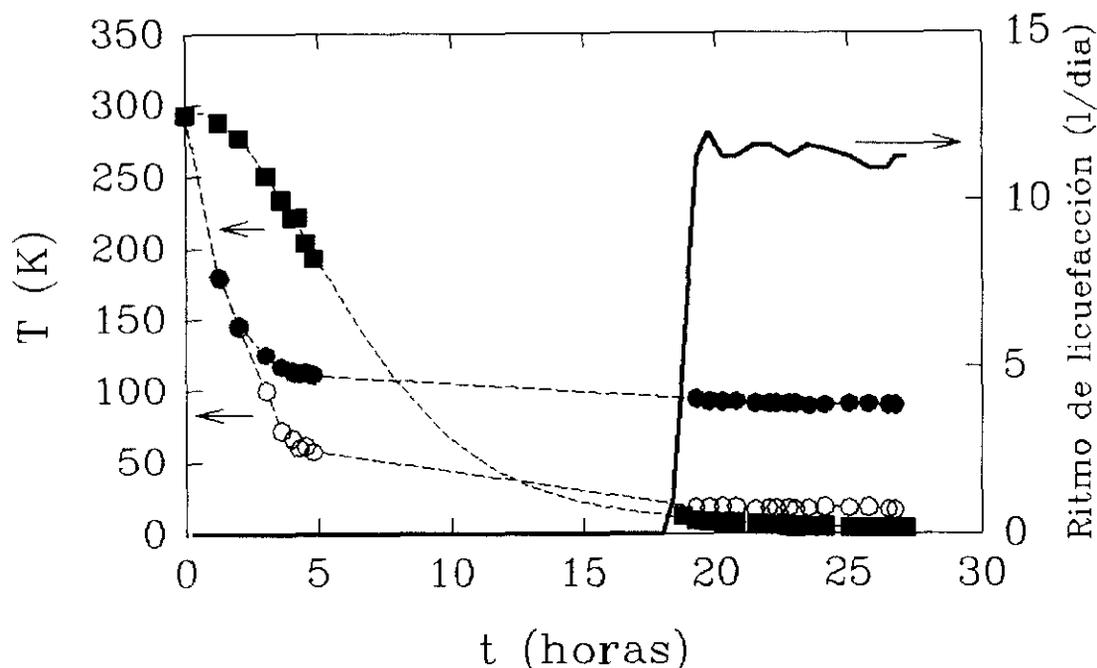


FIGURA 2.9: Evolución de la temperatura en función del tiempo durante el enfriamiento inicial: (●) primera etapa G-M, (○) segunda etapa G-M, (■) etapa J-T. La línea continua indica el ritmo de licuefacción del sistema calculado a partir del flujo de gas que penetra en el sistema.

así como del ritmo de licuefacción durante el enfriamiento inicial, obtenido a partir de dicho registro. Así pues, al arrancar el equipo se empieza con el sistema a 300 K y se observa como, durante las primeras horas de funcionamiento del licuefactor, el enfriamiento se produce sobre todo en las dos primeras etapas (cuyas temperaturas se indican por los círculos llenos y vacíos), que al cabo de 5 horas ya se aproximan bastante a sus temperaturas de trabajo. En este primer período, sin embargo, la temperatura del tercer estadio (■) apenas ha disminuido hasta 200K ya que, como vimos antes, el proceso de estrangulación Joule Thompson no enfría el He gas hasta que su temperatura inicial esté por debajo de 43 K y el enfriamiento que se observa es simplemente debido al contacto térmico con los otros dos estadios. Por este mismo motivo el ritmo de licuefacción (línea continua) es prácticamente cero hasta que la temperatura de este estadio JT no se aproxima a 4.2 K. (Este ritmo de licuefacción (litros de He líquido producidos por día) se calcula a partir del flujo de gas que penetra en el sistema (litros de He gas/seg) simplemente teniendo en cuenta que 1 litro de He líquido corresponde

a 700 l de He gas en condiciones normales). Al cabo de 15 o 20 horas desde el momento en que se pone en marcha el licuefactor, éste alcanza las condiciones estacionarias, es decir, las temperaturas de los tres estadios prácticamente no varían con el tiempo y el flujo de gas que penetra en el sistema se estabiliza en un valor que corresponde a un ritmo de licuefacción de 12 l de He líquido/día. Esta velocidad de producción de He líquido también puede comprobarse a partir de la medida del nivel en el interior del dewar de almacenamiento en función del tiempo.

2.3.2 Criostatos y medida de propiedades de transporte eléctrico

CRIOSTATOS

La mayor parte de las medidas de transporte eléctrico con campo magnético aplicado se han realizado en el criostato de helio líquido (de la compañía Cryogenic Consultants) [9] cuyo plano general se muestra en la figura 2.10. Permite un rango de temperaturas de trabajo entre 1.5 K y 300 K, con un campo magnético aplicado de hasta 90 kOe. Está fabricado con planchas delgadas de acero inoxidable y fibra de vidrio que proporcionan la suficiente impedancia térmica y, al mismo tiempo, rigidez para hacer vacío en las zonas destinadas a ello. Para conseguir el gradiente térmico adecuado dispone, de fuera a dentro, de: una serie de pantallas aislantes (7) y (11), camisas de vacío (10), un depósito de N₂ líquido (6) y finalmente un depósito para el He líquido (9) en el que se está sumergido el solenoide (8) que produce el campo magnético. En el centro (1) está el espacio reservado al portamuestras.

Para el bombeo de las distintas camisas de vacío se emplea una unidad Alcatel Drytel 31, compuesta por una bomba de membrana y una turbomolecular, que permite alcanzar presiones de 10⁻⁵ Torr. El depósito destinado al He se rellena el día anterior al trasvase con N₂ líquido, con el objeto de enfriar el sistema a 77 K y minimizar el consumo de He líquido durante el trasvase. Al día siguiente se transfiere el nitrógeno desde el depósito interior (9) hasta el espacio correspondiente al N₂ líquido (6), asegurándose mediante un termómetro y un calefactor situados en la parte inferior del

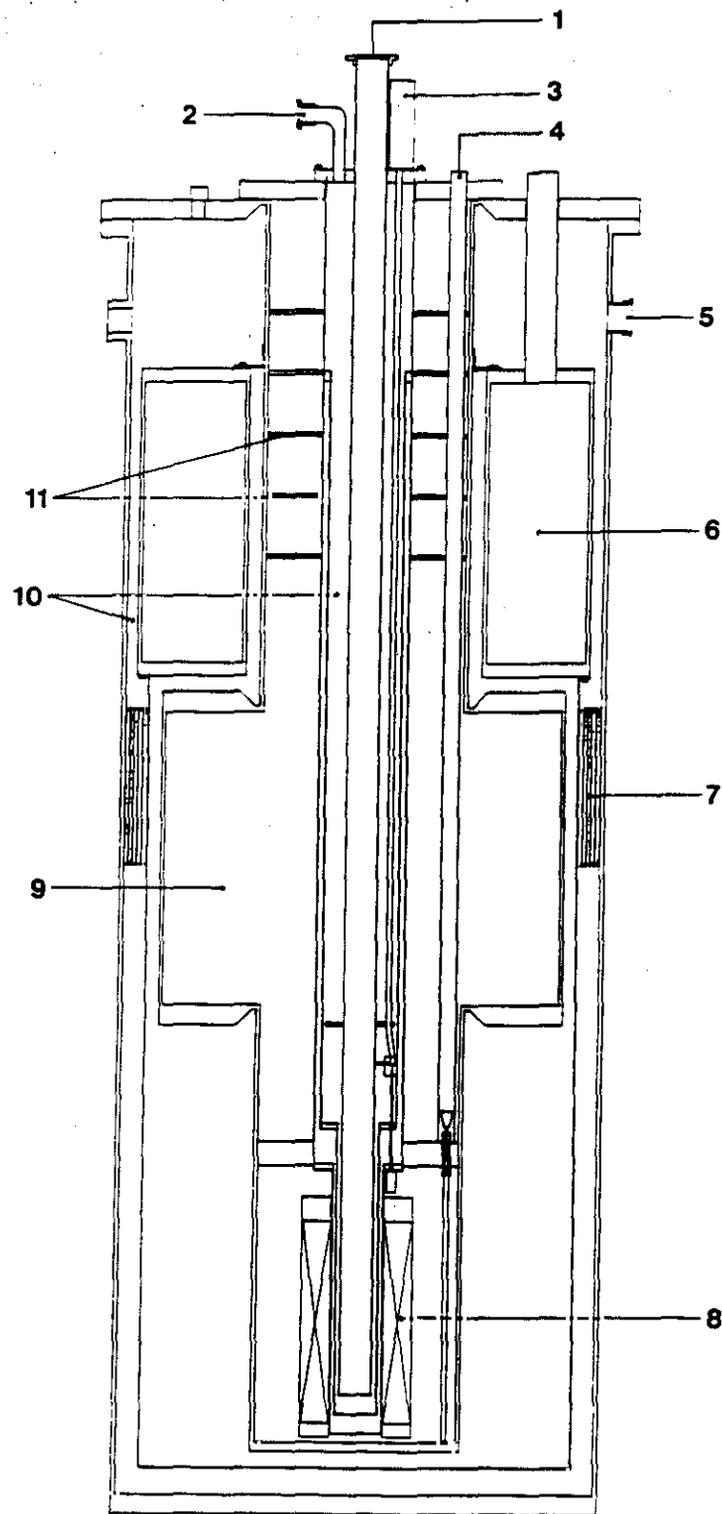


FIGURA 2.10: Sección del criostato de helio líquido para medida de propiedades de transporte. (1) Espacio del portamuestras, (2) y (5) tomas de vacío, (3) válvula de aguja, (4) entrada para el trasvase, (6) depósito para N_2 líquido, (7) y (11) pantallas aislantes, (8) solenoide, (9) depósito para He líquido y (10) camisas de vacío.

solenoides de que no queda ningún resto de N_2 líquido que pudiera solidificarse al introducir el helio. A continuación se procede al trasvase del He líquido desde el licuefactor.

El solenoide superconductor (8) está fabricado con filamentos muy finos de aleación Nb-Ti ($T_c=10$ K y $H_{c2}(T=0)=105$ kOe) embutidos en una matriz de cobre muy puro. Puede producir un campo en la dirección vertical de 90 kOe a 4.2 K, con una buena homogeneidad en un cilindro con diámetro y altura de 1 cm (variación máxima de 0.1%). La relación campo corriente es de 1.09096 kOe/A, y su inductancia de 10.8 H. La fuente de alimentación del solenoide es una Cryogenic Consultants SMS120C, capaz de producir una corriente de 150 A con una tensión máxima de 5 V. Dispone además de una salida analógica que, conectada a un multímetro Keithley 175, permite leer el valor del campo magnético a través del ordenador. Se pueden utilizar rampas de variación de la corriente aplicada al solenoide entre 1.2 mA/s y 12 A/s. También existe la posibilidad de trabajar en modo persistente si se desea mantener un valor de campo constante H_0 . En este caso, tras estabilizar el valor deseado H_0 se cierra el circuito superconductor a través de un interruptor formado por un filamento superconductor de Nb-Ti. Este interruptor se abre (o se cierra) mediante un calefactor que se enciende (o se apaga) para hacer que el hilo se encuentre en estado normal (o superconductor). Al cerrar el circuito, el campo H_0 queda atrapado en su interior y se puede desconectar la corriente de la fuente de alimentación, con lo que se elimina la disipación en los cables de conexión que constituye la principal causa de consumo de helio en el sistema.

Por su parte, el portamuestras está formado por un bloque de cobre en el que se colocan las películas y que está unido a un tubo hueco de acero inoxidable en cuyo interior se encuentran los cables necesarios para llevar a cabo las medidas de transporte eléctrico. Se dispone de dos tipos de portamuestras, en el primero la posición de la lámina es fija, bien paralela, bien perpendicular al campo. En el otro, puesto a punto durante esta tesis, se puede hacer girar la lámina 180° respecto al campo magnético, lo cual resulta esencial para poder estudiar las propiedades de anisotropía (Capítulo 6). El mecanismo consiste en una lámina de cobre unida a una rueda dentada, que se engrana

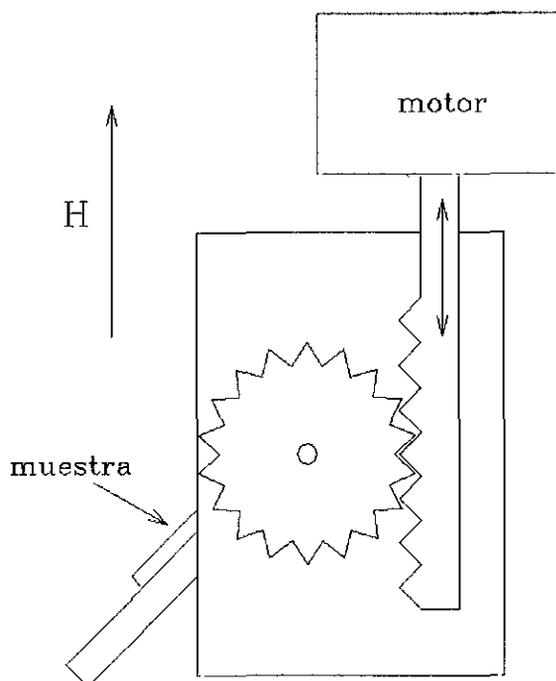


FIGURA 2.11: Esquema del portamuestras que permite el giro en torno al campo magnético en el interior del criostato de medida.

con un vástago que puede subir y bajar, haciendo girar a la lámina en torno a su eje (Figura 2.11). El movimiento de este vástago se realiza mediante un motor paso a paso controlado por una unidad de control de posición GEL 8310 de la compañía Lenord+Bauer.

La medida de temperatura se hace mediante dos termómetros de resistencia de *carbon-glass* calibrados en el rango 1.5 K-325 K (Lake Shore CGR-1-500) uno de ellos situado en el portamuestras, y otro cerca del calefactor para el control de temperatura.

Para la estabilización de la temperatura es necesario alcanzar un estado estacionario mediante el equilibrio entre un ritmo de enfriamiento y una potencia disipada. En este criostato se enfría la muestra haciendo circular un flujo de He gas procedente, a través de una válvula de aguja, del gas que se evapora en el depósito de He líquido. Se consigue un flujo estable haciendo vacío sobre la muestra con una rotatoria y controlando la apertura de la válvula de aguja, lo cual proporciona un ritmo de enfriamiento constante. La potencia disipada en el calefactor la suministra un

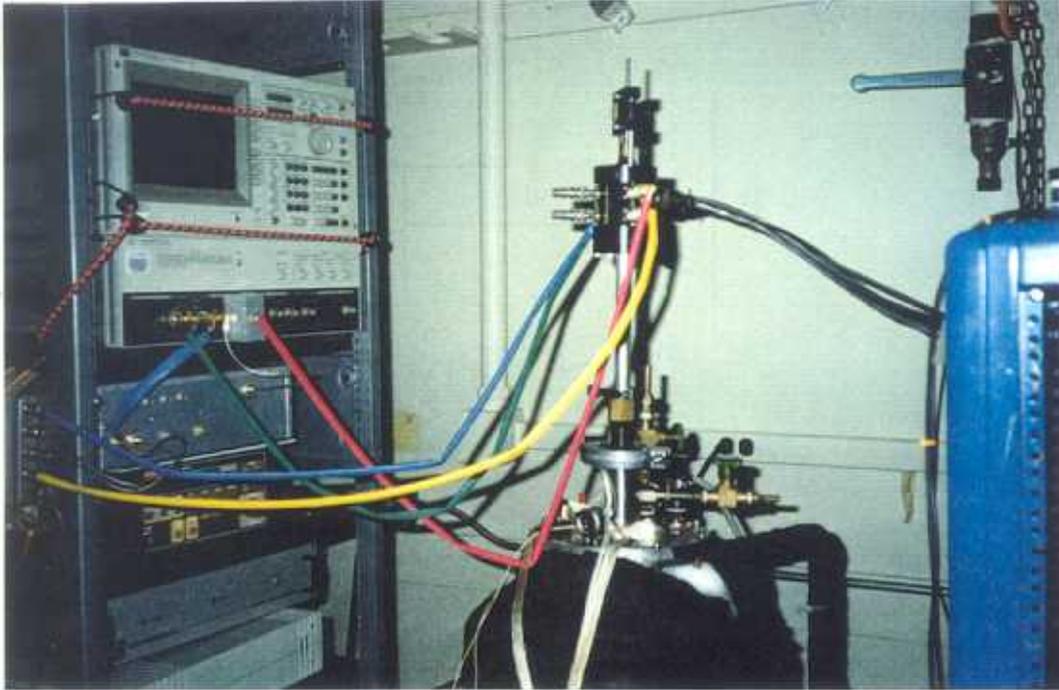


FIGURA 2.12: Vista general del criostato de He líquido empleado para realizar las medidas de resistividad ac, junto con la electrónica de control.

controlador de temperaturas Lake Shore DRC-91C, conectado al termómetro de control. Gracias a la inercia térmica del sistema, asociada sobre todo a la masa de cobre del portamuestras, se consigue una estabilidad en temperatura de ± 10 mK durante tiempos suficientemente largos (más de una hora).

También se ha trabajado con otro criostato de He líquido para la realización de medidas de resistividad ac (Capítulo 5) que podemos ver en la figura 2.12. La principal diferencia con el anteriormente descrito consiste en el sistema de enfriamiento de la muestra, que se realiza poniendo en contacto térmico la región del portamuestras y el baño de He a través de una camisa con una presión de He gas controlada.

Para las medidas sin campo magnético aplicado se dispone de un criostato refrigerado con N₂ líquido, que permite trabajar en el rango entre 60 K y 300 K. En este caso la medida de temperatura se realiza con una termorresistencia de platino (Pt-100) calibrada. Es en este criostato donde se ha llevado a cabo la caracterización inicial de las transiciones en resistencia de las láminas delgadas superconductoras fabricadas en el laboratorio.

MÉTODOS DE MEDIDA DE PROPIEDADES DE TRANSPORTE

La medida precisa de las diferentes propiedades de transporte, resistividad, magnetorresistencia, corriente crítica, efecto Hall, características I - V , etc constituye una herramienta muy poderosa tanto para la caracterización de la calidad de las muestras fabricadas como para el estudio de las propiedades de los superconductores en el estado mixto, ya que existe una relación directa entre la disipación y el movimiento de los vórtices. Por este motivo, a lo largo de este trabajo de tesis, se han utilizado muchas de ellas. En este apartado describiremos brevemente los métodos empleados para la medida de la resistividad y la magnetorresistencia, mientras que hemos querido dedicar un capítulo independiente a la corriente crítica en el que se exponen algunas de las técnicas que pueden emplearse para obtenerla, tanto magnéticas como de transporte (en particular la medida de las curvas I - V), junto con algunos casos concretos en los que la utilización de cada una de ellas ha sido especialmente adecuada.

La medida de resistencias se ha llevado a cabo mediante el método de las cuatro puntas y con corriente continua. Este método se basa en la colocación de cuatro contactos en la muestra, dos para introducir la corriente I en la muestra y otros dos para medir la diferencia de potencial V generada; en general, los contactos eléctricos se realizan con hilo de cobre barnizado de $50\ \mu\text{m}$ de diámetro soldados directamente con indio puro sobre las películas. En el caso de las multicapas se colocaron los contactos en el borde de la lámina, para asegurar un buen contacto a través de todo el perfil de la lámina. La fuente de corriente empleada es una fuente Keithley 224 programable, controlada por ordenador a través de una entrada IEEE, y que permite estabilizar corrientes entre $5\ \text{nA}$ y $100\ \text{mA}$, así como realizar cambios instantáneos tanto de magnitud como de sentido de la corriente. En general, la intensidad empleada para la medida de las muestras ha sido de 1 - $10\ \mu\text{A}$.

La lectura del voltaje se realiza mediante un nanovoltímetro Keithley 181, también controlado por ordenador, con una precisión de $\pm 10\ \text{nV}$. La diferencia de potencial V se ha obtenido promediando las lecturas de voltaje tomadas con la corriente en sentido

positivo $V(I+)$ y en sentido negativo $V(I-)$, para anular posibles efectos termoeléctricos en los contactos, es decir $V = [V(I+) - V(I-)]/2$. Una vez determinado el voltaje V la resistencia eléctrica R se obtiene de forma inmediata.

Para transformar la resistencia R en resistividad ρ pueden utilizarse dos métodos. En primer lugar, si se trata de una muestra con una geometría de medida definida de sección S y longitud L , la resistividad se obtiene de manera directa como

$$\rho = R S/L \quad (2.4)$$

Es en este tipo de muestras donde se han llevado a cabo las medidas de magnetorresistencia, ya que en ellas el camino y la dirección de la corriente están bien definidos. Esto hace posible conocer el ángulo entre el campo y la corriente, los cuales se han mantenido perpendiculares en todas las medidas realizadas.

En el caso de una lámina delgada, de geometría arbitraria, puede obtenerse también la resistividad mediante el método de van der Pauw [10], siempre que se trate de muestras homogéneas en espesor, simplemente conexas (sin agujeros) y los contactos eléctricos sean pequeños y estén situados en el borde de la muestra (Figura 2.13).

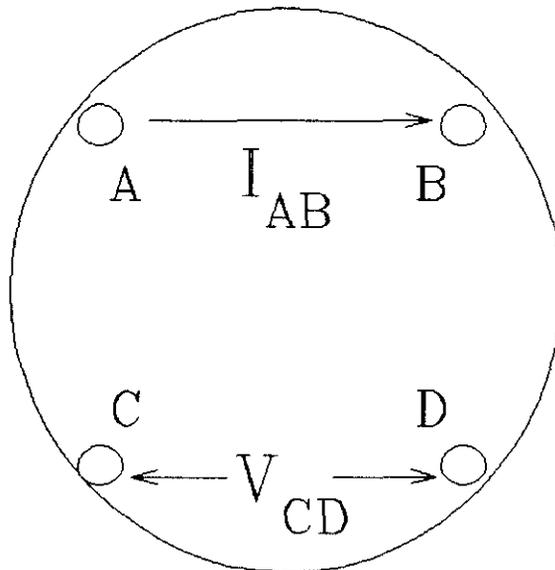


FIGURA 2.13: Esquema de la disposición de contactos para la medida de resistividad por el método de van der Pauw en una muestra de espesor uniforme.

De acuerdo con el método de van der Pauw, si los cuatro contactos A, B, C y D se disponen tal como se representa en la gráfica 2.13 y se define $R_{IJ,KL} = V_{KL}/I_{IJ}$, se cumple la igualdad

$$\exp(-\pi d R_{AB,CD}/\rho) + \exp(-\pi d R_{BD,CA}/\rho) = 1 \quad (2.5)$$

donde d es el espesor de la muestra. Esta ecuación tiene una única solución para la resistividad, cuya expresión es [10]

$$\rho = \pi d / \ln 2 (R_{AB,CD} + R_{BD,CA}) / 2 f(R_{AB,CD}/R_{BD,CA}) \quad (2.6)$$

donde $f(x)$ es una función que depende de la relación entre las resistencias y satisface la igualdad

$$(R_{AB,CD} - R_{BD,CA}) / (R_{AB,CD} + R_{BD,CA}) = \text{farccosh}[\frac{1}{2} \exp(\ln 2 / f)] \quad (2.7)$$

aunque en la práctica se toma el valor de f de la gráfica original $f(x)$ calculada numéricamente por van der Pauw [10].

2.3.3 Susceptómetro ac y magnetómetro dc

El equipo que se ha utilizado para la realización de las medidas magnéticas, tanto en ac como en dc, es un Magnetómetro/Susceptómetro modelo 7225 de la casa Lake Shore, que se ha puesto a punto en esta tesis. Se trata de un criostato que permite trabajar entre 4.2 K y 325 K, equipado con un solenoide superconductor que puede proporcionar un campo de hasta 50 kOe, con una uniformidad de 0.1% en una longitud de 6 cm, y una estabilidad de ± 5 Oe.

En la figura 2.14 podemos ver un esquema del sistema de vacío, que consiste en dos espacios independientes (1) y (2). El exterior (1), que rodea el depósito de He líquido, está en vacío estático, aunque podría ser evacuado si fuera necesario. El interior (2), rodea la parte inferior del espacio destinado al portamuestras (3) para proporcionar el aislamiento térmico necesario cuando el sistema está en funcionamiento, si bien se puede introducir en su interior una pequeña presión de He gas, procedente del vapor

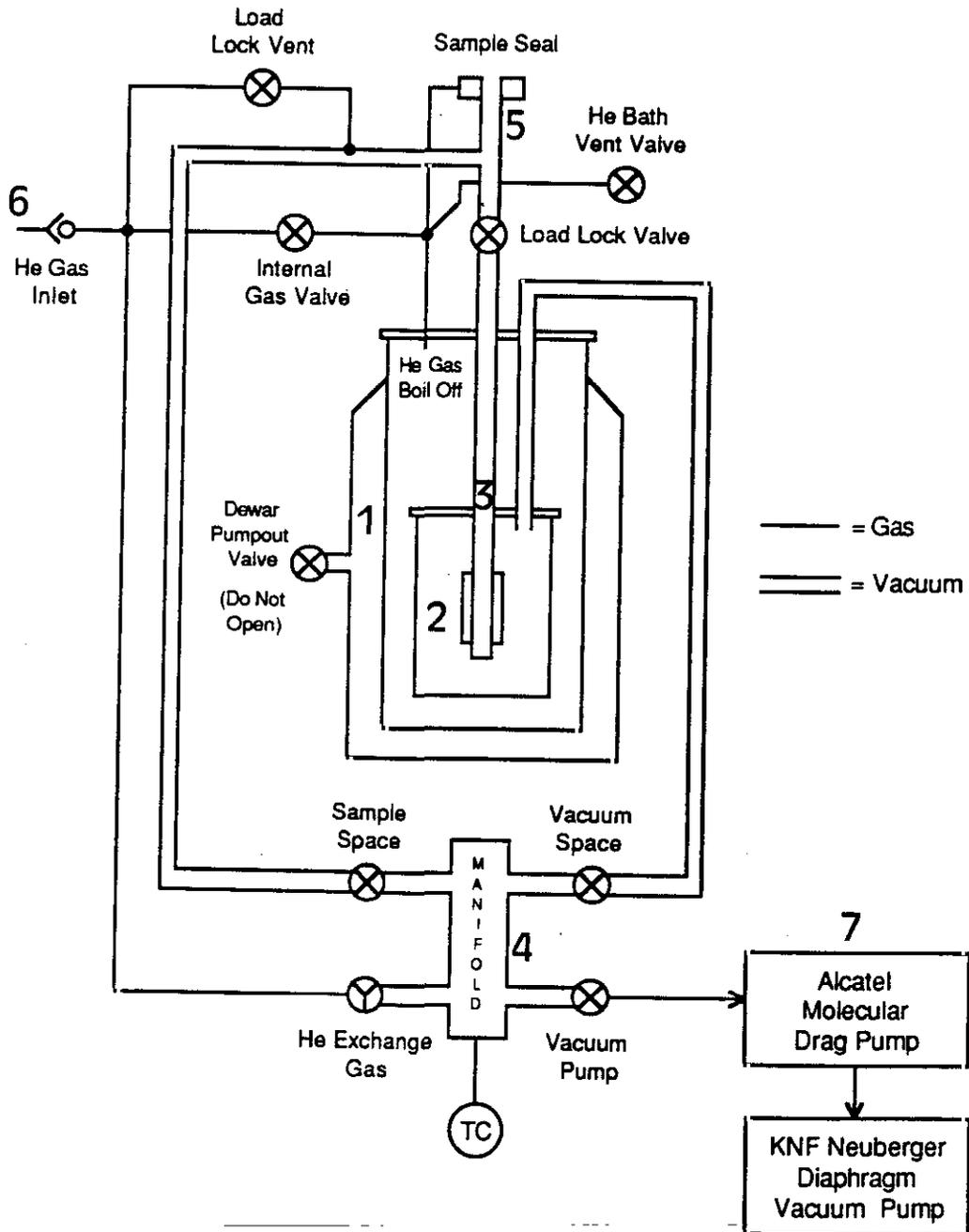


FIGURA 2.14: Esquema del sistema de vacío del susceptómetro/magnetómetro. (1) camisa de vacío externa, (2) espacio vacío interno, (3) espacio del portamuestras, (4) distribuidor de presión, (5) precámara, (6) fuente de He gas externa, (7) bomba turbomolecular, — conducciones de gas, == tubos de vacío y vlvulas.

en el baño de He líquido a través del distribuidor (4), para enfriar la muestra. El espacio del portamuestras (3) termina en un tubo de zafiro en el que están situados los arrollamientos, calefactor y sensores necesarios para la medida. El contacto térmico entre la muestra y los termómetros se asegura introduciendo una presión de He gas en este espacio. Existe, además, una precámara (5) que permite cambiar la muestra sin pérdida de vacío en la zona de baja temperatura. Hay que señalar que el espacio de la muestra no está aislado del baño de He líquido en su parte superior, lo que permite preenfriar la muestra antes de introducirla en la zona de medida donde la temperatura está controlada. Tanto el espacio de la muestra como el espacio vacío que la rodea pueden ser evacuados a través del distribuidor (4) con una bomba turbomolecular Alcatel. El sistema puede trabajar también con N₂ líquido como líquido criogénico, pero entonces es necesario utilizar una fuente de He gas externa (6).

Para la medida de la susceptibilidad ac es necesario someter a la muestra a un campo magnético alterno h , a través de un carrete primario, y recoger en un secundario que la rodee el voltaje inducido por la variación de flujo en esta [11], como se esquematiza en la figura 2.15. En este sistema el circuito primario está alimentado por una fuente de corriente ac/dc, que permite generar un campo entre $h=0.00125$ Oe- 25 Oe, en el rango de frecuencias $f=1$ Hz-10 kHz. El secundario está formado por dos carretes iguales en oposición, uno que rodea la muestra y el otro no, para cancelar el voltaje inducido por el propio campo ac. Sin embargo, existe siempre una pequeña asimetría entre los dos carretes que puede eliminarse promediando el voltaje inducido cuando la muestra está en el superior v_{sup} y cuando está en el inferior v_{inf} . De tal manera que la susceptibilidad χ se obtiene como

$$\chi = \alpha [1/2(v_{sup} - v_{inf})] / Vfh \quad (2.8)$$

donde α es un coeficiente de calibración y V es el volumen de la muestra, la cual puede desplazarse entre las dos posiciones mediante un motor paso a paso. El voltaje inducido en el secundario se mide con un amplificador lock-in EG&G 5209. De este modo se consigue una sensibilidad de $2 \cdot 10^{-8}$ emu, en términos de momento magnético equivalente. Toda la electrónica del sistema está automatizada y puede controlarse por ordenador.

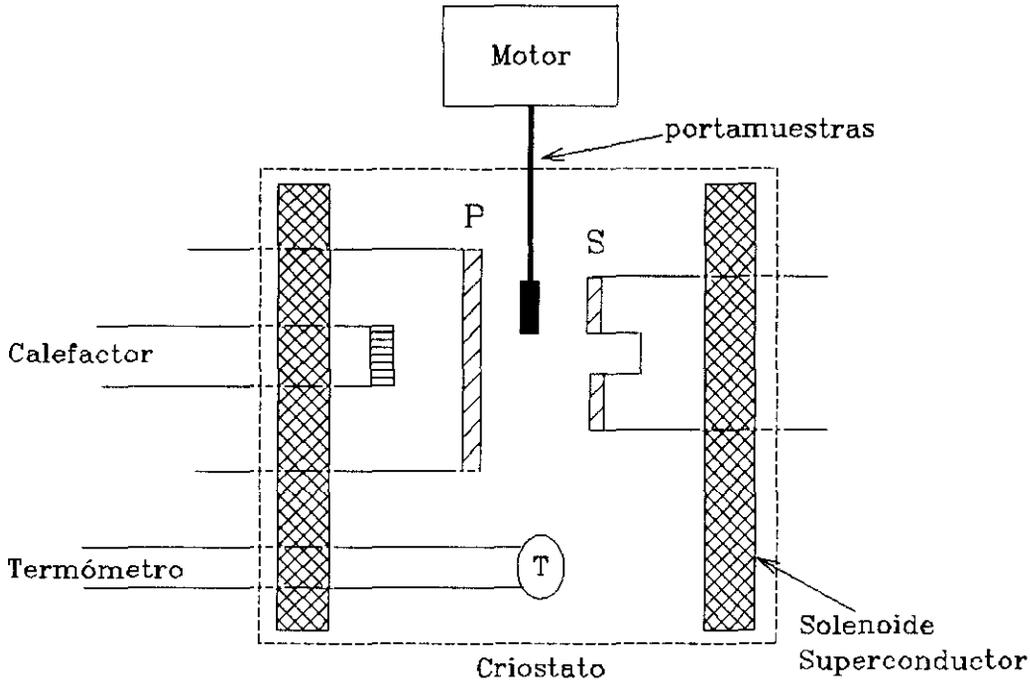


FIGURA 2.15: Diagrama de los elementos de medida de la susceptibilidad ac. Se indican el circuito primario (P) y el secundario (S).

Este mismo montaje permite también realizar medidas de imanación dc por un método de extracción. En este caso el voltaje v inducido en el secundario no se debe al campo alterno, sino al movimiento de la muestra que recorre los dos carretes con velocidad constante. El momento magnético m viene dado por

$$m = k \int v dt \quad (2.9)$$

donde k es una constante de calibración y $\int v dt$ es la integral del voltaje en función del tiempo. La señal es recogida con un voltímetro digital Keithley LS-182, y la integral se realiza numéricamente a partir de la forma del barrido $v-t$. Se consigue una sensibilidad de 10^{-4} emu.

Bibliografía

- [1] J. L. Vossen y W. Kern, *Thin Film Processes* (Academic Press, 1978).
- [2] J. Colino, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense de Madrid (1993).
- [3] O. Nakamura, E. E. Fullerton, J. Guimpel e I. K. Schuller, *Appl. Phys. Lett.* **60**, 120 (1992).
- [4] B. D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction* (Addison Wesley, 1978).
- [5] F. Beech, *Phys. Rev. B* **35**, 8778 (1987).
- [6] M. T. Pérez Frías, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense de Madrid (1988).
- [7] H. Kamerlingh Onnes, *Leiden Commun.* 108 (1908).
- [8] M. W. Zemansky y R. Dittman, *Heat and Thermodynamics* (Mc Graw-Hill, 1979).
- [9] M. A. González, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense de Madrid (1992).
- [10] L. J. van der Pauw, *Phillips Research Reports* **13**, 1 (1958).
- [11] B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials* (Addison Wesley, 1972).

CAPÍTULO 3

La corriente crítica: técnicas de medida y ejemplos característicos

3.1 Introducción

El diagrama de fases característico de un superconductor [1] suele dibujarse en el plano H - T . Si se trata de un superconductor tipo II, como se muestra en la figura 3.1, aparecen en él dos líneas que definen el campo crítico inferior $H_{C1}(T)$ y el campo crítico superior $H_{C2}(T)$. Por encima de H_{C2} el material se encuentra en estado normal, y por debajo de H_{C1} en estado Meissner, es decir, se comporta como un diamagnético perfecto. Entre ambos campos existe una región que se conoce como estado mixto, en la que el campo magnético puede penetrar en el interior de la muestra en forma de líneas de flujo cuantizado o vórtices. La relación entre H_{C1} y H_{C2} viene dada por

$$H_{C2}/H_{C1} \approx 2\kappa^2 = 2 (\lambda/\xi)^2 \quad (3.1)$$

donde κ es el parámetro de Landau-Ginzburg, ξ es la longitud coherente y λ es la longitud de penetración de London. En el caso de los superconductores de alta temperatura $H_{C1} \approx 100$ Oe y $H_{C2} \approx 1000$ kOe y, por tanto, $\kappa \gg 1$ [2]. Por esto el estado mixto ocupa una gran parte del diagrama de fases, y van a ser sus propiedades las que determinen su comportamiento en un rango de campos y temperaturas muy amplio.

Por otro lado conviene recordar que el primer hecho que caracterizó a la superconductividad, y a la que debe su nombre, es decir a que la resistencia eléctrica del material se hacía cero por debajo de la temperatura de transición, no se cumple en todas

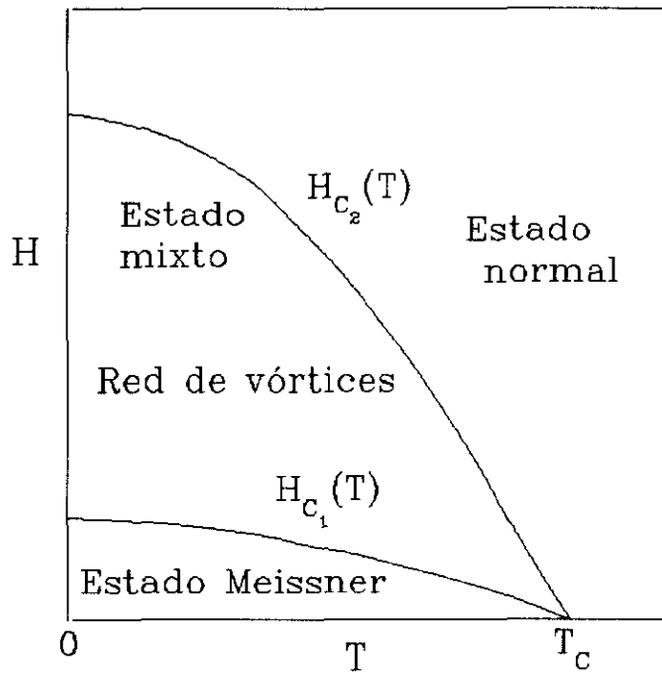


FIGURA 3.1: *Diagrama de fases en el plano (H-T) para un superconductor tipo II convencional.*

las regiones del diagrama de fases, sino que, en presencia de un campo magnético, depende tanto de la corriente de transporte que atraviesa la muestra como de la estructura de defectos de esta. Por ello resulta conveniente añadir un tercer eje a este diagrama, un eje de densidad de corriente J en el que habrá que representar la corriente crítica J_C para cada punto del plano (H, T) . Este valor de J_C nos dirá cual es la corriente máxima que se puede hacer pasar por el material sin que este pierda sus propiedades superconductoras, y cuyo conocimiento resulta de vital importancia de cara a muchas aplicaciones.

CORRIENTE CRÍTICA DE RUPTURA DE PARES

Resulta interesante, pues, estudiar cuales son los límites teóricos de la corriente crítica para un material perfecto [1]. En primer lugar consideremos un hilo muy delgado (diámetro $d \ll \xi$) de tal manera que, si el parámetro de orden superconductor se escribe

$$\psi(\mathbf{r}) = |\psi(\mathbf{r})| e^{i\phi(\mathbf{r})}, \quad (3.2)$$

se pueda considerar que su amplitud $|\psi|$ es constante en todas partes. En este caso, como se deduce de las ecuaciones de Landau-Ginzburg,

$$|\psi|^2 = \psi_\infty^2 (1 - (\xi m^* v_s / \hbar)^2), \quad (3.3)$$

donde ψ_∞ es la amplitud del parámetro de orden en una muestra infinita, m^* es la masa efectiva de los portadores y v_s es su velocidad, con lo que la corriente de transporte J_s queda

$$J_s = 2e \psi_\infty^2 (1 - (\xi m^* v_s / \hbar)^2) v_s, \quad (3.4)$$

de tal manera que la corriente máxima que puede llevar el hilo se obtendrá de hacer $\partial J_s / \partial v_s = 0$, es decir, $v_s = \hbar / 3 \xi m^*$. Así, se obtiene

$$J_C = 4e \psi_\infty^2 \hbar / 3 \sqrt{3} \xi m^* = c H_C / 3 \sqrt{6} \pi \lambda. \quad (3.5)$$

Esta corriente crítica se conoce como la corriente de ruptura de pares J_d , ya que se puede interpretar como la corriente necesaria para proporcionar a los pares de Cooper una energía cinética igual a la energía de condensación. Desde el punto de vista microscópico [3] se puede demostrar que, en presencia de una velocidad uniforme v_s , las energías de las cuasipartículas se ven desplazadas en $\hbar \mathbf{k} \cdot \mathbf{v}_s$, de modo que el gap se hace cero para algunos estados cuando

$$v_s = \Delta / \hbar k_F = \hbar / \pi \xi m, \quad (3.6)$$

que es un resultado muy parecido al encontrado por la teoría de Ginzburg Landau. Este valor de la corriente crítica de ruptura de pares se puede estimar del orden de 10^9 A/cm² para los superconductores de alta temperatura crítica [4]. Sin embargo, en muestras reales rara vez se obtienen corrientes comparables a J_d .

ESTADO MIXTO: CAMPO ELÉCTRICO DE JOSEPHSON

Vamos a considerar ahora un hilo de material superconductor, pero de dimensiones macroscópicas (radio $R \gg \xi, \lambda$). En este caso, mientras el autocampo generado por la corriente $H = 2I/Rc$ sea menor que H_C , el material se encontrará en

estado Meissner y llevará corriente sin disipación en una capa superficial de tamaño λ . Al ir aumentando la corriente, llegará un momento en que el autocampo se hará igual a H_{C1} , de tal forma que se podrán empezar a nuclear vórtices, en forma de anillo, en la superficie de la muestra. Estos anillos de vórtice tenderán a decrecer y aniquilarse en el centro de la muestra debido a su propia tensión de línea; y producirán un campo eléctrico, según la fórmula de Josephson [5]

$$\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \mathbf{v}/c, \quad (3.7)$$

en la dirección de la corriente de transporte, es decir, un campo eléctrico disipativo. En esta imagen, la densidad de corriente crítica a campo cero vendría dada por

$$J_{C1} = cH_{C1}/2\pi R \quad (3.8)$$

y se anularía para campos superiores a H_{C1} . Es decir, en un material perfecto la corriente crítica debería ser cero en el estado mixto. Como puede verse en la figura 3.2, los vórtices creados por el campo magnético sufren, en presencia de una corriente de transporte, una fuerza de Lorentz

$$\mathbf{F}_L = \mathbf{J} \times \Phi_0/c, \quad (3.9)$$

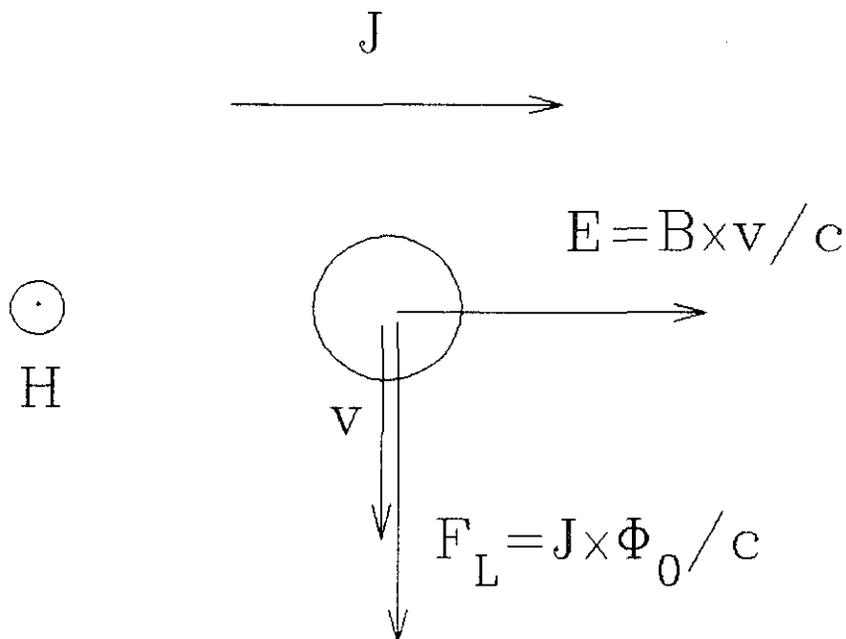


FIGURA 3.2: Esquema de la disposición geométrica de la fuerza que actúa sobre un vórtice en movimiento, junto con el campo eléctrico producido por este.

que al ponerlos en movimiento con una velocidad v genera el campo de Josephson (3.7) en la dirección de la corriente. Este movimiento es lo que se conoce como "flux flow" o flujo de vórtices [6], y da lugar a una resistividad

$$\rho_{FF} = \rho_n B/H_{C2} \quad (3.10)$$

donde ρ_n es la resistividad en estado normal.

ANCLAJE DE FLUJO MAGNÉTICO

Veamos ahora lo que sucede realmente en una muestra cuadrada de un superconductor de tipo II. En la figura 3.3a se representa la dependencia de la corriente crítica con el campo para dos muestras del superconductor de baja temperatura Nb_3Zr a 4.2K, con diferente tipo de defectos, una tal como ha sido obtenida, y la otra en forma de hilo trabajado en frío [7]. Asimismo podemos ver en la figura 3.3b la dependencia de $H_{C2}(T)$ para este material. Estas dos gráficas muestran claramente que, como decíamos al principio del capítulo, el diagrama de fases en el plano $H-T$ no contiene toda la información acerca de las propiedades del material superconductor, ya que, aunque el campo crítico es el mismo para las dos muestras de la figura 3.3a, hay una diferencia de un orden de magnitud en la corriente crítica de ambas, siendo mayor en la que tiene más defectos. De todas maneras hay que hacer notar que, en ambas muestras, J_C se hace cero para el mismo campo, 70 kOe, que coincide con el campo crítico H_{C2} a esta temperatura. La explicación microscópica fue propuesta por Anderson [8], que sugirió que la corriente crítica en el estado mixto se alcanzaba cuando la fuerza de Lorentz superaba a la fuerza de anclaje debida a las inhomogeneidades en el material. Como se muestra en la figura 3.4, si existe una región dentro del superconductor donde la energía del vórtice U está reducida respecto al resto por la presencia de un defecto, resulta favorable energéticamente para el vórtice situarse sobre este. Si se ejerce una fuerza de Lorentz $F_L = J\Phi_0/c$ sobre el vórtice, esta se verá contrarrestada por la fuerza recuperadora originada por el defecto $F_p(\mathbf{r}) = -\nabla U$. De este modo, el vórtice permanece anclado en la posición del defecto mientras que la corriente sea suficientemente baja ($J < J_C$) y sólo se pondrá en movimiento, originando disipación, cuando se cumpla

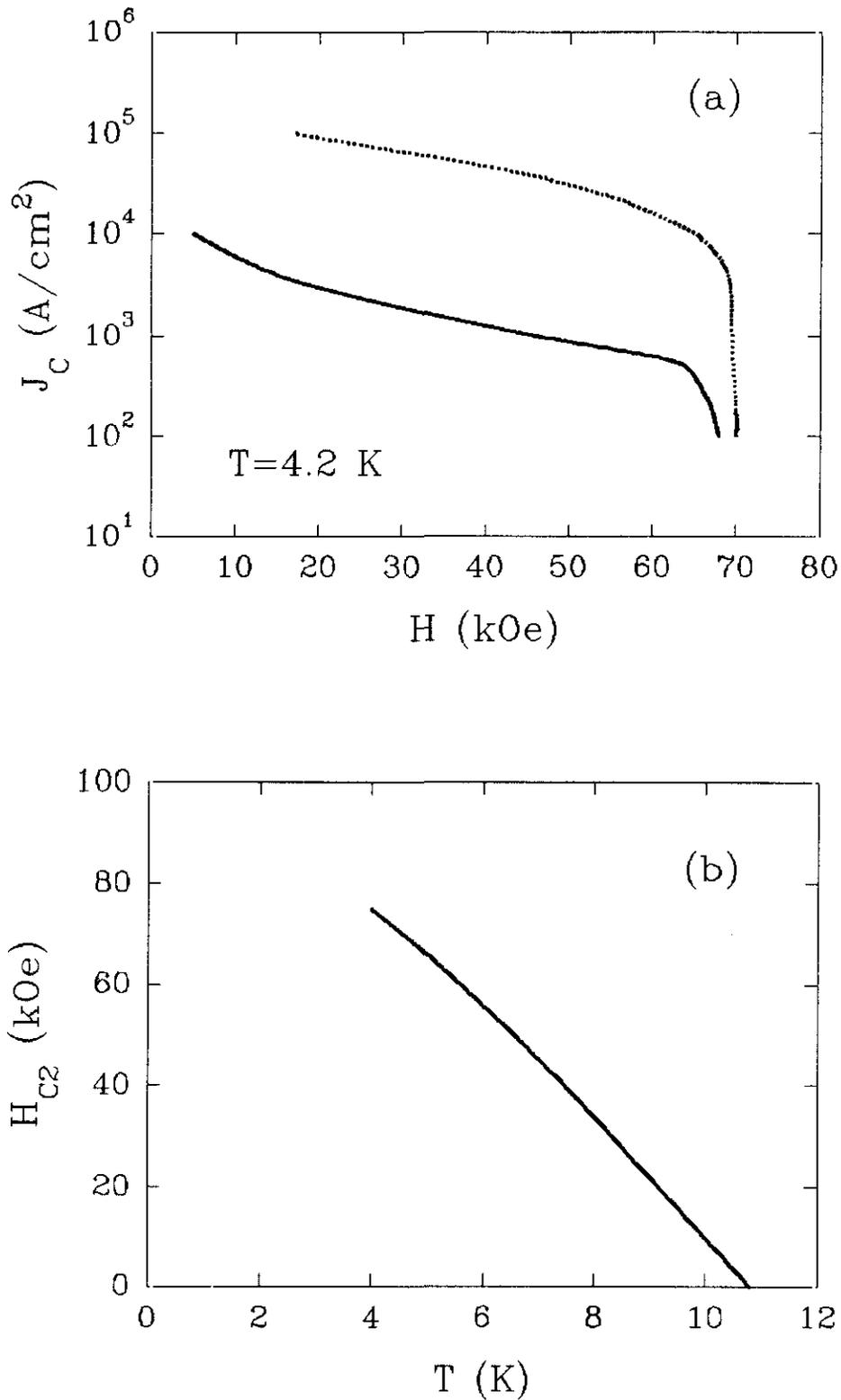


FIGURA 3.3: (a) Dependencia de la corriente crítica con el campo magnético para dos muestras de Nb_3Zr , una de ellas tal como ha sido obtenida (línea continua) y la otra trabajada en frío (línea discontinua), tomada de la referencia [7]. (b) $H_{c2}(T)$ para el superconductor Nb_3Zr [7].

$$\mathbf{F}_L = \mathbf{J}_c \times \Phi_0/c = (\nabla U)_{\max} = \mathbf{F}_p, \quad (3.11)$$

es decir, cuando la fuerza de Lorentz supere a la fuerza máxima que puede producir el defecto y que se define como la fuerza de anclaje F_p . En general, no es un problema sencillo obtener la fuerza de anclaje total sobre la red de vórtices a partir de la interacción de un solo vórtice con un defecto [9], ya que hay que considerar el conjunto de los centros de anclaje, cuya distribución es habitualmente aleatoria, y las deformaciones elásticas introducidas en la red debido al anclaje, que en ciertas condiciones (anclaje colectivo [10]) pueden ser la contribución más importante al anclaje.

Por este motivo, el estudio y la caracterización de los defectos y su papel como centros de anclaje ha sido desde la superconductividad de baja temperatura hasta ahora una de las áreas más activas de investigación para poder obtener materiales adecuados para las aplicaciones [4,9]. Existen distintas técnicas de medida que permiten la obtención de la corriente crítica de un material; en este capítulo vamos a estudiar algunas de ellas a través de algunos casos concretos que hemos investigado. En primer lugar veremos el método de transporte eléctrico, y a continuación distintos métodos magnéticos.

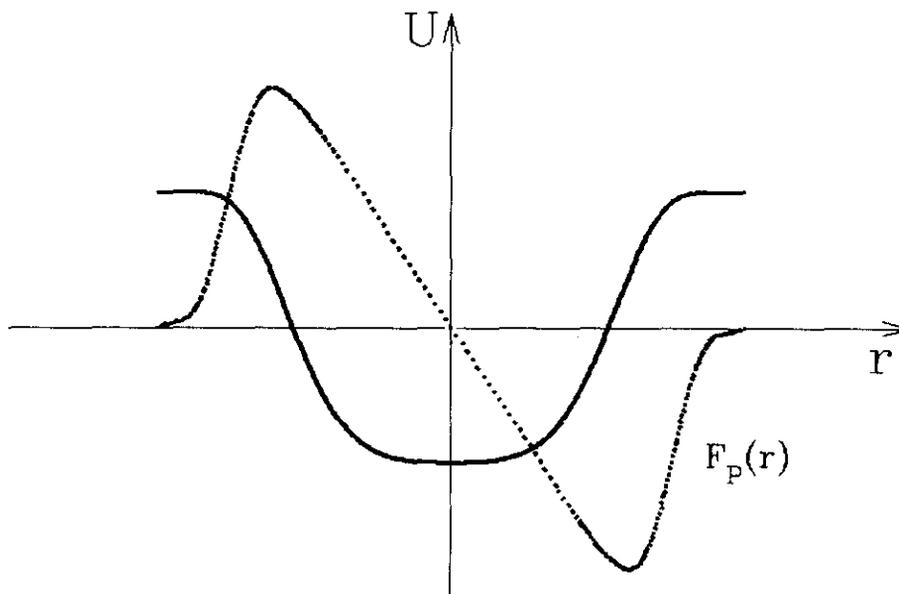


FIGURA 3.4: Dependencia espacial de la energía de un vórtice en presencia de un defecto, y de la fuerza de anclaje ejercida sobre éste (— U , - - - $F_p = -\nabla U$).

3.2 Método de transporte: láminas delgadas de superconductores de alta temperatura crítica

El método más directo para la medida de la corriente crítica es el de transporte eléctrico, en el cual se hace pasar corriente a través de la muestra hasta que se detecta una caída de potencial, como se puede ver en la gráfica 3.5. En general, es necesario definir un criterio de voltaje o, más bien, de campo eléctrico, y que se suele tomar en torno a $1\mu\text{V}/\text{mm}$ para caracterizar el umbral de la disipación. Sin embargo, los valores de J_c obtenidos no dependen mucho de la elección concreta de este criterio, al ser abrupto el inicio de la disipación. La geometría de la muestra debe ser sencilla, para poder transformar de manera directa los valores de intensidad y voltaje en densidad de corriente y campo eléctrico, esto es, debe tener una sección uniforme $S=t \times w$, siendo t el espesor y w la anchura, en una longitud constante l . En este caso $J=I/S$ y $E=V/l$.

En el caso de las láminas delgadas, puede obtenerse una geometría definida

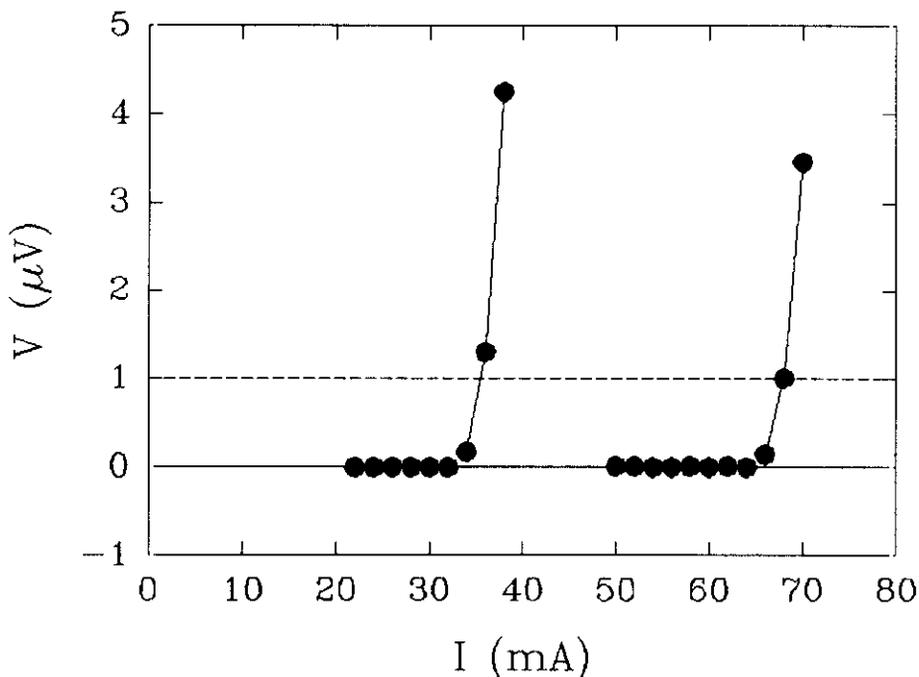


FIGURA 3.5: Características Intensidad- Voltaje medidas en un puente de $(100\mu\text{m} \times 1\text{mm})$ definido en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a 50 K y dos campos magnéticos distintos. La línea discontinua indica el criterio de voltaje utilizado para definir la corriente crítica.

mediante técnicas de litografía [11]. Para ello se coloca la muestra en una centrifugadora o *spinner* y se extiende sobre ella una capa de resina fotosensible (Microposit S-1813), que se endurece a 95 °C. Posteriormente, se ilumina con luz ultravioleta cubierta por una máscara en la que se ha dibujado el motivo que queremos definir en la muestra. Para la medida de corriente crítica se utilizan puentes de 100 μm de ancho y 1 mm de largo y de 20 μm de ancho y 0.3 mm de largo, como el que aparece en la figura 3.6. Después de la exposición se introduce la muestra en un líquido revelador, que hace desaparecer las zonas de la resina que habían sido iluminadas. Tras un nuevo endurecimiento de la resina restante a 105 °C, se procede al ataque húmedo de la lámina en una disolución de ácido fosfórico, H_3PO_4 , donde son eliminadas las partes de la lámina que no estaban cubiertas. A continuación la resina restante se elimina con acetona.

La muestra así obtenida tiene una sección en torno a 10^{-7} cm^2 , lo que permite alcanzar densidades de corriente de hasta 10^6 A/cm^2 utilizando una fuente de corriente programable Keithley 224, que proporciona un máximo de 100 mA. Al emplear valores

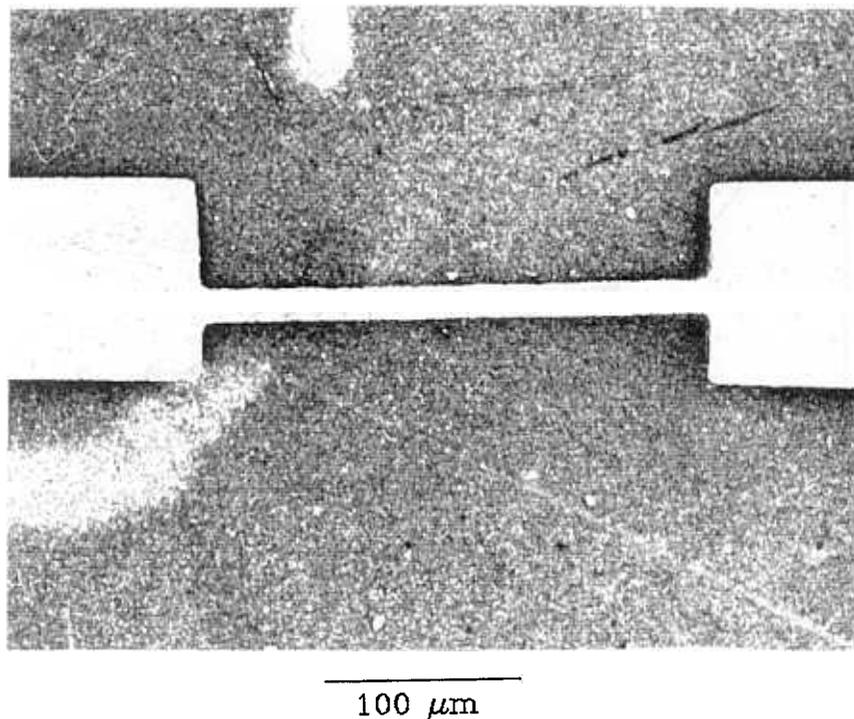


FIGURA 3.6: Microfotografía de un puente de medida de corriente crítica de 20 μm de ancho y 0.3 mm de largo definido en una lámina delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, mediante el proceso de litografía.

tan altos de corriente para medir, aparece el problema de un posible calentamiento de la muestra que podría falsear las medidas. Esto puede evitarse utilizando un método pulsado, aplicando la corriente en pulsos de unos 0.5 segundos de duración, durante los cuales se realiza la medida de voltaje mediante un nanovoltímetro Keithley 181 controlado por ordenador. En la gráfica 3.7 se puede ver la dependencia de la corriente crítica en función del campo magnético a 50 K para una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a, obtenida por este método. Esta técnica de transporte ha sido utilizada para realizar la mayor parte de las medidas de corriente crítica con campo magnético aplicado en láminas delgadas y superredes de superconductores de alta temperatura que aparecen en los capítulos siguientes.

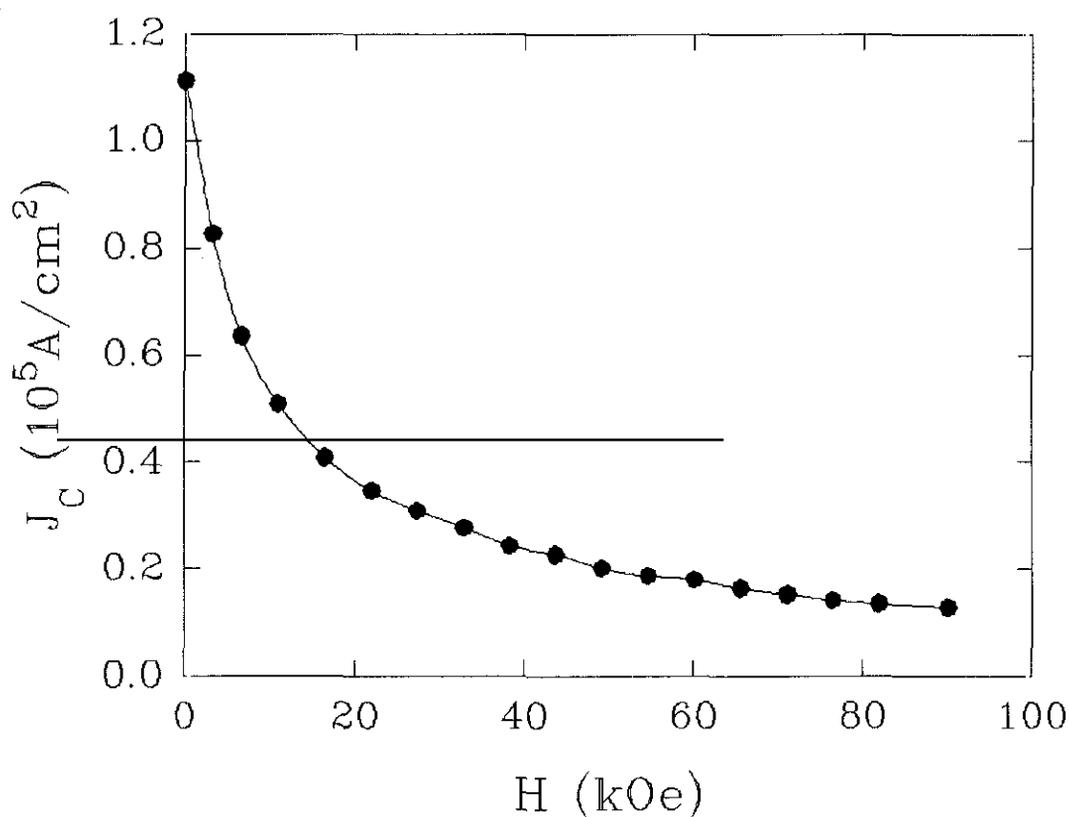


FIGURA 3.7: J_C en función del campo magnético para una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje a, a 50K, medida por el método de transporte en un puente de $100 \mu\text{m}$ de ancho.

3.3 Métodos magnéticos

El método de transporte eléctrico tiene la desventaja de que es destructivo, pues hace falta definir un motivo en la muestra, y no siempre es posible obtener muestras con las dimensiones adecuadas, sección pequeña y uniforme, etc, como, por ejemplo, es el caso de los monocristales de los distintos compuestos. Asimismo, para una muestra de sección dada, el rango de densidades de corriente J accesible experimentalmente está limitado por la máxima corriente I que se puede hacer pasar por la muestra sin calentarla. Por esta razón, puede resultar más adecuado en determinadas ocasiones emplear técnicas magnéticas. Estas se basan en el hecho de que en un superconductor con corriente crítica distinta de cero los vórtices creados por el campo magnético son anclados por los defectos en el interior del material lo cual da lugar a un comportamiento magnético no reversible y, por tanto, la medida de esta histéresis magnética puede relacionarse directamente con J_c . Existen, así pues, multitud de procedimientos para obtener información acerca de la corriente crítica en el material a partir de medidas magnéticas, pero todos tienen un origen común en el análisis a través de modelos de estado crítico más o menos sofisticados.

EL MODELO DE BEAN

Este modelo fue propuesto por Bean en 1962 [12] para explicar los ciclos de histéresis de los superconductores de tipo II. Al aplicar un campo magnético H a uno de estos materiales se generarán en su interior corrientes de apantallamiento para evitar que el flujo penetre. Su principal hipótesis consiste en suponer que, si bien a través del material superconductor puede circular cualquier corriente $J < J_c$, en la práctica esta toma siempre el valor máximo J_c o cero dependiendo de la historia magnética de la muestra. De este modo la ecuación de Maxwell, $\nabla \times \mathbf{H} = (4\pi/c)\mathbf{J}$, se convierte en

$$\nabla \times \mathbf{H} = (4\pi/c) \mathbf{J}_c \quad (3.12)$$

cuya solución es mucho más sencilla. En términos de movimiento de vórtices esta

hipótesis puede explicarse del siguiente modo: si se aplica un campo magnético H_0z a una muestra de un material superconductor (un cilindro infinito de radio R situado también a lo largo del eje z , por ejemplo), los vórtices empezarán a entrar en su interior impulsados por la fuerza de Lorentz $F_L = JB/c$, donde la corriente será $J = c/4\pi \partial H_z / \partial r \approx c\Phi_0/4\pi \partial n / \partial r$, siendo n la densidad de vórtices y $B_z = n\Phi_0$. En el instante inicial esta fuerza será muy elevada ya que el valor del campo cambia abruptamente de H_0 a 0 en el borde del cilindro. Por otra parte, como vimos en la introducción, existirá también una fuerza de anclaje F_p que se opone a este movimiento y que podemos escribir como $F_p = J_C B/c$. De este modo, mientras $J > J_C$ la fuerza de Lorentz será mayor que la fuerza de anclaje y los vórtices podrán seguir penetrando en el material, lo cual reducirá el gradiente en la densidad de vórtices $\partial n / \partial r$ y, en consecuencia, también la corriente y F_L . El proceso continuará hasta que se alcance el estado crítico en el que $J = J_C$ y la fuerza de Lorentz se ve compensada por la de anclaje.

En esta geometría sencilla de un cilindro paralelo a la dirección del campo podemos hacer $\partial H_z / \partial z = 0$, por lo que (3.12) se reduce a

$$\partial H_z / \partial r = (4\pi/c)J_C, \quad (3.13)$$

es decir, en el estado crítico la pendiente en la variación de $H(r)$ es constante, como se esquematiza en la figura 3.8 y, para un valor de campo externo como H_0 , los vórtices sólo penetran hasta una distancia $L_p = (c/4\pi)H_0/J_C$ (figura 3.8a), de manera que la corriente es $J=0$ para $r < L_p$ y $J=J_C$ para $r > L_p$. Al ir aumentando el campo llega un momento en que L_p se hace igual a R y se alcanza el campo de penetración $H_p = 4\pi J_C R/c$ en el que la corriente se hace igual a J_C para todo r . Para valores de H mayores, el campo penetra completamente el cilindro pero manteniendo el mismo tipo de perfil de pendiente constante en función de r . Al reducir el valor de H desde un valor máximo H_m , el flujo empieza a salir del material de acuerdo con $(c/4\pi)\partial H_z / \partial r = -J_C$ dando lugar a los perfiles esquematizados en la figura 3.8b.

Así pues, dentro de este modelo de Bean, se puede calcular la forma del ciclo de histéresis que, para la rama de imanación inicial (figura 3.8a), vendría dada por

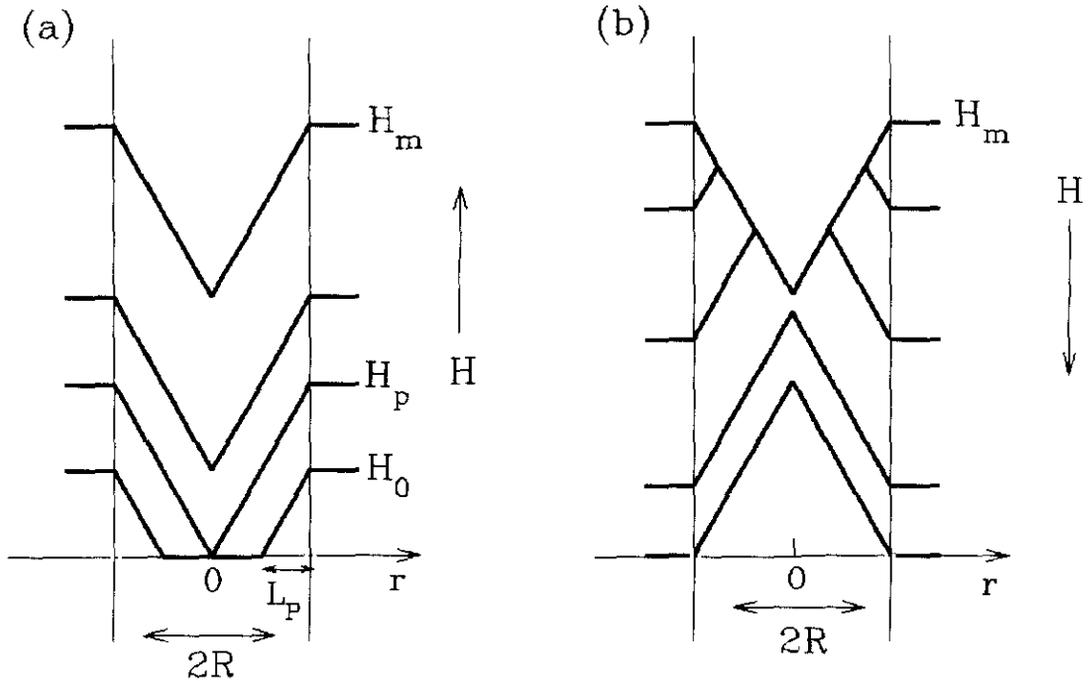


FIGURA 3.8: Esquema de los perfiles de campo magnético en el interior de un cilindro infinito de radio R para distintos valores del campo aplicado H_0 ; (a) Curva de imanación inicial en la que H aumenta de 0 hasta H_m , se indica la distancia L_p que penetra el campo en el interior del cilindro (b) Rama del ciclo de histéresis en la que se disminuye el campo desde H_m hasta 0, siendo $H_m > H_p$. H_p es el campo de penetración definido en el texto.

$$4\pi M = \begin{cases} -H \left[1 - \frac{H}{H_p} + \frac{1}{3} \left(\frac{H}{H_p} \right)^2 \right] & H < H_p \\ -\frac{H_p}{3} & H > H_p \end{cases} \quad (3.14)$$

y, para el ciclo completo (figura 3.8b), sería

$$4\pi M = \begin{cases} \frac{H_p}{3} \left[1 - 2 \left(1 + \frac{H - H_m}{2H_p} \right)^3 \right] & H_m - H < 2H_p \\ \frac{H_p}{3} & H_m - H > 2H_p \end{cases} \quad (3.15)$$

Uno de los resultados más interesantes de este modelo estriba en que la imanación para $H > H_p$ (3.14) es independiente del campo y proporcional a la corriente crítica, $M = -J_c R / 3c$ (sustituyendo H_p por su valor). Y, si escribimos esta relación en las unidades más habituales (J_c en A/cm², M en emu/cm³ y R en cm), queda

$$J_c = 15 (M^+ - M^-) / R \quad (3.16)$$

donde M^+ y M^- son la imanación en las ramas positiva y negativa del ciclo de histéresis respectivamente en emu/cm³, ya que resulta más conveniente tomar el promedio de ambas ramas para eliminar la posible contribución de la imanación reversible. Así pues, la medida del ciclo de histéresis de nos da de manera directa la dependencia de la corriente crítica con el campo magnético. Este ha sido el método que hemos empleado en el apartado 3.3.1 para la caracterización del óxido superconductor LiTi₂O₄.

Por otra parte, dentro del modelo de Bean se puede obtener también la permeabilidad ac [13], $\mu = 1 + 4\pi\chi$. El empleo de esta magnitud resulta de gran interés porque permite aprovechar la mayor sensibilidad de las técnicas de detección en fase, tipo *lock-in*, y por eso ha sido el método elegido para el estudio de la corriente crítica tanto en películas delgadas, en las que el volumen V es muy pequeño (y en consecuencia el momento magnético $m = MV$ también lo es) (apartado 3.3.2), como de monocristales de superconductores orgánicos en los que la corriente crítica es relativamente baja (apartado 3.3.3).

Así pues, considerando un campo externo $h_{ac} = H_m \cos(\omega t)$ la permeabilidad $\mu = \mu' + i\mu''$ se calcula como

$$\mu' = 1 + 4\pi\chi' = \frac{\omega}{\pi H_m} \int_0^T \frac{\Phi}{\pi R^2} \cos(\omega t) dt \quad (3.17)$$

$$\mu'' = 4\pi\chi'' = \frac{\omega}{\pi H_m} \int_0^T \frac{\Phi}{\pi R^2} \sin(\omega t) dt$$

donde Φ es el flujo que atraviesa la sección del cilindro, ω es la frecuencia del campo ac y $T = 2\pi/\omega$; definiendo $x = H_m/H_p = L_p/R$, se obtiene

$$\mu' = \begin{cases} x \left(1 - \frac{5}{16x}\right) & 0 < x < 1 \\ 1 + \frac{2}{\pi} \left(\frac{-1}{2} + \frac{x}{2} - \frac{5}{32}x^2 \right) \theta + \left(\frac{-2}{3x} + 1 - \frac{7}{8}x + \frac{13}{48}x^2 \right) \sin(\theta) + \\ \quad + \left(\frac{1}{4} + \frac{x}{4} - \frac{x^2}{12} \right) \sin(2\theta) + \left(\frac{-x}{24} + \frac{x^2}{48} \right) \sin(3\theta) - \frac{x^2}{384} \sin(4\theta) & x > 1 \end{cases} \quad (3.18)$$

donde $\theta(x) = 2\arcsen(x^{1/2})$, y

$$\mu'' = \begin{cases} \frac{4}{3\pi} x \left(1 - \frac{x}{2}\right) & 0 < x < 1 \\ \frac{4}{3\pi} \frac{1}{x} \left(1 - \frac{2}{x}\right) & x > 1 \end{cases} \quad (3.19)$$

Es interesante resaltar que μ'' tiene su máximo para $x=1$, es decir cuando el campo ac penetra hasta el centro de la muestra y, por tanto, la forma más sencilla de obtener la corriente crítica es a partir de la posición del máximo en la parte imaginaria de la susceptibilidad, aunque también el análisis de la curva completa $\mu(x)$ puede ser de gran utilidad. En resumen, a través de todas estas ecuaciones, (3.14) a (3.19), es posible relacionar las medidas magnéticas con la corriente crítica que circula en el material, como veremos a continuación centrándonos en tres superconductores distintos cuya corriente crítica hemos investigado empleando distintos tipos de medidas magnéticas.

3.3.1 Ciclos de histéresis dc: Monocristales superconductores de LiTi_2O_4

La medida del ciclo de histéresis en dc ha sido el método que hemos empleado para caracterizar las propiedades superconductoras de monocristales de la espinela LiTi_2O_4 . Este es uno de los primeros óxidos superconductores conocidos, descubierto en 1971 [14]. Se trata de un material isotrópico, con una temperatura crítica que oscila entre 11K y 14 K, y estructura de espinela [14,15]. Estudios de transporte y calor

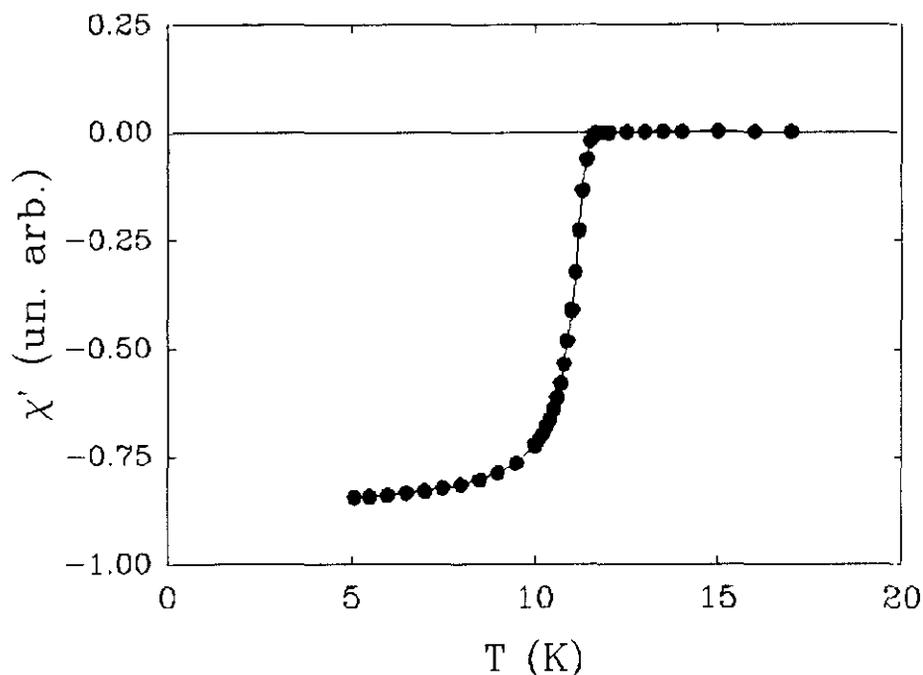


FIGURA 3.9: Susceptibilidad ac vs T para monocristales de LiTi_2O_4 , medida con 1 Oe y 125 Hz.

específico [16] en muestras en forma de polvo y policristalinas han mostrado que se trata de un superconductor con acoplamiento débil, bien descrito por la teoría BCS. Sin embargo, en las muestras policristalinas, se observan las mismas características granulares que aparecen en las cerámicas de los óxidos de alta T_C [17]. Resulta, por tanto, interesante poder disponer de monocristales, lo que sólo se ha conseguido recientemente [18, 19], para estudiar sus propiedades intrínsecas, especialmente en lo que se refiere a magnitudes como la corriente crítica que se ven fuertemente afectadas por la granularidad.

Los monocristales fueron crecidos por un método electrolítico en crisoles de alúmina [19], y su transición superconductor, como aparece en la figura 3.9, está en 11.5 K, con un anchura de 1.5 K, medida por susceptibilidad ac. Su tamaño típico, en torno a 0.05mm, es demasiado pequeño para poder realizar medidas de transporte, sin embargo se puede obtener una buena caracterización mediante medidas magnéticas [20].

En la figura 3.10 aparece el ciclo de histéresis a campo bajo de un monocristal de

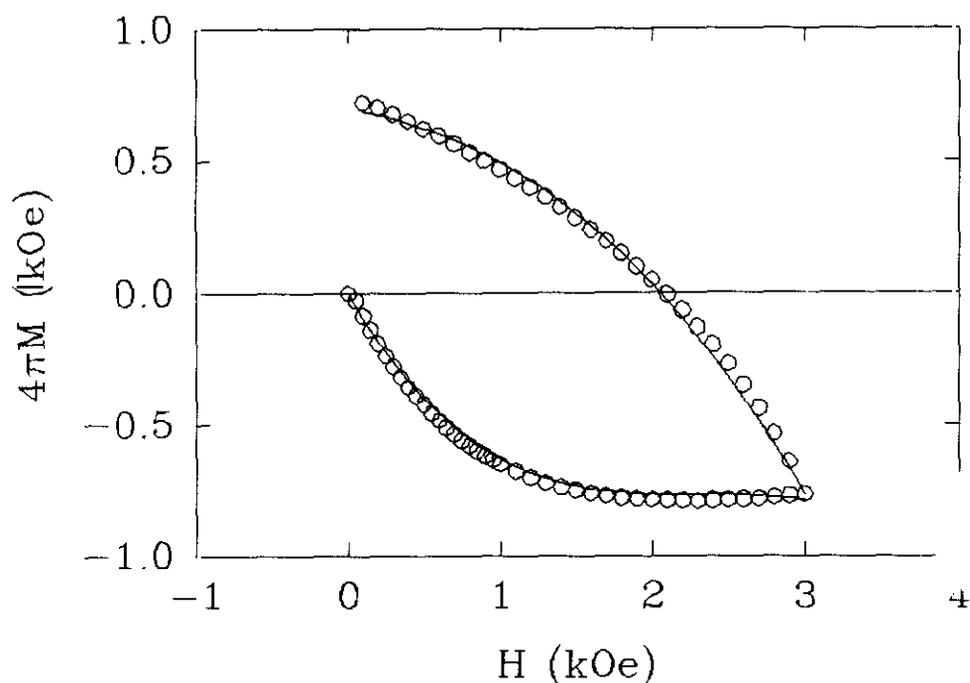


FIGURA 3.10: Ciclo de histéresis a campo bajo de un monocristal de LiTi_2O_4 a 5 K. La línea continúa es un ajuste a las expresiones (3.14) y (3.15) con $H_p = 2.5$ kOe.

LiTi_2O_4 a 5 K, así como el ajuste por el modelo de Bean, ecuaciones (3.14) y (3.15), que como puede observarse lo describe bastante bien. El campo de penetración H_p obtenido del ajuste es $H_p = 2.5$ kOe, que corresponde a un valor de corriente crítica de $8 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$. Se trata de un valor que es órdenes de magnitud superior al encontrado en muestras policristalinas de este mismo material $J_c(H=0, 4.2\text{K}) \approx 10 \text{ A/cm}^2$ [16], que tienen un tamaño suficiente para realizar medidas de transporte, pero en las que existen fronteras entre los granos.

La figura 3.11a muestra un ciclo de histéresis hasta 20 kOe a una temperatura de 6K, en este caso el campo es siempre superior al campo de penetración por lo que la dependencia de la imanación con el campo puede atribuirse directamente a la variación en la corriente crítica y, mediante la expresión (3.16), se obtiene la curva $J_c(B)$ que aparece en la figura 3.11b. Como puede observarse siguen siendo valores en el rango de 10^5 A/cm^2 [20], con una dependencia muy débil con el campo magnético, a diferencia de lo que ocurre en muestras granulares.

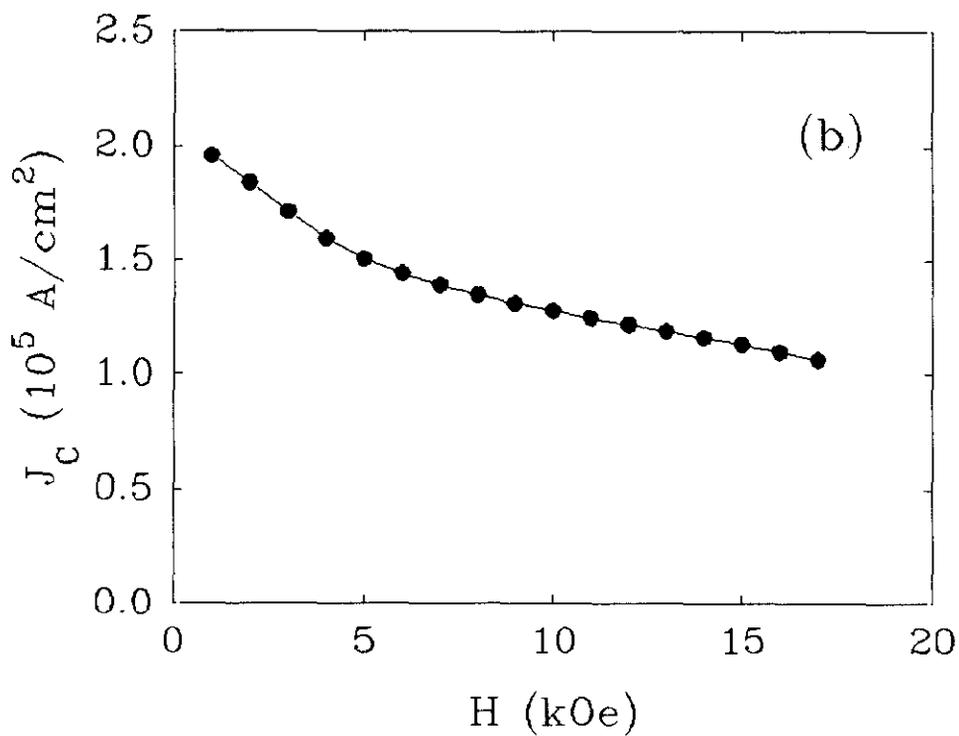
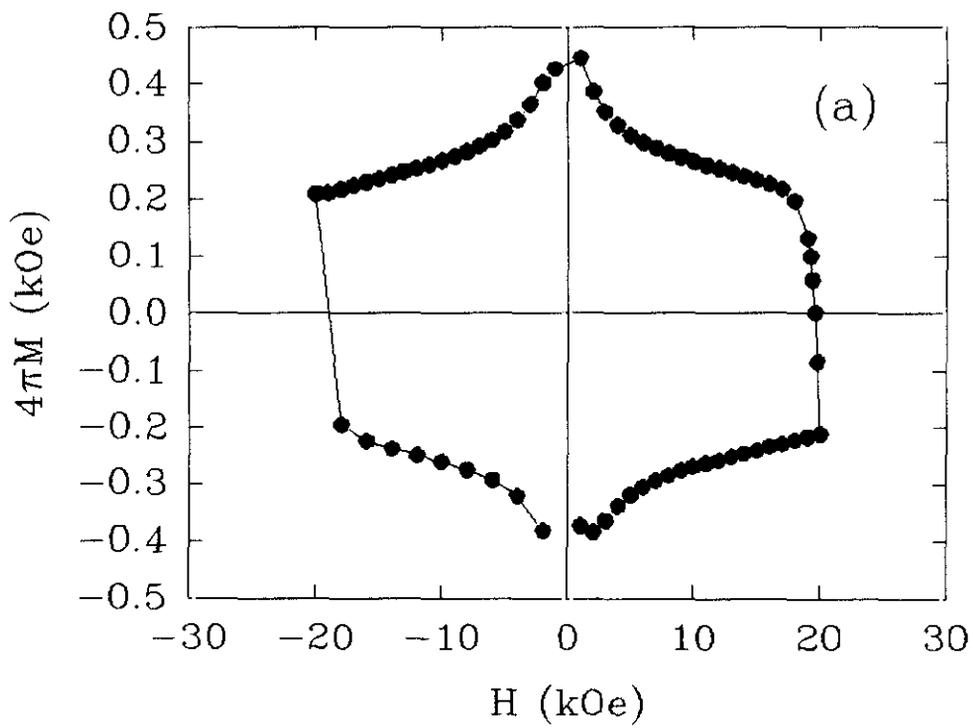


FIGURA 3.11: (a) Ciclo de histéresis hasta 20 kOe a 6 K para un monocristal de LiTi_2O_4 . (b) Corriente crítica en función del campo magnético deducida a partir de la gráfica (a).

3.3.2 Susceptibilidad ac: películas delgadas de superconductores de alta temperatura crítica

La susceptibilidad ac ha sido otra de las técnicas magnéticas más empleadas para la caracterización de los distintos compuestos superconductores [2], ya que, de una manera sencilla y sin necesidad de contacto eléctrico, permite obtener tanto la temperatura de transición T_C como la fracción de muestra superconductora, tanto en muestras en forma de polvo o cerámicas como en monocristales y láminas delgadas. Presenta además la ventaja, frente a los magnetómetros dc convencionales (no tipo SQUID), de un aumento en la sensibilidad gracias a las técnicas de detección en fase y a la posibilidad de emplear frecuencias elevadas.

Por este motivo, poco después del descubrimiento de los superconductores de alta temperatura, ha sido ampliamente aplicada para el estudio de uno de los nuevos fenómenos descubiertos en estos materiales: la existencia de una línea de irreversibilidad por debajo de $H_{c2}(T)$ que separa el comportamiento magnético reversible del histerético, y en donde, por tanto, la corriente crítica se hace cero y aparece una resistividad $\rho(J \rightarrow 0) \neq 0$ [21]. Malozemoff *et al.* [22] comprobaron que la posición de esta línea para monocristales podía obtenerse tanto por medidas de imanación dc (en este caso la línea de irreversibilidad se define por el punto de divergencia entre la medida de imanación enfriando con campo (FC) o encendiendo el campo después de enfriar (ZFC)), como por la posición del pico de la componente de pérdidas de la susceptibilidad ac χ'' en un campo magnético dado. Sin embargo, a pesar de la amplia utilización del método ac [2] por su sencillez experimental, ha resultado mucho más controvertido [23-27], ya que el pico de pérdidas puede estar asociado a distintos procesos de absorción de energía y de penetración de flujo.

En la figura 3.12a podemos observar la transición superconductora de una película delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje a medida por susceptibilidad ac, con un campo ac perpendicular al plano de la muestra de 0.1 Oe y 1kHz. Asimismo se aplicaron distintos campos dc, en la misma dirección que el campo ac, cuya magnitud varía entre

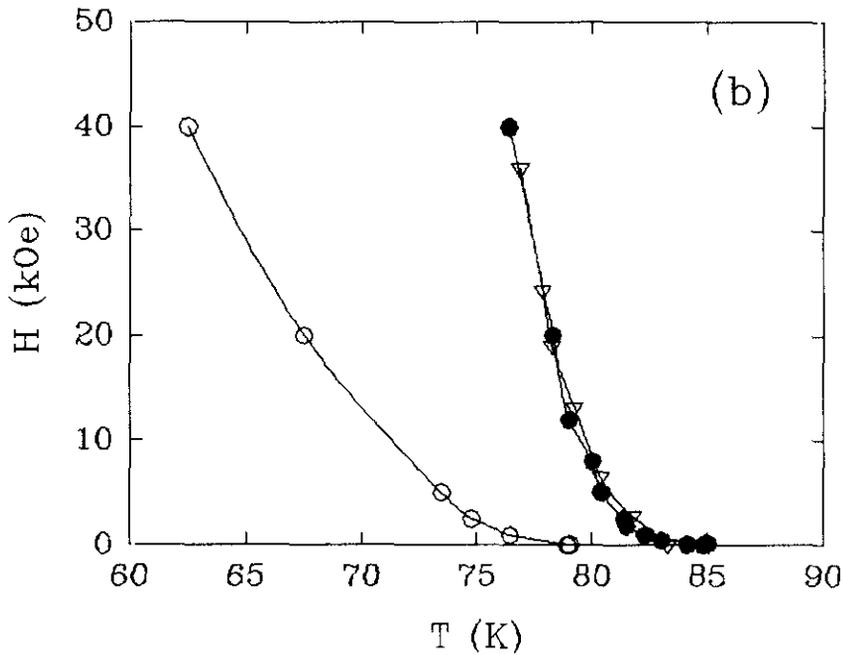
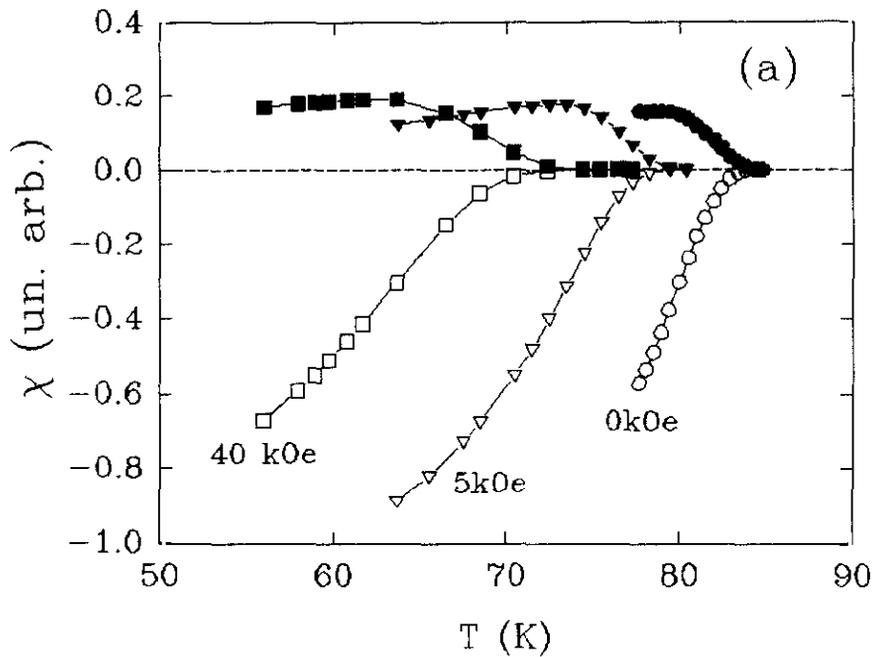


FIGURA 3.12: (a) Susceptibilidad ac en función de la temperatura para una lámina delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, con orientación eje a , medida con $h_{ac}=0.1$ Oe, $f=1$ kHz y $H_{dc}=0$ kOe (O, ●), 5 kOe (▽, ▼) y 40 kOe (□, ■). (b) Línea de irreversibilidad para esta misma muestra definida por: técnicas de transporte (▽) y por la posición del pico de pérdidas χ'' (O) y por el inicio de la señal diamagnética en χ' (●).

0 y 40 kOe. Como se puede apreciar tanto el inicio de la señal diamagnética como el máximo en la componente imaginaria se desplazan a temperaturas más bajas a medida que aumenta el campo dc. En la figura 3.12b se ha dibujado la línea de irreversibilidad calculada a partir de la posición del pico de pérdidas (O) y obtenida a partir de medidas de transporte en la misma muestra (Δ) con el criterio $\rho(H,T)=10^{-4}\rho_n$, siendo ρ_n la resistividad en estado normal. La discrepancia obtenida indica claramente que en el caso de las láminas delgadas ambas líneas corresponden a fenómenos diferentes [24]. Mucho mejor acuerdo se obtiene si definimos la línea de irreversibilidad ac mediante el inicio de la señal diamagnética (símbolos llenos en la figura 3.12b). Estas discrepancias entre el comportamiento de láminas delgadas y muestras masivas son debidas a la particular geometría de las primeras (de espesor t mucho menor que la anchura w y longitud l , $t \ll w, l$) en las que el factor desimanador se aproxima a la unidad.

En el rango de frecuencias empleado (5 Hz- 10^3 Hz), la respuesta magnética es aproximadamente independiente de la frecuencia y puede describirse en términos del modelo de Bean. De tal manera, como se deriva de la ecuación (3.19), el máximo en la parte imaginaria de la susceptibilidad χ'' se produce para $h_{ac} \propto J_C d$, donde d es la dimensión relevante de la muestra perpendicular al campo magnético. De este modo, para h_{ac}/d suficientemente pequeño la línea definida por el pico de pérdidas se aproxima efectivamente a la línea de irreversibilidad donde $J_C=0$. En el caso de las películas la discrepancia observada se podría explicar haciendo la hipótesis de que, a pesar de estar el campo dirigido según la normal a la muestra, la dimensión relevante d es el espesor de esta, $t \approx 10^{-5}$ cm. Así, para un campo ac de 0.1 Oe corresponde una corriente crítica $J_C \approx 10^4$ A/cm², que no está en absoluto próxima a la condición $J_C=0$.

Veamos ahora en detalle como los efectos de forma pueden modificar así la respuesta magnética de las láminas. Consideremos en primer lugar el comportamiento de una lámina delgada circular de radio R en estado Meissner. Si se aproxima la muestra por un elipsoide oblatado de semiejes $a=b=R$ y $c=t/2$, el factor desimanador en un campo perpendicular sería

$$4\pi N = 1 - \pi t / 8R, \quad (3.20)$$

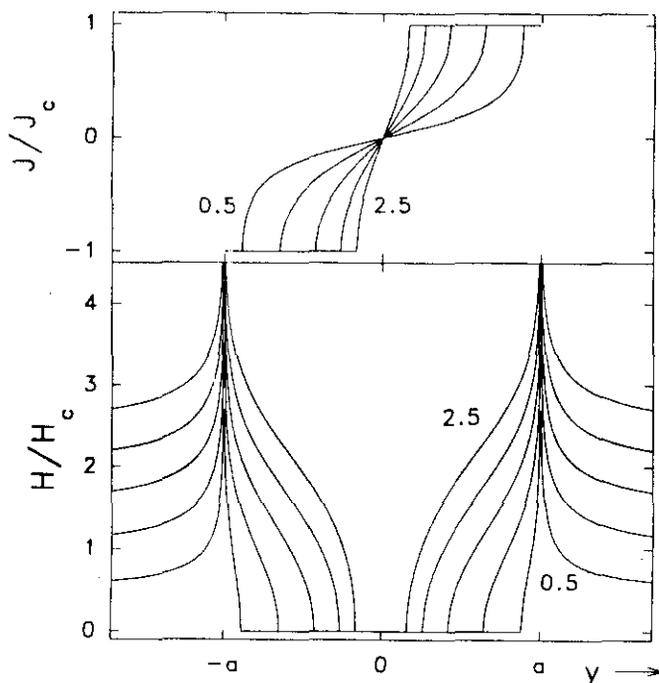


FIGURA 3.13: Perfiles de penetración de campo (componente H_z) en una lámina delgada, con corriente crítica $J_c = \text{constante}$ y en el límite $t \approx 0$, tomados de la referencia [32]. Se observa como la corriente que circula por la lámina sólo se anula para $y=0$ aunque el campo aún no ha penetrado hasta el centro. El signo de J corresponde a corriente que entra o sale de la página.

esto es, si $R \approx 1\text{mm}$ y $t \approx 10^{-5}\text{ cm}$, $4\pi N = 0.99996$, y la susceptibilidad aparente χ_a vendría dada por

$$\chi_a = \chi / (1 + 4\pi N \chi) = -8R / \pi t \approx -10^4, \quad (3.21)$$

como Liu *et al* [28] han comprobado experimentalmente a partir de medidas de susceptibilidad inicial a campo bajo en películas delgadas.

Al incrementarse el campo y penetrar en la muestra en forma de estado crítico, la imanación ya no es homogénea y los efectos de forma no pueden tratarse simplemente a través de un factor desimanador. En este caso es necesario recuperar la ecuación (3.12) completa

$$\partial H_z / \partial r - \partial H_r / \partial z = (4\pi/c) J_\phi(r), \quad (3.22)$$

donde $J_\phi(r)$ es la corriente que circula en la dirección circular y el término correspondiente a la componente radial del campo $\partial H_r / \partial z$ ya no se anula, como se observa mediante cálculos teóricos [29]. Este término está asociado a la curvatura de los

vórtices (ya que si el campo externo se aplica según el eje z la componente H_z sólo es distinta de cero si las líneas de vórtice se curvan) y, de hecho, es el más importante en el caso de las láminas delgadas [30]. La ecuación (3.22) sólo posee soluciones analíticas en el límite $t=0$ [31-32], y ha de ser resuelta por métodos numéricos para muestras delgadas de espesor finito $t \ll R$. En la figura 3.13 podemos ver los perfiles de campo y corriente para una lámina delgada en el caso de $t \approx 0$ [32]. El resultado más importante de estos cálculos estriba en que el gradiente de estado crítico, es decir la variación en la densidad de vórtices, se establece fundamentalmente a través del espesor de la muestra, de tal modo que el máximo en la susceptibilidad ac para una muestra circular [33] sucede para

$$J_C = 2.5212 h_{ac} / t \quad (3.23)$$

donde J_C está expresado en A/cm^2 , h_{ac} en Oe y t en cm, mientras que se mantiene el resultado de Bean para una muestra con factor desimanador cero de que la imanación es aproximadamente lineal con el radio de la muestra [30].

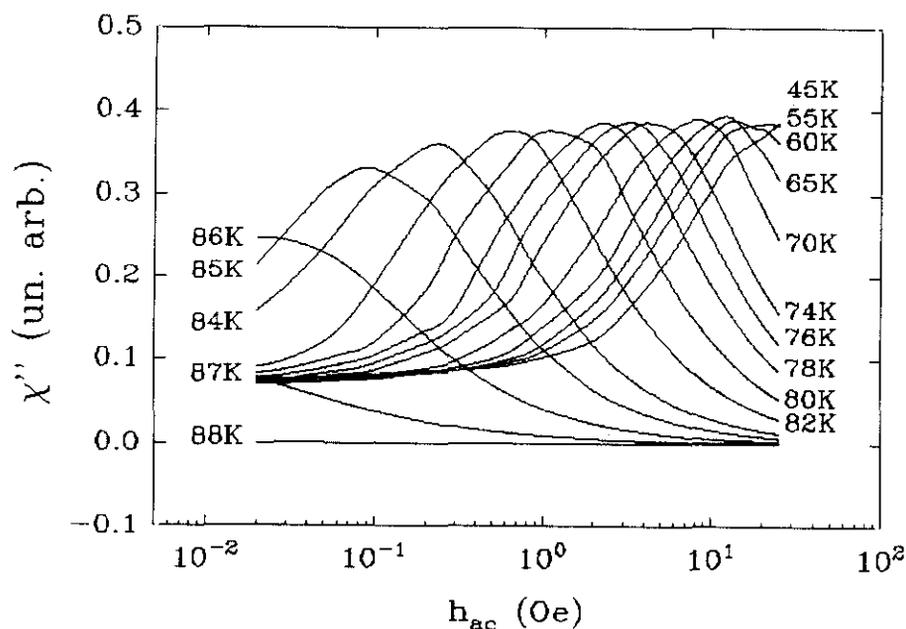


FIGURA 3.14: Parte imaginaria de la susceptibilidad ac χ'' en función del campo magnético ac h_{ac} medido a distintas temperaturas constantes para una lámina delgada de $EuBa_2Cu_3O_7$ eje- a .

El método empleado para determinar la corriente crítica de nuestras láminas ha consistido, pues, en la medida de la componente imaginaria de la susceptibilidad χ'' en función de la amplitud del campo ac , para temperatura y campo magnético dc constantes, tal y como se muestra en la figura 3.14 para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a. El máximo de χ'' que a temperaturas bajas ocurre para campos superiores a 25 Oe (el máximo campo ac disponible experimentalmente) se va desplazando hacia campos menores a medida que aumentamos la temperatura, para desaparecer por encima de la transición superconductor. Mediante la ecuación (3.23) se obtienen directamente los valores de la corriente crítica a partir del campo para el que sucede el máximo. Sin embargo, el factor de proporcionalidad entre J_C y h_{ac}/t podría depender, en general, de la forma de la muestra, que sólo es circular de manera aproximada, aunque será siempre del orden de la unidad. En la figura 3.15 podemos ver la comparación entre los valores de corriente crítica obtenidos por esta técnica ac (ecuación (3.23)) y los resultados encontrados mediante la técnica de transporte (apartado 3.2) para la misma película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-c donde se

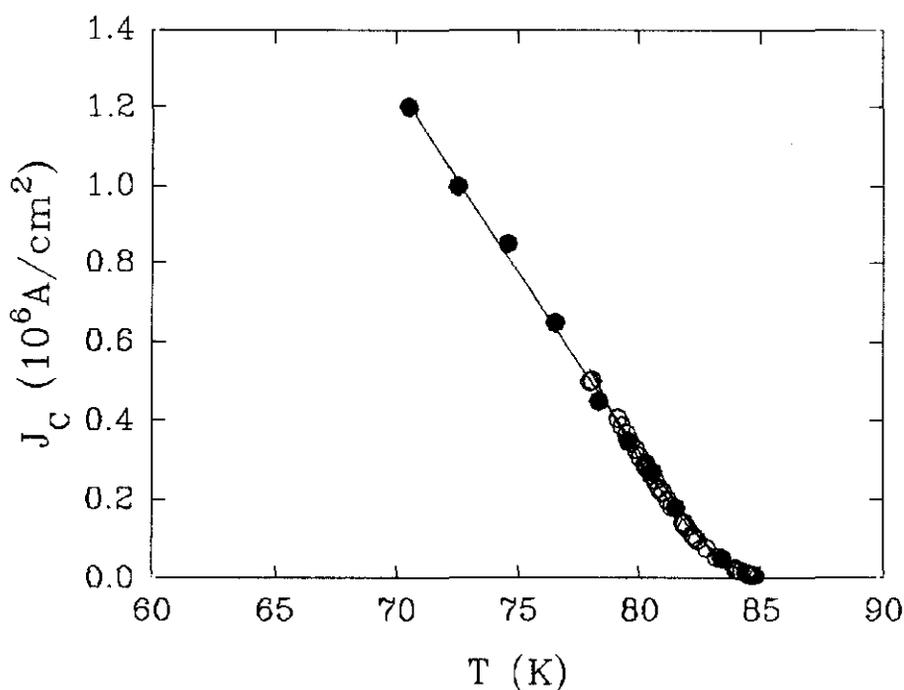


FIGURA 3.15: Corriente crítica en función de la temperatura para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-c, medida por el método de transporte (O) y a través de la susceptibilidad ac (●).

definió un puente de $50\mu\text{m}$ de anchura. La coincidencia entre ambas medidas es muy buena, corroborando la fiabilidad del método, que además nos permite extender el rango de corrientes críticas accesible por encima de 10^6 A/cm^2 ampliando los resultados de transporte.

Esta técnica ha sido empleada fundamentalmente para caracterizar la dependencia en temperatura de la corriente crítica sin campo aplicado para láminas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con distintas orientaciones (apartado 5.2) obteniéndose siempre un buen acuerdo con los resultados obtenidos por métodos de transporte *dc*.

3.3.3 Efectos no lineales en la susceptibilidad *ac*: Monocristales del superconductor orgánico $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$

Los efectos no lineales en la susceptibilidad *ac*, es decir, la dependencia de la amplitud del campo alterno de excitación, han resultado también de gran utilidad en el estudio de la dinámica de vórtices, así como para la determinación de la corriente crítica en muestras masivas [34, 35], monocristales, cerámicas, etc, donde los efectos del campo desimanador no son tan acusados como en las láminas delgadas. En nuestro caso los hemos empleado para estudiar la dinámica de flujo en un monocristal del superconductor orgánico $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$, cuyas dimensiones $2\times 1\times 0.2 \text{ mm}^3$ no resultaban adecuadas para las medidas de transporte, y cuya corriente crítica era demasiado pequeña para permitir una medida precisa con la resolución de nuestro magnetómetro *dc*.

Los superconductores orgánicos, a pesar de sus temperaturas críticas relativamente bajas [36], comparten muchas de las características de los superconductores de alta temperatura crítica: estructura laminar [36], anisotropía [37], longitudes coherentes cortas [38], etc. En concreto el compuesto $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$ (ET significa bis(etilnoditio)tetratiafulvaleno y NCS dicianiamida) posee una estructura cristalina monoclinica, en la que los cationes del radical orgánico (ET) forman capas conductoras en el plano *bc* separadas por capas aislantes en las que los aniones Cu(NCS) se colocan en cadenas a lo largo del eje *b* [36]. Los cristales fueron obtenidos por

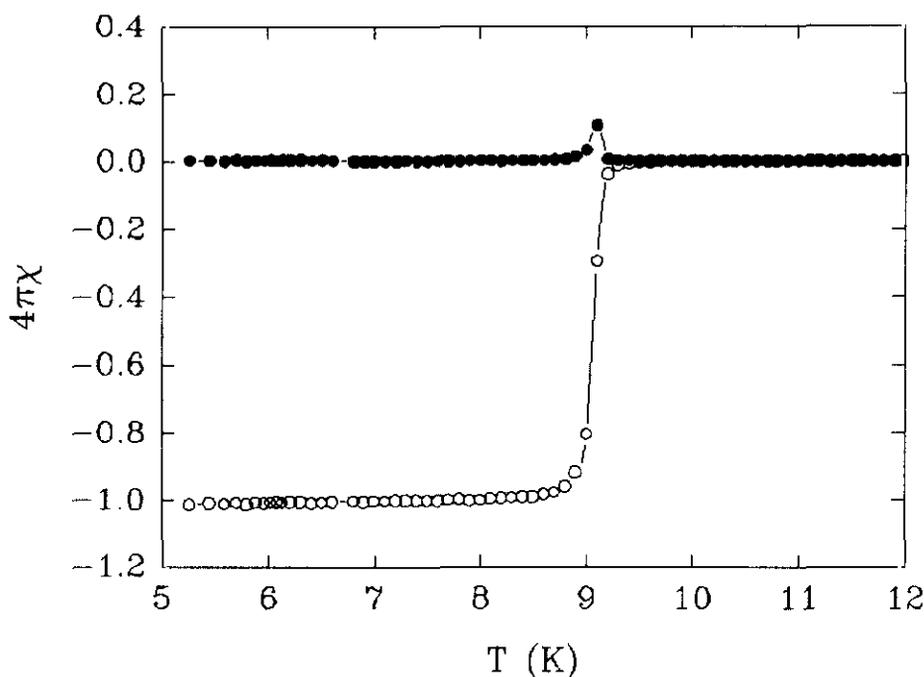


FIGURA 3.16: Susceptibilidad ac en función de la temperatura para un monocristal del superconductor orgánico κ -(ET)₂Cu(NCS)₂ medida con $h_{ac}=0.1$ Oe y $f=1$ kHz. (χ' (O), χ'' (●)).

electrocristalización [39] y tienen forma de *platelets* paralelos al plano *bc*. En la figura 3.16 se muestra la transición superconductor a campo cero de este monocristal medida por susceptibilidad ac. El inicio de la señal diamagnética ocurre a 9.5 K y tiene una anchura de 0.25K, alcanzándose a baja temperatura la exclusión completa de flujo, es decir $4\pi\chi = -1$.

Para caracterizar los efectos no lineales en la susceptibilidad ac se realizaron medidas tanto de la componente real χ' como de la parte imaginaria χ'' [40], a distintas temperaturas constantes (con una estabilidad de ± 20 mK) y para varios campos ac entre 10^{-2} Oe y 3 Oe. Tanto el campo alterno como el continuo fueron aplicados perpendicularmente al plano de la muestra. En la figura 3.17 podemos observar la dependencia de la susceptibilidad con el campo dc $\chi(H_{dc})$ a 5.5 K y para dos frecuencias distintas, 333 Hz (figura 3.17a) y 3310 Hz (figura 3.17b). En primer lugar podemos resaltar que sólo aparece una respuesta lineal, es decir, independiente del campo ac, para la región de campo bajo, donde el apantallamiento de flujo diamagnético es casi

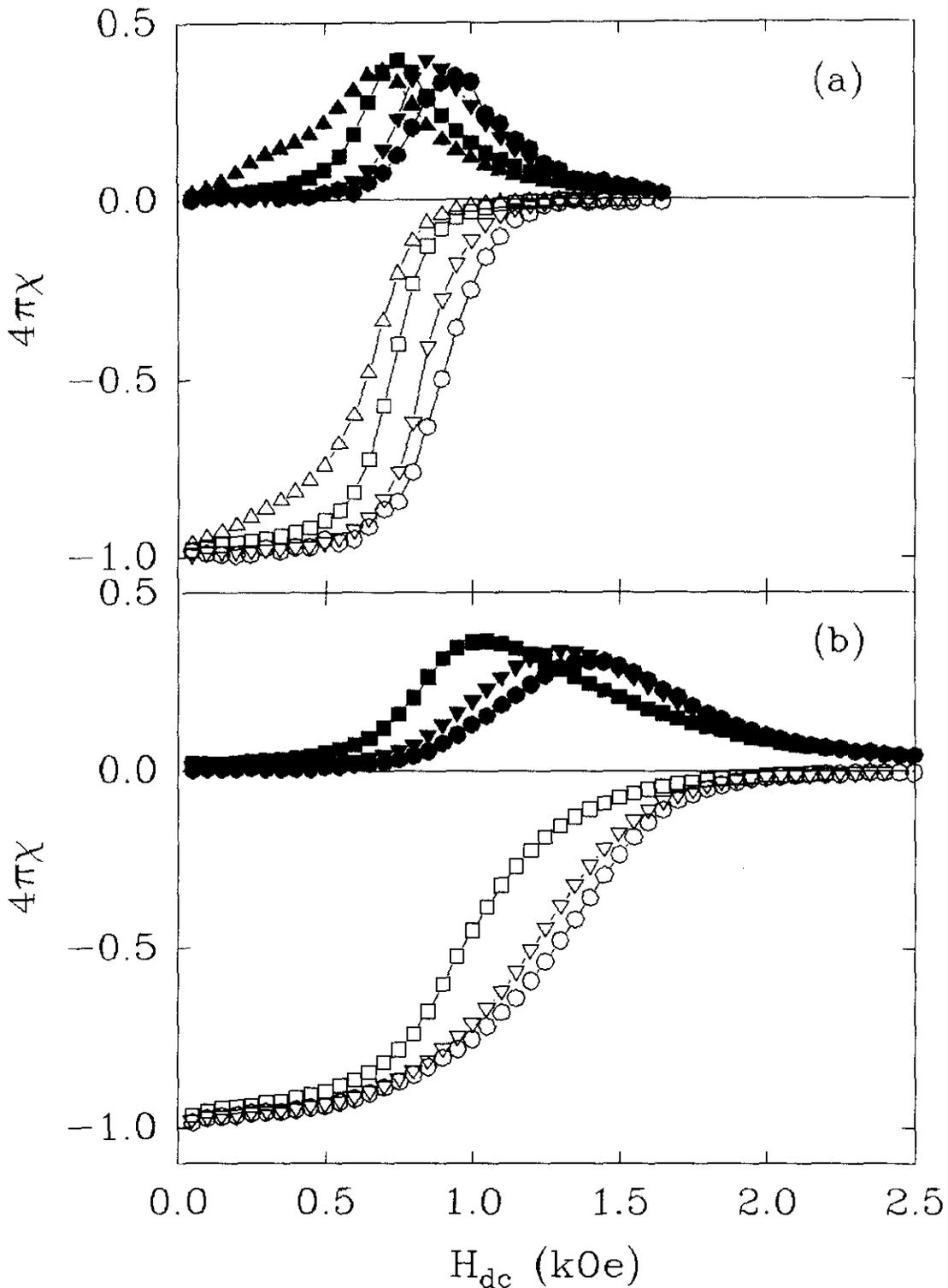


FIGURA 3.17: Susceptibilidad ac en función del campo magnético dc H_{dc} a 5.5K para un monocristal de $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$ con (a) $f=333$ Hz y (b) $f=3310$ Hz; $h_{ac}=0.01$ Oe (O), 0.1 Oe (∇), 1 Oe (\square) y 3 Oe (Δ). Los símbolos huecos corresponden a la parte real χ' y los llenos a la parte imaginaria χ'' de la susceptibilidad, respectivamente.

perfecto. A medida que aumenta el campo magnético dc , y se produce la transición al estado normal, la respuesta ac se hace fuertemente dependiente de h_{ac} . Es interesante destacar que al aumentar la frecuencia (figura 3.17b) tanto la transición como el inicio de la no linealidad se desplazan a campos mayores. Esta fuerte dependencia con la frecuencia es indicativa de los efectos de activación térmica que domina el movimiento de flujo y de la competición entre la velocidad con que se produce el movimiento de los vórtices $v \propto f_0 \exp(-U/\kappa_B T)$ y la frecuencia f del campo excitador, y que originan una corriente crítica efectiva superior al aumentar la frecuencia [41].

Al aumentar la temperatura, el comportamiento no lineal aparece prácticamente desde el campo dc más bajo medido (50 Oe). Sin embargo, en todos los casos los efectos no lineales pueden atribuirse completamente a una respuesta no lineal en el movimiento de los vórtices, ya que el campo alterno es siempre una pequeña perturbación frente al continuo, $h_{ac} \leq 3 \text{ Oe} \ll 50 \text{ Oe} \leq H_{dc}$. La respuesta de la muestra al campo alterno será lineal tan sólo mientras la corriente inducida por este $J \propto h_{ac}$ sea suficientemente baja frente a la corriente crítica, $J \ll J_C$. Al aproximarse J a la corriente crítica se establecerá un estado crítico en la muestra; en este caso, como se deducía de las ecuaciones (3.18) y (3.19), la susceptibilidad dependerá fuertemente del campo alterno y de la corriente crítica. Hay que destacar, sin embargo, que esta dependencia de h_{ac} y J_C se produce, tan sólo, a través del cociente $x = (c/4\pi) h_{ac}/J_C R = L_p/R$, donde L_p es la longitud de penetración ac . Esto nos permite obtener la dependencia de la corriente crítica con el campo y la frecuencia utilizando el proceso de inversión [35] que describimos a continuación.

Teniendo en cuenta que χ' es una función monótona creciente de x , sabemos que a cada valor de $\chi' = a$ le corresponde un único valor de $x = x_a$. Así, si realizamos un corte en la gráfica $\chi'(h_{ac}, H_{dc})$ para $\chi' = a$, como aparece en la figura 3.18a, obtendremos una serie de valores de campo dc H_i que cumplirán la condición

$$x_a = L_p(a)/R = (c/4\pi)(h_{ac})_i/J_C(H_i)R, \quad (3.24)$$

es decir,

$$J_C(H_i) = (c/4\pi) (h_{ac})_i/L_p(a), \quad (3.25)$$

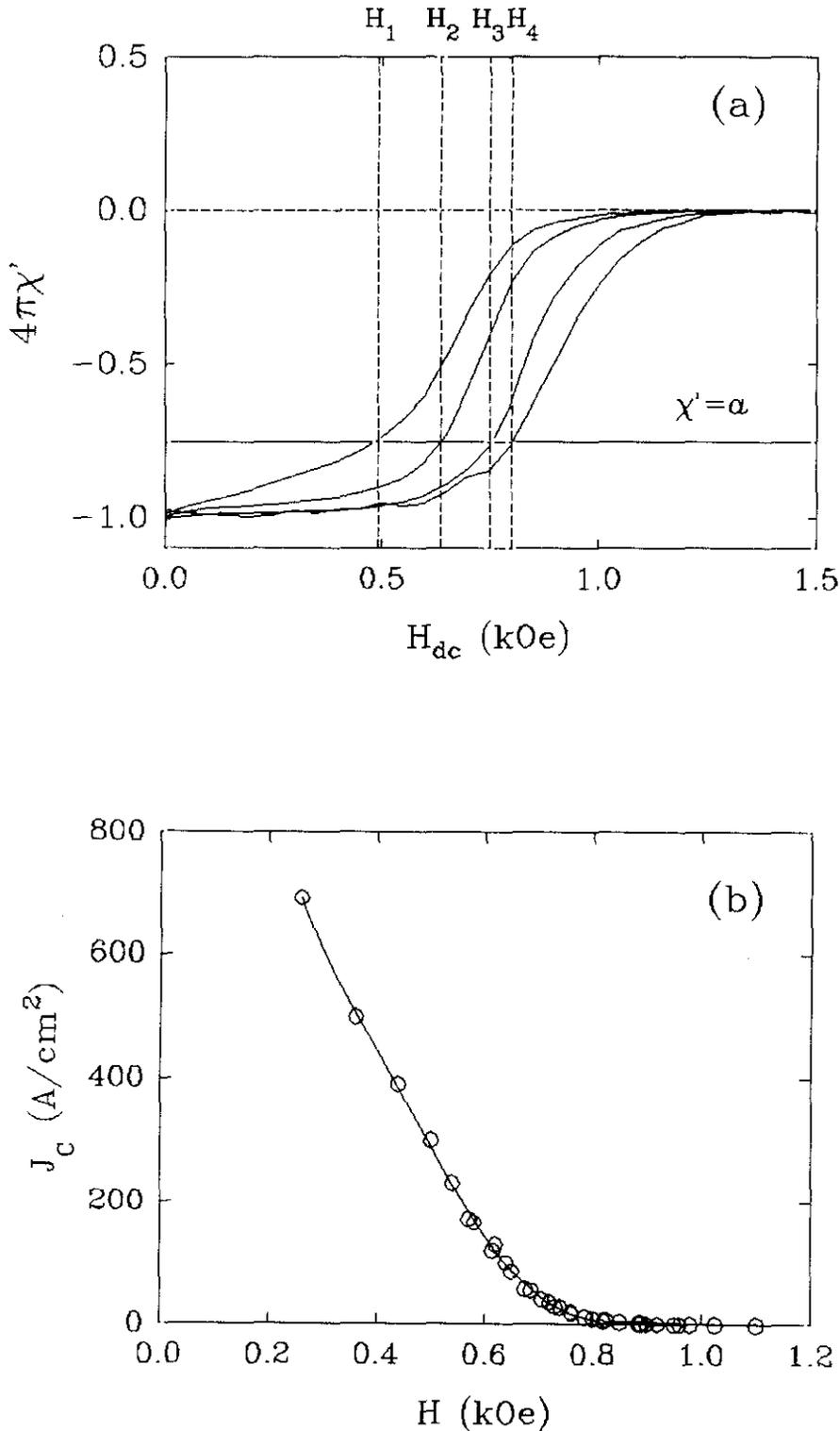


FIGURA 3.18: (a) Susceptibilidad ac en función de H_{dc} medida para distintos campos ac (h_{ac}). También se muestra el corte $\chi' = a$, así como los valores H_i obtenidos. (b) Corriente crítica en función del campo magnético para el monocristal de superconductor orgánico, a 5.5 K y 333 Hz, obtenida mediante el proceso de inversión descrito en el texto a partir de los datos de la gráfica (a).

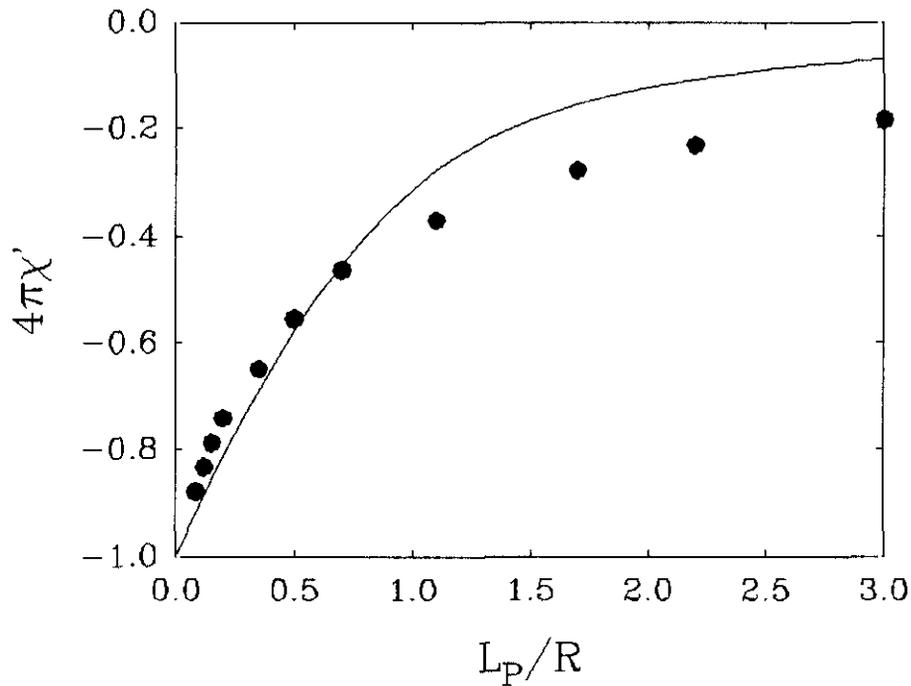


FIGURA 3.19: Dependencia de la susceptibilidad ac en función de la longitud de penetración L_p obtenida mediante el proceso de inversión descrito en el texto (●) y calculada teóricamente para un cilindro infinito paralelo al campo (línea continua).

de tal manera que, si representamos los pares de puntos $(h_{ac})_i/L_p(a)$ frente a H_i , eligiendo los valores de $L_p(a)$ de tal modo que resulte una curva suave, podemos obtener la dependencia de la corriente crítica con el campo (figura 3.18b). A partir de aquí se encuentra también la dependencia de la distancia de penetración con la susceptibilidad $L_p(\chi')$ para la geometría concreta de nuestra muestra. Los valores de L_p se han normalizado suponiendo que la penetración total, $L_p = R$, se produce para el máximo en χ'' . Esta dependencia $L_p(\chi')$, figura 3.19, no varía ni con la temperatura ni con la frecuencia, como era de esperar, ya que se trata de una relación puramente geométrica. También se ha representado en la misma gráfica (figura 3.19) la predicción teórica, ecuación (3.18), para un cilindro infinito, que se desvía algo de los resultados experimentales, lo cual es razonable en vista del factor desimanador del monocristal, $N=0.7$ (este valor de N se obtiene asumiendo diamagnetismo perfecto, es decir, $4\pi\chi = -1$ a baja temperatura y sin campo magnético aplicado).

Los valores de corriente crítica obtenidos son consistentes con resultados en la literatura [42] para estos mismos compuestos en un rango de temperaturas más bajo, $J_c(H=0, 0.3K) \approx 10^4 \text{ A/cm}^2$; en este caso Prost *et al* [42] interpretaban los resultados mediante un modelo de anclaje colectivo bidimensional 2D, sin embargo a temperaturas más próximas a la transición, como es nuestro caso, el comportamiento de H_{c2} se aproxima más a un modelo anisotrópico tridimensional 3D [37]. Nuestras medidas muestran un fuerte decrecimiento de la corriente con el campo magnético, que podría estar de acuerdo con alguna de las expresiones predichas dentro de un modelo de anclaje colectivo 3D [10].

En el marco de esta teoría [10] se pueden distinguir distintos regímenes según el tamaño del "manejo" o *bundle* de vórtices en comparación con las distintas longitudes características del sistema como la distancia entre vórtices ($a_0 = (\Phi_0/B)^{1/2}$) y la longitud de penetración de London (λ). Un *bundle*, es decir el conjunto de vórtices anclados de manera correlacionada, se define como el volumen de la red de vórtices en el que los desplazamientos elásticos debidos a los centros de anclajes son menores que ξ la longitud coherente. Su volumen viene dado por $V_c = R_c^2 L_c$ (donde R_c es la longitud de correlación de la red de vórtices perpendicular al campo magnético y L_c a lo largo de él). La fuerza de anclaje sobre un *bundle* de vórtices se puede escribir como

$$F_c = U_c / \xi, \quad (3.26)$$

siendo U_c la energía de anclaje colectivo

$$U_c = c_{66} (\xi/R_c)^2 V_c, \quad (3.27)$$

y c_{66} el módulo elástico de cizalladura de la red de vórtices. La corriente crítica se obtiene de hacer el balance entre la fuerza de Lorentz y la fuerza de anclaje, y las longitudes de correlación L_c y R_c de minimizar la suma de la energía elástica con la energía de anclaje y la de Lorentz. Dentro de estos distintos regímenes de dinámica de vórtices (de un sólo vórtice, $R_c < a_0$; de *bundles* pequeños, $a_0 < R_c < \lambda$; o grandes, $\lambda < R_c$) la dependencia de la corriente crítica con el campo que mejor describe nuestros datos corresponde al régimen de *bundles* pequeños ($a_0 < R_c < \lambda$):

$$J_C = J_{sv}(L_c/a_0)^2 \exp(-2\alpha(L_c/a_0)^3) \propto \exp(-aB^{3/2}), \quad (3.28)$$

donde J_{sv} es la corriente crítica de un sólo vórtice y α es una constante del orden de la unidad.

De acuerdo con (3.28), en la figura 3.20 se ha representado, en escala logarítmica, la corriente crítica en función de $H^{3/2}$ para una temperatura $T=7.5$ K y distintas frecuencias, $f = 110$ Hz, 333 Hz y 3310 Hz. Como puede verse la dependencia de la corriente crítica con el campo magnético puede describirse en una amplia región de campo magnético como

$$J_C = J_C(H=0, f, T) \exp(-aH^{3/2}), \quad (3.29)$$

donde a es una constante independiente de la temperatura y que vale $a=9.3 \cdot 10^{-4} \text{ Oe}^{-3/2}$ para $T=7.5$ K y $a=1.65 \cdot 10^{-4} \text{ Oe}^{-3/2}$ para $T=5.5$ K. Las longitudes de correlación L_C obtenidas a partir del ajuste serían aproximadamente 300 nm y 150 nm para 7.5 K y 5.5K respectivamente [40].

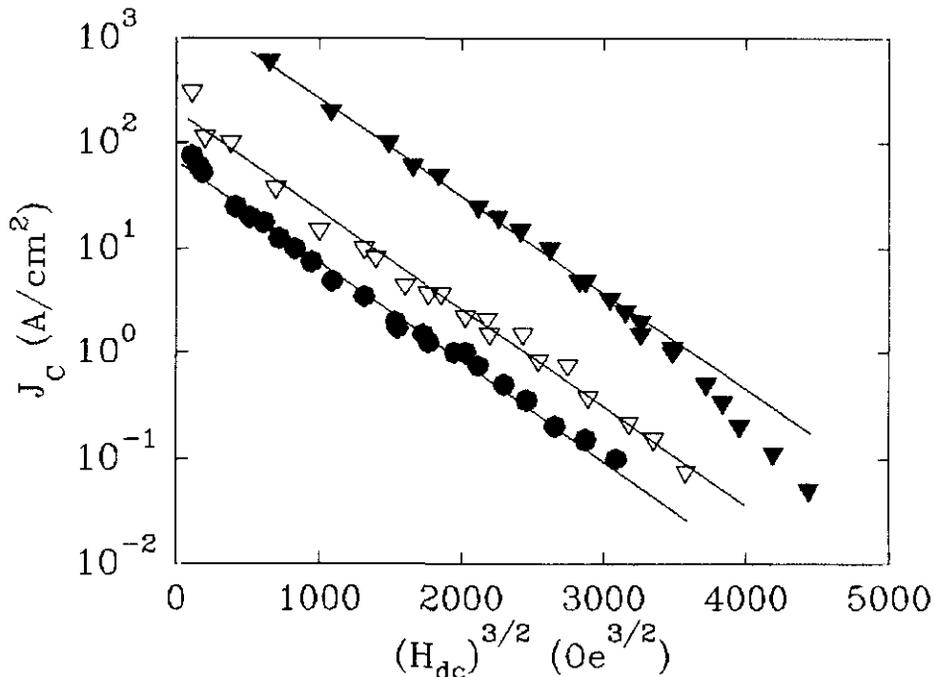


FIGURA 3.20: Corriente crítica en función de $(\mu_0 H)^{3/2}$ a 7.5 K para el monocristal de $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$, $f=110$ Hz (\bullet), 333 Hz (∇) y 3310 Hz (\blacktriangledown). Las líneas continuas son un ajuste a una dependencia del tipo $J_C \propto \exp(-aH^{3/2})$.

3.4 Conclusiones

La corriente crítica y su variación en función del campo y la temperatura es una de las propiedades que caracterizan de forma fundamental un superconductor de cara a las posibles aplicaciones. Asimismo su estudio puede permitir una mejor comprensión de cuestiones básicas relacionadas con la dinámica de vórtices.

Existen distintas técnicas para medirla, tanto por métodos de transporte como magnéticos, entre las que se han empleado las siguientes para el estudio de la corriente crítica en distintos sistemas:

-Método de transporte: Se define la corriente crítica como aquella que produce una disipación de $1 \mu\text{V}$ al atravesar un puente de sección conocida y 1mm de longitud. Para obtener la geometría necesaria en las muestras se emplearon técnicas de litografía con ataque húmedo. Por este método se han realizado la mayor parte de las medidas de J_C en función del campo magnético en láminas delgadas y superredes de superconductores de alta temperatura crítica (Capítulos 5 y 6).

-Métodos magnéticos: Se trata de métodos que basan el análisis de las medidas magnéticas en modelos de estado crítico.

Así, a través de la medida de ciclos de histéresis se ha caracterizado la respuesta magnética de monocristales de la espinela superconductora LiTi_2O_4 , encontrando valores de J_C en el rango de 10^5 A/cm^2 , órdenes de magnitud superiores a los existentes en la literatura.

Asimismo se ha analizado la susceptibilidad ac de láminas delgadas superconductoras, teniendo en cuenta los efectos desimanadores cuando el campo magnético es perpendicular al plano de las mismas. Se ha comprobado, a través de la comparación con medidas de transporte, la predicción teórica de que, en este caso, el estado crítico se establece a través del grosor de las láminas debido a la curvatura de las líneas de flujo magnético. Este método se ha empleado para caracterizar la dependencia de la corriente crítica con la temperatura para láminas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con distintas orientaciones cristalinas (Capítulo 5).

También se han utilizado los efectos no lineales de la susceptibilidad ac de monocristales del superconductor orgánico κ -(ET)₂Cu(NCS)₂ para, mediante un sistema de inversión, obtener la dependencia de la corriente crítica con el campo magnético. Los resultados obtenidos pueden explicarse dentro de la teoría de anclaje colectivo 3D, en un régimen donde los *bundles* de vórtices son pequeños.

Bibliografía

- [1] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, (Krieger, 1975).
- [2] A. P. Malozemoff en *Physical Properties of High Temperature Superconductors I*, editor D. M. Ginsberg, (World Scientific, 1989) y sus referencias.
- [3] J. Bardeen, Rev. Mod. Phys. **34**, 667 (1962).
- [4] S. Senoussi, J. Physique III **2**, 1041 (1992) y sus referencias.
- [5] B. D. Josephson, Phys. Lett. **16**, 242 (1965).
- [6] J. Bardeen y M. J. Stephen, Phys. Rev. **140**, A1197 (1965).
- [7] V. L. Newhouse en *Superconductivity*, editor R. D. Parks, (Marcel Dekker Inc., 1969).
- [8] P. W. Anderson, Phys. Rev. Lett. **9**, 309 (1962).
- [9] A. M. Campbell y J. E. Evetts, Adv. Phys. **21**, 199 (1972).
- [10] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, Rev. Mod. Phys. **66**, 1125 (1994) y sus referencias.
- [11] J. I. Martín, *Tesis doctoral*, Universidad Complutense de Madrid (1995).
- [12] C. P. Bean, Phys. Rev. Lett. **8**, 250 (1962).
- [13] J. R. Clem en *Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems*, editores R. A. Hein, T. L. Francavilla y D. H. Liebenberg, (Plenum Press, 1992).
- [14] A. Deschanvres, B. Raveau y Z. Sekkal, Mater. Res. Bull. **6**, 699 (1971); D. C. Johnston, H. Prakash, W. H. Zachariasen y R. Viswanathan, Mater. Res. Bull. **8**, 777 (1973).
- [15] J. Akimoto, Y. Gotoh, K. Kawaguchi y Y. Oosawa, J. Solid State Chem. **96**, 446 (1992).
- [16] J. M. Heintz, M. Drillon, R. Kuentzler, Y. Dossman, J. P. Kappler, O. Durmeyer y F. Gautier, Z. Phys. B Condens. Matter. **76**, 303 (1989).
- [17] L. Civale, H. Pastoriza, F. de la Cruz, J. Guimpel, G. Nieva, J. M. Heintz, O. Durmeyer y J. P. Kappler, Solid State Commun. **72**, 341 (1989); J. Guimpel, P. Høghøj y I. K. Schuller, Physica C **175**, 197 (1991).
- [18] O. Durmeyer, J. P. Kappler, A. Deroy, M. Drillon y J. J. Capponi, Solid State Commun. **74**, 621 (1990).

-
- [19] J. A. Campá, M. Vélez, C. Cascales, E. Gutierrez-Puebla, M. A. Monge, I. Rasines y C. Ruiz-Valero, J. Crystal Growth **142**, 87 (1994).
- [20] J. A. Campá, M. Vélez, C. Cascales, E. Gutierrez-Puebla, M. A. Monge, I. Rasines y C. Ruiz-Valero, Physica C **235-240**, 749 (1994).
- [21] K. A. Müller, M. Takashige y J. G. Bednorz, Phys. Rev. Lett. **58**, 1143 (1987).
- [22] A. P. Malozemoff, T. K. Worthington, Y. Yesurun, F. Holtzberg y P. H. Kes, Phys. Rev. B **38**, 7203 (1988).
- [23] V. B. Geshkenbein, V. M. Vinokur y R. Fehrenbacher, Phys. Rev. B **43**, 3748 (1991).
- [24] L. Civale, T. Worthington y A. Gupta, Phys. Rev. B **43**, 5425 (1991).
- [25] R. B. Flippen, Phys. Rev. B **45**, 12498 (1992).
- [26] D. G. Steel y J. M. Graybeal, Phys. Rev. B **45**, 12643 (1992).
- [27] J. Deak, M. McElfresh, J. R. Clem, Z. Hao, M. Konczykowski, R. Muenchausen, S. Foltyn y R. Dye, Phys. Rev. B **47**, 8377 (1993).
- [28] C. J. Liu, C. Schlenker, J. Schubert y B. Stritzker, Phys. Rev. B **48**, 13911 (1993).
- [29] D. J. Frankel, J. Appl. Phys. **50**, 5402 (1979); H. P. Wiesinger, F. M. Sauerzopf y H. W. Weber, Physica C **203**, 121 (1992).
- [30] L. W. Conner y A. P. Malozemoff, Phys. Rev. B **43**, 402 (1991).
- [31] E. H. Brandt, M. V. Indenbom y A. Forkl, Europhys. Lett. **22**, 735 (1993).
- [32] E. H. Brandt y M. V. Indenbom, Phys. Rev. B **48**, 12893 (1993).
- [33] W. Xing, B. Heinrich, J. Chrzanowski, J. C. Irwin, H. Zhou, A. Cragg y A. A. Fife, Physica C **205**, 311 (1993).
- [34] Ver por ejemplo L. Civale, T. K. Worthington, L. Krusin-Elbaum y F. Holtzberg, en *Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems*, editores R. A. Hein, T. L. Francavilla y D. H. Liebenberg, (Plenum Press, 1992).
- [35] L. Fábrega, J. Fontcuberta, S. Piñol, C. J. van der Beek y P. H. Kes, Phys. Rev. B **47**, 15250 (1993).
- [36] H. Urayama, H. Yamamochi, G. Saito, K. Nozawa, T. Sugano, M. Kinoshita, S. Sato, K. Oshima, A. Kanamoto y J. Tanaka, Chem. Lett. **1988**, 55 (1988).
- [37] D. E. Farrell, C. J. Allen, R. C. Haddon y S. V. Chichester, Phys. Rev. B **42**, 8694 (1990).

-
- [38] W. K. Kwok, U. Welp, K. D. Carlson, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, H. H. Wang, A. M. Kini, J. M. Williams, D. L. Skupta, L. K. Montgomery y J. E. Thompson, Phys. Rev. B **42**, 8686 (1990).
- [39] K. D. Carlson, U. Geiser, A. M. Kini, H. H. Wang, L. K. Montgomery, W. K. Kwok, M. A. Beno, J. M. Williams, C. S. Cariss, G. W. Crabtree, M. H. Whangbo y M. Evain, Inorg. Chem. **27**, 965 (1988).
- [40] M. A. González, M. Vélez, J. L. Vicent, J. Schleuter, J. M. Williams y G. W. Crabtree, Physica C **235-240**, 2471 (1994).
- [41] C. J. van der Beek, V. G. Geshkenbein y V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **48**, 3393 (1993).
- [42] D. Prost, C. Lenoir, B. Batail, I. A. Campbell y L. Fruchter, Phys. Rev. B **49**, 4023 (1994).

CAPÍTULO 4

Crecimiento y caracterización de láminas delgadas superconductoras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$

4.1 Películas delgadas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$

Poco después del descubrimiento de la superconductividad de alta temperatura se hizo evidente la necesidad de disponer de muestras de alta calidad, bien en forma de monocristales o bien en forma de láminas delgadas, para poder estudiar las propiedades intrínsecas de estos compuestos teniendo en cuenta su anisotropía [1] y evitando los efectos de granularidad presentes en las muestras cerámicas [2]. En el caso de las láminas delgadas, otro motivo que ha impulsado la investigación de las técnicas de crecimiento, tanto de láminas simples como de diversas estructuras de multicapa, es la posibilidad de aplicar los superconductores de alta T_c en dispositivos electrónicos [3-6]. Para ello es necesario desarrollar toda una nueva tecnología que permita la realización de dispositivos tipo Josephson [7, 8], así como conexiones [9], espaciadores [10], etc... empleando para ello materiales compatibles con los óxidos superconductores, que son normalmente otros óxidos con estructura de perovskita [11, 12] como por ejemplo el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ o el SrTiO_3 . Un paso adicional supone la fabricación de estructuras de superred [13, 14], alternando capas de superconductor y no superconductor, que, como ya se había observado en las superredes de superconductores clásicos [15-17], permite modificar las propiedades del material jugando con los espesores de las capas y con los materiales constituyentes.

En este capítulo nos vamos a centrar en las técnicas de crecimiento y las

características microestructurales de las láminas y multicapas de la familia del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ utilizadas en esta tesis. En primer lugar describiremos brevemente el método de obtención mediante pulverización catódica de las películas simples, que ya había sido optimizado y estudiado previamente tanto para las muestras con orientación eje-c [18] como con orientación eje-a [19]. A continuación estudiaremos el proceso de fabricación de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [20] y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ con los dos tipos de orientaciones.

Estos procesos de crecimiento han de ser optimizados de manera cuidadosa, ya que se trata de compuestos de estructura cristalina complicada, con varios cationes metálicos (tres en el caso de los óxidos de la familia 123), y cuyas propiedades son muy sensibles tanto a defectos en la microestructura debido a su pequeña longitud coherente ($\xi = 3\text{\AA}$ para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [21]) como a desviaciones en el contenido de oxígeno [22]. Por este motivo, para encontrar el rango de condiciones de deposición en las que se pueden obtener láminas estequiométricas y de alta calidad cristalina, es necesario tener en cuenta el diagrama de fases termodinámico, que se muestra en la figura 4.1 [23]. Así pues, hay que buscar un rango de temperatura de deposición T_D y presión parcial de oxígeno P_{O_2} donde la fase deseada sea estable y, además, la movilidad de los átomos durante el crecimiento sea suficientemente elevada para producir una muestra cristalina. Esto es, la temperatura de trabajo ha de ser elevada ($T_D \approx 600\text{-}800^\circ\text{C}$) lo que se corresponde en este diagrama con presiones parciales de oxígeno en el rango de 10 mTorr. Por lo tanto, en el gas en el que se genera el plasma para la pulverización catódica debe existir, además del argón, un porcentaje de oxígeno correspondiente a este rango de presiones parciales que oscila entre el 6% O_2 y el 15% O_2 sobre la presión total empleada de 300 mTorr. Esta es bastante mayor de la habitual para la pulverización de metales (~ 10 mTorr) pero es necesaria para conseguir ritmos de crecimiento adecuados, en torno a $20 \text{\AA}/\text{min}$, en estos óxidos superconductores.

Estas condiciones de presión y temperatura se encuentran próximas en el diagrama de fases a la línea de contenido de oxígeno $x=6$, lo cual significa que las películas crecen deficientes en oxígeno en una fase tetragonal que es aislante. Para

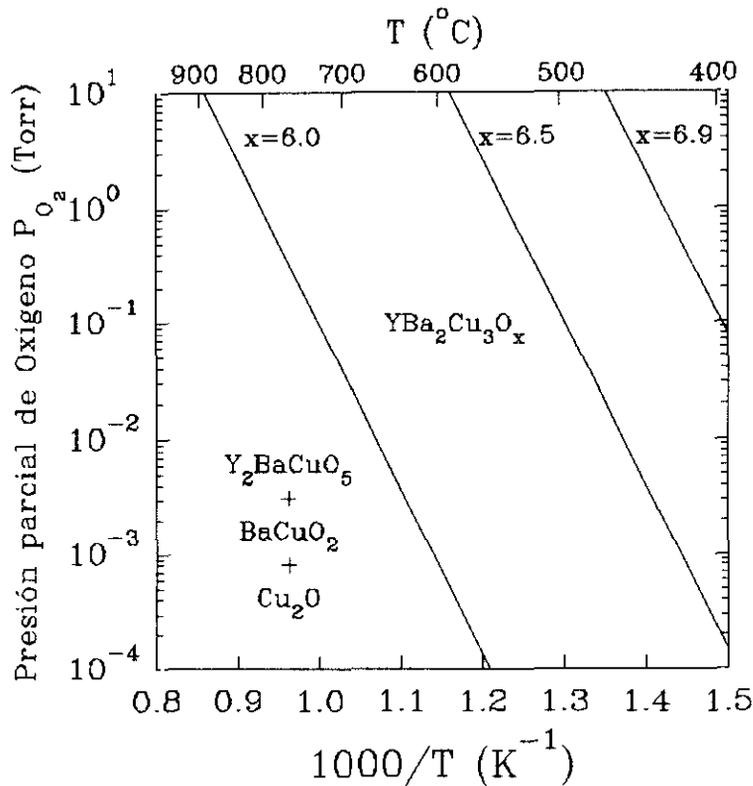


FIGURA 4.1: Diagrama de fases presión parcial de oxígeno-temperatura para el $YBa_2Cu_3O_x$, tomado de la referencia [23].

obtener muestras superconductoras, esto es $x=7$, hay que hacer un recocido posterior en atmósfera de oxígeno. En nuestro sistema este paso se lleva a cabo en la misma campana durante el enfriamiento desde la temperatura de deposición T_D hasta temperatura ambiente. De este modo, al finalizar el crecimiento de la lámina se reduce la temperatura hasta 450 $^{\circ}C$ con una rampa de 25 $^{\circ}C/min$ y 100 Torr de O_2 y en este punto se incrementa la presión hasta 500 Torr de O_2 . En estas condiciones, en las que la muestra permanece durante una hora, se asegura haber alcanzado la región del diagrama de fases correspondiente a $x=7$ y, además, la temperatura es lo suficientemente alta para permitir la difusión del oxígeno en el material. A continuación se enfría la película hasta temperatura ambiente a 5 $^{\circ}C/min$, con lo que finaliza la fabricación de la muestra con contenido de oxígeno óptimo.

Las características microestructurales de la muestra así obtenida, tanto la textura

como los distintos tipos de defectos, dependen de manera fundamental del sustrato elegido y de la temperatura de deposición utilizada. En la figura 4.2 podemos ver un esquema de la celda unidad del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [1], en la que se observa claramente la anisotropía cristalina entre la dirección c y el plano ab , en el que se sitúan los dos planos de CuO_2 por celda unidad a los que está asociada la superconductividad. La orientación en la que se minimiza la energía de superficie es la orientación eje- c , (001), en la que este eje es perpendicular al sustrato, mientras que el plano ab es paralelo a este. Por este motivo el primer tipo de láminas que aparecieron en la literatura han sido las muestras eje- c [24-26], ya que resultan las más fáciles de obtener incluso en sustratos con un gran desajuste del parámetro de red respecto al superconductor [27, 28], y, por la misma razón, los monocristales crecen en forma de *platelets* paralelos al plano ab [29].

Posteriormente, se ha invertido un considerable esfuerzo en la obtención de láminas con otras orientaciones que permitan aprovechar la mayor longitud coherente a lo largo del plano ab , como pueden ser las películas orientadas (110) [30, 31], (103)

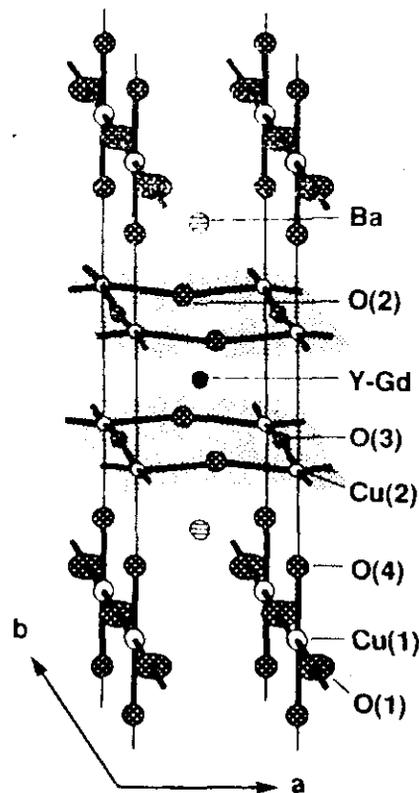


FIGURA 4.2: Esquema de la celda unidad del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, tomado de la referencia [1].

[32] y eje-a (100) [33, 34]. Las primeras, es decir, las láminas (110) y (103), se crecen sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(110)$ que favorecen el ajuste de red con este tipo de planos, pero presentan una rugosidad superficial [32] muy superior a las películas eje-a. Estas últimas se pueden obtener al reducir la temperatura de deposición en sustratos donde el desajuste con el eje c de la celda es pequeño.

En nuestro caso, se ha realizado el crecimiento de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, tanto con orientación eje- c como eje- a [35], utilizando como sustrato fundamentalmente el $\text{SrTiO}_3(100)$, aunque ocasionalmente también se han empleado $\text{MgO}(100)$ y $\text{LaAlO}_3(100)$. En la figura 4.3 podemos ver un difractograma $\theta/2\theta$ de rayos X para una muestra de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ crecida sobre $\text{SrTiO}_3(100)$ a una temperatura de deposición $T_D \approx 800^\circ\text{C}$ y con una presión de 300mTorr (85% Ar, 15% O_2). Se trata de una película con orientación eje- c pura, ya que sólo aparecen las reflexiones correspondientes a los planos (00 l) del superconductor junto con los picos provenientes del sustrato. En el recuadro se ha representado una curva *rocking* en torno al pico (005) con anchura a media altura

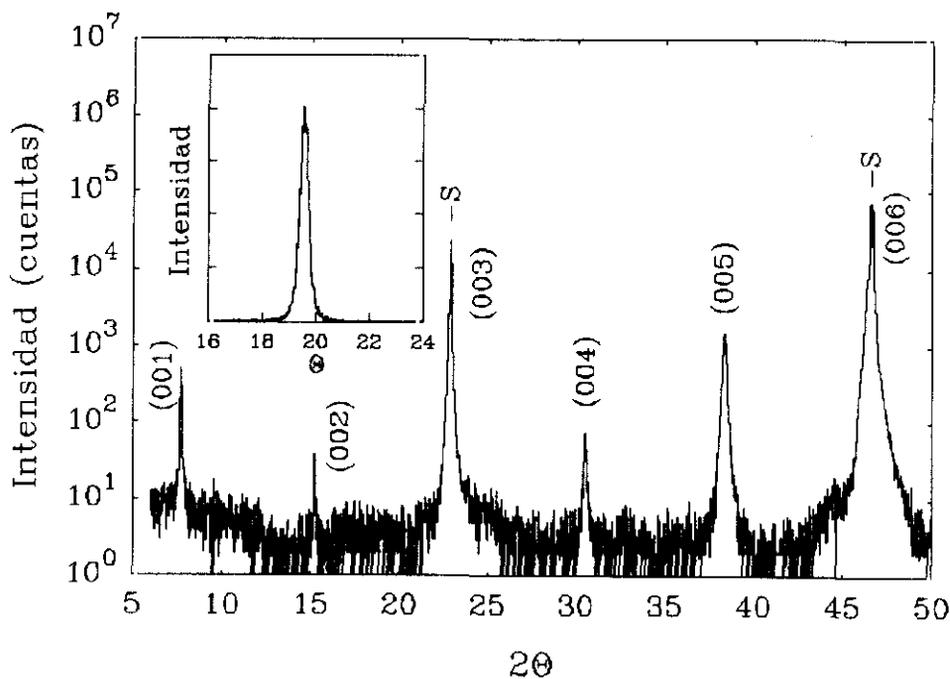


FIGURA 4.3: Difractograma θ - 2θ de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$, orientada eje- c . El recuadro muestra la curva *rocking* en torno al pico (005) ($\text{FWHM}=0.3^\circ$).

FWHM=0.3°, lo que indica que se trata de una lámina altamente texturada.

Por otro lado, la figura 4.4 muestra el resultado de la difracción de rayos X en una película, también de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre $\text{SrTiO}_3(100)$, pero con orientación eje-a pura. En este caso sólo se observan, además de los picos del sustrato, las reflexiones correspondientes a los planos ($h00$). La escala de la intensidad es logarítmica para poder asegurar que no hay trazas de picos correspondientes a otras orientaciones. La curva *rocking* en torno al pico (200) tiene una anchura FWHM=0.1°, lo que nuevamente apunta a la alta cristalinidad de las muestras.

Como decíamos antes, para obtener este tipo de películas es necesario reducir la temperatura de deposición unos 150°C respecto a la temperatura óptima de crecimiento eje-c [33]. De este modo se disminuye la movilidad de los átomos en la superficie del sustrato, lo que dificulta la nucleación de la orientación eje-c, en la que se tienen que organizar los planos de Eu y de Ba alternados paralelos al sustrato, frente a la orientación eje-a en la que todos los cationes están expuestos a la superficie. Sin

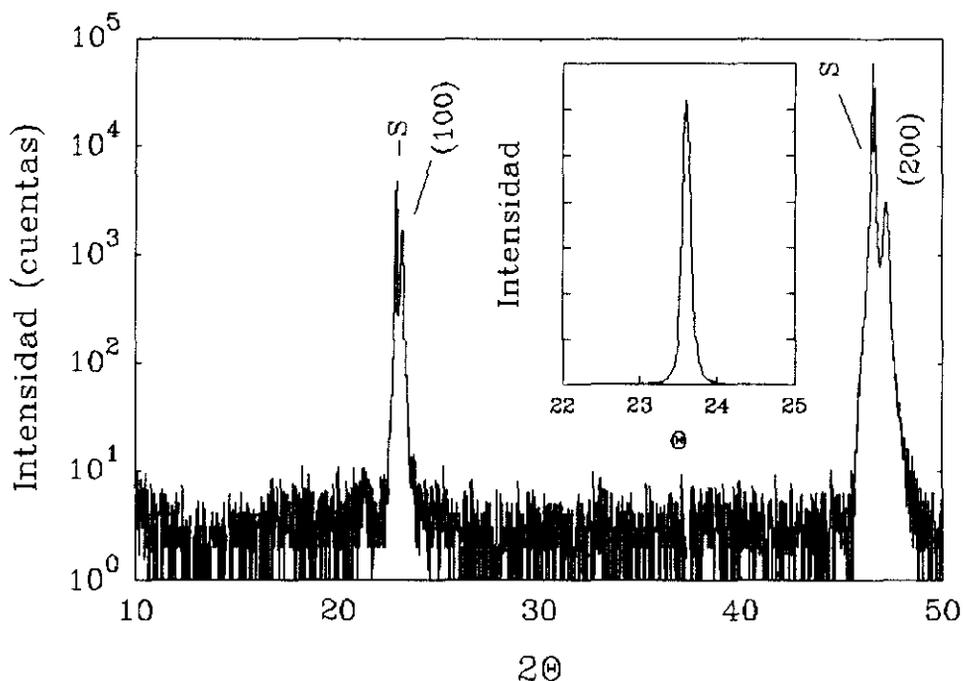


FIGURA 4.4: Difractograma θ - 2θ de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientada eje-a. El recuadro muestra la curva *rocking* en torno al pico (200) (FWHM=0.1°).

embargo, estas temperaturas de deposición reducidas pueden provocar desórdenes estructurales en la subred de oxígeno [36], lo cual repercute negativamente en las propiedades de transporte. Así, se suele emplear una técnica de dos pasos [37]: en el primer paso se crece el 10% inicial de la película ($\sim 250 \text{ \AA}$) a la temperatura óptima de nucleación de la orientación eje-a, $T_{D1} \approx 650^\circ\text{C}$, con lo que se define la orientación general de la lámina; a continuación se aumenta la temperatura, sin interrumpir la deposición, hasta alcanzar el segundo paso, $T_{D2} \approx 710^\circ\text{C}$, donde se crece el resto de la lámina para optimizar las propiedades de transporte.

La temperatura del primer paso T_{D1} , está determinada principalmente por el ajuste de red entre el sustrato y la película en la orientación eje-a, y para conseguir que sea lo más elevada posible es necesario minimizar este desajuste. Por ejemplo, en el caso del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($b=3.88 \text{ \AA}$, $c/3=3.89 \text{ \AA}$ [1]) se encontró experimentalmente [38] que el $\text{NdGaO}_3(110)$ o el $\text{PrGaO}_3(001)$ ($a=3.861 \text{ \AA}$ y $a=3.873 \text{ \AA}$ respectivamente) serían sustratos más adecuados para el crecimiento eje-a que el $\text{SrTiO}_3(100)$ ($a=3.905 \text{ \AA}$). Otra posibilidad de variar el desajuste consiste en jugar con la tierra rara del óxido superconductor ya que al aumentar el tamaño de este ión los parámetros de red crecen de forma sistemática [39], por lo que en nuestro caso hemos utilizado Eu; para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ los parámetros de red son ($b=3.901 \text{ \AA}$, $c/3=3.901 \text{ \AA}$) por lo que el $\text{SrTiO}_3(100)$ resulta un sustrato adecuado. La utilización del Europio presenta otras ventajas frente al Itrio, al ser su radio iónico más próximo al del ión Ba^{2+} lo que favorece el intercambio entre ambos iones [40] ($R(\text{Eu})=1.07 \text{ \AA}$, $R(\text{Y})=1.015 \text{ \AA}$ y $R(\text{Ba})=1.42 \text{ \AA}$). Asimismo la línea de estabilidad $x=6$ para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se desplaza a presiones parciales de oxígeno menores que para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [40], permite reducir la proporción de oxígeno durante el crecimiento sin que sus propiedades de transporte se degraden de manera sensible. Esto resulta conveniente ya que la rugosidad superficial se minimiza para bajas P_{O_2} , como ha sido observado por nuestro grupo [18] y, más recientemente, por otros autores [41]. Durante el crecimiento de nuestras muestras de eje-a se ha utilizado una presión de 300 mTorr (94%Ar, 6% O_2).

Con todas estas condiciones de deposición se obtienen películas con buenas

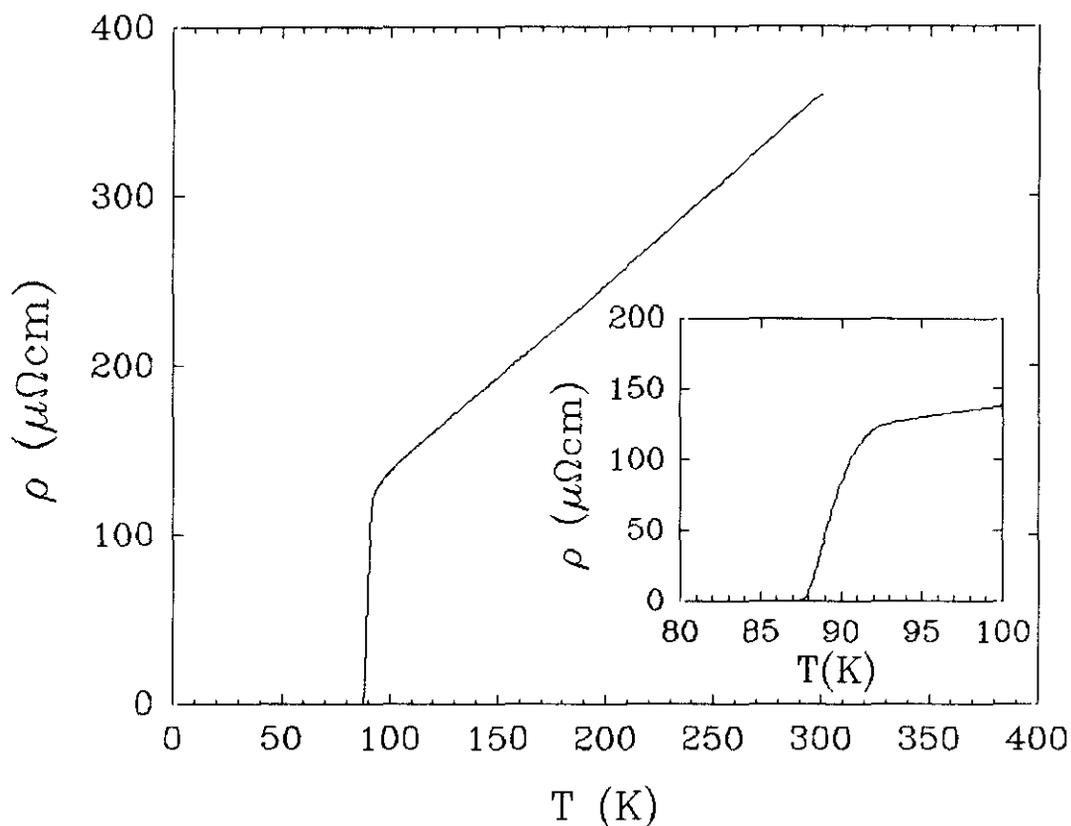


FIGURA 4.5: Resistividad en función de la temperatura para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientada eje-c. En el recuadro se representa la zona de la transición superconductora ampliada.

propiedades de transporte tanto con orientación eje-c como eje-a. En las figuras 4.5 y 4.6 podemos ver la dependencia de la resistividad en función de la temperatura para dos muestras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ una de ellas eje-c (Figura 4.5) y la otra eje-a (Figura 4.6). Ambos tipos de películas presentan un comportamiento metálico con $\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \approx 2.5$ para eje-c y $\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \approx 1.5$ para eje-a. Las temperaturas de transición T_c son similares, como puede apreciarse en los recuadros de ambas gráficas que muestran la transición más ampliada. En general para las películas eje-c la temperatura crítica $T_c(R=0)$ oscila entre 86 y 89 K, y con ancho de transición pequeño $\Delta T(90\%-10\%) \approx 2\text{K}$. En las muestras eje-a $T_c(R=0) \approx 82-88$ K y las transiciones son también estrechas $\Delta T(90\%-10\%) \approx 3-4\text{K}$. Se trata de buenos resultados en comparación con los que aparecen en la literatura, en la que sólo muy pocos trabajos presentan muestras eje-a con propiedades similares, tanto en lo que respecta a las temperaturas

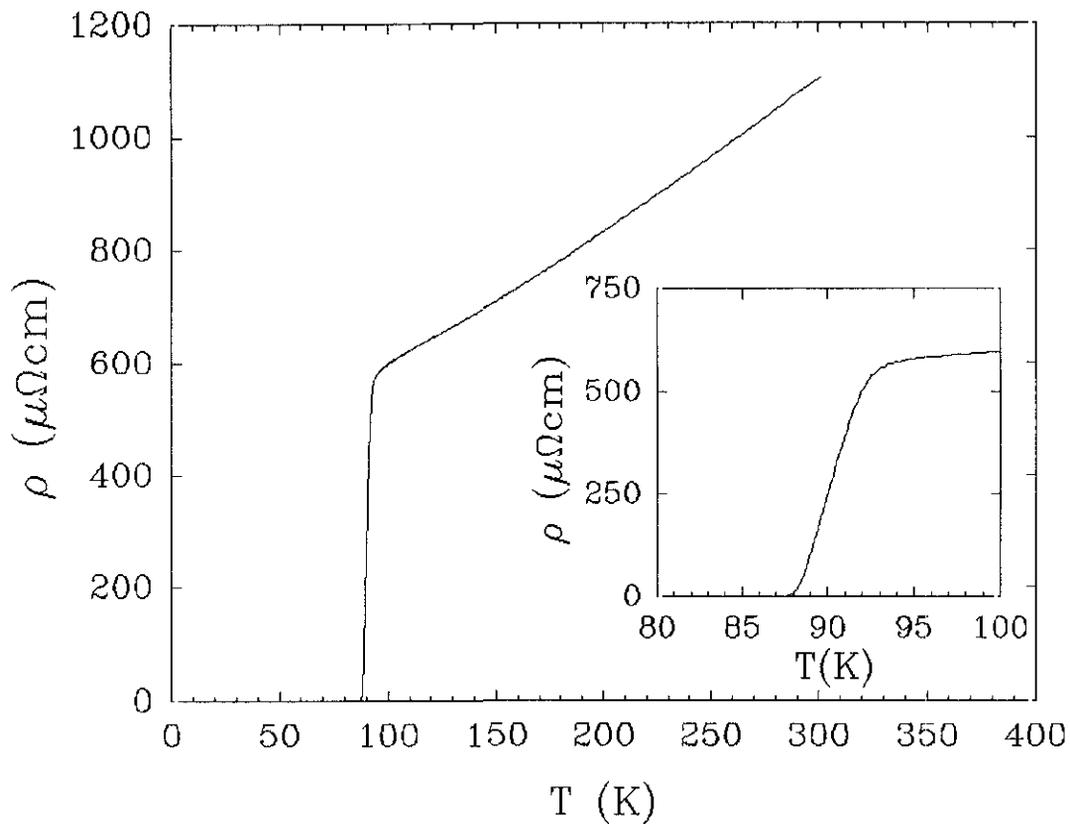


FIGURA 4.6: Resistividad en función de la temperatura para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientada eje-a. En el recuadro se representa la zona de la transición superconductora ampliada.

críticas $T_c(R=0) \approx 80\text{-}85$ K [33,34,37] como en la metalicidad $\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \approx 1.2$ [33].

La diferencia fundamental entre las transiciones representadas en las figuras 4.5 y 4.6 estriba en los valores de la resistividad, más elevados para las muestras eje-a, y cuyo origen puede encontrarse en la microestructura de estas últimas. Este es un tema que se ha desarrollado en el capítulo siguiente, donde se presenta el estudio detallado de las propiedades de transporte de las películas eje-a en relación con su microestructura característica.

En la figura 4.7 aparece una imagen de microscopía electrónica de transmisión (TEM) en visión planar de una de nuestras láminas eje-a, realizada con un microscopio JEOL 400 FX a 400 kV. En ella se puede apreciar que su microestructura consiste en dominios, entre 100 y 500 Å de tamaño y forma irregular, separados por fronteras de 90°,

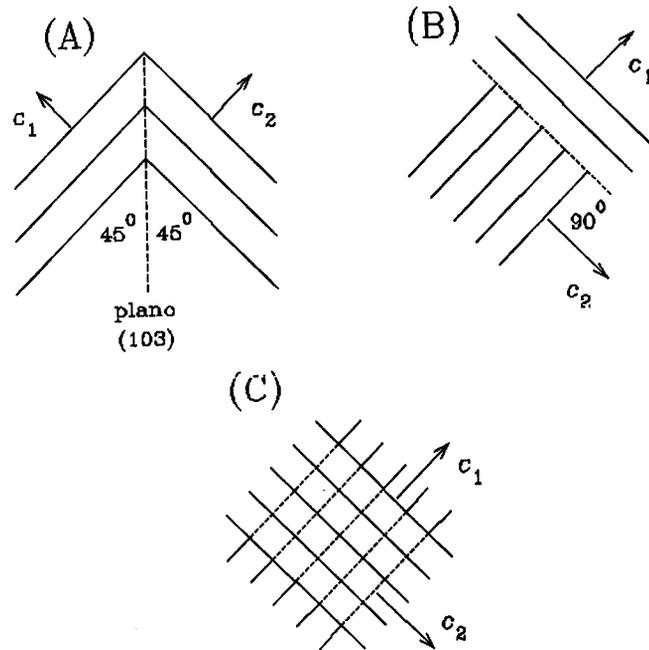
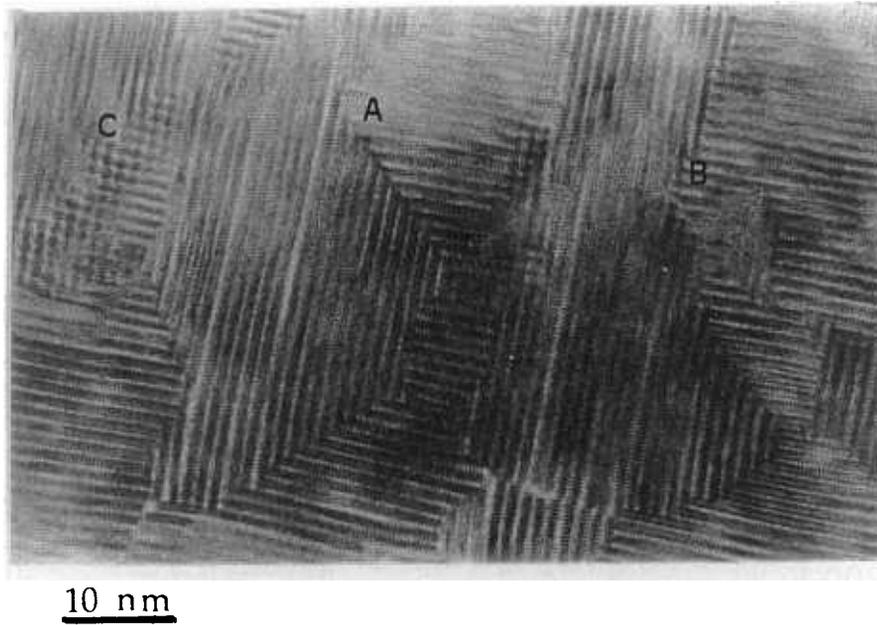


FIGURA 4.7: Imagen de microscopía electrónica de transmisión en visión planar de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientada eje- a , mostrando la típica estructura de microdominios. En la parte inferior se han esquematizado los distintos tipos de fronteras de 90° : (A) simétrica, (B) de plano basal y (C) de rotación, que se indican con las letras en la imagen de TEM.

en los que los planos ab (franjas claras) son perpendiculares entre sí. La distancia entre estas franjas es $c=11.7\text{\AA}$, como corresponde al espaciado de la celda unidad. El origen de estos dominios está en que durante el crecimiento el eje c del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ puede alinearse con cualquiera de las dos direcciones principales, $[100]$ y $[010]$, del sustrato cúbico $\text{SrTiO}_3(100)$; y, así, pueden tener dos orientaciones perpendiculares en el plano, a pesar de la buena orientación de los planos de CuO_2 perpendicularmente al sustrato que se reflejaba en las curvas *rocking* de rayos X.

Las fronteras de 90° en estas muestras son de tres tipos diferentes [42] (A, B y C), que se han esquematizado en la parte inferior de la figura 4.7 y se indican con las correspondientes letras sobre la imagen de TEM. En las dos primeras el plano de la frontera es perpendicular al sustrato, y por ello son las más habituales. Ambas son fronteras de inclinación; una de ellas es simétrica (A), en la que los planos de CuO_2 de ambos dominios forman 45° con el plano (013) de la frontera; la otra es de plano basal (B), de tal modo que uno de los dominios tiene un plano (010) como frontera, mientras que en el vecino es un plano (001) . En general la frontera entre dos dominios está compuesta por nanofacetitas de ambos tipos de fronteras, como también ha sido observado por Marshall y Eom en películas (103) y eje- a [42]. Ocasionalmente puede observarse el tercer tipo (C), que es una frontera de rotación en el plano (100) . Cabe señalar que estas fronteras de 90° pueden ser descritas en el marco de la teoría de quasi coincidencia de sitios de red (quasi CLS) [43] y que, debido a la relación entre los parámetros de red $a\approx b\approx c/3$, son de clase $\Sigma 3$, por lo que no existen dislocaciones asociadas a la frontera.

A modo de resumen podemos decir que, variando la temperatura de deposición y la presión parcial de oxígeno, se pueden obtener mediante pulverización catódica películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$, altamente texturadas, bien con orientación eje- c o eje- a , con buenas propiedades de transporte y en las que los planos de CuO_2 se disponen tal y como se ha esquematizado en la figura 4.8.

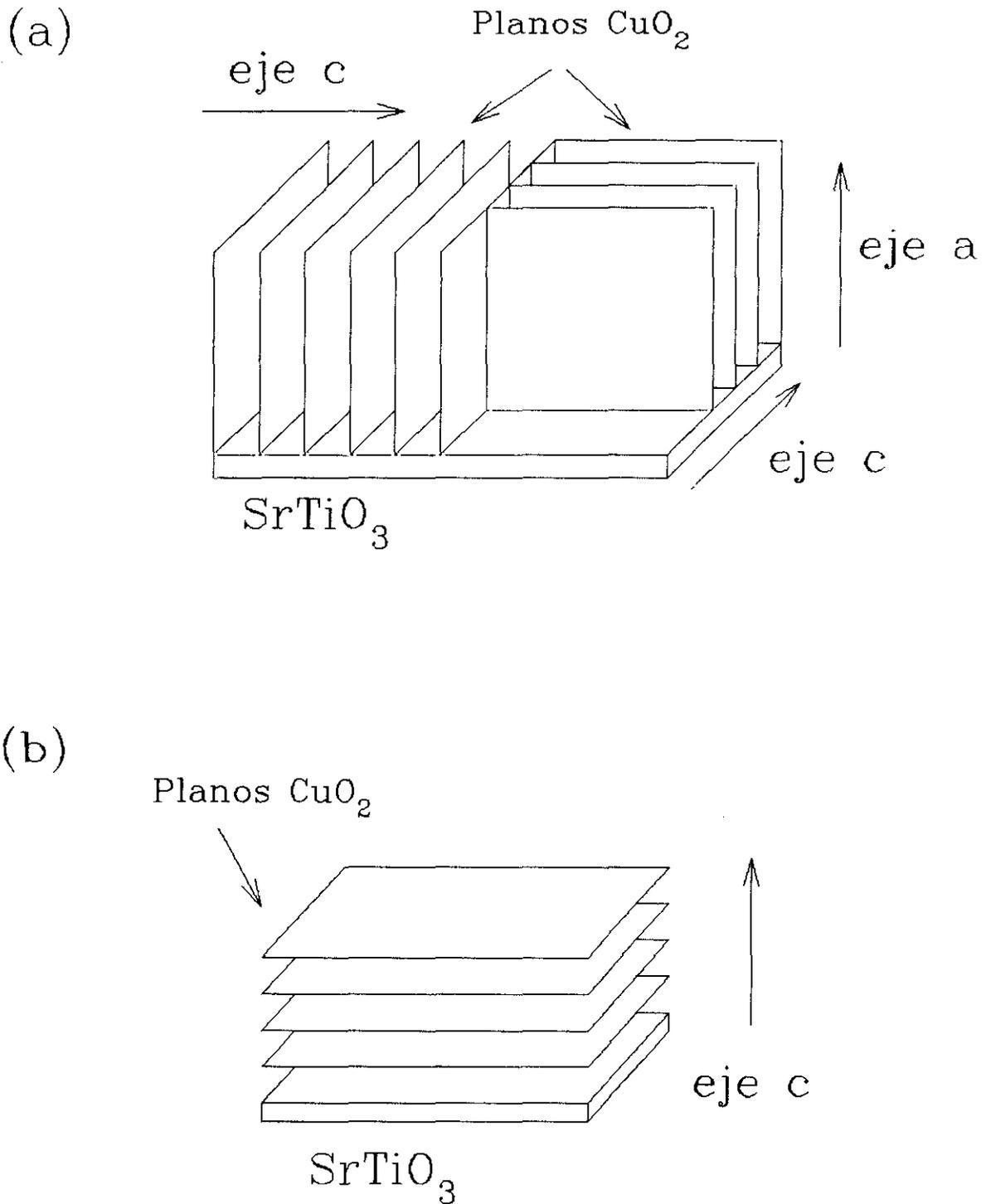


FIGURA 4.8: Esquema de la disposición de los planos de CuO₂ en (a) una muestra orientada eje-a y (b) una lámina eje-c. Se indican también las direcciones de los distintos ejes cristalográficos.

4.2 Superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-c y eje-a

La fabricación de estructuras de superred había sido ya utilizada en los superconductores clásicos para estudiar diversos efectos de dimensionalidad [17], anisotropía [44], anclaje anisotrópico [16], proximidad [45], etc. En el caso de la superconductividad de alta temperatura, donde los propios materiales poseen una estructura laminar intrínseca, los estudios en este tipo de estructuras han permitido, por ejemplo, analizar de manera controlada los efectos de la anisotropía y del acoplamiento entre los planos de CuO_2 en la existencia de las altas temperaturas críticas [46-48].

En los superconductores 123 el sistema más estudiado han sido las superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, en las que se aprovecha la ventaja que supone la existencia de un miembro de esta familia, el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, que no es superconductor, sino aislante [49] y que, tanto por su estructura cristalina como por su composición química, resulta adecuado para crecer heteroestructuras con los restantes miembros de la familia $\text{RBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (R=tierra rara). La atención se ha centrado fundamentalmente en las superredes con orientación eje-c, en las que se han estudiado las características estructurales [50], las propiedades en el estado normal [51], y los distintos efectos que la estructura laminar tiene sobre la dinámica de vórtices [52-54]. Existen también algunos trabajos de superredes de este sistema con orientación eje-a, que han permitido tanto el estudio del acoplamiento a través del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [55] como de la competición entre las anisotropías intrínseca y artificial [56]. En este apartado describiremos el método de fabricación de las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre $\text{SrTiO}_3(100)$ con ambos tipos de orientaciones, y dejaremos para el capítulo 6 el análisis de los efectos de anisotropía introducidos por las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

Una superred está formada por la sucesión de capas alternadas de dos materiales distintos A y B con espesores fijos t_A y t_B , de tal manera que se define una nueva periodicidad $\Lambda=t_A+t_B$. Habitualmente se habla de superred, y no multicapa, cuando los dos materiales crecen de forma coherente con un mismo parámetro de red promedio d_0 .

En nuestro sistema de deposición de láminas delgadas se pueden fabricar este tipo de estructuras empleando el portasustratos cuyo movimiento está controlado por ordenador y dos magnetrones dc, uno con un blanco de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y el otro con uno de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ situados a la misma distancia respecto al plano en el que se mueve el portasustratos. Tras una calibración de los ritmos de deposición de ambos blancos se pueden depositar las capas alternas con los espesores deseados controlando el tiempo que el sustrato está sobre cada uno de los dos magnetrones.

Para obtener las superredes con las orientaciones eje-a o eje-c se emplean las mismas condiciones de presión parcial de oxígeno y temperatura de deposición que describimos en el apartado anterior para la deposición de láminas delgadas simples de superconductor. La única variación estriba en que la temperatura máxima para conseguir orientación eje-a pura en el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre $\text{SrTiO}_3(100)$, encontrada a partir del crecimiento de láminas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ simples, es aproximadamente 10°C menor que para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En resumen, las superredes eje-c se han crecido con $T_D=800^\circ\text{C}$ y

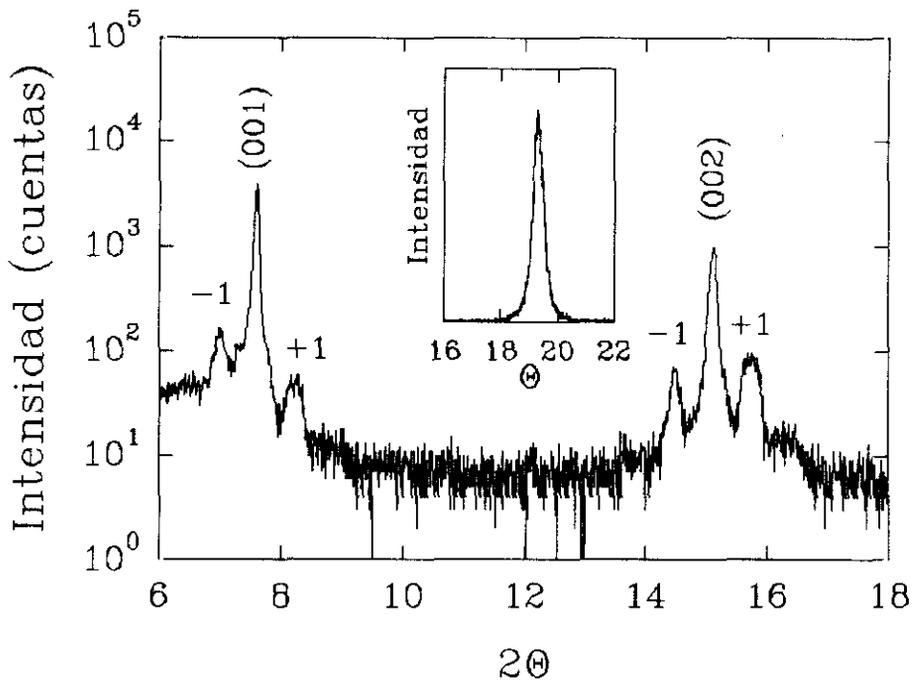


FIGURA 4.9: Difractograma θ - 2θ de una superred (70 \AA $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/70 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) orientada eje-c. En el recuadro se muestra la curva rocking en torno al pico (005) ($\text{FWHM}=0.3^\circ$).

$P=300$ mTorr (85%Ar, 15%O₂) y las eje-a con un método de dos pasos $T_D=640^\circ\text{C}-700^\circ\text{C}$ y $P=300$ mTorr (94%Ar, 6%O₂). Se ha mantenido el espesor total de la lámina aproximadamente constante entre 2500 Å y 3000 Å, comenzando siempre la deposición por una capa de EuBa₂Cu₃O₇ sobre el sustrato y finalizando con PrBa₂Cu₃O₇.

La figura 4.9 muestra el difractograma de rayos X $\theta/2\theta$ de una multicapa con orientación eje-c (70 Å YBa₂Cu₃O₇/70 Å PrBa₂Cu₃O₇), es decir, (6 celdas unidad YBa₂Cu₃O₇/6 celdas unidad PrBa₂Cu₃O₇). Como puede verse aparecen los picos (00*l*) de la lámina correspondientes a este tipo de orientación y, en torno a ellos, algunos satélites de menor intensidad producidos por la periodicidad adicional existente en la multicapa. En el recuadro hemos representado la curva *rocking* en torno al pico (005), cuya anchura a media altura FWHM=0.3° es indicativa de la buena cristalinidad general de la lámina.

En la figura 4.10 aparece el difractograma de rayos X $\theta/2\theta$ de otra superred (58 Å EuBa₂Cu₃O₇/19 Å PrBa₂Cu₃O₇) pero con orientación eje-a, es decir, (15 celdas unidad EuBa₂Cu₃O₇/5 celdas unidad PrBa₂Cu₃O₇). En este caso aparecen los picos

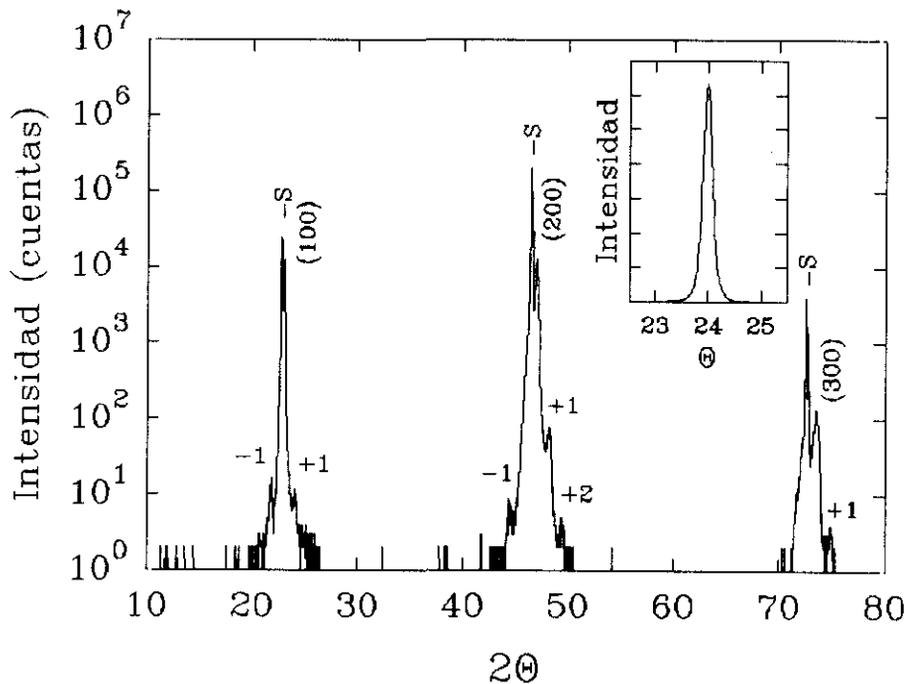


FIGURA 4.10: Difractograma $\theta-2\theta$ de una superred (58Å EuBa₂Cu₃O₇/ 19Å PrBa₂Cu₃O₇) con orientación eje-a, donde son visibles los satélites de ángulo alto. En el recuadro se muestra la curva *rocking* en torno al pico (200) (FWHM=0.19°).

correspondientes a las reflexiones ($h00$) de la lámina, rodeadas de picos satélites, que en esta gráfica se pueden apreciar hasta el segundo orden, y no se observa ninguna contribución de picos de otras orientaciones. La anchura de la curva *rocking* en torno al pico (200) representada en el recuadro es de 0.19° , sólo ligeramente superior a la encontrada en las películas simples, lo que indica que se mantiene la alta cristalinidad de las láminas a pesar de haber introducido la modulación artificial.

Resulta interesante detenerse un poco en el análisis de los resultados de la difracción de rayos X, ya que esta constituye una de las técnicas más útiles, y que además no es destructiva, para caracterizar la estructura de las multicapas [57]. Los máximos en el difractograma vienen dados por la condición de Laue [58] de que el vector de dispersión $\mathbf{Q}=\mathbf{k}-\mathbf{k}'$ coincida con un vector de la red recíproca \mathbf{K} (\mathbf{k} y \mathbf{k}' son los vectores de onda del haz incidente y difractado respectivamente). En el caso de una superred la red recíproca se ve modificada respecto a la lámina simple por dos motivos; en primer lugar, si hay coherencia entre las capas, los parámetros de red tomarán valores promedio a_0 , b_0 , y c_0 entre los de los dos materiales constituyentes; además, la existencia de una periodicidad añadida dará lugar a nuevos vectores de la red recíproca [59] del tipo

$$\mathbf{K}=h\mathbf{a}^*+k\mathbf{b}^*+l\mathbf{c}^*+m\boldsymbol{\omega}^*, \quad (4.1)$$

donde h , k , l y m son números enteros, \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* y \mathbf{c}^* definen la red recíproca promedio y $\boldsymbol{\omega}^*$ corresponde a la periodicidad de la multicapa. Así, en un difractograma realizado en la geometría Bragg-Bentano, donde el vector de dispersión es siempre perpendicular a la lámina, aparecerán máximos cuando se cumpla la condición

$$Q=2\pi l/d_0 \pm 2\pi m/\Lambda, \quad (4.2)$$

siendo $Q=|\mathbf{Q}|$, l y m números enteros, d_0 el espaciado promedio de los planos paralelos a la muestra y Λ la longitud de modulación de la superred. Teniendo en cuenta que Λ es, típicamente, del orden de 100 \AA , lo que corresponde según la ley de Bragg a ángulos de difracción $2\theta \approx 1^\circ$, aparecen picos en la región de ángulo bajo del difractograma y satélites en torno a las reflexiones principales de la película simple originados por esta periodicidad artificial.

El número, tamaño y forma de estos satélites depende tanto de los materiales que forman la multicapa como de sus características estructurales, tales como la rugosidad de las capas, la interdifusión, tensiones, etc [60]. Existen distintos modelos [60, 61] que describen los espectros de rayos X de las multicapas teniendo en cuenta todos estos fenómenos e, incluso, pueden llegar a cuantificarlos mediante técnicas de refinamiento de rayos X [60]. Este tipo de técnicas se ha empleado en el estudio de las superredes eje-c, mostrando la existencia de escalones de una celda unidad entre las capas y una cierta interdifusión entre el Y y el Pr en la primera capa de la interfase [50]. Este análisis, sin embargo no puede aplicarse en el caso de las superredes eje-a, ya que la proximidad entre las reflexiones correspondientes al sustrato y las de la muestra altera la forma de los satélites.

De todas formas, la presencia de los satélites de superred, que se muestran en detalle en la figura 4.11 para una superred eje-a, nos asegura la existencia de una modulación en composición bien definida, y nos permite analizar la calidad de la muestra de forma sencilla. En primer lugar, el parámetro de red promedio puede obtenerse de

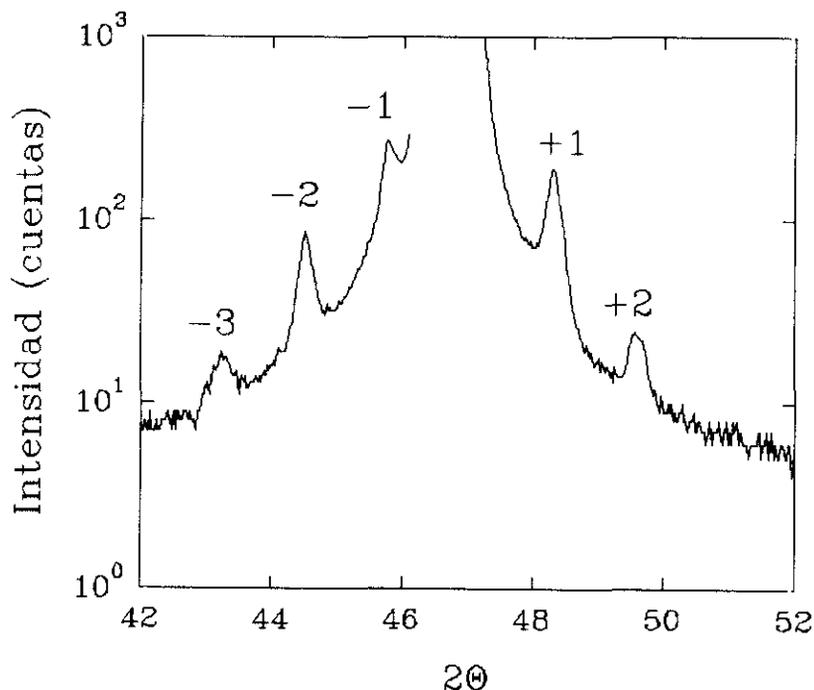


FIGURA 4.11: Detalle de los satélites de ángulo alto en torno al pico (200) de una superred ($58 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a.

la posición del pico principal (200); por ejemplo, para la muestra de las figuras 4.10 y 4.11 ($58 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), $2\theta=47.0^\circ$, que se corresponde con $a=3.86 \text{ \AA}$, valor intermedio entre el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($a=3.84 \text{ \AA}$) y el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($a=3.87 \text{ \AA}$).

A continuación, podemos encontrar el valor de la longitud de modulación Λ a partir de las posiciones de los satélites mediante la expresión [62]

$$\Lambda = \frac{1}{2}(m-n)\lambda / (\sin\theta_{i+m} - \sin\theta_{i+n}), \quad (4.3)$$

que se puede deducir a partir de la ley de Bragg, teniendo en cuenta (4.2), y donde λ es la longitud de onda de los rayos X, y los ángulos θ_{i+m} indican las posiciones de los satélites de orden $i+m$. De esta manera se obtiene $\Lambda_{\text{exp}}=76 \text{ \AA}$, que concuerda bastante bien con la suma de los espesores nominales de 15 celdas unidad eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y 5 de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\Lambda_{\text{nom}}=77 \text{ \AA}$, que habíamos programado durante el crecimiento de la muestra calculando los tiempos a partir del ritmo de deposición de los blancos.

Asimismo, la anchura de los satélites $\Delta(2\theta)$ proporciona información acerca de la longitud de coherencia de la modulación en la dirección de crecimiento Γ mediante la fórmula de Scherrer [58]

$$\Gamma = 0.9\lambda / (\Delta(2\theta)\cos\theta). \quad (4.4)$$

Para la superred de la figura 4.11 la anchura FWHM de los satélites oscila entre 0.2° y 0.25° dependiendo del orden del satélite, lo cual corresponde con $\Gamma \approx 400 \text{ \AA}$; es decir, al menos a lo largo de cinco bicapas existe coherencia en la modulación, lo cual es un valor comparable a los resultados que aparecen en la literatura para superredes con orientación eje-c [14]. Por otra parte, en las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ los picos de ángulo bajo son difíciles de observar, ya que su intensidad es proporcional al cuadrado de la diferencia de factores de estructura de las capas [63] y los números atómicos del Eu y el Pr son muy próximos, $Z_{\text{Eu}}=63$ y $Z_{\text{Pr}}=59$, por lo que habitualmente son enmascarados por el haz directo.

Tanto las superredes orientadas eje-c como las eje-a presentan transiciones superconductoras, si bien la temperatura de transición y la resistividad en estado normal se ven afectadas por la presencia de las capas aislantes. En las figuras 4.12 y 4.13 se

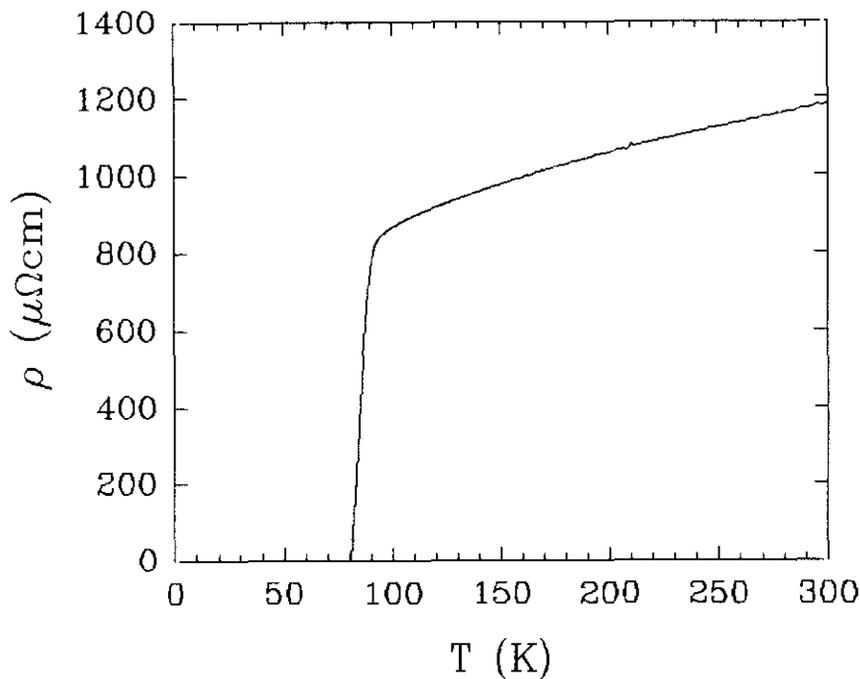


FIGURA 4.12: Resistividad en función de la temperatura para una superred con orientación eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$).

muestra la dependencia de la resistividad en función de la temperatura para dos superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con espesores de las capas comparables y distintas orientaciones: ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-c (Fig. 4.12) y ($154 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a (Fig. 4.13). La superred eje-c mantiene el comportamiento metálico, y su temperatura de transición es $T_{c0}=80 \text{ K}$. Su resistividad es, sin embargo, más elevada que la de una lámina simple y, en lugar de una dependencia lineal con la temperatura, presenta una cierta curvatura negativa que es característica de este tipo de superredes [51]. Esta forma de la resistividad en función de T ha sido asociada a la contribución de la conducción a través de las capas aislantes en paralelo con las del óxido metálico junto con la presencia de dispersión en las intercaras [51, 64].

En la superred eje-a, sin embargo, ya no encontramos el comportamiento metálico, sino que la resistividad se incrementa al bajar la temperatura a partir de 200 K y la temperatura crítica se desplaza hasta $T_{c0}=59 \text{ K}$. El origen de estas diferencias en

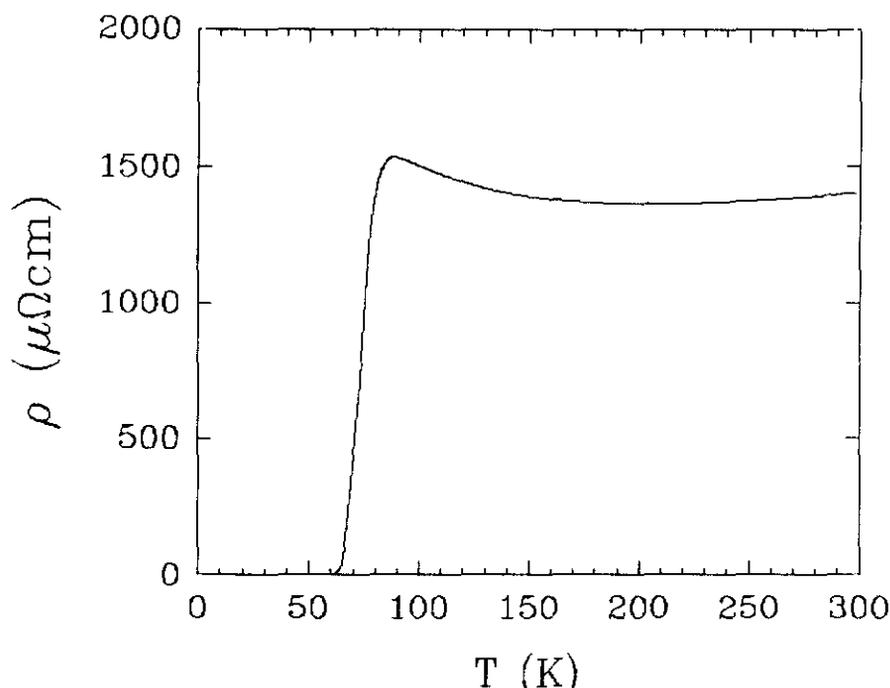


FIGURA 4.13: Resistividad en función de la temperatura para una superred con orientación eje-a (154 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$).

el efecto de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se deriva de la distinta disposición de los planos de CuO_2 respecto a la modulación en la composición de la tierra rara según la orientación de la muestra (Figura 4.14) [20]. Si la superred está orientada con el eje perpendicular al sustrato (Figura 4.14a), cada plano de CuO_2 está compartido por las capas de Eu y Pr, mientras que, en una superred eje-c (Figura 4.14b), cada pareja de planos de CuO_2 sólo ve un tipo de átomo de tierra rara, o bien Eu o bien Pr. Teniendo en cuenta el carácter laminar de estos compuestos, donde los portadores responsables de la superconductividad se encuentran esencialmente en estos planos, resulta claro que los efectos de redistribución de carga entre las capas de Eu y Pr deben ser mayores en las superredes eje-a, lo que también ha sido predicho a partir de cálculos teóricos [65]. Esta disminución en la densidad de portadores en las capas de Eu debido a la localización en torno a los átomos de Pr, podría ser la responsable de la reducción en la temperatura crítica y la pérdida de la metalicidad observada en las superredes eje-a [13, 20], que se hace más acentuada al aumentar el grosor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en este tipo de superredes [20].

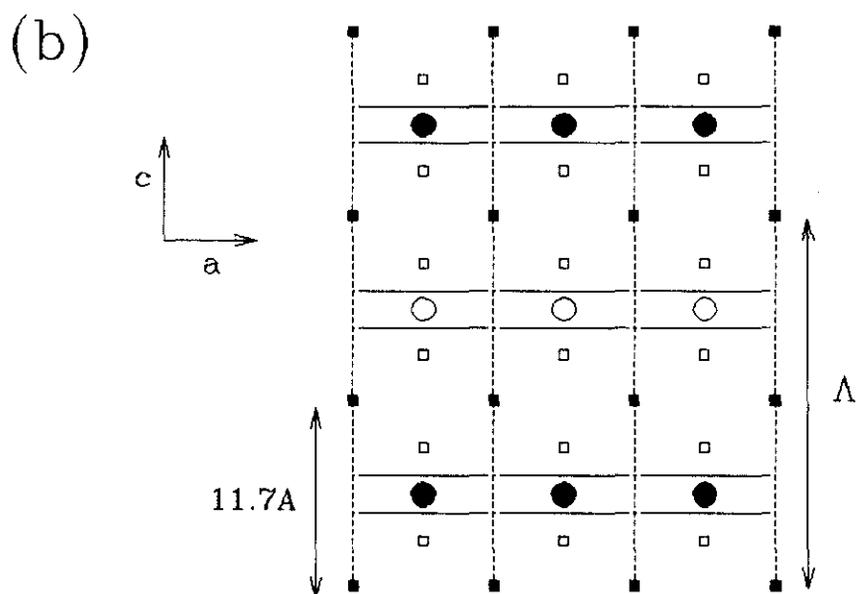
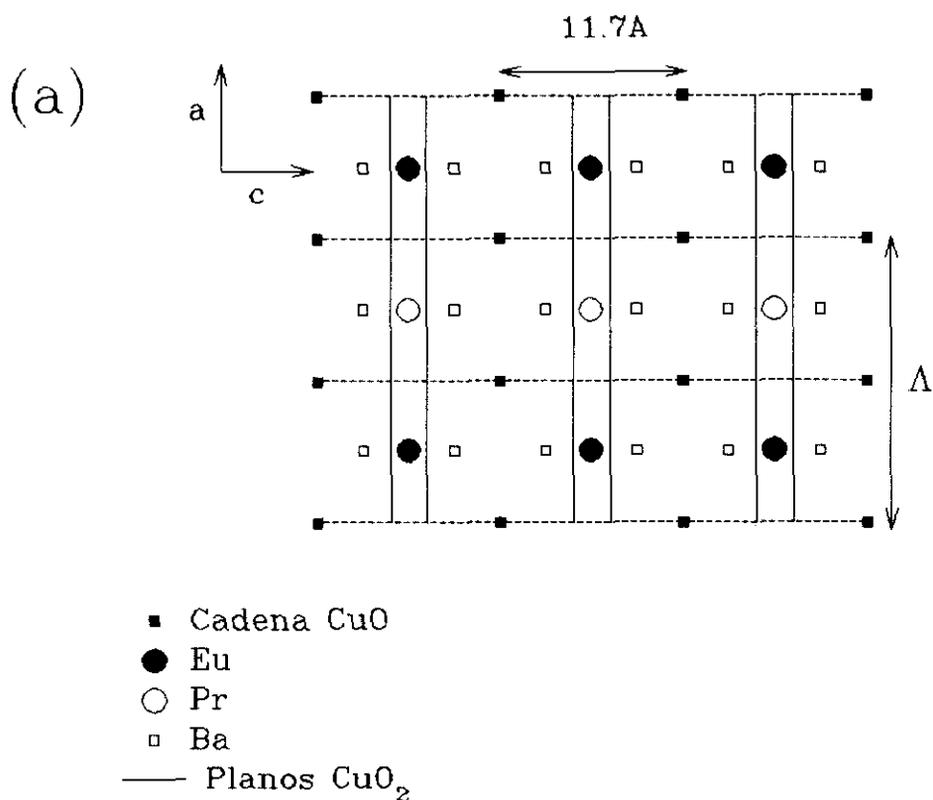


FIGURA 4.14: Esquema de la disposición de los átomos de tierra rara (Eu y Pr) respecto a los planos de CuO₂ en (a) una superred con orientación eje-a y (b) una superred con orientación eje-c. También se indican las direcciones de los ejes a y c y la longitud de modulación, que en este esquema sería (1 celda unidad EuBa₂Cu₃O₇/1 celda unidad PrBa₂Cu₃O₇).

4.2 Superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ con orientación eje-c y eje-a

Entre los óxidos de estructura de perovskita pueden encontrarse, además del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, otros materiales compatibles con los superconductores de la familia 123 para la fabricación de superredes y multicapas. Entre otras, las superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Y}_x\text{Pr}_{1-x}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [66] o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Pr}_x\text{Ca}_{1-x}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [67] permiten estudiar los efectos de transferencia de carga entre las capas, a través de la influencia de la densidad de portadores del metal no superconductor en la temperatura de transición superconductor, o bien aumentar el acoplamiento entre las capas superconductoras [68]. Asimismo, existen resultados de superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Nd}_{1.83}\text{Ce}_{0.17}\text{CuO}_x$ [69] en las que resulta dominante el efecto de las tensiones de coherencia y, más recientemente, se han fabricado superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ [70] en las que coexisten la superconductividad y el ferromagnetismo. No hemos encontrado, sin embargo, resultados previos de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ cuya fabricación y propiedades superconductoras describiremos a continuación.

Por otro lado, el SrTiO_3 ha sido uno de los materiales aislantes más empleados en la fabricación de dispositivos basados en los superconductores de alta temperatura, debido a su buen acoplo de red con el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En comparación con el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, cuya resistividad a temperatura ambiente ($\rho \sim 3 \cdot 10^{-3} \Omega\text{cm}$ en el plano *ab* [48]) es más bien la de un semiconductor, el SrTiO_3 tiene una resistividad muy elevada ($\rho \sim 10^9 \Omega\text{cm}$ a 300 K [10]) que lo hace apto para formar parte, por ejemplo, de las capas de aislamiento entre dos niveles de un mismo dispositivo [3, 4, 9, 10] o para actuar como dieléctrico en dispositivos superconductores modulados por efecto de campo (SuFET) [71, 72]. De este modo, el SrTiO_3 parece ser un material apto para la realización de superredes en combinación con el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, ya que se obtienen buenos resultados de crecimiento en la fabricación de las heteroestructuras que componen los dispositivos, y además, al ser un verdadero material aislante, pueden aparecer nuevos efectos en comparación con las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ más ampliamente estudiadas.

PELÍCULAS DE SrTiO_3 , BICAPAS $\text{SrTiO}_3/\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Y TRICAPAS $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3/\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

En primer lugar, antes de comenzar con las superredes, es necesario comprobar que podemos obtener en nuestro sistema láminas simples de SrTiO_3 en las mismas condiciones de deposición que las películas del superconductor y, asimismo, que se mantiene la calidad cristalina y superconductora en el crecimiento de SrTiO_3 sobre $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y viceversa.

Hemos elegido como sustrato para la realización de estas muestras el $\text{LaAlO}_3(100)$, ya que, aunque presenta un desajuste un poco mayor con el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($a(\text{LaAlO}_3)=3.79 \text{ \AA}$), por este mismo motivo los picos del sustrato en el difractograma de rayos X están situados a ángulos más altos que los del SrTiO_3 y el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, y nos permiten observar claramente los resultados del crecimiento. Asimismo las capas del superconductor se han crecido con la orientación eje-a, para evitar el solapamiento que se produce entre el pico (200) del SrTiO_3 ($a(\text{SrTiO}_3)=3.905 \text{ \AA}$) y el (006) del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($c/3=3.901 \text{ \AA}$).

En la figura 4.15 se muestra el difractograma de rayos X $\theta/2\theta$ de una lámina de SrTiO_3 sobre LaAlO_3 , crecida con $T_D=640^\circ\text{C}$ (la temperatura del primer paso de eje-a sobre este sustrato) y $P=300 \text{ mTorr}$ (94%Ar, 6% O_2), con un espesor de 290 \AA . Sólo aparecen, además de los picos del sustrato, las reflexiones correspondientes a la orientación (100) del SrTiO_3 ; se ha utilizado una escala logarítmica en la intensidad para asegurar que no existen trazas de picos correspondientes a otras fases u orientaciones no deseadas. El parámetro de red de la película puede calcularse a partir de la posición de los picos, y se encuentra un valor $a=3.931 \text{ \AA}$, ligeramente superior al del material masivo. Esto podría deberse a la tensión inducida por el crecimiento sobre el LaAlO_3 , cuyo parámetro de red es menor y, consecuentemente, la contracción en el plano llevaría asociada la expansión observada en la dirección perpendicular. La anchura de este pico Bragg es $\Delta(2\theta)=0.28^\circ$, que equivale a una longitud de coherencia $\Gamma=300 \text{ \AA}$, según la fórmula de Scherrer (4.4), que coincide con el espesor de la película, lo que da idea de

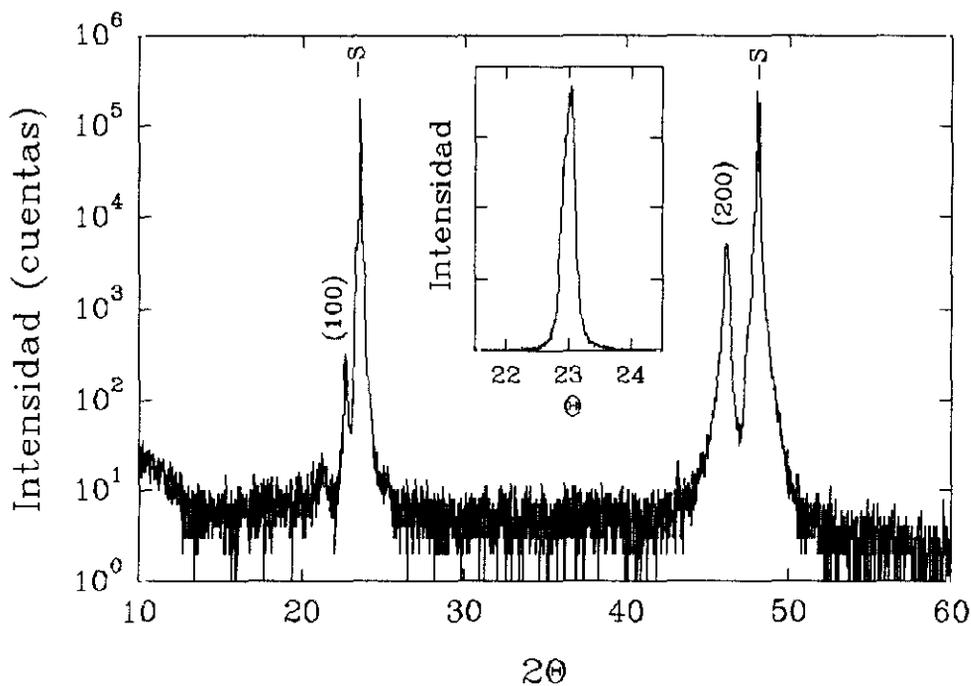


FIGURA 4.15: Difractograma $\theta/2\theta$ de una película de SrTiO_3 sobre $\text{LaAlO}_3(100)$. En el recuadro aparece la curva *rocking* en torno al pico (200) ($\text{FWHM}=0.27^\circ$).

una alta cristalinidad de esta. También podemos ver, en el recuadro de la figura 4.15, que la curva *rocking* en torno al pico (200) es bastante estrecha, con anchura a media altura $\text{FWHM}=0.27^\circ$. De todos estos resultados podemos concluir que, efectivamente, podemos obtener mediante pulverización catódica películas de SrTiO_3 sobre LaAlO_3 con alta calidad cristalina y en el mismo rango de parámetros de deposición que las láminas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconductoras. Esto coincide con los resultados en la literatura, en los que se encuentra un buen crecimiento del SrTiO_3 por ablación laser [10, 73] y por deposición química en fase vapor con precursor metalorgánico (MOCVD) [74] al menos en el rango de temperaturas de deposición 660°C - 760°C .

El siguiente paso consiste en la fabricación de bicapas $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ para comprobar, por un lado, el crecimiento del SrTiO_3 sobre el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y, por otro, ver si se produce algún efecto sobre las propiedades superconductoras de este último. La deposición de las capas de los dos materiales se realizó en las mismas condiciones de presión y temperatura que la lámina simple de SrTiO_3 descrita anteriormente. Las capas se crecieron de manera consecutiva con un intervalo de 5 minutos entre una y otra para

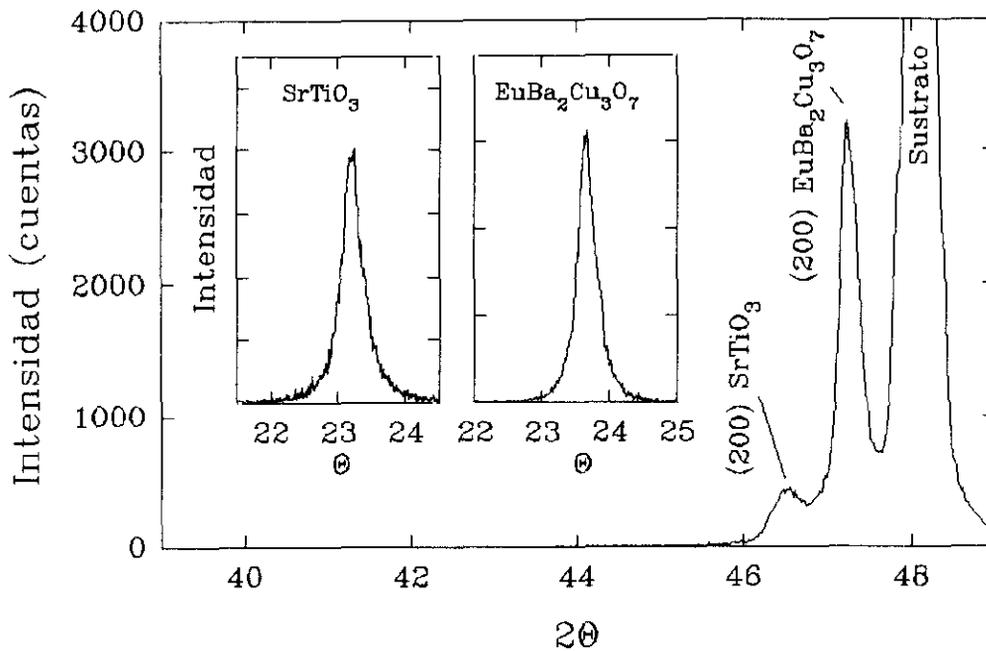


FIGURA 4.16: Diffractograma $\theta/2\theta$ de una bicapa (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/120 \text{ \AA}$ SrTiO_3) sobre $\text{LaAlO}_3(100)$. Los recuadros muestran las curvas *rocking* en torno a los picos (200) del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y del SrTiO_3 ($\text{FWHM}=0.28^\circ$ y 0.36° respectivamente).

permitir un cierto tiempo de prepulverización del blanco de SrTiO_3 una vez apagado el magnetron dc del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Al finalizar la deposición de la bicapa el enfriamiento se realizó siguiendo el mismo proceso de oxigenación descrito en el apartado 4.1.

La figura 4.16 muestra los resultados de la caracterización por rayos X de una de estas bicapas (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/120 \text{ \AA}$ SrTiO_3) eje-a crecida sobre un sustrato de $\text{LaAlO}_3(100)$. Los parámetros de red son ahora $a=3.848 \text{ \AA}$ para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $a=3.918 \text{ \AA}$ para el SrTiO_3 , con lo que vemos que la deformación de este último se ha reducido al crecer sobre el óxido superconductor, con el que tiene un mejor ajuste de red. Las curvas *rocking* son estrechas con $\text{FWHM}=0.28^\circ$ y 0.36° para el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y el SrTiO_3 respectivamente. Estas bicapas siguen manteniendo la transición superconductor, tal y como aparece en la figura 4.17 para una bicapa crecida sobre un sustrato de $\text{SrTiO}_3(100)$ y con espesores (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/100 \text{ \AA}$ SrTiO_3). En este caso, no se ha realizado la medida por transporte ya que para medir la resistividad sería necesario realizar el contacto eléctrico a través de 100 \AA SrTiO_3 con el consiguiente

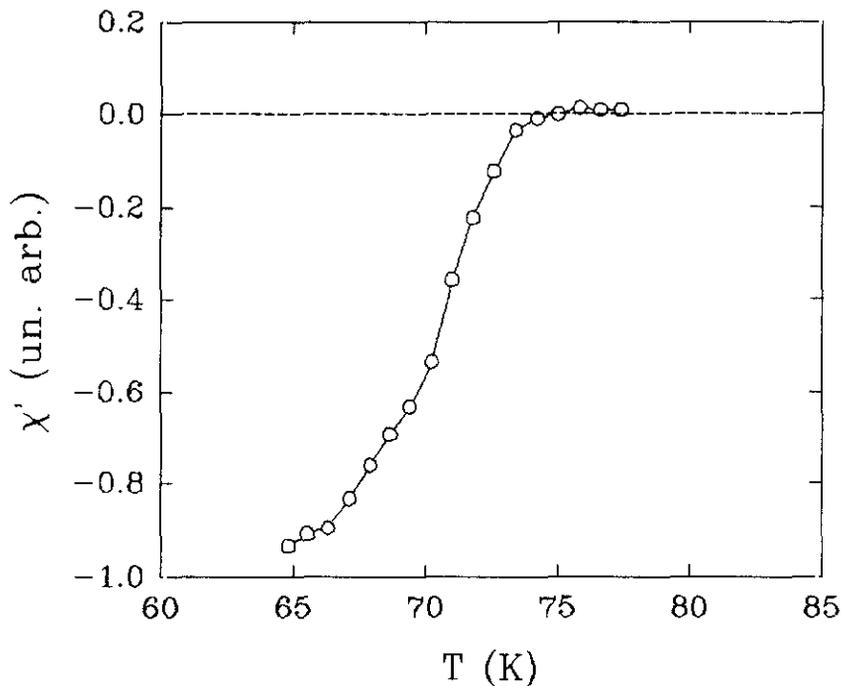


FIGURA 4.17: Susceptibilidad ac en función de la temperatura, medida con $h=0.1$ Oe y $f=1$ kHz, para una bicapa (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/100 \text{ \AA}$ SrTiO_3) crecida sobre $\text{SrTiO}_3(100)$.

aumento de la resistencia de contacto. Así pues, se observa claramente la transición en la medida de la susceptibilidad ac, aunque el inicio de la señal diamagnética se produce tan sólo a 74 K, lo que puede estar originado por tratarse de muestras con orientación eje-a crecidas en un sólo paso.

Por último, hemos continuado el proceso depositando tricapas $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3/\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, puesto que, aunque ya conocemos bastante bien el crecimiento del superconductor sobre sustratos monocristalinos de SrTiO_3 , es necesario comprobar que la calidad de la lámina depositada sobre las bicapas siga siendo buena. A este respecto cabe mencionar que resultados de microscopía electrónica de transmisión en este tipo de heteroestructuras [73] muestran un buen crecimiento epitáxico de ambos componentes sin que aparezcan capas intermedias, incluso extrayendo la muestra de la campana de vacío entre la deposición de las distintas capas con la posible degradación superficial que ello implica (mientras que en nuestro sistema se ha realizado todo el proceso *in situ*).

Otro aspecto que nos interesaba investigar en las tricapas era si existía la

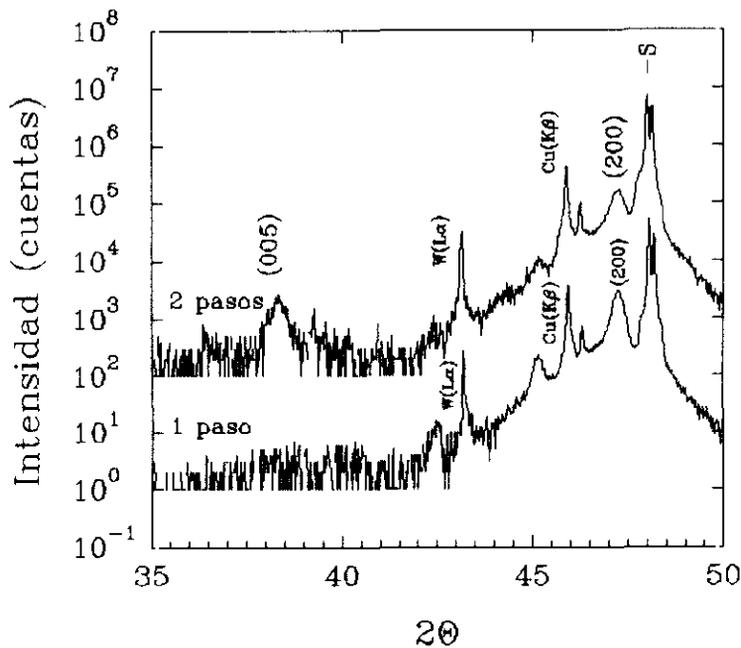


FIGURA 4.18: Difractograma $\theta/2\theta$ para dos tricapas (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/29 \text{ \AA}$ $\text{SrTiO}_3/1000 \text{ \AA}$ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) crecidas una de ellas en un paso y otra en dos pasos. (Se observan también las reflexiones provenientes de las radiaciones extras $\text{Cu}(K\beta)$ y $\text{W}(L\alpha)$ no completamente atenuadas).

posibilidad de utilizar el mismo método de dos pasos en la temperatura de crecimiento que se emplea en las láminas simples eje-a. La figura 4.18 muestra los difractogramas de rayos X de dos tricapas con los mismos espesores (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/29 \text{ \AA}$ $\text{SrTiO}_3/1000 \text{ \AA}$ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), pero una de ellas crecida en un solo paso y la otra con dos. Es decir, en la primera muestra las tres capas fueron crecidas a la misma temperatura, $T_D=640^\circ\text{C}$. Por su parte, en la segunda muestra, la primera capa de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se depositó en dos pasos $T_D=640\text{-}700^\circ\text{C}$ y, tanto el SrTiO_3 como la capa superior de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, se crecieron a la temperatura del segundo paso $T_{D2}=700^\circ\text{C}$. Como se observa a partir de los resultados de rayos X, en esta segunda muestra aparece, además de la reflexión (200), el pico (005) correspondiente a la orientación eje-c. Se observan también en esta gráfica las reflexiones provenientes de dos radiaciones extras, $\text{Cu}(K\beta)$ y $\text{W}(L\alpha)$, que no han sido completamente atenuadas para aumentar la intensidad de las reflexiones principales. Podemos estimar, a partir de las áreas en el difractograma, que en esta muestra existe un 7.5 % de granos con la orientación no deseada, lo que, si consideramos que se localizan fundamentalmente en la capa superior, supone un 20 %.

La anchura de las curvas *rocking* en torno al pico (200), $\text{FWHM}=0.5^\circ$, es similar en ambas muestras.

En lo que se refiere a las propiedades de transporte, en la figura 4.19 hemos representado la resistividad en función de la temperatura para la tricapa eje-a crecida en un sólo paso, junto con los datos correspondientes a dos láminas simples eje-a, una de ellas crecida también en un sólo paso y la otra por el método habitual de dos pasos. Como puede verse, para las dos muestras depositadas a la temperatura más baja, la resistividad residual aumenta y la temperatura de transición disminuye hasta $T_{co}=73$ K para la película, y $T_{co}=74$ K para la tricapa, en comparación con $T_{co}=82$ K para la lámina crecida en dos pasos. Así pues, de todos estos resultados en tricapas, se deriva que la capa intermedia de SrTiO_3 nos hace perder la orientación inducida en la lámina eje-a durante el primer paso de la deposición, por lo que si queremos obtener superredes con esa orientación pura será necesario crecerlas en un sólo paso, aunque ello repercuta en sus propiedades de transporte.

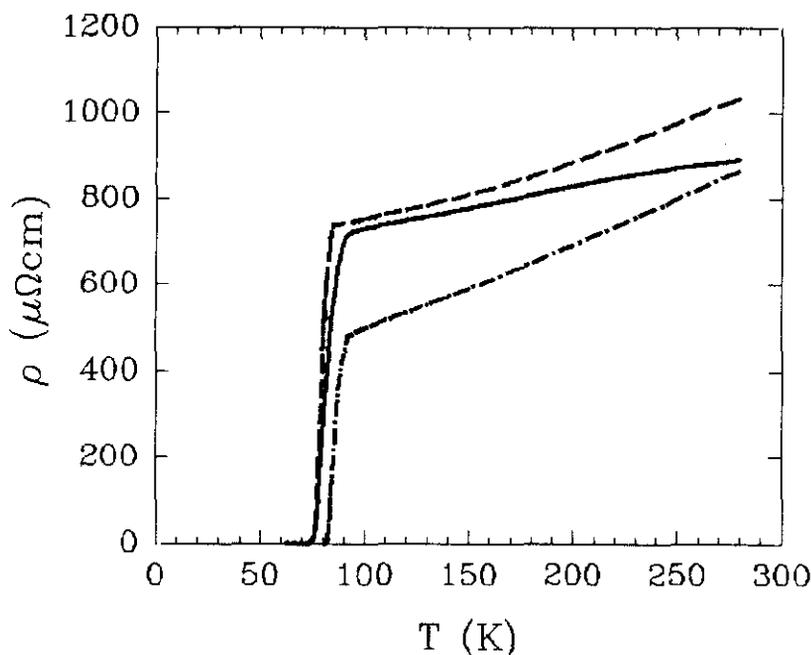


FIGURA 4.19: Resistividad en función de la temperatura para: una tricapa (1500 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/29 \text{ \AA}$ $\text{SrTiO}_3/1000 \text{ \AA}$ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a crecida en un sólo paso (—), una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a crecida en un paso (- - -) y una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a crecida en dos pasos (- - - -).

SUPERREDES $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$

Así pues, una vez que se ha caracterizado la fabricación de heteroestructuras con $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y SrTiO_3 por pulverización catódica, se puede comenzar el crecimiento de las multicapas. Para ello se han utilizado las mismas condiciones de presión y temperatura que para las láminas simples de superconductor con las distintas orientaciones, salvo en que las superredes eje-a se hicieron en un sólo paso de temperatura para obtener esta orientación pura. Se han depositado de forma alternada espesores fijos de ambos materiales, empezando siempre el crecimiento por la capa de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y terminando con la de SrTiO_3 , hasta un total de 7 bicapas. Al finalizar el crecimiento de la lámina se realiza el mismo proceso de oxigenación que en las películas (apartado 4.1).

En la figura 4.20a podemos ver el resultado de la difracción de rayos X de una de estas superredes ($370 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/31 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), es decir (95 celdas unidad $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/8$ celdas unidad SrTiO_3), crecida sobre un sustrato de $\text{LaAlO}_3(100)$. Sólo encontramos las reflexiones correspondientes a planos ($h00$), lo que indica que se trata de una lámina con orientación eje-a pura y, efectivamente, aparecen satélites en torno a los picos principales debido a la modulación artificial introducida. La figura 4.20b es un detalle del mismo difractograma, ampliando la región en torno al pico (100) y en el que se puede observar los satélites hasta el quinto orden a la izquierda del pico principal. A la derecha de éste, sin embargo, solapan con el pico del sustrato y no pueden verse. El espaciado de la superred es $a=3.85\text{\AA}$, muy próximo al de las películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, como es razonable en una superred donde las capas de este son mucho más gruesas que las de SrTiO_3 ; y a partir de las posiciones de los satélites se obtiene que la longitud de modulación es $\Lambda = 400 \text{ \AA}$. En el recuadro aparece la curva *rocking* en torno al pico (200) con $\text{FWHM}=0.35^\circ$.

La figura 4.21 muestra un detalle de los satélites en torno al pico (200) en otra superred eje-a, también crecida sobre $\text{LaAlO}_3(100)$, pero con una longitud de modulación menor ($107 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/12 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), es decir 28 celdas unidad eje-a del

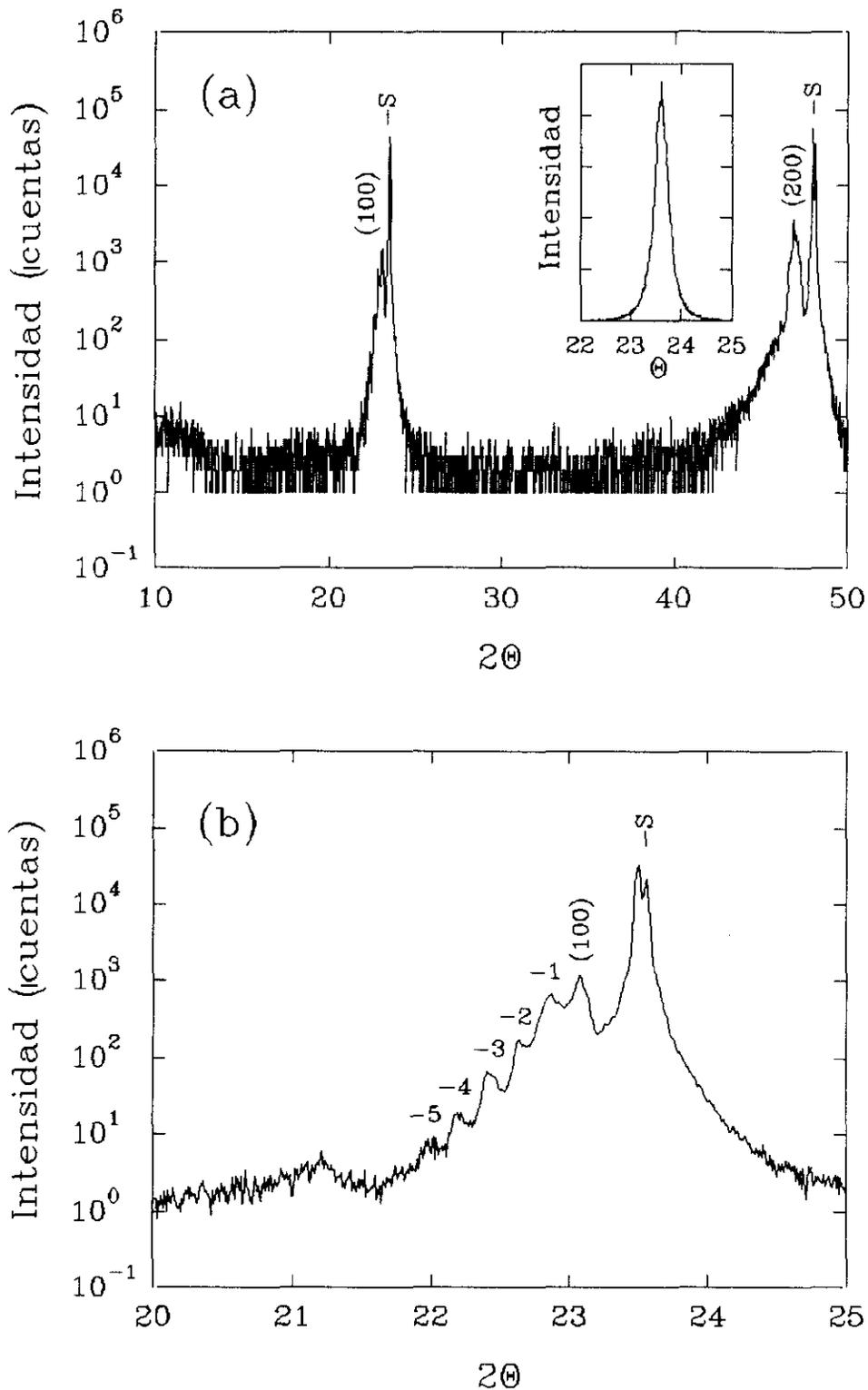


FIGURA 4.20: (a) Difractograma $\theta/2\theta$ de una superred (370 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/31 \text{ \AA}$ SrTiO_3) sobre un sustrato de $\text{LaAlO}_3(100)$ con orientación eje-a. El recuadro muestra la curva rocking en torno al pico (200) ($\text{FWHM}=0.35^\circ$). (b) Detalle de los satélites de superred en torno a la reflexión (100).

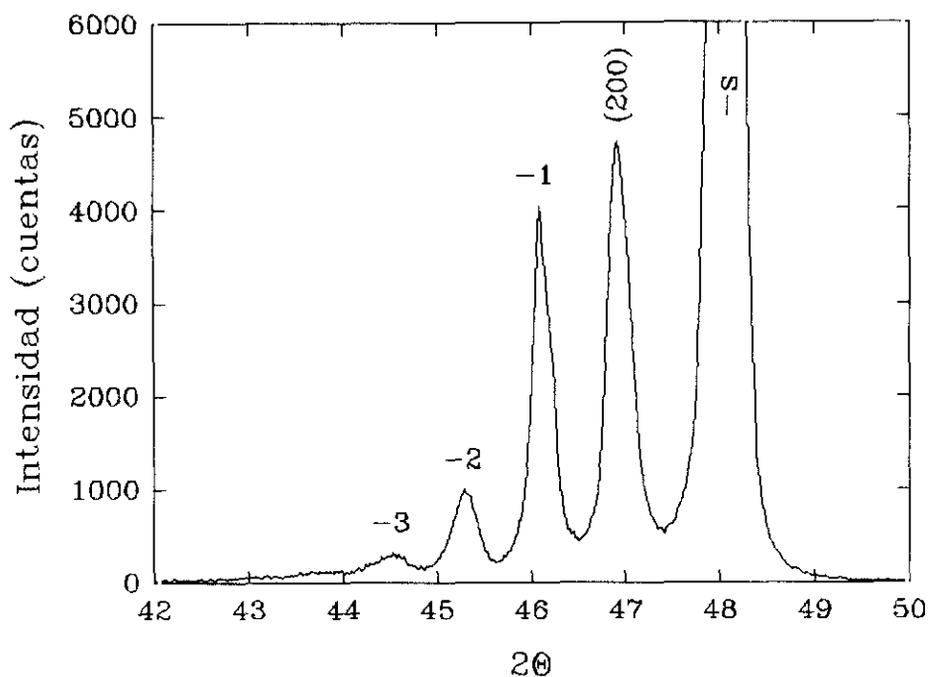


FIGURA 4.21: Detalle de los satélites de ángulo alto, en torno a la reflexión (200) de una superred ($107 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/12 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) eje-a, crecida sobre $\text{LaAlO}_3(100)$.

superconductor y 3 del aislante. Aparecen nuevamente satélites con una separación equivalente a $\Lambda = 119 \text{ \AA}$, y el espaciado de la celda unidad ($a = 3.87 \text{ \AA}$) aumenta un poco más en comparación con las películas, ya que la proporción de SrTiO_3 en el espesor total también se ve incrementada respecto a la superred anterior. La longitud de coherencia de la modulación, $\Gamma \approx 350 \text{ \AA}$, es nuevamente del orden del espesor de tres bicapas al menos.

También es posible conseguir superredes con el eje-c perpendicular al plano del sustrato, como la muestra cuyo difractograma aparece en la figura 4.22, en la que los espesores de las capas son ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) y que también está crecida sobre $\text{LaAlO}_3(100)$. En este caso pueden verse los picos correspondientes a las reflexiones (00l), y se encuentran picos originados por la periodicidad artificial tanto en la zona de ángulo bajo como en torno a los picos de ángulo alto (003) y (006), que se observan más claramente expandiendo la escala de ángulos (Figura 4.23). En el recuadro se ha representado la curva *rocking* en torno al pico (006) con $\text{FWHM} = 0.31^\circ$. En la

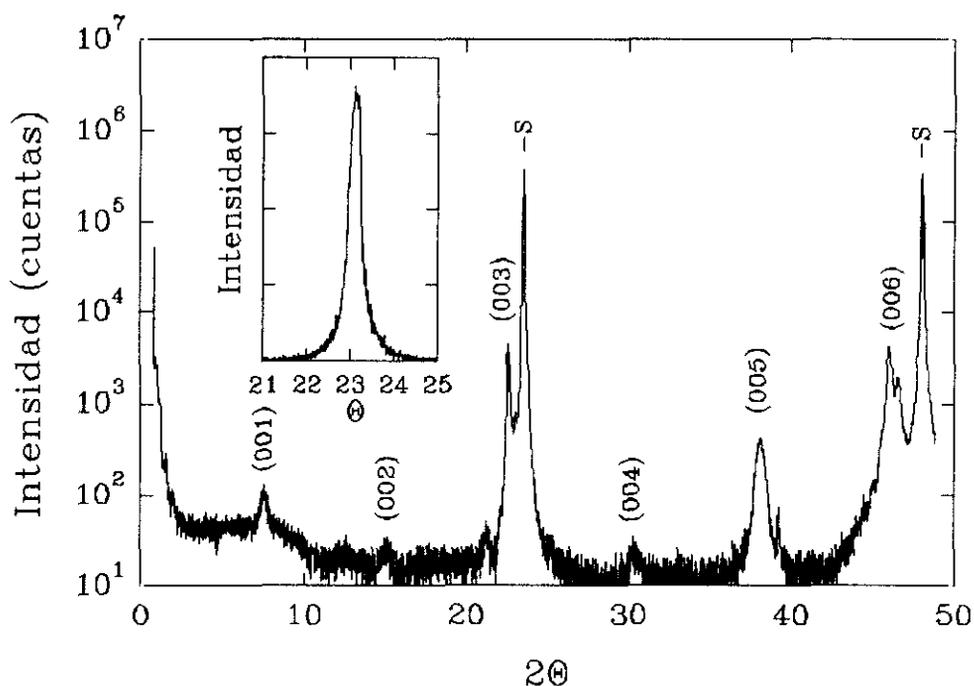


FIGURA 4.22: Difractograma $\theta/2\theta$ de una superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) sobre $\text{LaAlO}_3(100)$. El recuadro muestra la curva rocking en torno al pico (006) ($\text{FWHM}=0.31^\circ$).

figura 4.23a hemos ampliado la región de ángulo bajo entre 1° y 3° , donde aparecen tres picos superpuestos al fondo debido al haz incidente, y que pueden asociarse a los órdenes $m=3, 4$ y 5 de la periodicidad $\Lambda_{\text{LA}}=185 \text{ \AA}$. Por debajo de $2\theta=1^\circ$, donde estarían los máximos correspondientes a $m=1$ y 2 , no se puede continuar la medida para evitar que el haz directo pudiera dañar el detector. La anchura de estos picos proporciona una estimación de la longitud de coherencia $\Gamma_{\text{LA}} \approx 500 \text{ \AA}$, calculada mediante (4.4). Estos resultados concuerdan bastante bien con los valores que se encuentran del análisis de los satélites de ángulo alto (Figura 4.23b) $\Lambda_{\text{HA}}=190 \text{ \AA}$ y $\Gamma_{\text{HA}} \approx 420 \text{ \AA}$. El espaciado de la superred sería $c=11.8 \text{ \AA}$, lo cual equivale a un parámetro de red en las capas de SrTiO_3 $a=c/3=3.93 \text{ \AA}$ que es el mismo que se encontraba en el crecimiento de las láminas simples de SrTiO_3 sobre estos sustratos de LaAlO_3 .

También hemos realizado la deposición de las superredes con orientación eje-c sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$ y, en este caso, podemos observar los satélites de superred a ambos lados del pico principal, tal y como se muestra en las figuras 4.24 y 4.25 para dos superredes ($230 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), es decir (20 celdas unidad

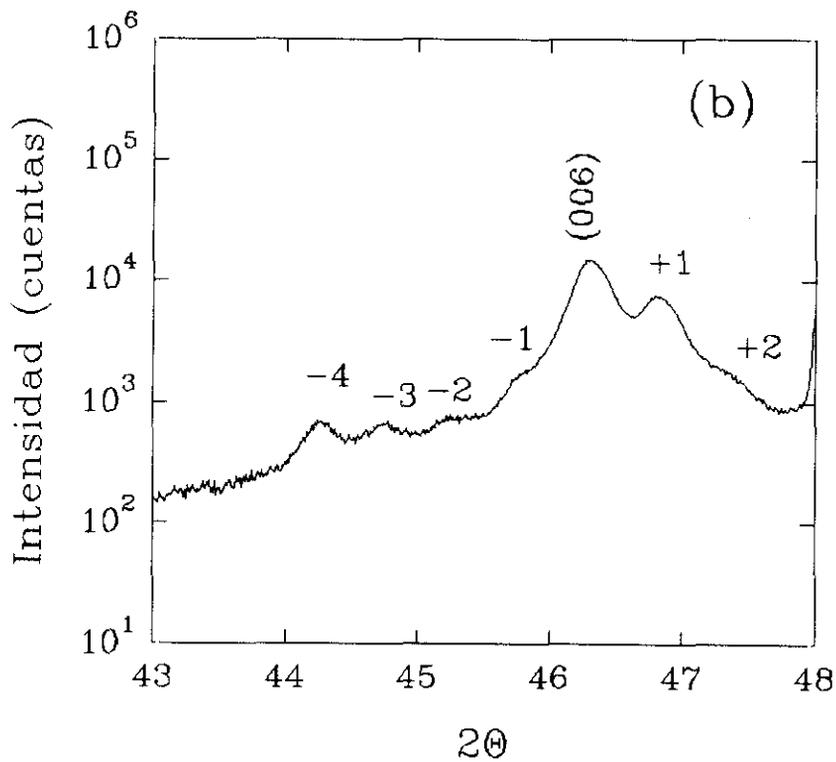
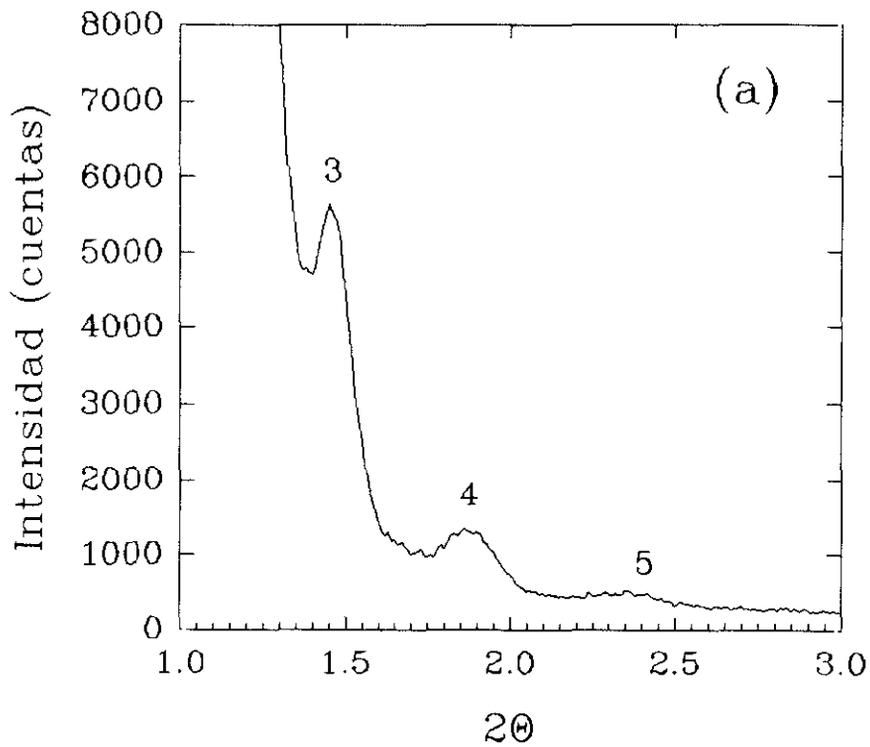


FIGURA 4.23: (a) Detalle de los picos de superred de ángulo bajo para una superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$). (b) Satélites de ángulo alto en torno a la reflexión (006) para la misma superred.

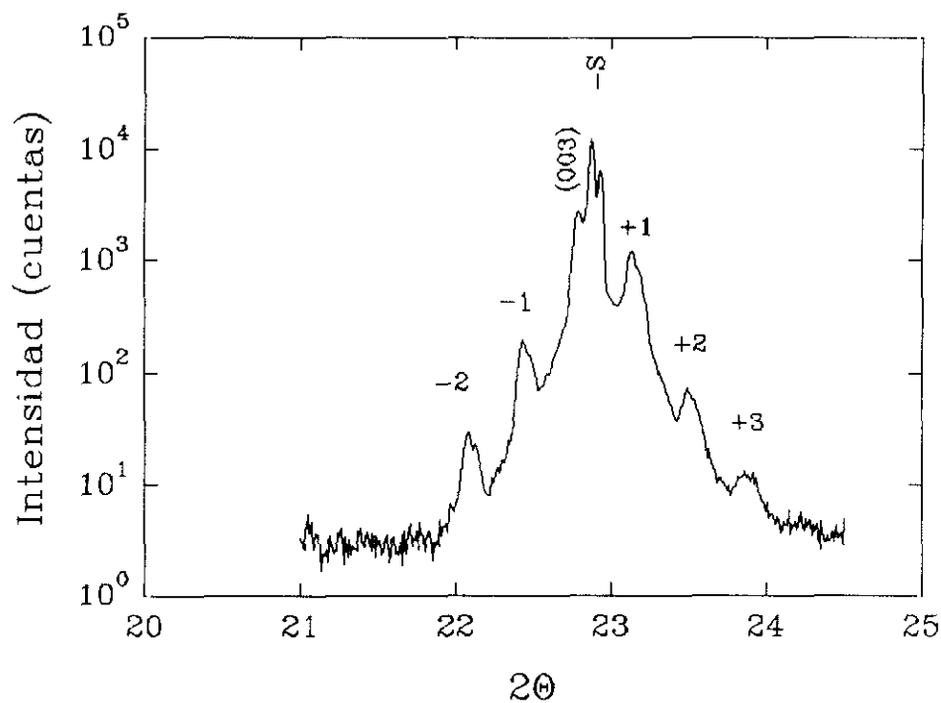


FIGURA 4.24: Detalle de los satélites en torno a la reflexión (003) para una superred con orientación eje-c (230 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA}$ SrTiO_3) sobre $\text{SrTiO}_3(100)$.

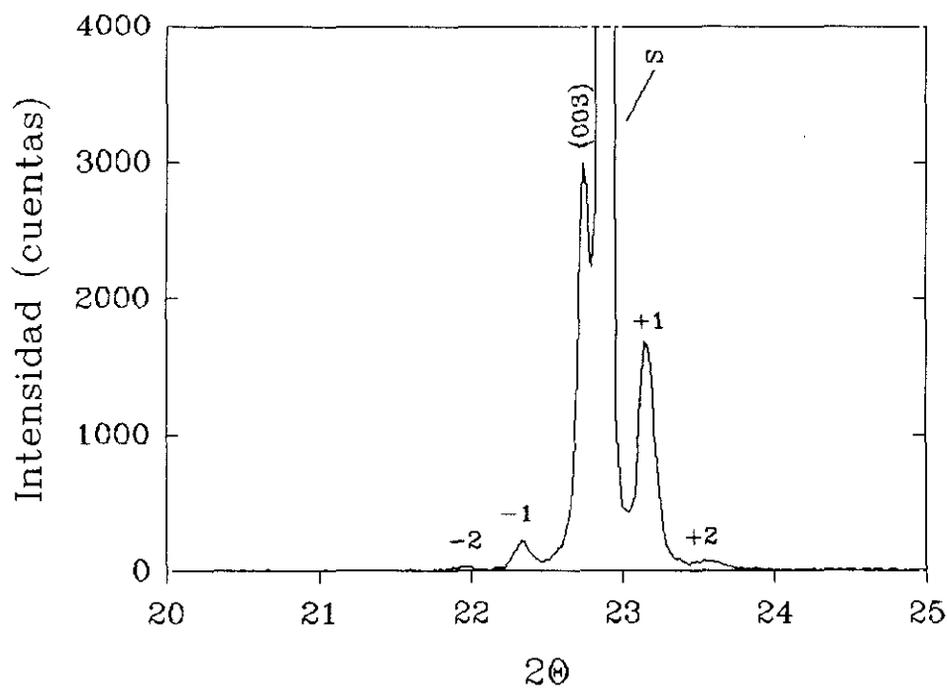


FIGURA 4.25: Detalle de los satélites en torno a la reflexión (003) para una superred eje-c (200 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA}$ SrTiO_3) crecida sobre $\text{SrTiO}_3(100)$.

$\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/5$ celdas unidad SrTiO_3), y ($200 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), o sea (17 celdas $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/5$ celdas SrTiO_3). Las longitudes de modulación calculadas de la posición de los satélites son $\Lambda=250\text{\AA}$ y $\Lambda=225\text{\AA}$, y se encuentran longitudes de coherencia de $\Gamma\approx 800\text{\AA}$ y $\Gamma\approx 700\text{\AA}$ para cada una de ellas, lo cual significa que podemos obtener muestras de calidad similar sobre ambos tipos de sustratos, $\text{LaAlO}_3(100)$ y $\text{SrTiO}_3(100)$.

Hemos encontrado transiciones superconductoras en las superredes con orientación eje-c crecidas sobre los dos tipos de sustratos (Figura 4.26). Así, por ejemplo, para una superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) depositada sobre $\text{LaAlO}_3(100)$ el cero de resistividad se alcanza para $T_{c0}=39 \text{ K}$ (Figura 4.26a) mientras que la superred eje-c ($230 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), crecida sobre $\text{SrTiO}_3(100)$ y con mayor espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, se hace superconductora para $T_{c0}=61 \text{ K}$ (Figura 4.26b). Ambas láminas presentan un comportamiento metálico, aunque con un aumento considerable de la resistividad en estado normal respecto a las películas eje-c simples. Por otro lado, en las superredes eje-a se pierde la metalicidad y la transición superconductora se degrada aún más debido a la más baja temperatura de deposición. En ambos casos el aumento en la resistividad junto con la reducción en la temperatura crítica podrían estar asociados a una cierta deficiencia de oxígeno debida a la presencia de las capas de SrTiO_3 .

En resumen, hemos fabricado superredes superconductoras $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ con buenas características estructurales, como se observa a través de la difracción de rayos X en la que aparecen picos nuevos asociados a la periodicidad artificial, tanto en la región de ángulo bajo como en torno a los picos principales, y de las que no existían resultados previos en la literatura. El análisis de la influencia de las capas aislantes de SrTiO_3 en las propiedades superconductoras de estas muestras, especialmente en la anisotropía, lo hemos realizado más en detalle en el capítulo 6.

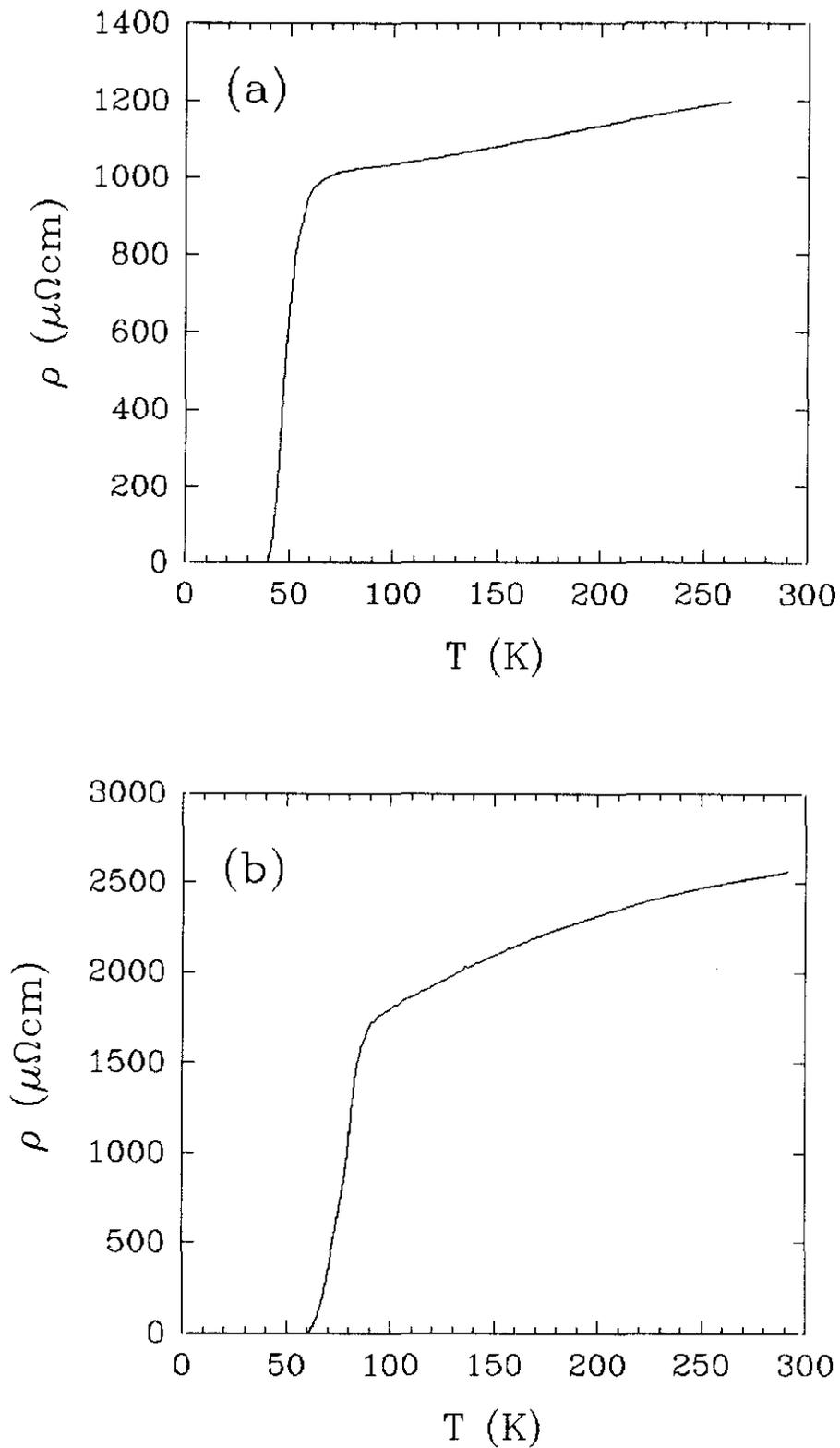


FIGURA 4.26: Resistividad en función de la temperatura para (a) una superred (152 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA}$ SrTiO_3) eje-c sobre $\text{LaAlO}_3(100)$. (b) una superred (230 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA}$ SrTiO_3) eje-c sobre $\text{SrTiO}_3(100)$.

4.4 Conclusiones

En resumen, se han crecido por pulverización catódica distintos tipos de películas delgadas y multicapas superconductoras de alta temperatura crítica, que se han caracterizado fundamentalmente mediante la difracción de rayos X y las transiciones en resistividad.

Se pueden obtener películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ ya sea con orientación eje-c o eje-a, dependiendo de las condiciones de temperatura y presión parcial de oxígeno durante la deposición. Para el crecimiento de las láminas eje-a se emplea un método de dos pasos en la temperatura que, además, puede optimizarse mediante la utilización de Eu como tierra rara. Los resultados de difracción de rayos X permiten comprobar que las muestras presentan un único tipo de orientación y son altamente texturadas (con anchura de las curvas *rocking* pequeña, $\text{FWHM} \sim 0.3^\circ$ para películas eje-c y $\text{FWHM} \sim 0.2^\circ$ para películas eje-a). En ambos casos la resistividad presenta un comportamiento metálico y las temperaturas de transición son elevadas, $T_{c0} \approx 86\text{-}89\text{ K}$ y $T_{c0} \approx 82\text{-}88\text{ K}$ para las láminas eje-c y eje-a respectivamente.

Las películas eje-a poseen una microestructura característica que se puede observar por microscopía electrónica de transmisión. Consiste en dominios irregulares de unos 200 \AA de tamaño, separados por fronteras de 90° , que se forman durante el crecimiento al poder alinearse el eje *c* del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con cualquiera de las dos direcciones principales del sustrato cúbico de $\text{SrTiO}_3(100)$.

Se han fabricado también superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tanto con orientación eje-c como eje-a con condiciones de deposición similares a las películas simples. En los difractogramas de rayos X aparecen satélites de ángulo alto originados por la periodicidad adicional de la estructura de superred. Las posiciones de estos picos permiten calcular la longitud de modulación de las superredes, que concuerda muy bien con los espesores nominales programados durante el crecimiento. Asimismo, se encuentra que la coherencia en la modulación se mantiene, al menos, en longitudes del orden de cinco bicapas. Ambos tipos de superredes presentan transiciones

superconductoras, aunque tanto la resistividad en estado normal como la temperatura de transición se ven modificadas por la presencia de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, hecho que afecta de un modo más importante a las superredes eje-a en las que los planos de CuO_2 están compartidos por las capas de Eu y Pr.

Finalmente, hemos crecido superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$, de las que no existían resultados previos en la literatura. En primer lugar, hemos realizado la deposición de películas simples de SrTiO_3 y de bicapas y tricapas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ sobre $\text{LaAlO}_3(100)$ para caracterizar el crecimiento de este sistema. A continuación, hemos obtenido las superredes sobre distintos sustratos ($\text{LaAlO}_3(100)$ y $\text{SrTiO}_3(100)$) y, tanto con orientación eje-c como eje-a, en condiciones de deposición parecidas a las láminas simples. Las muestras tienen buenas propiedades cristalinas, como se desprende de la presencia de satélites de superred y picos de ángulo bajo en el espectro de rayos X, y todas ellas presentan una buena longitud de coherencia en la modulación perpendicular al sustrato. Para las superredes con orientación eje-c existe transición superconductoras en resistividad, aunque también se ve afectada por la presencia de las capas aislantes.

Bibliografía

- [1] M. A. Beno, L. Soderholm, D. W. Capone II, D. G. Hinks, J. D. Jorgensen, J. D. Grace, I. K. Schuller, C. U. Segre y K. Zhang, Appl. Phys. Lett. **51**, 57 (1987).
- [2] ver por ejemplo A. P. Malozemoff en *Physical Properties of High Temperature Superconductors*, ed. D. M. Ginsberg (World Scientific, 1989).
- [3] L. P. Lee, K. Char, M. S. Colclough, y G. Zaharchuk, Appl. Phys. Lett. **59**, 3051 (1991).
- [4] J. S. Martens, A. Pance, K. Char, L. Lee, S. Whiteley, y V. M. Hietala, Appl. Phys. Lett. **63**, 1681 (1993).
- [5] N. Missert, T. E. Harvey, R. H. Ono y C. D. Reinstsema, Appl. Phys. Lett. **63**, 1690 (1993).
- [6] L. P. Lee, M. Teepe, V. Vinetskiy, R. Cantor y M. S. Colclough, Appl. Phys. Lett. **66**, 3059 (1995).
- [7] J. B. Barner, C. T. Rogers, A. Inam, R. Ramesh y S. Bersey, Appl. Phys. Lett. **59**, 742 (1991).
- [8] H. Sato, H. Akoh y S. Takada, Appl. Phys. Lett. **64**, 1286 (1994).
- [9] M. J. Burns, K. Char, B. F. Cole, W. S. Ruby y S. A. Sachtjen, Appl. Phys. Lett. **62**, 1435 (1993).
- [10] J. J. Kingston, F. C. Wellstood, P. Lerch, A. Miklich y J. Clarke, Appl. Phys. Lett. **56**, 189 (1990).
- [11] K. Char, L. Antognazza y T. H. Geballe, Appl. Phys. Lett. **63**, 2420 (1993).
- [12] S. Hontsu, N. Mukai, J. Ishii, T. Kawai y S. Kawai, Appl. Phys. Lett. **63**, 1576 (1993).
- [13] C. B. Eom, A. F. Marshall, J. M. Triscone, B. Wilkens, S. S. Laderman y T. H. Geballe, Science **251**, 780 (1991).
- [14] J. M. Triscone, M. G. Karkut, L. Antognazza, O. Brunner y Ø. Fischer, Phys. Rev. Lett. **63**, 1016 (1989).
- [15] J. M. Murduck, J. L. Vicent, I. K. Schuller y J. B. Ketterson, J. Appl. Phys. **62**, 4216 (1987).

-
- [16] P. R. Broussard y T. H. Geballe, Phys. Rev. B **37**, 68 (1988)
- [17] D. Neerinck, K. Temst, C. van Haesendonck, Y. Bruynseraede, A. Gilabert e I. K. Schuller, Phys. Rev. B **43**, 8676 (1991).
- [18] J. Colino, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense (1993).
- [19] J. I. Martín, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense (1995).
- [20] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Thin Solid Films (en prensa).
- [21] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort y J. Z. Liu, Phys. Rev. Lett. **62**, 1908 (1989).
- [22] R. Beyers y T. M. Shaw, Solid State Phys. **42**, 135 (1989).
- [23] R. H. Hammond y R. Bormann, Physica C **162-164**, 703 (1989).
- [24] A. Inam, M. S. Hedge, X. D. Wu, T. Venkatesan, P. England, P. F. Miceli, E. W. Chase, C. C. Chang, J. M. Tarascon y J. B. Watchman, Appl. Phys. Lett. **53**, 908 (1988).
- [25] C. B. Eom, J. Z. Sun, K. Yamamoto, A. F. Marshall, K. E. Luther, T. H. Geballe y S. S. Laderman, Appl. Phys. Lett. **55**, 595 (1989).
- [26] A. Fartash, I. K. Schuller y J. Pearson, J. Appl. Phys. **67**, 2524 (1990).
- [27] C. Blue y P. Boolchand, Appl. Phys. Lett. **58**, 2036 (1991).
- [28] S. Chromik, B. Wuyts, I. Vavra, A. Rosova, F. Hanic, S. Benacka e Y. Bruynseraede, Physica C **226**, 153 (1994).
- [29] S. E. Babcock, X. Y. Cai, D. L. Kaiser y D. C. Larbalestier, Nature **347**, 167 (1990).
- [30] T. Terashima, Y. Bando, K. Ijima, K. Yamamoto y K. Hirata, Appl. Phys. Lett. **53**, 2232 (1988).
- [31] J. Z. Wu, P. Y. Hsieh, A. V. McGuire, D. L. Schmidt, L. T. Wood, Y. Shen y W. K. Chu, Phys. Rev. B **44**, 12643 (1991).
- [32] C. B. Eom, A. F. Marshall, Y. Suzuki, B. Boyer, R. F. W. Pease y T. H. Geballe, Nature **353**, 544 (1991).
- [33] C. B. Eom, A. F. Marshall, S. S. Laderman, R. D. Jacowitz y T. H. Geballe, Science **249**, 1549 (1990).
- [34] O. Nakamura, J. Guimpel, F. Sharifi, R. C. Dynes e I. K. Schuller, Appl. Phys. Lett.

61, 2598 (1992).

[35] J. Colino, M. A. González, J. I. Martín, M. Vélez, D. Oyola, P. Prieto y J. L. Vicent, Phys. Rev. B 49, 3496 (1994).

[36] E. Sodtke y H. Münder, Appl. Phys. Lett. 60, 1630 (1992).

[37] A. Inam, C. T. Rogers, R. Ramesh, K. Remsching, L. Farrow, D. Hart, T. Venkatesan y B. Wilkens, Appl. Phys. Lett. 57, 2484 (1990).

[38] M. Mukaida y S. Miyazawa, J. Appl. Phys. 71, 1209 (1993).

[39] Z. Tomkowicz, A. Szytula y K. Wojciechowski, Supercond. Sci. Technol. 5, 373 (1992).

[40] J. L. MacManus-Driscoll, J. A. Alonso, P. C. Wang, T. H. Geballe y J. C. Bravman, Physica C 232, 288 (1994).

[41] Z. Trajanovic, I. Takeuchi, P. A. Warburton, C. J. Lobb y T. Venkatesan, Appl. Phys. Lett. 66, 1536 (1995).

[42] A. F. Marshall y C. B. Eom, Physica C 207, 239 (1993).

[43] Y. Zhu, J. M. Zuo, A. R. Moodenbaugh y M. Suenaga, Phil. Mag. A 70, 969 (1994).

[44] C. S. L. Chun, G. Zheng, J. L. Vicent e I. K. Schuller, Phys. Rev. B 29, 4915 (1984).

[45] I. Banerjee, Q. S. Yang, C. M. Falco e I. K. Schuller, Solid State Commun. 41, 805 (1982).

[46] J. M. Triscone, Ø. Fischer, O. Brunner, L. Antognazza, A. D. Kent y M. G. Karkut, Phys. Rev. Lett. 64, 804 (1990).

[47] Q. Li, X. X. Xi, D. Wu, A. Inam, S. Vadlamannati, W. L. Mclean, T. Venkatesan, R. Ramesh, D. M. Hwang, J. A. Martinez y L. Nazar, Phys. Rev. Lett. 64, 3086 (1990).

[48] D. H. Lowndes, D. P. Norton y J. D. Budai, Phys. Rev. Lett. 65, 1160 (1990).

[49]] L. Soderholm, K. Zhang, D. G. Hinks, M. A. Beno, J. D. Jorgensen, C. U. Segre e I. K. Schuller, Nature 328, 604 (1987).

[50] E. E. Fullerton, J. Guimpel, O. Nakamura, e I. K. Schuller, Phys. Rev. Lett. 69, 2859 (1992).

[51] G. Liu, G. Siong, G. Li, G. Lian, K. Wu, S. Liu, J. Li y S. Yang, Phys. Rev. B 49,

15287 (1994).

[52] O. Brunner, L. Antognazza, J. M. Triscone, L. Miéville y Ø. Fischer, Phys. Rev. Lett. **67**, 1354 (1991).

[53] G. Jakob, P. Przyslupski, C. Stölzel, C. Tomé-Rosa, A. Walkenhorst, M. Schmitt y H. Adrian, Appl. Phys. Lett. **59**, 1626 (1991).

[54] V. V. Metlusko, G. Guntherodt, V. V. Moschakov, C. M. Fu, Y. Bruynseraede, G. Jakob, T. Hahn y H. Adrian, Physica B **194-196**, 2391 (1994).

[55] Y. Suzuki, J. M. Triscone, C. B. Eom, M. R. Beasley y T. H. Geballe, Phys. Rev. Lett. **73**, 328 (1994).

[56] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Phys. Rev. B **52**, R3872 (1995).

[57] I. K. Schuller, Phys. Rev. Lett. **44**, 1597 (1980).

[58] ver por ejemplo B. D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction* (Addison Wesley, 1978).

[59] W. P. Lowe, T. W. Barbee, T. H. Geballe y D. B. McWhan, Phys. Rev. B **24**, 6193 (1981).

[60] E. E. Fullerton, I. K. Schuller, H. Vanderstraeten e Y. Bruynseraede, Phys. Rev. B **45**, 9292 (1992).

[61] A. Segmüller y A. E. Blakeslee, J. Appl. Cryst. **6**, 19 (1973).

[62] K. E. Meyer, G. P. Felcher, S. K. Sinha e I. K. Schuller, J. Appl. Phys. **52**, 6608 (1981).

[63] M. T. Pérez-Frías, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense (1988).

[64] R. F. Wood, Phys. Rev. B, **50**, 13688 (1994).

[65] G. Baumgärtel, W. Hübner y K. H. Bennemann, Phys. Rev. B **46**, 8429 (1992).

[66] X. D. Wu, X. X. Xi, Q. Li, A. Inam, B. Dutta, L. DiDomenico, C. Weiss, J. A. Martinez, B. J. Wilkens, S. A. Schwarz, J. B. Barner, C. C. Chang, L. Nazar y T. Venkatesan, Appl. Phys. Lett. **56**, 400 (1990).

[67] D. P. Norton, D. H. Lowndes, S. J. Pennycook y J. D. Budai, Phys. Rev. Lett. **67**, 1358 (1991).

[68] H. Obara, M. Andersson, L. Fabrega, P. Fivat, J. M. Triscone, M. Decroux y Ø.

Fischer, Phys. Rev. Lett. **74**, 3041 (1995).

[69] R. Gross, A. Gupta, E. Olsson, A. Segmüller y G. Koren, Appl. Phys. Lett. **57**, 203 (1990).

[70] G. Jakob, V. V. Moshchalkov e Y. Bruynseraede, Appl. Phys. Lett. **66**, 2564 (1995).

[71] X. X. Xi, Q. Li, C. Doughty, C. Kwon, S. Bhattacharya, A. T. Findikoglu y T. Venkatesan, Appl. Phys. Lett. **59**, 3470 (1991).

[72] Y. Gim, C. Doughty, X. X. Xi, A. Amar, T. Venkatesan, y F. C. Wellstood, Appl. Phys. Lett. **62**, 3198 (1993).

[73] M. E. Tidjani, R. Gronsky, J. J. Kingston, F. C. Wellstood y J. C. Clarke, Appl. Phys. Lett. **58**, 765 (1991).

[74] S. Liang, C. S. Chern, Z. Q. Shi, P. Lu, A. Safari, Y. Lu, B. H. Kear y S. Y. Hou, Appl. Phys. Lett. **64**, 3563 (1994).

CAPÍTULO 5

Microestructura y propiedades de transporte en el estado mixto de láminas delgadas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a

5.1 Microestructura y propiedades de transporte en el estado normal

Debido a la anisotropía de la estructura cristalina de los superconductores de alta temperatura crítica [1], muchas de sus propiedades tanto superconductoras como en estado normal son también fuertemente anisotrópicas [2-4]. Entre ellas, la longitud coherente superconductora ξ en el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es del orden de 16 Å en la dirección paralela a los planos de CuO_2 y de 3 Å perpendicular a ellos [3]. Por este motivo, las películas delgadas con orientación eje-a, en las que los planos de CuO_2 son perpendiculares al sustrato, presentan potencialmente mejores propiedades para su aplicación en dispositivos tipo túnel que las láminas con orientación eje-c [5-7].

Sin embargo, estas películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a crecen sobre los sustratos cúbicos de $\text{SrTiO}_3(100)$ con una estructura particular [8], esquematizada en la figura 5.1, como se ha observado por distintas técnicas de caracterización estructural (Capítulo 4). Esto es, los planos de CuO_2 pueden alinearse con cualquiera de las dos direcciones preferentes del sustrato, [100] y [010], formando dominios de un tamaño característico en torno a unos 200 Å y separados por fronteras de 90°. De este modo, para poder comprender los mecanismos que gobiernan la propiedades de transporte de estas muestras, y así poder optimizarlas, es necesario tener en cuenta tanto los efectos de la anisotropía intrínseca como los introducidos por esta estructura de microdominios.

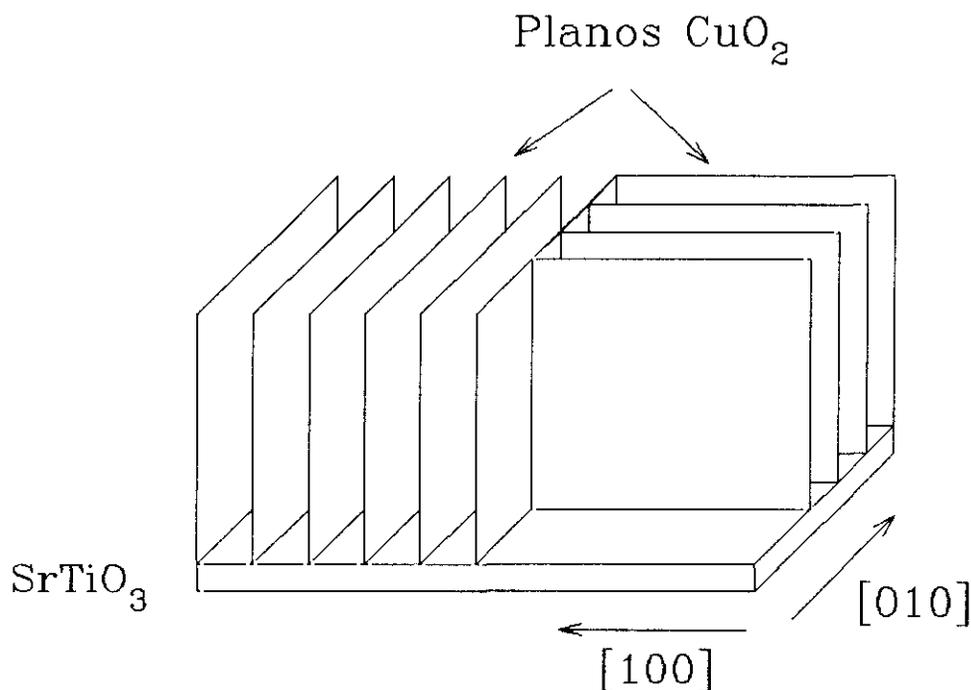


FIGURA 5.1: Esquema de la disposición de los planos de CuO_2 en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$, mostrando la estructura de dominios separados por fronteras de 90° .

En la figura 5.2 se han representado las transiciones en resistividad de dos películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ una de ellas con orientación eje-c y la otra con orientación eje-a. Como puede observarse, si bien las temperaturas de transición superconductoras son similares en ambas muestras, y en las dos la resistividad tiene un comportamiento metálico, en el caso de la película eje-a la resistividad a temperatura ambiente presenta valores en torno a $1100 \mu\Omega\text{cm}$, cuatro veces superiores a los obtenidos en la película eje-c, $250 \mu\Omega\text{cm}$. Las diferencias en la resistividad residual ρ_0 , obtenida de la extrapolación a $T=0$, son aún mayores: $\rho_0(\text{eje-a})=650 \mu\Omega\text{cm}$ y $\rho_0(\text{eje-c})=10 \mu\Omega\text{cm}$. Por su parte, la pendiente de la resistividad en estado normal es aproximadamente el doble para la película eje-a que para la eje-c, $d\rho/dT \approx 1.5 \mu\Omega\text{cm/K}$ y $d\rho/dT \approx 0.8 \mu\Omega\text{cm/K}$ respectivamente. Estas diferencias de la resistividad son, sin embargo, mucho menores a la anisotropía en la resistividad encontrada en monocristales sin maclas, $\rho_c/\rho_a=35$ medida a 275 K [9] (siendo ρ_c y ρ_a la resistividad medida a lo largo de los ejes c y a respectivamente). Por este motivo, el aumento en la resistividad de las láminas eje-a no puede ser atribuido a una contribución de conducción a lo largo del eje c , sino que

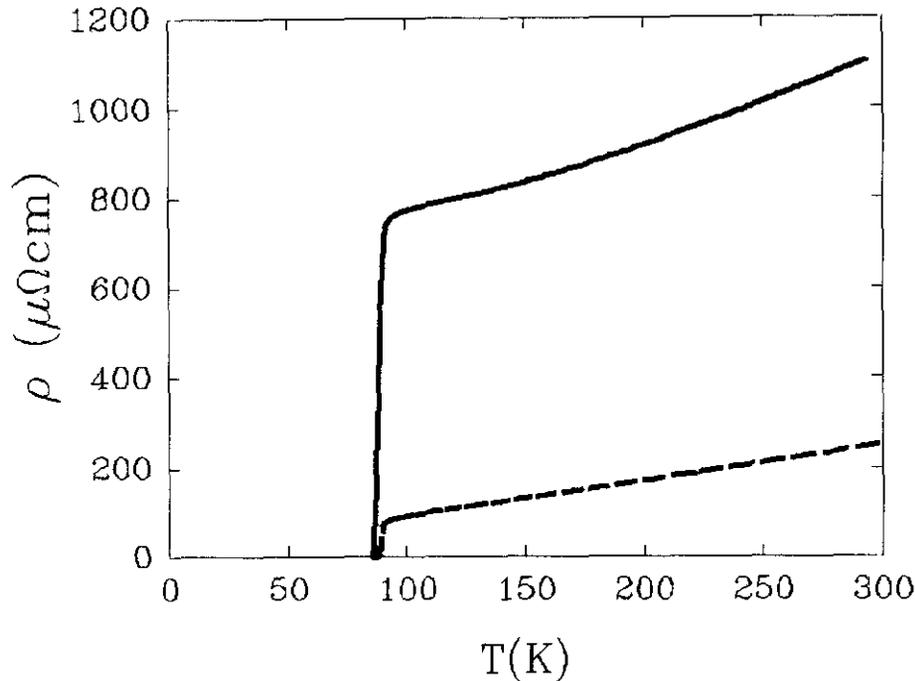


FIGURA 5.2: Resistividad en función de la temperatura para una película con orientación eje-a (línea continua) y una película eje-c (línea discontinua).

resulta más adecuado analizarla suponiendo que la corriente circula siempre a lo largo de los planos de CuO_2 , siguiendo un camino en zig-zag que, en promedio, es equivalente a la dirección de la corriente macroscópica [8]. Dentro de esta imagen la resistividad vendría dada por [10]

$$\rho(T) = \sum_{\text{fronteras}} \rho_{\text{frontera}} + P \sum_{\text{dominios}} \rho_{\text{dominio}} = \sum_{\text{fronteras}} \rho_{\text{frontera}} + P(\rho_0^i + \alpha^i T), \quad (5.1)$$

donde $\sum \rho_{\text{frontera}}$ es un término independiente de la temperatura correspondiente a la dispersión de portadores en las fronteras entre los dominios; $\rho_{\text{dominio}}(T)$ es la resistividad a lo largo de los planos de CuO_2 dentro de cada dominio y cuya dependencia con la temperatura, $\sum \rho_{\text{dominio}}(T) = \rho_0^i + \alpha^i T$, será similar a la de las láminas eje-c en las que la resistividad residual intrínseca, ρ_0^i , es relativamente baja y la pendiente, α^i , es próxima a la medida en monocristales a lo largo del plano ab ($\alpha^i = 0.6 \mu\Omega\text{cm/K}$); P es un factor geométrico mayor que la unidad para tener en cuenta el aumento del recorrido efectivo y la disminución de la sección que se produce al seguir el camino en zig-zag. Así, la

pendiente en la resistividad de las películas eje-a aumenta, $d\rho/dT=P\alpha^i$, y aparece una contribución elevada a la resistividad residual $\rho_0 = \Sigma \rho_{\text{frontera}} + P\rho_0^i$ debida a las fronteras de 90° .

En las medidas del efecto Hall en estado normal [11], el comportamiento de las láminas eje-a es similar al encontrado en monocristales con el campo magnético aplicado paralelamente a los planos de CuO_2 [2,12], esto es, $R_H = -6 \cdot 10^{-10} \text{ m}^3/\text{C}$ prácticamente independiente de la temperatura. En este caso no se observa ningún efecto de la estructura de dominios ya que, debido a las relaciones de Onsager, las componentes no diagonales del tensor conductividad, responsables del efecto Hall, sólo dependen de la dirección del campo magnético respecto a la estructura cristalina y no de la dirección de la corriente, es decir, $\sigma_{\nu\lambda}(H) = \sigma(-H)_{\lambda\nu}$.

Si bien esta imagen de conducción a lo largo de los planos de CuO_2 permite comprender el comportamiento de las películas eje-a en estado normal [8], el efecto de la microestructura en sus propiedades en el estado mixto es más complicado. Por un lado existen resultados conflictivos acerca de si el carácter de las fronteras de 90° es de uniones débiles [13] o no [14], y de cuál es su influencia sobre la corriente crítica en presencia de un campo magnético [15]. Por otra parte, también resulta interesante comprender los efectos de la anisotropía del material y la posible existencia de anclaje intrínseco [16] debido a la estructura laminar de los superconductores de alta temperatura crítica. A continuación vamos a estudiar las distintas propiedades de estas muestras en el estado superconductor: corriente crítica, fuerza de anclaje, magnetorresistencia, características I-V, etc, así como su dependencia tanto con la temperatura y con el campo magnético, y vamos a intentar analizarlas teniendo en cuenta tanto la microestructura de las películas eje-a como la anisotropía del material.

5.2 La corriente crítica sin campo magnético aplicado y las fronteras de 90°

El efecto de la microestructura resulta claramente aparente en la corriente crítica sin campo magnético aplicado de las películas eje-a. La figura 5.3 muestra la dependencia de J_c en función de la temperatura medida para varias muestras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ crecidas con orientación bien eje-a (símbolos llenos), bien eje-c (símbolos vacíos). En primer lugar podemos observar que la corriente crítica de las primeras es casi un orden de magnitud menor que en las segundas y sólo alcanza valores en el rango entre 10^5 A/cm^2 y 10^6 A/cm^2 a 4.2 K.

Cerca de la temperatura de transición $J_c(T)$ puede ser descrita de manera empírica por una ley de potencia del tipo

$$J_c(T) \propto (1-T/T_c)^n \quad (5.2)$$

que se satura a temperaturas bajas. El exponente n es ligeramente diferente para ambos

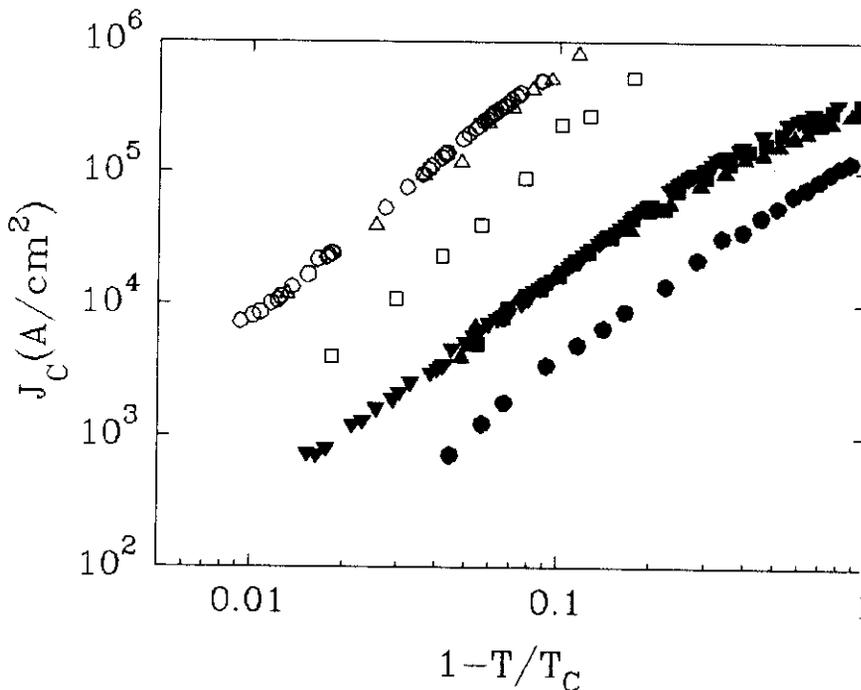


FIGURA 5.3: Corriente crítica en función de la temperatura reducida $1-T/T_c$ en escala logarítmica, para varias muestras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a ($\bullet, \blacksquare, \blacktriangle, \blacktriangledown$) y con orientación eje-c ($\circ, \square, \triangle$).

tipos de muestras, $n=1.7$ para las películas eje-a y $n=2$ para las películas eje-c [17]. Se trata de valores similares a los que aparecen en la literatura, $n \approx 1.5 \sim 2$, para muestras con orientación eje-c [18-20]. Por ejemplo, A. A. R. Fernandes *et al.* [18] han descrito un comportamiento de ley de potencia semejante, con $n=1.6$, para una gran variedad de láminas y superredes de superconductores de alta T_C con orientación eje-c, no sólo en las proximidades de la transición sino extendiéndose hasta el rango de temperaturas más bajo.

Esta reducción en los valores de corriente crítica alcanzados en las películas orientadas eje-a puede ser asociada a la presencia de las fronteras de 90° . Para comprobarlo resulta útil comparar las medidas de corriente crítica realizadas en películas con distinta textura pero en cuya microestructura exista el mismo tipo de fronteras. Por esta razón hemos representado en la figura 5.4 la corriente crítica en función de la temperatura para tres películas eje-a distintas, así como para películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ triaxiales crecidas sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(110)$ que también contienen este tipo de fronteras [21], tomando los datos de estas últimas de la referencia [22]. Hemos empleado

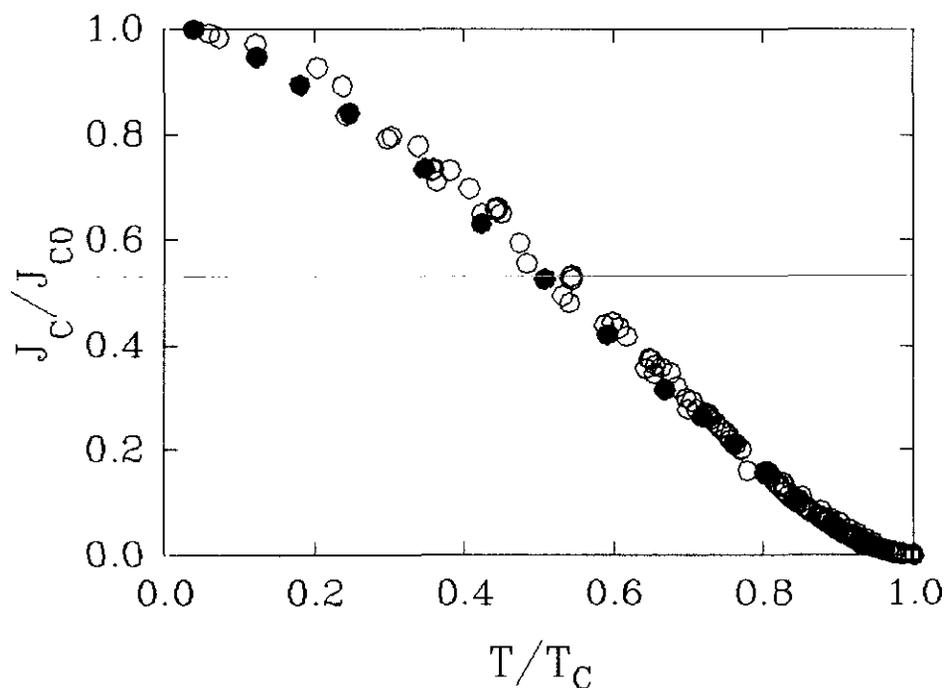


FIGURA 5.4: Dependencia de la temperatura reducida T/T_C de la corriente crítica normalizada, $J_{c0} = J_c(T=4.2\text{K})$ para tres películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a (O) y una película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(110)$ (●) tomada de la referencia [22].

variables reducidas, es decir, hemos normalizado la temperatura mediante la temperatura crítica T_c y la corriente mediante la corriente crítica a 4.2 K, $J_{c0}=J_c(H=0, 4.2K)$, para poder comparar las distintas muestras, si bien en todos los casos $J_{c0}\sim 10^6$ A/cm². Como se observa claramente todos los datos se escalan a una misma dependencia con la temperatura, que podemos considerar característica de este tipo de fronteras de 90° [17]. Esta forma general es, sin embargo, diferente de la dependencia $J_c(T)$ que presentan películas eje-c granulares crecidas sobre YSZ policristalino, donde también existen distintos tipos de fronteras, pero con ángulos variables [22].

UNIONES DÉBILES Y FRONTERAS DE GRANO

En las proximidades de una frontera entre dos granos aparecen un serie de defectos asociados a las tensiones de la frontera que pueden degradar el material superconductor [23-25]. En el caso de las fronteras de 90°, dentro del marco de la teoría de quasi coincidencia de sitios de red (near Coincidence Lattice Site) [25], se trata de fronteras de baja energía, puesto que al ser $a\approx b\approx c/3$ son de tipo $\Sigma 3$. Por este motivo no existen dislocaciones asociadas a la frontera [24], pero sí hay variaciones en el contenido de oxígeno en las proximidades de esta para poder ajustar los cocientes entre los parámetros de red $a^2:b^2:c^2$ a valores racionales y conseguir la mayor coincidencia posible de sitios de red de ambos granos en la frontera [25]. De este modo se puede considerar, en general, la frontera de grano como una estructura formada por dos bloques superconductores separados por una pequeña lámina de material no superconductor, es decir, una unión débil, ya sea aislante (SIS), metálico (SNS) o superconductor de temperatura crítica más baja (SS'S). La dependencia de la corriente crítica con la temperatura puede permitimos diferenciar entre los distintos tipos de uniones débiles [26].

En primer lugar, la dependencia de la corriente crítica para una unión tipo SIS vendría descrita por la expresión de Ambegaokar-Baratoff [27]

$$I_0(T) = (\pi\Delta(T)/2eR_n) \tanh(\Delta(T)/\kappa_B T), \quad (5.3)$$

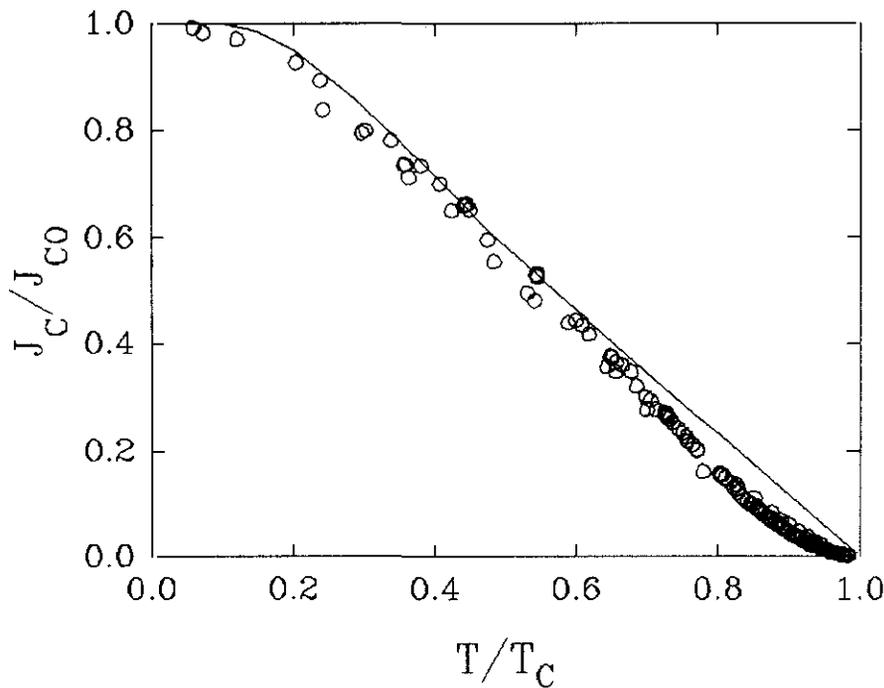


FIGURA 5.5: Ajuste de la dependencia de la corriente crítica en función de la temperatura en variables reducidas para las películas eje-a (O) a un modelo de unión débil tipo SIS, ecuación (5.3), tomando $\Delta(T)$ tipo BCS y $\Delta(0)=5\text{meV}$ (línea continua).

donde $\Delta(T)$ es la zanja de energía superconductor dependiente de la temperatura y R_n es la resistencia en estado normal de la unión. En la figura 5.5 hemos representado la dependencia predicha por la ecuación (5.3), tomando $\Delta(T)$ del tipo BCS con un valor de $\Delta(0)=5\text{ meV}$ similar a los obtenidos en otros tipos de fronteras en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\Delta(0)\approx 5\text{ meV}$) [28], junto con los datos correspondientes a las películas eje-a. Como se puede observar existe una clara discrepancia para temperaturas próximas a la transición, ya que la expresión (5.3) da lugar a una dependencia lineal con la temperatura, en desacuerdo con lo encontrado experimentalmente.

Otra posibilidad podría ser que se tratase de uniones tipo SNS. En este caso, debido al efecto de proximidad [29], algunos pares de Cooper se difunden en el interior del metal normal, dando lugar a un parámetro de orden finito que decae en una distancia del orden de ξ_N , que se conoce como la longitud coherente normal y depende de la temperatura como

$$\xi_N(T) = (\hbar D / 2\pi\kappa_B T)^{1/2} \approx 0.58(\hbar v_F \ell / 2\pi\kappa_B T)^{1/2}, \quad (5.4)$$

donde D es el coeficiente de difusión, v_F la velocidad de Fermi y ℓ el recorrido libre medio. La corriente superfluida que puede atravesar dicha unión SNS depende de los valores de Δ a ambos lados, así como del espesor de la capa normal L , según la expresión [26]

$$I_c(T) = (\pi\Delta(T)^2 / 4e\kappa_B T) f(L/\xi_N(T)), \quad (5.5)$$

donde

$$f(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{\pi^2(2n+1)^2} \frac{(2n+1)^{1/2} x}{\sinh((2n+1)^{1/2} x)} \quad (5.6)$$

La ecuación (5.5) da lugar a una familia de curvas en función del parámetro $L/\xi_N(T_c)$, cuya dependencia con la temperatura cerca de la transición es del tipo ley de potencia como (5.2) y donde el exponente n puede variar entre 1 y 2 según el valor de este cociente, lo cual podría ser consistente con nuestros resultados. Sin embargo, como aparece en la figura 5.6 no es posible ajustar $J_c(T)$ en todo el rango de temperaturas a

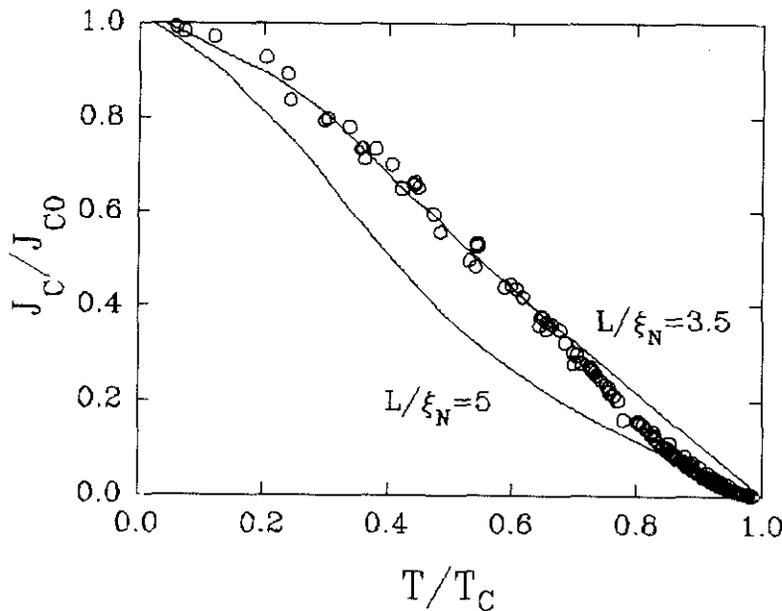


FIGURA 5.6: Ajuste de la dependencia de la corriente crítica en función de la temperatura en variables reducidas para las películas eje-a (O) a un modelo de unión tipo SNS, ecuación (5.5) [26], para dos valores del parámetro $L/\xi_N(T_c) = 3.5$ y 5 (líneas continuas).

ninguna de las curvas de la familia SNS. Si bien a baja temperatura los datos experimentales siguen mejor la curva correspondiente a $L/\xi_N(T_C)=3.5$, en la zona cercana a T_C parecen acercarse más a la correspondiente a $L/\xi_N(T_C)=5$. Por tanto, ninguno de estos dos modelos clásicos, ni el correspondiente a uniones SIS ni el de SNS, parece ser capaz de describir completamente la dependencia de la corriente crítica con la temperatura en estas muestras.

Recientemente se han propuesto distintas modificaciones a la ecuación (5.3) para tener mejor en cuenta las características de los superconductores de alta T_C . Por ejemplo, Deustcher y Müller [30] sugirieron que una disminución en el parámetro de orden superconductor Δ cerca de la frontera entre el superconductor y el aislante, debido a los valores extremadamente bajos de la longitud coherente superconductora en estos materiales, podría explicar una dependencia del tipo $J_C \propto (1-T/T_C)^2$.

Por otro lado, como Clem *et al.* [31] han indicado, en muestras donde el tamaño de grano es pequeño, puede producirse una disminución de Δ debido a la penetración de la corriente. En este caso sería necesario introducir un término de corrección a la fórmula de la corriente crítica a través de la unión $I_0(T)$ propuesta por Ambegaokar-Baratoff (5.3), de tal modo que

$$I_C(T) = I_0(T)g(\epsilon) = (\pi\Delta(T)/2eR_n)\tanh(\Delta(T)/\kappa_B T)g(\epsilon), \quad (5.7)$$

donde $g(\epsilon)$ es un factor menor o igual que la unidad y $\epsilon = E_J/2E_s$ es el cociente entre la energía de acoplo Josephson $E_J=(\hbar/2e)I_0$ y el doble de la energía de condensación superconductora de cada grano $E_s=(H_C^2/8\pi)V$. La figura 5.7 muestra el buen acuerdo obtenido del ajuste de los resultados en películas eje-a mediante la expresión (5.7), utilizando una dependencia de $\Delta(T)$ tipo BCS, $\Delta(0)=5$ meV y $\epsilon(0)=1$. Si calculamos ahora el producto $I_C R_n$, que suele emplearse para caracterizar las uniones débiles, encontramos para estos valores de los parámetros $I_C R_n = \pi/2e \cdot \Delta(0) \cdot g(1) \approx 3$ mV, que es comparable con los resultados obtenidos por Moeckly y Buhrman [13] en fronteras de 90° de plano basal (BPF) simples para aquellas fronteras con la corriente crítica más alta $J_C(4.2 \text{ K}) \geq 10^5$ A/cm². Este producto también es consistente con el estimado a partir de la curva de resistividad, $I_C R_n = J_C(0)\rho(0)d \approx 2$ mV, donde se han tomado como valores

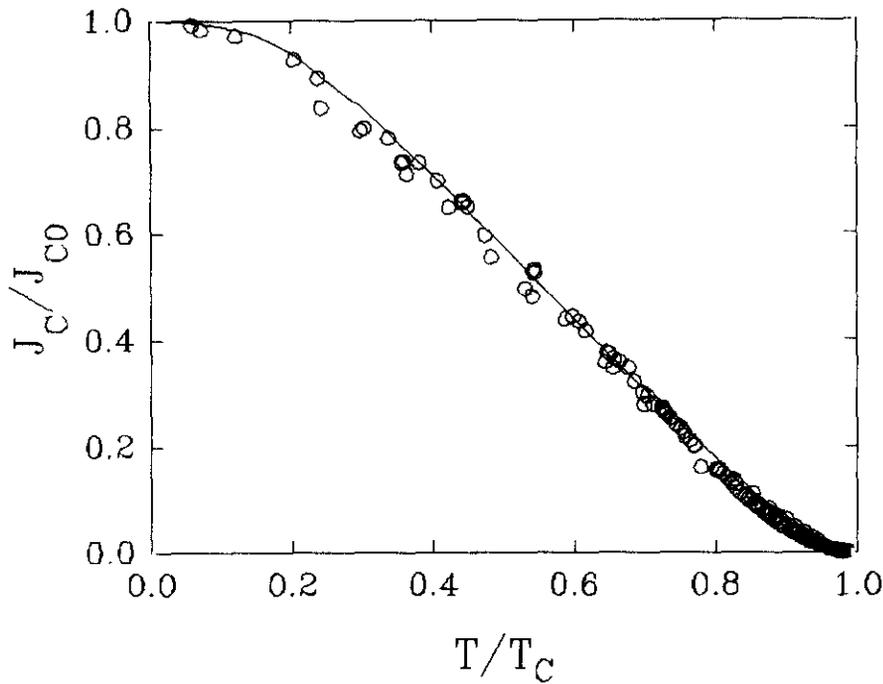


FIGURA 5.7: Ajuste de la dependencia de la corriente crítica en función de la temperatura en variables reducidas para las películas eje-a (O) a un modelo de unión tipo SIS, modificado para tener en cuenta la disminución del parámetro de orden debido a la corriente, ecuación 5.7 [31] (línea continua). Los parámetros del ajuste son $\Delta(0)=5\text{meV}$ y $\epsilon(0)=1$.

típicos de estas muestras $J_c(0)=10^6 \text{ A/cm}^2$, $d = 200 \text{ \AA}$ y $\rho(0)=800 \mu\Omega\text{cm}$. El valor del parámetro $\epsilon(0)=1$ obtenido indica que, efectivamente, la corriente puede penetrar de manera importante en los dominios, lo cual es razonable en vista de que el tamaño de estos, en torno a unos 200 \AA , es mucho menor que la longitud de penetración ($\lambda(0)=1300 \text{ \AA}$ [4]).

En resumen, podemos decir que la corriente crítica sin campo magnético aplicado en estas películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con orientación eje-a, tanto su valor absoluto como su dependencia en función de la temperatura, parece estar determinada por las fronteras de 90° presentes en su microestructura. Estas fronteras pueden ser descritas como uniones Superconductor/Aislante/Superconductor si se tiene en cuenta la reducción del parámetro de orden en cada dominio, debido a la penetración de la corriente en su interior.

5.3 Corriente crítica en presencia del campo magnético: anclaje de flujo magnético

A continuación hemos investigado el papel jugado por la microestructura en las propiedades de las películas eje-a en presencia de un campo magnético. En la figura 5.8 podemos ver la dependencia de la corriente crítica en función del campo magnético, aplicado perpendicularmente al plano de la lámina, para dos películas delgadas a la misma temperatura reducida $t=T/T_C=0.9$; una de ellas es una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a mientras que la otra es una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ eje-c, en donde no existen fronteras de 90° y la corriente crítica está determinada por el anclaje de flujo magnético [32]. Aunque hay un orden de magnitud de diferencia en los valores absolutos de J_C , como ya se observó en el apartado anterior, la dependencia con el campo magnético es muy similar en ambos casos, y J_C no decae fuertemente hasta campos de 30 kOe incluso a esta temperatura relativamente alta.

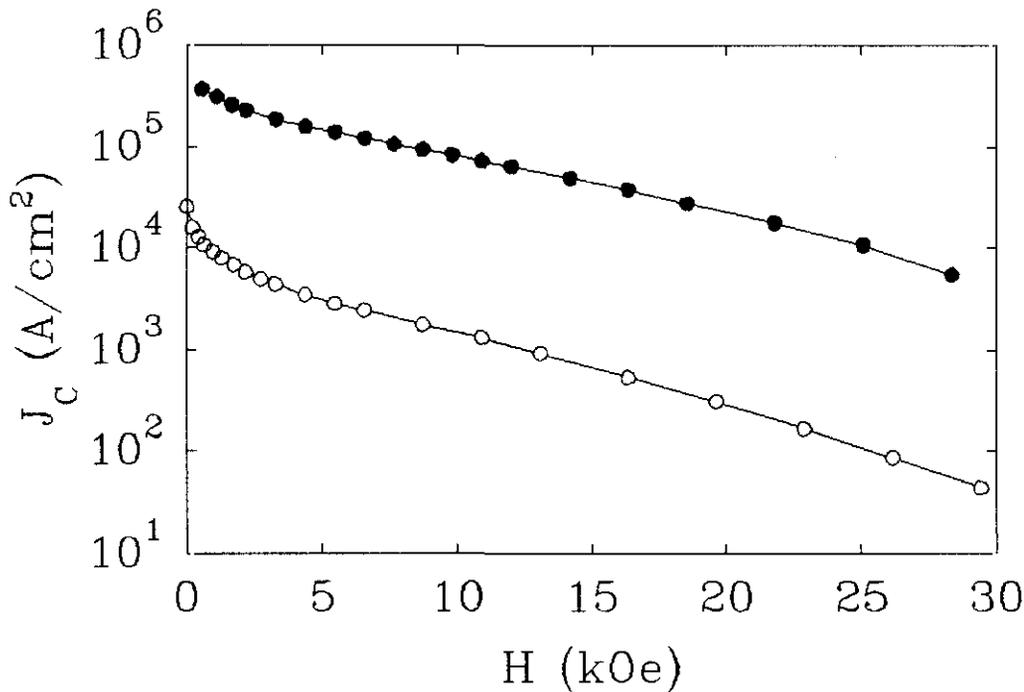


FIGURA 5.8: Corriente crítica en función del campo magnético a $T=0.9T_C$ para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a (O) y una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ eje c (●).

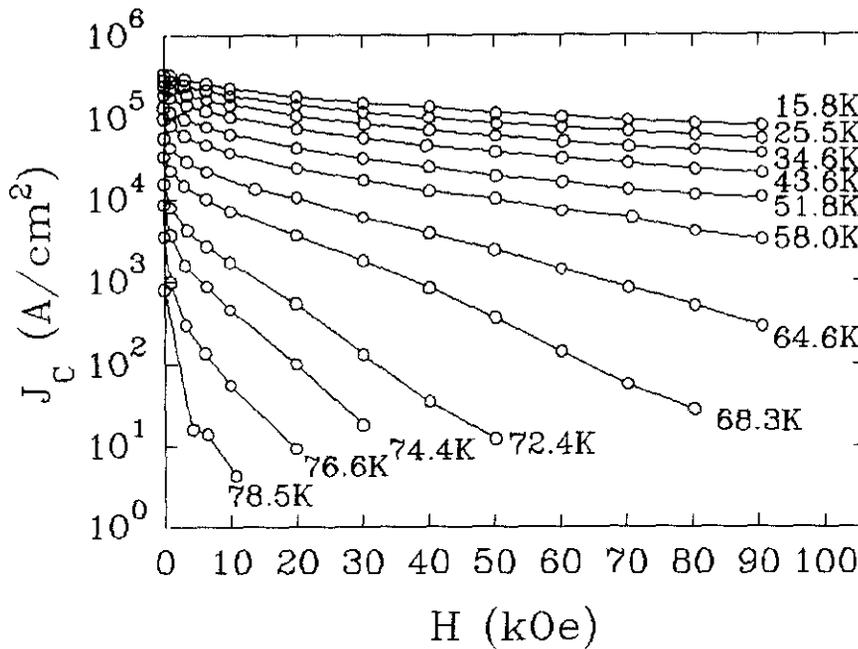


FIGURA 5.9: Corriente crítica en función del campo magnético de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a, medida a distintas temperaturas constantes.

En la figura 5.9 se muestran los resultados de la medida de la corriente crítica en función del campo magnético a distintas temperaturas correspondientes a una lámina orientada eje-a. Como podemos ver, especialmente en el rango de baja temperatura, la corriente crítica no se ve fuertemente afectada por campos magnéticos de hasta 90 kOe.

Si la corriente crítica con campo magnético aplicado estuviera limitada por uniones débiles, podríamos esperar que se hubiera degradado claramente en campos magnéticos relativamente débiles, como se observa en la figura 5.10 para un bicristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con una frontera de 22° tomada de la referencia [23]. Cabe señalar que en una unión débil J_c decae para campos del orden de H_j , que es el campo característico para la penetración de un cuanto de flujo Φ_0 en las fronteras, $H_j = \Phi_0/A$ (donde A es el área de contacto entre dos dominios y que se puede escribir como $A = 2d\lambda$, considerando que el campo penetra en una franja de anchura 2λ en una frontera de longitud d). En las películas eje-a se puede estimar $H_j \approx 3$ kOe, considerando como tamaño típico de los dominios $d = 200 \text{ \AA}$. Este es un campo demasiado pequeño para explicar los datos de la figura 5.9 donde, dependiendo de la temperatura, la corriente crítica sigue alcanzando

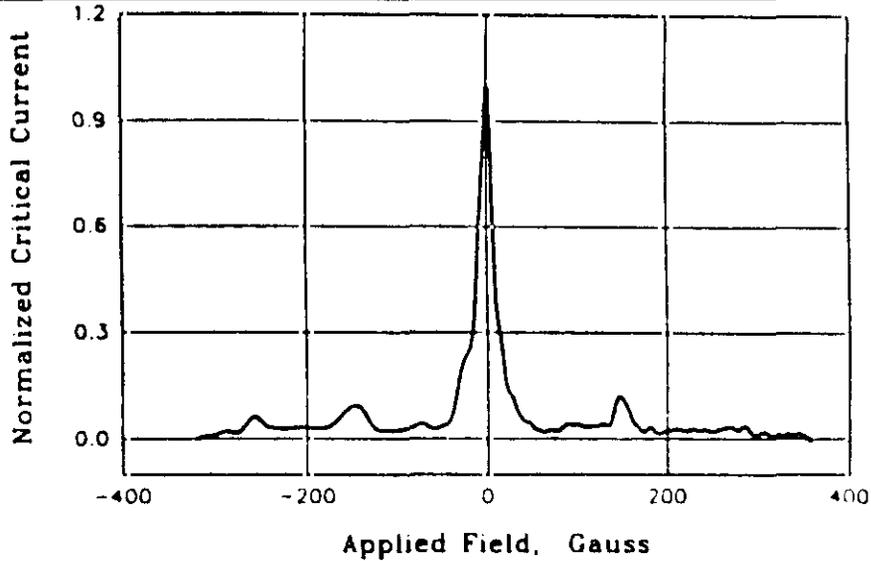


FIGURA 5.10: Corriente crítica en función del campo magnético para un bicristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con una frontera de 22° , que ilustra el comportamiento de una unión débil en presencia de un campo magnético. Tomado de la referencia [23].

valores elevados en campos de 90 kOe. Por este motivo, hemos intentado explorar el papel jugado por el anclaje de flujo magnético en el comportamiento de la corriente crítica en función del campo.

FUERZA DE ANCLAJE Y RELACIONES DE ESCALA

El anclaje de flujo en un superconductor de tipo II proviene de la interacción de los vórtices con los defectos en el material. Se puede definir una fuerza de anclaje por unidad de volumen F_p , que es igual a la fuerza de Lorentz por unidad de volumen cuando se alcanza la corriente crítica, $F_L = J_C \times B/c$, y que, por tanto, puede obtenerse de manera directa a partir de las medidas de corriente crítica. Es bien conocido, tanto en el caso de los superconductores clásicos [33, 34] como en los de alta temperatura crítica [32, 35], que, en general, la fuerza de anclaje sigue leyes de escala del tipo

$$F_p = C(T)f(h), \quad (5.8)$$

donde $C(T)$ es un factor que sólo depende de la temperatura y $f(h)$ es una función que depende del campo magnético reducido $h = H/H_{C2}$. Esta función $f(h)$ se hace cero para $h=0$ y $h=1$, y tiene un máximo para algún valor intermedio h_p , aunque su forma es muy sensible a la microestructura [36]. De este modo, en una representación de la fuerza de

anclaje en función del campo magnético en variables reducidas, todas las curvas correspondientes a las distintas temperaturas deben escalar a una única función que depende tan sólo del mecanismo de anclaje que esté actuando. En el caso de los superconductores de alta temperatura, en los que existe una línea de irreversibilidad por debajo de $H_{C2}(T)$ donde J_C se hace cero, el escalaje del campo magnético suele realizarse sustituyendo H_{C2} , o bien por el campo en el que se produce el máximo en la fuerza de anclaje H_{max} [35], o bien por algún otro valor de campo H^* característico de la curva $F_p(H)$ que podría estar relacionado, por ejemplo, con la línea de irreversibilidad, de modo que H^* se definiría por $F_p(H^*)=0$ [32]. Así pues, en la figura 5.11a se han representado los datos de la fuerza de anclaje en función del campo magnético de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ eje-c, en el rango de temperaturas $T < 0.9T_C$, normalizando todas las curvas mediante la fuerza de anclaje máxima para cada temperatura F_{Pmax} y su correspondiente campo magnético H_{max} , esto es, F_p/F_{Pmax} frente a H/H_{max} , y, como puede verse, siguen una ley de escala similar a otros resultados en la literatura para este tipo de muestras [32].

Por su parte, para analizar la posible influencia del anclaje de flujo en los resultados de películas con orientación eje-a, hemos realizado también una de estas representaciones en variables reducidas para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a (Figura 5.11b). Se trata de la muestra cuyos datos de $J_C(H)$ aparecían en la figura 5.9, y se han incluido todas las curvas en el rango de temperatura $T < 0.8T_C$. Como puede observarse, efectivamente, todos los datos se escalan a una única función independiente de la temperatura, y cuya forma parece muy similar a la obtenida para la lámina eje-c de la figura 5.11a.

Una comparación más directa de los resultados en los distintos tipos de películas se ha realizado en la figura 5.12, en la que se han superpuesto los resultados del escalaje de la fuerza de anclaje para tres láminas eje-a diferentes junto con los de varias otras películas con orientación eje-c, tanto medidos por nosotros, como tomados de la literatura [32, 37]. La coincidencia encontrada entre todas las muestras es importante por dos motivos; en primer lugar porque nos asegura que tanto la existencia de escalaje en

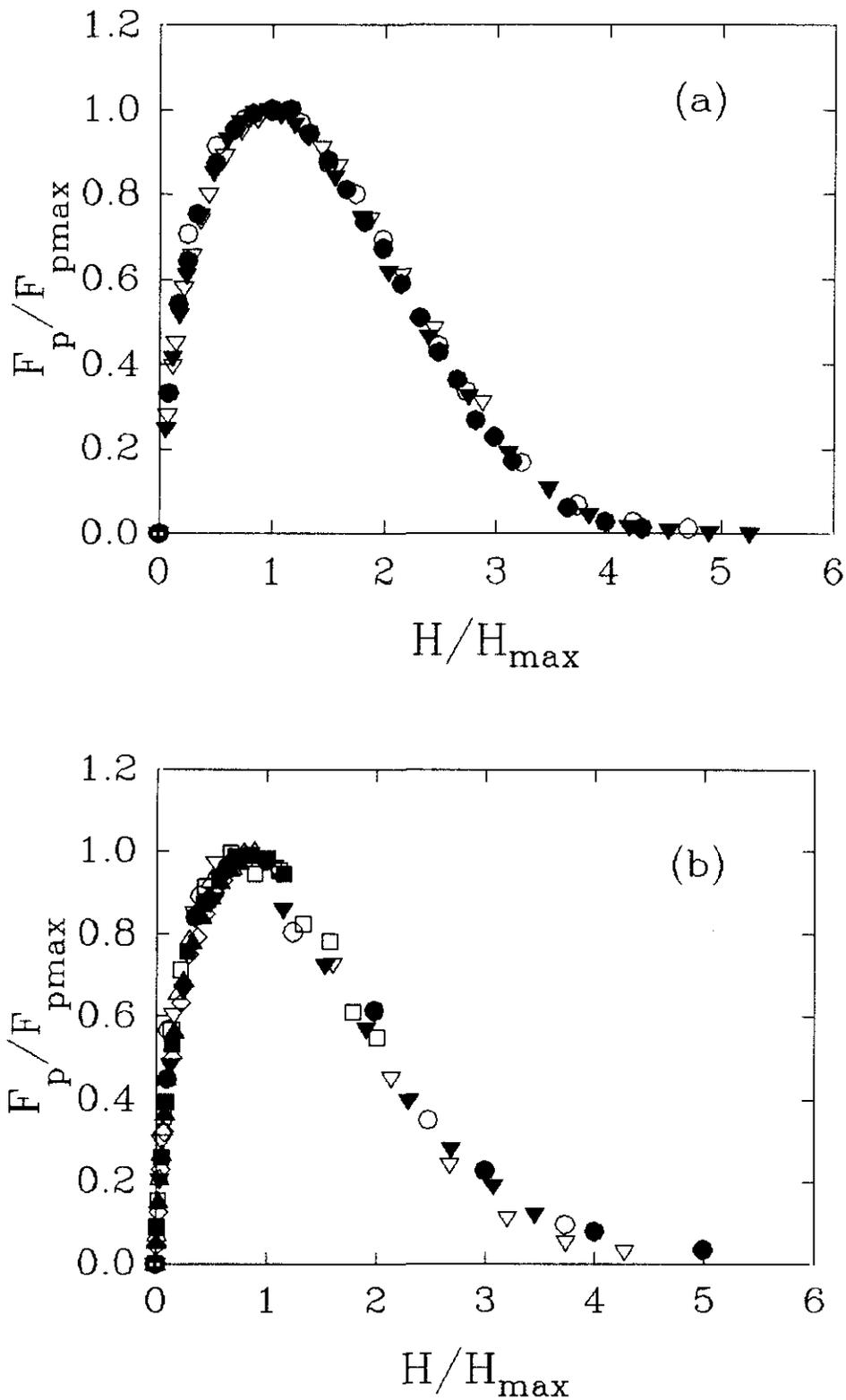


FIGURA 5.11: Dependencia de la fuerza de anclaje en función del campo magnético en variables reducidas para (a) una película eje-c (○ 80.6K, ● 79.1K, ▽ 78.0K, ▾ 77.0 K) y (b) una película eje-a (○ 74.4K, ● 72.4K, ▽ 68.3K, ▾ 64.6 K, □ 58.0K, ■ 51.8K, △ 43.6K, ▲ 34.6K, ◇ 25.5K, ◆ 15.8K).

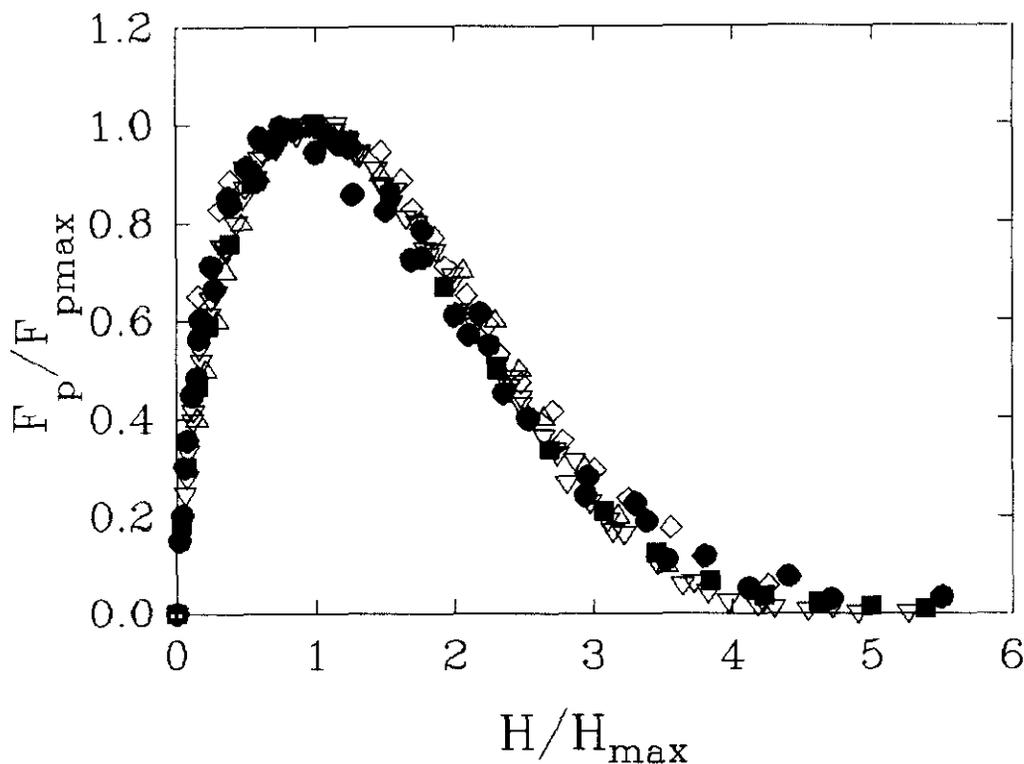


FIGURA 5.12: Dependencia de la fuerza de anclaje en variables reducidas para: películas eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ (\bullet , \blacksquare , \blacktriangledown), películas eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ (\blacktriangledown), $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ (\diamond) ref. [32], $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ (\triangle) ref. [37].

las láminas eje-a como la forma de la función característica no son algo fortuito, sino que describen bien el comportamiento intrínseco del sistema; además, sugieren que el mecanismo de anclaje que limita la corriente crítica debe ser el mismo en las películas eje-a que en las eje-c, a pesar de las diferencias en la microestructura.

Hay que mencionar, antes de estudiar un poco más en detalle los resultados del escalaje, que estas relaciones de escala no se mantienen para todas las temperaturas medidas, de ahí la limitación en el rango incluido en las gráficas 5.11 y 5.12, sino que se rompen en las proximidades de la transición, como se puede observar en la figura 5.13 para una película eje-a. Para temperaturas superiores a $0.8T_c$, en todas las láminas orientadas eje-a medidas en este estudio [17], el decrecimiento de la fuerza de anclaje a partir del máximo se hace más lento a medida que nos acercamos a T_c . Para poder comprender mejor este cambio en el comportamiento será necesario analizar primero

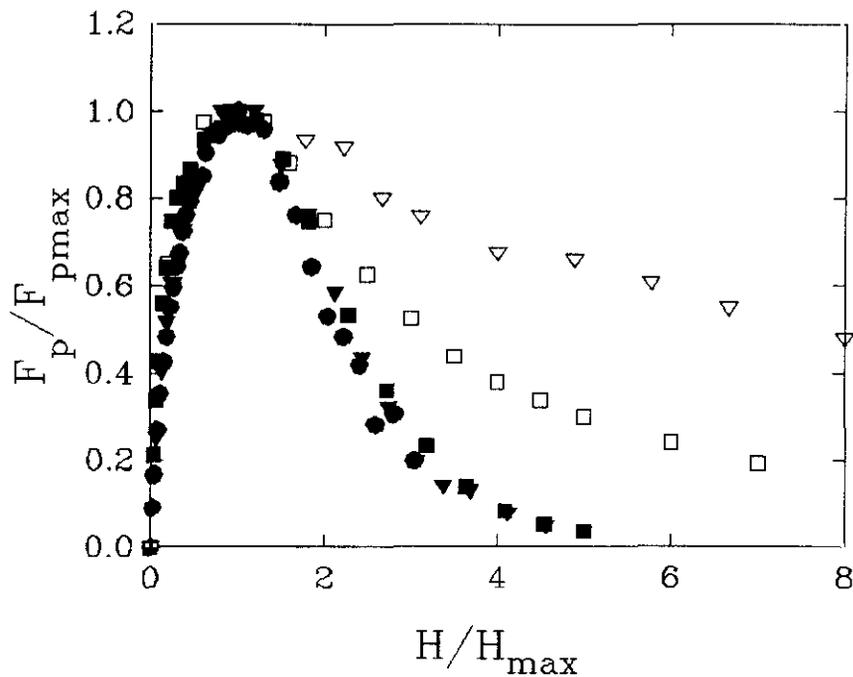


FIGURA 5.13: Dependencia de la fuerza de anclaje en función del campo magnético en variables reducidas para una película eje-a en el rango $T > 0.8T_c$ (∇ $0.95T_c$, \square $0.90T_c$, \blacksquare $0.80T_c$, \blacktriangledown $0.75T_c$, \bullet $0.70T_c$).

la zona de baja temperatura donde sí hay escalaje y, a continuación, tener en cuenta los efectos de la microestructura de las muestras al aumentar la temperatura. Hay que señalar que, en el caso de las películas eje-c, también se ha observado recientemente un efecto similar [38], pero en un rango de temperaturas más estrecho, $T > 0.9T_c$. En ambos casos la desaparición del escalaje se produce cuando la fuerza de anclaje máxima disminuye por debajo de aproximadamente 10^6 dina/cm³, lo que en las películas eje-a, cuya corriente crítica es menor, sucede para temperaturas más bajas, por lo que este cambio a un mecanismo diferente de limitación de la corriente crítica puede observarse en un rango de temperaturas más amplio.

MODELOS CLÁSICOS: DEFORMACIONES PLÁSTICAS EN LA RED DE VORTICES

Resulta, pues, interesante analizar con un poco de atención la forma general del escalaje así como los parámetros empleados para conseguirlo, ya que describen el comportamiento general de este tipo de muestras. En los superconductores de baja

temperatura [34] se solían emplear funciones de escalaje fenomenológicas de la forma

$$F_p = K(H_{C2})^m h^q (1-h)^p, \quad (5.9)$$

siendo m , p y q exponentes empíricos, de tal modo que $F_{Pmax} \propto (H_{C2})^m$ y $H_{max} \propto H_{C2}$. Entre las justificaciones teóricas a este tipo de leyes destaca la propuesta por Kramer en 1973 [39], en la que explicaba el decrecimiento de la fuerza de anclaje después del máximo por la existencia de regiones en la red de vórtices ancladas más débilmente que otras. En estas regiones los vórtices podrían ponerse en movimiento, originando disipación, mediante deformaciones plásticas en torno a las zonas fuertemente ancladas. Para que esto ocurra la tensión aplicada a la red de vórtices ha de superar un límite τ_{max} asociado con la energía elástica acumulada en esta, y que será proporcional al módulo de cizalladura c_{66} , $\tau_{max} \approx c_{66}/2\pi$. La fuerza de anclaje por unidad de volumen es, entonces,

$$F_p = K_s h^{1/2} (1-h)^2, \quad (5.10)$$

donde $K_s = C_s (H_{C2})^{5/2} / \kappa^2$ siendo κ el parámetro de Landau-Ginzburg y C_s un número del orden de la unidad que depende de la distribución de los centros de anclaje [39]. Esta teoría es independiente de la naturaleza de los centros de anclaje y debería suponer el límite máximo a la fuerza de anclaje en cualquier material en la región de campo alto. En base a este análisis, se han utilizado a menudo las llamadas representaciones de Kramer [40, 41] para obtener el campo crítico $H_{C2}(T)$ a partir de la extrapolación a cero de $H^{-1/4} F_p^{1/2}$ frente a H .

En la figura 5.14 podemos observar el ajuste a una dependencia de la forma (5.9) de los datos en películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje- a . Los exponentes obtenidos son $q=0.63$ y $p=2.25$, ligeramente diferentes a los predichos por Kramer ($q=1/2$ y $p=2$). En la figura 5.15a se ha representado la dependencia de la fuerza de anclaje máxima F_{Pmax} con H_{max} , que también parece seguir una ley de potencia del tipo $F_{Pmax} \propto (H_{C2})^m$, $m=2.48$, próximo al predicho por la ecuación (5.10). Sin embargo, los puntos correspondientes a las temperaturas más altas, esto es, fuerzas de anclaje más bajas y donde ya no se produce el escalaje, se desvían por debajo de esta relación empírica. Es interesante recordar, a la vista de esta gráfica, que, si existen dos mecanismos distintos de limitación de la

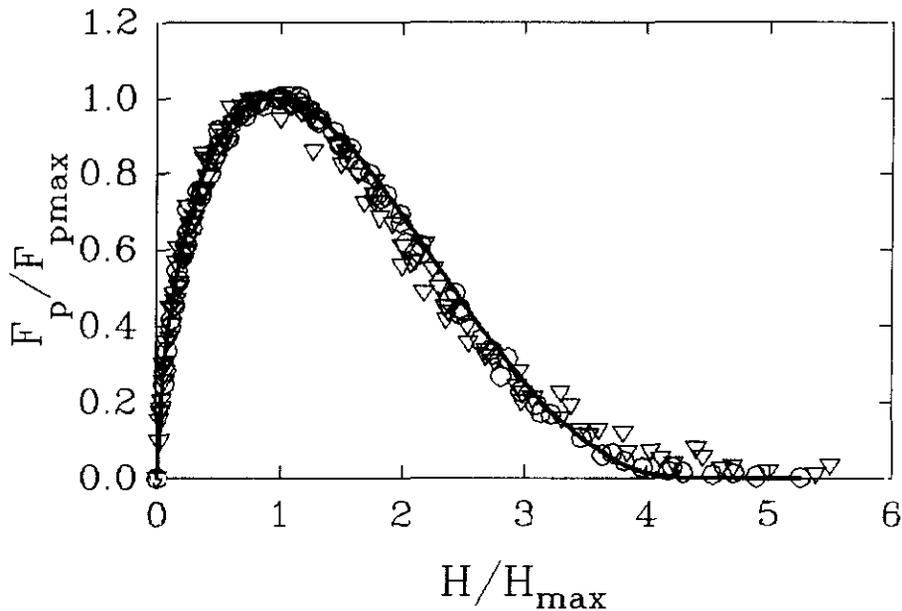


FIGURA 5.14: Ajuste de la dependencia de la fuerza de anclaje con el campo magnético de las películas eje-a (O) y eje-c (Δ) a la expresión fenomenológica (5.9), con exponentes $q=0.63$ y $p=2.25$ (línea continua).

corriente crítica el rango de campos y temperaturas en que dominará cada uno de ellos vendrá dado por aquel que produzca la corriente crítica más baja, como sugiere claramente la desviación que se observa en esta figura 5.15a.

Donde aparecen discrepancias más fundamentales con el modelo de Kramer es en la dependencia del campo de máximo H_{max} en función de la temperatura (Figura 5.15b). Esta puede ser descrita para una lámina eje-a por una expresión del tipo $H_{max}(T)=H(0) (1-T/T_C)^\alpha$, siendo $H(0)=129$ kOe y $\alpha=1.26\pm 0.01$. En el caso de la película eje-c la dependencia es similar pero con $H(0)=186$ kOe y $\alpha=1.33\pm 0.01$. En ambos casos se trata de una dependencia que no es lineal con la temperatura, como correspondería para $H_{c2}(T)$ cerca de la transición, lo que da idea de que ambos campos, $H_{max}(T)$ y $H_{c2}(T)$, describen fenómenos diferentes. Por este motivo, parece más adecuado intentar analizar los datos en términos de otro tipo de modelos que tengan en cuenta, por ejemplo, el importante papel que juega la activación térmica en estos superconductores de alta temperatura.

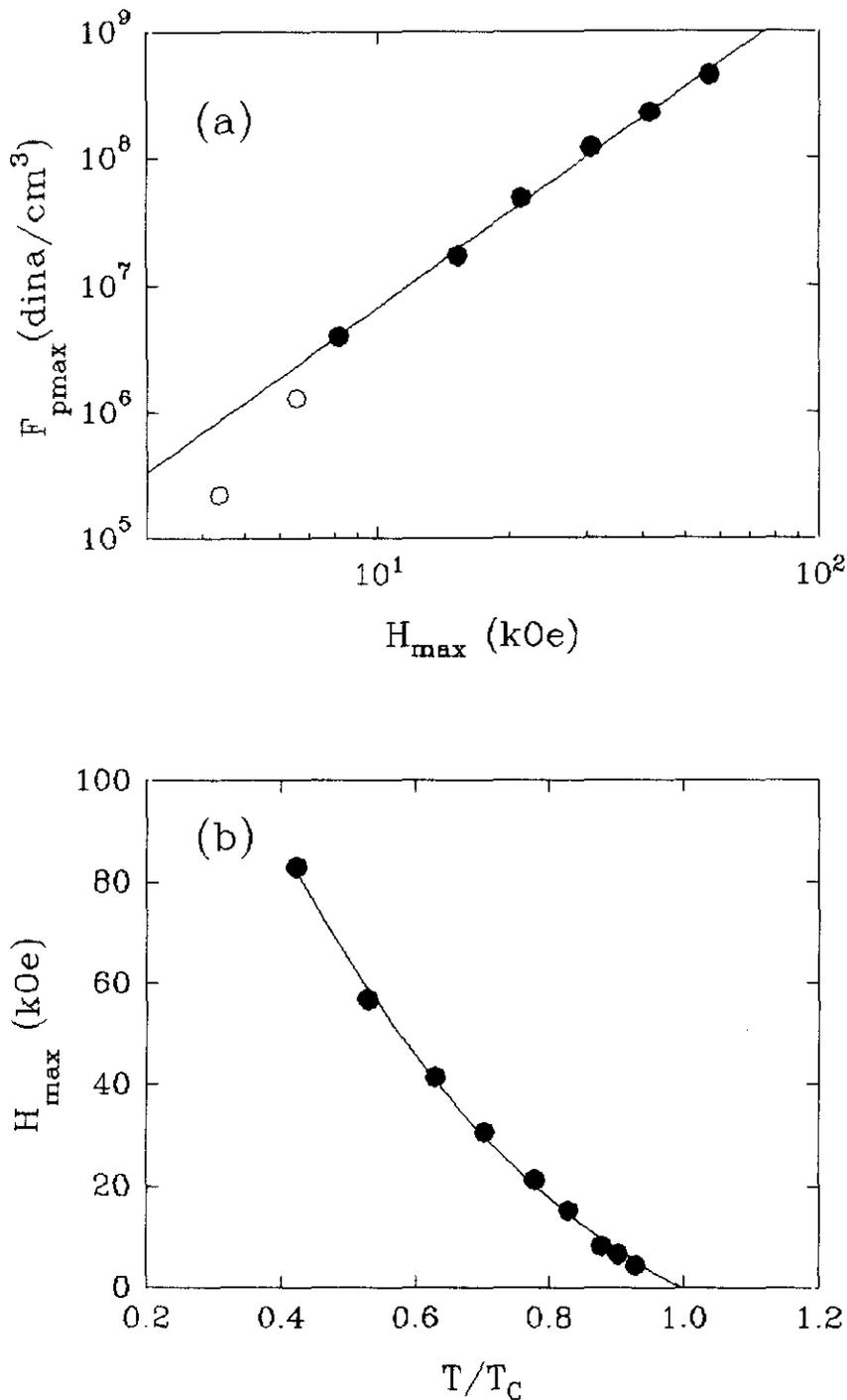


FIGURA 5.15:(a) Dependencia de la fuerza de anclaje máxima F_{pmax} en función de H_{max} para una película eje-a. Los símbolos llenos (●) corresponden a las temperaturas en las que se verifica el escalaje de la fuerza anclaje, mientras que los vacíos (○) están en el rango $T > 0.8T_c$ en el que la relación de escala ya no se cumple. La línea sólida es un ajuste a la ecuación $F_{pmax} \propto H_{max}^{2.48}$. (b) H_{max} frente a la temperatura reducida para la misma película eje a que en el panel superior. La línea continua es un ajuste a la ecuación $H_{max} \propto (1 - T/T_c)^{1.26}$.

MOVIMIENTO DE FLUJO ACTIVADO TÉRMICAMENTE

Como se puede ver en la figura 5.16, la forma de la fuerza de anclaje en la región de alto campo, $H > H_{max}$, puede ser descrita de una forma precisa por un modelo de movimiento de flujo activado térmicamente [42], esto es, *flux creep*. En este caso se considera que la disipación se produce por el movimiento de "manojos" o *bundles* de vórtices de volumen V , que pueden superar barreras de energía U por activación térmica y producen, en presencia de una corriente de transporte J , un campo eléctrico E dado por

$$E = E_0 \exp(-U/\kappa_B T) \sinh(JBV L/c\kappa_B T), \quad (5.11)$$

donde E_0 es un prefactor relacionado con la frecuencia de salto de los vórtices, B es el campo magnético y L es la distancia típica que se mueve el *bundle*. Dentro de este modelo, Hettinger *et al.* [43] han propuesto que se puede tomar $V \propto a_0 \xi \lambda$ (donde a_0 es el parámetro de red de la red de vórtices, ξ es la longitud coherente y λ la longitud de penetración de London), $U \propto V_a H_c^2 / 8\pi$ (proporcional a la energía de condensación y a $V_a \propto \xi a_0^2$ que es el volumen de la región mínima donde se produce el suceso de activación), esto es, $U = CH_c^2 \xi a_0^2 \approx U_0(T)/H$, donde C es una constante y H_c es el campo

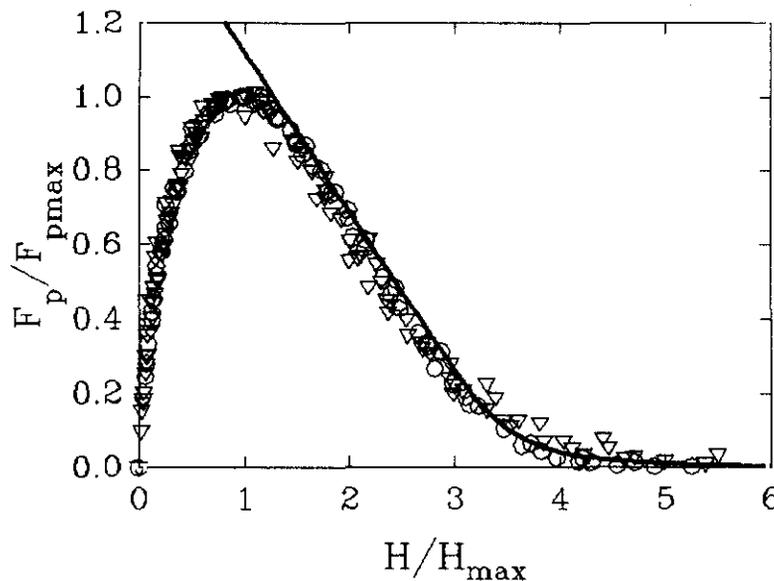


FIGURA 5.16: Ajuste de la dependencia de la fuerza de anclaje en función del campo magnético de las películas eje-a (O) y eje-c (Δ) a un modelo de movimiento de flujo por activación térmica, ecuación (5.12) (línea continua).

crítico termodinámico. Asimismo se puede asumir que la distancia L sea proporcional a a_0 . Entonces, si se define la corriente crítica J_C por un criterio de campo eléctrico E_C , se obtiene, despejando en (5.11),

$$F_p = J_C B / c = \kappa_B T / VL \sinh^{-1} [E_C / E_0 \exp(U / \kappa_B T)] \\ \approx F_{p0} H / H_0 \sinh^{-1} [E_C / E_0 \exp(H_0 / H)], \quad (5.12)$$

donde $H_0 = U_0 / \kappa_B T$ y F_{p0} engloba las distintas constantes definidas en el párrafo anterior. La línea en la figura 5.16 corresponde a un ajuste a la ecuación (5.12) con $F_{p0} = 3.57 F_{pmax}$, $H_0 = 29.6 H_{max}$ y $E_0 = 1$ nV/cm. Los valores de la energía de activación obtenidos para $H = 10$ kOe, $U(10 \text{ kOe}) = \kappa_B T H_0 / 10$, están en el rango 0.1-0.5 eV, y son similares a resultados en películas bien texturadas con orientación eje-c en el mismo rango de campos magnéticos [44]. Se trata, además, de valores claramente más elevados que los correspondientes a películas granulares ($U_{max}(10 \text{ kOe}) = 70$ meV) en las que la disipación se atribuía al movimiento de vórtices Josephson en las fronteras [22], lo que permite descartar este mecanismo. El buen acuerdo con este modelo de *flux creep* proporciona una nueva confirmación de que el anclaje de flujo magnético dentro de los dominios tiene un papel predominante en la determinación de la corriente crítica en presencia de un campo magnético en las películas con orientación eje-a.

Finalmente, podemos decir que, en las películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientadas eje-a, si bien la corriente crítica sin campo magnético estaba fundamentalmente determinada por la presencia de las fronteras de 90° (como veíamos en el apartado anterior) al aplicar un campo magnético la limitación en la corriente crítica está dada por el anclaje de flujo magnético [17], con una distribución de energías similar a la encontrada para las películas con orientación eje-c.

COMPETICIÓN ENTRE EL ANCLAJE DE FLUJO Y LA DISIPACION EN LAS FRONTERAS

Estos resultados apuntan a un carácter especial de las fronteras de 90° , que ya se había observado en experimentos en bicristales [15]. Si bien en el estudio realizado por Dimos, Chaudhari y Manhart [28] las fronteras de inclinación de ángulo alto ($\theta > 8^\circ$) en

el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ mostraban, en general, un carácter de uniones débiles, posteriormente se encontró [23] que existían algunas excepciones a esta tendencia ($\theta=13^\circ, 23^\circ, 38^\circ$ y 90°) correspondientes a las fronteras que satisfacían una relación de sitios de coincidencia de red baja, como es el caso de las fronteras de 90° ($\Sigma 3$, ver página 89). Sin embargo, aunque la corriente crítica de estas fronteras no se ve afectada fuertemente por los campos magnéticos intensos, Moeckly y Buhrman [13] han observado claramente escalones de Shapiro en las características I-V, medidas en presencia de una radiación de microondas, de uniones formadas por fronteras de inclinación de 90° , que son un signo inequívoco del acoplamiento Josephson. Asimismo, como comentábamos en el apartado 5.2, la dependencia con la temperatura de la corriente crítica en muestras eje-a, determinada por estas fronteras [17], refleja también un comportamiento de uniones SIS.

Una posible explicación a todos estos hechos aparentemente contradictorios podemos encontrarla en las ideas propuestas por Halbritter [45, 46] acerca de la estructura de las fronteras en los superconductores de alta temperatura crítica. En la frontera entre dos regiones superconductoras, debido a la relajación de la estructura y de los enlaces rotos, aparecería una capa aislante junto con una serie de defectos o estados localizados que podrían permitir el paso de la corriente a través de la frontera. Por ejemplo, las fronteras de 90° muestran una gran densidad de nanofacetas [47] que podrían corresponder a estos nanopuentes. En presencia de un campo magnético la corriente crítica de la unión se degrada por la penetración de vórtices Josephson en su interior. Sin embargo, resultados teóricos en uniones largas (de longitud $L \gg \lambda$) y con desorden [48] han mostrado que la corriente crítica puede hacerse casi independiente del campo debido al anclaje de los fluxoides Josephson en los defectos de la frontera, dependiendo de la densidad de estos en comparación con la separación entre vórtices. De esta manera, Halbritter ha propuesto [46], en general, un comportamiento de la corriente crítica de las fronteras con el campo magnético como el que se esquematiza en la figura 5.17. Es decir, a campos débiles la corriente crítica de la unión disminuye por la presencia de los fluxoides Josephson, mientras que, a alto campo, la corriente es llevada fundamentalmente por los nanopuentes y es casi independiente de H . En esta región la corriente crítica global estaría determinada por el anclaje de flujo magnético

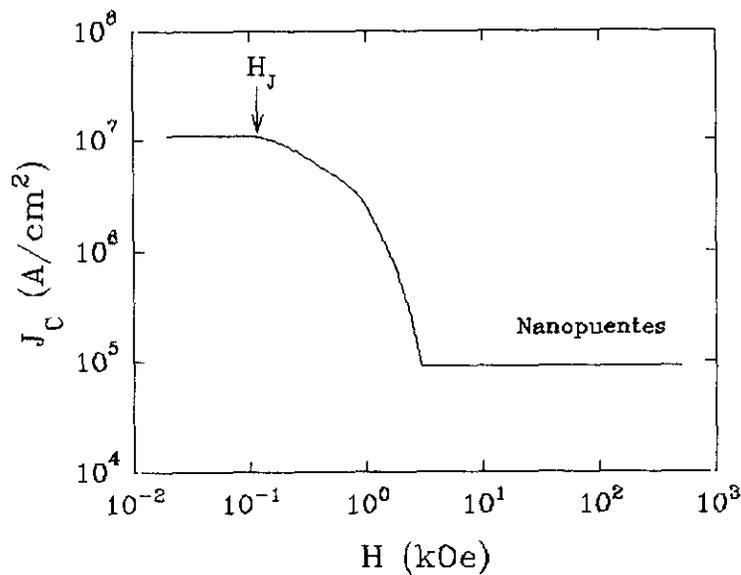


FIGURA 5.17: Esquema de la dependencia de la corriente crítica en función del campo magnético para una frontera entre dos granos de un superconductor de alta temperatura crítica, propuesta en la referencia[46]. H_j indica el campo de penetración del primer vórtice Josephson en la frontera. También se muestra la región de campo alto donde la corriente atraviesa la frontera a través de los estados localizados o nanopuentes.

dentro de cada dominio.

Resultados experimentales en películas con orientación eje-c, crecidas sobre sustratos de SrTiO_3 policristalinos [49], muestran un comportamiento de la corriente crítica similar al esquematizado en la figura 5.17 y consistente con el modelo de Halbritter [46]. En el caso de las películas eje-a, sin embargo, no se puede diferenciar de manera clara la región de campo alto de la de campo bajo pues, al ser el tamaño de los dominios menor que la longitud de penetración λ , las uniones no se pueden tratar de manera independiente. Aún así, el campo característico H_j a partir del cual ya debería dominar el anclaje de flujo en los dominios sería, como ya estimamos anteriormente, $H_j \approx 3 \text{ kOe}$. Este cambio entre dos mecanismos distintos de limitación de la corriente crítica podría explicar los datos de $J_c(H)$ en el rango de temperaturas más alto que, como vimos en la figura 5.13, no seguían la misma ley de escalaje que se encontraba a temperaturas más bajas, ya que a alta temperatura el campo H_{max} en el que se produce el máximo en la fuerza de anclaje (Figura 5.15b) disminuye hasta alcanzar valores de tan sólo unos pocos kOe que son comparables a H_j . Un cambio similar entre un

comportamiento dominado por la disipación en las fronteras a bajo campo y un régimen de anclaje de flujo magnético a alto campo ha sido observado asimismo en multicapas de NbN/AlN [50], en las que el tamaño de grano d mucho menor que λ (como también sucede en las películas eje-a).

En resumen, la corriente crítica en función del campo magnético de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a presenta la misma dependencia que las láminas con orientación eje-c, y puede ser explicada en términos de un modelo de movimiento de flujo activado térmicamente [17]. Este hecho podría interpretarse suponiendo que, en la región de alto campo, la corriente atraviesa las fronteras de 90° a través de estados localizados que están asociados a su estructura nanofaceteada. A alta temperatura y bajo campo magnético aparece un cambio a un nuevo mecanismo de limitación de la corriente crítica, que se puede interpretar como un paso a un régimen dominado por la disipación en las fronteras de 90° , que son las que dominan el comportamiento de la corriente crítica a campo cero.

5.4 Magnetorresistencia y activación térmica

Para poder comprender mejor los mecanismos de transporte en el estado mixto de las películas eje-a, y confirmar la imagen que sugieren los resultados de las medidas de la corriente crítica, es importante obtener una información más completa de las propiedades de transporte, que incluya no sólo el inicio de la disipación marcado por J_C , sino también la forma completa de la transición en resistividad en presencia de un campo magnético [51].

La figura 5.18 muestra la resistividad en función del campo magnético, medida a distintas temperaturas, para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a. A temperaturas bajas no aparece señal hasta que se alcanzan campos magnéticos relativamente intensos, pero, al ir aumentando la temperatura, el inicio de la disipación se desplaza hacia campos cada vez más bajos. Es interesante señalar que, para la temperatura más alta que se ha incluido en esta gráfica ($T=83$ K) y en la que existe disipación prácticamente desde $H=0$, el valor de la resistividad alcanzado a 90 kOe es

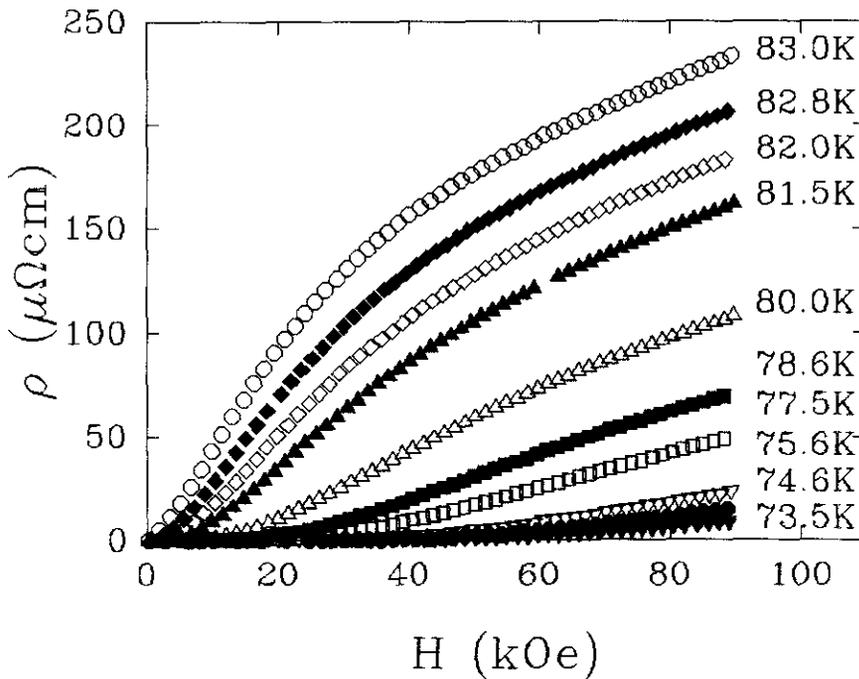


FIGURA 5.18: Resistividad en función del campo magnético para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a, medida a distintas temperaturas constantes.

de unos $250 \mu\Omega\text{cm}$, mucho menor que la resistividad en estado normal justo por encima de la transición $\rho_n(90 \text{ K}) \approx 800 \mu\Omega\text{cm}$ (ver Figura 5.2).

ACTIVACIÓN TÉRMICA

Dentro del marco de los modelos de movimiento de flujo activado térmicamente [42, 43], que nos permitieron explicar la dependencia de la corriente crítica con el campo en el apartado anterior, la resistividad en función del campo magnético vendría dada por

$$\rho = \rho_0 \exp(-U(H,T)/\kappa_B T), \quad (5.13)$$

donde ρ_0 es un prefactor cuya dependencia con H y T es mucho más débil que la exponencial y que puede considerarse aproximadamente constante, y $U(H,T)$ es la energía de activación. Se suelen utilizar para las películas eje-c, de manera fenomenológica, dependencias de la energía de activación de la forma $U(H,T) = U_0(T)/H^\alpha$ donde α es un exponente que varía entre 0 y 1 [52]. En nuestro caso, de acuerdo con los resultados de corriente crítica, hemos tomado $\alpha = 1$. Por este motivo, hemos representado en la figura 5.19, los datos de resistividad de la muestra de la figura 5.18, en escala

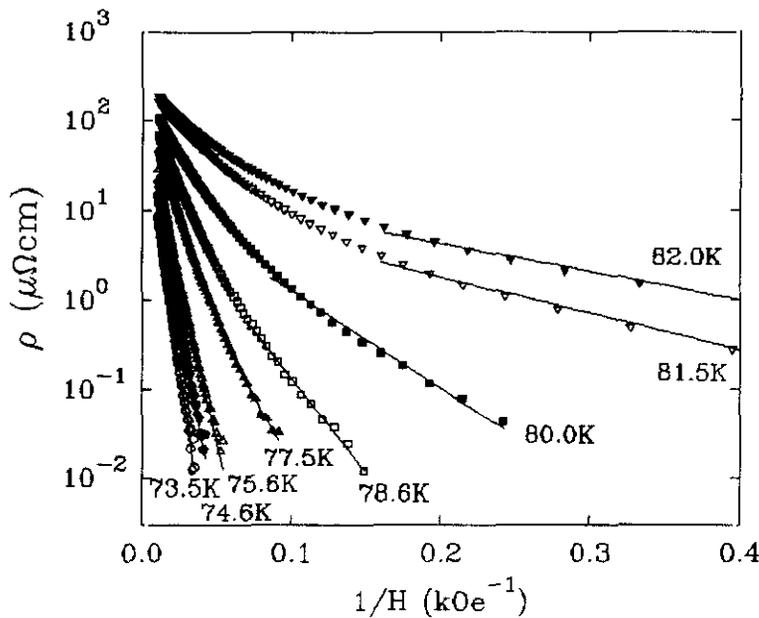


FIGURA 5.19: Resistividad en función de $1/H$ en escala logarítmica, medida a distintas temperaturas constantes para una película eje-a. Las líneas rectas son un ajuste en la región de baja resistividad a una dependencia del tipo $\rho \propto \exp(-U_0/H\kappa_B T)$, según la ecuación (5.13).

logarítmica, y en función de $1/H$ ($\alpha=1$). Efectivamente, aparece una región lineal, tal y como predice la ecuación (5.13), en la región de baja resistividad $\rho < 0.01 \rho_n$, confirmando la validez del modelo propuesto para analizar la corriente crítica.

A partir de la pendiente de estas rectas podemos calcular los valores de la energía de activación normalizada para 1 kOe, $U(1\text{kOe})=U_0(T)$, y compararlos con los resultados del análisis de la fuerza de anclaje, como se puede ver en la figura 5.20. Los puntos llenos corresponden a valores obtenidos a partir de $\rho(H)$ y los vacíos a los calculados de $J_c(H)$. Se encuentra un acuerdo muy bueno, tanto de los resultados de una misma muestra por los dos métodos distintos como de los de las distintas películas incluidas en la gráfica, todas con orientación eje-a, indicando que estamos observando el mismo fenómeno en ambos tipos de medidas [51]. La energía de activación tiene una fuerte dependencia con la temperatura cerca de la transición, que se hace más débil a temperaturas bajas, alcanzando valores del orden de $4 \text{ eV} \cdot \text{kOe}$ que, como ya señalamos, son parecidos a los de películas eje-c [44].

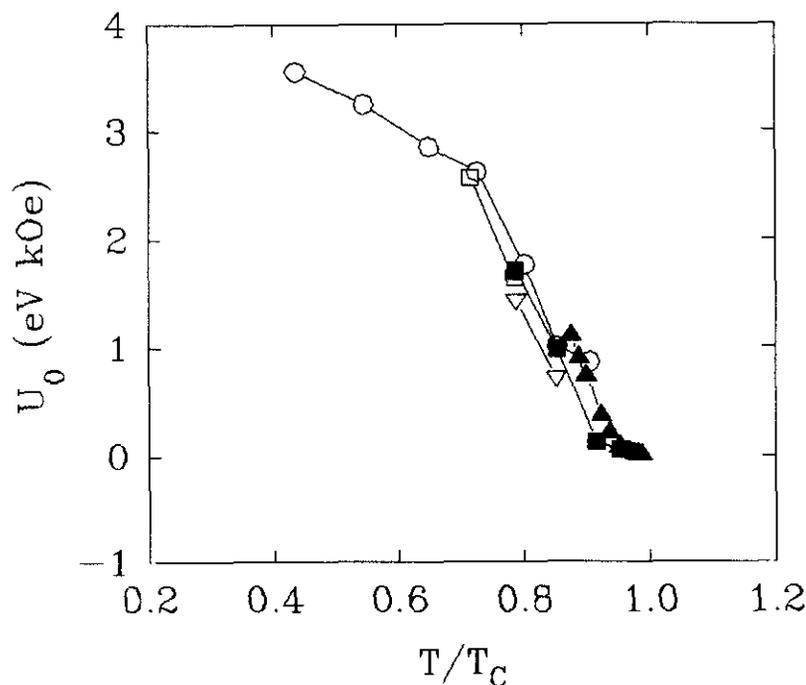


FIGURA 5.20: U_0 en función de la temperatura reducida para varias películas eje-a, obtenida a partir del análisis de la fuerza de anclaje (símbolos vacíos) y de la magnetorresistencia (símbolos llenos).

INFLUENCIA DE LA ESTRUCTURA DE DOMINIOS

Esta similitud entre las películas eje-a y eje-c resulta curiosa ya que, si hemos descartado la influencia de las fronteras en la región de campos altos, en el interior de cada dominio de una película eje-a los planos de CuO_2 están paralelos al campo magnético aplicado, mientras que en las láminas eje-c, en la misma geometría, el campo magnético es perpendicular a estos planos, por lo que sería de esperar algún efecto de anisotropía que diferenciase los dos tipos de muestras. En la figura 5.21 podemos ver el ensanchamiento de la transición en resistividad producido por un campo de 90 kOe para dos películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, una de ellas eje-c (Figura 5.21a) y la otra eje-a (Figura 5.21b). Efectivamente, ya no encontramos el parecido que existía entre ambos tipos de muestras en el inicio de la disipación. Si nos situamos, por ejemplo, en la mitad de la transición $\rho = 0.5 \rho_n$, para la muestra eje-c se ha producido un desplazamiento de 6.9 K, mientras que para la lámina eje-a tan sólo han sido 1.1 K. Esto corresponde

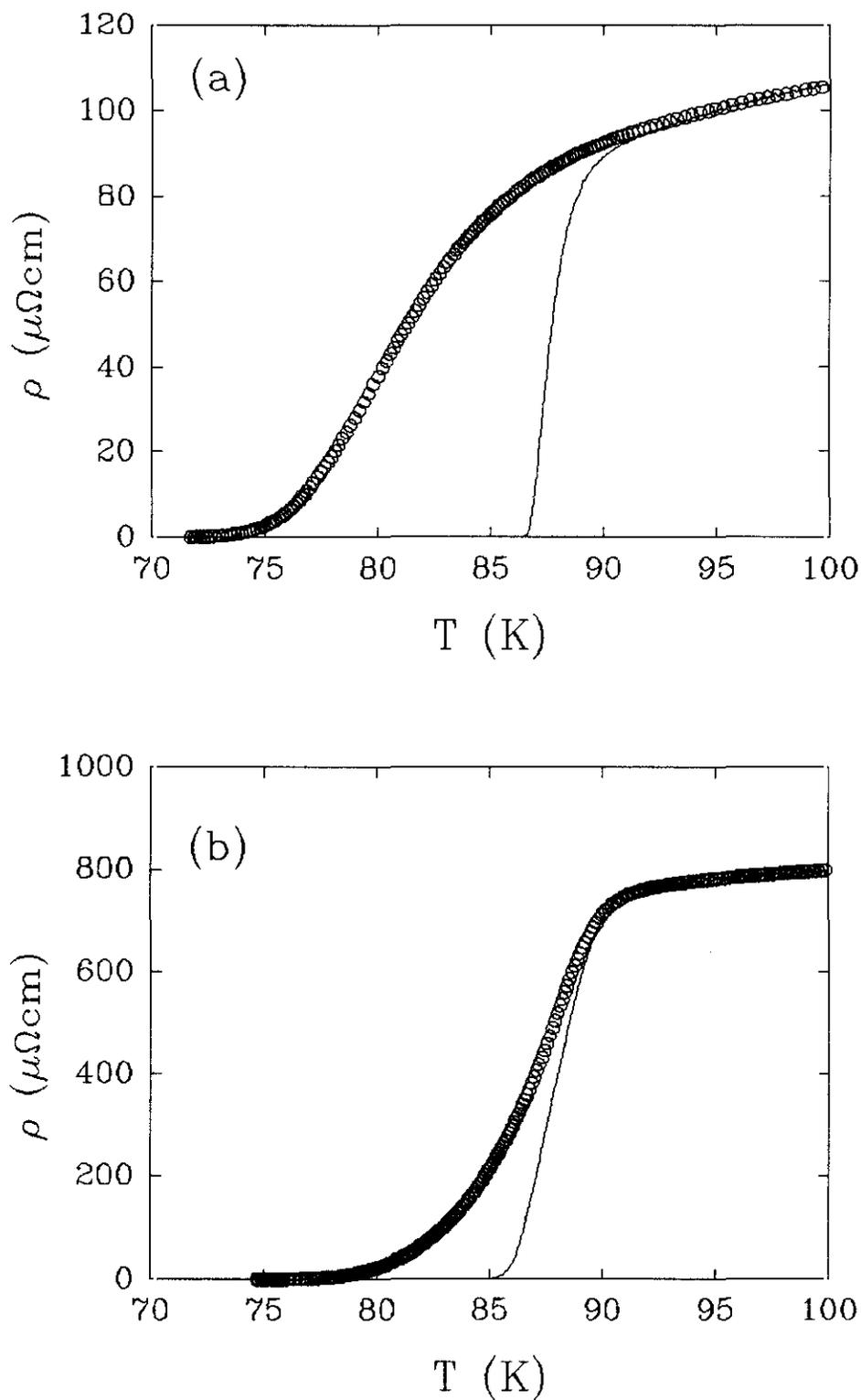


FIGURA 5.21: Resistividad en función de la temperatura, sin campo aplicado (línea continua) y en presencia de un campo magnético de 90 kOe perpendicular al plano de la lámina (O), para (a) una película con orientación eje-c y (b) una película con orientación eje-a.

aproximadamente a un ensanchamiento de -13 kOe/K para la muestra eje-c ($H\parallel c$) y de -80 kOe/K para la muestra eje-a ($H\parallel ab$), diferencia que es comparable a la anisotropía en H_{C2} ($dH_{C2}/dT|_{T_c}(H\parallel c) = -19 \text{ kOe/K}$ y $dH_{C2}/dT|_{T_c}(H\parallel ab) = -105 \text{ kOe/K}$ [3]). Sin embargo, para la película eje-a el ensanchamiento de la transición es mucho mayor en la parte de abajo, $\rho < 0.5\rho_n$, y el cero en resistividad se alcanza a una temperatura comparable a la de la lámina eje-c. Las medidas en función del campo magnético y a temperatura constante que se presentaban en la figura 5.18, corresponden todas a esta parte baja de la transición $\rho < 0.5\rho_n$.

Si recordamos el modelo propuesto para explicar la conducción en estado normal en las películas eje-a [8], en el que se sugería que la corriente viajaba siempre a lo largo de los planos de CuO_2 siguiendo un camino en zig-zag, sería de esperar que el comportamiento de las películas eje-a fuera esencialmente el mismo que el de un monocristal o una lámina eje-c con $H\parallel ab$, excepto por un factor geométrico. Este modelo, pues, no puede explicar el ensanchamiento asimétrico de la transición en presencia de un campo magnético, ni tampoco las similitudes en el inicio de la disipación entre las películas eje-a ($H\parallel ab$) y las películas eje-c ($H\parallel c$) [17, 51].

Tanto en monocristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [53, 54] como en películas eje-c [55, 56]

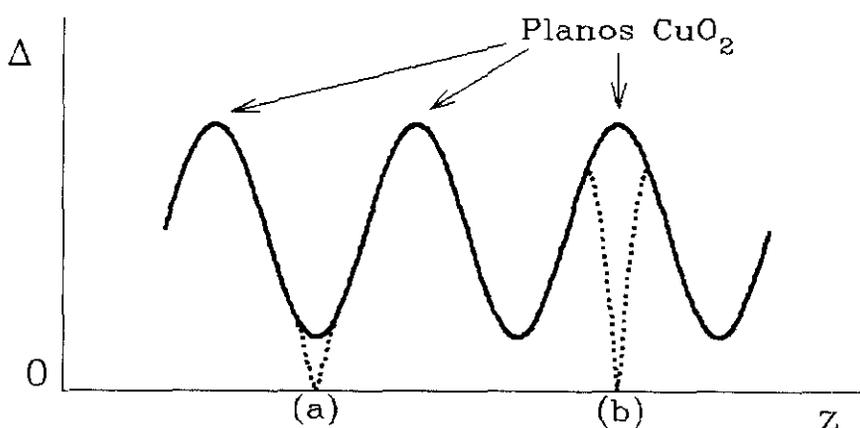


FIGURA 5.22: Variación espacial del parámetro de orden superconductor, a lo largo de la dirección perpendicular a los planos de CuO_2 (—) que da lugar al mecanismo de anclaje intrínseco tomada de la referencia [16]. También se indica (- - -) la modificación que se produce con un vórtice situado (a) en la región interplanar y (b) sobre uno de los planos de CuO_2 .

se ha mostrado la existencia de un mecanismo de anclaje intrínseco, debido a la anisotropía de estos materiales, cuando la corriente circula por los planos de CuO_2 y el campo se aplica también paralelamente a ellos, $J_{\parallel ab}$, $H_{\parallel ab}$ y $H_{\perp J}$. Este modelo, propuesto por Tachiki y Takahasi [16], está basado en la reducción del parámetro de orden superconductor en la región entre los planos de CuO_2 , que hace más favorable para los vórtices el colocarse entre ellos como se ha esquematizado en la figura 5.22. Si se aplica una corriente de transporte en los planos ab , la fuerza de Lorentz está dirigida perpendicularmente a ellos y es contrarrestada por esta fuerza de anclaje intrínseco (Figura 5.23a), lo que daría lugar a valores de la energía de activación más elevados y a una dependencia más débil de la corriente crítica con el campo [57] que en la disposición geométrica más habitual en las películas eje- c (donde el campo está dirigido según el eje c ($H_{\parallel c}$ y $J_{\parallel ab}$)), ya que, si los vórtices están paralelos al eje c , sólo existen los centros de anclaje extrínsecos producidos por los defectos en el material.

Veamos ahora lo que sucede si la corriente circula a lo largo del eje c y, nuevamente, el campo es paralelo a los planos, $H_{\parallel ab}$ (Figura 5.23b). En esta geometría la fuerza de Lorentz está dirigida a lo largo de los planos de CuO_2 y, por lo tanto, no experimenta en ningún momento el efecto del anclaje intrínseco; y, del mismo modo a como sucedía en las películas eje- c , tan sólo puede ser contrarrestada por la fuerza de anclaje proveniente los defectos del material, lo que daría lugar a valores de J_C más bajos que en la geometría de la figura 5.23a. Es decir, si en las películas eje- a en el estado mixto, en lugar de fluir toda la corriente a lo largo del plano ab , existe una componente de conducción a lo largo del eje c , esto podría explicar las similitudes observadas con la corriente crítica de las películas con orientación eje- c y $H_{\parallel c}$, ya que, si existen dos posibles mecanismos de disipación, J_C está siempre determinada por aquel que dé lugar a valores más pequeños.

En el estado normal, la conducción a lo largo del eje c puede considerarse despreciable teniendo en cuenta que $\rho_c/\rho_a=35$ [9]; sin embargo, en el estado mixto, hay que tener en cuenta que el tamaño de los dominios es mucho menor que λ a cualquier temperatura ($\lambda(0)=1300\text{\AA}$), y que, puesto que esta es la distancia que determina las

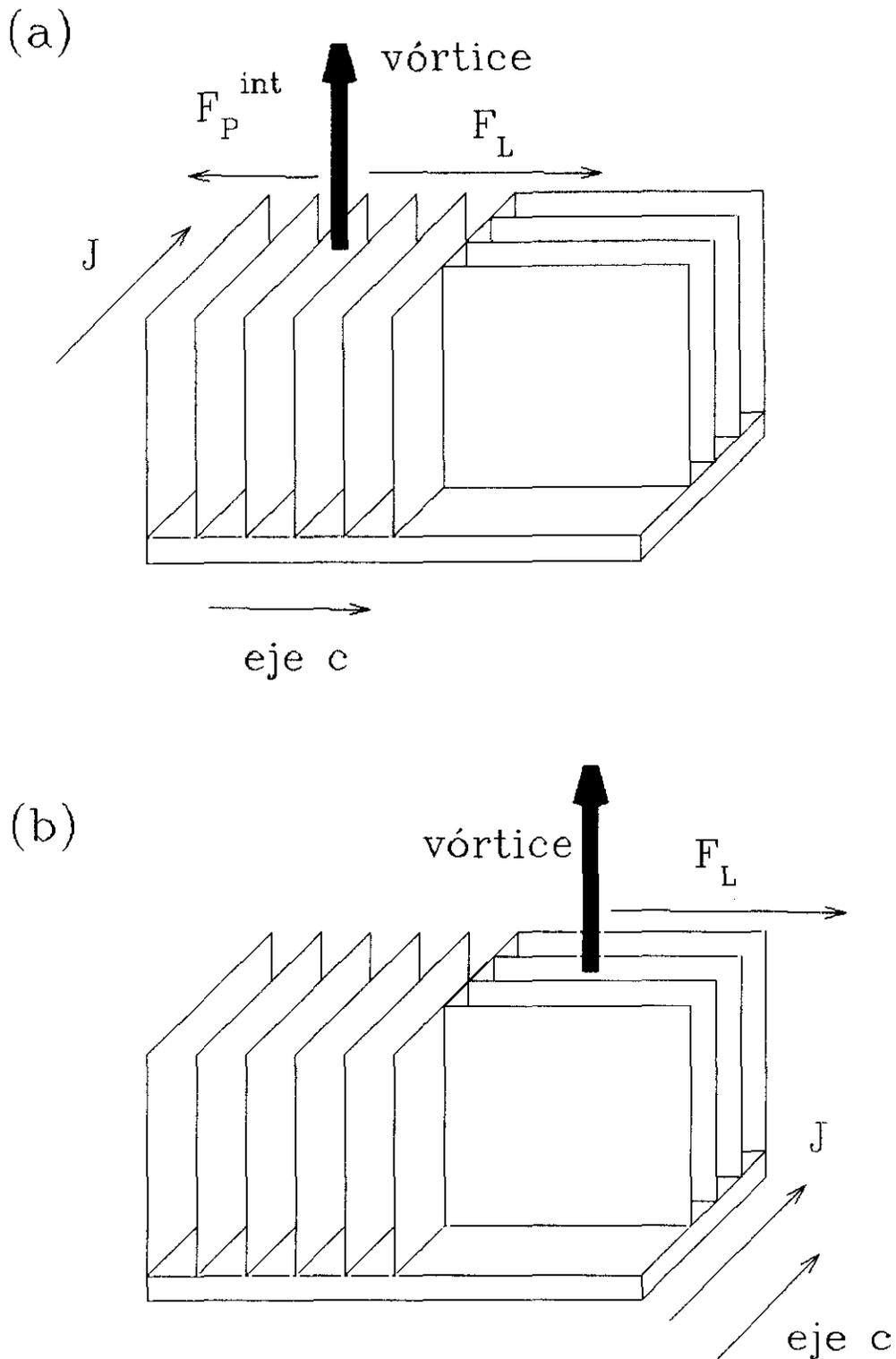


FIGURA 5.23: Esquema de la disposición de fuerzas que actúan sobre un vórtice situado paralelamente a los planos de CuO_2 si (a) la corriente circula a lo largo de los planos o (b) la corriente circula según el eje c . Se indica la dirección de la fuerza de Lorentz F_L y la de la fuerza de anclaje intrínseco debida a los planos F_P^{int} .

interacciones magnéticas, el camino de la corriente debe ser homogéneo en distancias del orden de λ . Por ejemplo, incluso si consideramos un vórtice aislado, el campo magnético en torno a él se extiende en distancias del orden de λ , es decir a lo largo de varios dominios, por lo que la corriente de apantallamiento que circula a su alrededor ha de atravesar algunas regiones fluyendo a lo largo del eje c y otras a lo largo del plano ab . Por esto sí parece posible que en el estado mixto se encuentre conducción también a lo largo del eje c , ya que la corriente no sería capaz de seguir el mismo camino en zigzag que en el estado normal. De este modo, el inicio de la disipación vendría determinado por la contribución de la conducción a lo largo del eje c [51], por lo que tanto la corriente crítica como las energías de activación (que se obtienen en la región $\rho < 0.01 \rho_n$) serían similares a las de las películas eje- c con $H \parallel c$, lo que está de acuerdo con los resultados experimentales anteriormente descritos. Al ir aumentando la temperatura, finalmente, también empezaría a producirse disipación a lo largo de los planos ab , lo que explicaría la asimetría de la transición en presencia de un campo magnético observada en la figura 5.21b.

En resumen, el inicio de la resistividad en presencia de un campo magnético puede explicarse en términos de un modelo de movimiento de flujo activado térmicamente en el que la energía de activación es de la forma $U(H, T) = U_0(T)/H$; a su vez, tanto en la dependencia con el campo como en valor absoluto muestra un buen acuerdo con los resultados del análisis de la fuerza de anclaje. Igualmente, los valores de la energía de activación son similares a los de películas eje- c . La transición en resistividad en presencia de un campo magnético, sin embargo, muestra un carácter asimétrico en las películas eje- a en comparación con las películas eje- c . Ambos resultados parecen sugerir la existencia de conducción no sólo a lo largo de los planos ab , sino también según el eje c , lo que sería posible debido al pequeño tamaño de los dominios, mucho menor que la longitud de penetración de London λ .

5.5 Transición de fase de vidrio de vórtices: leyes de escala

Uno de los nuevos fenómenos que han aparecido en el estado mixto de los superconductores de alta temperatura es la existencia de una línea de transición entre una fase sólida a baja temperatura y otra de líquido de vórtices a alta temperatura, como se ve en el diagrama de fases fenomenológico que se representa en la figura 5.24 (tomado de la referencia [58]). Larkin [59] demostró que la red de vórtices es inestable frente a las perturbaciones producidas por los defectos en el material, por lo que pierde su orden de largo alcance. De esta manera, en los modelos de *flux creep* [42], se considera que el objeto en movimiento es un *bundle* de vórtices, es decir, una región de tamaño finito donde se mantienen las correlaciones entre estos. En este caso, la resistividad disminuye como $\exp(-U/\kappa_B T)$ y se hace despreciable a baja temperatura, por lo que puede definirse una corriente crítica finita mediante un criterio de voltaje. Este sistema es lo que se conoce como un líquido de vórtices anclado, ya que en él no existe orden de largo alcance, en analogía con un líquido convencional. Sin embargo, para los

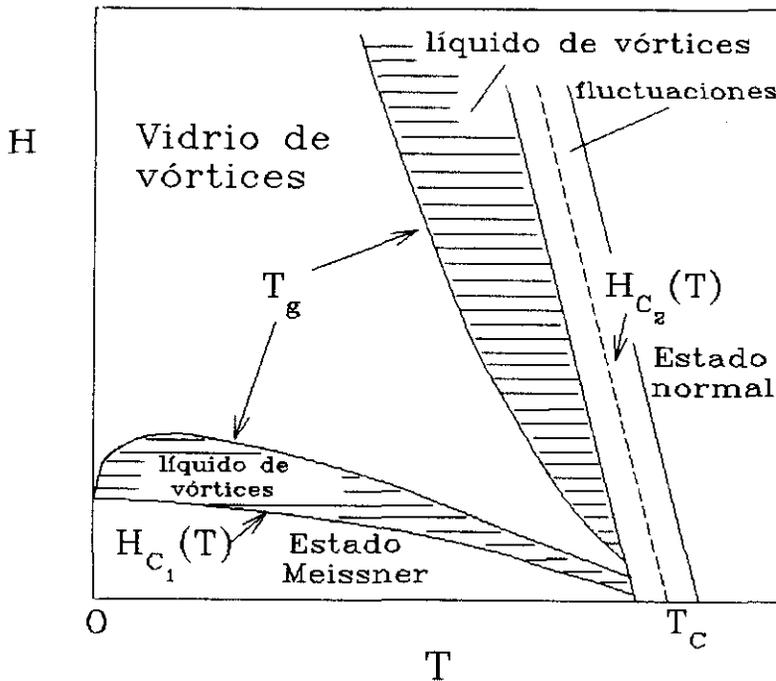


FIGURA 5.24: Diagrama de fases fenomenológico en el plano (H,T) del $YBa_2Cu_3O_7$, tomado de la referencia [56].

superconductores de alta temperatura se ha sugerido [60, 61] la existencia de una fase sólida donde $\rho \equiv 0$, y en la que, debido a la competición entre las interacciones entre vórtices y con las imperfecciones del material, las barreras al movimiento de los vórtices divergen en el límite de baja corriente, por lo que estos se quedan "congelados" en una configuración que depende de la muestra. La fase del parámetro de orden posee verdadero orden de largo alcance, aunque siguiendo un patrón aparentemente aleatorio según las posiciones de los vórtices. A esta fase sólida se la llama vidrio de vórtices por analogía con otros sistemas semejantes como los vidrios de spin.

Entre el vidrio y el líquido de vórtices debe existir una transición de fase de segundo orden [60] a una temperatura T_g , caracterizada por una longitud de correlación ξ_g que diverge en la transición, $\xi_g \sim |T - T_g|^{-\nu}$. Esta longitud determina el tamaño de las "gotas" de líquido, o bien de las "islas" de sólido que aparecen por debajo o por encima de la transición, respectivamente, debido a las fluctuaciones térmicas, y cuya vida media está dada por un tiempo $\tau \sim \xi_g^z$. En las proximidades de una transición de fase de segundo orden la divergencia de τ y ξ_g determina toda la dinámica del sistema, por lo que aparecen leyes de escala con exponentes críticos ν y z universales, independientes de la microestructura y tan sólo determinados por la clase de universalidad a la que pertenece la transición [62].

Existen numerosos resultados en la literatura, tanto en películas eje-c [63-65] como en monocristales con maclas con $H \parallel c$ [66-68], que muestran la existencia de escalaje crítico, y en los que los exponentes críticos parecen converger en torno a $\nu = 1.7$ y $z = 5.5$ para películas eje-c y $\nu = 2/3$ y $z = 3$ para monocristales. Hay que señalar, además, que la amplitud de la región crítica, donde se observa el escalaje, es mucho mayor para las primeras (10-15K) [69] que para los segundos (1-2K) [67]. La transición de fase puede ser modificada en algunos casos por la microestructura, como por ejemplo en los monocristales con defectos columnares producidos por la irradiación con iones pesados, donde aparece un vidrio de Bose [70], llamado así porque a bajas temperaturas se produce una "localización de Bose" de los vórtices sobre los defectos, y cuyos exponentes críticos son anisotrópicos, $\nu_{\perp} = 1.0$, $\nu_{\parallel} = 1.1$ y $z = 2.2$ [71], ya que la presencia de estas trazas

induce una dirección preferente dentro del vidrio. Asimismo, se ha sugerido [72] que el anclaje intrínseco, presente cuando $H\parallel ab$, al introducir una periodicidad adicional a lo largo del eje c también distorsiona el vidrio de vórtices y podría dar lugar a una transición de segundo orden con un valor del exponente dinámico $s=v(z-1)=1.4$, diferente del resultado obtenido en monocristales con $H\parallel c$ ($s=2$) [67].

Resulta interesante estudiar la posible existencia de esta transición de fase en el estado mixto de las películas eje- a , $H\parallel ab$, junto con la influencia que su microestructura característica pueda tener [73]. Para ello hemos realizado dos tipos de medidas; en primer lugar, describiremos los resultados de las características $I-V$ dc; y, a continuación, presentaremos también información obtenida de las curvas $\rho-\omega$ en el rango 1kHz-1MHz.

CARACTERÍSTICAS I-V DC

La figura 5.25 presenta las características $I-V$ (o lo que es equivalente $E-J$, ya que $E=V/l$ y $J=I/S$ siendo $l=1$ mm y $S=t\times w=2.5 \cdot 10^{-7}$ cm² para esta muestra) medidas entre 55 K y 75 K en una película eje- a con un campo magnético de 10 kOe aplicado perpendicularmente al plano de la lámina. Podemos diferenciar dos tipos de curvas; las de más alta temperatura presentan una región óhmica a baja corriente (con pendiente $m=1$ en esta representación doblemente logarítmica) que da paso a un comportamiento no lineal a corrientes altas, que aparece como una curvatura positiva. Por el contrario, las curvas de más baja temperatura tienen un comportamiento claramente no lineal, que se puede aproximar a una ley de potencia $E\sim J^m$, $m\gg 1$, aunque resulta difícil analizar su forma detallada debido a lo brusco del inicio de la disipación, y no es fácil distinguir si tienen efectivamente curvatura negativa como predeciría la teoría [60] para un vidrio de vórtices. Dentro del marco de esta teoría [60] las características $E-J$ deben escalar como

$$E=J \xi_g^{d-2z} \hat{E}_{\pm}(J\xi_g^{d-1}\Phi_0/\kappa_B T), \quad (5.14)$$

donde $d=3$ es la dimensionalidad del sistema y $\hat{E}_{\pm}(x)$ es la función universal a la que las

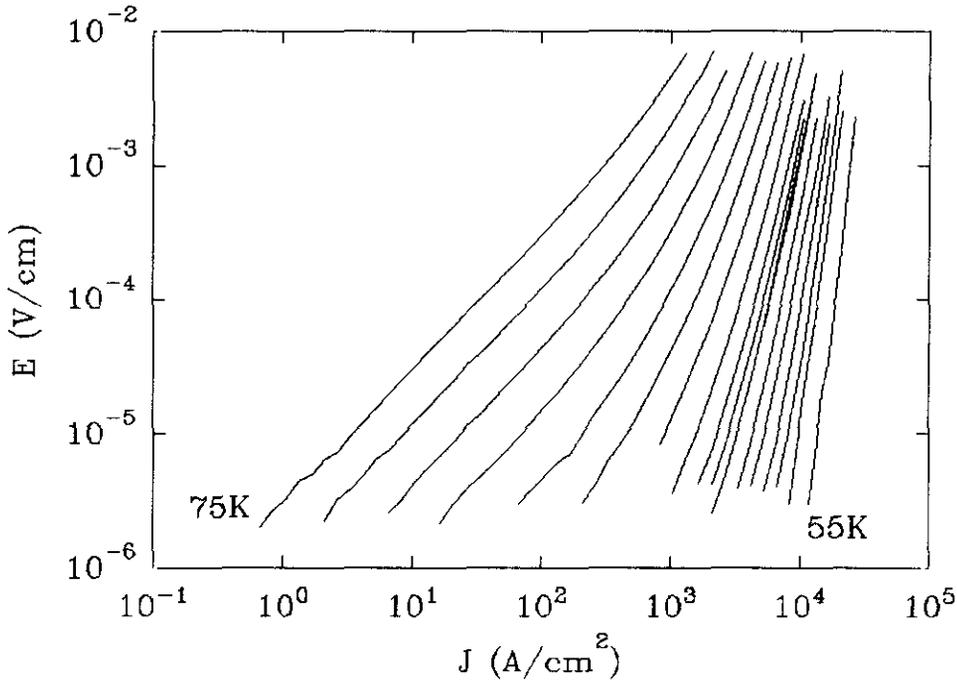


FIGURA 5.25: Características E - J en un campo de 10 kOe, medidas entre 55K y 75K con $\Delta T=1K$ para una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje- a .

curvas se escalan (- indica la rama para $T < T_g$ y + la de $T > T_g$). De tal manera, que sustituyendo la dependencia con la temperatura de $\xi_g \sim |T - T_g|^\nu$, se obtiene

$$E = J |T - T_g|^{-\nu(d-2-z)} \hat{E}_\pm(J |T - T_g|^{-\nu(d-1)} \Phi_0 / \kappa_B T), \quad (5.15)$$

por lo que, si se representan las curvas de la figura 5.25 en las variables reducidas $\rho^* = E/J |1 - T/T_g|^{\nu(d-2-z)}$ y $J^* = J/T |1 - T/T_g|^{\nu(d-1)}$, deben escalarse a una única función $\hat{E}_\pm(x)$. En la región de líquido de vórtices por encima de T_g las características vienen determinadas por la activación térmica sobre barreras finitas [69], de acuerdo con los resultados en el apartado anterior, mientras que por debajo de T_g la energía de activación diverge como $U \sim J^\mu$ [60].

El ajuste de los parámetros del escalaje (T_g , z y ν) que proporcionan el mejor colapso de las curvas ha de realizarse de manera iterativa probando distintos valores, por lo que es necesario hacer una estimación inicial a partir de las predicciones de la teoría en los distintos límites [60]. En primer lugar, la característica crítica correspondiente a $T = T_g$ es de la forma $E \sim J^{(z-1)/(d-1)}$, por lo que puede realizarse una primera estimación de

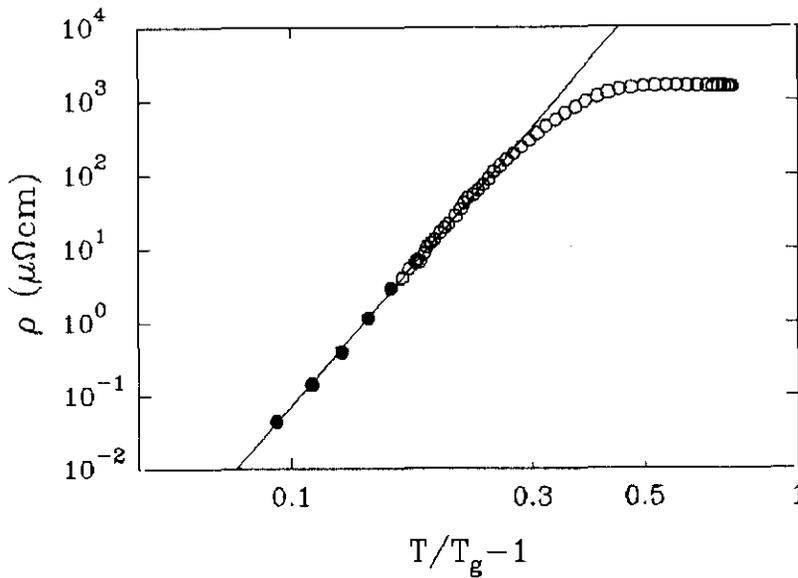


FIGURA 5.26: Representación logarítmica de la resistividad en función de $|T-T_g|$ en un campo de 10 kOe: (O) medida con $J=1 \text{ A/cm}^2$ y (●) obtenida de la región ohmica de las curvas I - V . La línea continua es un ajuste a una dependencia del tipo $\rho \propto |T-T_g|^s$, con $s=8$.

T_g y z seleccionando una de las curvas de baja temperatura que marque el cambio al comportamiento aproximado de potencia. A continuación, el exponente v puede obtenerse de manera independiente a partir de la resistividad lineal que, de acuerdo con las predicciones de esta teoría [60], debe tender hacia cero cerca de la transición como $\rho \sim |T-T_g|^{-s}$, siendo $s=v(z-1)$. La figura 5.26 es una representación en escala logarítmica de ρ frente a $|T-T_g|$, en la que se han incluido tanto la medida con una densidad de corriente baja (de tan sólo $J=1 \text{ A/cm}^2$) para asegurar que se obtiene efectivamente la resistividad lineal, como los puntos obtenidos de la parte ohmica de las características E - J de alta temperatura, los cuales permiten ampliar el rango medido, ya que se emplean corrientes más elevadas. Como se puede observar, aparece una región lineal que se extiende a lo largo de casi 4 décadas de decrecimiento de ρ y cuya pendiente corresponde a un exponente $s=8$. Este valor es claramente diferente del resultado $s=1.4$ obtenido en monocristales también con $H\parallel ab$, lo que es consistente con la escasa influencia del anclaje intrínseco en la región de baja resistividad de las películas eje- a , ya que el inicio de la disipación está determinado por la conducción a lo largo del eje c (ver apartado 5.4).

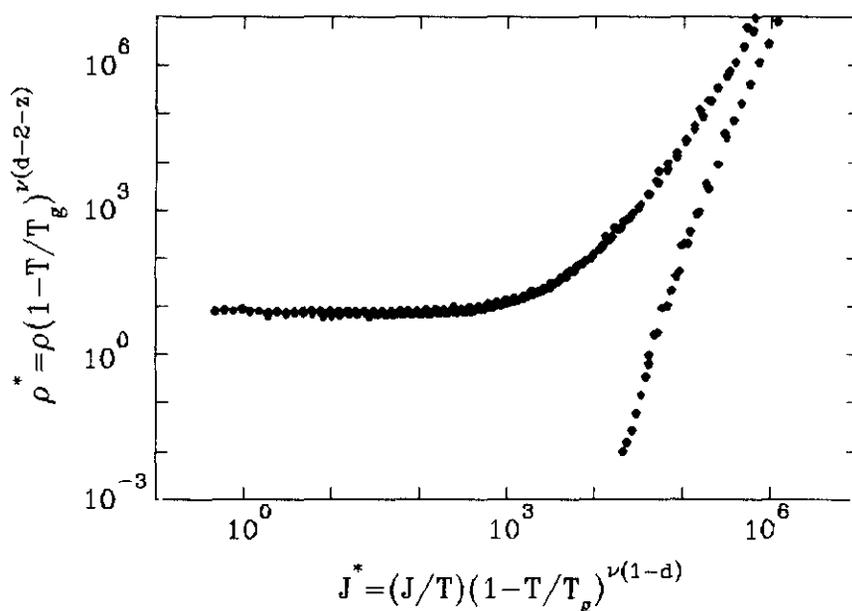


FIGURA 5.27: Colapso de las isothermas E-J de la figura 5.25, al ser representadas en las variables reducidas ρ^* y J^* con exponentes críticos $z=8.5$, $\nu=1.1$ y $T_g=61.8$ K.

A partir de estas estimaciones se realiza el ajuste de los parámetros hasta obtener el escalaje que aparece en la figura 5.27, en el que efectivamente todas las curvas se superponen en una función universal. Los resultados obtenidos son $T_g=61.8$ K, $z=8.5$ y $\nu=1.1$ [73]. El valor del exponente dinámico $z=8.5$ es alto en comparación con los resultados en láminas eje-c ($z \approx 5.5$) [63-65], y está fuera del rango predicho por la teoría de vidrio de vórtices [60] (donde sólo se tiene en cuenta la interacción con defectos puntuales). Este valor elevado de z sería indicativo de un sistema con una dinámica más retardada, si recordamos que el tiempo de relajación de las fluctuaciones diverge como $\tau \sim \xi_g^z$, por lo que a mayor z los tiempos son más largos; ello se podría asociar al mayor desorden debido a la estructura de dominios existente en las películas eje-a. Existen también otras situaciones en las que se han encontrado estos valores anormalmente altos de z en películas eje-c y $H \parallel c$. Por ejemplo, Roberts *et al.* [74] han observado un aumento en el valor de z a campos magnéticos bajos; en concreto, para $H=0.1$ kOe obtienen exponentes críticos similares a los nuestros, $z=8.5$, $\nu=1.1$ y $s=8$. Asimismo, Ando, Kubota y Tanaka [75], en un estudio realizado en puentes muy estrechos (de anchura menor que $8 \mu\text{m}$) para caracterizar los efectos de tamaño en la transición de fase,

encontraron también un aumento del exponente dinámico z . En ambos casos se interpretaron los resultados en términos de un ablandamiento de la red de vórtices producido bien por la disminución de los módulos elásticos de la red a campo bajo [74], bien por la disminución de la energía elástica de la red en una distancia λ desde el borde del puente a causa de la presencia de la superficie [75]. Un efecto similar podría darse en las muestras eje-a debido al pequeño tamaño de los dominios d en comparación con λ , y con la distancia entre vórtices a 10 kOe ($a_0 \approx 46$ nm). Dentro de una longitud de correlación ξ_g que englobe varios vórtices deben existir varios dominios distintos y es, por tanto, razonable que la microestructura afecte al tipo de transición observada. Otra posibilidad podría ser que la competencia entre ambas longitudes, d y ξ_g , inhiba la divergencia en la longitud de correlación, haciendo inaccesible el régimen crítico, de manera análoga a lo que sucede en monocristales maclados, donde Yeh *et al.* [67] han mostrado que, para corrientes bajas, el espaciado entre las fronteras de macla d_M es menor que ξ_g , por lo que el régimen crítico sólo puede ser observado a partir de una densidad de corriente $J_d \propto 1/d_M^2$ tal que $\xi_g(J_d) \approx d_M$ y que, para valores típicos de $d_M \approx 2 \mu\text{m}$, estaría en 10 A/cm^2 . Una estimación similar para las películas eje-a, donde $d = 200 \text{ \AA}$, nos daría $J_d \approx 10^5 \text{ A/cm}^2$, lo cual querría decir que el régimen crítico sólo se alcanzaría para corrientes superiores al rango accesible experimentalmente.

CURVAS DE RESISTIVIDAD AC

Para poder comprobar si se trata de una transición de fase de segundo orden verdadera, y no de un cambio continuo entre dos regímenes distintos, es necesario comprobar la universalidad de los resultados por distintas técnicas y con distintas muestras. Para ello hemos realizado medidas de resistividad ac en el rango de 1 kHz-1 MHz en una de estas láminas eje-a. En este caso, la frecuencia característica de relajación de las fluctuaciones, que es la inversa del tiempo de relajación τ , escalará como $\omega = 1/\tau \sim \xi_g^{-z} \sim |T - T_g|^{vz}$ [68], por lo que la amplitud ρ y la fase φ de la resistividad ac $\rho(\omega) = \rho e^{i\varphi}$ obedecerán relaciones de escala del tipo

$$\rho = |1-T/T_g|^{v(2+z-d)} \rho_{\pm}^*(\omega^*) \quad (5.16a)$$

$$\varphi = \varphi_{\pm}^*(\omega^*), \quad (5.16b)$$

siendo nuevamente $\rho_{\pm}^*(\omega^*)$ y $\varphi_{\pm}^*(\omega^*)$ las funciones universales para la parte por encima y por debajo de la transición, + y - respectivamente, y $\omega^* = \omega |1-T/T_g|^{-vz}$ [68].

La medida de la resistividad ac se realizó empleando un analizador de impedancias HP 4194A junto con un preamplificador de bajo ruido de 80 dB para poder obtener un nivel de ruido suficientemente bajo. En la medida se empleó una densidad de corriente de 0.5 A/cm² para asegurar que se permanecía siempre dentro del rango de comportamiento lineal. La impedancia tomada directamente por el aparato Z_m , a pesar de todas las precauciones de apantallamiento, geometría de contactos, conectado de tierras, etc, contiene siempre contribuciones no deseadas de los instrumentos de medida que pueden falsear los resultados, sobre todo en lo que concierne a la fase de la señal, por lo que es necesario realizar calibraciones cuidadosas para eliminarlas [68].

En general, la señal medida es de la forma $Z_m(\omega) = [Z_p(\omega) + Z_{\text{real}}(\omega)]G(\omega)e^{i\theta(\omega)}$, donde $Z_p(\omega)$ es un término puramente imaginario correspondiente a las capacidades e inductancias parásitas, $Z_{\text{real}}(\omega)$ es la señal proveniente de la muestra y que queremos medir, y $G(\omega)e^{i\theta(\omega)}$ es la ganancia del amplificador, cuya amplitud y fase son en principio dependientes de la frecuencia. Este último factor puede obtenerse de la medida de la impedancia a temperatura ambiente, ya que en estado normal la señal de la muestra es puramente resistiva e independiente de la frecuencia ($Z_{\text{real}}(\omega, 300\text{K}) = R$) y, además, mucho mayor que la impedancia parásita $R \gg |Z_p(\omega)|$. De este modo, tanto la fase como la dependencia con la frecuencia de la señal medida a 300K pueden atribuirse a la dispersión en la ganancia: $Z_m(\omega, 300\text{K}) \approx RG(\omega)e^{i\theta(\omega)}$. La impedancia parásita se calcula, posteriormente, midiendo una laminilla de oro con la misma forma y disposición de contactos que la muestra. En este caso su resistencia es muy pequeña, $Z_{\text{Au}}(\omega) = r \ll |Z_p(\omega)|$, por lo que la contribución más importante a la medida proviene de la inductancia parásita, $Z_{m, \text{Au}}(\omega) \approx Z_p(\omega)G(\omega)e^{i\theta(\omega)}$.

Una vez realizadas todas estas calibraciones, se obtienen las curvas $\rho(\omega)$ y $\varphi(\omega)$ que

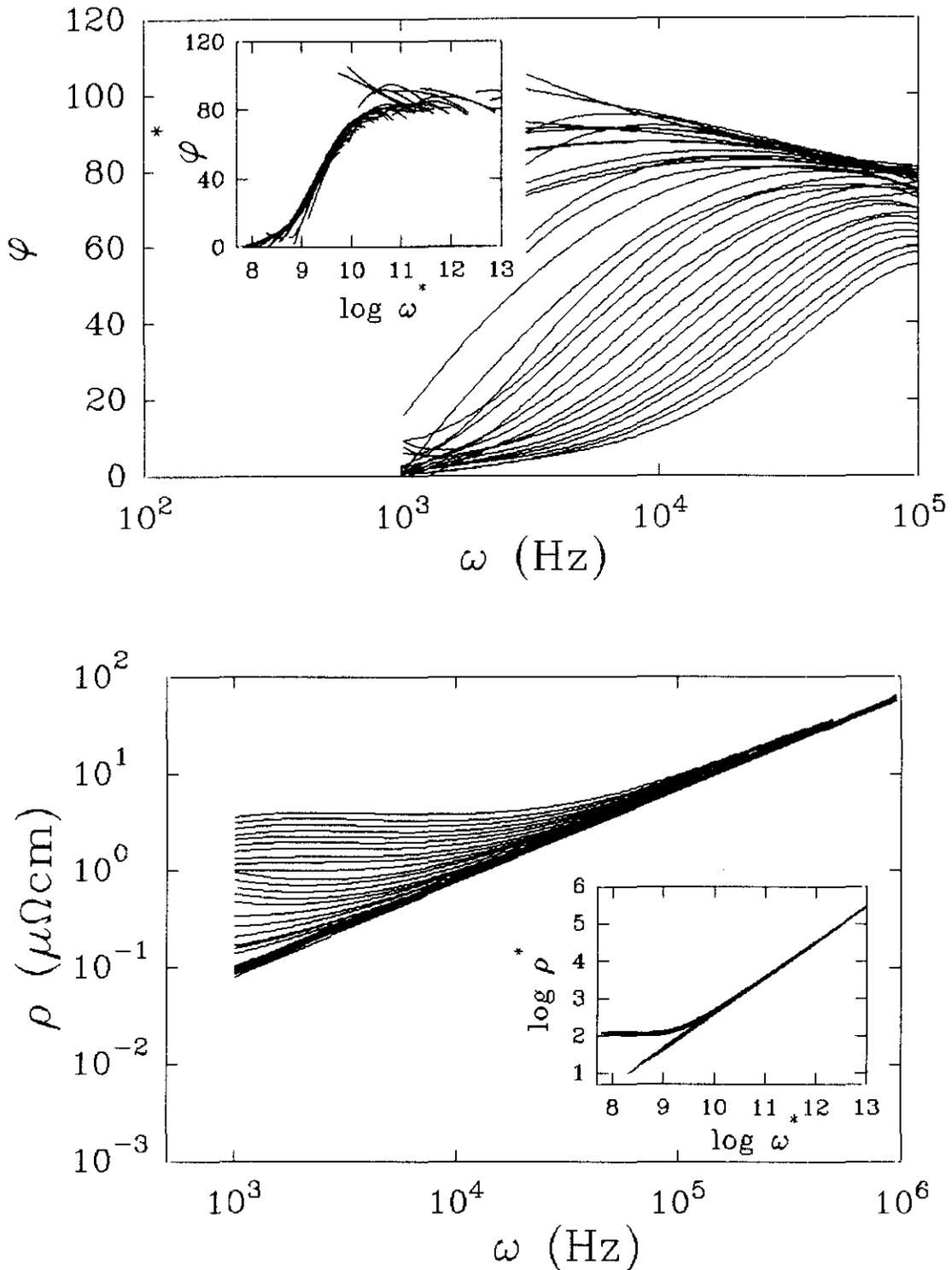


FIGURA 5.28: Isothermas (a) $\varphi(\omega)$ y (b) $\rho(\omega)$ medidas en un campo de 1 kOe para una película eje-a, entre 82K y 84K con $\Delta T=0.05\text{K}$. Los recuadros muestran el colapso de las curvas al representarlás en variables reducidas según la expresión (5.16), con exponentes críticos $z=20$, $\nu=0.13$ y $T_g=82.8\text{K}$.

aparecen en la figura 5.28 para una película eje-a en un campo de 1 kOe, medidas entre 82K y 84K con un incremento de temperatura de 0.05 K. Como puede observarse en esta gráfica, existen dos tipos de isothermas claramente diferentes. A baja temperatura, donde las curvas casi se superponen unas a otras, la amplitud de la resistividad sigue una ley de potencia, $\rho \sim \omega^a$ con $a=0.95$, mientras que la fase es casi constante y tiende aproximadamente hacia unos 85° a alta frecuencia. A temperaturas más altas, por el contrario, existe una región de baja frecuencia donde la amplitud es independiente de la frecuencia y la fase se hace cero indicando el carácter resistivo de la impedancia. Nuevamente, antes de intentar el escalaje de las isothermas mediante las ecuaciones (5.16), es conveniente realizar algunas estimaciones iniciales de los parámetros. Por ejemplo, la forma de la curva $\rho^*(\omega^*)$ predicha teóricamente [60] es $\rho^* \sim \omega^a$, con $a=1-1/z$, lo que equivale a $z=20$. La temperatura crítica puede estimarse como la de la primera isoterma que sigue esta ley de potencia. Asimismo, el valor asintótico de alta frecuencia de $\varphi^*(\omega^*)$ es $\pi/2(1-1/z)$, del que se obtiene $z \approx 18$. A partir de aquí se ha realizado el ajuste de los exponentes críticos para conseguir el colapso de las curvas que aparece en los recuadros de la figura 5.28. Los resultados obtenidos son $T_g=82.8$ K, $z=20$ y $v=0.13$, y, por tanto, $s=v(z-1)=2.47$. Se realizaron también medidas a 3 kOe y 5 kOe, en las que, nuevamente, a partir del escalaje de las isothermas se hallaron los mismos exponentes críticos que para $H=1$ kOe. Estos valores están en clara discrepancia con los calculados anteriormente a partir del escalaje de las curvas $I-V$ dc, si bien ahora el colapso de las isothermas se ha realizado en un rango de temperaturas menor, como corresponde a campos magnéticos más bajos.

Así pues, las diferencias entre los resultados de las distintas técnicas, escalaje de las características $I-V$ dc y las curvas $\rho-\omega$ ac, en el mismo tipo de muestras, suponen una duda seria acerca de la universalidad necesaria para la existencia de una verdadera transición de fase segundo orden en el estado mixto de las películas eje-a. Este hecho puede deberse a la competición entre el tamaño de los dominios y la longitud de correlación ξ_g que podría impedir la divergencia de esta, haciendo inaccesible el régimen crítico a las medidas, de una manera parecida al efecto de las fronteras de macla en los monocristales [67].

5.6 Conclusiones

Se ha realizado un estudio detallado de las distintas propiedades de transporte de las películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a en el estado mixto, y se han intentado correlacionar tanto con su microestructura de dominios separados por fronteras de 90° , como con los efectos de la anisotropía del material.

En primer lugar, la corriente crítica sin campo magnético aplicado presenta valores $J_c(4.2 \text{ K}) \approx 10^6 \text{ A/cm}^2$, menores que los que se obtienen en láminas del mismo material con orientación eje-c, lo que puede atribuirse a la presencia de las fronteras de 90° . Estas fronteras pueden ser descritas, analizando la dependencia $J_c(T)$, como uniones tipo Superconductor/Aislante/Superconductor, si se tiene en cuenta la reducción del parámetro de orden en cada dominio por la penetración de corriente en su interior.

Sin embargo, la corriente crítica en presencia de un campo magnético intenso está limitada fundamentalmente por el anclaje de flujo dentro de cada dominio, y su dependencia con el campo magnético es similar a la de las láminas eje-c. Estos resultados están de acuerdo con el carácter especial de las fronteras de 90° observado en experimentos en bicristales, y pueden interpretarse suponiendo que la corriente atraviesa las fronteras a través de estados localizados o nanopuentes que podrían estar asociados a su estructura nanofaceteada. En el rango de temperaturas $T < 0.8T_c$ la corriente crítica puede ser explicada en términos de un modelo de *flux creep* con energías de activación $U = U_0(T)/H$. A alta temperatura y bajo campo magnético aparece un cambio a un nuevo mecanismo de limitación de la corriente crítica, que puede interpretarse como un paso a un régimen dominado por la disipación en las fronteras, que son las que dominan a campo cero.

El análisis de las curvas de resistividad en función del campo magnético puede realizarse también de acuerdo con un modelo de activación térmica, con energía de activación de la forma $U = U_0(T)/H$, en buen acuerdo con los resultados de la corriente crítica y valores $U(10 \text{ kOe}) \sim 0.1-0.5 \text{ eV}$ similares a los que aparecen en películas eje-c con $H \parallel c$. Este hecho, junto con la asimetría observada en la transición en resistividad en

presencia de un campo magnético, sugieren la existencia de conducción no sólo a lo largo de los planos ab (como se había propuesto para el estado normal) sino también a lo largo del eje c , lo que puede ser debido a que el tamaño de los dominios (200\AA) es mucho menor que la longitud de penetración $\lambda = 1300\text{\AA}$.

Se ha estudiado también la posible existencia de una transición de fase de vidrio de vórtices en el estado mixto de las películas eje- a , mediante el análisis de las características $I-V$ dc y las curvas de resistividad ac en el rango 1 kHz-1MHz. Se han encontrado efectivamente relaciones de escala con exponentes críticos, tal y como predice la teoría de transiciones de fase de segundo orden; sin embargo, los valores de los exponentes obtenidos por las distintas técnicas difieren claramente, poniendo en duda la universalidad del escalaje necesaria para la existencia de una verdadera transición de fase de segundo orden. Esto podría deberse al pequeño tamaño de los dominios, que podría inhibir la divergencia de la longitud de correlación haciendo inaccesible experimentalmente el régimen crítico.

Bibliografía

- [1] M. A. Beno, L. Soderholm, D. W. Capone II, D. G. Hinks, J. D. Jorgensen, J. D. Grace, I. K. Schuller, C. U. Segre y K. Zhang, Appl. Phys. Lett. **51**, 57 (1987).
- [2] S. W. Tozer, A. W. Kleinsasser, T. Penney, D. Kaiser y F. Holtzberg, Phys. Rev. Lett. **59**, 1768 (1987).
- [3] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort y J. Z. Liu, Phys. Rev. Lett. **62**, 1908 (1989).
- [4] A. P. Malozemoff, en *Physical Properties of High Temperature Superconductors*, ed. D. M. Ginsberg (World Scientific, 1989).
- [5] T. Hashimoto, M. Sagoi, Y. Mizutani, J. Yoshida y K. Mizushima, Appl. Phys. Lett. **60**, 1756 (1992).
- [6] S. Hontsu, N. Mukai, J. Ishii, T. Kawai y S. Kawai, Appl. Phys. Lett. **63**, 1576 (1993).
- [7] S. Mahajan, W. Ito, C. H. Cho y T. Morishita, Physica C **220**, 227 (1994).
- [8] C. B. Eom, A. F. Marshall, S. S. Laderman, R. D. Jacowitz y T. H. Geballe, Science **249**, 1549 (1990).
- [9] T. A. Friedmann, M. W. Rabin, J. Giapintzakis, J. P. Rice y D. M. Ginsberg, Phys. Rev. B **42**, 6217 (1990).
- [10] J. Halbritter, Int. J. Mod. Phys. B **3**, 719 (1989).
- [11] J. Colino, J. I. Martín y J. L. Vicent, Physica B **199&200**, 246 (1994).
- [12] L. Forro, M. Raki, J. Y. Henry and C. Ayache, Solid State Commun. **69**, 1097 (1989).
- [13] B. H. Moeckly y R. A. Buhrman, Appl. Phys. Lett. **65**, 3126 (1994).
- [14] D. J. Lew, Y. Suzuki, A. F. Marshall, T. H. Geballe y M. R. Beasley, Appl. Phys. Lett. **65**, 1584 (1994).
- [15] S. E. Babcock, X. Y. Cai, D. L. Kaiser y D. C. Larbalestier, Nature **347**, 167 (1990).
- [16] M. Tachiki y S. Takahasi, Solid State Commun. **72**, 1083 (1989).
- [17] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Appl. Phys. Lett. **65**, 2099 (1994).

-
- [18] A. A. R. Fernandes, I. N. Chan, J. Guimpel, D. Lederman e I. K. Schuller, Appl. Phys. Lett. **61**, 3181 (1992).
- [19] E. J. Cukauskas, L. H. Allen, G. K. Sherrill, R. T. Holm y C. Vold, J. Appl. Phys. **74**, 6780 (1993).
- [20] S. B. Ogale, D. Dijkkamp, T. Venkatesan, S. D. Wu y A. Inam, Phys. Rev. B, **36**, 7210 (1987).
- [21] C. B. Eom, A. F. Marshall, Y. Suzuki, B. Boyer, R. F. W. Pease y T. H. Geballe, Nature, **353**, 544.
- [22] E. C. Jones, D. K. Christen, C. E. Klabunde, J. R. Thompson, D. P. Norton, R. Feenstra, D. H. Lowndes y J. D. Budai, Appl. Phys. Lett. **59**, 3183 (1991).
- [23] S. E. Babcock, Mater. Res. Soc. Bull. **XVII**, 20 (1992).
- [24] Y. Gao, G. Bai, D. J. Lam y K. L. Merkle, Physica C **173**, 487 (1991).
- [25] Y. Zhu, J. M. Zuo, A. R. Moodenbaugh y M. Suenaga, Phil. Mag. A **70**, 969 (1994).
- [26] K. K. Likharev, Rev. Mod. Phys. **51**, 101 (1979).
- [27] V. Ambegaokar y A. Baratoff, Phys. Rev. Lett. **10**, 486 (1963).
- [28] D. Dimos, P. Chaudhari y J. Mannhart, Phys. Rev. B **41**, 4038 (1990).
- [29] P. G. de Gennes, *Superconductivity of Metals and Alloys* (Benjamin, 1966).
- [30] G. Deutscher y K. A. Müller, Phys. Rev. Lett. **59**, 1745 (1987).
- [31] J. R. Clem, B. Bumble, S. I. Raider, W. J. Gallagher y Y. C. Shih, Phys. Rev. B **35**, 6637 (1987).
- [32] M. E. Reeves, D. A. Weaver, D. A. Krieger, D. B. Chrisey, J. S. Horwitz, S. A. Wolf y G. P. Summers, Phys. Rev. B **45**, 2585 (1992).
- [33] W. A. Fietz y W. W. Webb, Phys. Rev. **178**, 657 (1969).
- [34] A. M. Campbell y J. E. Evetts, Adv. Phys. **21**, 199 (1972) y sus referencias.
- [35] L. Civale, M. W. McElfresh, A. D. Marwick, F. Holtzberg, C. Feild, J. R. Thompson y D. K. Christen, Phys. Rev. B **43**, 13732 (1991).
- [36] R. G. Hampshire y M. T. Taylor, J. Phys. F **2**, 89 (1972).
- [37] E. C. Jones, D. K. Christen, J. R. Thompson, R. Feenstra, S. Zhu, D. H. Lowndes,

- J. M. Phillips, M. P. Siegal y J. D. Budai, Phys. Rev. B **48**, 8986 (1993).
- [38] C. J. Liu, C. Schleuter, J. Schubert y B. Strizker, Phys. Rev. B **48**, 13911 (1993).
- [39] E. J. Kramer, J. Appl. Phys. **44**, 1360 (1973).
- [40] R. Wördenweber, M. O. Abd-El-Hamed, J. Schneider y O. Laborde, J. Appl. Phys. **70**, 2230 (1991).
- [41] C. G. Cui, C. C. Lam, S. T. Tang, S. L. Li, X. N. Jiang, P. C. W. Fung, B. C. Yang y X. P. Wang, Physica C **192**, 385 (1992).
- [42] P. W. Anderson y Y. B. Kim, Rev. Mod. Phys. **36**, 39 (1964).
- [43] J. D. Hettinger, A. G. Swanson, W. J. Skocpol, J. S. Brooks, J. M. Graybeal, P. M. Mankewich, R. E. Howard, B. L. Straughn y E. G. Burkhardt, Phys. Rev. Lett. **62**, 2044 (1989).
- [44] R. M. Schalk, G. S. Hosseinali, H. W. Weber, S. Proyer, P. Schwab, D. Bäuerle y S. Gründorfer, Phys. Rev. B **49**, 3511 (1994).
- [45] J. Halbritter, Phys. Rev. B, **46**, 14861 (1992).
- [46] J. Halbritter, Phys. Rev. B, **48**, 9735 (1993).
- [47] A. F. Marshall y C. B. Eom, Physica C **207**, 239 (1993).
- [48] R. Fehrenbacher, V. B. Geshkenbein y G. Blatter, Phys. Rev. B **45**, 5450 (1992).
- [49] M. Strikovsky, G. Linker, S. Gaponov, L. Mazo y O. Meyer, Phys. Rev. B, **45**, 12522 (1992).
- [50] K. E. Gray, R. T. Kampwirth, D. J. Miller, J. M. Murduck, D. Hampshire, R. Herzog y H. W. Weber, Physica C **174**, 340 (1991).
- [51] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 1537 (1995).
- [52] M. Ziese, P. Esquinazi, Y. Kopelevich, y A. B. Sherman, Physica C **224**, 79 (1994).
- [53] W. K. Kwok, U. Welp, V. M. Vinokur, S. Fleshler, J. Downey y G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett. **67**, 390 (1991).
- [54] M. Oussena, P. A. J. de Groot, R. Gagnon y L. Taillefer, Phys. Rev. Lett. **72**, 3606 (1994).
- [55] B. Roas, L. Schultz y G. Saemann-Ischenko, Phys. Rev. Lett. **64**, 479 (1990).

-
- [56] R. A. Doyle, A. M. Campbell y R. E. Somekh, Phys. Rev. Lett. **71**, 4241 (1993).
- [57] M. Tachiki y S. Takahasi, Solid State Commun. **72**, 1083 (1989).
- [58] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, Rev. Mod. Phys. **66**, 1125 (1994).
- [59] A. I. Larkin, Sov. Phys. JETP **31**, 784 (1970)
- [60] D. S. Fisher, M. P. A. Fisher y D. A. Huse, Phys. Rev. B **43**, 130 (1991).
- [61] D. A. Huse, M. P. A. Fisher y D. S. Fisher, Nature **358**, 553 (1992).
- [62] Ver por ejemplo R. Balescu, *Equilibrium and Nonequilibrium Statistical Mechanics*, (Wiley, 1975).
- [63] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta y M. P. A. Fisher, Phys. Rev. Lett. **63**, 1511 (1989).
- [64] J. Deak, M. Mc Elfresh, J. R. Clem, Z. Hao, M. Konczykowski, R. Muenchausen, S. Foltyn y R. Dye, Phys. Rev. B **48**, 1337 (1993).
- [65] D. G. Xenikos, J. T. Kim y T. R. Lemberger, Phys. Rev. B **48**, 7742 (1993).
- [66] P. L. Gammel, L. F. Schneemeyer y D. J. Bishop, Phys. Rev. Lett. **66**, 953 (1991).
- [67] N. C. Yeh, W. Jiang, D. S. Reed, U. Kripalni y F. Holtzberg, Phys. Rev. B **47**, 6146 (1993).
- [68] D. S. Reed, N. C. Yeh, W. Jiang, U. Kripalni y F. Holtzberg, Phys. Rev. B **47**, 6150 (1993).
- [69] J. Deak, M. J. Darwin y M. Mc Elfresh, Physica A **200**, 332 (1993).
- [70] D. R. Nelson y V. M. Vinokur, Phys. Rev. Lett. **68**, 2398 (1992).
- [71] W. Jiang, N. C. Yeh, D. S. Reed, U. Kriplani, D. A. Beam, M. Konczykowski, T. A. Tombrello y F. Holtzberg, Phys. Rev. Lett. **72**, 550 (1994).
- [72] W. K. Kwok, J. Fendrich, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey y G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett. **72**, 1088 (1994).
- [73] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Physica C **235-240**, 3171 (1994).
- [74] J. M. Roberts, B. Brown, B. A. Hermann y J. Tate, Phys. Rev. B **49**, 6890 (1994).
- [75] Y. Ando, H. Kubota y S. Tanaka, Phys. Rev. Lett. **69**, 2851 (1992).

CAPÍTULO 6

Anisotropía en películas y superredes: Dependencia angular de la corriente crítica y la magnetorresistencia

6.1 Propiedades de anisotropía en películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a y eje-c

Los superconductores de alta temperatura son materiales con una estructura cristalina laminar que se refleja en la anisotropía de sus propiedades de transporte. De hecho muchos de los nuevos fenómenos encontrados en el estado mixto de estos materiales se pueden asociar de manera clara con esta característica, como la menor rigidez de los vórtices cuando el campo es perpendicular a los planos de CuO_2 que pueden llegar a descomponerse en segmentos de vórtice 2D o *pancakes* [1], o como el anclaje intrínseco debido a la modulación del parámetro de orden entre los planos de CuO_2 cuando el campo magnético se aplica paralelamente con el plano *ab* [2].

En este capítulo vamos a estudiar, en primer lugar, a través de la dependencia de la corriente crítica y la magnetorresistencia con la dirección del campo magnético aplicado, la anisotropía natural existente en las películas simples, orientadas eje-c y eje-a. A continuación, veremos cómo podemos modificar esta propiedad introduciendo la estructura laminar artificial de las superredes. Esta influencia de la estructura de multicapa la hemos estudiado tanto en el caso en que los planos de CuO_2 se encuentran paralelos a las capas aislantes (superredes eje-c) como en el que se hallan perpendiculares (superredes eje-a). Asimismo, hemos analizado este tipo de efectos sobre la anisotropía en superredes donde las capas aislantes están compuestas por distintos materiales, $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y SrTiO_3 , que tienen resistividades muy diferentes.

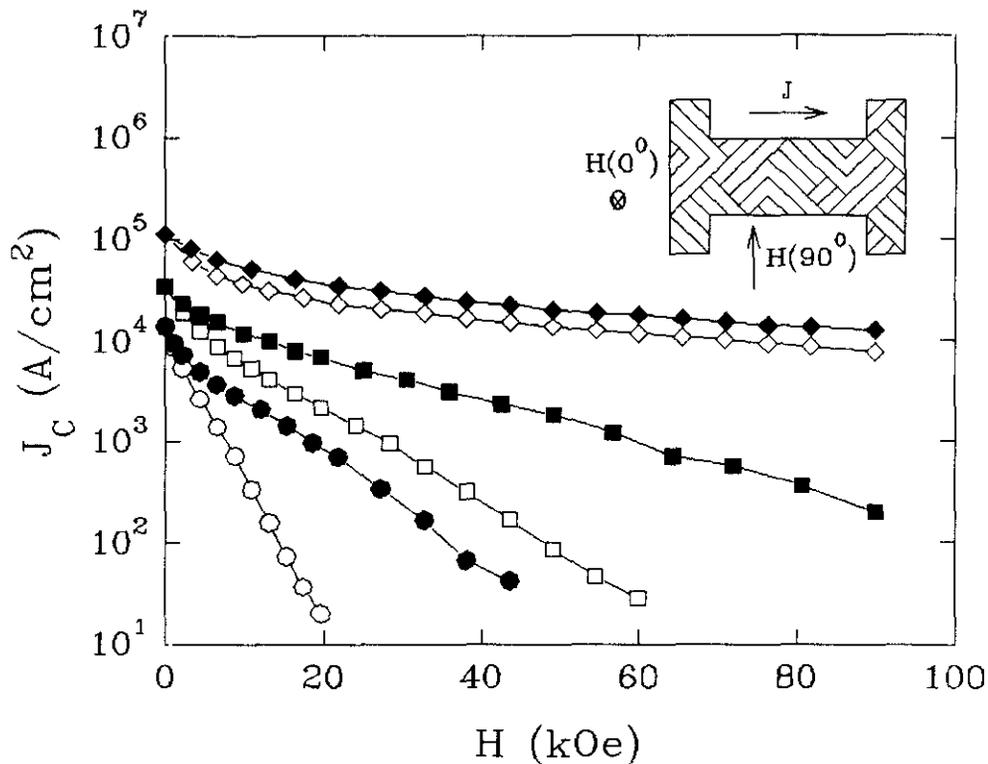


FIGURA 6.1: Corriente crítica en función del campo magnético para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a medida a distintas temperaturas (\bullet, \circ 70 K; \blacksquare, \square 65K; \blacklozenge, \lozenge 50 K). Los símbolos llenos corresponden a la medida para $\theta=0^\circ$ y los vacíos para $\theta=90^\circ$. También se muestra el esquema de la disposición respecto a la estructura de dominios de la corriente de transporte J y del campo magnético H para $\theta=0^\circ$ y 90° .

Los efectos de la anisotropía en las propiedades de transporte de estos materiales pueden observarse claramente en la figura 6.1, donde se muestra la dependencia de la corriente crítica en función del campo magnético para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a, medida tanto con el campo aplicado perpendicularmente al plano de la lámina (H_\perp) ($\theta=0^\circ$) como paralelamente a él (H_\parallel) ($\theta=90^\circ$), pero siempre perpendicular a la corriente de transporte ($H \perp J$). Hemos mantenido la misma geometría de medida respecto a la estructura de dominios en todas las muestras con orientación eje-a, de modo que en la configuración de (H_\perp) el campo forma el mismo ángulo con los planos de CuO_2 de las dos familias perpendiculares entre sí, tal y como se muestra en el esquema de la figura 6.1. Se encuentra, efectivamente, una anisotropía clara entre ambas configuraciones de campo magnético, ya que la corriente crítica es siempre más elevada cuando H se aplica perpendicularmente a la lámina y, por tanto, paralelo a los planos de CuO_2 , de acuerdo

con los resultados en películas eje-c [3], en las que se observa un aumento en J_C cuando el campo magnético está orientado a lo largo del plano ab que se puede asociar a la anisotropía en el campo crítico H_{C2} [4].

SUPERCONDUCTOR ANISOTROPICO 3D

Dentro de la teoría fenomenológica de Landau-Ginzburg existen básicamente dos maneras diferentes de tratar el problema de los superconductores de estructura laminar, según sea necesario tener en cuenta o no el carácter discreto de las capas, lo cual dependerá, en general, de la relación entre la longitud coherente ξ_c y las distancias interplanares s . Por un lado, si la anisotropía no es demasiado grande, tendremos un superconductor anisotrópico tridimensional (3D) [5], que puede ser descrito por una ecuación de Landau-Ginzburg continua con energía libre de Gibbs

$$G = \int d^3r \left\{ \alpha |\psi|^2 + \frac{1}{2} \beta |\psi|^4 + \sum_{\mu=x,y,z} \frac{1}{2m_\mu} \left| \left(\frac{\hbar}{i} \frac{d}{dx_\mu} + \frac{2e}{c} A_\mu \right) \psi \right|^2 + \frac{B^2}{8\pi} - \frac{\mathbf{H} \cdot \mathbf{B}}{4\pi} \right\} \quad (6.1)$$

en la que $\psi(\mathbf{r})$ es el parámetro de orden, α y β son los parámetros de Landau-Ginzburg, \mathbf{A} es el potencial vector, $\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A}$, y \mathbf{H} es el campo aplicado. La anisotropía se introduce a través del tensor de masas $m_{\mu\nu}$, que escrito en sus ejes principales sólo tiene elementos diagonales m_μ y que, en el caso uniaxial válido para los superconductores de alta temperatura, pueden tomarse como $m_x = m_y = m$ y $m_z = M$, siendo el plano xy paralelo al plano ab de la estructura cristalina y con el eje z a lo largo del eje c . De este modo, se caracteriza la anisotropía del material a través de la razón de masas $\gamma^2 = m/M$.

Una de las propiedades más importantes de la ecuación (6.1) es que, mediante transformaciones de escala [6, 7], puede reducirse al sistema isotrópico donde la teoría es mucho más sencilla y, por lo tanto, la dependencia angular de las magnitudes que nos interesan experimentalmente, J_C y ρ , sólo se produce a través del campo magnético reducido $h = H/H_{C2}(\theta)$, estando el campo crítico determinado por la relación implícita [5]

$$\left(\frac{H_{C2}(\theta)\cos(\theta)}{H_{C2}^{ab}}\right)^2 + \left(\frac{H_{C2}(\theta)\sin(\theta)}{H_{C2}^c}\right)^2 = 1 \quad (6.2)$$

donde H_{C2}^c y H_{C2}^{ab} son los campos críticos a lo largo del eje c y del plano ab respectivamente y θ es el ángulo entre el campo magnético y el plano ab . Es decir, despejando $H_{C2}(\theta)$ de (6.2) se obtiene

$$H_{C2}(\theta) = \frac{H_{C2}^c}{\sqrt{\sin^2(\theta) + \gamma^2\cos^2(\theta)}} \quad (6.3)$$

donde se ha hecho uso de la relación entre la razón de masas y los campos críticos $\gamma = H_{C2}^c/H_{C2}^{ab}$. Al aumentar la anisotropía, $\gamma^2 \rightarrow 0$ y se obtendría el comportamiento bidimensional en el que sólo es importante la componente del campo magnético perpendicular a los planos, es decir, $h = H\sin\theta$.

MODELO DE LAWRENCE-DONIACH

Por otra parte, cuando la longitud coherente ξ_c perpendicular a los planos superconductores se hace menor que la distancia entre ellos s , resulta más conveniente emplear el modelo de Lawrence-Doniach [8], en el que se considera al material formado por un conjunto de planos superconductores de espesor despreciable separados una distancia s y acoplados por un término Josephson (Figura 6.2), aunque también puede realizarse un análisis parecido considerando un acoplamiento entre las capas por efecto de proximidad [9]. Teniendo en cuenta la dependencia de $\xi(T)$, en un mismo material puede producirse un cambio entre ambos tipos de comportamiento 3D y 2D a una temperatura T^* tal que $\xi \approx s$ [10]. Este cambio en la dimensionalidad del sistema en función de la temperatura había sido observado en los superconductores de baja temperatura, bien con estructura naturalmente laminar como los dicalcogenuros [11] o bien fabricados en forma de multicapa, como por ejemplo en las superredes Nb/Cu [12].

De este modo, en el modelo de Lawrence-Doniach [8] se sustituye el parámetro de orden continuo $\psi(\mathbf{r})$ por una serie de funciones $\psi_n(x,y)$ para cada capa situada en la

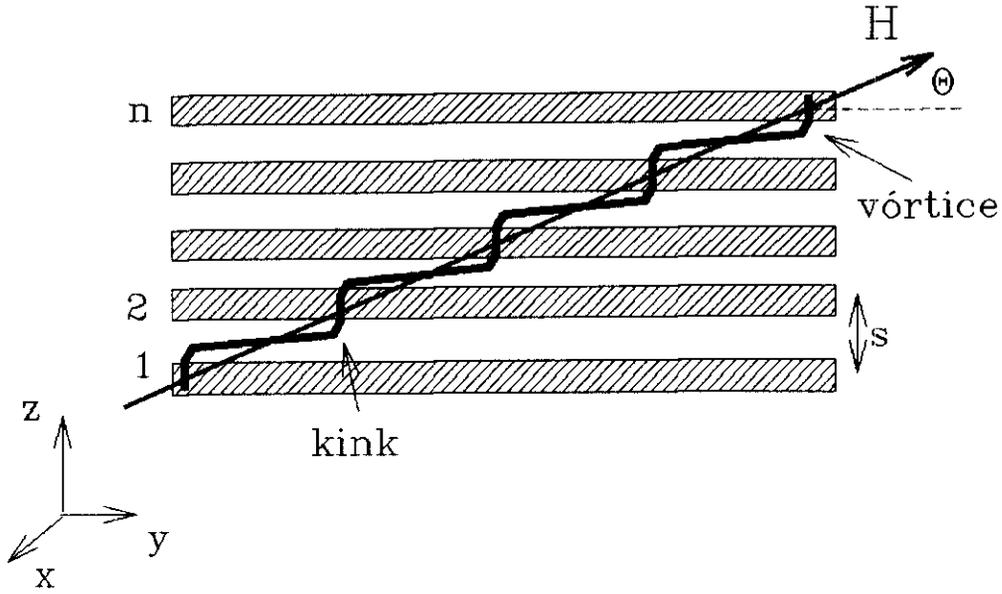


FIGURA 6.2: Esquema de la estructura de un superconductor laminar descrita por el modelo de Lawrence-Doniach [8]: las capas sombreadas representan los planos superconductores perpendiculares al eje \$z\$ y separados una distancia \$s\$. También se ha dibujado un vórtice, generado por un campo magnético \$H\$ situado a un ángulo \$\theta\$ del plano \$x-y\$, en el que aparece la típica estructura de kinks.

posición \$z=ns\$ y la ecuación (6.1) se escribe como

$$G = \int dx dy \left\{ s \sum_n \left[\alpha |\psi_n|^2 + \frac{1}{2} \beta |\psi_n|^4 + \frac{\hbar^2}{2m} \left| \left(\frac{\nabla^{(2)}}{i} + \frac{2\pi}{\Phi_0} \mathbf{A}^{(2)} \right) \psi_n \right|^2 + \frac{\hbar^2}{2Ms^2} \left| \psi_{n+1} \exp\left(\frac{2\pi i}{\Phi_0} \int_{ns}^{(n+1)s} dz A_z \right) - \psi_n \right|^2 \right] + \int dz \left[\frac{B^2}{8\pi} - \frac{\mathbf{H} \cdot \mathbf{B}}{4\pi} \right] \right\} \quad (6.4)$$

donde el sumatorio se realiza sobre las \$n\$ capas, el superíndice (2) indica las componentes en el plano del gradiente y del potencial vector \$\mathbf{A}\$, \$\Phi_0\$ es el cuanto de flujo, y \$m\$ y \$M\$ son nuevamente las masas efectivas en el plano y a lo largo de \$z\$ respectivamente. Es interesante mencionar que cuando la longitud coherente \$\xi_c\$ se hace mucho mayor que la distancia entre planos \$s\$ (\$s/\xi_c \ll 1\$) se recuperan los resultados de la descripción continua dada por la ecuación (6.1).

En esta imagen la línea de vórtice se descompone en segmentos de vórtice o *pancakes* en cada capa que interactúan magnéticamente entre sí y por acoplamiento

Josephson con los de las capas adyacentes [1]. Pueden diferenciarse, esencialmente, tres regímenes diferentes según el ángulo que forme el campo magnético con la estructura [13]. En el régimen de ángulo alto ($s/\xi_c < \tan\theta$), cuando el campo está próximo a la dirección perpendicular a las capas, se puede considerar que las corrientes de apantallamiento en torno al vórtice fluyen sobre todo en los planos, por lo que el comportamiento es esencialmente el mismo que en un superconductor anisotrópico 3D. En un régimen intermedio ($\gamma < \tan\theta < s/\xi_c$) se produce el cambio a una estructura con "escalones" o *kinks* (Figura 6.2), en la que los puntos de vórtice están unidos por segmentos de vórtices Josephson, de tal manera que las corrientes de apantallamiento pasan de ser planares a ser tipo Josephson entre planos, aunque la estructura de la red de vórtices en este régimen intermedio aún no se conoce perfectamente. Para ángulos aún menores ($\tan\theta < \gamma$) es donde las características de la estructura discreta se hacen más importantes, apareciendo la transición de *lock-in* (el vórtice puede situarse paralelo a las capas aunque el campo externo aún no esté paralelo a ellas) y el anclaje intrínseco cuando el campo es paralelo a las capas [2].

ANCLAJE INTRÍNSECO

La manera más sencilla de tratar el problema del anclaje intrínseco puede encontrarse en los primeros trabajos de Tachiki y Takahasi sobre este fenómeno [2, 14], en los que, en lugar de emplear una formulación discreta tipo Lawrence-Doniach, el efecto de la estructura laminar se tiene en cuenta a través de una variación del parámetro de orden Δ a lo largo del eje c del tipo $\Delta(z) \propto \Delta_0 \cos(2\pi z/s)$, donde Δ_0 es la amplitud de la modulación en Δ y s es el parámetro de red según el eje c . Se encuentra, entonces, que resulta favorable para los vórtices situarse en las posiciones entre los planos de CuO_2 , donde el parámetro de orden es menor, y aparece una fuerza de anclaje intrínseca F_p^{int} , esto es, debida a la propia estructura del material, que impide el movimiento de los vórtices perpendicularmente a los planos, de la forma

$$F_p^{\text{int}} = \eta_M H_C^2 / 8\pi s \xi_{ab} / \xi_c B/B_0 (1 - B/H_{C2}). \quad (6.5)$$

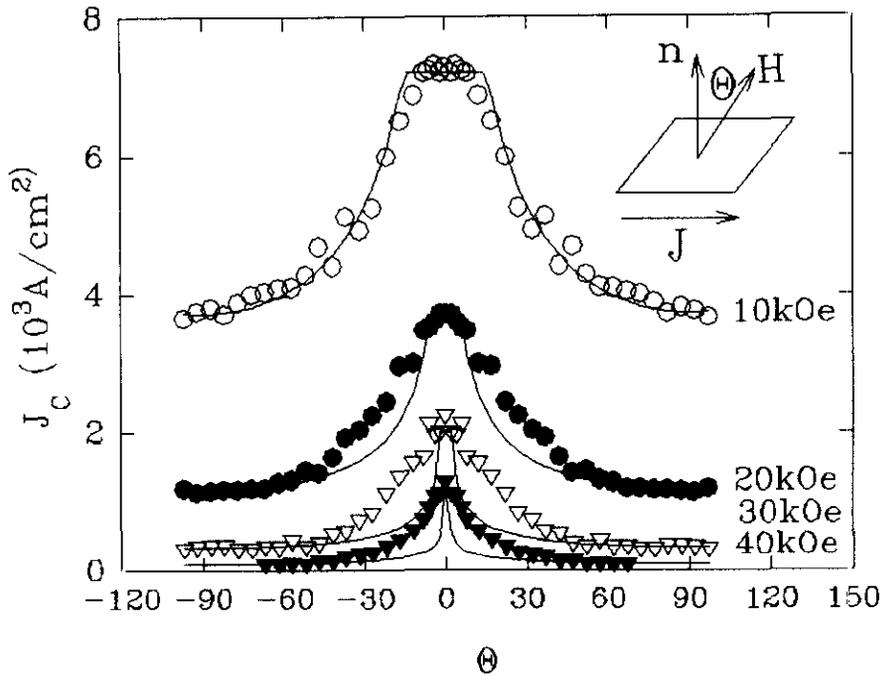


FIGURA 6.3: Corriente crítica en función del ángulo θ para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a, medida a 64K y para distintos campos magnéticos. Las líneas indican el ajuste a la dependencia predicha por el modelo de anclaje intrínseco de Tachiki y Takahasi [14].

El valor de esta fuerza de anclaje es proporcional al parámetro η_M , el cual se hace máximo cuando $\xi_J/s \sim 0.3$ ($\xi_J/s \approx 3\text{\AA}/11.7\text{\AA} \approx 0.26$ para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), por lo que este mecanismo debe ser importante en los óxidos superconductores de alta temperatura. Así pues, dentro de este modelo, cuando el campo magnético se aplica paralelamente a los planos de CuO_2 , se predice que la corriente crítica debe tener una dependencia débil con el campo, y que su dependencia angular sería del tipo $J_C \propto |\sin\theta|^{1/2}$, considerando que en el vórtice se desarrolla una estructura de *kinks* cuando el campo forma un ángulo cualquiera con las capas superconductoras y que, cuando está perpendicular a ellas, el anclaje se produce por una serie de defectos planares de espaciado promedio constante [14]. Este modelo había sido utilizado para explicar la anisotropía de la corriente crítica en películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a en el rango de bajos campos magnéticos (hasta 15 kOe) [15]. Sin embargo, como podemos ver en la figura 6.3 donde se ha representado la corriente crítica en función del ángulo para una película $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a, aunque este modelo reproduce de manera cualitativa el comportamiento del sistema (máximos en J_C

para $H\parallel ab$), no parece ser capaz de describir los datos de forma cuantitativa en todo el rango de campos medidos, siendo las diferencias mayores en los campos más altos. De todas maneras, los efectos del anclaje intrínseco cuando $H\parallel ab$ han sido claramente observados en monocristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a través de oscilaciones en la imanación [16] y en películas eje-c por medidas de la fuerza de anclaje [17]. Por lo tanto, estas discrepancias observadas en la figura 6.3 pueden ser debidas más bien a la sencillez del modelo de Tachiki y Takahasi [14], particularmente en la hipótesis de los centros de anclaje planares perpendiculares al plano ab . Estos defectos podrían corresponder en las películas eje-c a las fronteras de macla perpendiculares al sustrato; sin embargo, en las películas orientadas eje-a debería tratarse de defectos paralelos al plano de la lámina, lo cual resulta difícilmente justificable en una película delgada.

ANISOTROPÍA EN $H_{c2}(\theta)$

Otra posibilidad de estudiar los efectos de anisotropía podría estar en buscar algún tipo de relaciones de escala, como se deriva de la teoría de Landau-Ginzburg anisotrópica, de la forma $J_c(H, \theta) = J_c(h)$ y en términos del campo reducido $h = H/H_{c2}(\theta)$. Quizá resulta más conveniente introducir el factor de anisotropía adimensional

$$\varepsilon(\theta) = H_{c2}^c / H_{c2}(\theta) = (\sin^2\theta + \gamma^2 \cos^2\theta)^{1/2}, \quad (6.6)$$

de tal manera que las relaciones de escala se escribirán como

$$J_c(H, \theta) = J_c[H\varepsilon(\theta)]. \quad (6.7)$$

Este tipo de análisis, empleando para $H_{c2}(\theta)$ la expresión de un superconductor anisotrópico 3D, es el que se ha utilizado más habitualmente para interpretar los resultados en películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c [18-20], si bien se encuentra en la literatura una gran dispersión en el valor de la razón de masas γ obtenida a partir de la corriente crítica (desde $\gamma \approx 0$ hasta $\gamma \approx 0.3$ [18, 19]), o incluso se llega a tratar γ^2 como un parámetro dependiente del campo y de la temperatura [20].

Hay que mencionar, antes de estudiar este tipo de relaciones de escala en las

películas eje-a, que, debido a su estructura de dominios de 90°, el ángulo entre la normal a la lámina y el campo magnético (θ_{ext}) no coincide con el ángulo entre el campo y los planos (θ_{int}), sino que, teniendo en cuenta la geometría de medida esquematizada en la figura 6.1, ambos ángulos estarían relacionados por

$$\sin\theta_{\text{int}} = \sin 45^\circ \sin\theta_{\text{ext}} \tag{6.8}$$

De todas maneras, si sustituimos θ_{int} por su equivalente θ_{ext} en la expresión del factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ (6.6), esto no modifica la dependencia angular sino tan sólo la razón de masas γ^2 aparente de la forma $\gamma^2_{\text{efectiva}} = \gamma^2 / (\sin^2 45^\circ + \gamma^2 \cos^2 45^\circ) = 2\gamma^2 / (1 + \gamma^2)$. Es decir, la anisotropía entre las configuraciones H_{\parallel} y H_{\perp} es menor que si se hiciesen las medidas en una película eje-c, pero la dependencia angular de la corriente crítica debe ser del mismo tipo. En general, hemos representado los datos experimentales en términos de θ_{ext} , el ángulo medido directamente y que denotaremos simplemente como θ , si bien hemos tenido en cuenta la relación (6.8) para el análisis de los datos.

En primer lugar, para poder averiguar la validez de las relaciones de escala (6.7), sin tener que suponer a priori una dependencia angular concreta de $\varepsilon(\theta)$, hemos medido (figura 6.4) la corriente crítica de una película eje-a en función del campo magnético

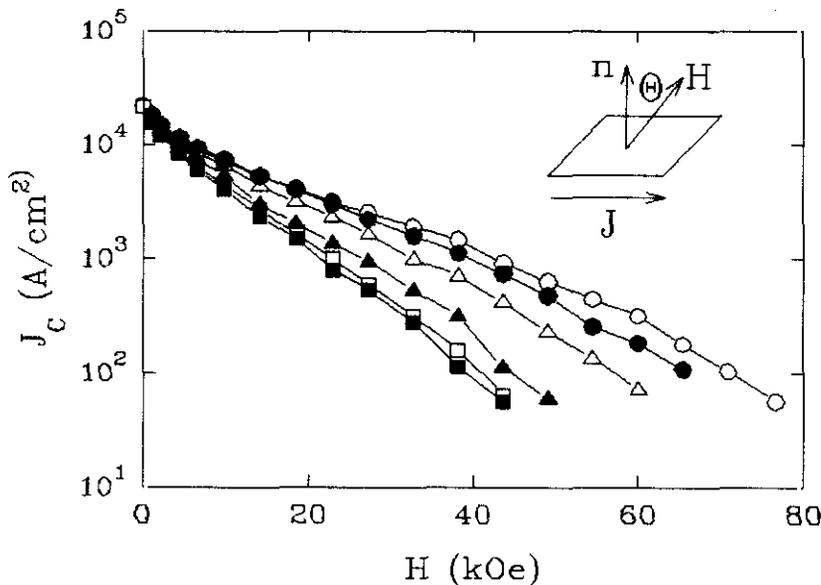


FIGURA 6.4: Corriente crítica en función del campo magnético para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a medida a 64 K y $\theta=0^\circ$ ○, 5° ●, 15° △, 35° ▲, 55° □ y 90° ■.

para distintos valores del ángulo θ_i entre 0° y 90° y a temperatura constante $T=64$ K $=0.75T_C$. Efectivamente, las curvas $J_C(H,\theta_i)$ son menores a medida que el campo magnético se desvía de la dirección perpendicular a la lámina, si bien prácticamente no hay diferencias entre la medida a 55° y la de 90° . A continuación hemos buscado un conjunto de valores experimentales $\varepsilon(\theta_i)$, de tal manera que al multiplicar la abscisa de cada curva $J_C(H,\theta_i)$ la llevaran a superponerse con la curva medida a 90° . El resultado de este escalaje podemos verlo en la figura 6.5 (símbolos vacíos), empleando tanto una escala lineal (Figura 6.5a) como logarítmica (Figura 6.5b) para el eje de corriente crítica, donde se observa el buen acuerdo de todos los valores de J_C en esta escala de campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$.

Asimismo hemos representado en el recuadro de la figura 6.5 los valores $\varepsilon(\theta_i)$ utilizados para obtener el colapso de las curvas, que ahora podemos comparar con las predicciones de los modelos teóricos. La línea discontinua sería la dependencia esperada a partir de la ecuación (6.6) para un superconductor anisotrópico 3D con $\gamma=0.36$, la cual, si bien puede describir el comportamiento experimental en la región de ángulo alto ($\theta \geq 40^\circ$), difiere claramente a medida que el campo se acerca a la dirección paralela a los planos de CuO_2 ($\theta \approx 0^\circ$) donde la dependencia angular experimental es claramente más pronunciada. La línea de puntos se corresponde con $\varepsilon(\theta)=\sin\theta$, el comportamiento de extremo de un superconductor bidimensional, que tampoco parece describir bien nuestro sistema.

De hecho, en este rango de temperatura es posible que el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se encuentre más bien en una situación intermedia entre un sistema 2D y uno 3D, ya que a esta temperatura, $T=0.75T_C$, podemos estimar $\xi = \xi_0/(1-T/T_C)^{1/2} \approx 3\text{Å}/(0.25)^{1/2} = 6\text{Å}$ que resulta todavía comparable con la constante de red $c=11.7\text{Å}$. Así, por ejemplo, podemos estimar a partir del modelo de Lawrence-Doniach [13] que el comportamiento tipo 3D debe observarse sobre todo en la región de ángulo alto $\theta \geq 60^\circ$ ($\tan\theta > s/\xi$). Igualmente, a partir de medidas de magnetómetro de par, en monocristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sin maclas aparecen indicaciones de un cambio de comportamiento entre 2D y 3D en el rango de temperaturas en torno 80 K [21]. Por este motivo hemos probado también la expresión

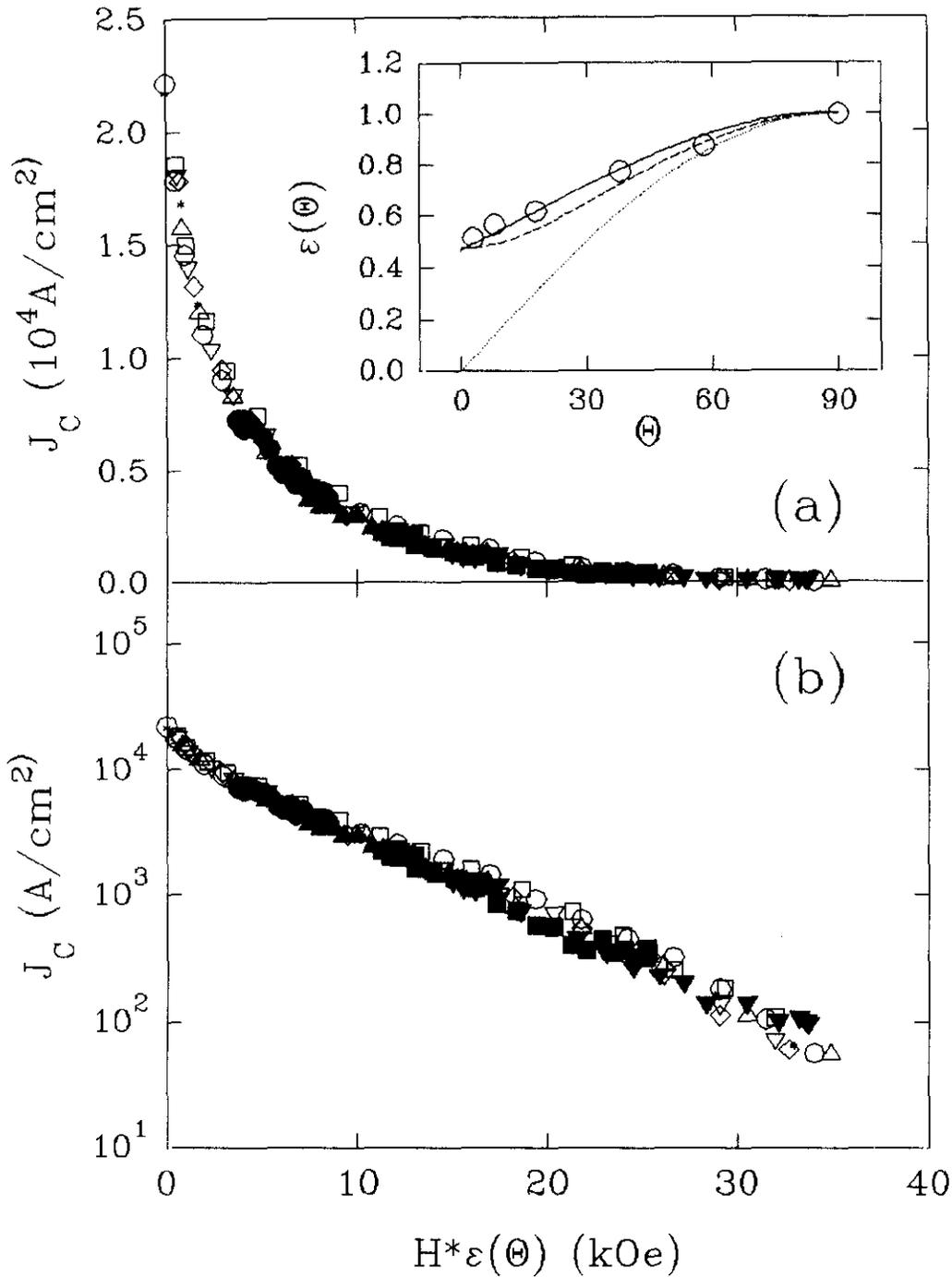


FIGURA 6.5: Corriente crítica en función del campo magnético reducido $h=H\epsilon(\theta)$ para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, eje-a medida a 64 K (a) en escala lineal y (b) en escala logarítmica. [$\circ J_c(H,0^\circ)$, $\square J_c(H,5^\circ)$, $\nabla J_c(H,15^\circ)$, $\diamond J_c(H,35^\circ)$, $* J_c(H,55^\circ)$ y $\triangle J_c(H,90^\circ)$] y [$\bullet J_c(\theta,10\text{kOe})$, $\blacktriangle J_c(\theta,20\text{kOe})$, $\blacksquare J_c(\theta,30\text{kOe})$, $\blacktriangledown J_c(\theta,40\text{kOe})$]. En el recuadro se ha representado la dependencia angular del factor de anisotropía $\epsilon(\theta)$: \circ valores empíricos empleados para colapsar las curvas $J_c(H,\theta)$, - - - superconductor anisotrópico 3D $\gamma=0.36$, $\sin\theta$, — modelo de Lawrence-Doniach con capas de espesores finitos y $\gamma=0.37$ empleado para el escalaje de las curvas $J_c(\theta,H)$.

para $H_{C2}(\theta)$ propuesta por Schneider y Schmidt [22], que se deduce a partir de una modificación del modelo de Lawrence-Doniach en la que se tiene en cuenta el espesor finito d de las capas superconductoras. Estos autores encuentran una dependencia angular similar a la calculada por Tinkham [23] para una lámina delgada aislada con espesor d comparable a la longitud coherente

$$\left(\frac{H_{C2}(\theta) \cos(\theta)}{H_{C2}^{\parallel}} \right)^2 + \left| \frac{H_{C2}(\theta) \sin(\theta)}{H_{C2}^{\perp}} \right| = 1 \quad (6.9)$$

donde H_{C2}^{\parallel} y H_{C2}^{\perp} son los campos críticos paralelo y perpendicular a las capas superconductoras respectivamente, dados por

$$H_{C2}^{\parallel} = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{\sqrt{12}}{\xi_{ab} d} \quad H_{C2}^{\perp} = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{1}{\xi_{ab}^2} \quad (6.10)$$

Este tipo de dependencia angular, representada en el recuadro de la figura 6.5 por la línea continua (tomando $\gamma = H_{C2}^{\perp}/H_{C2}^{\parallel} = 0.37$ y teniendo en cuenta (6.8)), parece seguir mucho mejor el comportamiento encontrado experimentalmente. Así pues, la hemos empleado para representar también, en campo magnético reducido y en esta misma figura 6.5 (símbolos llenos), los datos de $J_c(\theta)$ medidos a distintos campos magnéticos constantes (igualmente a $T = 0.75T_c$) que aparecían en la figura 6.4 y que como puede verse colapsan perfectamente con los resultados anteriores. La diferencia principal entre la relación (6.2) para un superconductor anisotrópico 3D y la expresión (6.9) que describe a un superconductor laminar 2D, esto es, con las capas desacopladas, estriba en que la dependencia angular para ángulos próximos a 0° viene dada por un término tipo $|\sin\theta|$ en lugar de $\sin^2\theta$ y es, por tanto, más pronunciada. Por otra parte, también se puede encontrar a partir de (6.9) el comportamiento de un superconductor 2D extremo, es decir $h = H \sin\theta$, en el límite $\gamma \rightarrow 0$ (y por tanto $H_{C2}^{\perp} \rightarrow \infty$).

ANCLAJE SUPERFICIAL

Además de la anisotropía en el campo crítico $H_{c2}(\theta)$, existen también otros mecanismos capaces de originar una dependencia angular en la corriente crítica de una lámina delgada como el anclaje superficial. Este puede dar lugar a máximos en la corriente crítica con el campo paralelo a la lámina en películas delgadas de un superconductor isotrópico, como se observa, por ejemplo, en películas de Nb-Ti [24] cuando el espesor se hace comparable a la longitud de penetración λ . Para las películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-c, en las que el incremento en la corriente crítica se produce cuando el campo es también paralelo al plano de la lámina, se ha discutido la posible competición entre el anclaje superficial y la anisotropía del material masivo en los distintos rangos de temperatura [25]. Este tipo de modelos [25, 26], basados en la existencia de barreras superficiales a la entrada de los vórtices, predicen una dependencia de la corriente crítica logarítmica con el campo magnético

$$J_c = J_0 \ln(H_0/H), \tag{6.11}$$

donde J_0 y H_0 son dos parámetros independientes del campo y, en concreto, $H_0 = \eta H_{c2}$

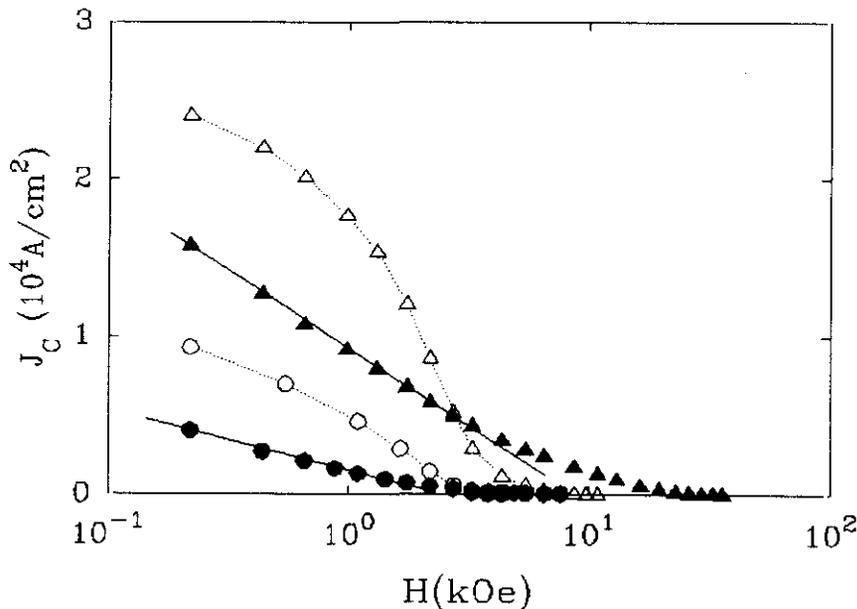


FIGURA 6.6: Corriente crítica en función del campo magnético para una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a con el campo paralelo (símbolos vacíos) y perpendicular (símbolos llenos) al plano de la lámina (O, ● $0.95T_c$ y Δ, ▲ $0.85 T_c$). Las líneas rectas indican la dependencia logarítmica a campo bajo cuando H es perpendicular a la lámina.

y η es una constante del orden de la unidad. Así pues, Mawatari *et al.* [25] asocian una dependencia de $J_c \propto -\ln(H)$ en películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c, con H paralelo a la lámina y por tanto a los planos de CuO_2 , a una influencia predominante del anclaje superficial sobre el anclaje intrínseco en la anisotropía de la corriente crítica.

Por otra parte, las películas eje-a constituyen un sistema ideal para el estudio de la posible competición entre ambos efectos ya que, al ser los planos de CuO_2 perpendiculares a la superficie, puede separarse completamente la contribución del anclaje superficial de la anisotropía intrínseca. De esta manera, como vemos en la figura 6.6, el anclaje superficial sólo aparece en un pequeño rango de campos bajos y altas temperaturas, donde la corriente crítica con H paralelo (H_{\parallel}) a la lámina puede superar ligeramente a la medida en H perpendicular (H_{\perp}), si bien la magnitud de este efecto parece depender de la muestra. Además, como puede comprobarse en esta representación semilogarítmica para el campo magnético, la corriente crítica sólo parece seguir la dependencia predicha por la ecuación (6.11) en la configuración (H_{\perp}). Es en este caso donde el campo es paralelo a los planos de CuO_2 y justamente no existe el anclaje superficial lo cual nos indica, por tanto, que un decrecimiento logarítmico de la corriente crítica con el campo magnético no puede atribuirse de manera unívoca al efecto de una barrera superficial como se proponía en [25] y, teniendo en cuenta el pequeño rango de campos y temperaturas donde hemos observado la existencia de anclaje superficial en las láminas orientadas eje-a, no parece que su influencia sobre la anisotropía en películas eje-c vaya a ser preponderante.

DEPENDENCIA ANGULAR DE LA RESISTIVIDAD

El efecto de la anisotropía podemos observarlo también en las medidas de resistividad en función del ángulo. En la figura 6.7 hemos representado las curvas de $\rho(\theta)$ medidas a distintos campos magnéticos y a la misma temperatura reducida ($T=0.9T_C$) para dos películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, una de ellas orientada eje-a (Figura 6.7a) y la otra orientada eje-c (Figura 6.7b). En ambas curvas se observa una clara disminución de la

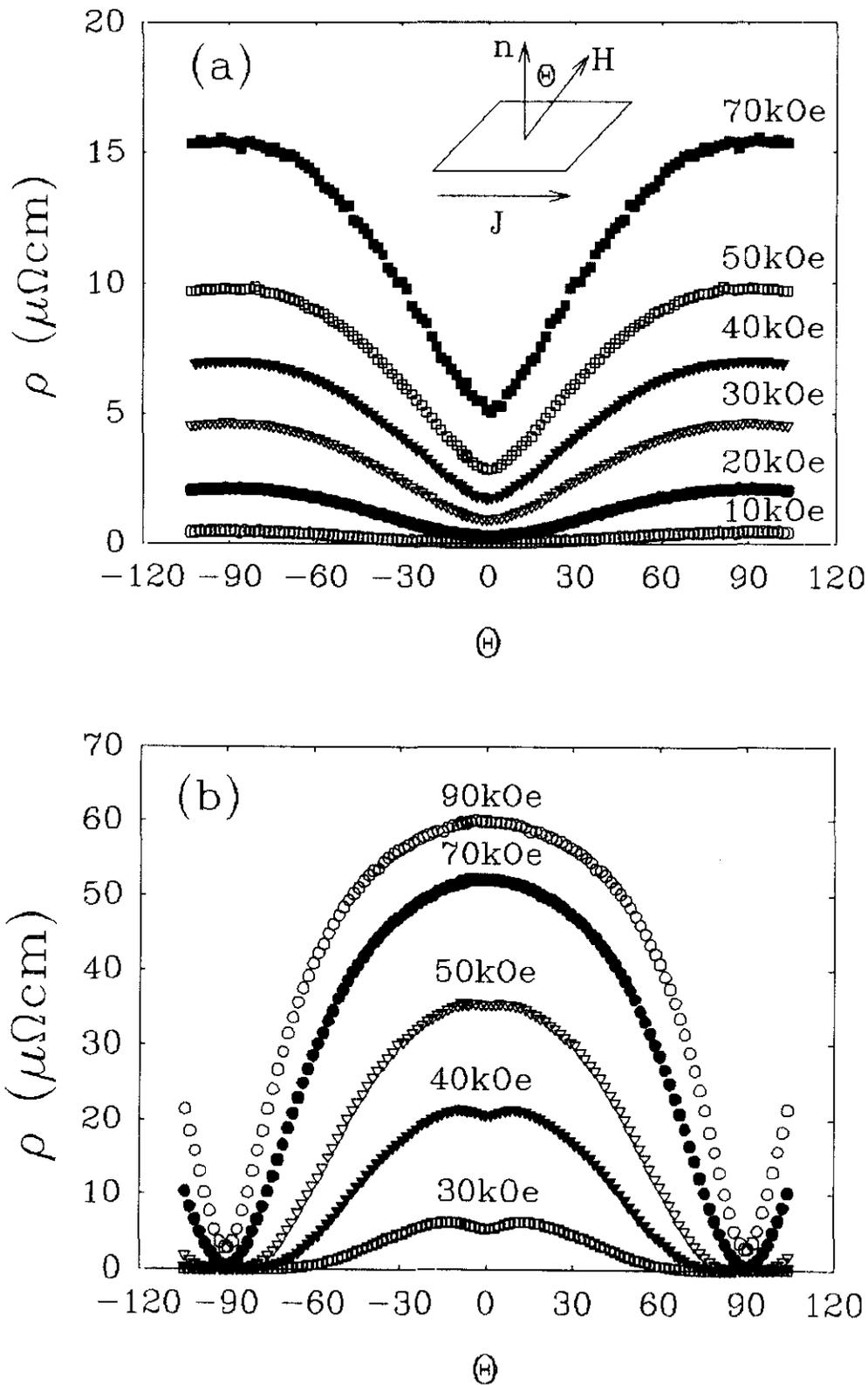


FIGURA 6.7: Resistividad en función del ángulo a $0.9T_c$ para (a) una película eje-*a* de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ y (b) una película eje-*c* de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$.

resistividad cuando el campo se alinea paralelamente a los planos de CuO_2 , 0° para la película eje-a y 90° para la lámina eje-c, que se corresponde con los máximos en la corriente crítica en esta misma posición que se observaban en la figura 6.3. En la figura 6.7b también se observa, sobre todo en las medidas a campos magnéticos menores (30 y 40 kOe) otro mínimo menos pronunciado para $\theta=0^\circ$, esto es, cuando el campo está perpendicular a la lámina y a los planos de CuO_2 . Esta disminución en la resistividad puede ser atribuida al hecho de que en esta muestra, depositada sobre un sustrato de $\text{MgO}(100)$, existen numerosas dislocaciones helicoidales perpendiculares al sustrato con una densidad en torno a 10^{10} cm^{-2} [27]. Estas dislocaciones constituyen un conjunto de defectos lineales cuyo máximo efecto como centros de anclaje debe producirse en el rango de campos magnéticos bajos, en torno a 1kOe, donde su densidad es semejante al número de vórtices por unidad de área $n=B/\Phi_0$ [28]. Asimismo, al tratarse de defectos con una dirección definida, sólo pueden anclar los vórtices en un rango angular limitado ($\sim 10^\circ$) como se observa en la figura 6.7b.

Podemos intentar, nuevamente, comprobar si esta anisotropía en la resistividad puede describirse mediante relaciones de escala similares a las que se encuentran para la corriente crítica, es decir

$$\rho(H,\theta)=\rho[H\varepsilon(\theta)], \quad (6.12)$$

empleando para el factor $\varepsilon(\theta)$ alguna de las expresiones predichas bien para un superconductor anisotrópico 3D (6.6) o bien por el modelo de Lawrence-Doniach (6.9). Cabe señalar que la anisotropía en la resistividad del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ suele describirse para temperaturas próximas a la transición como el de un superconductor anisotrópico 3D [29,30], si bien existen resultados que indican la existencia de un cambio de comportamiento al reducir la temperatura [31] y, también, de una mejor descripción de los datos con la dependencia angular dada por la ecuación (6.9) [32]. Así pues, hemos representado en la figura 6.8 los datos de las curvas $\rho(\theta)$ de las dos muestras de la figura 6.7 en función del campo magnético reducido $h=H\varepsilon(\theta)$. Hemos incluido también en la gráfica, para ambas muestras, la resistividad en función del campo magnético $\rho(H)$ para el ángulo constante θ_0 en el que se ha tomado $\varepsilon(\theta_0)=1$ (esto es, $\theta_0=90^\circ$ para la lámina

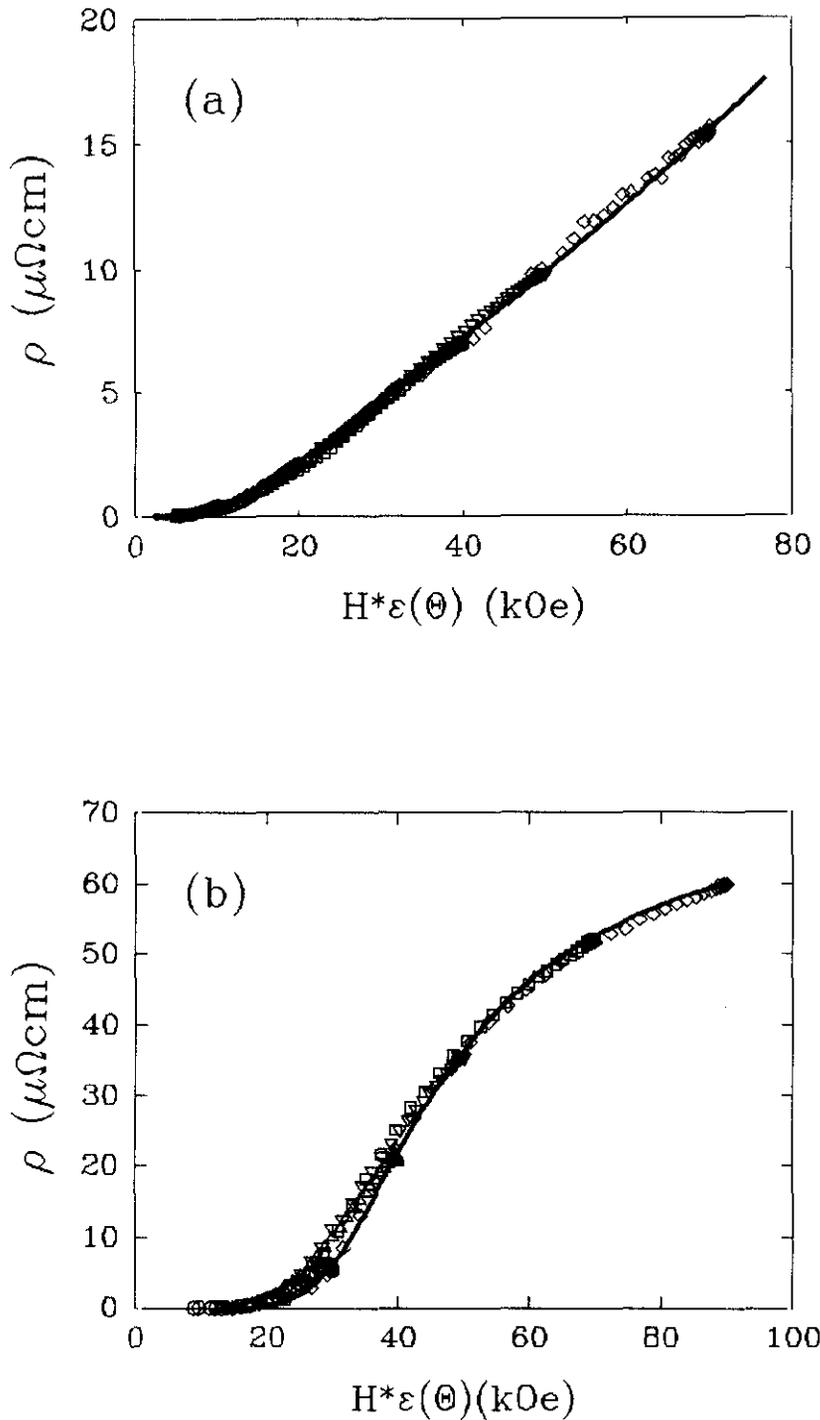


FIGURA 6.8: Resistividad en función del campo magnético reducido $H\epsilon(\theta)$ medida a $0.9T_C$ para (a) una película eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ [$\ast \rho(\theta, 10 \text{ kOe})$, $\circ \rho(\theta, 20 \text{ kOe})$, $\triangle \rho(\theta, 30 \text{ kOe})$, $\square \rho(\theta, 40 \text{ kOe})$, $\nabla \rho(\theta, 50 \text{ kOe})$, $\diamond \rho(\theta, 70 \text{ kOe})$ y $-\rho(H, 90^\circ)$] (b) una película eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ [$\circ \rho(\theta, 30 \text{ kOe})$, $\triangle \rho(\theta, 40 \text{ kOe})$, $\nabla \rho(\theta, 50 \text{ kOe})$, $\square \rho(\theta, 70 \text{ kOe})$, $\diamond \rho(\theta, 90 \text{ kOe})$ y $-\rho(H, 0^\circ)$]. La dependencia del factor de anisotropía es tipo Lawrence-Doniach con $\gamma=0.36$ y 0.29 para la película eje-a y eje-c respectivamente.

eje-a (figura 6.8a) y $\theta_0=0^\circ$ para la película eje-c (figura 6.8b)). En ambos casos el mejor colapso de las curvas se ha obtenido al utilizar la dependencia angular deducida de la ecuación (6.9) con un factor de anisotropía $\gamma=0.29$ para la película eje-c y $\gamma=0.36$ para la lámina eje-a, que es el mismo que se encontraba a partir de las medidas de $J_c(\theta)$ en esta misma muestra. Asimismo, los datos de $\rho(\theta)$ en función del campo reducido siguen bastante bien la curva de $\rho(H)$ representada en la misma gráfica, si bien para la película eje-c se observa una cierta desviación a campos magnéticos bajos donde es efectivo el anclaje por las dislocaciones para $\theta \approx 0^\circ$.

En resumen, hemos observado tanto por medidas de corriente crítica como de resistividad, en función del campo magnético y de la dirección de este respecto a los planos de CuO_2 , que la anisotropía del material, al menos en el rango de temperaturas $T < 0.9T_C$ donde ξ_c es menor o igual a la constante de red a lo largo del eje c , puede describirse bastante bien en términos de un modelo de Lawrence-Doniach con capas superconductoras de espesor finito [22].

6.2 Superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a: Competición entre la anisotropía natural y el efecto de la estructura de multicapa

Así pues, una vez que conocemos los efectos de la estructura laminar intrínseca del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre las propiedades de anisotropía de las películas simples, podemos preguntarnos cual será la influencia de la estructura laminar artificial introducida durante el crecimiento de una superred superconductor/aislante. En este sentido las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a presentan especial interés puesto que podemos estudiar en una misma muestra ambos tipos de anisotropía, natural e inducida artificialmente, y además de forma independiente, ya que ambas estructuras laminares son perpendiculares la una a la otra: los planos de CuO_2 están perpendiculares al sustrato mientras que las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ son paralelas a este.

En primer lugar, podemos considerar que, ya que el parámetro de orden

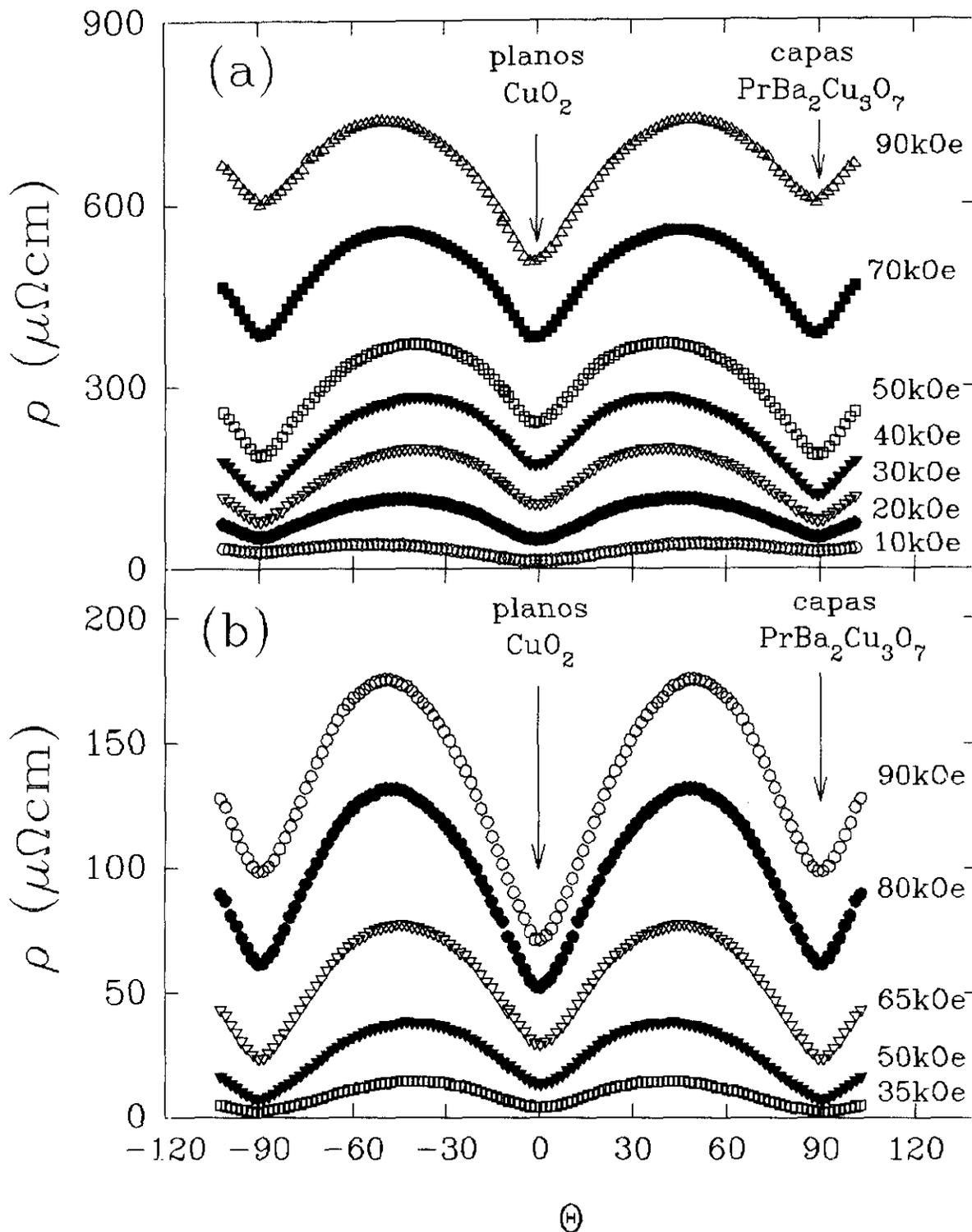


FIGURA 6.9: Resistividad en función del ángulo para una superred eje-a ($288\text{\AA}\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19\text{\AA}\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) para (a) $0.95T_c$ y (b) $0.7T_c$. Las flechas indican la posición del campo paralelo a los planos de CuO_2 y a las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

superconductor debe encontrarse deprimido en las capas aislantes, estas pueden constituir nuevos centros de anclaje efectivos cuando situemos el campo paralelamente a ellas, de manera semejante al mecanismo de anclaje intrínseco debido a la propia estructura cristalina laminar del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Pero, por otro lado, hay que recordar que las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no pueden ser consideradas tan sólo como defectos planares aislados, sino que al formar parte de una superred dan lugar a una estructura de capas superconductor/aislante que puede ser descrita por un modelo de Lawrence-Doniach y producir una auténtica anisotropía superconductor en la muestra. Así pues, hemos realizado un estudio del comportamiento anisotrópico de distintas superredes eje-a, variando los espesores de las capas constituyentes, para intentar comprender mejor el papel desempeñado por la estructura de multicapa en las propiedades superconductoras de nuestras láminas.

SUPERREDES CON CAPAS AISLANTES DELGADAS: ANCLAJE POR LA ESTRUCTURA DE MULTICAPA

De este modo, lo primero que observamos si se mide la resistividad en función del ángulo para una superred eje-a ($288 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), esto es con 75 celdas unidad eje-a del superconductor y 5 del aislante, es que aparece un nuevo mínimo en la curva de resistividad cuando el campo se sitúa paralelo al plano de la multicapa ($\theta=90^\circ$) además del que ya existía en las películas eje-a simples para $\theta=0^\circ$, es decir, a lo largo del plano ab (figura 6.9). Este comportamiento con dos mínimos en la resistividad en posiciones perpendiculares lo encontramos a las distintas temperaturas medidas y en todo el rango de campos magnéticos accesible experimentalmente (hasta 90 kOe), si bien el mínimo asociado a la estructura de multicapa parece ser menos profundo en los campos magnéticos más bajos. Este hecho se observa tal vez más claramente en la figura 6.10 donde se han representado las curvas $\rho(\theta)$ en escala logarítmica para otra superred eje-a ($154 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$). En esta figura se aprecia como el mínimo situado en $\theta=90^\circ$ prácticamente desaparece al disminuir el campo magnético hasta 5 kOe.

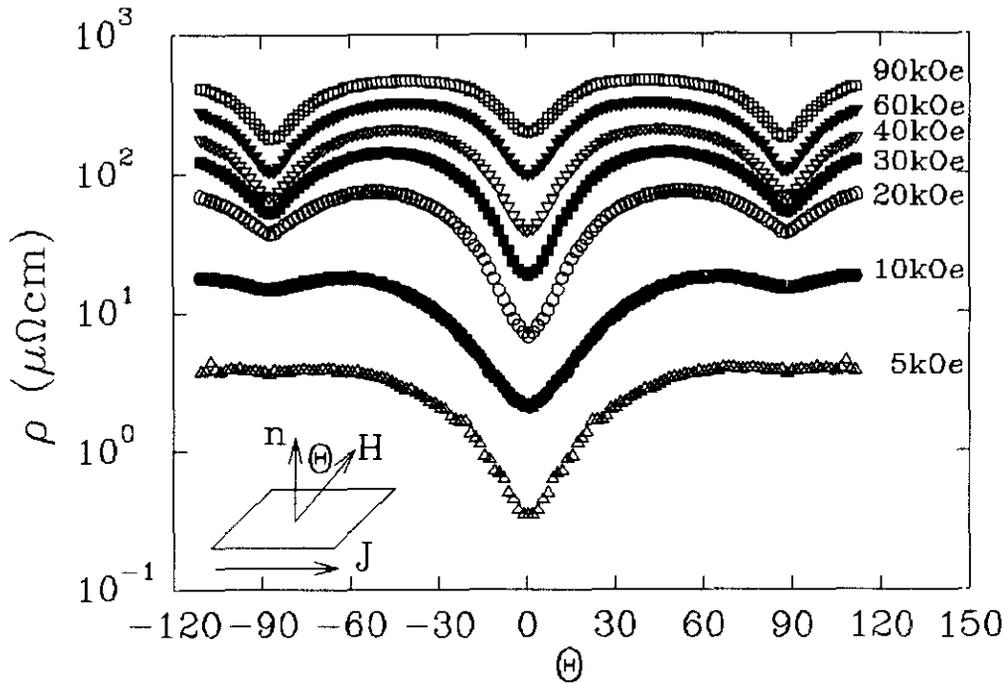


FIGURA 6.10: Resistividad en función del ángulo en escala logarítmica para una superred ($154 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a medida a $0.95T_C$ y distintos campos magnéticos.

En cualquier caso, la influencia de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ resulta claramente apreciable, y más si se tiene en cuenta que en estas superredes las capas aislantes son relativamente delgadas, con un espesor d_{PBCO} de tan sólo 5 celdas unidad ($\sim 19 \text{ \AA}$). Este espesor es comparable, incluso, a la longitud de correlación perpendicular a ellas, que al tratarse de muestras eje-a sería $\xi_{\text{ab}}(T=0) = 16 \text{ \AA}$ [4], aunque hay que recordar que ξ_{ab} no es realmente la longitud característica de este sistema, ya que se ha sugerido [33] que el acoplamiento a través del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no se realiza por efecto Josephson sino por efecto de proximidad debido al carácter metálico de las cadenas de CuO . Este tipo de acoplamiento puede dar lugar a longitudes de correlación ξ_N mucho mayores, del orden de hasta 1000 \AA , como se observa en las tricapas $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a [34]. Así, en las superredes de las figuras 6.9 y 6.10 tenemos que $d_{\text{PBCO}} \ll \xi_N$ y, por lo tanto, podemos suponer que el efecto principal de las capas aislantes debe ser como centros de anclaje anisotrópicos [35] sin que haya modificaciones apreciables en el comportamiento de las capas superconductoras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a que están

fuertemente acopladas entre sí.

En esta imagen debe jugar un papel importante el campo de ajuste B_Λ donde el espaciado de la red de vórtices $a_0 = (\Phi_0/B)^{1/2}$ se hace igual a la longitud de modulación de la superred Λ . En primer lugar, porque en este campo pueden actuar como centros de anclaje todas las capas aislantes a la vez sin que se tenga que deformar la red de vórtices y este efecto de sincronización podría dar lugar a un mínimo en la disipación (máximo en la corriente crítica) [36]; y, en segundo lugar, porque es el límite entre una región de campo bajo donde hay más centros de anclaje que vórtices y otra región de campo alto donde los vórtices son más numerosos. Así por ejemplo, si medimos la resistividad en función del campo magnético para la superred ($288 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) en $\theta=0^\circ$ y 90° , es decir en las posiciones de los dos mínimos (Figura 6.11), observamos que la disipación en ambas configuraciones es comparable y que, además, se produce un cruce entre las dos curvas en las proximidades de este campo de ajuste

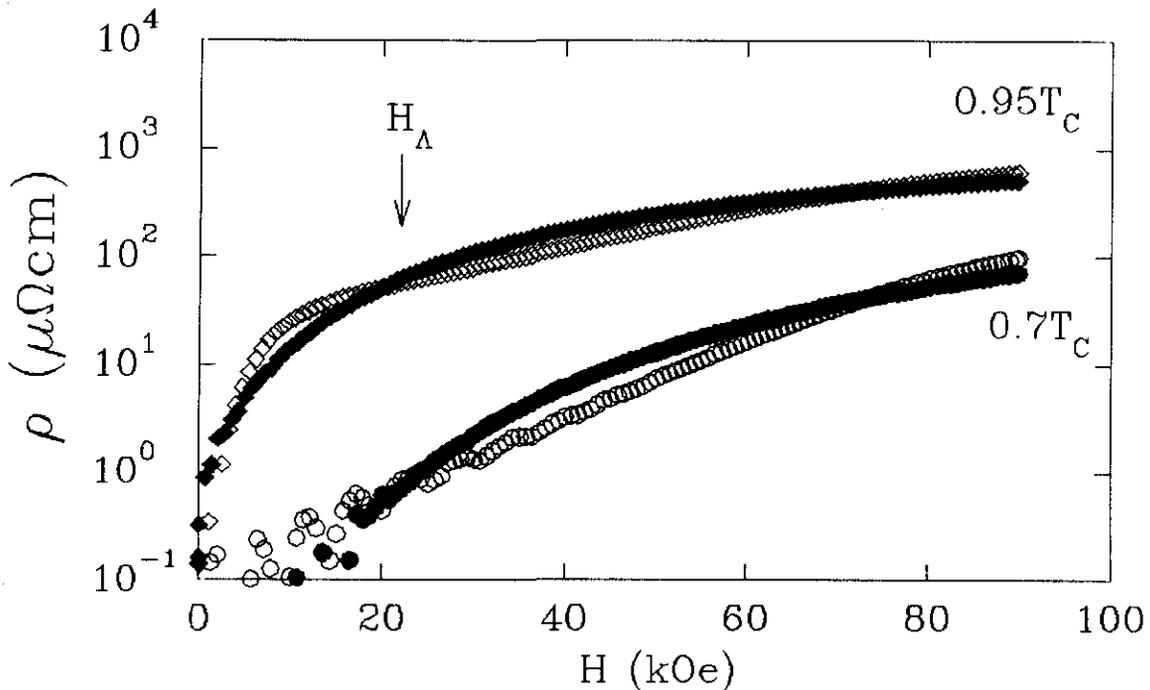


FIGURA 6.11: Resistividad en función del campo magnético para una superred eje-a ($288 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$). Los símbolos llenos corresponden a $\theta=0^\circ$ (H paralelo al plano ab) y los vacíos a $\theta=90^\circ$ (H paralelo a las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$). La flecha indica la posición del campo de ajuste.

(21.8 kOe para esta muestra), de manera que $\rho(0^\circ)$ se hace mayor que $\rho(90^\circ)$ al contrario de lo que sucedía en las películas eje-a simples. Sin embargo, como ya se veía en la figura 6.9, el anclaje de la multicapa parece seguir siendo eficaz para campos muy superiores a este valor, lo que indica que los efectos de sincronización no son muy importantes. Este resultado puede ser asociado al hecho de que la red de vórtices en estos materiales es muy blanda, por lo que puede deformarse con facilidad para aprovechar al máximo el anclaje por la estructura de capas aislantes presentes en la muestra [37].

La influencia de la estructura de multicapa podemos observarla también en la dependencia angular de la corriente crítica, representada para la superred (154ÅEuBa₂Cu₃O₇/19 Å PrBa₂Cu₃O₇) eje-a en la figura 6.12. A campos magnéticos bajos (10kOe) el comportamiento es similar al de una película simple, con un único máximo para $\theta=0^\circ$, esto es, con el campo paralelo a los planos de CuO₂; sin embargo, al ir aumentando el campo se empieza a desarrollar otro máximo situado en $\theta=90^\circ$ que, a 60 kOe, es ya comparable al valor de $J_C(\theta=0^\circ)$. Por otro lado, si medimos la corriente crítica

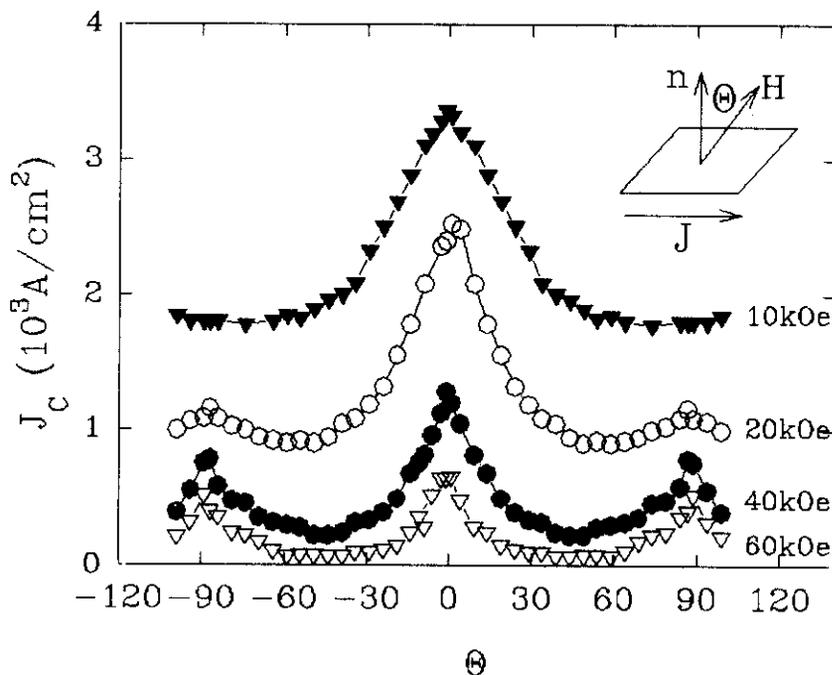


FIGURA 6.12: Corriente crítica en función del ángulo en $T=0.4T_C$ para una superred eje-a (154 Å EuBa₂Cu₃O₇/19 Å PrBa₂Cu₃O₇).

en función del campo magnético para distintos valores constantes del ángulo (θ_i) para la superred (288 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$)eje-a, de manera análoga a como lo hicimos en películas eje-a simples, encontramos que podemos definir dos rangos angulares diferentes, uno de ellos centrado en torno a $\theta=90^\circ$ (Figura 6.13a) y el otro en torno a $\theta=0^\circ$ (Figura 6.13b). En el primero de ellos, donde será dominante el anclaje de la multicapa, podemos distinguir dos comportamientos diferentes en función del campo magnético: a campo bajo la corriente crítica es independiente del ángulo y todas las curvas colapsan, mientras que por encima del campo de ajuste las curvas se separan cada vez más, de forma que para 80 kOe existe un orden de magnitud de diferencia entre $J_c(\theta=90^\circ)$ y $J_c(\theta=50^\circ)$. En cambio, en la figura 6.13b, donde la dirección del campo magnético es más próxima al plano ab , no se encuentra ninguna característica relevante en torno al campo de ajuste sino que la dependencia angular parece ser similar en todo el rango medido, de manera análoga a lo que sucedía en las películas simples. La comparación entre estas dos gráficas es la que nos permite diferenciar de manera definitiva entre los efectos producidos por la estructura laminar natural y la estructura artificial. La primera de ellas modifica los parámetros característicos del material introduciendo una anisotropía en el campo crítico $H_{c2}(\theta)$, por lo que se pueden encontrar leyes de escala en función de $h=H/H_{c2}(\theta)$ para las curvas medidas a distintos ángulos. Sin embargo, esto no es así para la estructura artificial (al menos en estas superredes donde el espesor de las capas aislantes es d_{PBCO} mucho menor que la longitud de acoplamiento ξ_N), la cual da lugar más bien a un conjunto de centros de anclaje planares muy efectivos caracterizados por una longitud geométrica constante Λ y, por lo tanto, no aparecen estas relaciones de escala.

Así pues, hemos buscado las relaciones de escala del tipo (6.12) en la dependencia angular en el rango en torno a $\theta=0^\circ$ donde el efecto del anclaje de la multicapa puede despreciarse. De este modo, hemos representado en la figura 6.14 la resistividad en función del campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$ para una superred (384 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a junto con la curva $\rho(H)$ medida para $\theta=0^\circ$, esto es, $H\parallel ab$. Hemos utilizado el mismo tipo de factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ que en las láminas eje-a simples, es

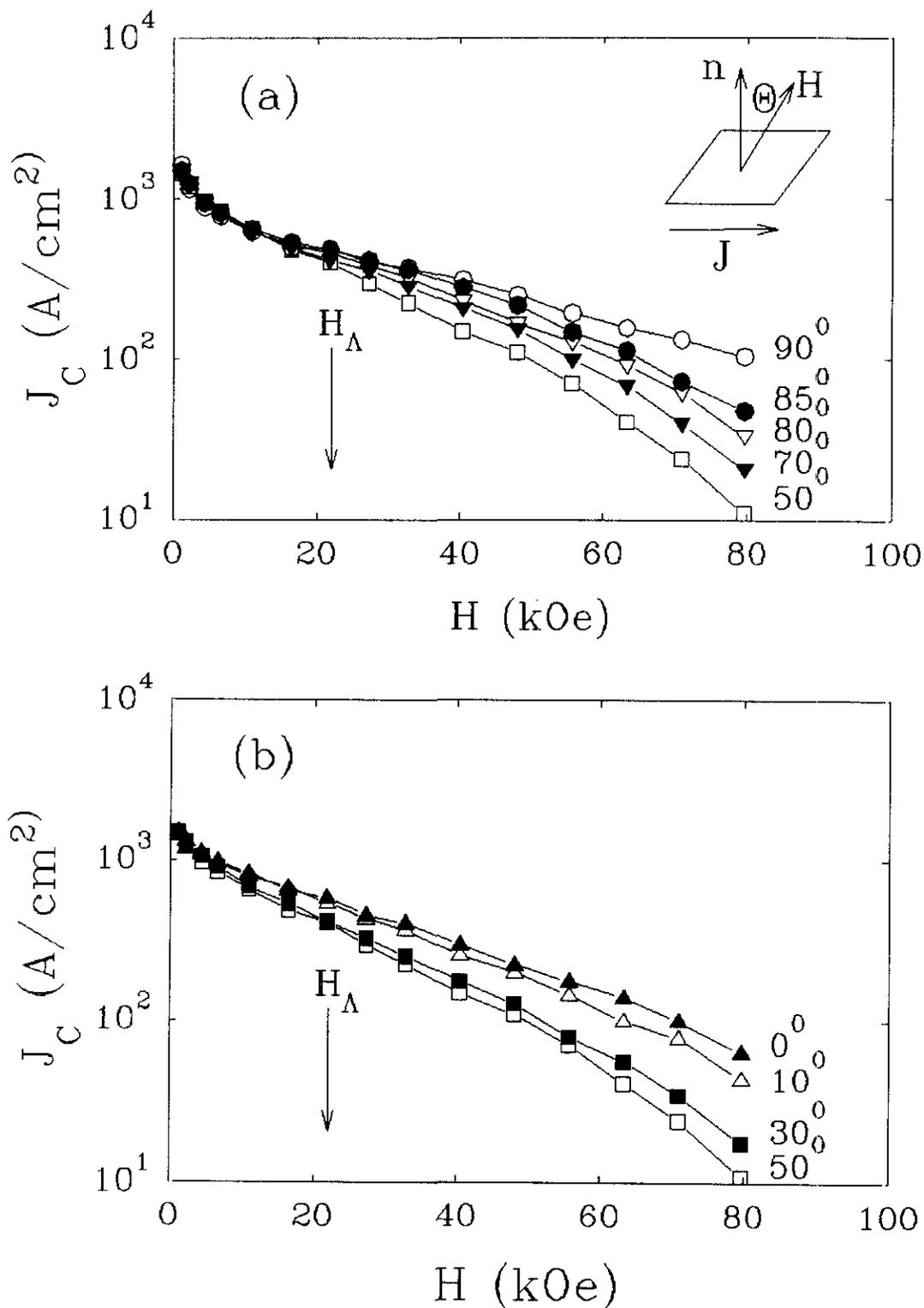


FIGURA 6.13: Corriente crítica en función del campo magnético a $0.4T_c$ para una superred eje-a ($288 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) y distintos valores del ángulo (a) $\theta \geq 50^\circ$, esto es, con el campo magnético próximo a las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, (b) $\theta \leq 50^\circ$, es decir, H próximo a los planos de CuO_2 .

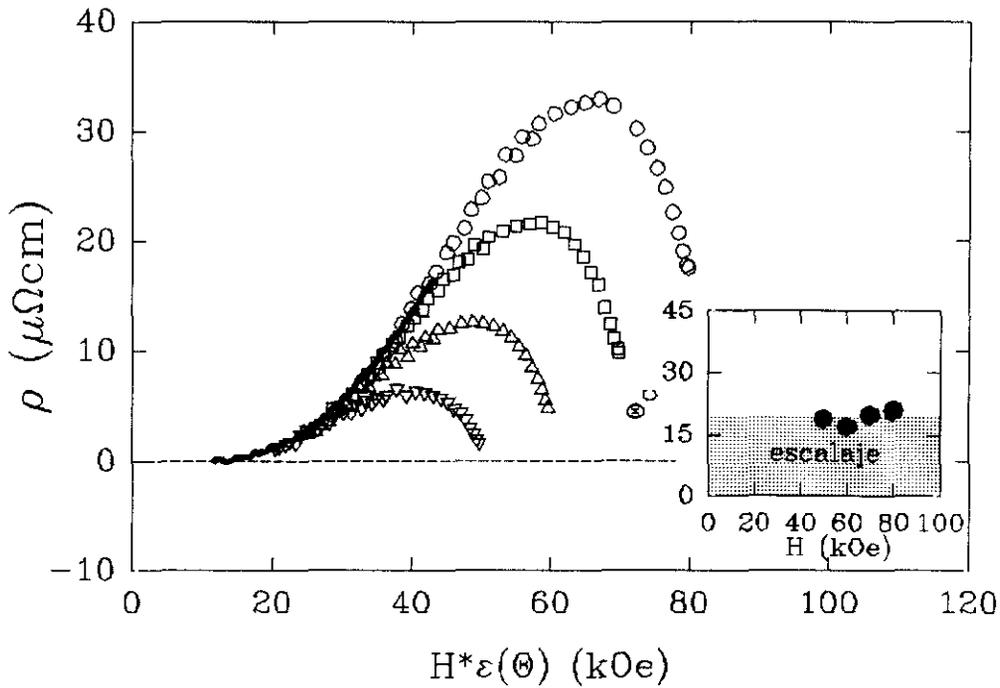


FIGURA 6.14: Resistividad en función del campo magnético reducido $H\epsilon(\theta)$ para una superred eje-a (384 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) en $0.7T_C$ (O $\rho(80 \text{ kOe}, \theta)$, \square $\rho(70 \text{ kOe}, \theta)$, \triangle $\rho(60 \text{ kOe}, \theta)$, ∇ $\rho(50 \text{ kOe}, \theta)$, — $\rho(H, 0^\circ)$). La dependencia del factor de anisotropía es la misma que en las películas eje-a simples. En el recuadro se muestra la región sombreada donde se mantiene el escalaje y los símbolos indican el ángulo θ_c para el que las curvas $\rho(\theta)$ empiezan a desviarse.

decir, deducido de la ecuación (6.9), teniendo en cuenta la relación (6.8) y con $\gamma=0.37$. Se encuentra, efectivamente, un buen colapso de las curvas sobre la medida en $\theta=0^\circ$, pero sólo en un rango angular reducido $\theta \leq 20^\circ$, que se ha esquematizado en la región sombreada del recuadro de esta misma figura. En esta gráfica los símbolos indican el ángulo θ_c para el que la curva $\rho(\theta)$ medida para cada campo se desvía del escalaje y que, como vemos, parece ser independiente del valor del campo.

Este escalaje de las curvas $\rho(\theta)$ en un rango angular limitado se encuentra también para otras superredes eje-a con el mismo espesor de las capas aislantes y capas superconductoras más delgadas como puede verse en las figuras 6.15 y 6.16 para las superredes eje-a (288 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) y (154 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) respectivamente. En estas figuras sólo hemos representado los valores de $\rho(\theta)$ en el intervalo $\theta \leq \theta_c$ donde se cumplen las relaciones de escala (6.12) para la

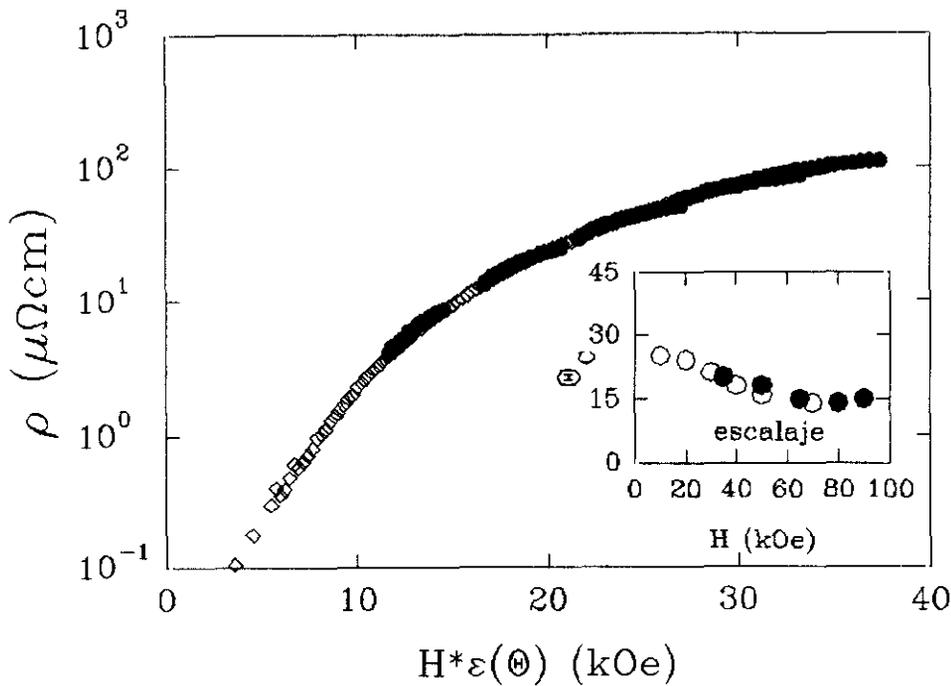


FIGURA 6.15: Resistividad en función del campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$ a $0.7T_c$ para una superred (288 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a; los símbolos llenos corresponden a las curvas $\rho(\theta)$ para $H=35\text{kOe}$, 50kOe , 65kOe , 80kOe y 90kOe en el rango $\theta \leq \theta_c$ y los símbolos vacíos a la curva $\rho(H, 0^\circ)$. El recuadro muestra los valores del ángulo θ_c por debajo de los cuales se cumple el escalaje (O $0.95T_c$, ● $0.7T_c$). El factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ para el colapso de las curvas es el de un superconductor anisotrópico 3D con $\gamma=0.24$.

dependencia angular de la resistividad, junto con la medida de $\rho(H, \theta=0^\circ)$. Existe, sin embargo, una diferencia fundamental en el comportamiento de estas superredes respecto a las películas eje-a simples y la multicapa de la figura 6.14, ya que ahora el colapso de las curvas sólo se consigue empleando la dependencia angular del factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ propia de un superconductor anisotrópico 3D (ecuación (6.6)), y donde el parámetro de escalaje γ (la razón de masas) toma los valores $\gamma=0.24$ para la superred con capas de 288 \AA de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (Figura 6.15) y $\gamma=0.16$ para aquella en la que las capas superconductoras son de 154 \AA (Figura 6.16).

En este mismo rango de espesores de las capas superconductoras d_{EBCO} donde la anisotropía asociada a la estructura laminar intrínseca se hace tipo 3D, se encuentran también modificaciones en la energía de activación para el movimiento de los vórtices

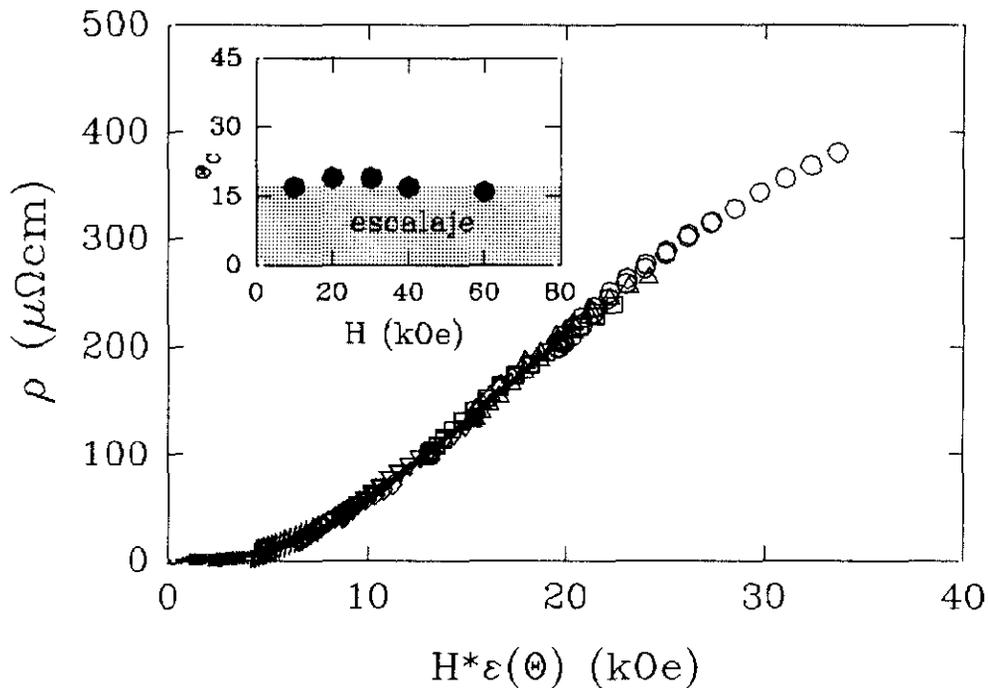


FIGURA 6.16: Resistividad en función del campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$ a $0.95T_c$ para una superred (154 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/19 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) eje-a: * $\rho(\theta, 5\text{kOe})$, x $\rho(\theta, 10\text{kOe})$, # $\rho(\theta, 20\text{kOe})$, \diamond $\rho(\theta, 30\text{kOe})$, ∇ $\rho(\theta, 40\text{kOe})$, \square $\rho(\theta, 60\text{kOe})$, \triangle $\rho(\theta, 70\text{kOe})$, \circ $\rho(\theta, 90\text{kOe})$, y — $\rho(H, 0^\circ)$. Sólo se han incluido los datos en la región $\theta \leq \theta_c$ cuyos valores en función de H se representan en el recuadro. El factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ es el de un superconductor anisotrópico 3D con $\gamma=0.16$.

deducida de las curvas $\rho(H)$ para $\theta=0^\circ$ [35, 38]. Esto es, para las películas eje-a simples y para superredes con capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ gruesas ($d_{\text{EBCO}} \geq 384 \text{ \AA}$) la energía de activación es del tipo $U=U_0/H^n$ ($n=1$), como ya veíamos en el capítulo 5, pero al hacer las capas superconductoras suficientemente delgadas ($d_{\text{EBCO}} \leq 154 \text{ \AA}$) aparece una nueva dependencia con el campo magnético de la forma $U=U_0 \ln H$. Este comportamiento logarítmico en la energía de activación suele encontrarse en sistemas 2D con el campo perpendicular a las capas (como por ejemplo en películas muy delgadas superconductoras de MoGe amorfo [39]) y, por lo tanto, había sido asociado habitualmente en superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c a efectos de desacoplo entre las capas superconductoras [40]. Sin embargo, estos cambios de comportamiento que hemos observado en las superredes eje-a se producen en superredes donde las capas aislantes son muy delgadas y, como ya mencionamos antes, deben actuar fundamentalmente como centros de anclaje anisotrópicos sin desacoplar las capas superconductoras. Por otra parte, nuestros

resultados ponen de manifiesto la importancia de la longitud de correlación L_C a lo largo del vórtice que indica el tamaño mínimo para que el vórtice pueda deformarse y desarrollar una estructura de *kinks* cuando forma un cierto ángulo con los planos de CuO_2 . Así, cuando el espesor de las capas superconductoras se hace menor que esta longitud de correlación ($d_{\text{EBCO}} \leq L_C$), el vórtice está esencialmente rígido dentro de cada capa. Esta es una situación similar a la que predice el modelo de Lawrence-Doniach en un superconductor laminar cuando el ángulo entre el campo y las capas es grande [13]; en este caso tampoco resulta energéticamente favorable que se formen *kinks* en el vórtice, ya que ello exigiría deformaciones en una escala demasiado pequeña, y este se sitúa de forma rígida a lo largo de la dirección del campo lo que origina un comportamiento similar al de un superconductor anisotrópico 3D, y que es el mismo que se observa en nuestras superredes al reducir el espesor de las capas superconductoras e inhibir las deformaciones en el vórtice.

ANISOTROPÍA INDUCIDA POR LA ESTRUCTURA DE SUPERRED

Las modificaciones en la anisotropía de la superredes eje-a respecto a las películas simples son aún mayores cuando se aumenta el espesor de las capas aislantes. Por ejemplo, en la figura 6.17 hemos representado las curvas $\rho(\theta)$ medidas a distintos campos magnéticos para una superred eje-a ($154 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 77 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), es decir con 40 celdas unidad eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y 20 de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Resulta curioso comparar esta gráfica con los resultados de una película eje-c (recuadro de esta misma figura) ya que el aspecto general de la gráfica es el mismo. Efectivamente, el mínimo en la resistividad para $\theta=0^\circ$ asociado a la estructura laminar natural prácticamente ha desaparecido y el efecto más importante es el producido por la estructura de multicapa fabricada artificialmente. Hay que recordar, sin embargo, que no se trata de una superred de capas desacopladas ya que las longitudes de acoplamiento a través del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en esta orientación son mucho mayores que el espesor de las capas (del orden de 1000 \AA en tricapas [34]). Lo que si parece es que, al aumentar la separación

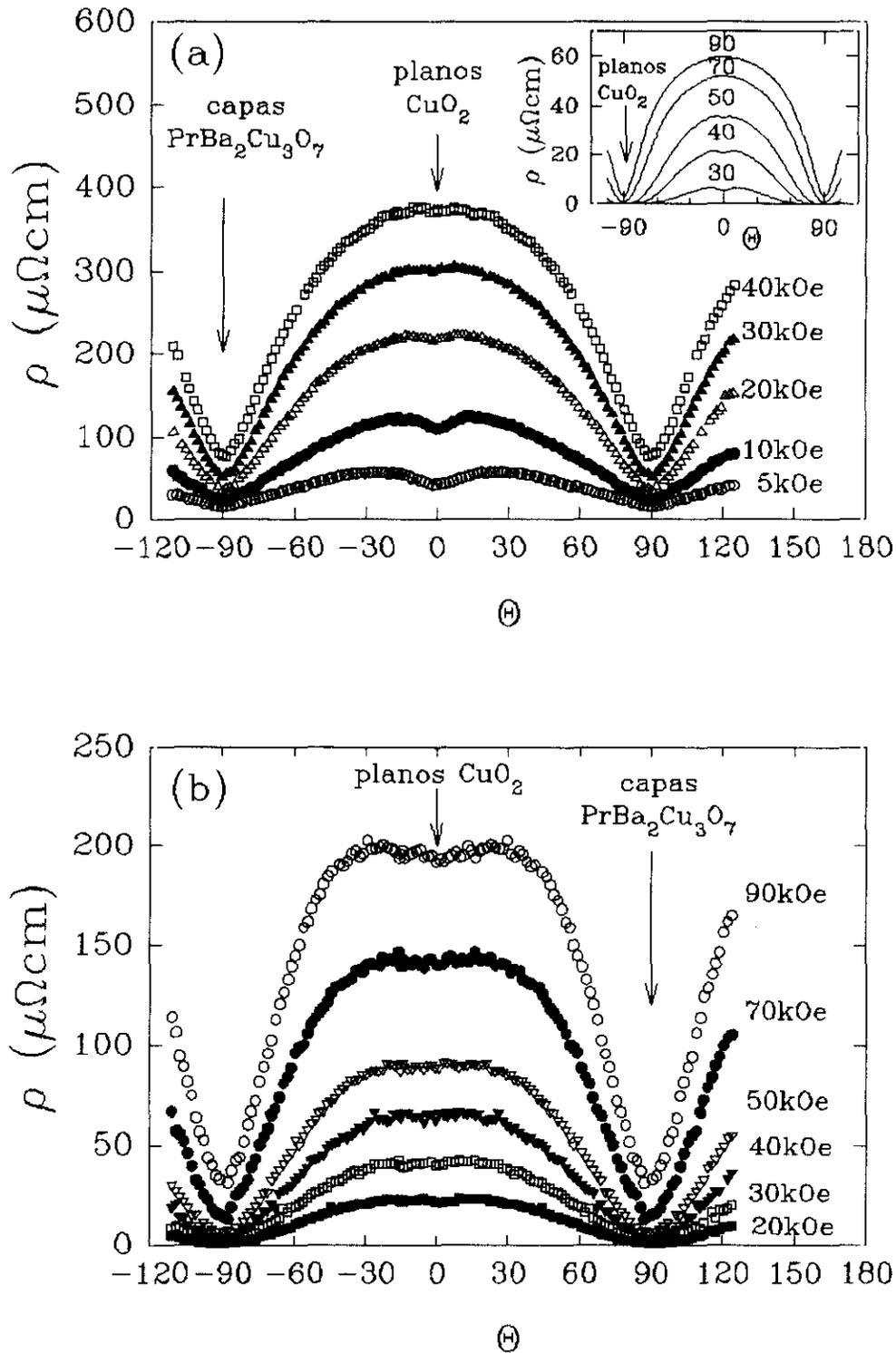


FIGURA 6.17: Resistividad en función del ángulo para una superred eje-a ($154\text{\AA}\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/77\text{\AA}\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) medida a distintos campos magnéticos y para (a) $0.95T_c$ y (b) $0.7T_c$. Las flechas indican la posición del campo magnético paralelo a los planos de CuO_2 y a las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. El recuadro muestra las curvas $\rho(\theta)$ para una película eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$ a $0.9T_c$.

entre las capas superconductoras, la eficacia del anclaje intrínseco disminuye al perderse la continuidad de la estructura laminar natural a lo largo de toda la longitud del vórtice.

Por otra parte, el efecto de la estructura laminar artificial también ha cambiado. Como puede verse en la figura 6.18, en la medida de $\rho(H)$ para $\theta=0^\circ$ y $\theta=90^\circ$ la anisotropía de la multicapa es similar en todo el rango de campos medidos, es decir, $\rho(0^\circ) > \rho(90^\circ)$, sin que se observe ningún comportamiento especial en las proximidades del campo de ajuste como los cruces entre las dos curvas que se veían en las superredes con capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ más delgadas. Esto nos hace pensar que ahora la anisotropía inducida artificialmente tal vez pueda describirse mediante relaciones de escala en el campo magnético similares a las que describen la anisotropía intrínseca en las láminas simples. Así pues, hemos representado en la figura 6.19 las curvas de $\rho(\theta)$ en función del campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$ junto con la medida de $\rho(H, \theta=90^\circ)$. Encontramos, efectivamente, un buen colapso de las curvas, pero sólo en un rango angular limitado ($|\theta-90^\circ| \leq 25^\circ$), lo que da idea de que aunque no veamos el mínimo en la resistividad para $\theta=0^\circ$ el efecto de la estructura laminar intrínseca aún sigue siendo importante, si bien

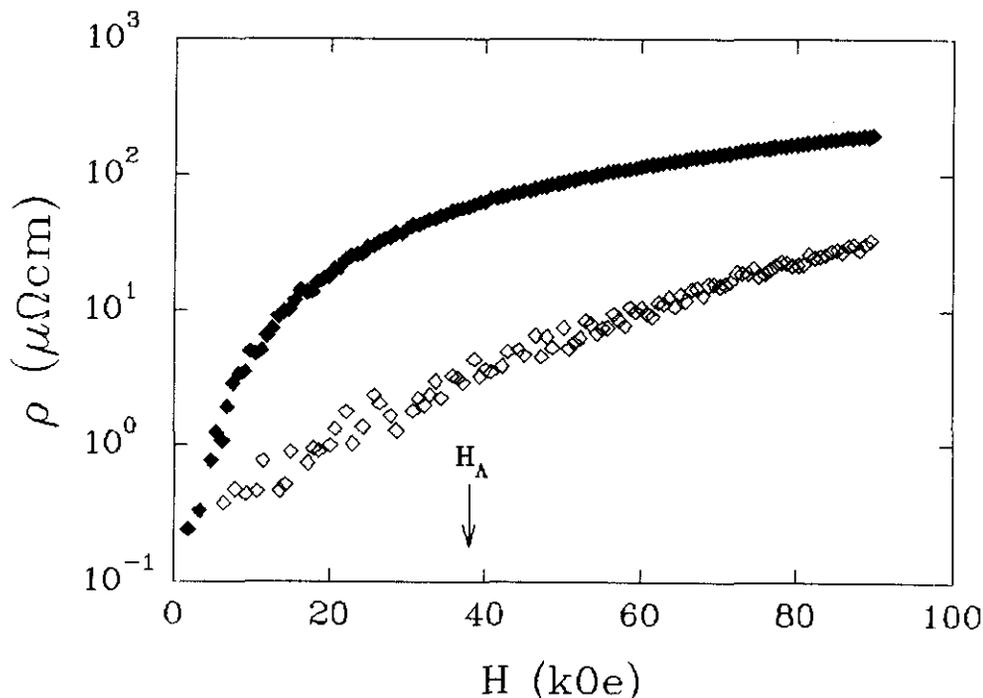


FIGURA 6.18: Resistividad en función del campo magnético a $0.7T_c$ para una superred eje-a ($154 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/77 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) ($\blacklozenge \theta=0^\circ$ y $\diamond \theta=90^\circ$). La flecha indica la posición del campo de ajuste.

los papeles se han invertido respecto a las multicapas con $d_{\text{PBCO}}=19 \text{ \AA}$ y, en esta muestra con $d_{\text{PBCO}}=77 \text{ \AA}$, la anisotropía debida a la estructura cristalina es más débil que la producida por la estructura de superred. La dependencia angular del factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ es la de un superconductor anisotrópico 3D con una razón de masas $\gamma=0.22$, lo cual está de acuerdo con los resultados del modelo de Lawrence-Doniach cuando el espesor de las capas aislantes es menor que la longitud de correlación perpendicular a ellas.

En resumen, hemos visto como variando el espesor de las capas aislantes en estas superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a pasamos de tener un conjunto de centros de anclaje anisotrópicos a producir modificaciones en la anisotropía en los parámetros característicos del material superconductor como es $H_{c2}(\theta)$ (ya que $\varepsilon(\theta) \propto 1/H_{c2}(\theta)$) y, con ello, poder variar de manera controlada la magnitud y la orientación de la anisotropía del material.

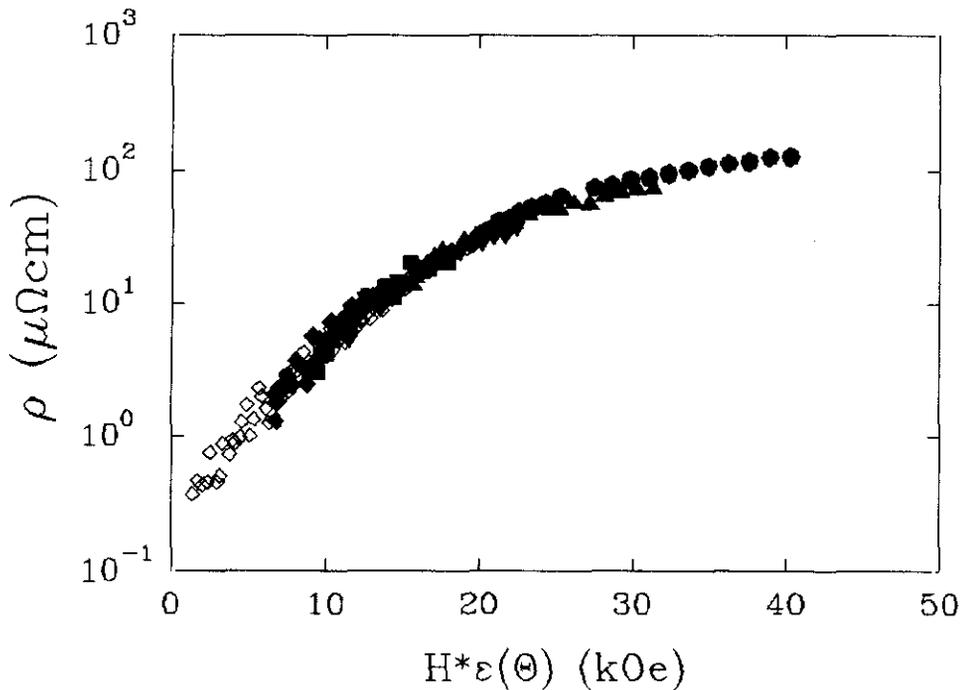


FIGURA 6.19: Resistividad en función del campo magnético reducido $H\varepsilon(\theta)$ a $0.7T_c$ para una superred eje-a (154 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/77 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) [\bullet $\rho(\theta, 90 \text{ kOe})$, \blacktriangle $\rho(\theta, 70 \text{ kOe})$, \blacktriangledown $\rho(\theta, 50 \text{ kOe})$, \blacksquare $\rho(\theta, 40 \text{ kOe})$, \blacklozenge $\rho(\theta, 30 \text{ kOe})$, \diamond $\rho(H, \theta=90^\circ)$]. El rango angular representado es $|\theta-90^\circ| \leq 25^\circ$. El factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ empleado para el colapso de las curvas es el de un superconductor anisotrópico 3D con $\gamma=0.22$.

6.3 Superredes eje-c $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$

Las superredes orientadas eje-c constituyen un sistema muy diferente del que hemos estudiado hasta ahora en las superredes eje-a. Si en estas existía una competición entre los efectos de la estructura laminar natural y la artificial, ahora, en las orientadas eje-c, ambas estructuras están paralelas al plano del sustrato y sus efectos se suman. Además hemos empleado dos materiales aislantes muy distintos como son el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y el SrTiO_3 , cuyas resistividades a temperatura ambiente, $\rho \sim 3 \cdot 10^{-3} \Omega\text{cm}$ [41] y $\rho \sim 10^9 \Omega\text{cm}$ [42] respectivamente, difieren en varios órdenes de magnitud, lo que sugiere que el mecanismo de acoplamiento y los espesores característicos para cada tipo de capas aislantes deben ser también muy diferentes.

ACTIVACIÓN TÉRMICA

Una buena posibilidad para estudiar el acoplamiento entre las capas superconductoras puede realizarse a través del análisis de la energía de activación para el movimiento de los vórtices cuando el campo es perpendicular al plano del sustrato. Para ello hemos utilizado dos superredes eje-c con los mismos espesores de las capas pero con distinto material de las capas aislantes: una de ellas ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23 \text{ \AA} \text{ PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), es decir (13 celdas eje-c $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/2$ celdas eje-c $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) y la otra ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$), es decir (13 celdas eje-c $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/5$ celdas unidad SrTiO_3). Así pues, en las figuras 6.20 y 6.21 respectivamente, podemos ver el inicio de la disipación en esta configuración de campo magnético ($\theta=0^\circ$) medido a distintas temperaturas para ambas muestras. En esta representación doblemente logarítmica aparece una región lineal en la resistividad que puede asociarse a una dependencia de la energía de activación con el campo magnético del tipo $U=U_0 \ln H$, teniendo en cuenta que la resistividad producida por el movimiento de flujo activado térmicamente es de la forma $\rho \propto \exp(-U/\kappa_B T)$. Este comportamiento es el mismo que encontrábamos en las superredes eje-a con espesores comparables de las capas superconductoras y que también ha sido observado en superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c con capas desacopladas

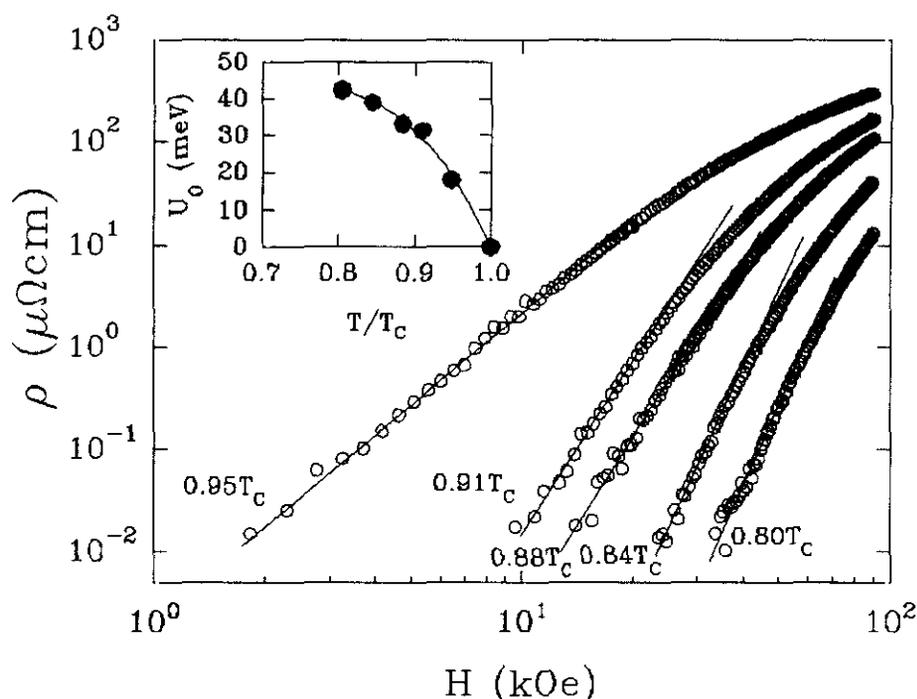


FIGURA 6.20: Resistividad en función del campo magnético perpendicular a la lámina, en escala logarítmica, para una superred eje- c (152 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23 \text{ \AA}$ $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) medida a distintas temperaturas. Las líneas indican el ajuste a una dependencia del tipo $\rho \propto \exp(-U_0/nH/\kappa_B T)$ en el inicio de la disipación. En el recuadro se muestran los valores de U_0 obtenidos de la pendiente de estas líneas en función de T/T_c .

[40]. En este trabajo Brunner *et al* [40] obtenían un valor de la longitud de correlación para los vórtices a lo largo del eje c de $L_c = 450 \text{ \AA}$, calculada a partir de la dependencia de la energía de activación con el espesor de las capas superconductoras, que es claramente superior al espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en las superredes de las figuras 6.20 y 6.21.

Asimismo, Brunner *et al* [40] estimaban que el espesor mínimo de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ para desacoplar las capas superconductoras está en torno a $d_{\text{PBCO}} \approx 48 \text{ \AA}$, lo que indica que en la superred de la figura 6.20 debe existir todavía un cierto acoplamiento entre las capas. Este valor de la longitud de acoplamiento a lo largo del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje- c , si bien es mucho menor de los valores correspondientes a multicapas eje- a , es demasiado grande en comparación con la longitud de correlación $\xi_c = 3 \text{ \AA}$ [4] para que la interacción entre las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ pueda ser descrita por un término tipo Josephson, y da idea de que la resistividad del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es suficientemente baja

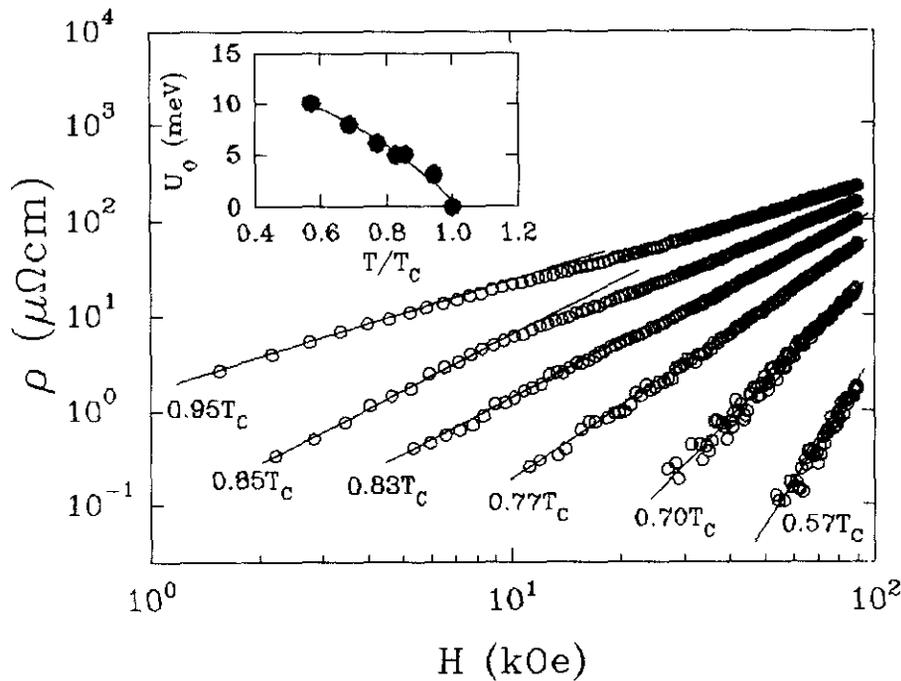


FIGURA 6.21: Resistividad en función del campo magnético perpendicular a la lámina, en escala logarítmica, para una superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) medida a distintas temperaturas. Las líneas indican el ajuste a una dependencia $\rho \propto \exp(-U_0 \ln H / \kappa_B T)$ en el inicio de la disipación. Los valores de U_0 obtenidos de la pendiente de estas rectas se representan en el recuadro en función de la temperatura reducida T/T_C .

como para que el acoplamiento se produzca más bien por efecto de proximidad. Por otra parte, en la superred de la figura 6.21 sería de esperar que el acoplamiento a través de 20 \AA de SrTiO_3 sea más débil ya que este material es mucho más aislante y la longitud relevante debe ser ahora ξ_c que es mucho menor que d_{STO} excepto en un rango de temperaturas muy próximo a T_C ($\xi_c(T) \geq d_{\text{STO}}$ sólo para $T \geq 0.98T_C$). Esta diferencia en el acoplamiento entre estas dos superredes debe reflejarse en los valores de la energía de activación que, como ya veíamos en el capítulo 5, puede escribirse como $U \propto (H_C^2 / 8\pi) V_a$; es decir, es proporcional a la densidad de energía de condensación y a un cierto volumen V_a de la red de vórtices donde se produce la activación. Este volumen puede escribirse en general como $V_a = r_a^2 \ell_a$, donde r_a y ℓ_a son las longitudes características en la dirección perpendicular y paralela al campo magnético respectivamente. En el material masivo ℓ_a puede coincidir con la longitud de correlación L_C que antes hemos definido y que nos daba la longitud del vórtice que se puede deformar y, por tanto, participar de manera

independiente en un salto por activación térmica. En una superred de capas superconductoras acopladas, los segmentos de vórtice en cada una de ellas se mueven de manera correlacionada al menos en una distancia ℓ_a que debe extenderse a lo largo de varias bicapas de espesor $\Lambda = d_{\text{EBCO}} + d_{\text{PBCO}}$. Por el contrario, si no existe acoplamiento entre las capas, ℓ_a estará limitada por el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (d_{EBCO}) y, por lo tanto, las energías de activación serán sustancialmente menores. Esto es efectivamente lo que se observa si comparamos las energías de activación en estas dos superredes, deducidas a partir de las pendientes de las curvas $\ln\rho$ frente a $\ln H$ y representadas en los recuadros de las gráficas 6.20 y 6.21, ya que aparecen diferencias de un factor 8 en los valores de U_0 a la misma temperatura reducida, siendo menores los de la superred con capas aislantes de SrTiO_3 , lo que está de acuerdo con un acoplamiento mucho más débil entre las capas superconductoras.

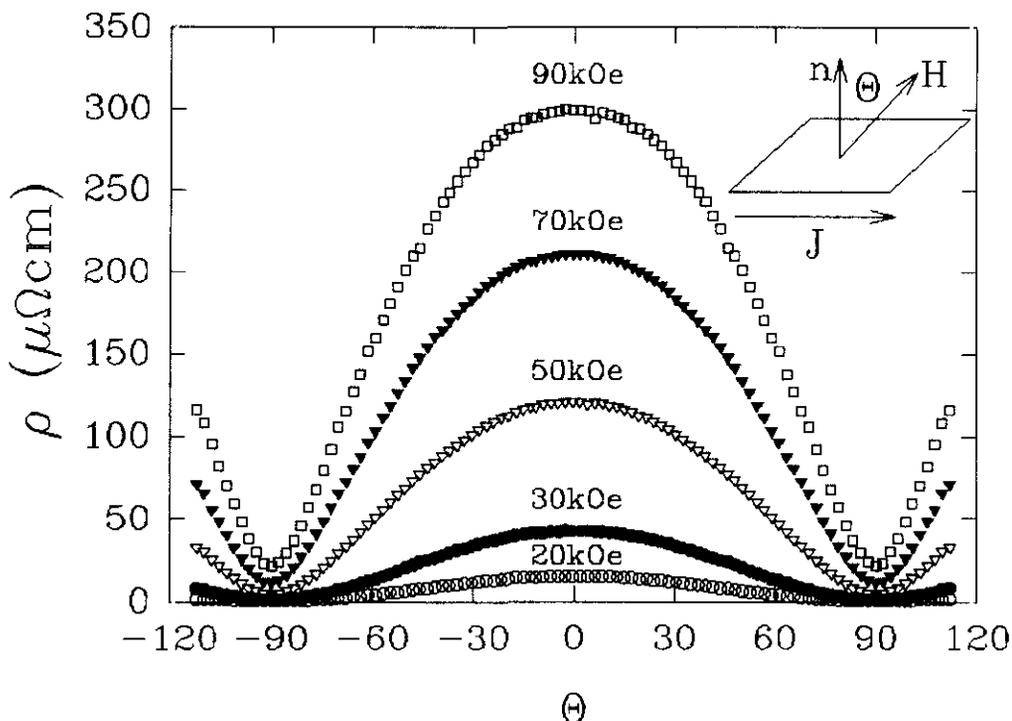


FIGURA 6.22: Resistividad en función del ángulo a $0.95T_c$ para una superred eje- c ($152\text{\AA}\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23\text{\AA}\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) medida a distintos campos magnéticos.

PROPIEDADES DE ANISOTROPÍA

Este distinto comportamiento en estas dos superredes se observa también claramente en la dependencia angular de la resistividad, como puede verse en las figuras 6.22 y 6.23 en las que se han representado las curvas $\rho(\theta)$ medidas a distintos campos magnéticos y a la misma temperatura reducida $T=0.95T_C$ para las superredes eje-c ($152\text{ÅEuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/23\text{ÅPrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) y ($152\text{ÅEuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20\text{ÅSrTiO}_3$) respectivamente. En las multicapas con esta orientación eje-c sólo aparece un mínimo en la resistividad para $\theta=90^\circ$, que es la dirección en la que el campo magnético se halla paralelo tanto a los planos de CuO_2 como a las capas aislantes de la superred. Sin embargo, el carácter de ese mínimo es claramente diferente en la multicapa con SrTiO_3 , en la que tiene un aspecto mucho más abrupto de manera que los mínimos en la resistividad cuando el campo se sitúa paralelo a las capas de SrTiO_3 son claramente más estrechos. Algo similar encontramos para otra superred eje-c ($230\text{ÅEuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20\text{ÅSrTiO}_3$) como se muestra en la figura 6.24, donde se han incluido medidas para $T=0.95T_C$. (Figura 6.24a)

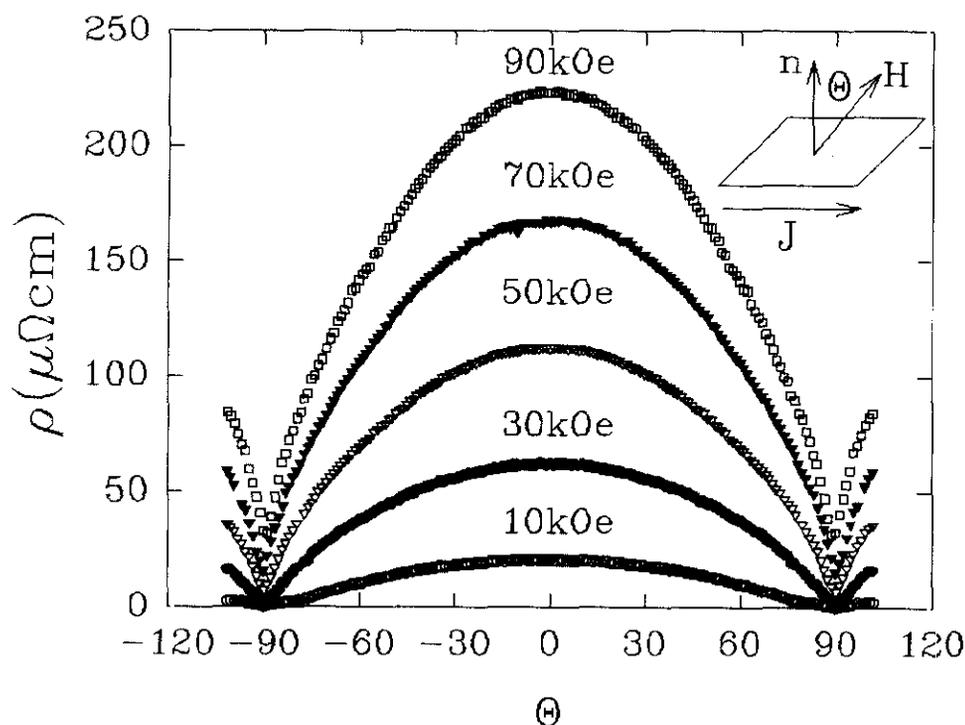


FIGURA 6.23: Dependencia angular de la resistividad a $0.95T_C$ para una superred eje-c ($152\text{ÅEuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20\text{ÅSrTiO}_3$) medida a distintos campos magnéticos.

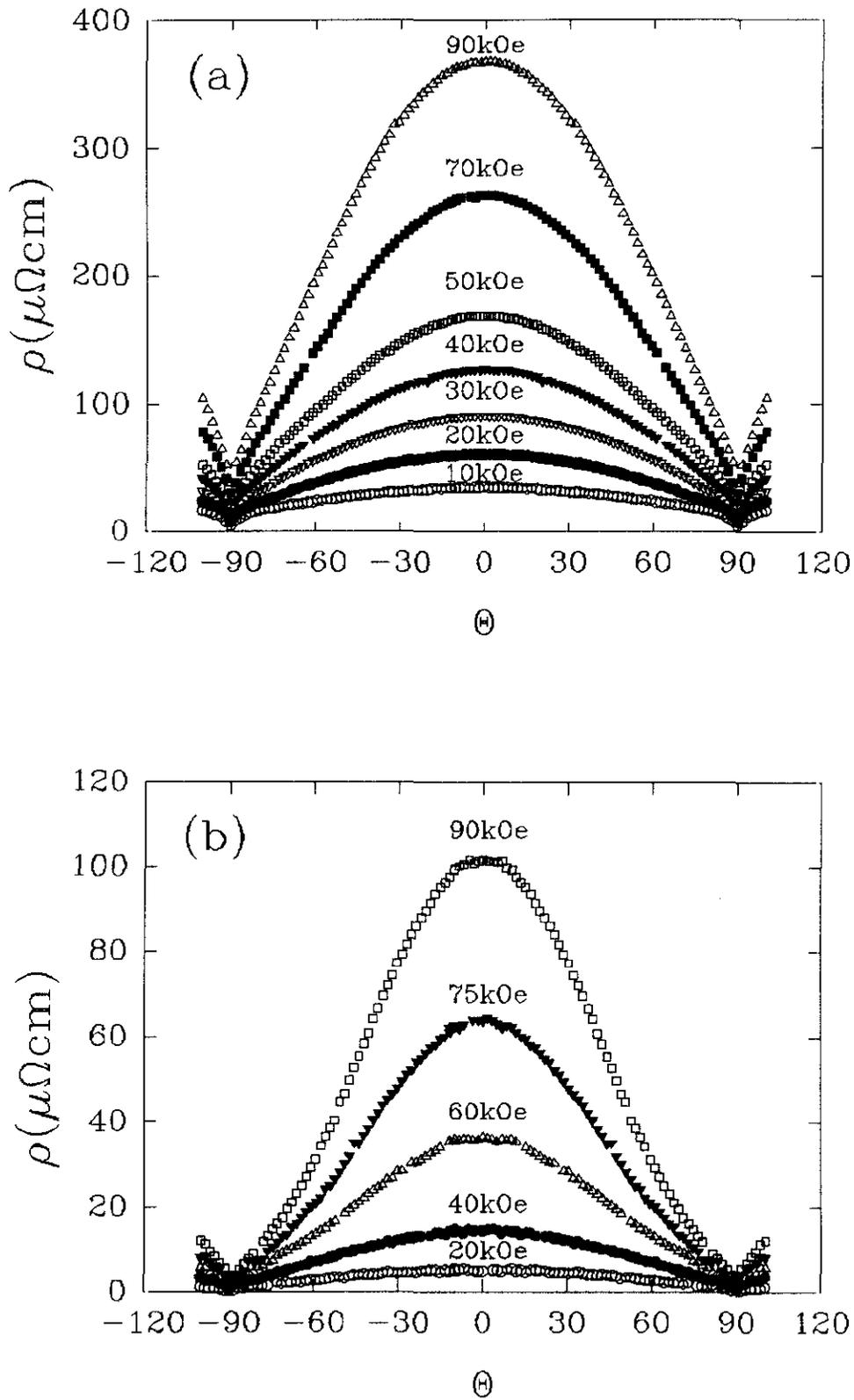


FIGURA 6.24: Dependencia angular de la resistividad para distintos campos magnéticos de una superred eje-c (230 \AA $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/20 \text{ \AA}$ SrTiO_3) (a) $0.95T_c$ (b) $0.7T_c$.

y para $T=0.7T_C$ (Figura 6.24b).

Sin embargo, este cambio en la dependencia angular de la resistividad no se puede explicar de manera sencilla en términos de un aumento de anisotropía o de un desacoplo entre las capas superconductoras. Por ejemplo, si intentamos buscar leyes de escala del tipo $\rho(\theta, H) = \rho(90^\circ, H\varepsilon(\theta))$ con un factor de anisotropía similar al empleado en películas simples, encontramos que sólo puede representar los datos en la región de ángulo alto, como vemos en la figura 6.25 para la superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$) donde las líneas continuas indican la dependencia predicha por un modelo de Lawrence-Doniach con $\gamma=0.47$. Por otro lado, podemos intentar una representación del tipo $\rho(\theta, H) = \rho(90^\circ, H\cos\theta)$ como correspondería a un superconductor 2D y que ha sido empleada para describir la dependencia angular en superredes eje-c $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / \text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con capas desacopladas [18, 43]. Este es el comportamiento

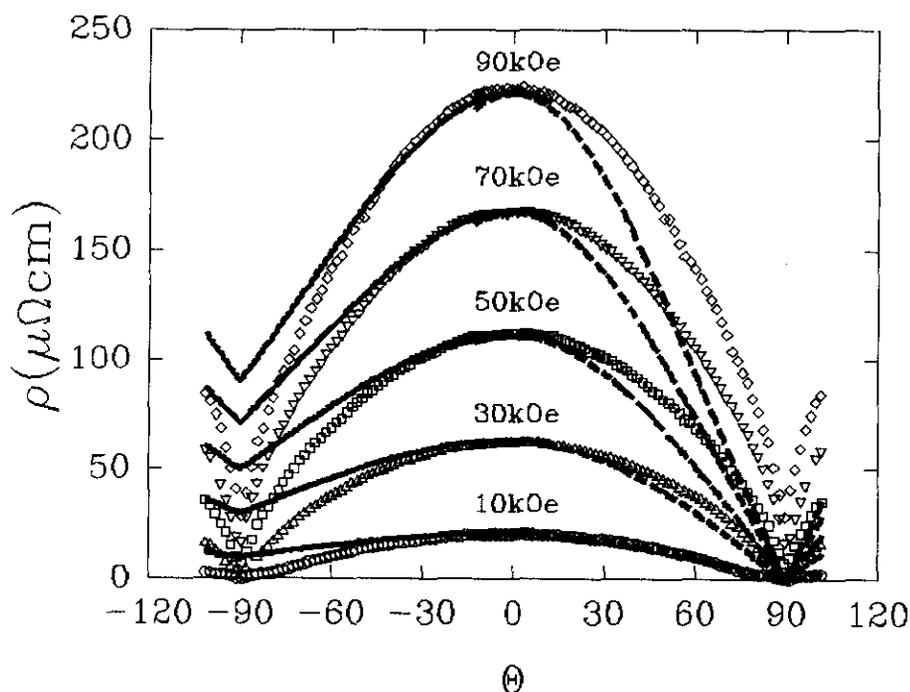


FIGURA 6.25: Dependencia angular de la resistividad a $0.95T_C$ para una superred eje-c ($152 \text{ \AA} \text{ EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / 20 \text{ \AA} \text{ SrTiO}_3$): \circ $\rho(\theta, 10\text{kOe})$, \triangle $\rho(\theta, 30\text{kOe})$, \square $\rho(\theta, 50\text{kOe})$, ∇ $\rho(\theta, 70\text{kOe})$, \diamond $\rho(\theta, 90\text{kOe})$. Se muestran también las curvas calculadas como: - - - $\rho(\theta=90^\circ, H\cos\theta)$ y — $\rho(\theta=90^\circ, H\varepsilon(\theta))$ con $\varepsilon(\theta)$ tipo Lawrence-Doniach con $\gamma=0.47$. Estas curvas se han representado para $\theta>0$ y $\theta<0$, respectivamente, por claridad.

representado mediante las líneas discontinuas en esta figura 6.25 y, salvo en el campo más bajo medido $H=10$ kOe, se desvía claramente de los datos experimentales ya que predice unos mínimos mucho más anchos. Estas discrepancias podrían indicar que el papel de las capas aislantes de SrTiO_3 podría ser semejante al que juegan las regiones débilmente superconductoras entre los planos de CuO_2 como centros de anclaje intrínseco, las cuales también dan lugar a mínimos muy estrechos en la dependencia angular de la resistividad ($\sim 0.5^\circ$) con el campo próximo al plano ab , como ha sido observado [29] en medidas muy precisas de monocristales.

6.4 Conclusiones

En resumen, se ha caracterizado la anisotropía en las propiedades de transporte (J_C y ρ) de distintos tipos de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, tanto orientadas eje- a como eje- c así como de superredes superconductor/aislante de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$.

Hemos comenzado por el estudio de las películas simples para poder luego comparar con las modificaciones en la anisotropía que se generan al introducir una estructura laminar artificial en las superredes, ya sea paralela (superred eje- c) o perpendicular (superred eje- a) a los planos de CuO_2 . Así pues, hemos encontrado que en las películas simples aparecen máximos en la corriente crítica y mínimos en la resistividad cuando el campo se sitúa paralelo a los planos de CuO_2 , lo que está de acuerdo con las predicciones del modelo de anclaje intrínseco por la propia estructura cristalina laminar. Por otra parte, hemos comprobado que el efecto sobre la anisotropía de las películas de un factor extrínseco como el anclaje superficial (que en las películas eje- a puede separarse completamente de la anisotropía intrínseca del material) está limitado a un rango muy pequeño de campos y temperaturas.

Esta anisotropía en las propiedades de transporte puede describirse bastante bien mediante relaciones de escala en el campo magnético de la forma $h=H\varepsilon(\theta)$, donde $\varepsilon(\theta)$ es un factor de anisotropía sin dimensiones inversamente proporcional al campo crítico

$\varepsilon(\theta) \propto 1/H_{c2}(\theta)$. El mejor acuerdo con los resultados experimentales en las películas eje-a, en el rango de temperaturas $T < 0.9T_c$ en el que la longitud coherente ξ_c perpendicular al plano ab es menor que la constante de red a lo largo del eje-c, se obtiene con la dependencia angular de $H_{c2}(\theta)$ predicha por un modelo de Lawrence-Doniach con capas superconductoras de espesor finito y razón de masas $\gamma = 0.37$.

Al introducir la estructura laminar artificial perpendicular a los planos de CuO_2 en las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a, aparece un nuevo máximo en la corriente crítica (mínimo en la resistividad) en función del ángulo cuando el campo magnético se sitúa paralelo a las capas aislantes. Hemos encontrado que la influencia de la estructura de multicapa sobre la anisotropía puede realizarse mediante dos mecanismos diferentes dependiendo del espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En primer lugar, para superredes de capas aislantes muy delgadas ($d_{\text{PBCO}} \approx 19 \text{ \AA}$), estas actúan fundamentalmente como centros de anclaje planares, caracterizados por la distancia geométrica Λ , es decir, la longitud de modulación de la multicapa. Por otro lado, al aumentar el grosor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($d_{\text{PBCO}} \approx 77 \text{ \AA}$), se consigue una inversión de la anisotropía respecto a las películas eje-a simples en todo el rango de campos medido y, además, esta anisotropía inducida artificialmente puede describirse mediante relaciones de escala en el campo magnético con el factor $\varepsilon(\theta)$ de un superconductor anisotrópico 3D y $\gamma = 0.22$. Es decir, variando el grosor de las capas aislantes de la superred, pasamos de tener un conjunto de centros de anclaje anisotrópicos a modificar de manera controlada un parámetro superconductor tan característico como $H_{c2}(\theta)$ ($\propto 1/\varepsilon(\theta)$).

Asimismo, hemos observado como la estructura laminar artificial puede modificar la anisotropía debida a los planos de CuO_2 , que se hace tipo 3D cuando el espesor de las capas superconductoras es menor que la longitud de correlación L_c para el doblamiento del vórtice, de forma análoga a lo que sucede en un superconductor laminar en la región de ángulo alto donde el vórtice también se sitúa rígidamente a lo largo de la dirección del campo magnético externo y el comportamiento es tipo 3D.

En las superredes eje-c hemos realizado una comparación entre multicapas con espesores semejantes de las capas aislantes y superconductoras pero empleando dos materiales aislantes diferentes: $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y SrTiO_3 . En primer lugar, se observa una clara disminución en la energía de activación para el movimiento de los vórtices con el campo perpendicular a las capas en las superredes de SrTiO_3 respecto a las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, que puede atribuirse a un menor acoplamiento entre las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ debido a que el primero es un material mucho más aislante. Asimismo, se puede apreciar una modificación clara en la dependencia angular, con un mínimo mucho más abrupto cuando el campo se sitúa paralelo a las capas aislantes en las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$, y que no puede ser descrito simplemente ni como un aumento de anisotropía ni por el desacoplo de las capas superconductoras, lo que podría indicar que el papel jugado por las capas de SrTiO_3 podría ser, sobre todo, como centros de anclaje.

Bibliografía

- [1] J. R. Clem, Phys. Rev. B **43**, 7837 (1991).
- [2] M. Tachiki and S. Takahasi, Solid State Commun. **70**, 291 (1989).
- [3] B. Roas, L. Schultz y G. Saemann-Ischenko, Phys. Rev. Lett. **64**, 479 (1990).
- [4] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort y J. Z. Liu, Phys. Rev. Lett. **62**, 1908 (1989).
- [5] R. A. Klemm y J. R. Clem, Phys. Rev. B **21**, 1868 (1980).
- [6] Z. Hao y J. R. Clem, Phys. Rev. B **46**, 5853 (1992).
- [7] G. Blatter, V. B. Geshkenbein y A. I. Larkin, Phys. Rev. Lett. **68**, 875 (1992).
- [8] W. E. Lawrence y S. Doniach en *Proceedings of the Twelfth International Conference on Low Temperature Physics*, ed. E. Kanda (Academic Press of Japan, 1971) p. 361
- [9] S. Takahasi y M. Tachiki, Phys. Rev. B **33**, 4620 (1986).
- [10] R. A. Klemm, M. R. Beasley y A. Luther, Phys. Rev. B **12**, 877 (1975).
- [11] J. L. Vicent, S. J. Hillenius y R. V. Coleman, Phys. Rev. Lett. **44**, 892 (1980).
- [12] C. S. L. Chun, G. Zheng, J. L. Vicent e I. K. Schuller, Phys. Rev. B **29**, 4915 (1984).
- [13] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, Rev. Mod. Phys. **66**, 1125 (1994).
- [14] M. Tachiki y S. Takahasi, Solid State Commun. **72**, 1083 (1989).
- [15] J. Z. Wu y W. K. Chu, Phys. Rev. B **49**, 1381 (1994).
- [16] M. Oussena, P. A. J. de Groot, R. Gagnon y L. Taillefer, Phys. Rev. Lett. **72**, 3606 (1994).
- [17] R. A. Doyle, A. M. Campbell y R. E. Somekh, Phys. Rev. Lett. **71**, 4241 (1993).
- [18] G. Jakob, M. Schmitt, Th. Kluge, C. Tomé-Rosa, P. Wagner, Th. Hahn y H. Adrian, Phys. Rev. B **47**, 12099 (1993).
- [19] G. Ravi-Kumar, M. R. Koblischka, J. C. Martinez, R. Griessen, B. Dam y J. Rector,

Physica C **235-240**, 3053 (1994).

[20] A. Gerkens, M. Meven y H. J. Frenck, Physica C **235-240**, 3067 (1994).

[21] D. E. Farrell, J. P. Rice, D. M. Ginsberg y J. Z. Liu, Phys. Rev. Lett. **64**, 1573 (1990).

[22] T. Schneider y A. Schmidt, Phys. Rev. B **47**, 5915 (1993).

[23] M. Tinkham, Phys. Rev. **129**, 2413 (1963).

[24] G. Stejic, A. Gurevich, E. Kadyrov, D. Christen, R. Joynt y D. C. Larbalestier, Phys. Rev. B **49**, 1274 (1994).

[25] Y. Mawatari, A. Sawa y K. Yamafuji, IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 1379 (1995).

[26] Y. Mawatari y K. Yamafuji, Physica C **228**, 336 (1994).

[27] J. Colino, *Tesis Doctoral*, Universidad Complutense, 1993.

[28] P. H. Kes y C. J. van der Beek, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **275**, 157 (1992).

[29] W. K. Kwok, U. Welp, V. M. Vinokur, S. Fleshler, J. Downey y G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett. **67**, 390 (1991).

[30] M. J. Naughton, R. C. Yu, P. K. Davies, J. E. Fischer, R. V. Chamberlin, A. A. Wang, T. W. Jin, N. P. Ong y P. M. Chaikin, Phys. Rev. B **38**, 9820 (1988).

[31] B. Oh, K. Char, M. Naito, M. R. Beasley, T. H. Geballe, R. H. Hammond, A. Kapitulnik y M. Graybeal, Phys. Rev. B **37**, 7861 (1988).

[32] H. A. Blackstead, Phys. Rev. B **47**, 11411 (1993).

[33] Y. Suzuki, J. M. Triscone, C. B. Eom, R. Beasley y T. H. Geballe, Phys. Rev. Lett. **73**, 328 (1994).

[34] T. Hashimoto, M. Sagoi, Y. Mizutani, J. Yoshida y K. Mizushima, Appl. Phys. Lett. **60**, 1756 (1992).

[35] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Phys. Rev. B **52**, R3872 (1995).

[36] A. M. Campbell y J. E. Evetts, Adv. Phys. **21**, 199 (1972).

[37] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Appl. Phys. Lett. (en prensa, 20 Nov. 1995).

-
- [38] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Thin Solid Films (en prensa, 1995).
- [39] W. R. White, A. Kapitulnik y M. R. Beasley, Phys. Rev. Lett. **70**, 670 (1993).
- [40] O. Brunner, L. Antognazza, J. M. Triscone, L. Miéville y Ø. Fischer, Phys. Rev. Lett. **67**, 1354 (1991).
- [41] D. H. Lowndes, D. P. Norton y J. D. Budai, Phys. Rev. Lett. **65**, 1160 (1990).
- [42] J. J. Kingston, F. C. Wellstood, P. Lerch, A. Miklich y J. Clarke, Appl Phys. Lett. **56**, 189 (1990).
- [43] G. Jakob, P. Przyslupski, C. Stölzel, C. Tomé-Rosa, A. Walkenhorst, M. Schmitt y H. Adrian, Appl Phys. Lett. **59**, 1626 (1991).

CAPÍTULO 7

Conclusiones generales

En este trabajo de tesis se han presentado, fundamentalmente, resultados sobre películas y superredes de superconductores de alta temperatura crítica en el estado mixto, aunque también se han estudiado algunos superconductores de baja temperatura (LiTi_2O_4 , $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$). Se ha prestado especial atención a los diversos mecanismos de disipación que pueden aparecer y, en concreto, a la corriente crítica debido a la especial relevancia de esta magnitud de cara a las posibles aplicaciones.

En primer lugar, se ha puesto a punto un equipo de licuefacción de Helio con objeto de optimizar el sistema experimental para el estudio de estos materiales superconductores y el cual permite la obtención de este importante líquido criogénico. Dicho licuefactor es un sistema de refrigeración en tres etapas, basado en el proceso de estrangulación Joule-Thompson y donde el fluido de trabajo es He gas de alta pureza. Con este equipo se consigue un rendimiento de 12 litros de He líquido al día.

Por otra parte, las películas delgadas y superredes de alta temperatura crítica se fabricaron por una técnica de pulverización catódica tipo magnetron y se caracterizaron, fundamentalmente, por difracción de rayos X y microscopía electrónica. Se obtuvieron películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre sustratos monocristalinos de $\text{SrTiO}_3(100)$ con distintas orientaciones cristalinas (eje-a y eje-c) y se investigaron dos sistemas de superredes superconductor/no superconductor: $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$. Para el crecimiento de este último sistema se instaló en nuestro equipo de deposición un nuevo magnetrón rf que permite la pulverización de materiales aislantes como el SrTiO_3 . En resumen, podemos destacar los siguientes resultados del crecimiento y caracterización de las muestras:

1) Las películas simples tanto eje-c como eje-a pueden obtenerse variando los parámetros de deposición sobre el mismo tipo de sustrato si este tiene un buen ajuste de red con el óxido superconductor, como es el caso del $\text{SrTiO}_3(100)$. En concreto, las láminas eje-c se han crecido a una temperatura de deposición $T_D \approx 800^\circ\text{C}$ y con una presión de 300 mTorr (85%Ar, 15% O_2), mientras que para las películas eje-a se ha utilizado un método de dos pasos en la temperatura $T_D \approx 650\text{-}710^\circ\text{C}$ con una presión de 300 mTorr (94%Ar, 6% O_2). Las muestras así crecidas son altamente texturadas, con una única orientación y curvas *rocking* estrechas (FWHM $\sim 0.3^\circ$ y FWHM $\sim 0.2^\circ$ para eje-c y eje-a respectivamente), y poseen buenas propiedades de transporte: comportamiento metálico y temperaturas de transición elevadas ($T_{c0} \approx 86\text{-}89\text{ K}$ y $T_{c0} \approx 82\text{-}88\text{ K}$ para cada tipo de orientación). En las películas eje-a se observa mediante microscopía electrónica de transmisión que su microestructura está formada por dominios de unos 200 Å de tamaño, separados por fronteras de 90° , en los que los planos de CuO_2 , siempre perpendiculares al sustrato, se alinean con cualquiera de las dos direcciones principales del sustrato cúbico de $\text{SrTiO}_3(100)$. Esta microestructura va a jugar un papel muy importante a la hora de analizar las propiedades de las películas eje-a en el estado mixto.

2) Se pueden obtener también, en condiciones de deposición similares a las películas simples, superredes superconductoras $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas tanto eje-c como eje-a. La periodicidad adicional inducida artificialmente en la multicapa da lugar a la aparición de picos satélites en los difractogramas de rayos X. Del análisis de estos satélites se pueden calcular las longitudes de modulación y se encuentran longitudes de coherencia que se extienden a lo largo de, al menos, cinco bicapas. La presencia de las capas no superconductoras de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ modifica las propiedades de transporte de estas superredes. Esta influencia es mayor en las superredes con orientación eje-a donde se pierde el carácter metálico de la resistividad, ya que los planos de CuO_2 están compartidos por las capas de Eu y Pr, lo cual puede facilitar los efectos de redistribución de carga entre ellas.

3) Por lo que respecta al sistema $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$, hay que destacar que se han obtenido por primera vez superredes superconductoras de este tipo. Hemos comenzado el trabajo por la deposición de láminas simples de SrTiO_3 sobre sustratos monocristalinos de $\text{LaAlO}_3(100)$, así como de bicapas y tricapas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ para encontrar las condiciones de deposición adecuadas que nos permitieran conseguir muestras altamente texturadas (con orientación pura y curvas *rocking* de anchura $\text{FWHM} \sim 0.3^\circ - 0.4^\circ$) y con transiciones superconductoras en el caso de las bicapas y tricapas. De este modo, las superredes se han depositado con parámetros similares a las láminas simples excepto en que, para conseguir muestras eje-a puras, han de crearse en un único paso de temperatura, es decir, en la temperatura óptima de nucleación de esta orientación, lo cual repercute en sus propiedades de transporte. Las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ pueden obtenerse tanto sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$ como $\text{LaAlO}_3(100)$ con buenas propiedades cristalinas: una única orientación, curvas *rocking* estrechas de $\text{FWHM} \approx 0.3^\circ$, satélites de superred en torno a las reflexiones principales de ángulo alto, picos de ángulo bajo asociados a la periodicidad artificial de la superred y una buena longitud de coherencia en la modulación. En las superredes con orientación eje-c encontramos, además, un comportamiento metálico en la resistividad y transiciones superconductoras.

El comportamiento de la corriente crítica en función de la temperatura y del campo magnético ha sido estudiado en varios sistemas superconductores (monocristales de LiTi_2O_4 , monocristales del superconductor orgánico $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$, y películas delgadas y superredes superconductoras de alta temperatura). Hemos utilizado diversos métodos de medida no sólo de transporte eléctrico sino también magnéticos, buscando siempre el procedimiento más adecuado a la geometría y tamaño de las muestras, así como la técnica que pudiera permitir el acceso a un mayor rango de corrientes críticas sin dañar el material (litografía, susceptibilidad ac, etc); encontrándose los siguientes resultados:

1) A partir de la respuesta magnética dc de los monocristales de la espinela superconductor LiTi_2O_4 se encontraron valores de corriente crítica por encima de 10^5 A/cm^2 , débilmente dependientes del campo magnético y varios órdenes de magnitud superiores a los observados en muestras cerámicas de este mismo material, esto es, $J_c(4.2 \text{ K}) \sim 10 \text{ A/cm}^2$.

2) Asimismo se empleó la no linealidad en la susceptibilidad ac en el superconductor orgánico $\kappa\text{-(ET)}_2\text{Cu(NCS)}_2$ para obtener la corriente crítica a través de un método de inversión basado en el modelo de Bean. La dependencia de J_c en función del campo magnético aplicado concuerda bien con el comportamiento predicho por el modelo de anclaje colectivo tridimensional en el régimen en que los *bundles* de vórtices son pequeños.

3) La corriente crítica de las películas y superredes se obtuvo tanto por transporte eléctrico como a través de la susceptibilidad ac, teniendo en cuenta en este segundo método las consecuencias de los efectos desimanadores cuando el campo es perpendicular a las láminas; y se comprobó experimentalmente el buen acuerdo entre ambos tipos de técnicas.

Hemos realizado un estudio detallado de las propiedades de transporte en el estado mixto de las películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-a, ya que son las muestras con este tipo de orientación las que presentan mejores perspectivas de cara a las aplicaciones en dispositivos túnel. Hemos tenido en cuenta en nuestro análisis tanto la microestructura de dominios con fronteras de 90° como la anisotropía del material, lo que nos ha permitido dibujar una imagen bastante amplia de los mecanismos de conducción de estas películas eje-a en el estado mixto que puede resumirse en los siguientes puntos:

1) La influencia de las fronteras de 90° se observa claramente en la corriente crítica sin campo magnético aplicado, la cual toma valores $J_c(4.2 \text{ K}) \sim 10^6 \text{ A/cm}^2$ más bajos que en películas eje-c, y cuya dependencia en función de la temperatura puede describirse como la de una unión Superconductor/

Aislante/Superconductor (SIS) si se tiene en cuenta la reducción del parámetro de orden por la penetración de la corriente en el interior de cada dominio.

2) Por otra parte, en las medidas de corriente crítica en función del campo magnético intenso no se encuentra el comportamiento típico de una unión débil. Parece estar determinada, más bien, por el anclaje de flujo magnético en los dominios, ya que se encuentra un buen escalaje de la fuerza de anclaje en función de la temperatura y su dependencia con el campo magnético es la misma que en películas con orientación eje-c. Estos resultados están de acuerdo con los experimentos en bicristales con fronteras de 90° y apuntan a un carácter especial de este tipo de fronteras de ángulo alto, que puede atribuirse a la existencia de nanopuentes que permiten el paso de corriente a través de la frontera y que podrían estar asociados a su estructura nanofaceteada.

3) En el rango de alto campo magnético y para temperaturas menores que $0.8T_c$ el comportamiento de la corriente crítica puede explicarse mediante un modelo de movimiento de flujo activado térmicamente o *flux creep* con energías de activación $U=U_0(T)/H$, lo cual se confirma también a partir del análisis de las curvas de resistividad medidas en función del campo magnético. Sin embargo, a alta temperatura y bajo campo se encuentra un cambio a un nuevo mecanismo de limitación de la corriente crítica, que puede interpretarse como un paso a un régimen dominado por la disipación en las fronteras de 90° , que son las que determinan la corriente crítica a campo cero.

4) Por otro lado, en la medida de la resistividad en función de la temperatura en presencia de un campo magnético, se encuentra una marcada asimetría en el ensanchamiento de la transición lo cual, unido al hecho de que los valores de la energía de activación en el régimen de *flux creep* son comparables a los encontrados en películas eje-c con $H\parallel c$, parece indicar una contribución de la conducción a lo largo del eje c en el inicio de la disipación, a diferencia del mecanismo de conducción que se había propuesto para explicar

la resistividad en el estado normal (que sugería que la corriente sólo podría fluir a lo largo de los planos *ab*).

5) No hemos encontrado una evidencia determinante de la existencia de una transición de fase de vidrio de vórtices en el estado mixto de estas películas, a diferencia de lo que sucede en las muestras eje-c. Si bien se pueden encontrar relaciones de escala tanto en las características $I-V$ dc como $\rho-\omega$ ac en el rango 1kHz-1MHz, los valores de los exponentes críticos varían según la técnica de medida, revelando que no se trata de relaciones universales tal y como debe ser en una transición de fase de segundo orden. Este hecho puede atribuirse al pequeño tamaño de los dominios, que podría limitar la divergencia de la longitud de correlación y, por tanto, impedir la observación experimental del régimen crítico.

Asimismo, hemos caracterizado las propiedades de anisotropía en el estado mixto, especialmente en lo que se refiere a la corriente crítica y a la resistividad, tanto de películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a y eje-c como de superredes superconductor/aislante de los sistemas $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$, en las que las capas aislantes están bien perpendiculares a la estructura laminar intrínseca (orientación eje-a), bien paralelas a esta (orientación eje-c). De este análisis de la anisotropía natural del material en comparación con la inducida artificialmente por la estructura de multicapa se pueden destacar los siguientes resultados:

1) En las películas simples, tanto eje-c como eje-a, aparecen máximos en la corriente crítica y mínimos en la resistividad cuando el campo se sitúa paralelo a los planos de CuO_2 , de acuerdo con las predicciones cualitativas de un modelo de anclaje intrínseco por la propia estructura laminar natural. Sin embargo, la dependencia angular de las propiedades de transporte puede describirse mejor mediante relaciones de escala del tipo $J_c(\theta, H) = J_c(H\varepsilon(\theta))$ y $\rho(\theta, H) = \rho(H\varepsilon(\theta))$, donde $\varepsilon(\theta)$ es un factor de anisotropía sin dimensiones relacionado con el campo crítico por $\varepsilon(\theta) \propto 1/H_{c2}(\theta)$. El mejor acuerdo con los

resultados experimentales se encuentra con la dependencia angular de $H_{c2}(\theta)$ predicha por el modelo de Lawrence-Doniach, modificado para tener en cuenta el espesor finito de las capas superconductoras, y con razón de masas $\gamma=0.37$; ello sucede, al menos, en el rango de temperaturas estudiado ($T < 0.9T_c$), en el que la longitud coherente perpendicular a los planos ξ_c es menor que el espaciado de red c a lo largo de esta dirección.

2) En las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje-a aparece un nuevo mínimo en la dependencia angular de la resistividad (máximo en la corriente crítica) cuando el campo se sitúa paralelo a las capas aislantes. Hemos encontrado que las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se comportan, cuando son muy delgadas, como un conjunto de centros de anclaje anisotrópicos separados una distancia Λ (la longitud de modulación). Sin embargo, si se aumenta suficientemente el espesor de las capas aislantes, se llega a conseguir invertir completamente la anisotropía de la superred respecto a las películas eje-a simples, induciendo un comportamiento que puede describirse a través de un factor de anisotropía $\varepsilon(\theta)$ como el de un superconductor anisotrópico 3D.

3) En las superredes orientadas eje-c se observa una clara disminución en la energía de activación para el movimiento de los vórtices al intercambiar el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ por SrTiO_3 , ya que este último es mucho más aislante y se reduce el acoplamiento entre las capas superconductoras. También se observan modificaciones claras en la dependencia angular de la resistividad, que presenta mínimos mucho más estrechos en las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ eje-c cuando el campo se sitúa paralelo al plano de la lámina. Este comportamiento no puede ser descrito por relaciones de escala en el campo magnético, ni con un factor de anisotropía tipo Lawrence-Doniach ni tampoco tipo 2D ($\varepsilon(\theta) = \cos\theta$), lo que sugiere que el papel de las capas aislantes de SrTiO_3 debe ser más bien como centros de anclaje.

Publicaciones en el período de tesis

- J. A. Campá, M. Vélez, C. Cascales, E. Gutierrez-Puebla, M. A. Monge, I. Rasines y C. Ruiz-Valero, J. Crystal Growth **142**, 87 (1994).
- J. A. Campá, M. Vélez, C. Cascales, E. Gutierrez-Puebla, M. A. Monge, I. Rasines y C. Ruiz-Valero, Physica C **235-240**, 749 (1994).
- J. Colino, M. A. González, J. I. Martín, M. Vélez, D. Oyola, P. Prieto y J. L. Vicent, Phys. Rev. B **49**, 3496 (1994).
- M. A. González, M. Vélez, J. L. Vicent, J. Schleuter, J. M. Williams y G. W. Crabtree, Physica C **235-240**, 2471 (1994).
- M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Appl. Phys. Lett. **65**, 2099 (1994).
- M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Physica C **235-240**, 3171 (1994).
- J. M. González, A. K. Giri, C. De Julián, M. Vélez y J. L. Vicent, Europhys. Lett. **28**, 143 (1994).
- J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino, M. A. Gonzalez y J. L. Vicent, Physica C **235-240**, 3123 (1994).
- M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 1537 (1995).
- J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino, P. Prieto y J. L. Vicent, Solid State Commun. **94**, 341 (1995).
- J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Phys. Rev. B **52** (Rapid Communications) R3872 (1995).
- J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, Thin Solid Films (en prensa).
- M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, Appl. Phys. Lett. (20 Nov. 1995, en prensa).