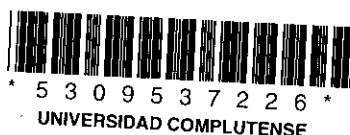


DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID



**Estudio experimental del estado mixto
en superredes y películas
superconductoras de alta T_C .**

Memoria que presenta
José Ignacio Martín Carbajo
para optar al grado de
DOCTOR EN CIENCIAS FÍSICAS
y dirigida por el Prof. José Luis Vicent López
Madrid, Octubre 1995

Agradecimientos

El presente trabajo ha sido realizado en el Departamento de Física de Materiales de la Universidad Complutense de Madrid, durante el periodo 1992-1995. Su desarrollo ha sido posible gracias a la financiación de una beca predoctoral de la Universidad Complutense (1992) y de otra beca del Ministerio de Educación y Ciencia (1993-1995).

Son muchas las personas a las que estoy agradecido, ya que han contribuido, de un modo u otro, a la buena marcha de la tesis durante estos años. Para expresar mi agradecimiento, quisiera nombrar:

A los miembros del Departamento de Física de Materiales y a su director, Prof. Javier Piqueras, por facilitar la realización de este trabajo en todo cuanto de ellos pudiera depender.

Al Prof. Yvan Bruynseraede, de la Katholieke Universiteit Leuven (Bélgica), por hacer posible una fructífera estancia en su laboratorio; la gran acogida y amistad de la gente de su grupo, en especial Bart Wuyts y Mireille Maenhoudt, hicieron que el trabajo de variar el contenido de oxígeno de las películas fuese sobre ruedas.

Al Prof. Ivan K. Schuller, de la Universidad de California - San Diego (EEUU), por las estimulantes discusiones científicas, capaces de hacer parecer fáciles las cosas difíciles y, también, de hacer ver lo complejo en lo aparentemente sencillo. También quisiera agradecerle la obtención de algunos difractogramas de alta resolución en su laboratorio de La Jolla.

Al Prof. Pedro Prieto, de la Universidad de Valle en Cali (Colombia), por su colaboración durante su estancia en nuestro laboratorio. A la Dra. M. Elena Gómez, por la realización de las imágenes de microscopía electrónica de transmisión.

Al Prof. Miguel Angel Alario, de la Facultad de Ciencias Químicas - UCM, y a todos los miembros de su laboratorio, por facilitar el desarrollo de este trabajo. Al Prof. Fernando Briones, director del Centro Nacional de Microelectrónica, y a su grupo, por la ayuda prestada con algunas técnicas de caracterización estructural, en especial, al Dr. Ricardo García por la microscopía de fuerza atómica, y a David Gómez por la microscopía electrónica de barrido. Al Prof. Antonio Hernando, director del Instituto de Magnetismo - Salvador Velayos, por facilitarme el acceso al difractor de rayos-X de su laboratorio en alguna urgencia.

Al Prof. Antonio Fernández-Rañada y a Victor Pérez, de la Facultad de Ciencias Físicas - UCM, con quienes tuve mis primeros contactos con el mundo de la investigación científica durante los últimos años de la carrera, por su más sincero afecto.

A mis compañeros de laboratorio; a los ya doctores, Germán, Miguel Ángel y José, por sus enseñanzas sobre los secretillos de la física experimental y sus palabras de aliento en todo momento, por responder, de una forma u otra, y siempre con la mejor de las sonrisas, a las preguntas más incisivas y complejas de los becarios más jóvenes. A quienes serán doctoras en un futuro cercano, Macarena, María y Elvira, por estar siempre dispuestas a colaborar en todo lo necesario, haciendo posible un extraordinario ambiente de trabajo. A la Dra. Ana Gómez por sus sabios consejos maternos.

Al Prof. José Luis Vicent, director de esta tesis doctoral, por haberme otorgado la confianza para trabajar en su laboratorio y, especialmente, por su disponibilidad, interés y dedicación para que el trabajo se desarrollara en el mejor ambiente y sin dificultades. También, por soportar con paciencia las victorias continuas de mi equipo favorito mientras el suyo, honrosamente, se clasificaba para jugar la Copa Korac.

Por último, quiero dar las gracias a todos mis familiares y amigos; en especial a mis padres y hermanos, siempre dispuestos a escuchar estoicamente mis charlas acerca de la superconductividad de alta temperatura, por todo el cariño que han mostrado conmigo. A María, por tener el inigualable mérito de aguantarme pacientemente las 24 horas de día, su bondad y alegría han sido un auténtico estímulo para que esta tesis pudiese llegar a feliz término. En fin, doy gracias a Dios porque no es sino por su medio por lo que son posibles todas las cosas.

Índice

	Páginas
Agradecimientos	
1. Introducción	1
2. Sistema experimental y métodos de medida	9
2.1 Técnica de obtención de películas delgadas: sistema de pulverización catódica	9
2.2 Técnicas de caracterización estructural de láminas delgadas. Difracción de rayos-X y microscopía electrónica de barrido	14
2.3 Técnicas de procesado de láminas delgadas	18
2.3.1 Sistema de fotolitografía	18
2.3.2 Proceso de desoxigenación de láminas delgadas	21
2.4 Medidas de transporte eléctrico	23
2.4.1 Sistema experimental. Criostato de helio líquido	23
2.4.2 Fenómenos de transporte eléctrico	27
Referencias.	34
3. Crecimiento y caracterización de películas delgadas de compuestos 1:2:3 con diferente orientación cristalina: propiedades en el estado mixto	37
3.1 Introducción	37
3.2 Películas con orientación eje-c	41
3.3 Películas delgadas orientadas eje-a	45
3.3.1 Método de crecimiento	45
3.3.2 El papel del oxígeno en el crecimiento de las películas eje-a	52
3.3.3 La microestructura	55
3.4 Comparación entre películas orientadas eje-a y eje-c: propiedades de transporte	63
3.4.1 La corriente crítica	63
3.4.2 Efectos de la desoxigenación	65

	Páginas
3.4.3 La línea de irreversibilidad	66
3.4.4 El efecto Hall	68
3.5 Conclusiones	73
Referencias	75
4. Anomalías en el efecto Hall en el estado mixto de películas orientadas eje-c	81
4.1 Anomalía Hall	81
4.1.1 Introducción	81
4.1.2 Modelos teóricos clásicos de dinámica de vórtices	84
4.1.3 Factores extrínsecos como origen de la anomalía	86
4.1.4 El efecto Hall en las ecuaciones de Ginzburg-Landau dependientes del tiempo	88
4.2 Relaciones de escala entre la resistividad longitudinal y la resistividad Hall	90
4.2.1 Relaciones de escala en función del campo magnético	91
4.2.2 Relaciones de escala en función de la corriente. Curvas características	99
4.3 Parámetros microscópicos	108
4.3.1 El cambio de signo y el cociente ℓ/ξ_0	108
4.3.2 Películas desoxigenadas. Dependencia de la densidad de portadores	110
4.3.3 Un nuevo modelo teórico microscópico	115
4.4 Conclusiones	117
Referencias	119
5. Crecimiento, caracterización y propiedades superconductoras de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a	125
5.1 Introducción	125
5.2 Método de crecimiento	128
5.3 Microestructura	132
5.4 Propiedades de transporte	144
5.4.1 Transición superconductoras	144

	Páginas
5.4.2 Propiedades del estado normal	149
5.4.3 Línea de irreversibilidad	150
5.5 Conclusiones	153
Referencias	155
6. Influencia de la estructura de multicapa en el estado mixto de las superredes orientadas eje-a	161
6.1 Anclaje de vórtices en estructuras laminares	161
6.1.1 Introducción	161
6.1.2 Anclaje intrínseco	164
6.2 Efectos de anclaje anisotrópico	168
6.2.1 Magnetorresistencia	168
6.2.2 Fuerza de anclaje	178
6.3 Efectos de dimensionalidad con el campo magnético perpendicular a las capas	186
6.3.1 Energías de activación	186
6.3.2 Fuerza de anclaje	193
6.4 Conclusiones	196
Referencias	198
7. Conclusiones generales	201
Referencias	205

1. Introducción.

Cuando hace menos de diez años Bednorz y Müller [1] descubrieron la superconductividad de alta temperatura crítica, se abrieron nuevas y grandes expectativas en el campo de la física del estado sólido en general y en el de la superconductividad en particular. Estos materiales no sólo han supuesto un auténtico reto para la comunidad científica por sus buenas características de cara a las aplicaciones tecnológicas (altas temperaturas críticas (T_c) y elevados campos magnéticos críticos (H_{c2})), sino que también han puesto de manifiesto nuevos e interesantes fenómenos físicos asociados a la superconductividad, incluso en lo referente al mecanismo microscópico en que se basa. Dentro de estos fenómenos, merecen una mención especial los encontrados en el estado mixto, que han proporcionado una imagen completamente nueva del diagrama de fases ($H-T$) y de la red de vórtices [2,3]. Tales comportamientos novedosos en el estado mixto son consecuencia del cambio de papeles, con respecto a los superconductores convencionales, en los factores que influyen en la dinámica de vórtices [3]; por una parte, el acceso de la superconductividad a un rango de temperaturas altas hace posible que las fluctuaciones del parámetro de orden ψ , especialmente, las fluctuaciones térmicas adquieran una importancia que no tenían en los superconductores de baja temperatura; por otro lado, el anclaje producido por defectos, que es habitualmente fuerte en los superconductores convencionales, ahora, en los nuevos óxidos superconductores, es más débil.

Si en un superconductor clásico, de baja temperatura crítica, se aplica un campo magnético mayor que H_{c1} , este puede penetrar en forma de vórtices que se ordenan formando una red triangular (figura I.1(a)); en esta fase existe orden traslacional de largo alcance similar al que existe en los átomos de un sólido cristalino. Al aumentar el campo, los vórtices se acercan y sus núcleos comienzan a solaparse; cuando se alcanza el campo crítico superior H_{c2} la red de vórtices desaparece y el material recupera el estado normal. Como contraste, una de las características principales que presenta el diagrama de fases fenomenológico de los superconductores de alta temperatura (figura I.1(b)) es la presencia de una fase nueva de *líquido* de vórtices [3]. En estos óxidos, la transición en H_{c2} se ensancha como consecuencia de las fluctuaciones, de modo que se convierte en un cambio

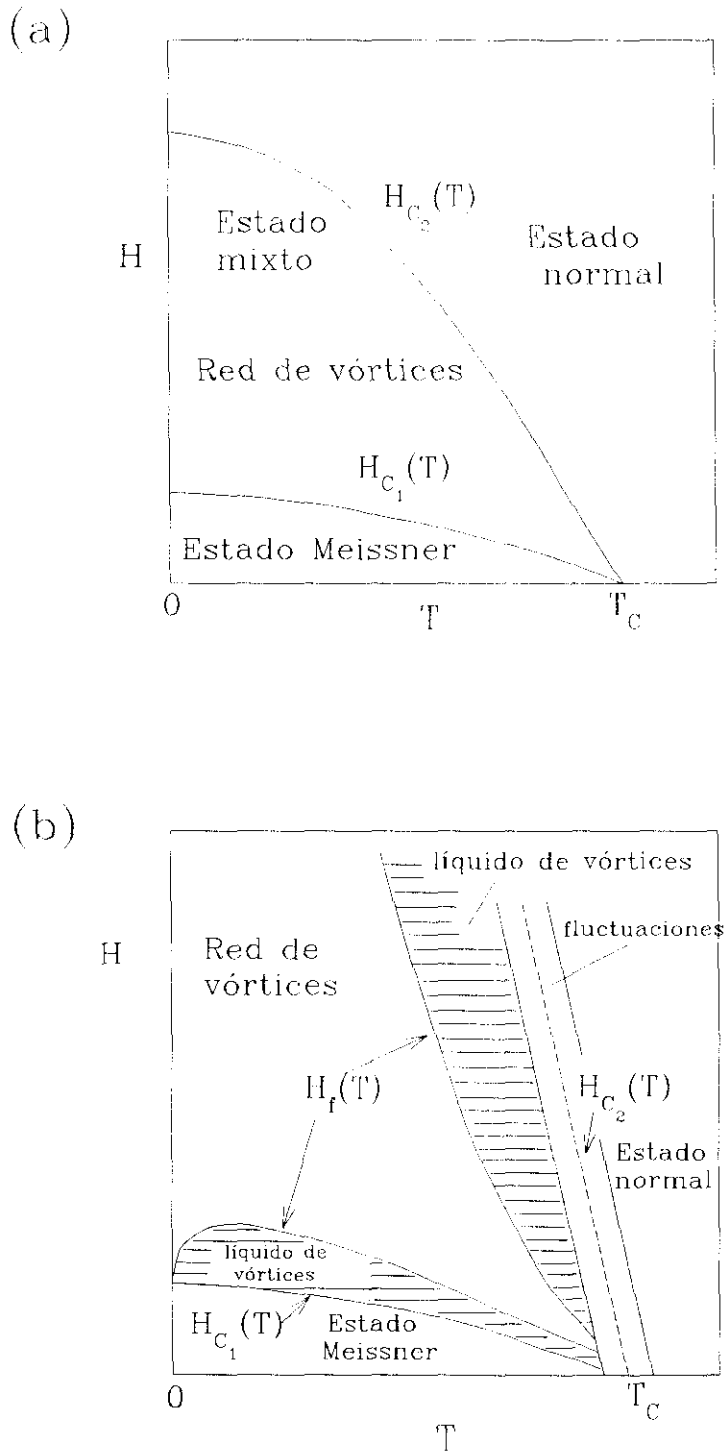


Figura I.1: (a) Diagrama de fases H - T correspondiente a los superconductores de baja temperatura convencionales. (b) Diagrama de fases fenomenológico del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, que incluye los efectos debidos a las fluctuaciones térmicas y del parámetro de orden. $H_f(T)$ indica la transición de la red de vórtices (sólido) al líquido de vórtices que se ha asociado con la línea de irreversibilidad (tomado de la referencia [3]).

gradual del metal normal al *líquido* de vórtices al irse formando los pares de Cooper. En esta fase de *líquido* de vórtices, estos se pueden mover y sólo existen correlaciones de corto alcance entre sus posiciones, de la misma manera que entre los átomos en un fluido convencional. Al ir reduciendo la temperatura, las interacciones entre los vórtices son más importantes que el efecto de las fluctuaciones térmicas, y se produce una transición a una fase de *sólido* de vórtices. Esta fase consiste bien en un *vidrio* de vórtices cuando hay desorden, o bien en una *red* de vórtices ordenada cuando no lo hay [2,3]. Para campos magnéticos muy próximos a H_{C1} (pero mayores), los vórtices están muy alejados unos de otros y, por tanto, su interacción es débil, apareciendo nuevamente una fase *líquida*. Cabe mencionar que la anchura de esta región es tan sólo del orden de 1 gauss [3].

En la fase de *sólido* de vórtices, la resistividad cumple $\rho(J \rightarrow 0) \rightarrow 0$, siendo J la corriente de transporte, de manera que no se produce disipación. No obstante, una corriente suficientemente intensa puede superar las barreras de energía que se oponen al movimiento de los vórtices, lo que origina disipación por encima de una determinada densidad de corriente crítica J_c . Por su parte, en la fase *líquida*, sí existe disipación (para $J \rightarrow 0$) producida por el movimiento de los vórtices, pudiéndose diferenciar dos regímenes; en primer lugar, cerca de la transición de fase, la influencia de los centros de anclaje es importante, produciéndose el movimiento de los vórtices gracias a la activación térmica, de manera que aparece una resistividad lineal finita con una dependencia tipo Arrhenius, $\rho \propto \exp(-U/k_B T)$, siendo U la energía de activación [4]. A temperaturas más altas y/o campos magnéticos más intensos (es decir, en la región próxima a la línea $H_{C2}(T)$), el efecto del anclaje sobre los vórtices es despreciable, de modo que existe un régimen de *flux flow*, es decir, en el que los vórtices se mueven libremente, y donde la resistividad es lineal con el campo.

Dentro de este complejo diagrama de fases fenomenológico del estado mixto se encuentran nuevas e interesantes propiedades en distintas magnitudes, como el ensanchamiento de la transición resistiva al aplicar un campo magnético [5], la existencia de una línea de irreversibilidad (en donde el comportamiento magnético cambia de histerético a reversible) por debajo de H_{C2} [6] que, a menudo, se ha asociado con la transición de fase *sólido-líquido* [7,8], y la acentuada disminución de la corriente crítica con la temperatura que ocurre, incluso, lejos de la transición superconductora [9]. Una de las propiedades que ha atraído una mayor atención, dado que su explicación contribuiría notablemente a la comprensión de la dinámica de vórtices, es la aparición de un anómalo cambio de signo en la resistividad Hall [10]. Cabe señalar que estos nuevos efectos no son específicos de la superconductividad de alta temperatura, ya que muchos de ellos han sido encontrados

posteriormente en los superconductores convencionales [11,12], pero es en los cupratos en donde son importantes, debido a sus parámetros característicos, lo que ha permitido su descubrimiento. Por otra parte, hay que mencionar que la comunidad científica ha venido desarrollando un gran esfuerzo en los últimos años con objeto esclarecer estos fenómenos, lo que ha permitido avanzar considerablemente en el conocimiento del estado mixto [3], si bien son muchos e importantes los comportamientos en la dinámica de vórtices que quedan por explicar para alcanzar una descripción completa.

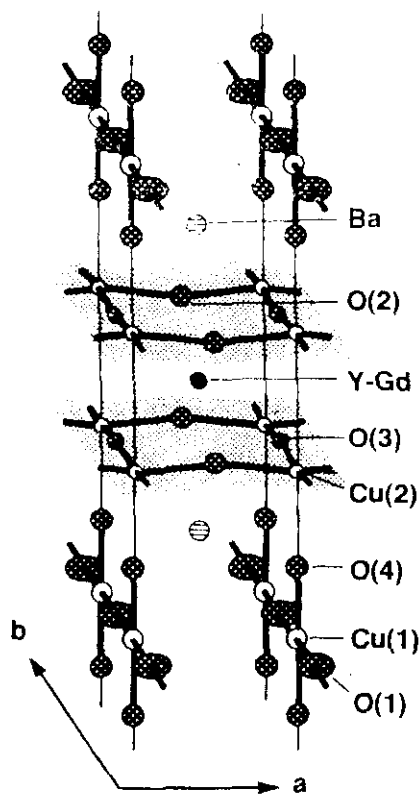


Figura I.2: Esquema de la estructura cristalina ortorrómbica del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (tomado de la referencia [13]).

Otro aspecto muy importante a tener en cuenta de cara a explicar el comportamiento de estos óxidos superconductores y, en particular, de los miembros de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (familia 1:2:3) es su anisotropía. Esta es consecuencia de la presencia en la estructura cristalina (figura I.2) de los planos de CuO_2 a los que va asociada la superconductividad, de modo que se puede diferenciar claramente entre el comportamiento referente a la dirección paralela al eje c de la estructura y el correspondiente al plano ab , que es perpendicular a la anterior dirección y, por tanto, paralelo a los planos de CuO_2 [13]. Por

ello, la consecución de una explicación completa del comportamiento de estos materiales superconductores ha de pasar por la obtención de resultados correspondientes a las distintas direcciones cristalográficas, para lo que es necesario la fabricación de las muestras adecuadas con una estructura altamente cristalina, ya sea en forma de monocristal o de lámina delgada. A este respecto, durante los años posteriores al descubrimiento de los superconductores de alta temperatura, se han desarrollado complicadas técnicas de fabricación que han permitido el crecimiento de monocristales en forma de *platelet* [14] de estos óxidos de estructura tan compleja, así como de películas delgadas con el eje *c* de la estructura perpendicular al plano del sustrato (orientadas eje-*c*) [15]; en ambos casos, los planos de CuO_2 se encuentran paralelos al plano de la muestra.

Por el contrario, existen muy pocos trabajos referentes al crecimiento de láminas delgadas con otras orientaciones y, en concreto, con la orientación eje-*a*. La obtención de películas con esa orientación es muy importante, dado que en ellas los planos de CuO_2 se encuentran perpendiculares al plano del sustrato. Ello puede permitir analizar las propiedades de estos superconductores en una dirección perpendicular a la habitualmente estudiada; además estas muestras tienen un gran interés desde el punto de vista tecnológico para las aplicaciones en dispositivos de tipo tunel, puesto que tienen una longitud coherente relativamente larga en la dirección perpendicular al plano de la lámina. En ese mismo contexto, resulta muy interesante la fabricación de láminas con estructura de multicapa, esto es, formadas por una sucesión alternada de capas de distintos materiales, que son sistemas en los que se puede cambiar de forma artificial la anisotropía, lo que es muy útil de cara a estudiar de forma controlada la influencia de ese factor sobre las distintas propiedades del superconductor; además, pueden permitir poner de manifiesto la existencia de otras nuevas.

En esta tesis se ha realizado un estudio experimental dirigido a avanzar en el conocimiento de las características anteriormente mencionadas de los óxidos superconductores de alta temperatura crítica y, en concreto, de los miembros de la familia 1:2:3 obtenidos en forma de lámina delgada. Por una parte, se analiza el proceso de crecimiento de estos materiales para la obtención de películas orientadas eje-*a* con buenas propiedades estructurales y de transporte, algunas de las cuales se comparan con las correspondientes a la orientación eje-*c* para ver la influencia de la anisotropía. Además, se acomete la fabricación y la caracterización de superredes superconductor/aislante orientadas eje-*a*. Por otro lado, se profundiza en el conocimiento de la dinámica de vórtices mediante el análisis del magnetotransporte eléctrico (efecto Hall, magnetorresistencia, corriente crítica, curvas *I-V*) en este tipo de muestras; así, se estudia la relación entre el movimiento de vórtices y el anómalo cambio de signo que sufre la resistividad Hall en el estado mixto. Asimismo, se

analiza la influencia que en las superredes tiene la estructura de multicapa sobre la red de vórtices, de modo especial en lo relativo al anclaje. Finalmente, cabe señalar que este estudio del estado mixto se sitúa, en general, en la región del diagrama de fases que corresponde a la nueva fase de *líquido* de vórtices, en donde el movimiento de vórtices produce una señal disipativa.

Referencias.

- [1] J. G. Bednorz y K. A. Müller, *Z. Phys.* **64**, (1986) 189.
- [2] D. A. Huse, M. P. Fisher y D. S. Fisher, *Nature* **358**, (1992) 553; y sus referencias.
- [3] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66**, (1994) 1125; y sus referencias.
- [4] P. H. Kes, J. Aarts, J. van der Berg, C. J. van der Beek y J. A. Mydosh, *Supercond. Sci. Technol.* **1**, (1988) 242.
- [5] M. Tinkham, *Phys. Rev. Lett.* **61**, (1988) 1658; T. T. M. Palstra, B. Batlogg, L. F. Schneemeyer y J. V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **61**, (1988) 1662.
- [6] K. A. Müller, M. Takashige y J. G. Bednorz, *Phys. Rev. Lett.* **58**, (1987) 1143.
- [7] R. H. Koch, V. Foglietti y M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 2586.
- [8] D. E. Farrel, J. P. Rice y D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 1165.
- [9] S. Senoussi, M. Ousséna, G. Collin e I. A. Campbell, *Phys. Rev. B* **37**, (1988) 9792.
- [10] S. J. Hagen, A. W. Smith, M. Rajeswari, J. L. Peng, Z. Y. Li, R. L. Greene, S. N. Mao, X. X. Xi, S. Bhattacharya, Q. Li y C. J. Lobb, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 1064; y sus referencias.
- [11] M. Suenaga, A. K. Ghosh, Y. Xu y D. O. Welch, *Phys. Rev. Lett.* **66**, (1991) 1777.
- [12] P. Berghuis y P. H. Kes, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 262.
- [13] 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**, (1987) 57.
- [14] T. A. Friedmann, M. W. Rabin, J. Giapintzakis, J. P. Rice y D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. B*, **42**, (1990) 6217; U. Welp, M. Grimsditch, H. You, W. K. Kwok, M. M. Fang, G. W. Crabtree y J. Z. Liu, *Physica C* **161**, (1989) 1.
- [15] H. L. Stormer, A. F. J. Levi, K. W. Baldwin, M. Anzlowar y G. S. Boebinger, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 2472; 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**, (1989) 595.

2. Sistema experimental y métodos de medida.

2.1 Técnica de obtención de películas delgadas: sistema de pulverización catódica.

La pulverización catódica (*sputtering*) es una de las técnicas de condensación física en vacío con mayor éxito, ya que permite la deposición en forma de lámina delgada de todo tipo de materiales, ya sean elementos simples o compuestos, conductores o aislantes, sobre todo sustrato que pueda permanecer en condiciones de vacío. Esta técnica se basa en un proceso que se representa esquemáticamente en la figura II.1 y que consiste en el bombardeo, mediante iones creados en un plasma, del blanco que se quiere pulverizar [1,2]. Los iones del plasma, que se genera al aplicar un campo eléctrico entre dos electrodos en el seno de un gas inerte a baja presión, son acelerados hacia el cátodo (en donde se encuentra el blanco), colisionando con él y logrando arrancar átomos de su superficie; dicho material extraído como consecuencia de la pulverización del blanco se recoge sobre un sustrato cercano con objeto de formar la película delgada. El rendimiento de la pulverización catódica se define como el número de átomos arrancados por ion incidente, valor que depende de la masa de los iones, de su energía, y del material bombardeado.

Existen diversos tipos de sistemas de pulverización catódica; entre ellos, el sistema de pulverización tipo diodo es el de geometría más sencilla, ya que consiste en dos electrodos entre los que se produce la descarga, caracterizándose por una eficiencia media baja. La técnica de pulverización tipo magnetrón supone una gran mejora respecto a la anterior, pues con ella se pueden alcanzar ritmos de deposición más elevados. Este incremento es consecuencia de la presencia de un campo magnético (50-100 Oe) que es perpendicular al campo eléctrico en el cátodo, con lo que el movimiento de los electrones y el plasma se confinan en sus cercanías, incrementándose la eficiencia de la ionización. De esta manera, se puede mantener el plasma a más bajas presiones y menores diferencias de potencial. Por otra parte, en la pulverización con radiofrecuencia, la ionización del gas se consigue con radiación electromagnética con una frecuencia del orden de MHz; este método se emplea para la pulverización de materiales aislantes ya que con el se consigue evitar la acumulación de

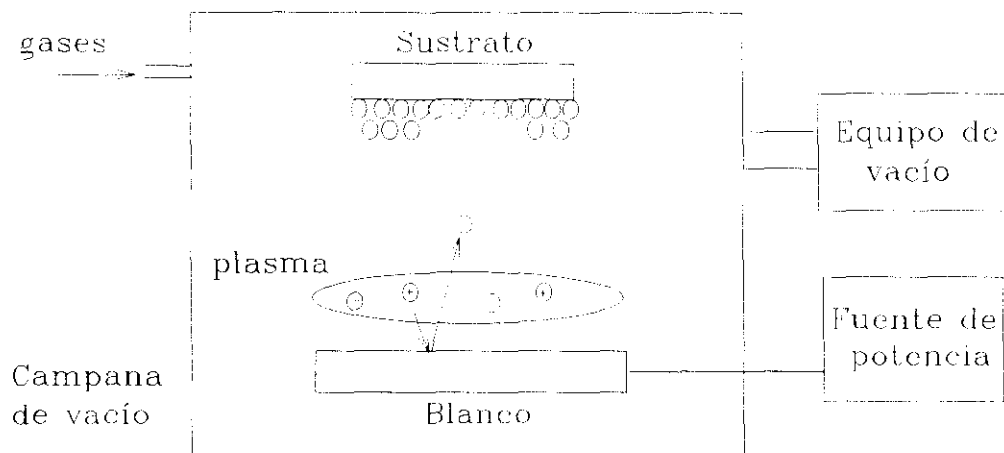


Figura II.1: Representación esquemática del proceso de pulverización catódica.

carga positiva en la superficie del blanco.

El sistema de pulverización catódica con el que se han depositado las láminas delgadas de este trabajo es un equipo Microscience Researcher 101 de ultra alto vacío (gráfica II.2); los elementos más importantes de los que consta son:

- Cámara principal donde se realiza la pulverización.
- Precámara para introducir los sustratos y sacar las muestras sin que se produzca una pérdida del vacío.
- Sistemas de bombeo; la cámara principal y la precámara se evacúan, cada una de ellas, mediante una bomba turbomolecular y una rotatoria de asistencia. La bomba turbomolecular para la cámara principal es una Balzers horizontal de 500 l/s. En ambas cámaras existe una conducción en puente (*by-pass*) que permite, cuando se parte de presión atmosférica, el bombeo directo con las bombas rotatorias.
- Bloque portasustratos con calefactor incorporado que alcanza hasta 1000°C; está formado por dos piezas metálicas que están unidas a un cuerpo cerámico de alumina en el que se encuentra el calefactor resistivo; en dicha cerámica se sitúan los sustratos sobre los que se va a depositar la lámina.
- Brazo en forma de "T", que sujeta el bloque portasustratos y permite su movimiento en el interior de la cámara principal. Lleva incorporado un termopar para la medida de la temperatura del portasustratos.

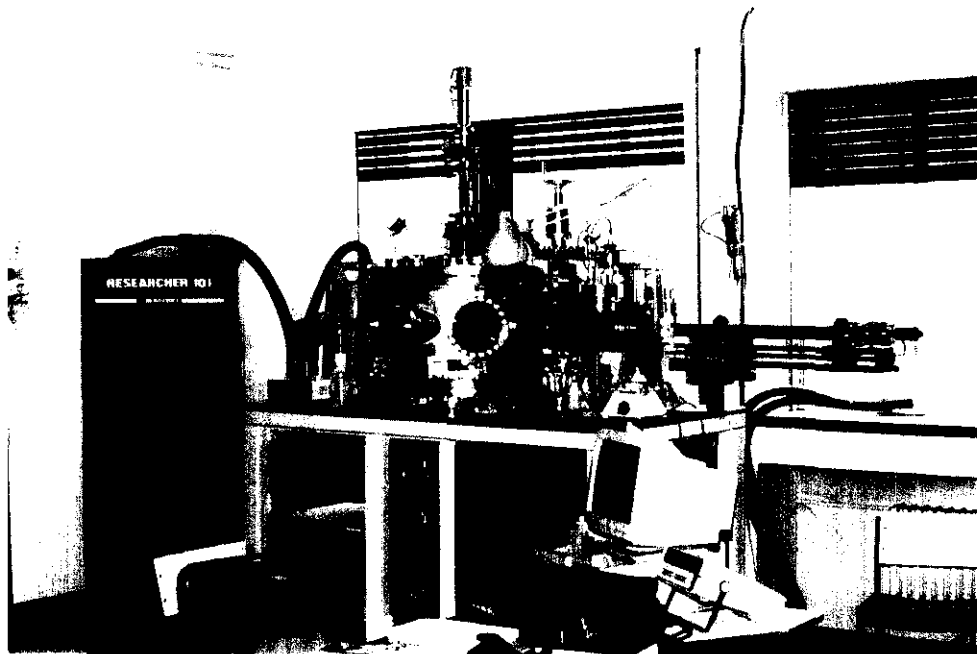


Figura II.2: Imagen general del equipo Microscience R-101 empleado para la deposición de láminas delgadas superconductoras.

- Brazo de transferencia; este elemento engancha el bloque portasustratos a modo de "tenedor", lo que permite trasladarlo de la cámara principal a la precámara o en sentido contrario. El procedimiento para introducir el sustrato en la cámara principal se inicia con la colocación del bloque portasustratos en el brazo de transferencia dentro de la precámara; después, se evacúa esta y, cuando se iguala la presión con la de la cámara principal, se abre la válvula de puerta que las comunica y se traslada el portasustratos hasta el brazo en forma de "T" (figura II.3); luego, se retira el brazo de transferencia y se aísla la cámara principal. Hay que señalar que el brazo en forma de "T" permite el movimiento circular (360°) del bloque en el plano horizontal (figura II.3), y que existe un termopar en el brazo de transferencia para controlar la temperatura cuando se realiza algún tratamiento térmico en la precámara.

-Magnetrones (gráfica II.4); el equipo consta de tres magnetrones que funcionan en corriente continua para realizar la pulverización catódica (dos para blancos de 1.5" de diámetro y otro para un tamaño de 2"). Dichos magnetrones son de cátodo plano circular y, en ellos, el campo magnético se genera mediante una serie de imanes permanentes que se encuentran en la parte superior del cátodo, directamente debajo del blanco. Los imanes están

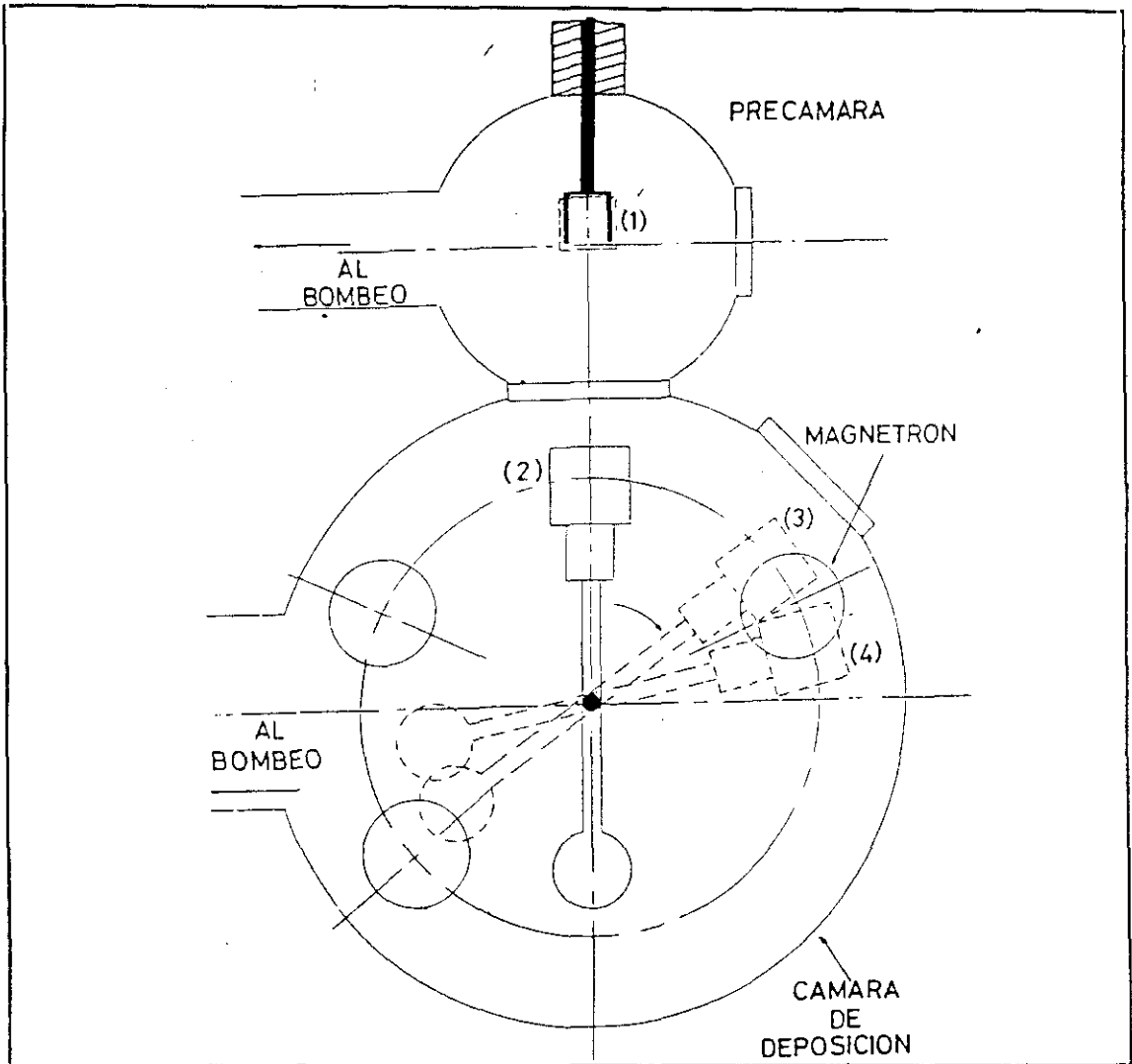


Figura II.3: Gráfico esquemático, en visión superior, de las dos cámaras del sistema de deposición R-101. (1) Brazo de transferencia, (2) brazo en forma de "T", (3)-(4) indican el movimiento del brazo en forma de "T" en el plano de la gráfica para posicionar el portamuestras sobre cada magnetron.

dispuestos en una geometría tal que existe una región circular cerrada en la que las líneas de campo magnético están paralelas a la superficie del cátodo, con lo que el plasma generado tiene aspecto toroidal. Asimismo, se ha instalado en el equipo un cuarto magnetron preparado para trabajar con radiofrecuencia en blancos aislantes de 1.3" de diámetro.

- Manipulador y motor "paso a paso" con unidad de control; permiten, mediante el movimiento del brazo en forma de "T", controlar, respectivamente, la posición de la muestra en altura y a lo largo del circulo de la cámara principal (figura II.3) para colocarla sobre

cada uno de los magnetrones. Como se verá posteriormente, ello es muy importante, pues hace posible una configuración geométrica óptima para depositar los superconductores de alta temperatura y, asimismo, permite la obtención de multicapas.

- Electrónica; fuentes DC y de radiofrecuencia para polarizar los magnetrones, controlador de temperaturas del calefactor del bloque portasustratos, controladores de los gases, unidades de control de válvulas, pantallas, medidores de presión, etc.

- Grúa eléctrica; permite mover la tapa superior de la cámara principal para realizar cambios en el interior.

Cabe señalar que los blancos empleados han sido pastillas cerámicas con la misma composición estequiométrica del óxido que se quiere depositar ((TR)Ba₂Cu₃O₇, siendo TR una tierra rara), y con una pureza de 99.99%. Se adquirieron de la compañía comercial Kristalhandel Kelpin o se obtuvieron mediante un proceso de prensado (~10 Tm) y sinterización (~935°C) en la propia Facultad de Ciencias Físicas.

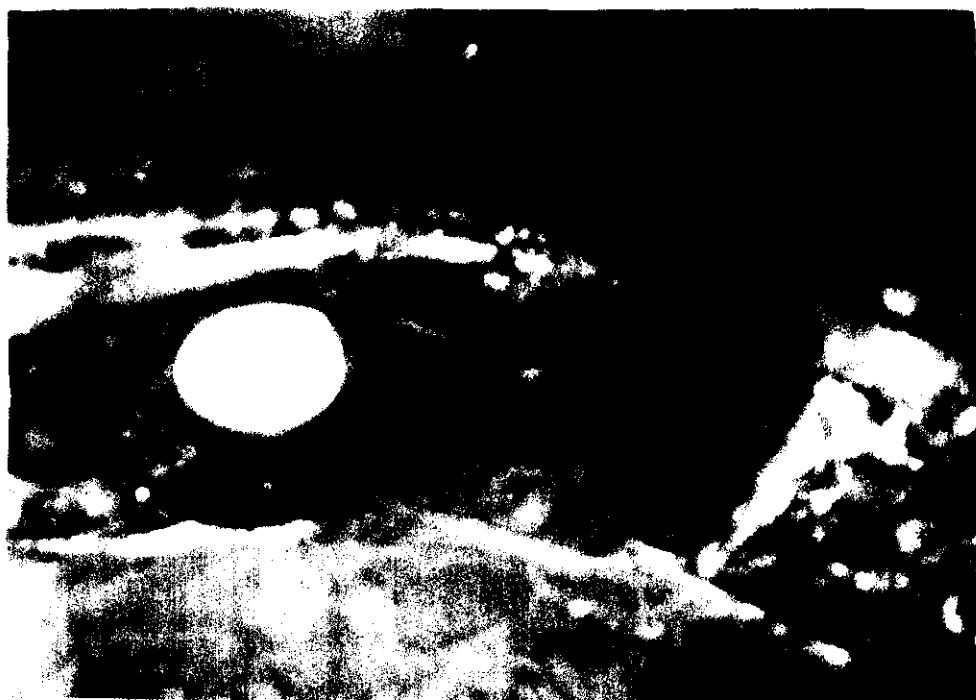


Figura II.4: Imagen del interior de la cámara de deposición; aparecen un magnetrón para blancos de 1.5" de diámetro y otro para un tamaño de 2".

Por otra parte, si bien se usa la lectura del termopar que se encuentra en el portasustratos para estabilizar la temperatura de trabajo, se ha llevado a cabo una calibración independiente de la misma mediante un pirómetro. Previamente ha sido necesario conocer la emisividad del material en las condiciones de trabajo concretas; ello se ha logrado colocando el sustrato en cuestión en el interior de un horno tubular, cuya temperatura está bien definida ($\pm 1^\circ\text{C}$); así, el valor de la emisividad es el que hace coincidir la lectura de temperatura del pirómetro con la del horno. Para un mayor acuerdo con las condiciones de medida reales, se ha interpuesto, en la línea que une el pirómetro con el sustrato, la ventana a través de la cual se mide con el pirómetro en el interior de la cámara principal del equipo. De esta manera, la temperatura real del sustrato durante el crecimiento de la lámina se determina midiendo con el pirómetro para la emisividad hallada anteriormente. Esta calibración se ha realizado para cada tipo de sustrato dada la diferencia en la emisividad y en la conductividad térmica de cada uno de ellos. Los valores de temperatura que se mencionan en este trabajo se refieren a valores reales que, en las condiciones de deposición empleadas, son inferiores en $\sim 60\text{-}100^\circ\text{C}$ a los nominales.

2.2 Técnicas de caracterización estructural de láminas delgadas. Difracción de rayos-X y microscopía electrónica de barrido.

a) Difracción de rayos-X.

Los rayos-X son una sonda ideal para estudiar las estructuras de los materiales, ya que su longitud de onda es comparable a las distancias entre átomos en la red cristalina y, consecuentemente, da lugar a fenómenos de difracción; además tienen un carácter no destructivo. La interferencia constructiva de la radiación difractada sucede de acuerdo con las condiciones predichas por la ley de Bragg

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

donde d es el espaciado entre los planos de difracción, θ es el ángulo de incidencia, λ es la longitud de onda de los rayos-X y n es un entero. La dirección normal a los planos de difracción coincide con la bisectriz entre la dirección de la radiación incidente y la de la difractada.

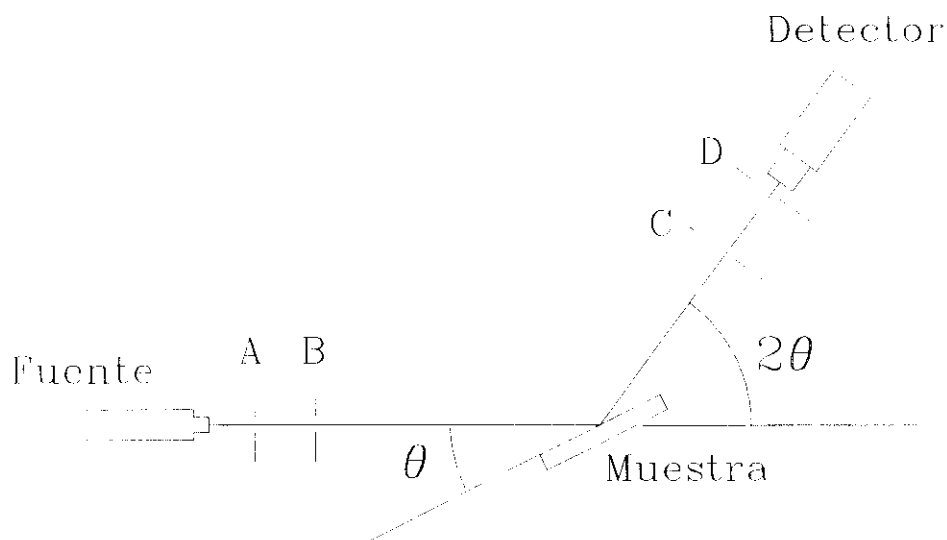


Figura II.5: Esquema de la geometría Bragg-Bentano en la difracción de rayos-X. A, B, C y D representan las rendijas.

El difractómetro de rayos-X empleado para la caracterización estructural de las láminas delgadas de este trabajo es un equipo Siemens D-5000, que opera en la configuración geométrica de Bragg-Bentano (figura II.5). Este modelo está formado por las siguientes partes principales:

- Fuente de radiación; consta de un generador de alto voltaje y de un tubo de rayos-X que es de anticátodo de cobre con un voltaje de excitación de 9 kV y que está refrigerado con agua. La radiación de trabajo es la $K\alpha$ del Cu que, en realidad, está compuesta por dos líneas de emisión cuyas longitudes de onda son $\lambda(K\alpha_1)=1.5405 \text{ \AA}$ y $\lambda(K\alpha_2)=1.5443 \text{ \AA}$. En la práctica, el cálculo de los espaciamentos de la estructura cristalina se ha realizado empleando un promedio según con sus intensidades relativas, $\lambda(K\alpha)=(2 \cdot \lambda(K\alpha_1)+\lambda(K\alpha_2))/3=1.5415 \text{ \AA}$. El monocromador del sistema, que es un monocristal de grafito, reduce la intensidad de otras radiaciones generadas, si bien no atenúa completamente la correspondiente a la $K\beta$ del Cu ($\lambda(K\beta)=1.392 \text{ \AA}$). Esto se podría conseguir empleando un filtro de níquel, pero ello también reduce las reflexiones procedentes de la $K\alpha$ y, por tanto, la resolución, por lo que no se ha usado. De esta manera, en algunas ocasiones, aparecen reflexiones de intensidad muy débil en los difractogramas, que son consecuencia del cumplimiento de la ley de Bragg (2.1) para la radiación $K\beta$. Hay que señalar que las condiciones de trabajo en la fuente de radiación han sido de 40 kV y 30 mA.

- Goniómetro. La medida de la posición angular de la muestra y del detector se realiza mediante mecanismos medidores de ángulos que son independientes, y cuya precisión es de una milésima de grado. En este sistema se permite el movimiento independiente del portamuestras (θ) y del detector (2θ), así como el movimiento acoplado (sincronizado) $\theta/2\theta$ de ambos elementos. El equipo se ha calibrado empleando para ello una muestra patrón de cuarzo.

- Detector; constituido por contadores proporcionales.

- Rendijas; existen dos, A y B (figura II.5), en el espacio entre la fuente de radiación y la muestra, que definen el haz de rayos-X incidente. La rendija C, entre la muestra y el detector, cumple el objetivo de suprimir radiación dispersada no deseada. A la entrada del detector se encuentra la rendija D, cuya apertura determina principalmente la resolución del perfil de línea del difractograma. Las rendijas A, B, C y D empleadas han sido de 0.3° , 0.3° , 0.3° y 0.018° respectivamente.

- Sistema para control automático; el funcionamiento y control del difractómetro está automatizado mediante un ordenador con procesador 486, que tiene programas incorporados que permiten la realización de los difractogramas así como el análisis cuantitativo de los mismos.

Para la caracterización de nuestras películas delgadas, hay dos métodos de barrido diferentes que se pueden emplear en la geometría Bragg-Bentano en la que opera el difractómetro de rayos-X (figura II.5). El primero es el barrido θ - 2θ , en el que el detector se mueve formando un ángulo 2θ con la dirección de la radiación incidente a la vez que el portamuestras rota formando un ángulo θ . En este movimiento correlacionado, los haces incidente y difractado forman siempre el mismo ángulo θ con el plano de la muestra, de manera que se detectan los planos de la estructura cristalina que se encuentran paralelos a la superficie de la lámina. Por tanto, en el caso de una película perfectamente texturada, sólo se produce difracción por la familia de planos correspondientes a la textura, con lo que en el difractograma aparecen, únicamente, sus reflexiones. Así, tomando como ejemplo uno de los casos que nos interesa, en las películas de los óxidos superconductores que tengan orientación eje-a han de encontrarse, tan sólo, las reflexiones ($h00$).

El segundo método de barrido es la curva *rocking*, en la que el detector se mantiene en una posición fija que se corresponde con un cierto ángulo de difracción Bragg $2\theta_B$, mientras que la muestra se rota en un intervalo de ángulos $\Delta\omega$ en torno a θ_B . Este tipo de medidas informa de la distribución angular de los planos correspondientes al mismo

espaciado de red, es decir, miden su alineamiento con respecto al plano de la película. En la práctica, el parámetro con el que se trabaja habitualmente es la anchura a media altura (FWHM) del perfil del barrido, de manera que valores pequeños de FWHM reflejan un gran alineamiento de los planos de difracción y, por tanto, es indicativo de buenas propiedades estructurales.

La película delgada se sitúa en un portamuestras de metacrilato, que se coloca en el equipo por medio de presión para que quede firmemente sujeto y, así, perfectamente alineado con el sistema. No obstante, el montaje de la lámina sobre el bloque de metacrilato no es completamente perfecto, pudiendo haber una cierta desalineación de hasta $\sim 0.5^\circ$. Esta desalineación se puede corregir haciendo una curva *rocking* en torno a una reflexión importante del sustrato o de la película, de modo que todos los difractogramas han sido tomados con la lámina perfectamente alineada.

A la hora de trabajar en la obtención de películas de materiales que pueden crecer con dos texturas distintas (como pueden ser la orientación eje-a y la eje-c), es muy útil poder evaluar el porcentaje del volumen crecido con cada orientación. Ello se puede hacer mediante la expresión

$$\frac{(I_{hkl})_A}{(I_{hkl})_B} = \frac{(F_{hkl}^2 \cdot V)_A}{(F_{hkl}^2 \cdot V)_B}, \quad (2.2)$$

que relaciona la intensidad integrada de las reflexiones en el barrido θ - 2θ (I_{hkl}), los factores de estructura (F_{hkl}) y el volumen a calcular (V), y en donde A y B indican uno u otro tipo de orientación [3]. Los factores de estructura son conocidos de difractogramas de policristal publicados [4]; en concreto, hemos utilizado las reflexiones (200) y (005) para calcular el porcentaje de orientación eje-a y eje-c de las muestras, cuya relación de factores de estructura es $F_{200}^2/F_{005}^2=3$ [4]. El término de la izquierda en la expresión (2.2) se puede determinar a partir del análisis de los barridos θ - 2θ . Por otra parte, el cálculo de los espaciamientos en la red ha de hacerse a partir de las reflexiones de mayor orden posible, ya que, como se obtiene derivando la igualdad (2.1),

$$\Delta d/d = -\Delta\theta \cdot \cotg\theta, \quad (2.3)$$

con lo que el error Δd decrece a aumentar θ entre 0° y 90° .

b) Microscopía electrónica de barrido.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) es un instrumento muy útil y habitual en el estudio de superficies, ya que ofrece una mejor resolución que las técnicas de microscopía óptica; sin embargo, a diferencia de la difracción de rayos-X, esta técnica apenas proporciona información acerca del material masivo. Se basa en la emisión de electrones secundarios, que ocupan estados ligados en los átomos del material objeto del análisis y que son liberados por la interacción con un haz de electrones incidente [5]; se consideran secundarios aquellos electrones con una energía menor de ~ 50 eV. El rendimiento de este proceso, esto es, el número de electrones secundarios por electrón incidente, depende de la naturaleza de la superficie de la muestra así como de su inclinación respecto al haz incidente.

En los equipos de esta técnica de análisis el haz incidente, cuyo diámetro es muy pequeño y, típicamente, del orden de 100 \AA , se produce mediante la acción combinada de un cañón de electrones y de lentes de electrones que lo coliman. Este haz se defleca por medio de una serie de carretes, de modo que se realiza un barrido sobre la superficie de la muestra. Sincronizado con este movimiento del haz de electrones incidente, se produce un barrido sobre una pantalla cuyo brillo está modulado por la señal que procede de la interacción del haz primario con la superficie del material analizado; es decir, los electrones secundarios liberados se recogen en un detector de electrones y se emplean como la señal de contraste de la pantalla. En este trabajo, el microscopio electrónico con el que se han analizado las superficies de las láminas delgadas es un equipo FESEM Hitachi S-800, habiéndose obtenido las imágenes en condiciones de trabajo de 15-25 kV.

2.3 Técnicas de procesamiento de láminas delgadas.

2.3.1 Sistema de fotolitografía.

Se ha diseñado y puesto a punto un sistema de fotolitografía con el fin de definir las geometrías adecuadas sobre las películas delgadas para, así, poder realizar convenientemente la medida de las propiedades de transporte eléctrico. La técnica de fotolitografía requiere realizar cuidadosamente los siguientes pasos sucesivos:

1. En caso de que la muestra no esté recién depositada, limpiarla con disolventes orgánicos (acetona y metanol) y secarla con N_2 seco.

2. La lámina se fija, presionándola con una serie de placas metálicas laterales, en la centrifugadora (*spinner*). Se ponen un par de gotas de fotorresina, tipo Microposit S-1813, y se hace girar a ~ 2500 rpm durante 5 minutos aproximadamente, con lo que se homogeneiza su distribución sobre la superficie de la película, quedando una capa de fotorresina de $\sim 0.6 \mu\text{m}$ de espesor.

3. Se seca la fotorresina introduciendo la muestra en la estufa a una temperatura de 95°C durante media hora.

4. Se coloca cuidadosamente la máscara con el motivo que se quiere obtener sobre la lámina, y se ilumina con una lámpara de luz ultravioleta de bombilla Eye H125BL durante 45 minutos; la luz ultravioleta actúa sobre la fotorresina que no está cubierta por el motivo de la máscara. En la figura II.6 se muestran las geometrías definidas por las máscaras con las que hemos trabajado, y que tienen un tamaño de $1 \times 0.5 \text{ cm}^2$; la que se representa en la figura II.6(a) se puede emplear para medidas de resistividad, efecto Hall y, especialmente, corriente crítica, ya que cuenta con un micropuente (indicado con una flecha en la gráfica) cuya anchura es de 20, 50 ó $100 \mu\text{m}$, variando en las diversas máscaras de las que se dispone. La otra geometría (figura II.6(b)) es óptima para las medidas de efecto Hall, siendo también útil para obtener resultados de la resistividad.

5. Se introduce la película en el revelador (Microposit MF-319) para eliminar la resina iluminada. Este proceso se lleva a cabo durante 5 minutos en ultrasonidos; posteriormente se enjuaga la muestra en agua destilada y se sopla con N_2 seco. Cabe señalar que, hasta este paso, el proceso es reversible, de modo que, si algo no ha sucedido correctamente, se puede limpiar la muestra con disolventes orgánicos y repetir las operaciones.

6. La fotorresina que queda sobre la muestra con la geometría definida por la máscara se endurece introduciendo nuevamente la lámina en la estufa, y calentando a una temperatura de 105°C durante 50 minutos.

7. Se realiza un ataque químico humedo de la película con una disolución acuosa de H_3PO_4 al 5%. Este proceso, que dura alrededor de 10 segundos, elimina el óxido superconductor de las regiones de la muestra que no se encuentran protegidas por la fotorresina endurecida. El ataque químico se detiene mediante un lavado de la lámina en agua destilada.

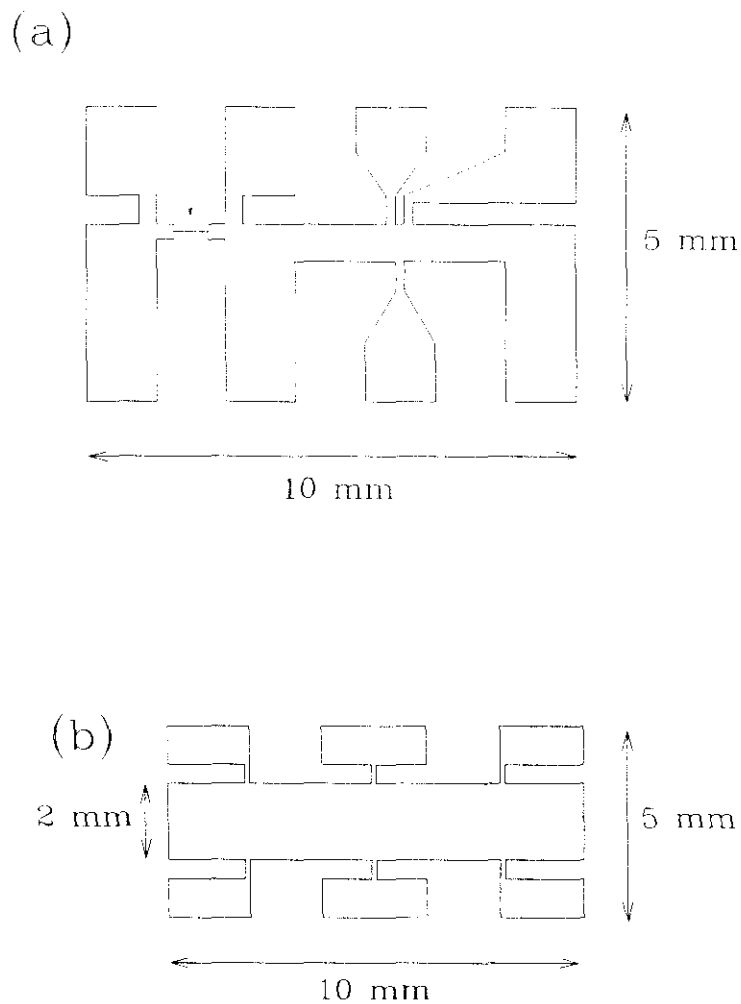


Figura II.6: Esquema de las máscaras utilizadas para la litografía de las películas delgadas. **(a)** Empleada para medidas de resistividad, efecto Hall y corriente crítica (el micropuente se indica con una flecha). **(b)** Destinada a medidas de resistividad y efecto Hall.

8. Se retira la fotorresina endurecida que queda protegiendo la geometría deseada, para ello se lava la película con acetona durante ~5 minutos en ultrasonidos.

En la figura II.7 se muestra el resultado obtenido de la región correspondiente al micropuente de $20\ \mu\text{m}$ de anchura una vez realizado todo el proceso. Se puede observar la buena definición de las líneas del motivo geométrico que se alcanza con esta técnica.

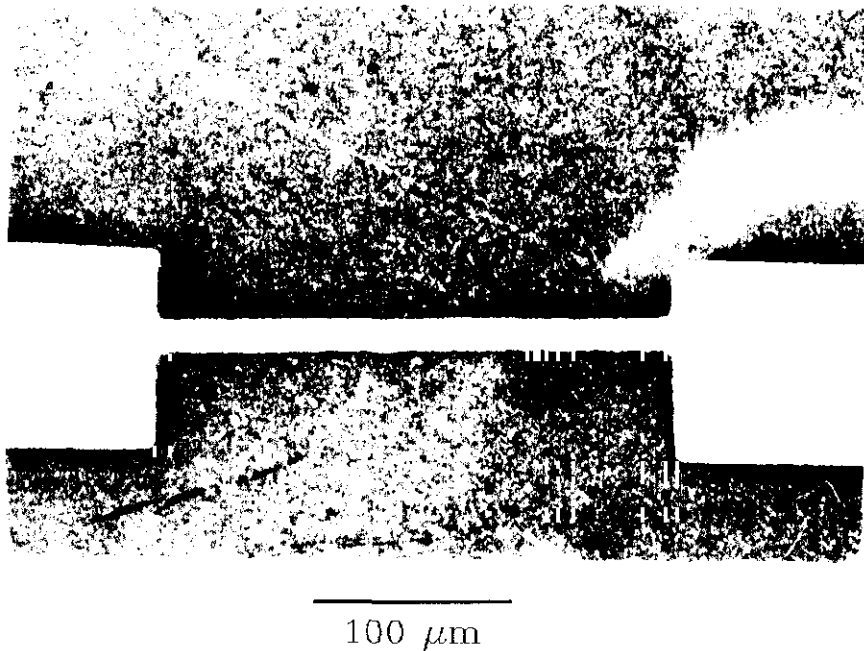


Figura II.7: Imagen de un micropuente de anchura $20 \mu\text{m}$ resultante del proceso de fotolitografía.

2.3.2 Proceso de desoxigenación de láminas delgadas.

La variación de la concentración de portadores (n) en función del contenido de oxígeno (x) es un tema ampliamente estudiado [6,7] en los óxidos superconductores de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, estando bien establecido que n aumenta a medida que el valor de x crece de 6 a 7; esta variación en el número de portadores conlleva, a su vez, cambios en las propiedades superconductoras y, en particular, una disminución en la temperatura crítica al reducir x [8]. Por ello, es muy interesante poder cambiar de forma controlada el contenido de oxígeno en las muestras de estos materiales, ya que hace posible estudiar la evolución de sus propiedades de conducción en función del dopaje. Cabe mencionar que los óxidos de la familia 1:2:3 pierden oxígeno al calentarlos a alta temperatura, en una cantidad que depende de la presión parcial de oxígeno a la que estén sometidos [9]; de esta manera, se definen [10,11] líneas de contenido de oxígeno constante en el diagrama de fases $P(\text{O}_2)$ - T (gráfica II.8). Haciendo uso de este diagrama de fases, se ha desarrollado un procedimiento [12,13] para variar el contenido de oxígeno en las películas de estos materiales de una forma controlada [14]. Este procedimiento, que se describe a continuación, ha sido empleado en nuestras láminas delgadas.

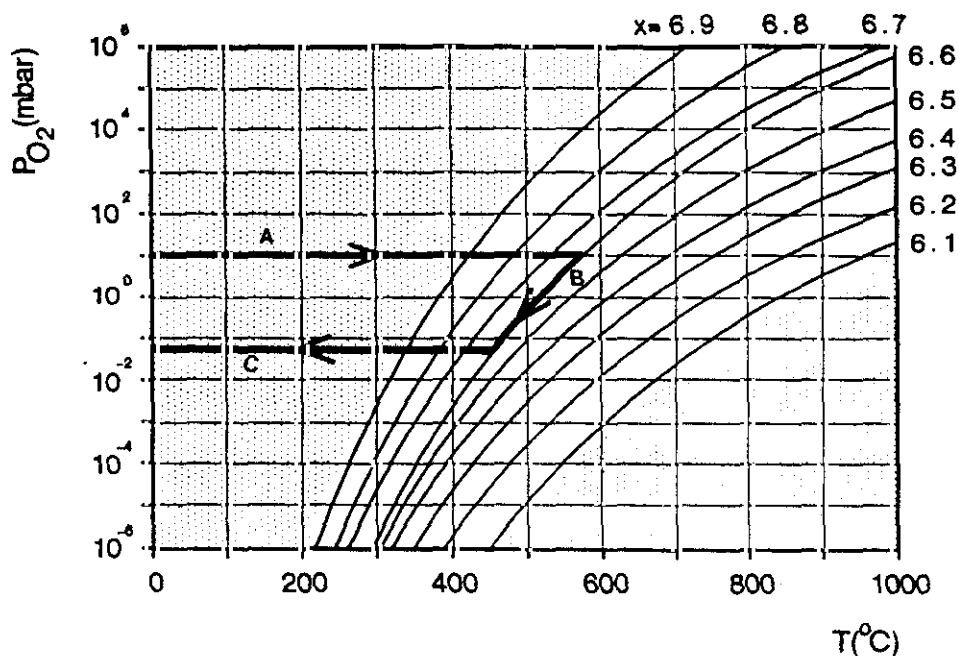


Figura II.8: Diagrama de fases $P(\text{O}_2)$ - T del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, mostrando las líneas de fase correspondientes a contenidos de oxígeno constantes; la línea gruesa indica el camino seguido por el proceso de desoxigenación; tomado de [10,13].

El proceso comienza con la colocación de la película en una caja cerámica del propio óxido superconductor. A continuación, se introduce la caja en un tubo de ensayo de cuarzo (que en el sistema se encuentra en posición horizontal) y se hace vacío sobre ella hasta alcanzar una presión residual de $P < 3 \times 10^{-6}$ Torr. Una vez efectuado ese paso, se cierra la válvula que comunica la bomba de vacío con el espacio de la muestra y se abre una válvula de aguja que existe entre ambos elementos y que permite variar la presión de oxígeno de forma controlada. A su vez, el espacio de la muestra se puede comunicar, a través de una válvula de apertura regulable, con un tubo que procede de la botella de O_2 ; la regulación de esa válvula se realiza mediante un controlador de presión que, asimismo, está conectado al ordenador. Entonces, mediante este sistema, se estabiliza una presión de 10 Torr en el tubo de cuarzo que, luego, se introduce en un horno tubular, que también está conectado con el ordenador, y en el que se selecciona la temperatura que corresponde al punto del diagrama de fases que se encuentra, para $P = 10$ Torr ($= 13.3$ mbar), sobre la línea del contenido de oxígeno deseado (como se refleja en la gráfica II.8, paso A); para obtener una estabilización adecuada, la lámina permanece en estas condiciones durante ~ 2 horas. Después, de manera controlada desde el ordenador, comienza a enfriarse con un ritmo de 3°C por minuto;

simultáneamente, la presión de oxígeno se va reduciendo (gracias a la válvula de apertura regulable), de modo que el proceso sigue la correspondiente línea del diagrama de fases del contenido de oxígeno requerido (figura II.8, paso B). Finalmente, cuando la presión de oxígeno llega hasta $P(O_2) \approx 50$ mTorr, se realiza un enfriamiento rápido de la lámina (gráfica II.8, paso C), que se lleva a cabo retirando el horno tubular y vertiendo agua fría sobre el tubo de cuarzo que la contiene. En la figura II.9 se muestra una imagen del sistema de desoxigenación de películas delgadas empleado.

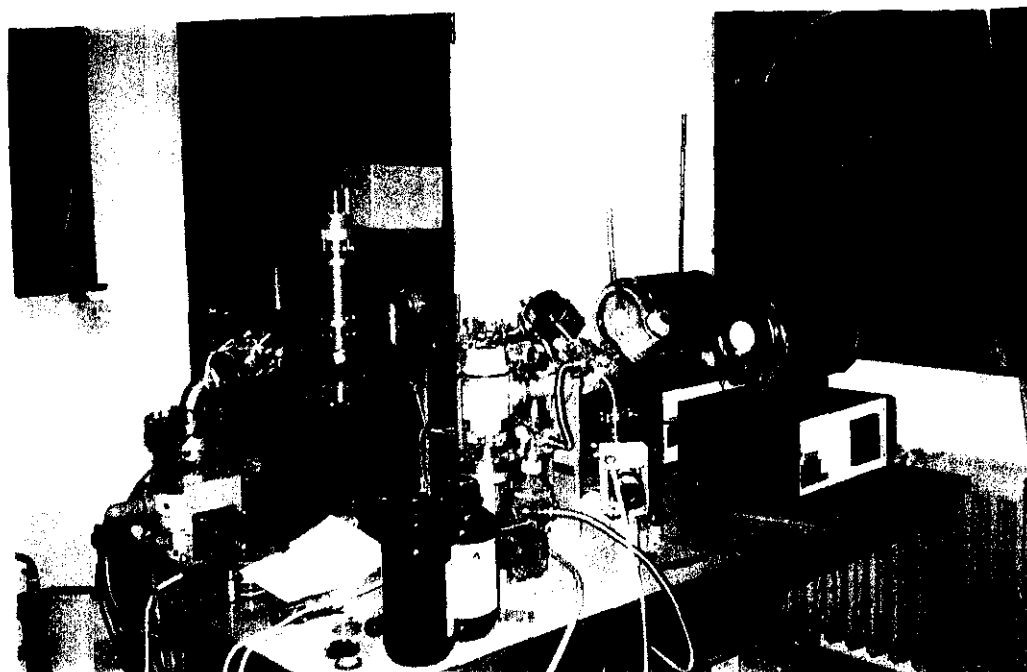


Figura II.9: Imagen del sistema empleado para la variación controlada del contenido de oxígeno en películas de óxidos superconductores.

2.4 Medidas de transporte eléctrico.

2.4.1 Sistema experimental. Criostato de helio líquido.

Para las medidas de transporte eléctrico con campo magnético aplicado se dispone de un criostato comercial de helio líquido (de la compañía Criogenic Consultants), cuyo rango de temperaturas de trabajo va desde 1.5 K hasta temperatura ambiente, y del que se muestra un plano general en la gráfica II.10 [15]. De cara a conseguir una gran impedancia térmica y, al mismo tiempo, asegurar la rigidez mecánica necesaria para hacer vacío en las zonas destinadas a ello, este criostato está fabricado con planchas delgadas de acero inoxidable y

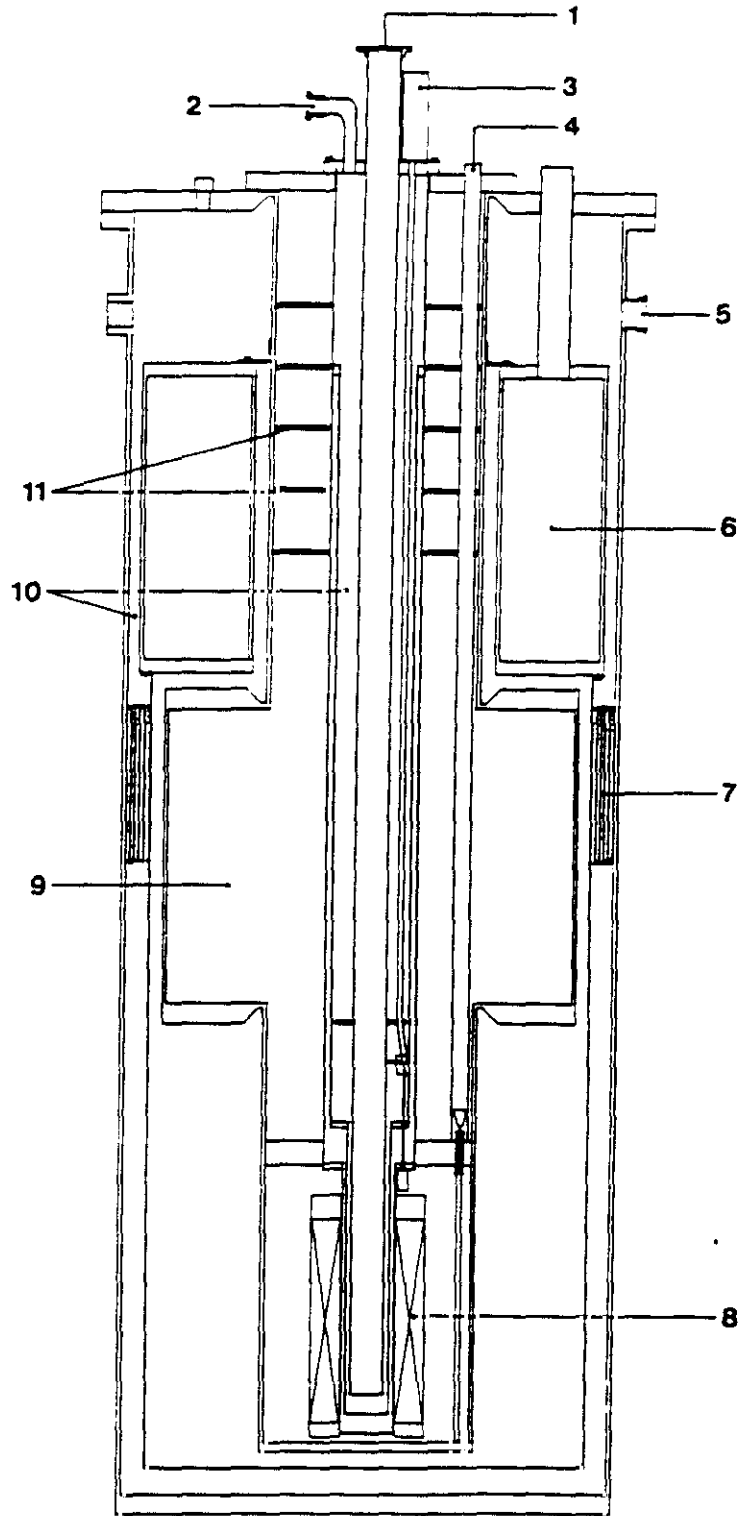


Figura II.10: Plano del interior del criostato de helio líquido. 1. Entrada del portamuestras. 2. Toma de vacío para el espacio de las muestras. 3. Control de la válvula de aguja. 4. Orificio de entrada para la caña de trasvase. 5. Toma de vacío para la camisa exterior. 6. Depósito para el nitrógeno líquido. 7. Superaislante de multicapa. 8. Solenoide superconductor. 9. Depósito para el helio líquido. 10. Camisas de vacío. 11. Pantallas térmicas.

fibra de vidrio. A su vez, el depósito para el nitrógeno líquido y las distintas camisas de vacío de que consta hacen posible la consecución de un gradiente térmico adecuado para aislar el depósito de helio líquido del exterior. Para el bombeo en las distintas camisas de vacío del criostato, se emplea bien un sistema compuesto por una rotatoria y una difusora de aceite con trampa de nitrógeno líquido, o bien una unidad de vacío Alcatel Drytel 31 que está formada por una bomba de membrana y una turbomolecular, con lo que es posible alcanzar presiones del orden de 10^{-6} Torr.

Con objeto de minimizar el consumo de helio líquido durante el trasvase, previamente se enfría el criostato procediendo al llenado con N_2 líquido no sólo de la cámara destinada a ese fin, sino también del espacio dispuesto para el helio líquido. Tras aproximadamente un día en estas condiciones, se extrae el nitrógeno de la cámara de helio, se rellena el espacio del N_2 líquido, y se procede al trasvase del helio líquido. Esto último se lleva a cabo desde el licuefactor de He de que se dispone en el laboratorio o desde un dewar con el citado líquido. Hay que señalar que, conectado al criostato, se halla un sistema de recuperación de helio gas en el cual se recoge el gas que procede de la evaporación del He líquido durante el proceso de trasvase y durante las medidas [16]. A su vez, el sistema de recuperación de helio gas se encuentra conectado con el licuefactor de helio, con lo que el circuito del helio queda cerrado (figura II.11).

El campo magnético en este equipo se produce mediante un solenoide superconductor que está fabricado con filamentos muy finos de aleación Nb-Ti (con $T_c \approx 10$ K y campo $H_{c2}(T=0) = 105$ kOe) que están embutidos en una matriz de cobre muy puro. Este solenoide es capaz de generar un campo de 90 kOe a 4.2 K, con una relación campo-corriente de 1.09096 kOe/A. Su inductancia es de 10.8 H y proporciona una homogeneidad del campo con menos de un 0.1 % de variación en un cilindro con diámetro y altura de 1 cm. La fuente de alimentación del solenoide es una Cryogenic Consultants SMS120C, capaz de generar una corriente de 120 A con una tensión máxima de 5V; esta fuente dispone de una salida analógica que, conectada a un multímetro Kethley 175, permite controlar desde el ordenador la lectura del campo magnético. El solenoide superconductor permite trabajar en dos modos de campo:

1. Variando el campo magnético desde 0 hasta un valor H_{\max} seleccionado con un ritmo de variación prefijado (siendo $H_{\max} \leq 90$ kOe). La fuente de alimentación permite emplear rampas de variación del campo que van desde 1.2×10^{-3} A/s hasta 12 A/s.

2. En modo persistente a un valor de campo determinado, que se consigue tras dejar atrapada la corriente en el solenoide. Este modo permite reducir el consumo de helio líquido en medidas largas con el campo magnético constante.

Por su parte, el portamuestras está formado por un bloque de cobre en donde se colocan las láminas delgadas y que está unido a un tubo hueco de acero inoxidable en cuyo interior se encuentran los cables necesarios para realizar las medidas de transporte eléctrico. El control de la temperatura se realiza mediante una unidad Lake Shore DRC-91C, dos termómetros de *carbon-glass* calibrados en el rango 1.5-325 K (Lake Shore CGR-1-500) y un calefactor. Uno de los termómetros se encuentra cerca del calefactor para asegurar el control del mismo y el otro se halla en el portamuestras. El diseño del control de la temperatura es tal que la inercia del sistema es grande, de manera que se obtiene una estabilidad en temperatura de ± 10 mK durante un tiempo suficientemente largo (más de una hora).

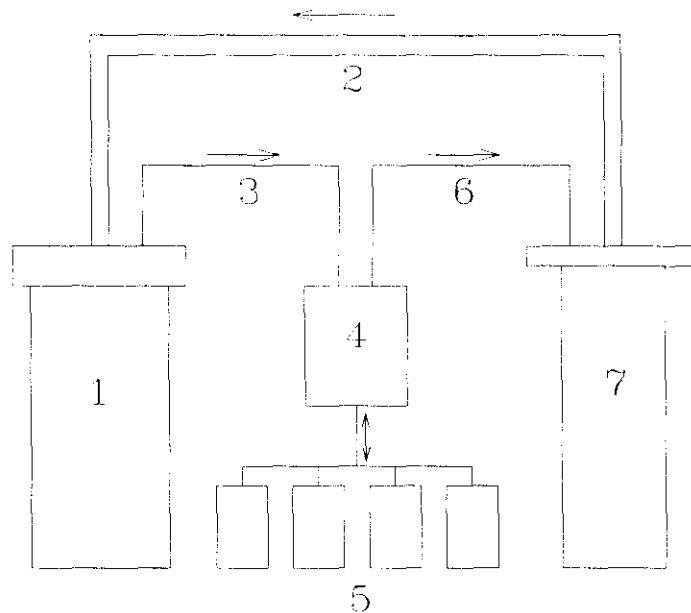


Figura II.11: Esquema del circuito de helio. 1. Criostato de helio líquido. 2. Caña de trasvase de helio líquido. 3. Línea de recuperación de helio gas evaporado. 4. Sistema de recuperación de helio gas. 5. Botellas de almacenamiento de helio gas. 6. Línea del gas aportado al licuefactor. 7. Licuefactor de helio líquido.

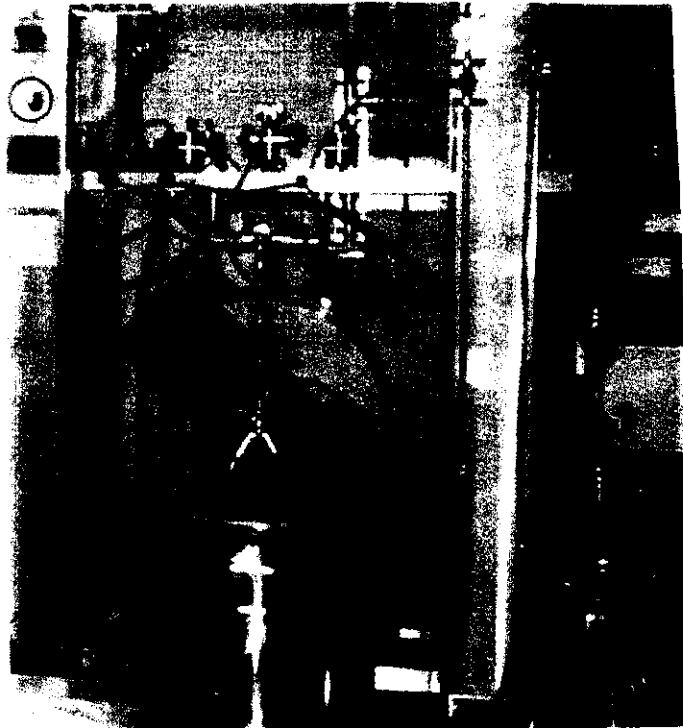


Figura II.12: Imagen del criostato de flujo continuo de helio.

Por otro lado, se dispone también de un criostato que permite trabajar, con nitrógeno líquido, en el rango va desde 60 K a temperatura ambiente y que ha sido empleado para medidas sin campo magnético aplicado. En este caso, la medida de temperatura se realiza con una termorresistencia de platino calibrada. Asimismo, para varias de las medidas llevadas a cabo en películas desoxigenadas, se ha utilizado un criostato de flujo continuo de helio (gráfica II.12); en este caso, el sistema está dispuesto de tal forma [13] que el portamuestras se encuentra colocado en el centro geométrico de un electroimán que produce un campo magnético de 7 kOe, lo que permite realizar medidas de transporte con campo magnético aplicado.

2.4.2 Fenómenos de transporte eléctrico.

a) Resistividad.

La medida de la resistividad eléctrica en función de la temperatura, empleada como caracterización de todas las láminas delgadas crecidas, 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 eléctricos sobre la película, dos para introducir la corriente por ellos, y otros dos para determinar la diferencia de potencial generada; en general, los contactos

eléctricos consisten en hilos de cobre barnizado de $50\ \mu\text{m}$ de diámetro soldados con indio puro sobre las películas. La intensidad se ha suministrado mediante una fuente de corriente programable Keithley 224, que puede estabilizar corrientes entre 5 nA y 100 mA. Esta fuente se controla desde el ordenador a través de una entrada IEEE, y permite cambios instantáneos en la corriente, inversiones en el sentido de la misma y limitación de voltaje. Por su parte, la lectura de voltaje se realiza mediante un nanovoltímetro Keithley 181, cuya precisión es de $\pm 10\ \text{nV}$ y que también se comunica con la tarjeta IEEE del ordenador.

La corriente típica empleada para la medida de las láminas ha sido de $1\text{-}10\ \mu\text{A}$. Con el fin de anular los posibles efectos termoeléctricos generados en los contactos, la diferencia de potencial (V_p) se ha determinado invirtiendo la corriente que circula por la muestra y haciendo un promedio entre las lecturas de voltaje tomadas con la corriente en sentido positivo ($V(I+)$) y en sentido negativo ($V(I-)$), de manera que $V_p = (V(I+) - V(I-))/2$. La inversión del sentido de la corriente y la lectura de la diferencia de potencial se realizan en tiempos muy cortos desde el ordenador, para que la media corresponda a una única temperatura. Una vez determinado el voltaje la resistencia eléctrica se obtiene de forma inmediata.

En general, estas medidas de resistividad en función de la temperatura y sin campo magnético aplicado se han llevado a cabo en el criostato refrigerado con nitrógeno líquido. El control de la medida de la termorresistencia de Pt se hace bien a través de un controlador de temperatura Oxford ITC4, que permite una precisión de $\pm 0.1\ \text{K}$ y está comunicado con el ordenador mediante una entrada RS232, o bien mediante un multímetro Keithley 175, en el que el control desde el ordenador se hace a través de una tarjeta IEEE y en el que la precisión es de $\pm 0.05\ \text{K}$. Por otra parte, este criostato dispone de un calefactor colocado cerca del portamuestras que, alimentado por el propio controlador de temperatura, permite la medida lenta subiendo en temperatura. Cabe señalar que la resistencia y la temperatura se recogen simultáneamente en el ordenador, desde el comienzo de la refrigeración a temperatura ambiente hasta las temperaturas accesibles más bajas ($T \approx 60\ \text{K}$). Este proceso de medida dura un par de horas, de modo que se obtiene un promedio de ~ 8 medidas por kelvin. Es decir, la medida es suficientemente lenta, lo que, añadido al buen contacto térmico existente entre la lámina delgada y la termorresistencia de Pt (ya que el portamuestras es de cobre), asegura unas condiciones similares a las isotermas. Así, no se encuentran fenómenos de histéresis térmica entre la medida realizada enfriando y la llevada a cabo calentando.

La transformación de la resistividad eléctrica (R) en resistividad (ρ) se realiza mediante dos métodos:

1. En películas fotolitografiadas la geometría de medida es conocida (figura II.6), con lo que la resistividad se obtiene directamente de la expresión

$$\rho = R \cdot (S/l) , \quad (2.4)$$

donde S es la sección por la que circula la corriente y l representa la longitud entre los contactos que miden el voltaje.

2. En las láminas que no han sido fotolitografiadas, se aplica el método de Van der Pauw [17]. Este método sólo requiere la medida de la resistencia en dos configuraciones de contactos y el conocimiento del espesor de la película; además, se puede emplear en muestras de geometría arbitraria siempre que se cumplan las siguientes condiciones:

- La muestra ha de ser homogénea en espesor.
- La muestra ha de ser simplemente conexa, es decir, no debe contener agujeros.
- Los contactos eléctricos han de ser pequeños y deben estar colocados sobre el borde de la muestra.

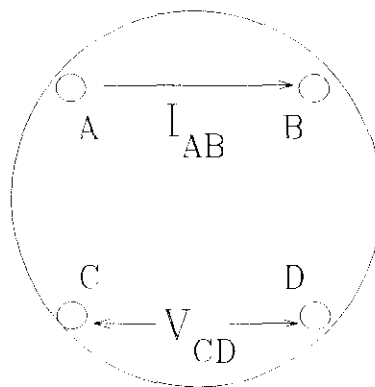


Figura II.13: Esquema de la disposición geométrica de contactos para la medida de la resistividad eléctrica por el método de Van der Pauw.

De acuerdo con el método de Van der Pauw [17], si los contactos se disponen en la muestra como se representa en la gráfica II.13 y se define $R_{II,KL} = V_{KL}/I_{II}$, se cumple la igualdad

$$\exp\left(\frac{-\pi d R_{AB,CD}}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi d R_{BC,DA}}{\rho}\right) = 1, \quad (2.5)$$

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

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \cdot \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \cdot f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right), \quad (2.6)$$

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

$$\frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = f \cdot \operatorname{arccosh}\left(\frac{e^{\frac{\ln 2}{f}}}{2}\right). \quad (2.7)$$

En la práctica, el valor correspondiente de f se toma de la gráfica original calculada numéricamente por el autor de este método [17].

b) Efecto Hall.

El campo eléctrico Hall (\mathbf{E}_H) se genera en un material conductor cuando se aplica un campo magnético (\mathbf{H}) en la dirección perpendicular a la densidad de corriente eléctrica (\mathbf{J}) que circula por él [18]; dicho campo Hall es, a su vez, perpendicular al plano definido por ambas magnitudes \mathbf{H} y \mathbf{J} (figura II.14). En metales normales, el efecto Hall se debe a la fuerza de Lorentz, que defleca las trayectorias de los portadores de carga, y es proporcional a la corriente y al campo magnético según la expresión

$$E_H = \rho_H J = R_H JH, \quad (2.8)$$

donde ρ_H representa la resistividad Hall (que es una de las componentes transversales del tensor resistividad y aparece, por tanto, escrita a menudo como ρ_{xy}), y R_H es el coeficiente Hall, que se puede calcular a partir de las medidas de acuerdo con la relación

$$R_H = \frac{V_H t}{IH}, \quad (2.9)$$

siendo V_H el voltaje Hall, t el espesor de la muestra e I la corriente.

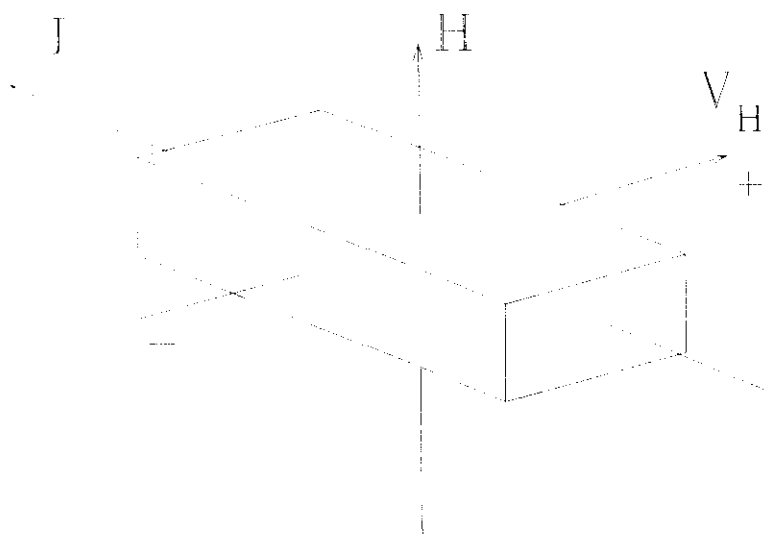


Figura II.14: Esquema de la configuración geométrica de la densidad de corriente (J) y el campo magnético (H) en el efecto Hall (V_H) de un sólido.

En la práctica, el efecto Hall en función del campo, que se ha medido en corriente continua, se ha determinado mediante el método de los cuatro barridos [2]. Este método consiste en medir la diferencia de potencial combinando los dos sentidos (+ y -) de la corriente eléctrica y del campo magnético; la inversión de la corriente evita efectos termoeléctricos, mientras que la del campo permite eliminar los efectos galvanomagnéticos. Puesto que el campo Hall es impar en campo y en corriente, el promedio que ha de realizarse con los cuatro barridos para obtener el voltaje correspondiente es

$$V_H = [V(I^+, H^+) - V(I^-, H^+) - V(I^+, H^-) + V(I^-, H^-)] / 4 . \quad (2.10)$$

De esta expresión se deduce que, si la inversión en corriente se hace de forma inmediata, tal y como se describió anteriormente en la medida de la resistividad, o si se trabaja con corriente alterna [8,19], la medida se reduce a dos barridos, uno con campo positivo y otro con campo negativo. En general, los resultados del efecto Hall se han obtenido variando el campo desde 0 hasta +90 kOe (y -90 kOe) a temperatura constante, y recogiendo simultáneamente en el ordenador las lecturas correspondientes a la diferencia de potencial de la muestra (nanovoltímetro Keithley 181) y al campo magnético (multímetro Keithley 175). La variación del campo se ha hecho a un ritmo lento, con una rampa en la fuente de alimentación del solenoide de ~ 0.2 A/s (esto es, ~ 0.2 kOe/s).

Por otra parte, cabe señalar que, al igual que se deduce la expresión (2.10) para el voltaje Hall, teniendo en cuenta que la magnetorresistencia es impar en corriente y par con campo magnético, a partir de los cuatro barridos también se puede calcular su diferencia de potencial correspondiente, de acuerdo con el promedio

$$V_{MR} = [V(I^+, H^+) - V(I^-, H^+) + V(I^+, H^-) - V(I^-, H^-)] / 4 . \quad (2.11)$$

c) Densidad de corriente crítica superconductora. Curvas características I-V.

La densidad de corriente crítica (J_c) se define como la cantidad de densidad de corriente que ha de circular por un material superconductor para que este deje de serlo y, por tanto, disipe energía. Dado que las películas delgadas de óxidos de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tienen valores de J_c elevados (10^5 - 10^6 A/cm² a $T=77$ K [20]), se requiere realizar una litografía en ellas (como la descrita en el apartado 2.3.1), con el fin de reducir la sección (S) por la que circula la corriente y, así, disminuir los valores de la corriente crítica ($I_c = J_c S$). Hay que tener en cuenta que I es la magnitud de medida, siendo muy complicado generar intensidades elevadas que, además, pueden producir problemas de disipación en los contactos.

Los resultados de J_c se han obtenido a partir de medidas de curvas características I - V , medidas a campo y temperatura constantes, y realizadas mediante la fuente de corriente programable Keithley 224 y el nanovoltímetro Keithley 181. En la medida, la fuente genera pulsos de corriente (con objeto de minimizar los efectos del calentamiento) que se estabilizan inmediatamente (~ 50 ms), mientras que el nanovoltímetro toma el voltaje generado; tras este proceso, que dura ~ 0.5 s, se apaga la corriente y se espera hasta la siguiente medida. La corriente se va incrementando de acuerdo con un programa de ordenador expresamente creado para cada curva I - V ; en el caso de que se pretenda obtener el valor de la corriente crítica, el incremento en la intensidad se hace de forma lineal. Por su parte, en la medida de la curvas características I - V completas, que son muy útiles para estudiar la dinámica del estado mixto en los óxidos superconductores de alta temperatura (como se mencionará posteriormente en el capítulo 4), la variación en la corriente se hace de acuerdo con una progresión geométrica. La determinación de la corriente crítica a partir de las curvas I - V obtenidas se lleva a cabo empleando un criterio de campo eléctrico para el umbral de disipación. En nuestro caso, se ha aplicado el criterio de $1 \mu\text{V}/\text{mm}$, que es usado habitualmente en los óxidos superconductores [21]. En la figura II.15 se muestra la curva I - V de una de nuestras películas delgadas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con orientación eje- a ,

tomada a lo largo de un puente de $100 \mu\text{m}$ de ancho y 1 mm de longitud; se indica, mediante la línea discontinua, el criterio empleado para determinar el valor de I_c .

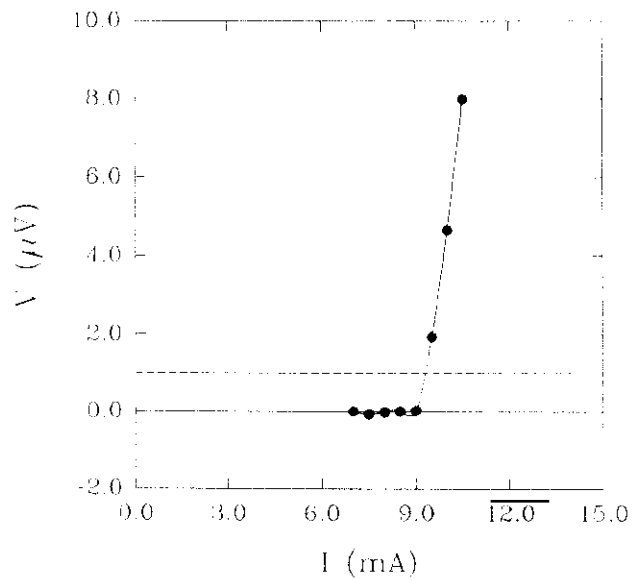


Figura II.15: Curva característica I - V medida en una lámina delgada superconductora. La línea discontinua indica el criterio de $1 \mu\text{V/mm}$ tomado para determinar la corriente crítica.

Referencias.

- [1] J. L. Vossen y W. Kern, *Thin film processes*, Academic Press (1978).
- [2] *Methods of experimental physics*, Solid State Physics **11**, Academic Press (1974).
- [3] L. V. Azároff, *Elements of X-ray crystallography*, McGraw-Hill (1968); B. D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison Wesley (1978).
- [4] F. Beech, *Phys. Rev. B* **35**, (1987) 8778.
- [5] *Principles and Techniques of Scanning Electron Microscopy*, Ed. M. A. Hayat, Van Nostrand Reinhold Company (1978).
- [6] B. W. Veal y A. P. Paulikas, *Physica C* **184**, (1991) 321.
- [7] R. McCormack, D. de Fontaine y G. Ceder, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 12976.
- [8] B. Wuyts, M. Maenhoudt, Z. X. Gao, S. Libbrecht, E. Osquiguil e Y. Bruynseraede, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 5512.
- [9] J. D. Jorgensen, H. Shaked, D. G. Hinks, B. Dabrowski, B. W. Veal, A. P. Paulikas, L. J. Nowicki, G. W. Crabtree, W. K. Kwok y L. H. Nunez, *Physica C* **153-155**, (1988) 578.
- [10] P. K. Gallagher, *Adv. Ceram. Mater.* **2**, (1987) 632.
- [11] M. Tetenbaum, B. Tani, B. Czech y M. Blander, *Physica C* **158**, (1989) 377.
- [12] M. Maenhoudt, Tesis Doctoral, Katholieke Universiteit Leuven, Bélgica (1995).
- [13] B. Wuyts, Tesis Doctoral, Katholieke Universiteit Leuven, Bélgica (1995).
- [14] E. Osquiguil, M. Maenhoudt, B. Wuyts e Y. Bruynseraede, *Appl. Phys. Lett.* **60**, (1992) 1627.
- [15] M. A. González, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid (1992).
- [16] M. T. Pérez Frias, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid (1988).
- [17] L. J. van der Pauw, *Phillips Research Reports* **13**, (1958) 1.

-
- [18] C. M. Hurd, *The Hall Effect in Metals and Alloys*, Plenum Press (1972).
- [19] S. W. Tozer, A. W. Kleinsasser, T. Penney, D. Kaiser, F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* **59**, (1987) 1768.
- [20] A. A. R. Fernandes, I. N. Chan, J. Guimpel, O. Nakamura, D. Lederman e I. K. Schuller, *Appl. Phys. Lett.* **61**, (1992) 3181.
- [21] H. Obara, M. Andersson, L. Fàbrega, P. Fivat, J.-M. Triscone, M. Decreoux y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **74**, (1995) 3041.

3. Crecimiento y caracterización de películas delgadas de compuestos 1:2:3 con diferente orientación cristalina: propiedades en el estado mixto.

3.1 Introducción.

La obtención de muestras altamente cristalinas es un paso previo necesario para poder acometer la tarea de comprender las propiedades físicas nuevas que aparecen en los superconductores de alta temperatura, tanto en el estado superconductor como en el estado normal. Las películas delgadas resultan ser muy útiles para este propósito pues, aunque presentan algunas desventajas respecto a los monocristales como la existencia de un mayor número de defectos, poseen ciertas ventajas, especialmente en lo que se refiere a tamaño. Por otra parte, no cabe duda de que la fabricación de láminas delgadas de buena calidad es importante desde el punto de vista de las aplicaciones de estos óxidos superconductores. No obstante, conviene señalar que este proceso de crecimiento de muestras de buena calidad cristalina está seriamente dificultado por el hecho de que estos materiales y, en concreto, los compuestos de la familia $\text{R}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\text{R}=\text{Y}$, tierra rara) tienen una estructura complicada [1], de manera que pequeñas desviaciones estequiométricas pueden producir grandes cambios en las propiedades estructurales y de transporte [2]. Por ello, como más tarde veremos, las condiciones requeridas para obtener un crecimiento óptimo de las películas son bastante restrictivas y extremas.

Una de las características más importantes de la estructura cristalina de estos superconductores es su gran anisotropía, que tiene un claro reflejo en las propiedades superconductoras. Así, los dos planos de CuO_2 que existen por celda unidad (figura III.1), a los que está asociada la superconductividad en estos compuestos, determinan grandes diferencias entre el plano \mathbf{ab} de la estructura ortorrómbica (al que son aproximadamente paralelos) y la dirección del eje \mathbf{c} . Es obvio mencionar que, para alcanzar una descripción completa de las propiedades físicas, no es suficiente estudiarlas paralelamente al plano \mathbf{ab} , sino que hay que hacerlo también en la dirección perpendicular a los planos de CuO_2 . Por ello es necesaria la fabricación de muestras en las que se permita el estudio en distintas

direcciones cristalográficas.

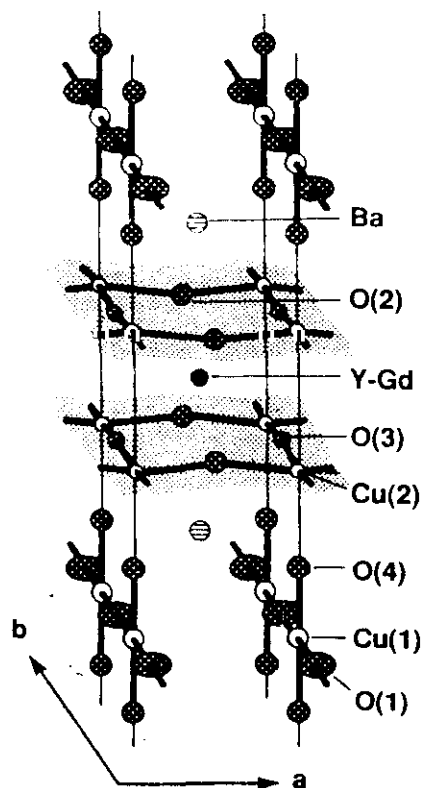


Figura III.1: Esquema de la estructura cristalina de la celda ortorrómbica del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (referencia [1]).

Con estos objetivos de partida, la optimización del crecimiento de películas delgadas orientadas eje-c (001) (es decir, con el eje *c* perpendicular al plano del sustrato) ha ocupado los primeros esfuerzos de la comunidad científica [3-8]. La elección de esta orientación cristalina como punto de partida viene impuesta por la propia naturaleza, puesto que la dirección de crecimiento en la que el plano *ab* (y, por tanto, los planos de CuO_2) se ordena paralelamente al sustrato es la más favorable termodinámicamente pues se minimiza la energía de superficie [9,10]; ello hace posible la obtención de estas láminas eje-c incluso empleando sustratos cuyas redes cristalinas tienen un gran desajuste con la del superconductor [11-13]. Esto mismo sucede en la fabricación de monocristales de estos óxidos que, en forma de *platelet*, crecen en la dirección del eje *c* [14,15].

Estas películas orientadas eje-c se logran obtener con buenas propiedades cristalinas y, en consecuencia, de transporte [4,6,16-18], presentando no sólo temperaturas críticas similares a las que se obtenían con el material masivo cerámico, sino también altas corrientes

críticas ($J_c \sim 10^6$ A/cm² a $T=77$ K). A pesar de que estos valores son muy esperanzadores desde el punto de vista de las aplicaciones, la pequeña longitud coherente en la dirección c ($\xi_c \approx 3.8 \text{ \AA}$ [19]), es decir, en la dirección perpendicular al plano de la lámina, dificulta enormemente la fabricación de dispositivos electrónicos operativos basados en el efecto Josephson. Por otra parte, los estudios llevados a cabo en este tipo de películas eje- c contribuyen notablemente a entender el comportamiento de estos superconductores, pero, como comentamos anteriormente, de modo bastante parcial, pues sólo se obtiene información de las propiedades físicas en el plano ab (principalmente, de los planos de CuO_2). Por todo ello, es muy conveniente el crecimiento de películas delgadas con otros tipos de orientaciones que permitan, por una parte, explorar las propiedades físicas básicas que estos óxidos poseen en la dirección c , entre los planos de CuO_2 , y, al mismo tiempo, poder "aprovechar" la longitud coherente del plano ab ($\xi_{ab} \approx 13.3 \text{ \AA}$ [19]) con fines más tecnológicos. Así, se han obtenido, entre otras, películas orientadas (110) [5,20,21], (103) [20-23] y eje- a (100) [9,23,24], que son especialmente interesantes puesto que, en ellas, los planos de CuO_2 se encuentran perpendiculares al plano del sustrato.

Muchas han sido las técnicas de deposición empleadas para obtener láminas delgadas de estos materiales superconductores [25-27], pero la alta temperatura necesaria para que haya cristalización (cercana a la de fusión del material masivo) junto con la obligada presencia de oxígeno durante el proceso imponen serias restricciones tecnológicas. Si tenemos en cuenta que, durante la deposición, la temperatura del sustrato necesaria para que los átomos tengan la suficiente movilidad es $T_{\text{DEP}} \geq 600^\circ \text{C}$ [25], ello obliga, a la vista del diagrama de fases del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (determinado experimentalmente [28], figura III.2), a mantener una presión parcial de oxígeno $P(\text{O}_2) \geq 10^{-3}$ Torr. Por esta razón, la pulverización catódica (*sputtering*) [29] y la ablación laser [30], en las que se puede trabajar a presiones relativamente altas, han resultado ser las técnicas de crecimiento *in situ* más adecuadas. No obstante, cabe señalar que, en el caso de la pulverización catódica, la presión total de pulverización empleada habitualmente para la deposición de los óxidos superconductores es del orden de ~ 200 mTorr [6,8,9,17,29], es decir, es considerablemente mayor que la utilizada en la obtención de láminas delgadas de otros materiales (en donde, en general, no se superan los 10 mTorr [31-33]). Por otra parte, durante el proceso de deposición, el material generalmente crece deficiente en oxígeno y en la fase tetragonal (como se indica en la figura III.2), por lo que es necesario un recocido posterior a menor temperatura en atmósfera de oxígeno para obtener muestras de buenas propiedades superconductoras, que son las que se encuentran en fase ortorrómbica con contenido de oxígeno cercano a $y=7$.

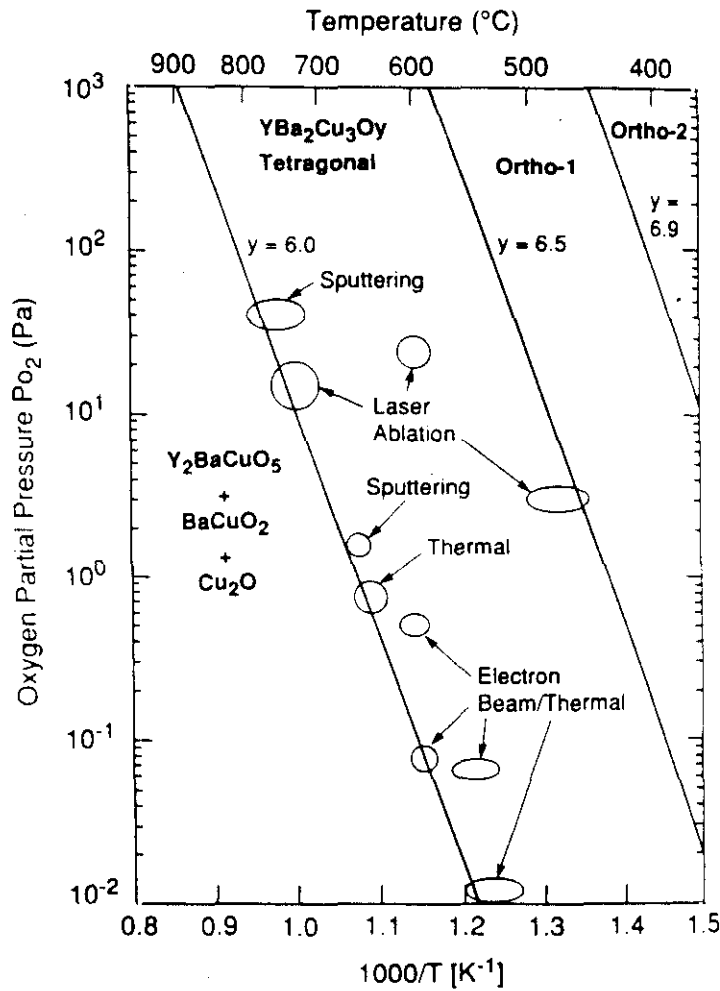


Figura III.2: Diagrama de fases $P(\text{O}_2) - T$ para $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$. Se indican las regiones óptimas de crecimiento *in-situ*. (Tomado de la referencia [28]).

Nuestro sistema de pulverización catódica tipo magnetrón (descrito en el capítulo anterior) permite, variando adecuadamente los parámetros de la deposición, el crecimiento tanto de películas con orientación eje-c, como orientadas eje-a [34,35]. En este capítulo, en primer lugar, describimos el proceso de obtención de las láminas eje-c que luego hemos empleado para el estudio de propiedades físicas; este proceso había sido optimizado y caracterizado previamente [36]. A continuación, se describe el crecimiento de películas eje-a y presentamos los resultados de la completa caracterización estructural que hemos realizado en estas muestras. Finalmente, se comparan algunas propiedades físicas de ambos tipos de muestras, poniéndose de relieve sus diferencias.

3.2 Películas con orientación eje-c.

Como anteriormente comentábamos, las condiciones de crecimiento de láminas delgadas de $\text{R}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\text{R}=\text{Y}$, tierra rara) con orientación eje-c han sido estudiadas por un gran número de grupos científicos, empleando para ello diversos sistemas de deposición de películas [25-27]. En realidad, son tantos los parámetros que hay que ajustar para obtener películas de buena calidad (cualquiera que sea la técnica), que cada equipo concreto de fabricación tiene sus condiciones óptimas particulares. En nuestro caso, se han encontrado estas condiciones adecuadas de deposición dejando fijos varios parámetros de la pulverización catódica, tales como la potencia aplicada al blanco, la presión total durante la deposición y la distancia blanco-sustrato; y, a su vez, variando otros como la temperatura del sustrato y la presión parcial de oxígeno. También se ha investigado el crecimiento sobre distintos tipos de sustrato (especialmente $\text{SrTiO}_3(100)$, $\text{MgO}(100)$ y $\text{LaAlO}_3(100)$) y, asimismo, hemos observado como cambian las condiciones necesarias al variar la tierra rara que forma parte del blanco, cuya estequiometría coincide con la óptima del superconductor.

A continuación pormenorizamos el método de crecimiento que empleamos para la obtención de películas eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$; este tipo de lámina es el que, en general, hemos empleado para estudiar las propiedades físicas de estos óxidos superconductores. Este hecho se basa en dos razones; por una parte, las películas crecidas sobre SrTiO_3 presentan mayores valores de corriente crítica debido a un bajo desajuste de redes ($\sim 1.2\%$) que favorece un crecimiento epitaxial. Por otro lado, el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tiene una gran versatilidad, como más tarde veremos, de cara a obtener láminas delgadas con distintas orientaciones cristalinas (eje-a en particular). No obstante, hay que resaltar que el método para obtener buenas películas eje-c con distinta tierra rara y/u otro de los sustratos anteriormente mencionados es, básicamente, el mismo; las diferencias fundamentales se encuentran en los valores de la temperatura de deposición.

El proceso comienza con la preparación del sustrato que, en primer lugar, es limpiado en un equipo de ultrasonidos con disolventes orgánicos: sucesivamente, tricloroetileno, acetona y metanol (10' cada uno). A continuación, se monta en el portasustratos del sistema que además hace las veces de calefactor y, después, se introduce en la campana a través de la cámara de carga y se espera hasta tener una presión residual de $2 \cdot 10^{-7}$ Torr. Se estrangula la bomba turbomolecular y se introducen los gases Ar y O_2 en la campana hasta un total de 300 mTorr (85 % Ar, 15 % O_2); la presencia del oxígeno no sólo es necesaria para sintetizar la estructura cristalina 1:2:3 del superconductor como se deducía anteriormente del diagrama de fases, sino que evita también la desoxigenación del blanco durante la pulverización y, por

tanto, que se vuelva aislante. Seguidamente, se eleva la temperatura del sustrato hasta $T_{DEP} \approx 800^{\circ}\text{C}$ donde se lleva a cabo la deposición; esta temperatura es real, que no coincide con la nominal del termopar del portasustratos, por lo que ha sido necesaria una calibración previa mediante un pirómetro (la diferencia entre ambas temperaturas oscila entre $60\text{-}100^{\circ}\text{C}$, dependiendo del rango en que nos encontremos). El proceso de deposición se lleva a cabo en las siguientes condiciones:

- Potencia de aplicada al blanco: 25 W, con diferencia de potencial $\sim 120\text{V}$ y corriente $\sim 240\text{ mA}$.
- Distancia vertical sustrato-blanco: $\approx 30\text{ mm}$.
- Distancia horizontal sustrato-centro del blanco: $\approx 25\text{ mm}$.

Puesto que la presencia de oxígeno en la pulverización puede provocar el problema de la "retropulverización" [37], para evitarlo empleamos la técnica llamada NACHOS [38] (*Not Aligned, CHopped power, OScillatory technique*), que consiste en alternar la de "0° y fuera del eje" a ambos lados del blanco (figura III.3), con lo que, además, se consigue una gran homogeneidad en el espesor. Para ello empleamos el motor paso a paso que gobierna

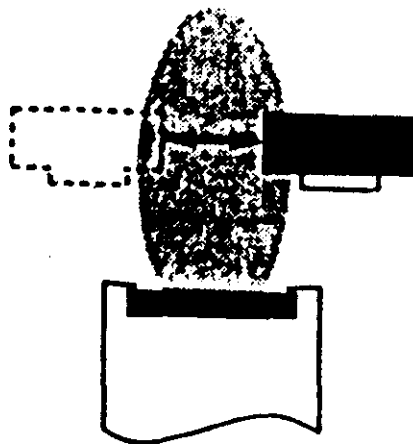


Figura III.3: Geometría NACHOS para deposición. Se indican las posiciones relativas entre el blanco y el sustrato. (Referencia [38]).

la posición del portasustratos; en general, el tiempo (controlado por ordenador) que el sustrato está en cada lado es del orden de algunos minutos, mientras que tarda sólo ~ 1 s en cambiarse de posición. Con estas condiciones, el ritmo de crecimiento es 1000-1200 Å/h, es decir, relativamente lento.

Una vez acabada la deposición, comienza el proceso de recocido en atmósfera de oxígeno que, como anteriormente comentamos, es necesario para que la película tenga un contenido de oxígeno óptimo. En primer lugar, se introducen en la campana 100 Torr de O_2 a la vez que se disminuye la temperatura ($25^\circ\text{C}/\text{min}$). En 450°C se sube la presión de O_2 en el sistema hasta 500 Torr, condiciones en las que la muestra permanece durante una hora. Luego, se reduce la temperatura con un gradiente de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta llegar a 250°C ; aquí, se apaga el calefactor, se saca la muestra y se hace vacío en la campana, con lo que finaliza la fabricación de la lámina delgada.

La estructura cristalina de las películas crecidas de este modo es la adecuada, como muestran los estudios realizados mediante difracción de rayos-X (gráfica III.4). Como vemos, en el difractograma $\theta/2\theta$ sólo aparecen, además de las correspondientes al sustrato de $\text{SrTiO}_3(100)$, las reflexiones $(00l)$ del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$; ello confirma que la película delgada tiene orientación eje-c pura. Por otra parte, la curva *rocking* (balanceamiento) en torno a la reflexión (005) muestra picos estrechos, con anchura a media altura $\text{FWHM} \approx 0.3^\circ$, lo que es indicación de lámina altamente texturada. Asimismo, como se aprecia en la figura III.5, estas películas presentan transiciones superconductoras estrechas ($\Delta T \sim 2$ K) y con temperaturas críticas cercanas a las del material masivo, $T_c(R=0) \sim 86\text{-}89$ K. La resistividad en el estado normal es $\rho(300\text{K}) \sim 350\text{-}400 \mu\Omega\text{cm}$, tiene comportamiento metálico ($\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \sim 2.5$) y, como habitualmente se encuentra en la literatura, varía linealmente con la temperatura.

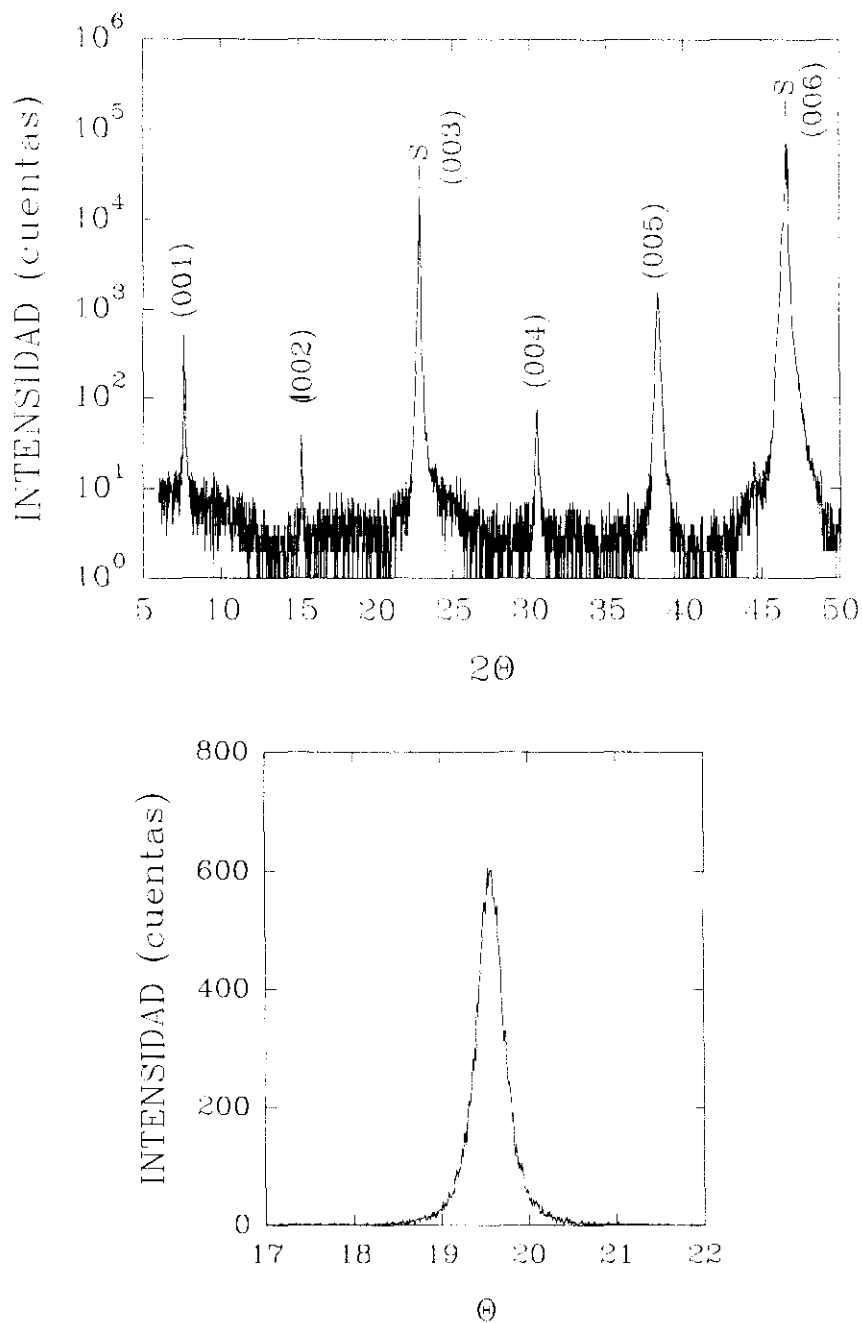


Figura III.4: Difractograma θ - 2θ de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ orientada eje-c, representado en escala logarítmica (arriba). Se indican las reflexiones $(00l)$ de esta orientación y las que corresponden al sustrato. Debajo se representa la curva *rocking* en torno a la reflexión (005) de la película, que tiene una anchura a media altura $\text{FWHM}=0.3^\circ$.

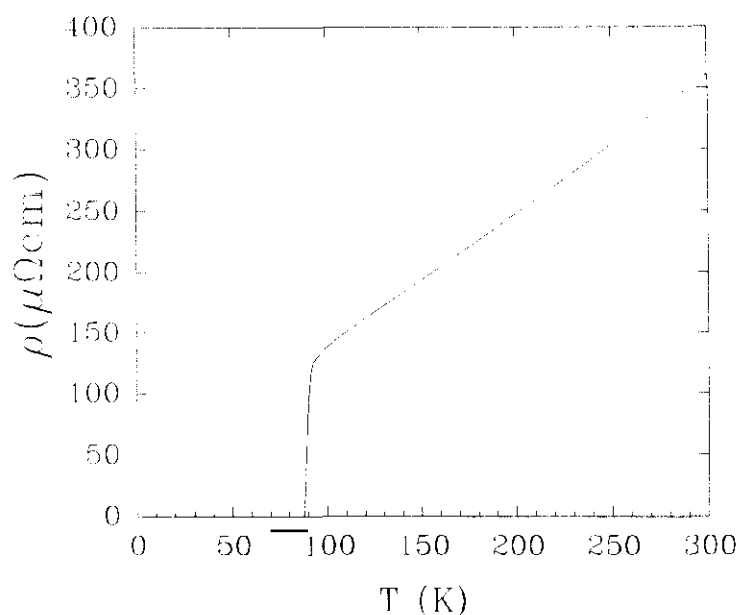


Figura III.5: Resistividad eléctrica en una película delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ eje-c, con temperatura crítica $T_c=88$ K.

3.3 Películas delgadas orientadas eje-a.

3.3.1 Método de crecimiento.

El crecimiento de estos materiales con el eje **a** perpendicular al plano del sustrato se produce al reducir la movilidad de los átomos en la superficie del sustrato [9], ya que ello dificulta la minimización de la energía de superficie que supone el crecimiento con orientación eje-c [9,10]. Esa disminución en la movilidad se puede lograr reduciendo la temperatura de deposición, de manera que la orientación eje-a se obtiene depositando a temperaturas menores (en unos 100°C) que las correspondientes al crecimiento de películas eje-c [9,36]; ello sucede si, al mismo tiempo y conforme a un crecimiento con orientación eje-a, existe un ajuste adecuado entre la red cristalina del sustrato y los parámetros de red b y c de la celda unidad del superconductor [39,40]. No obstante, al producirse este crecimiento a menores temperaturas, se provocan desordenes estructurales en la subred de oxígeno [41,42], que influyen negativamente en las propiedades de transporte. Por esta razón, es conveniente emplear una técnica que consiste en dos temperaturas (pasos) de

deposición [43]; en el primer paso, se realiza la deposición a la temperatura óptima para la nucleación de la orientación eje-a; en el segundo, que supone la mayor parte del proceso, se lleva a cabo el crecimiento a una temperatura más alta. Este método permite que la capa depositada en el segundo paso crezca, gracias a la existencia del primero, con la orientación eje-a en una temperatura a la que habitualmente aparecen otras orientaciones (eje-c); temperatura de deposición que, por ser más alta, mejora las propiedades de transporte de este tipo de láminas al disminuir los desordenes estructurales anteriormente citados. No obstante, a la hora de seleccionar la temperatura del segundo paso, hay que tener en cuenta que una temperatura excesivamente elevada puede provocar un deterioro en el crecimiento y la aparición de la orientación eje-c no deseada [44].

En el caso concreto de las películas eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$, que es el sistema en el que nosotros hemos encontrado el crecimiento con esta orientación más optimizado, el proceso completo que hemos empleado en la fabricación de una lámina es el representado en la figura III.6. El primer paso se lleva a cabo a $T_{\text{DEP1}} \approx 650^\circ\text{C}$, donde se crece un 10% del espesor total de la película; luego, sin detener la deposición, se sube

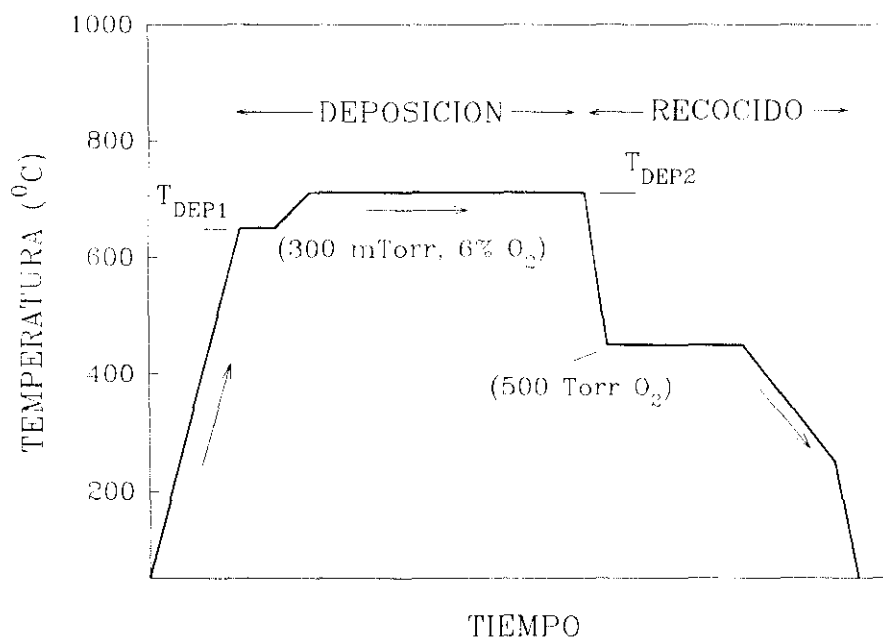


Figura III.6: Diagrama temperatura-tiempo correspondiente al crecimiento de películas eje-a mediante el método de los dos pasos.

gradualmente la temperatura hasta $T_{\text{DEP2}} \approx 710^\circ\text{C}$ en lo que supone otro 10% del total; a esta segunda temperatura se realiza el 80% restante del crecimiento. Hay que señalar que, salvo la presión parcial de oxígeno que la reducimos a un 6% de la total (que es 300 mTorr) por razones que analizaremos más adelante, el resto de parámetros de la deposición no varía respecto a los comentados para la obtención de películas eje-c. Asimismo, una vez acabada la deposición, se somete a la muestra al mismo tratamiento en atmósfera de oxígeno que el descrito anteriormente, con el fin de completar su oxigenación.

Nuestros resultados indican que el compuesto $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ resulta ser más adecuado que el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y que otros superconductores de la familia 1:2:3 para la fabricación de películas delgadas con orientación eje-a sobre SrTiO_3 . La figura III.7, en la que se representan los parámetros de red de la celda unidad de todos los miembros de esta familia [45], parece ser bastante clarificadora de cara a encontrar un posible origen estructural de este hecho. Como vemos, el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tiene unos parámetros de red $b=3.901\text{\AA}$ y $c/3=3.901\text{\AA}$ [46] que son muy similares al del sustrato cúbico de SrTiO_3 ($a=3.905\text{\AA}$) [47], lo que favorece un buen acoplamiento epitáxico entre ambos tipos de celda en el crecimiento eje-a. Este ajuste no parece ser, a la vista de esta gráfica, tan bueno al cambiar el Eu por cualquiera de los otros átomos, incluido el Y. Así, el rango de temperaturas en las que el

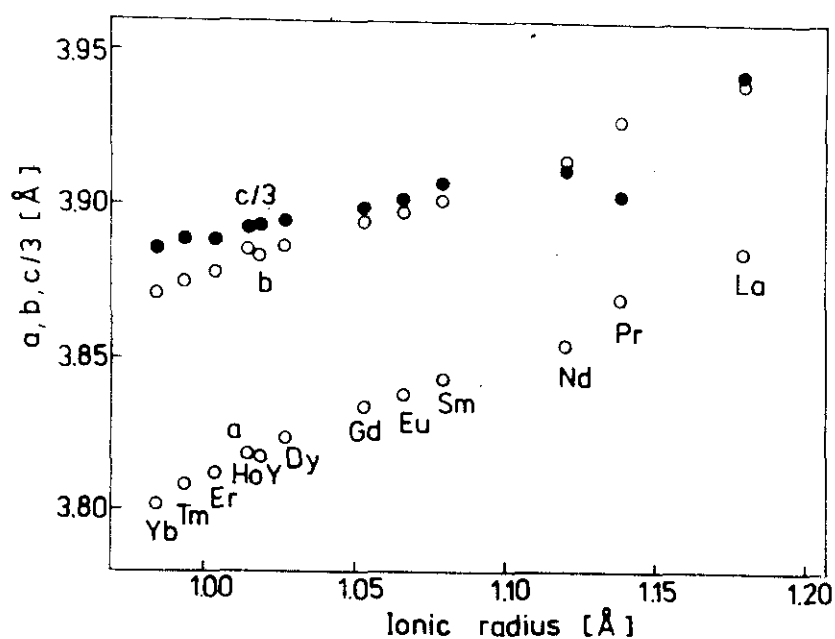


Figura III.7: Dependencia de los parámetros de red del sistema $\text{RBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en función del radio iónico del elemento R. (Tomado de la referencia [45]).

$\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ crece eje-a es mayor y más alto que en el caso del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (donde la temperatura más óptima de nucleación eje-a es $T_{\text{DEP}} \approx 590^\circ\text{C}$ [10,24,39,48]), con lo que se pueden obtener muestras con mejores propiedades estructurales y de transporte. Por esta razón, algunos autores [43] han utilizado $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en lugar de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en el primer paso de la deposición de las películas eje-a, pues en este otro óxido el parámetro $c/3=3.903\text{\AA}$ también tiene un buen ajuste con el sustrato (figura III.7) y crece con esta orientación a mayor temperatura.

Por otra parte, se ha sugerido [7] que otro de los factores que influye en la nucleación de crecimiento eje-a es el intercambio de las posiciones del Ba y del Y (o tierra rara) en los primeros estadios del crecimiento. Ello dificultaría la aparición de la orientación eje-c, puesto que en ella se han de superponer alternativamente los planos de Y (o tierra rara) y de Ba de la estructura del superconductor (gráfica III.1); a su vez favorece la orientación tipo eje-a en la que todos los cationes están expuestos a la superficie [10]. Este factor se puede hacer más significativo en el caso de tener Eu como catión en lugar de Y, porque su radio iónico es más parecido al del Ba [49], lo que posibilita un mayor intercambio (los valores de los radios iónicos efectivos son 1.42\AA (Ba), 1.07\AA (Eu) y 1.015\AA (Y) [49]). De esta manera, es necesaria una más alta temperatura para nuclear (ordenar) el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientado eje-c, lo que permite crecerlo con orientación eje-a pura en un rango mayor de temperaturas que el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En definitiva, parece que hay argumentos sólidos que corroboran nuestra observación de que el crecimiento de películas delgadas eje-a se puede optimizar más con $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ que con $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (al menos sobre el sustrato habitual de SrTiO_3).

Estas películas delgadas con orientación eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ son altamente texturadas, como se deduce de los difractogramas de rayos-X (figura III.8). Como vemos, en el barrido $\theta/2\theta$ (representado en escala logarítmica) sólo aparecen las reflexiones deseadas ($h00$), no encontrándose presentes contribuciones de orientación eje-c ($00l$) ni de impurezas. Además, la curva *rocking* en torno a la reflexión (200) nos indica también buenas propiedades cristalinas, pues se obtienen picos muy estrechos con anchura a media altura $\text{FWHM} \approx 0.1^\circ\text{-}0.2^\circ$. Evidentemente, estas buenas propiedades estructurales tienen su reflejo en las superconductoras; las curvas de resistividad en función de la temperatura (figura III.9) muestran temperaturas críticas altas $T_c(R=0) \sim 82\text{-}88\text{ K}$ y transiciones bastante estrechas ($\Delta T(90\% \text{-} 10\%) \sim 3\text{-}4\text{ K}$). En el estado normal, la resistividad es mayor que la de las películas orientadas eje-c $\rho(300\text{K}) \sim 900\text{-}1100\ \mu\Omega\text{cm}$, tiene un comportamiento metálico con $\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \sim 1.3\text{-}1.6$, y su dependencia con la temperatura no es lineal. Este comportamiento de $\rho(T)$ está relacionado, como veremos más tarde, con la peculiar

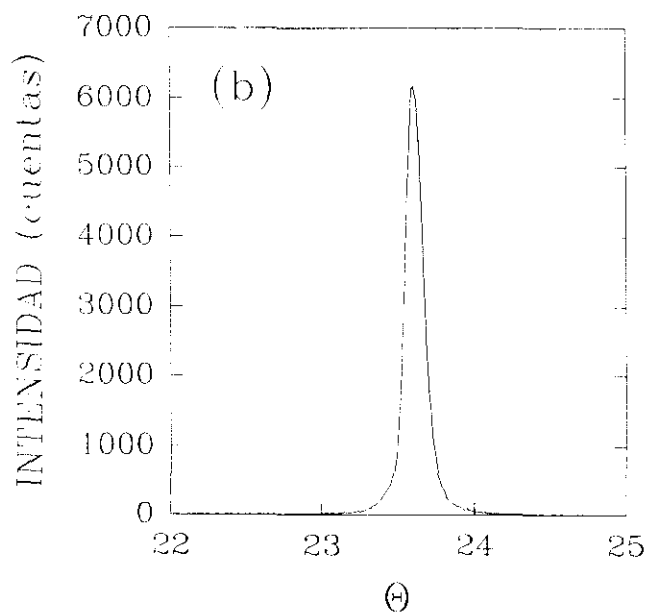
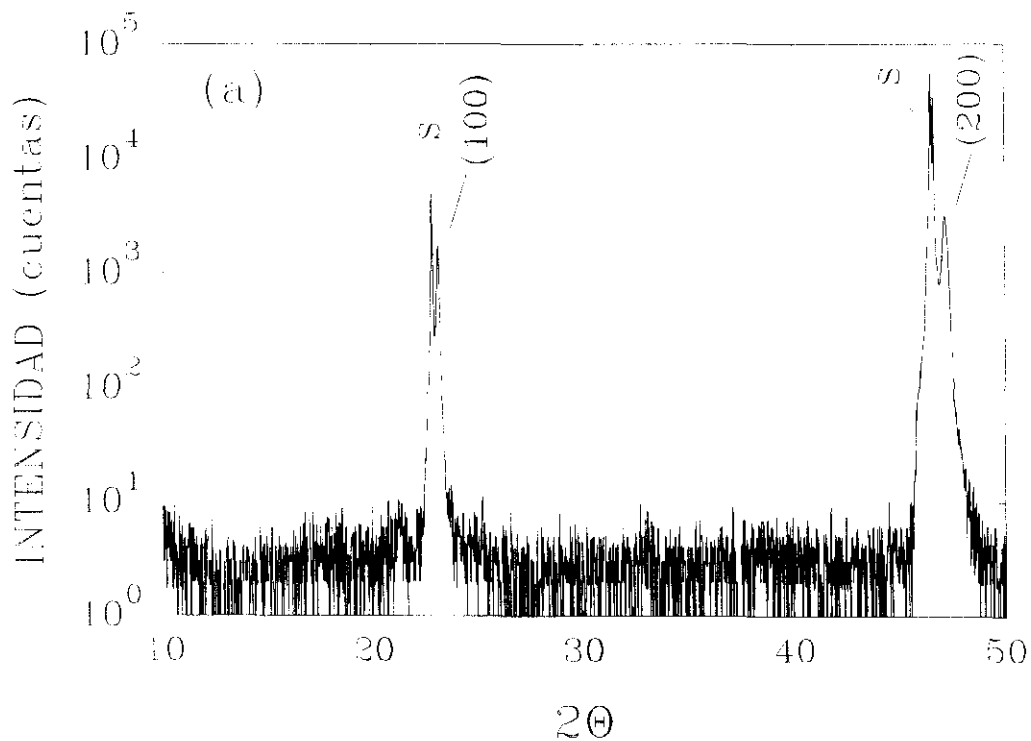


Figura III.8: (a) Difractograma θ - 2θ de rayos-X de una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ con orientación eje-a pura. (b) Curva *rocking* de la reflexión (200) de la película, con $\text{FWHM}=0.1^\circ$.

microestructura con la que crecen estas películas. En comparación con otros autores [5,9,24,43,50], los resultados que hemos obtenido son francamente aceptables: por una parte, existen resultados publicados en este tipo de muestras donde la resistividad muestra un comportamiento no metálico y con transiciones superconductoras en el rango 50-70 K [5,50]. Por otro lado, en los trabajos en los que aparecen las muestras con mejores propiedades, las temperaturas críticas son $T_c(R=0) \sim 80-85$ K [9,24,43], y la resistividad tiene un comportamiento metálico con $\rho(300K)/\rho(100K) \sim 1.2$ [9].

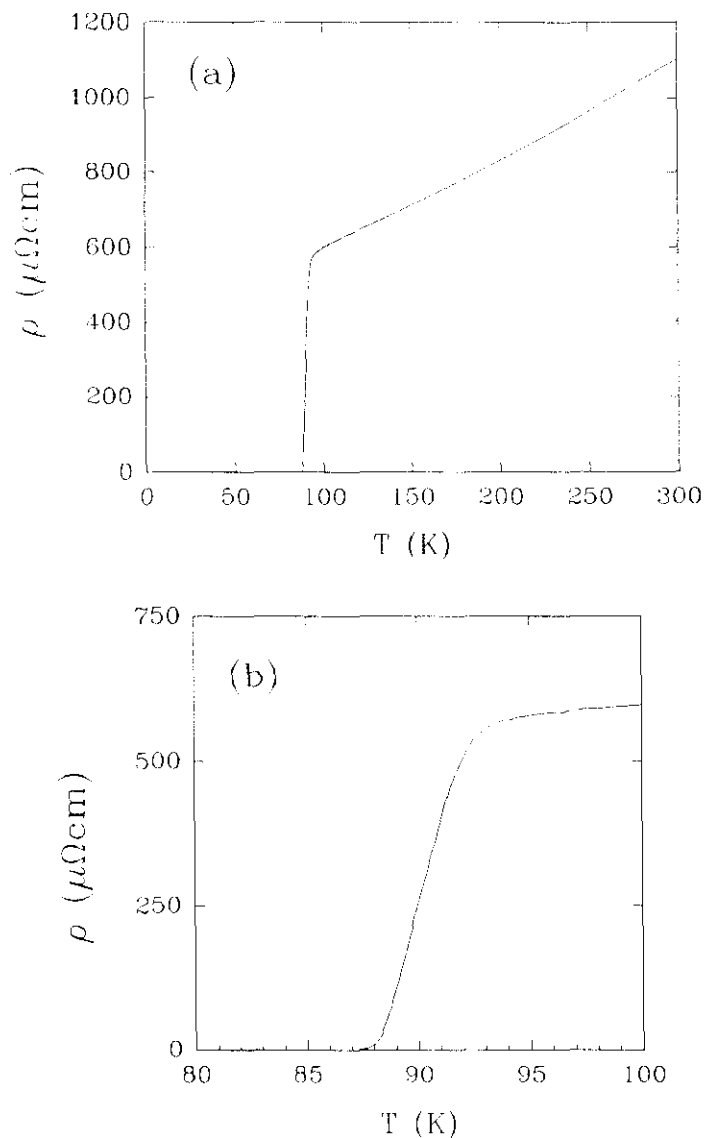


Figura III.9: (a) Resistividad en función de la temperatura de una película orientada eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$. (b) Detalle de la transición, con $T_c=87.5$ K.

También se han obtenido buenas películas eje-a empleando sustratos de $\text{LaAlO}_3(100)$, a pesar de que el ajuste entre las redes no es tan bueno (el parámetro de red del LaAlO_3 es $a=3.793\text{\AA}$ [25], y los del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ son $b=3.901\text{\AA}$ y $c/3=3.901\text{\AA}$) y de que este sustrato sufre transiciones estructurales con aparición de maclas [28]; ello hace que la temperatura óptima de deposición, que es el único parámetro que cambia en el crecimiento, sea $10\text{-}20^\circ\text{C}$ menor que en el caso del SrTiO_3 . La difracción de rayos-X (figura III.10) nos muestra que, efectivamente, estas películas tienen orientación eje-a pura, si bien la curva *rocking* en torno al pico (200) se ha ensanchado ligeramente ($\text{FWHM} \sim 0.2^\circ$). En la gráfica III.11 aparece el comportamiento típico de la resistividad en función de la temperatura en una de estas láminas delgadas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{LaAlO}_3(100)$ eje-a; como vemos, aunque hay pequeñas variaciones, es similar al que se obtiene empleando SrTiO_3 , disminuyendo levemente la temperatura crítica $T_c(R=0) \sim 80\text{-}85\text{ K}$.

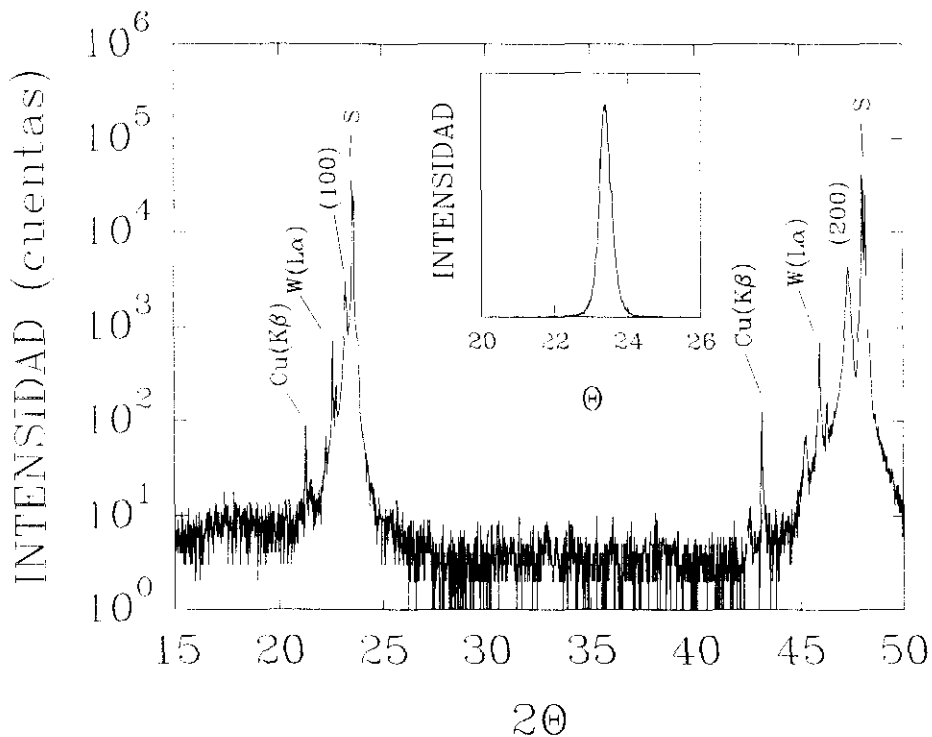


Figura III.10: Difractograma de rayos-X de una película delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a, crecida sobre un sustrato de $\text{LaAlO}_3(100)$; hay reflexiones extras debido a las radiaciones $\text{Cu}(K_\beta)$ y $\text{W}(L_\alpha)$ no completamente atenuadas. En el recuadro se representa la curva *rocking* en torno a la reflexión (200), con $\text{FWHM}=0.2^\circ$.

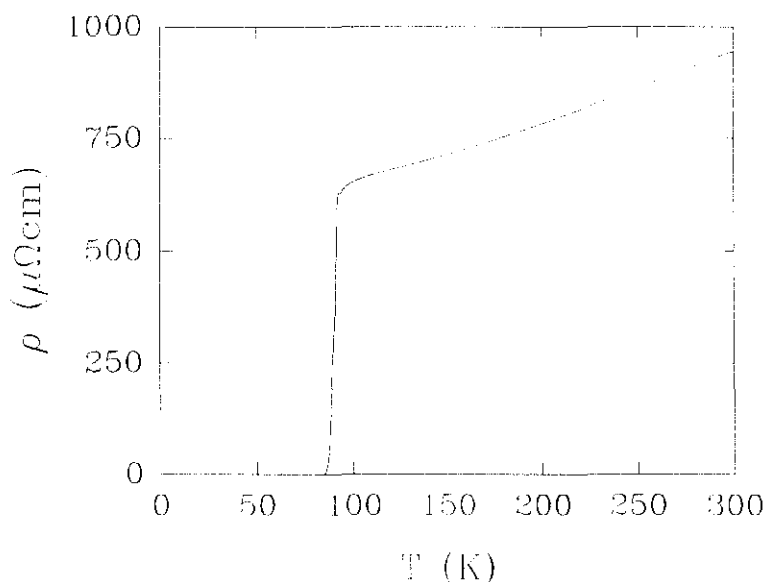


Figura III.11: Resistividad en función de la temperatura de una película eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{LaAlO}_3(100)$ con una temperatura crítica $T_c=84$ K.

3.3.2 El papel del oxígeno en el crecimiento de las películas eje-a.

Merece la pena detenerse a comentar la importancia del valor de la presión de oxígeno en el proceso de obtención de este tipo de películas delgadas. Como anteriormente mencionábamos, las películas orientadas eje-a con mejores propiedades que hemos obtenido han sido las depositadas con una presión parcial de oxígeno $P(\text{O}_2)$ de tan sólo el 6% de los 300 mTorr (es decir, unos 15 mTorr). Esto hecho puede deberse a la acción de varios factores coincidentes; en primer lugar, cabe pensar que al disminuir la presencia de oxígeno las especies metálicas son más móviles [26,28], con lo que se podrán ordenar mejor. No obstante, esta baja presión puede tener, en principio, consecuencias negativas en el crecimiento. Por una parte, podríamos estar depositando en una región del diagrama de fases del $\text{R}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ($\text{R}=\text{Y}$ o tierra rara) que se encontrase por debajo de la línea de estabilidad $y=6.0$ (figura III.2), con lo que no se podría obtener este material. Sin embargo, la línea de estabilidad del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se traslada, con respecto a la del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, hacia presiones parciales de oxígeno menores [49], lo que se refleja en que sus propiedades varían muy suavemente en un amplio rango de $P(\text{O}_2)$. Ello implica, para nuestro caso, que emplear Eu en lugar de Y supone una nueva ventaja, ya que resulta factible disminuir la presión parcial

de oxígeno sin cruzar dicha línea de estabilidad. Por otra parte, este bajo valor de $P(O_2)$ podría provocar el crecimiento de láminas que fuesen deficientes en oxígeno. Pero ello tampoco sucede; se ha determinado, tanto en cristales [51] como en películas con distintas orientaciones [52,53], que el coeficiente de difusión de oxígeno en las direcciones paralelas (**a** y **b**) a los planos de CuO_2 es mucho mayor que en la dirección **c** perpendicular a ellos, con lo que podemos pensar que estas películas eje-a "toman" el contenido de oxígeno adecuado durante el crecimiento a pesar de la baja presión. En definitiva, se "aprovecha" la ventaja y se impiden los inconvenientes.

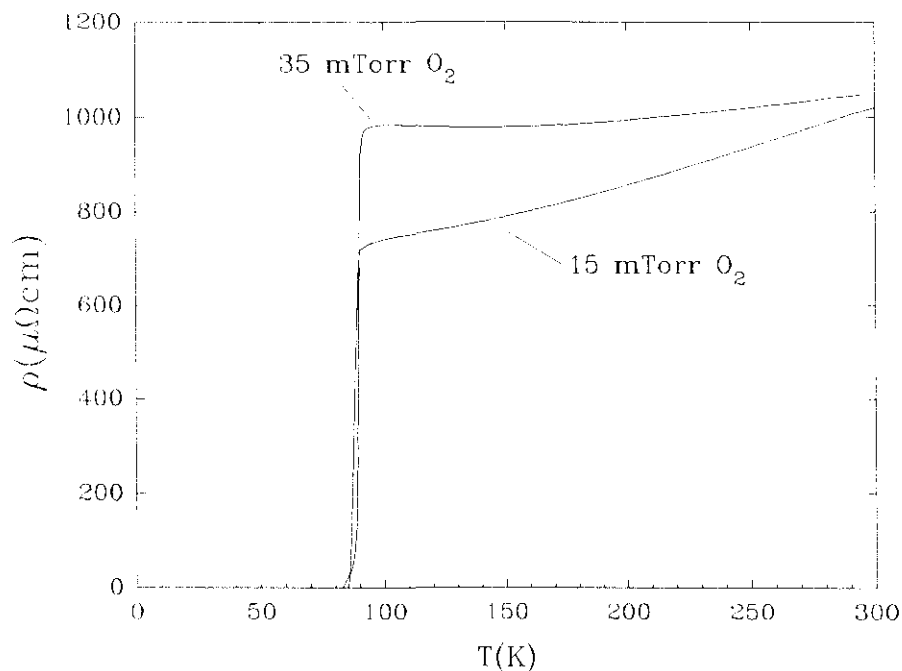


Figura III.12: Curvas $\rho(T)$ de dos películas orientadas eje-a de $EuBa_2Cu_3O_7/SrTiO_3$ depositadas con diferentes presiones parciales de oxígeno.

En la figura III.12 se comparan las resistividades de dos películas delgadas eje-a crecidas con presiones parciales de oxígeno distintas. Como vemos, la lámina depositada con $P(O_2)=35$ mTorr tiene comportamiento no metálico y la resistividad mayor que la crecida con sólo 15 mTorr (6% de la presión total), a pesar de que tienen una temperatura crítica similar. También las curvas *rocking* muestran diferencias significativas (gráfica III.13); la anchura a media altura disminuye a medida que se decrece el valor de $P(O_2)$, lo que indica,

por tanto, un crecimiento más cristalino y ordenado. Hay que señalar que las películas crecidas a mayor presión parcial de oxígeno tienen, además, una cierta tendencia a degradarse con el tiempo, algo que no ocurre con las depositadas con el 6% de O_2 . Asimismo, hay efectos sobre la rugosidad de las láminas como comentaremos más adelante.

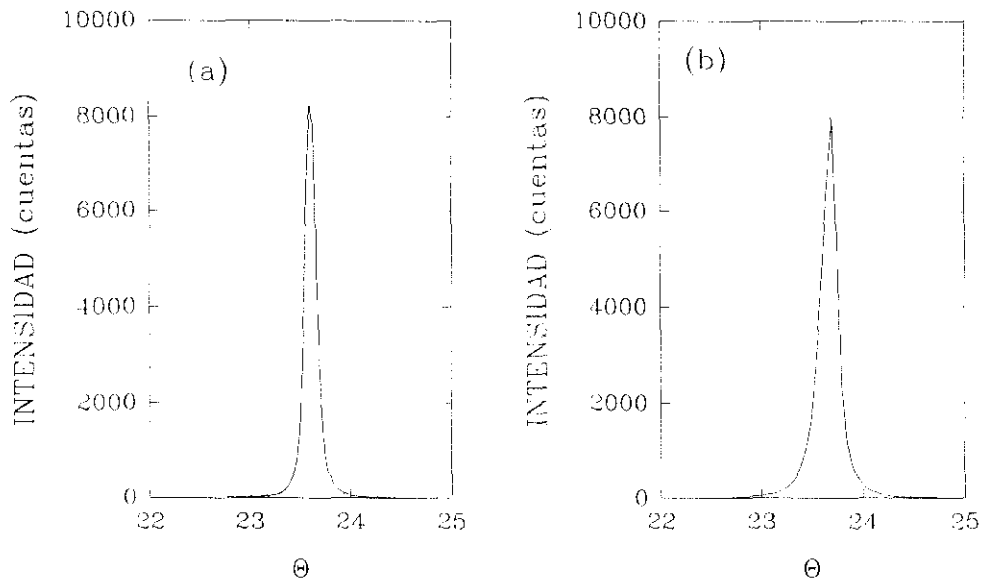


Figura III.13: Curvas *rocking* de láminas eje-a de $EuBa_2Cu_3O_7/SrTiO_3$ depositadas con distintas presiones parciales de oxígeno. (a) $P(O_2) = 15$ mTorr, con $FWHM = 0.1^\circ$. (b) $P(O_2) = 50$ mTorr, con $FWHM = 0.2^\circ$.

El hecho de que no se necesiten altas presiones de O_2 para obtener estas películas orientadas eje-a con un contenido de oxígeno óptimo (al contrario de lo que sucede con láminas eje-c), hecho que parece estar basado en la alta difusión del oxígeno en las direcciones paralelas a los planos de CuO_2 [51-53], parece confirmarse cuando se llevan a cabo grandes variaciones en el proceso de recocido en atmósfera de oxígeno posterior a la deposición. Si, inmediatamente acabada esta, introducimos en la campana solo 5 Torr de O_2 y apagamos el calefactor totalmente para que la temperatura descienda lo más rápidamente posible, la película eje-a así fabricada no presenta una transición superconductora muy distinta de la que se obtiene con el tratamiento más adecuado (figura III.14).

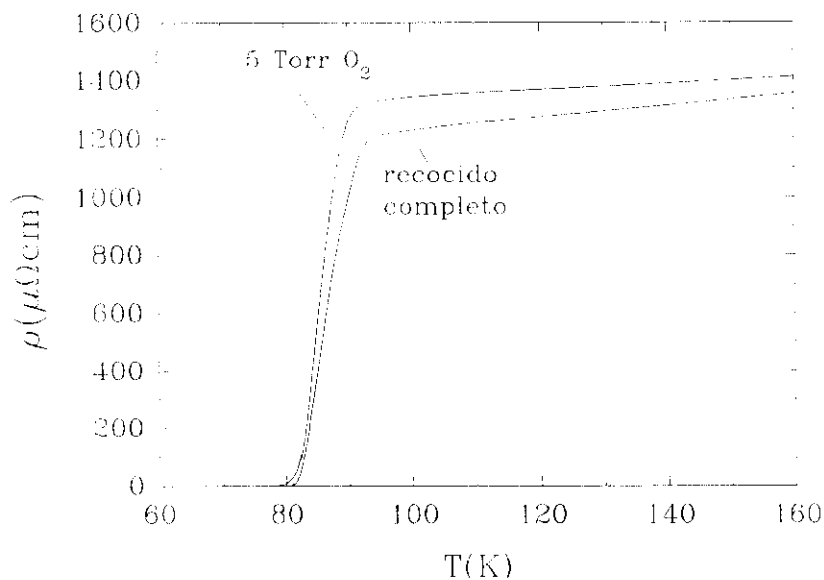


Figura III.14: Comparación de las curvas $\rho(T)$ de dos películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ orientadas eje-a con distintos tratamientos en atmósfera de oxígeno posteriores a la deposición. Una de las cuales con recocido completo y la otra con 5 Torr y disminución rápida de la temperatura.

3.3.3 La microestructura.

Para entender el comportamiento de las propiedades de estas películas orientadas eje-a es interesante y necesario tener conocimiento de la microestructura peculiar con la que crecen. En la figura III.15 aparece una imagen de microscopía electrónica de transmisión (TEM) en visión planar de una de nuestras láminas eje-a realizada en un microscopio JEOL 4000 FX a 400 kV. Como vemos, su estructura está formada por microdominios más o menos irregulares con un tamaño entre 100-500 Å, y que están separados por fronteras de 90° (es decir, la posición de la celda rota un ángulo de 90° en el plano); en esta imagen la distancia entre franjas claras corresponde al espaciado de la celda unidad $c=11.7$ Å. Este tipo de crecimiento se produce como consecuencia de que el eje c del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se puede alinear tanto en la dirección [100] como en la [010] del sustrato cúbico de $\text{SrTiO}_3(100)$. De esta manera, los planos de CuO_2 , a los que está asociada la superconductividad en estos óxidos, se encuentran en posición perpendicular en dominios vecinos (como se esquematiza en la gráfica III.16).

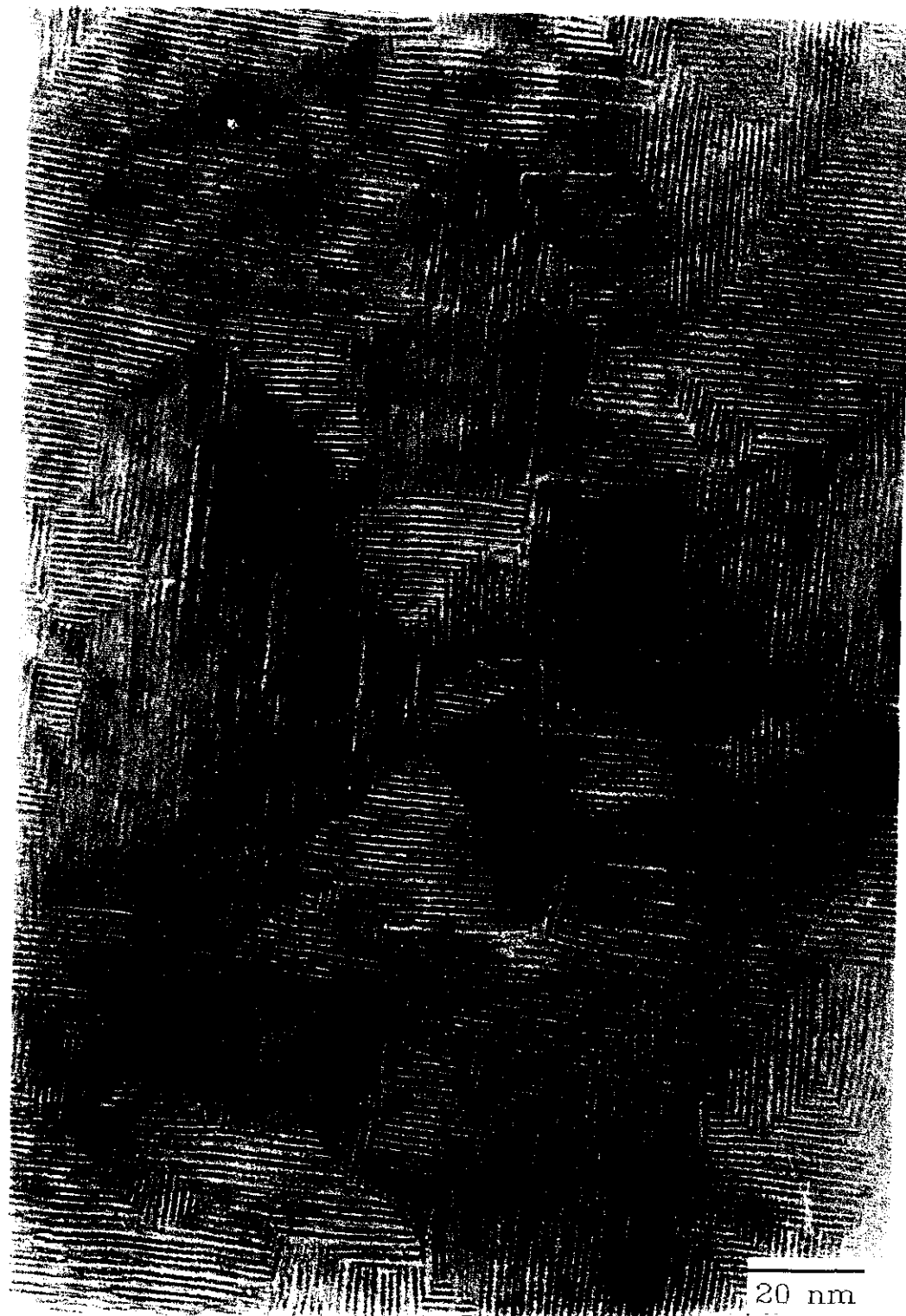


Figura III.15: Imagen de microscopía electrónica de transmisión en visión planar de una película delgada de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con orientación eje-a, que muestra una estructura de dominios separados por fronteras de 90° (realizada en un microscopio JEOL 4000 FX a 400kV).

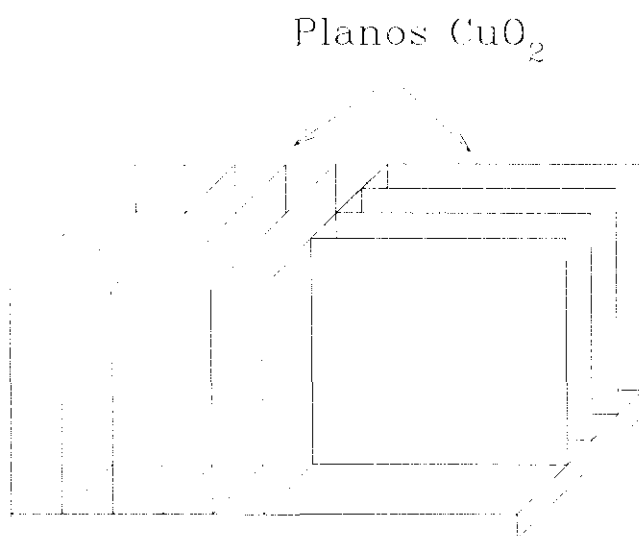


Figura III.16: Esquema de la disposición geométrica de los planos de CuO_2 en las películas eje-a crecidas sobre un sustrato cúbico.

Esta estructura de dominios queda reflejada también mediante la difracción de electrones (figura III.17) y la difracción de rayos-X en el plano (figura III.18), indicando que está presente a lo largo y ancho de toda la película. En la primera aparecen las reflexiones correspondientes al espaciado del eje c en las dos direcciones perpendiculares, que dividen en tres tramos iguales la distancia entre las reflexiones que corresponden tanto al eje b como al sustrato (como ha de ocurrir en el espacio recíproco para la distancia triple $c \approx 3b$ en el espacio real). En la segunda, en la que se busca la reflexión producida por los planos (102) del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, haciendo un diagrama polar, solo se detecta en cuatro ángulos cada 90° , tal y como ha de ser con esta disposición de los microdominios. Se emplea esta reflexión (102) porque se trata de una familia de planos que no son paralelos al plano de la lámina, y que permiten distinguir entre la dirección c y la b dada su relación de índices.

Las fronteras de 90° que aparecen en estas películas son, principalmente, de dos tipos [22,23]; simétricas (gráfica III.19(a)), en las que cada dominio tiene un plano (103) como frontera, y de plano basal (figura III.19(b)), en donde un dominio tiene como frontera un plano (010) mientras que para su vecino es (001). En el primer caso, los planos de CuO_2 de

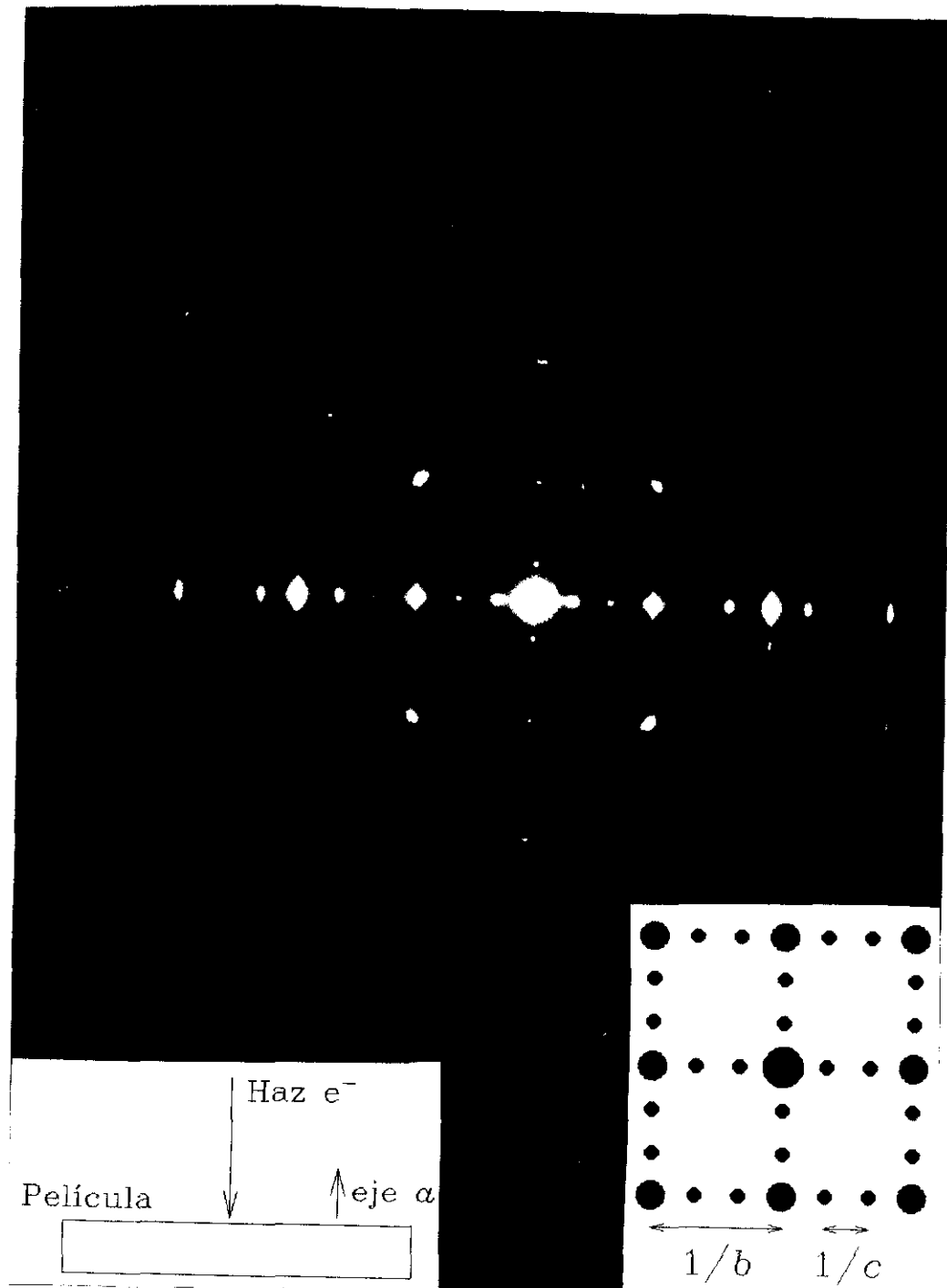


Figura III.17: Diagrama de difracción de electrones de una película con orientación eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ en el que aparecen las reflexiones correspondientes al espaciado del eje c y del eje b (tomado en un equipo JEOL 4000 FX a 400 kV). En el recuadro inferior izquierdo se esquematiza la geometría de medida; en el recuadro de la derecha se indica la correspondencia entre los espaciados del diagrama y los parámetros de red b y c .

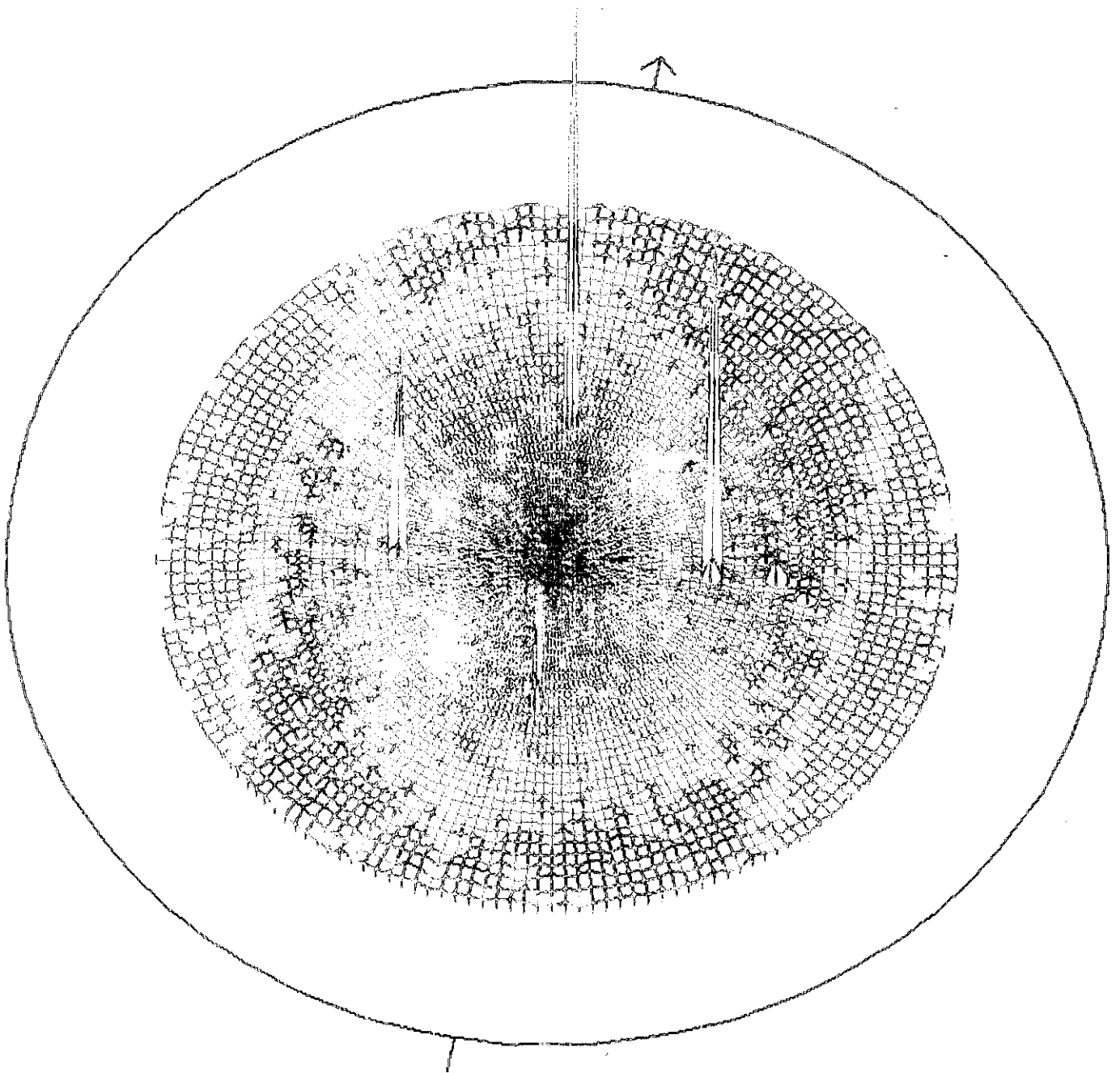


Figura III.18: Diagrama polar de rayos-X de la reflexión (102) del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en una película orientada eje-a y crecida sobre $\text{SrTiO}_3(100)$. Está realizado en un difractor Siemens D-5000.

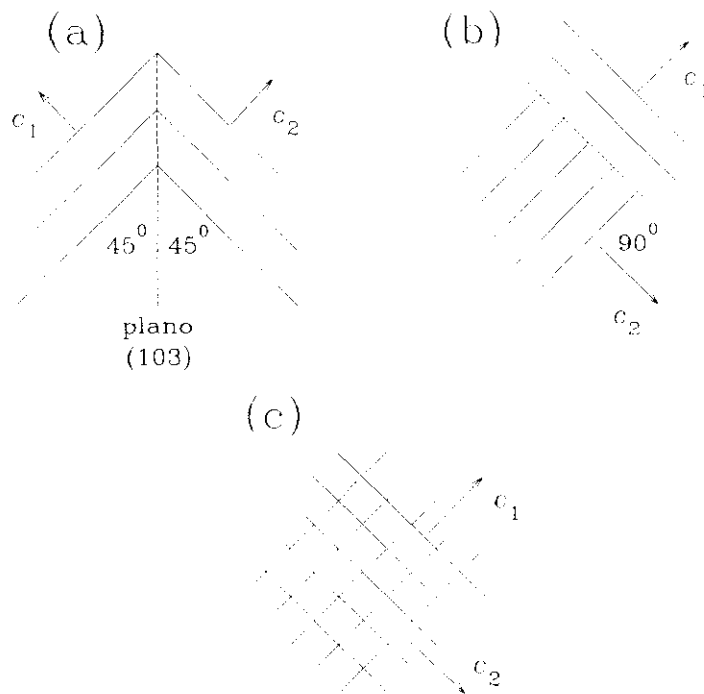


Figura III.19: Representación esquemática idealizada de los tipos de fronteras de 90° que aparecen en las películas eje-a. Las líneas equivalen a planos eje c separados una celda unidad. La línea discontinua representa el plano de la frontera. (a) Simétrica. (b) De plano basal. (c) De rotación. Se indican también las direcciones del eje c en cada uno de los dominios adyacentes, así como el ángulo que forman los planos de CuO_2 con la frontera.

cada microdominio forman 45° con la frontera (de ahí su nombre). En el segundo, a un lado son paralelos a la frontera y, en el otro, perpendiculares. En realidad, cuando se observan en mayor detalle (figura III.20), es muy poco corriente encontrar una frontera que sea puramente de un solo tipo, sino que suelen ser una combinación en la que, cada pocas celdas, se van alternando, están nanofaceteadas [23,54]. En algunas pequeñas regiones (aproximadamente con un par de celdas unidad de tamaño) se observa un tercer tipo de frontera (gráfica III.19(c)), que reciben el calificativo de fronteras de rotación [22,23]. Se forman por la superposición de celdas rotadas los 90° , de manera que suponen un plano (100) para los dos dominios que separan.

A la vista de esta estructura cristalina, podemos entender un poco mejor tanto los valores como la dependencia de la resistividad de estas láminas eje-a en estado normal. Por una parte, cabe pensar que, dado que la corriente ha de ir mayoritariamente paralela a los



Figura III.20: Imagen de TEM en la que se aprecian en detalle los distintos tipos de fronteras de 90° que existen en las películas con orientación eje-a.

planos de CuO_2 por su más alta conductividad, tendrá un camino zigzagueante a lo largo de la muestra, buscando estos planos en cada dominio. Ello supone un factor geométrico añadido a la resistividad, de forma que su pendiente ($\delta\rho/\delta T$) es mayor que la que se encuentra en películas orientadas eje-c, tal y como reflejaba la figura III.9. Por otra parte, estas fronteras de 90° que la corriente tiene que atravesar, en las que los planos de CuO_2 están conectados perpendicularmente (por tanto, fronteras de ángulo alto), suponen centros de dispersión para los portadores, de manera que la resistividad residual se incrementa. No obstante, algunos autores [54-56] han señalado que las fronteras de 90° (las simétricas y las de rotación especialmente) son un caso particular de las de ángulo alto y que, en ellas, los planos de CuO_2 están conectados de tal modo que, aunque reduzcan la corriente crítica sin campo y aumenten la resistividad, no se comportan como uniones débiles (es decir, al contrario de lo que sucede habitualmente en fronteras de ángulo alto [57]), hecho que ha sido confirmado por medidas de corriente crítica con campo magnético aplicado [58], y que resulta de vital importancia de cara a las posibles aplicaciones de estas láminas.

Con el fin de evitar en las películas eje-a esta microestructura consistente en dominios separados por fronteras de 90° , se han empleado [59-61] sustratos de $\text{LaSrGaO}_4(100)$, cuya

celda unidad en la superficie es rectangular, para alinear el eje c en una sola dirección a lo largo y ancho de toda la lámina. Aunque, así, se logran alinear el $\sim 95\%$ de los dominios (en el mejor de los casos) y las películas tienen transiciones superconductoras, los sustratos tienen un alto precio y, desgraciadamente, como hemos comprobado tanto nosotros como otros autores [62], son muy frágiles y las películas presentan microfracturas y fracturas, lo que resulta problemático para su aplicación y para interpretar algunas de sus propiedades físicas. Estos problemas pueden explicar la falta de acuerdo que existe entre la anisotropía de la resistividad medida en estas láminas alineadas en el plano y la obtenida en monocristales [61,62].

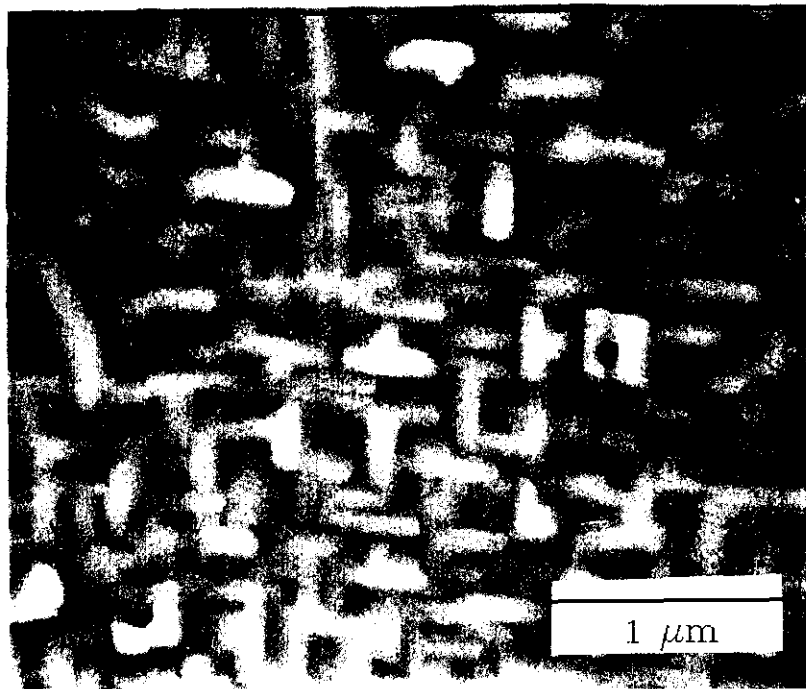


Figura III.21: Imagen de microscopía electrónica de barrido de una película orientada eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

Por lo que respecta a la morfología de la superficie de la película, hay que señalar que presenta una estructura en forma de *bloques* rectangulares, tal y como indican las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido en un equipo FESEM Hitachi S-800 (figura III.21). El tamaño de estos *bloques* parece aumentar a medida que se disminuye la presión parcial de O_2 durante el crecimiento [36,62], lo que indica, de nuevo, mejores propiedades de crecimiento a bajas presiones de oxígeno; cuando $P(\text{O}_2)$ es del 6%,

el tamaño medio del lado de los *bloques* es, aproximadamente, 2200Å. Cabe señalar que este valor es bastante más grandes que los habitualmente encontrados ($\sim 1500\text{Å}$) por otros autores en este tipo de muestras [63,64], y similares o, incluso, algo superiores a los mayores publicados [62]. Asimismo, como estos autores han señalado [62], estos altos valores son reflejo de una baja rugosidad en la superficie de la película. Por otra parte, este tamaño de $\sim 2200\text{Å}$ viene a suponer que, en el espacio delimitado por cada uno de estos *bloques*, hay varios (unos 50) de los dominios de 90° descritos anteriormente; es decir, no debemos confundir estos *bloques* con granos cristalinos. Dado el tamaño, morfología y carácter superficial de los *bloques*, se puede pensar que su origen se encuentra en la relajación, bien sea durante el crecimiento o al finalizar este, de las tensiones que se producen en la red cristalina; así, en el caso en que realizamos la deposición con baja presión de O_2 , lo que, como hemos visto, implica el crecimiento de la película eje-a con las mejores propiedades cristalinas, hay menos tensiones que relajar y estos *bloques* son menos numerosos y más grandes.

3.4 Comparación entre películas orientadas eje-a y eje-c: propiedades de transporte.

Es de esperar, dada la anisotropía propia de estos materiales superconductores y a la vista de algunas diferencias estructurales que poseen, que la comparación de las propiedades físicas entre películas orientadas eje-c y eje-a ponga de relieve la existencia de distintos comportamientos y grandes diferencias entre ellas, tanto en el estado superconductor como en el estado normal. Nosotros hemos realizado esta comparación en varias propiedades significativas.

3.4.1 La corriente crítica.

En la figura III.22 se muestran los valores típicos de la corriente crítica J_C y su variación en función de la temperatura para dos películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, una eje-c y otra eje-a, sin campo magnético aplicado. Como vemos, la corriente crítica es elevada en las láminas orientadas eje-c, con $J_C \sim 10^6 \text{ A/cm}^2$ a $T=77 \text{ K}$. Por su parte, los valores de J_C en las películas eje-a son menores; no obstante, se mantienen altos ($J_C(T=60\text{K}) \sim 10^5 \text{ A/cm}^2$ y $J_C(T=5\text{K}) \sim 0.8 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$), siendo del mismo orden que los se encuentran habitualmente en cristales [14,65,66]. Asimismo, son similares a los pocos resultados publicados al respecto

por otros autores en las películas eje-a [21,56].

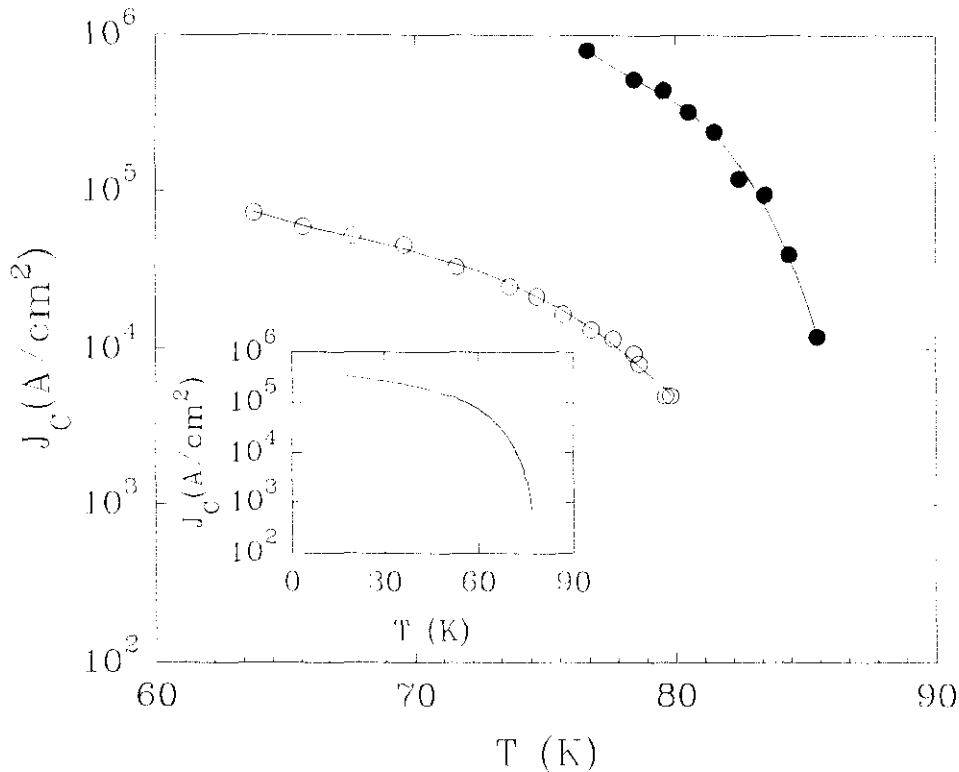


Figura III.22: Corriente crítica en función de la temperatura de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con distintas orientaciones; (●) eje-c, (○) eje-a. En el recuadro se muestra $J_c(T)$ de una película de eje-a en un rango más amplio de temperaturas.

La reducción en la corriente crítica en las películas con orientación eje-a respecto a las orientadas eje-c parece producirse por la existencia de las fronteras de 90° . Esta hipótesis de que son esas fronteras las que están limitando el valor de J_c , parece estar confirmada por el hecho de que la dependencia con la temperatura de la corriente crítica en las láminas eje-a es igual a la obtenida en las películas orientadas (103) [58]. Estas láminas (103) tienen las mismas fronteras de 90° que las eje-a, aunque fuera del plano de la película, por lo que su morfología tiene aspecto de pirámides superpuestas [22,56].

Pero, como anteriormente comentábamos, estas fronteras no se comportan como uniones débiles [57], aunque sean las que están limitando la corriente crítica sin campo magnético aplicado. Algunos autores [23,54,56] han puesto de manifiesto la buena conexión

que hay entre los planos de CuO_2 en las fronteras simétrica y de rotación (figura III.19), lo que explicaría que estas fronteras permitan el paso de la corriente; en el primer caso (simétrica), a cada plano de CuO_2 de un dominio le corresponde otro en el vecino y, en el segundo (de rotación), cada uno de estos planos de un dominio está conectado con varios del otro. Por otra parte, en las fronteras llamadas de plano basal (gráfica III.19(b)) parece que esta conexión no sería tan buena, pues hay varios planos de CuO_2 de un dominio conectados con solo un plano del dominio cercano, habiendo otros "aislados". Aunque no está claro si la interconexión de los planos de CuO_2 es peor en este caso, sí parece que este tipo de fronteras de 90° , al menos, disminuye la sección eficaz de la corriente y/o la hacen ir en la dirección perpendicular a los planos de CuO_2 , que es menos favorable. En definitiva, serían este caso particular de fronteras de 90° el que, principalmente, fuese el causante de la reducción de los valores de J_c , probablemente debido a motivos geométricos.

3.4.2 Efectos de la desoxigenación.

Hay también grandes diferencias entre las películas orientadas eje-c y eje-a en el comportamiento de la transición resistiva al reducir el contenido de oxígeno de la lámina. En la gráfica III.23 hemos representado $\rho(T)$ en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y/\text{SrTiO}_3$ eje-a a la que, mediante el tratamiento de desoxigenación descrito en el apartado 2.3, se le ha variado el contenido de oxígeno y . Como vemos, a poco que se reduce el valor de y del dopaje óptimo, la resistividad crece, la temperatura crítica disminuye, la transición se ensancha y la lámina deja de tener un comportamiento metálico. Esto es distinto de lo que sucede en películas eje-c [67,68], que no parecen ser tan sensibles a la reducción de oxígeno; aunque su resistividad aumenta al disminuir el valor de y , no pierden su carácter metálico, sino al contrario, la pendiente de $\rho(T)$ crece a medida que se reduce el contenido de oxígeno.

Dado que en ambos tipos de películas la corriente circula mayoritariamente por los planos de CuO_2 , pensamos que el origen de estas diferencias se encuentra en el comportamiento de las fronteras de 90° ante la desoxigenación, pues se ha sugerido [55,69,70] que el buen comportamiento de estas fronteras se produce cuando hay un contenido de oxígeno óptimo y ordenado, con lo que se pueden ver muy afectadas por pequeñas variaciones en y . En realidad, esta dependencia no metálica es similar a la que habíamos encontrado en las películas depositadas con una mayor presión parcial de oxígeno (figura III.12), con lo que podemos pensar que, en aquel caso, se producía por no tener un ordenamiento adecuado del oxígeno en las fronteras.

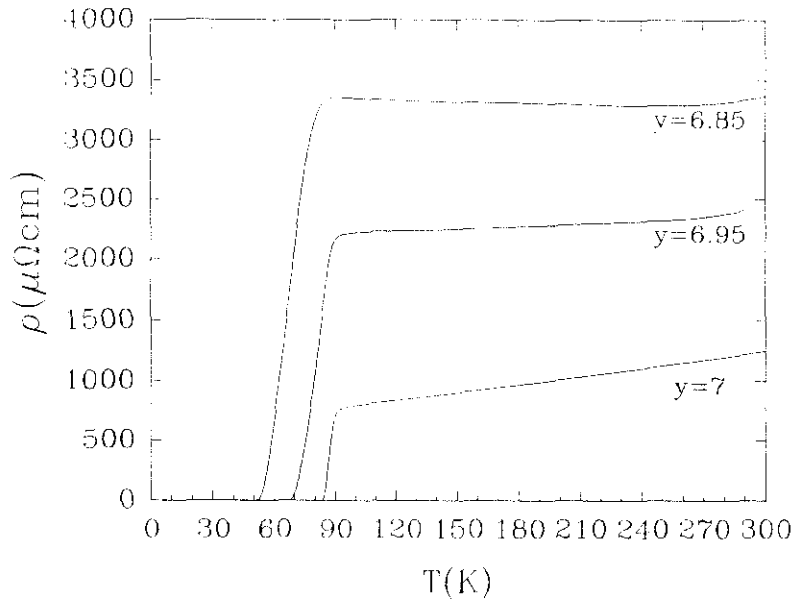


Figura III.23: Curvas $\rho(T)$ de una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y/\text{SrTiO}_3$ eje-a con distintos contenidos de oxígeno.

3.4.3 La línea de irreversibilidad.

Se ha observado [71] que la línea de irreversibilidad, definida como el inicio de la disipación en la resistividad longitudinal en función del campo a temperatura constante (representada en la gráfica III.24), está en las películas eje-a por debajo de la de las láminas eje-c (figura III.25); ello sucede a pesar de que el campo crítico H_{C2} de las primeras es mayor. Esto quiere decir que los centros de anclaje de los vórtices en las películas orientadas eje-a son más débiles, lo que se debe, probablemente, a su diferente microestructura. Ello está en consonancia con el hecho de que la corriente crítica sea mayor en el caso de eje-c. No obstante, los valores que la resistividad longitudinal de láminas eje-a alcanza en los campos magnéticos más altos es una fracción menor de la resistividad normal que en el caso de películas eje-c (figura III.24), tal como corresponde a un movimiento libre de vórtices (*flux flow*) en un campo crítico H_{C2} más alto, según la expresión $\rho_{ff} \approx \rho_n \cdot H/H_{C2}$ [72], donde ρ_n es la resistividad en estado normal y ρ_{ff} la correspondiente al movimiento libre de vórtices. Resultados recientes [73] indican que este comportamiento de las películas orientadas eje-a en el estado mixto tiene su origen en una contribución de la corriente de transporte que circula perpendicularmente a los planos de CuO_2 .

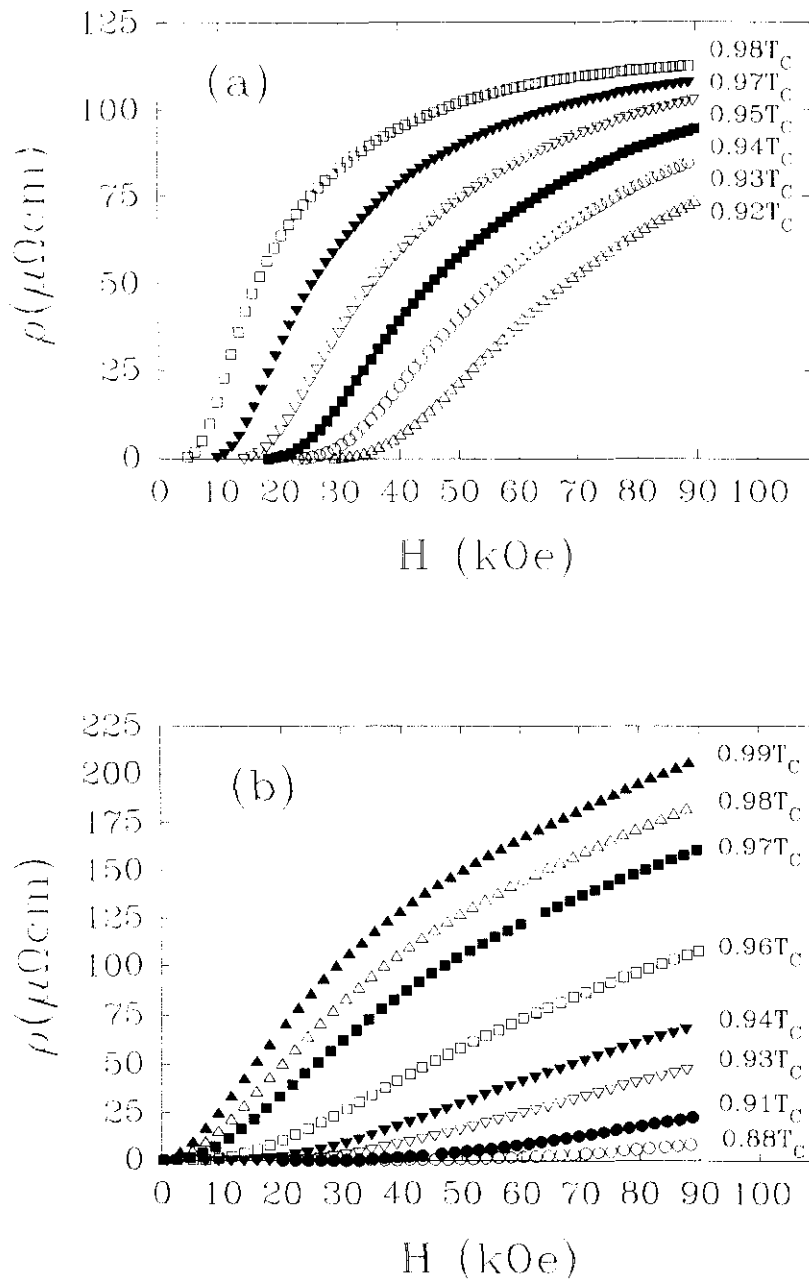


Figura III.24: Resistividad longitudinal en función del campo magnético (aplicado perpendicularmente al plano de la lámina) para varias temperaturas de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$. (a) Película orientada eje-c con $T_c=88\text{K}$. (b) Lámina eje-a con $T_c=85\text{K}$.

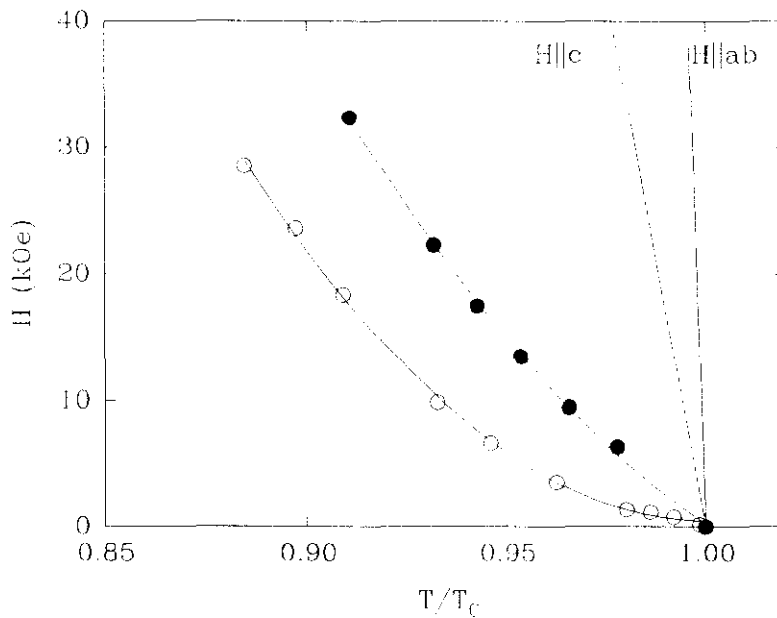


Figura III.25: Línea de irreversibilidad determinada a partir del inicio de la disipación resistiva en películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ orientadas ● eje-c, ○ eje-a. Se muestran también las curvas $H_{c2}-T$ con el campo aplicado perpendicular y paralelo a los planos de CuO_2 .

3.4.4 El efecto Hall.

Una de las propiedades físicas que refleja claramente las diferencias que hay entre películas eje-c y eje-a fruto de la anisotropía de estos materiales superconductores es el efecto Hall. En la figura III.26 aparece representado el coeficiente Hall en función de la temperatura para cada tipo de película y en el estado normal. A la vista de esta gráfica, hay dos características principales que destacar; la primera y, quizás, más sorprendente es que ambos tipos de película presentan un coeficiente Hall con signo opuesto, y tienen como valores típicos a $T \sim 100 \text{ K}$ $R_H \approx 2.0-2.5 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{C}$ en eje-c y $R_H \approx -(5.5-6.0) \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{C}$ en eje-a. Por otra parte, mientras que el coeficiente Hall depende claramente de la temperatura en las películas eje-c (aproximadamente como $R_H \propto 1/T$ [74]), en las orientadas eje-a es prácticamente constante, independiente de T . Conviene recordar que, en ambos casos, la corriente circula mayoritariamente por los planos de CuO_2 , y que el campo magnético está aplicado perpendicularmente a la lámina en este tipo de medidas (como se representa en la figura III.27); de esta manera, teniendo en cuenta que el campo eléctrico Hall es perpendicular tanto a \mathbf{J} como a \mathbf{H} , en las láminas eje-c estamos obteniendo el efecto

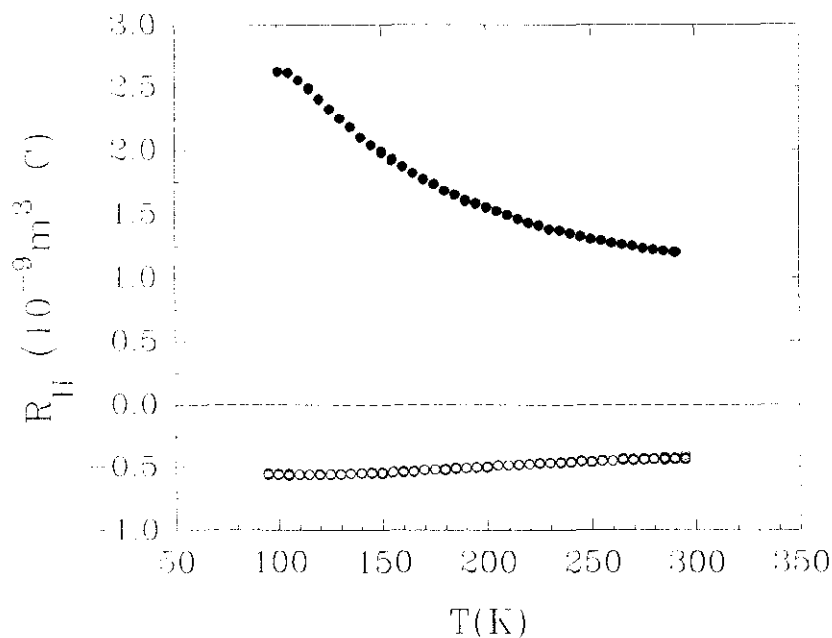


Figura III.26: Coeficiente Hall R_H en función de la temperatura. ● Película orientada eje-c. ○ Lámina eje-a.

Hall que corresponde a los planos paralelos a los de CuO_2 (es decir al plano **ab**), mientras que en las orientadas eje-a se obtiene la resistividad Hall que se produce perpendicularmente a dichos planos de CuO_2 (es decir, se trata de dos componentes espaciales distintas del tensor Hall). Esta hipótesis se confirma al ser los valores de R_H y su dependencia con la temperatura muy similares a los medidos en monocristales en configuraciones geométricas semejantes [75-77]; así, estos trabajos muestran, para la resistividad Hall en la dirección perpendicular a los planos de CuO_2 [75-77], un coeficiente Hall poco sensible a la temperatura y con valores $R_H \sim -(5-8) \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{C}$ (a $T \sim 100\text{K}$); a su vez, obtienen $R_H(T \sim 100\text{K}) \sim 2.0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{C}$ en el plano **ab** [77] que, asimismo, coincide con el valor obtenido en películas eje-c por otros autores [67].

La explicación de esta variación del signo del coeficiente Hall en el estado normal, variación que se produce al cambiar la dirección cristalográfica estudiada, se "esconde" en la compleja estructura de bandas de estos materiales [78]. Existen cálculos [79] que, a partir de esta estructura electrónica, han deducido los signos de R_H que se obtienen, aunque no

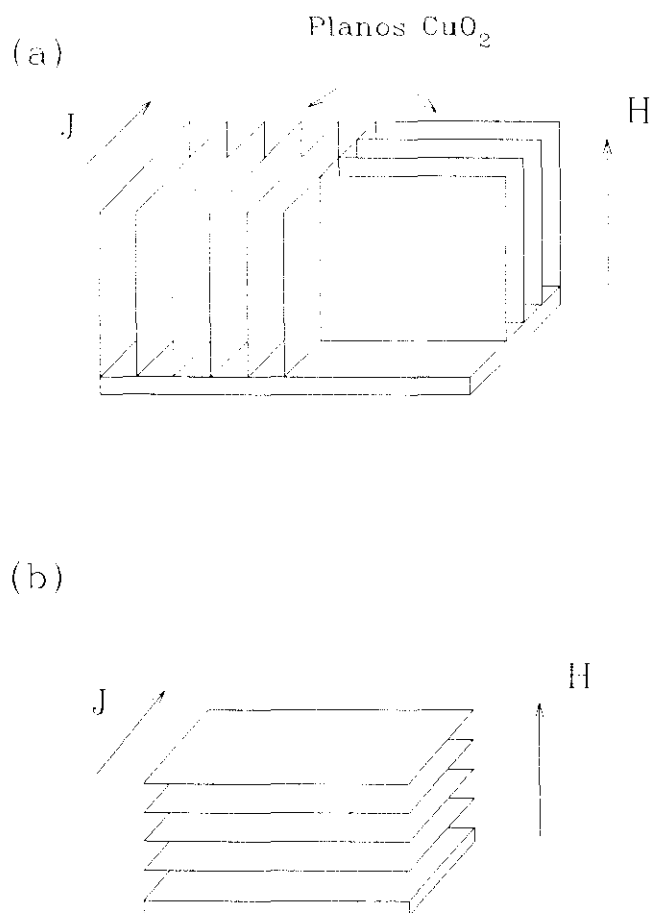


Figura III.27: Esquema de la disposición geométrica del campo magnético y la corriente respecto a los planos de CuO_2 en las medidas de efecto Hall. (a) Película orientada eje-a. (b) Lámina eje-c.

concuerdan en los valores. En cuanto a la dependencia $R_{\text{H}} \propto 1/T$, se han sugerido diversas interpretaciones para explicarla; en el marco de la teoría del líquido de Fermi, se han propuesto modelos que suponen dos o más bandas de energía [80], bandas estrechas de impurezas metálicas [81], anchos de banda dependientes de la concentración de portadores [82] o dispersión magnética asimétrica [83]. Asimismo, hay un modelo teórico [84] basado en una teoría de líquido de Luttinger bidimensional, que propone la existencia de dos tipos de cuasipartículas (*holones* y *espinones*) con diferentes ritmos de relajación. Sea cual fuese, la interpretación correcta es todavía hoy tema de discusión.

En lo que respecta a los resultados que se obtienen de la resistividad Hall ρ_{xy} en el estado mixto, hay varias características que cabe señalar. Como vemos en la gráfica III.28(a), en las películas orientadas eje-a ρ_{xy} es pequeña, prácticamente nula, en un amplio rango de campos, incluso a temperaturas cercanas a la crítica, a diferencia de lo que ocurriría con la resistividad longitudinal (figura III.24); solo a campos magnéticos altos o en temperaturas correspondientes a la transición se obtienen valores negativos que son comparables a los del comportamiento lineal en H del estado normal. Esto es muy distinto de lo que sucede en medidas de ρ_{xy} llevadas a cabo en monocristales [85] en las que también el campo magnético está paralelo a los planos de CuO_2 ; en dicho trabajo se obtenían valores de la resistividad Hall más grandes (en valor absoluto) en el estado mixto que en el estado normal. Parece que esta diferencia en los comportamientos película-monocristal se debe a que, por la existencia de los dominios de 90° en las láminas eje-a, la geometría no es la misma en ambos casos. Ello hace que los vórtices no "vean" a los planos de CuO_2 en la misma configuración geométrica en todos los puntos de la película, ya que dichos planos se encuentran en direcciones perpendiculares en dominios vecinos (figura III.27). Así, por ejemplo, un vórtice que se mueva en la dirección paralela a los planos de CuO_2 de un dominio, se está moviendo, al mismo tiempo, perpendicularmente a los del dominio cercano. Por tanto, la interacción de los planos de CuO_2 con los vórtices ha de ocurrir en las láminas eje-a de modo diferente al que acontece en monocristales, en donde todos los planos de CuO_2 son paralelos a lo largo de la muestra.

Por su parte, la resistividad Hall en el estado mixto de las películas orientadas eje-c (figura III.28(b)) presenta valores positivos, comparables a los del estado normal, a campos magnéticos relativamente altos, mientras que, sorprendentemente, es negativa en valores de H más bajos. Este anómalo comportamiento que incluye un cambio de signo es el mismo que se encuentra en medidas realizadas en monocristales, y no solo aparece en superconductores de la familia 1:2:3, sino también en otras familias de alta temperatura y en algunos superconductores clásicos. Como comentaremos en el siguiente capítulo, que hemos dedicado al estudio y análisis detallado de este tema, la explicación de esta anomalía en ρ_{xy} ha sido y es un gran tema de debate, pues conlleva un comportamiento de la dinámica de los vórtices muy interesante y peculiar.

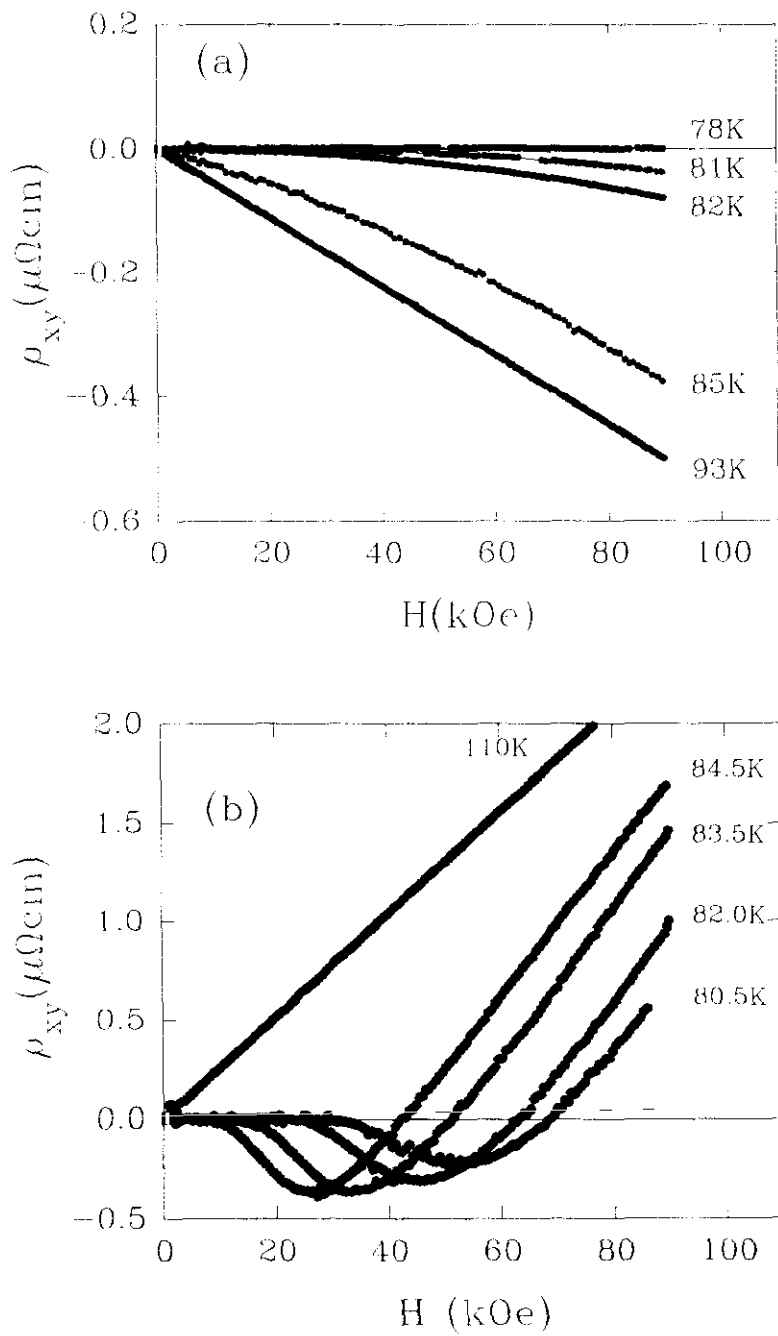


Figura III.28: Componente Hall de la resistividad en función del campo magnético de películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ en el estado mixto. (a) Película eje-a ($T_C=85$ K). (b) Lámina eje-c ($T_C=87$ K).

3.5 Conclusiones

-Se han obtenido, mediante un sistema de pulverización catódica tipo magnetrón, películas delgadas de superconductores de alta temperatura de la familia 1:2:3 con el eje c de la estructura perpendicular al plano del sustrato; el proceso total incluye un recocido posterior a la deposición en atmósfera de oxígeno. Estas películas presentan buenas transiciones superconductoras ($\Delta T \sim 2\text{K}$), con corrientes y temperaturas críticas $T_c(R=0) \sim 86\text{-}89\text{ K}$ elevadas, y curvas *rocking* estrechas ($\text{FWHM} \approx 0.3^\circ$), lo que indica su alta textura.

-Asímismo, se han crecido láminas delgadas de estos materiales orientadas eje-a, que tienen altas temperaturas críticas ($T_c(R=0) \sim 82\text{-}88\text{ K}$), comportamiento metálico ($\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K}) \sim 1.3\text{-}1.6$) y muy buenas propiedades cristalinas, que incluyen picos *rocking* estrechos ($\text{FWHM} \sim 0.1\text{-}0.2^\circ$). Para ello ha sido necesario hacer uso de un método de dos pasos de temperatura durante el crecimiento (650 y 710°C). De acuerdo con nuestros resultados, emplear Eu como tierra rara en estos compuestos superconductores y realizar la deposición con una presión parcial de oxígeno baja (un 6% de 300 mTorr), son procedimientos adecuados para optimizar el crecimiento de este tipo de películas.

-El análisis de la microestructura mediante microscopía electrónica de transmisión, difracción de electrones y difracción de rayos-X en el plano indica que estas películas orientadas eje-a crecen en forma de dominios cristalinos con $100\text{-}500\text{ \AA}$ de tamaño, que están separados por fronteras de 90° ; crecimiento que se produce al poder alinearse el eje c de la celda según cualquiera de las dos direcciones principales perpendiculares del sustrato cúbico. Por otra parte, el análisis de la superficie mediante microscopía electrónica de barrido revela la existencia de unos *bloques* rectangulares con un tamaño característico de 2200 \AA . Estos *bloques* de carácter superficial no están directamente relacionados con los dominios cristalinos, y su tamaño aumenta al disminuir la presión parcial de oxígeno durante la deposición, por lo que parecen fruto de la liberación en la superficie de las tensiones generadas en la red durante el proceso de crecimiento.

-La comparación de las propiedades de transporte entre películas eje-a y eje-c ha puesto de manifiesto las diferencias existentes entre ambos tipos de orientaciones. La existencia de fronteras de 90° en las láminas eje-a limita los valores de la corriente crítica que, no obstante, son bastante elevados ($J_c(5\text{K}) \sim 10^6\text{ A/cm}^2$). Estas fronteras representan un caso particular de las de ángulo alto, pues en ellas existe una buena conexión entre los planos de CuO_2 de los dominios vecinos, y no se comportan como uniones débiles. Por otra parte,

la línea de irreversibilidad de las películas eje-c se encuentra por encima de las de las orientadas eje-a, lo que concuerda con los más altos valores de J_c e indica un mejor anclaje de los vórtices. La gran anisotropía de estos materiales se refleja en el comportamiento del efecto Hall en estado normal, que en películas eje-c tiene signo positivo (tipo *hueco*) y es sensible a la temperatura, mientras que en láminas eje-a tiene signo negativo (tipo *electrón*) y es prácticamente constante con la temperatura. Por su parte, el comportamiento de la resistividad Hall en el estado mixto de películas eje-a es muy distinto al que se obtiene en monocristales con el campo magnético paralelo a los planos de CuO_2 , debido a la diferente configuración geométrica para los vórtices fruto de la existencia de los dominios de 90° . En el caso de eje-c, los resultados son similares a los de monocristales, presentando ρ_{xy} una contribución negativa anómala de signo contrario a la del estado normal.

Referencias

- [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**, (1987) 57.
- [2] N. G. Chew, S. W. Goodyear, J. A. Edwards, J. S. Satchell, S. E. Blenkinsop y R. G. Humphreys, *Appl. Phys. Lett.* **57**, (1990) 2016.
- [3] A. Inam, M. S. Hegde, X. D. Wu, T. Venkatesan, P. England, P. F. Miceli, E. W. Chase, C. C. Chang, J. M. Tarascon y J. B. Wachtman, *Appl. Phys. Lett.* **53**, (1988) 908.
- [4] H. L. Stormer, A. F. J. Levi, K. W. Baldwin, M. Anzlowar y G. S. Boebinger, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 2472.
- [5] G. Linker, X. X. Xi, O. Meyer, Q. Li y J. Geerk, *Solid State Commun.* **69**, (1989) 249.
- [6] 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**, (1989) 595.
- [7] C. C. Chang, X. D. Wu, R. Ramesh, X. X. Xi, T. S. Ravi, T. Venkatesan, D. M. Hwang, R. Muenchausen, S. Foltyn y N. S. Nogar, *Appl. Phys. Lett.* **57**, (1990) 1814.
- [8] A. Fartash, I. K. Schuller y J. Pearson, *J. Appl. Phys.* **67**, (1990) 2524.
- [9] C. B. Eom, A. F. Marshall, S. S. Laderman, R. D. Jacowitz y T. H. Geballe, *Science* **249**, (1990) 1549.
- [10] J. Ye y K. Nakamura, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 7099.
- [11] S. Chromik, B. Wuyts, I. Vavra, A. Rosova, F. Hanic, S. Benacka e Y. Bruynseraede, *Physica C* **226**, (1994) 153.
- [12] G. C. Xiong y S. Z. Wang, *Appl. Phys. Lett.* **55**, (1989) 902.
- [13] C. Blue y P. Boolchand, *Appl. Phys. Lett.* **58**, (1991) 2036.
- [14] S. E. Babcock, X. Y. Cai, D. L. Kaiser y D. C. Larbalestier, *Nature* **347**, (1990) 167; U. Welp, M. Grimsditch, H. You, W. K. Kwok, M. M. Fang, G. W. Crabtree y J. Z. Liu, *Physica C* **161**, (1989) 1.
- [15] T. A. Friedmann, M. W. Rabin, J. Giapintzakis, J. P. Rice y D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. B* **42**, (1990) 6217.

- [16] U. Poppe, N. Klein, U. Dähne, H. Soltner, C. L. Jia, B. Kabius, K. Urban, A. Lubig, K. Schmidt, S. Hensen, S. Orbach, G. Müller y H. Piel, *J. Appl. Phys.* **71**, (1992) 5572.
- [17] B. Wuyts, Z. X. Gao, S. Libbrecht, M. Maenhoudt, E. Osquiguil e Y. Bruynseraede, *Physica C* **203**, (1992) 235.
- [18] A. C. Westerheim, A. C. Anderson, D. E. Oates, S. N. Basu, D. Bhatt y M. J. Cima, *J. Appl. Phys.* **75**, (1994) 393.
- [19] K. Semba, T. Ishii y A. Matsuda, *Physica C* **185-189**, (1991) 1303.
- [20] T. Terashima, Y. Bando, K. Iijima, K. Yamamoto y K. Hirata, *Appl. Phys. Lett.* **53**, (1988) 2232.
- [21] J. Z. Wu y W. K. Chu, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 1381.
- [22] C. B. Eom, A. F. Marshall, Y. Suzuki, B. Boyer, R. F. W. Pease y T. H. Geballe, *Nature* **353**, (1991) 544.
- [23] A. F. Marshall y C. B. Eom, *Physica C* **207**, (1993) 239.
- [24] O. Nakamura, J. Guimpel, F. Sharifi, R. C. Dynes e I. K. Schuller, *Appl. Phys. Lett.* **61**, (1992) 2598.
- [25] H. J. Scheel, M. Berkowski y B. Chabot, *J. Crystal Growth* **115**, (1991) 19.
- [26] R. E. Somekh y Z. H. Barber, en *Physics and Materials Science of High Temperature Superconductors II*, **209** (1992) 443.
- [27] R. G. Humphreys, J. S. Satchell, N. G. Chew, J. A. Edwards, S. W. Goodyear, S. E. Blenkinsop, O. D. Dosser y A. G. Cullis, *Supercon. Sci. Technol.* **3**, (1990) 38.
- [28] R. H. Hammond y R. Bormann, *Physica C* **162-164**, (1989) 703.
- [29] H. C. Li, G. Linker, F. Ratzel, R. Smithey y J. Geerk, *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988) 1098.
- [30] X. D. Wu, A. Inam, T. Venkatesan, C. C. Chang, E. W. Chase, P. Barboux, J. M. Tarascon y B. Wilkens, *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988) 754.
- [31] I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **44**, (1980) 1597.
- [32] J. M. Murduck, D. W. Capone II, I. K. Schuller, S. Foner y J. B. Ketterson, *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988) 504.

- [33] S. S. Parkin, N. More y K. P. Roche, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 2304.
- [34] J.I.Martín, M. Cagigal, J. Colino, M. A. González y J. L. Vicent, *Superconductividad en España*, Programa MIDAS, Red Eléctrica Española, (1993) 375.
- [35] J. Colino, M. A. González, J. I. Martín, M. Vélez, D. Oyola, P. Prieto y J. L. Vicent, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 3496.
- [36] J. Colino, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid (1993).
- [37] T. I. Selinder, G. Larsson, U. Helmersson y S. Rudner, *J. Appl. Phys.* **69**, (1991) 390.
- [38] O. Nakamura, E. E. Fullerton, J. Guimpel e I. K. Schuller, *Appl. Phys. Lett.* **60**, (1992) 120.
- [39] M. Mukaida y S. Miyazawa, *J. Appl. Phys.* **74**, (1993) 1209.
- [40] R. Ramesh, C. C. Chang, T. S. Ravi, D. M. Hwang, A. Inam, X. X. Xi, Q. Li, D. Wu y T. Venkatesan, *Appl. Phys. Lett.* **57**, (1990) 1064.
- [41] E. Sodtke y H. Münder, *Appl. Phys. Lett.* **60**, (1992) 1630.
- [42] E. Sodtke, H. Münder y A. I. Braginski, *Physica C* **204**, (1993) 375.
- [43] A. Inam, C. T. Rogers, R. Ramesh, K. Remschnig, L. Farrow, D. Hart, T. Venkatesan y B. Wilkens. *Appl. Phys. Lett.* **57**, (1990) 2484.
- [44] R. Schneider, J. Reiner, J. Geerk, O. Meyer y G. Linker, *Solid State Commun.* **89**, (1994) 81.
- [45] Z. Tomkowicz, A. Szytula y K. Wojciechowski, *Supercon. Sci. Technol.* **5**, (1992) 373.
- [46] J. M. Tarascon, W. R. McKinnon, L. H. Greene, G. W. Hull y E. M. Vogel, *Phys. Rev. B* **36**, (1987) 226.
- [47] X.-Y. Zheng, D. H. Lowndes, S. Zhu, J. D. Budai, R. J. Warmack, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 7584.
- [48] J. Fujita, T. Yoshitake, A. Kamijo, T. Satoh y H. Igarashi, *J. Appl. Phys.* **64**, (1988) 1292.
- [49] J. L. MacManus-Driscoll, J. A. Alonso, P. C. Wang, T. H. Geballe y J. C. Bravman, *Physica C* **232**, (1994) 288.
- [50] W. Ito, Y. Yoshida, S. Mahajan, T. Morishita, M. Kumagai y K. Yabuta, *Appl. Phys.*

Lett. **65**, (1994) 1051.

[51] S. J. Rothman, J. L. Routbort, U. Welp y J. E. Baker, *Phys. Rev. B* **44**, (1991) 2326.

[52] K. Yamamoto, B. M. Lairson, J. C. Bravman y T. H. Geballe, *J. Appl. Phys.* **69**, (1991) 7189.

[53] W. A. Aarnink, R. P. J. IJsselsteijn, J. Gao, A. van Silfhout y H. Rogalla, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 13002.

[54] Y. Gao, G. Bai, D. J. Lam y K. L. Merkle, *Physica C* **173**, (1991) 487.

[55] S. E. Babcock, *Mater. Res. Soc. Bull.* **XVII**, (1992) 20, y sus referencias.

[56] C. B. Eom, A. F. Marshall, Y. Suzuki, T. H. Geballe, B. Boyer, R. F. W. Pease, R. B. van Dover y J. M. Phillips, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 11902.

[57] D. Dimos, P. Chaudhari y J. Mannhart, *Phys. Rev. B* **41**, (1990) 4038.

[58] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *Appl. Phys. Lett.* **65**, (1994) 2099.

[59] S. Hontsu, N. Mukai, J. Ishii, T. Kawai y S. Kawai, *Appl. Phys. Lett.* **61**, (1992) 1134.

[60] M. Mukaida y S. Miyazawa, *Appl. Phys. Lett.* **63**, (1993) 999.

[61] Y. Suzuki, D. Lew, A. F. Marshall, M. R. Beasley y T. H. Geballe, *Phys. Rev. B* **48**, (1993) 10642.

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

[63] I. Maggio-Aprile, A. D. Kent, Ph. Niedermann, Ch. Renner, L. Antognazza, L. Miéville, O. Brunner, J.-M. Triscone y Ø. Fischer, *Ultramicroscopy* **42-44**, (1992) 728.

[64] S. Mahajan, J. G. Wen, W. Ito, C. H. Cho, T. Takenaka, N. Kubota, Y. Yoshida y T. Morishita, *Physica C* **225**, (1994) 353.

[65] M. Daeumling, J. M. Seuntjens y D. C. Larbalestier, *Nature* **346**, (1990) 332.

[66] T. K. Worthington, W. J. Gallagher, D. L. Kaiser, F. H. Holtzberg y T. R. Dinger, *Physica C* **153-155**, (1988) 32.

[67] B. Wuyts, E. Osquguil, M. Maenhoudt, S. Libbrecht, Z. X. Gao e Y. Bruynseraede, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 5512.

- [68] 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* **47**, (1993) 8986.
- [69] Y. Zhu, Z. L. Wang y M. Suenaga, *Phil. Mag. A* **67**, (1993) 11.
- [70] Y. Zhu, J. M. Zuo, A. R. Moodenbaugh y M. Suenaga, *Phil. Mag. A* **70**, (1994) 969.
- [71] J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino, M. A. González y J. L. Vicent, *Physica C* **235-240**, (1994) 3123.
- [72] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, Ed. R. E. Krieger, Florida.
- [73] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *IEEE Trans. Supercon.* **5**, (1995) 1537.
- [74] T. Penney, S. von Molnar, D. Kaiser, F. Holtzberg y A. W. Kleinsasser, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 2918; J. Colino, J. I. Martín y J. L. Vicent *Physica B* **199-200**, (1994) 246.
- [75] S. W. Tozer, A. W. Kleinsasser, T. Penney, D. Kaiser y F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* **59**, (1987) 1768.
- [76] L. Forro, M. Raki, J. Y. Henry y C. Ayache, *Solid State Commun.* **69**, (1989) 1097.
- [77] J. M. Harris, Y. F. Yan y N. P. Ong, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 14293.
- [78] W. E. Pickett, R. E. Cohen y H. Krakauer, *Phys. Rev. B* **42**, (1990) 8764.
- [79] P. B. Allen, W. E. Pickett y H. Krakauer, *Phys. Rev. B* **37**, (1988) 7482.
- [80] A. Davidson, P. Santhanam, A. Palevski y M. J. Brody, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 2828.
- [81] V. V. Moshchalkov, *Physica B* **163**, (1990) 59.
- [82] J. E. Hirsch y F. Marsiglio, *Physica C* **195**, (1992) 355.
- [83] A. T. Fiory y G. S. Grader, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 9198.
- [84] P. W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 2092.
- [85] J. M. Harris, N. P. Ong y Y. F. Yan, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 1455.

4. Anomalías en el efecto Hall en el estado mixto de películas orientadas eje-c.

4.1 Anomalía Hall.

4.1.1 Introducción.

La perfecta comprensión de la dinámica de la red de vórtices es un problema muy importante para poder entender el comportamiento de los superconductores de alta temperatura (y de cualquier otro superconductor tipo II) en el estado mixto, es decir, en la región más amplia del diagrama de fases (H - T) en que estos materiales se encuentran en el estado superconductor. Josephson [1] demostró que cuando los vórtices se mueven con velocidad v_L a través del material superconductor se genera un campo eléctrico macroscópico \mathbf{E} según la expresión

$$\mathbf{E} = -\mathbf{v}_L \times \mathbf{H}/c. \quad (4.1)$$

Es decir, un campo eléctrico que es perpendicular al movimiento del vórtice y al campo magnético \mathbf{H} . Cuando se aplica una corriente de transporte \mathbf{J}_T en el superconductor en presencia de un campo magnético que es perpendicular a esta corriente, se ejerce sobre los vórtices una fuerza (tipo Lorentz) que los pone en movimiento. De esta forma, según la ecuación (4.1), la componente de \mathbf{v}_L que sea perpendicular a \mathbf{J}_T producirá un campo eléctrico que es paralelo a \mathbf{J}_T y, por tanto, disipativo. Por su parte, la componente de \mathbf{v}_L que sea paralela a \mathbf{J}_T generará un campo eléctrico perpendicular a \mathbf{J}_T , es decir, se manifestará como un voltaje Hall (figura IV.1).

Por ello, dado que el movimiento de los vórtices no provoca solamente una resistividad longitudinal ρ_{xx} , sino que implica también una resistividad transversal (Hall) ρ_{xy} , el estudio del efecto Hall en el estado mixto es necesario para la comprensión de la dinámica de los vórtices. Es más, dado que los distintos modelos teóricos de movimiento de vórtices [2-4] predecían comportamientos iguales o muy parecidos de ρ_{xx} pero diferentes de ρ_{xy} , ya en los superconductores clásicos se vio [5-8] que las medidas de efecto Hall eran importantes

para poder discernir cual de los modelos era el adecuado.

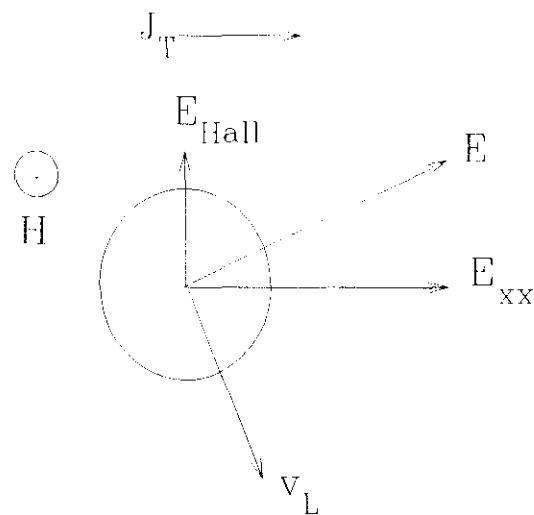


Figura IV.1: Esquema del campo eléctrico Josephson ($\mathbf{E} = -\mathbf{v}_L \times \mathbf{H}/c$) producido por el movimiento de los vórtices con velocidad \mathbf{v}_L .

Cuando se llevan a cabo las medidas de resistividad Hall en el estado mixto en películas delgadas de superconductores 123 orientadas eje-c, en función del campo magnético (aplicado perpendicularmente a la muestra, es decir, a los planos de Cu-O) y a temperatura constante, se encuentra el comportamiento típico [9-14] representado en la figura IV.2 para una de nuestras muestras. Como puede verse, no se detecta señal Hall hasta que el campo H alcanza un cierto valor H_p ; a partir de este campo ρ_{xy} es negativa y crece en valor absoluto hasta que llega a un mínimo cuando H se hace igual a H_m . A campos mayores ρ_{xy} crece y, cruzando el cero, se hace positiva, es decir, recupera el signo que se obtiene en el estado normal. Esta anomalía en ρ_{xy} , consistente en la aparición de valores negativos (de signo contrario a los del estado normal) se encuentra en un rango de temperaturas cercano a la temperatura crítica: $0.85 < T/T_c < 1$. Por otra parte, es importante señalar que no solo se detecta de forma generalizada en estos materiales cuando se encuentran en forma de película delgada, sino que aparece también en cerámicas [15] y en monocristales [16,17], incluso sin maclas [18,19]. No obstante, de muestra a muestra, este anómalo cambio de signo sí sufre variaciones particulares en el rango de campos magnéticos en que aparece, en la dependencia de ρ_{xy} con H y, especialmente, en su amplitud, llegando en algún caso a no detectarse como se puede apreciar en la figura IV.3.

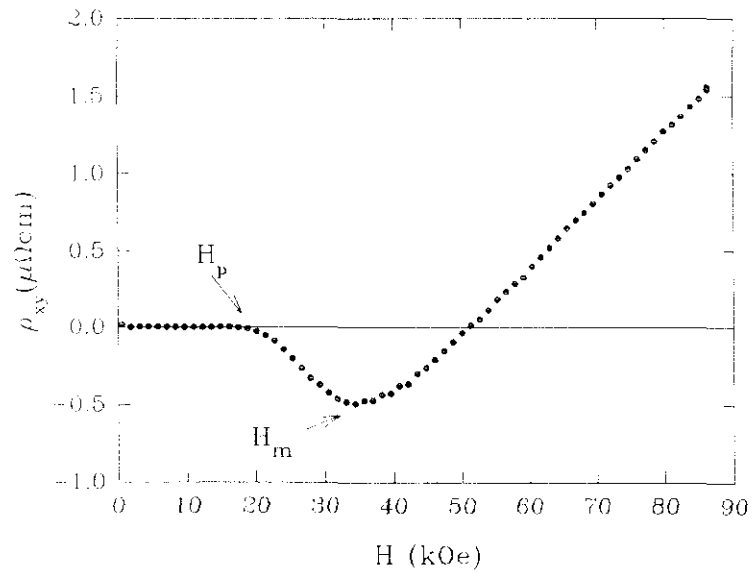


Figura IV.2: Resistividad Hall en función del campo magnético de una película orientada eje-c ($H \parallel c$). Aspecto típico del anómalo cambio de signo, indicándose los campos característicos.

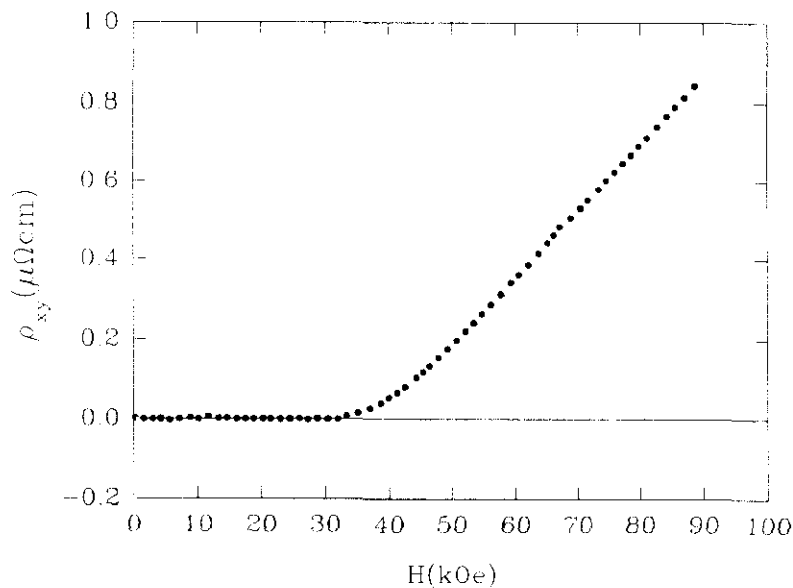


Figura IV.3: $\rho_{xy}(H)$ de una muestra de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c en la que no se observa cambio de signo.

En realidad, este anómalo cambio de signo en el efecto Hall en el estado mixto no es una propiedad que se encuentre solamente en los superconductores de la familia 123, sino que aparece, en general, en las otras familias de superconductores de alta temperatura (siempre con H paralelo al eje c): en $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ [20], en $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-y}$ [21,22], en $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ [16,23] y en la familia de compuestos de Tl [24-26] en donde, incluso, aparece un doble cambio de signo en ρ_{xy} . Tampoco es una "propiedad exclusiva" de la superconductividad de alta temperatura, puesto que ya había sido observado un cambio de signo en $\rho_{xy}(H)$ en algunos superconductores clásicos: en V [5,7], en Nb [8,11], en aleaciones de In-Pb [6,27,28] y, más recientemente, en los superconductores amorfos MoGe [29] y Mo_3Si [30].

4.1.2 Modelos teóricos clásicos de dinámica de vórtices.

Esta anomalía en el comportamiento de $\rho_{xy}(H)$ no se puede entender a la luz de los modelos clásicos de movimiento de vórtices de Bardeen-Stephen [2] y de Nozières-Vinen [3]. Estos modelos fenomenológicos estudian, en el régimen de movimiento libre de vórtices (*flux flow*) y para superconductores limpios (es decir, en los que el recorrido libre medio ℓ y la longitud coherente BCS cumplen $\ell > \xi_0$), la dinámica de un solo vórtice constituido por un núcleo que es un cilindro de radio $\approx \xi_0$. Las dos descripciones consideran que es la corriente de transporte \mathbf{J}_T la que produce una fuerza \mathbf{F} que provoca el movimiento del vórtice. A esta fuerza se opone una fuerza de rozamiento viscoso \mathbf{F}_V , de modo que en el estado estacionario $\mathbf{F} + \mathbf{F}_V = 0$. La diferencia básica entre ambos modelos se encuentra en las condiciones que se toman para el potencial electrostático en la frontera del núcleo del vórtice.

a) El modelo de Bardeen-Stephen.

En el modelo de Bardeen-Stephen (BS), en el que hay un potencial electrostático de contacto en la frontera del núcleo, la fuerza de arrastre por unidad de longitud \mathbf{F} sobre el vórtice es la fuerza de Lorentz

$$\mathbf{F} = \mathbf{J}_T \times \Phi_0/c, \quad (4.2)$$

donde Φ_0 representa el cuanto de flujo magnético; por tanto, el vórtice se mueve perpendicularmente a la corriente de transporte, creando un campo eléctrico disipativo según (4.1). No obstante, dado que los portadores dentro del núcleo sufren la fuerza magnética de

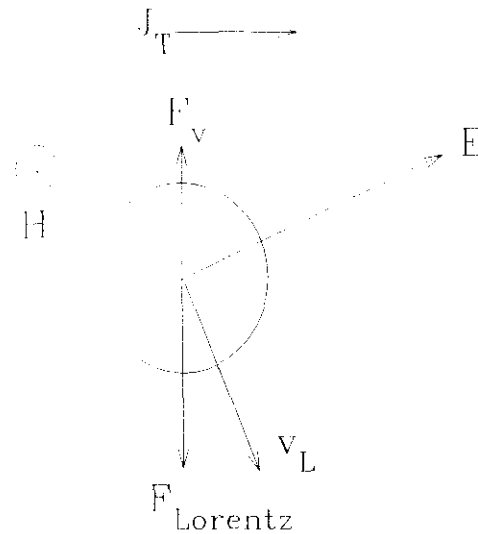


Figura IV.4: Esquema del modelo de Bardeen-Stephen.

Lorentz habitual, se produce un voltaje Hall del mismo tipo que en el estado normal. Así, v_L tiene también una componente paralela a la corriente de transporte J_T (figura IV.4), con lo que el efecto Hall predicho por este modelo tiene, en el régimen de *flux flow*, el mismo signo que en el estado normal. Las expresiones deducidas por este modelo para las resistividades longitudinal y Hall son:

$$\rho_{xx} = \rho_N H/H_{C2}, \quad (4.3)$$

$$\rho_{xy} = (e\tau/m) \rho_N H^2/H_{C2}, \quad (4.4)$$

donde ρ_N es la resistividad en estado normal, m la masa de los portadores y τ su tiempo de relajación. Con estas expresiones, la tangente del ángulo Hall ($\text{tg}\Theta_H \equiv \rho_{xy}/\rho_{xx}$) tiene una dependencia lineal con el campo magnético.

b) El modelo de Nozières-Vinen.

Por su parte, el modelo de Nozières-Vinen (NV), del que se representa un esquema en la gráfica IV.5, considera un potencial electrostático que es continuo en la frontera del núcleo. En este caso, aparece una fuerza hidrodinámica tipo Magnus debido a la diferencia entre las velocidades v_L y v_S (velocidad de los portadores de la supercorriente), y que es la

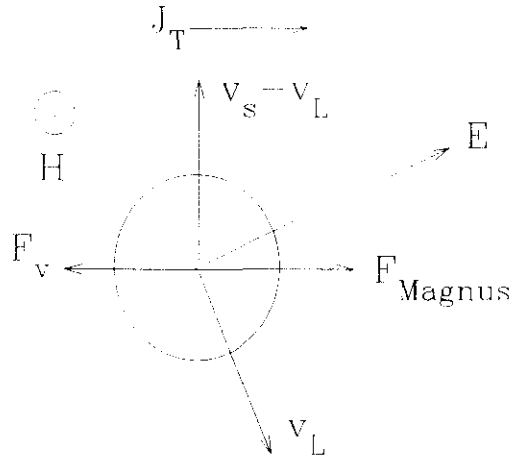


Figura IV.5: Esquema del modelo de Nozières-Vinen.

fuerza de arrastre del vórtice con la expresión

$$\mathbf{F} = n_s e (\mathbf{v}_s - \mathbf{v}_L) \times \Phi_0 / c, \quad (4.5)$$

donde n_s es la densidad de portadores superfluidos y $\mathbf{v}_s = \mathbf{J}_T / n_s e$. Si $\mathbf{F}_V = 0$, los vórtices se moverían con $\mathbf{v}_L = \mathbf{v}_s$ y solo aparecería campo eléctrico Hall, $\mathbf{E} = -\mathbf{J}_T \times \mathbf{H} / e c n_s$, que tiene el mismo signo que el efecto Hall en el estado normal. Este signo no se ve alterado cuando se introduce $\mathbf{F}_V \propto -\mathbf{v}_s$ como fuerza de rozamiento, aunque sí genera una componente en el campo eléctrico paralelo a la corriente. Este modelo deduce la misma expresión para ρ_{xx} que el BS (4.3), pero difieren en ρ_{xy} , que queda

$$\rho_{xy} = (e\tau/m) \rho_N H, \quad (4.6)$$

con lo que $\text{tg}\theta_H$ es independiente del campo magnético.

4.1.3 Factores extrínsecos como origen de la anomalía

Dado que esta anomalía no puede ser explicada por los modelos clásicos de movimiento de vórtices, principalmente porque supone una componente en la velocidad del vórtice antiparalela a la velocidad de los portadores de la supercorriente que es difícil de explicar, se han propuesto varias posibilidades que buscan su origen en factores que

podríamos llamar extrínsecos, es decir, que no están relacionados directamente con la dinámica de vórtices.

Algunos de estos modelos [31,32] basan el origen de la anomalía Hall en efectos termoeléctricos, pero hay buenos argumentos experimentales que los contradicen. Por una parte, los gradientes térmicos que ello implicaría son difíciles de explicar y, más aún, en películas delgadas, en donde el sustrato los reduce mucho más. Por otra parte, está en desacuerdo con la anomalía de ρ_{xy} que aparece en $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-y}$ [21], puesto que predice para este superconductor de tipo electrónico una contribución de los efectos termoeléctricos negativa (igual que para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), es decir, del mismo signo que la contribución Hall del estado normal, cuando lo que se encuentra es un cambio de signo en ρ_{xy} hacia valores positivos.

Otra de las propuestas [33] ha sugerido que el cambio de signo se debe a fluctuaciones térmicas que provocarían la excitación de cuasipartículas y estas, a su vez, podrían arrastrar los vórtices en contra de la corriente. El principal argumento experimental que niega este tipo de tesis es el hecho de que la anomalía se observa en algunos materiales [30] hasta $0.2T_c$, donde difícilmente puede ser explicada por fluctuaciones térmicas. Asimismo, argumentos que basan su explicación en la excitación de pares vórtice-antivórtice [34], se contradicen con medidas de efecto Nernst [35] que muestran que los vórtices que se están moviendo en la región de la anomalía Hall son del mismo signo que el campo aplicado.

Las fuerzas de anclaje sobre los vórtices son el fundamento de otras de las explicaciones [36-39] de la anomalía. Aunque es evidente que el anclaje afecta al movimiento de los vórtices tampoco parece ser el origen del cambio de signo; por ejemplo, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ tienen una anomalía Hall parecida aunque sus fuerzas de anclaje son muy diferentes [40]. Por otro lado, resultados en Mo_3Si [30] y 2H-NbSe_2 [41] donde el anclaje es muy débil o en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ midiendo con corrientes altas [42] para disminuir sus efectos, muestran no solo la existencia de anomalía, sino que parece que se hace mayor cuando los vórtices se mueven más libremente. Asimismo, medidas en $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ irradiado con iones pesados para crear defectos columnares [25] y, así, incrementar el anclaje de una forma controlada, indican que la anomalía disminuye al aumentar los centros de anclaje, llegando a desaparecer.

La estructura laminar dada por los planos de Cu-O, aunque en ningún caso explicaría el cambio de signo en los materiales clásicos, es otro de los orígenes propuestos para la anomalía Hall en los superconductores de alta temperatura [43]. En este modelo el

cambio de signo en ρ_{xy} tendría su causa en una contribución negativa de los segmentos de vórtice entre los planos. Simples argumentos de anisotropía han hecho descartar esta posibilidad [44]. Por otra parte, medidas en multicapas superconductor-aislante (MoGe-Ge) [29] indican que vórtices tipo Josephson no pueden ser la causa. También hay en la literatura propuestas de modelos de dos bandas [45] que explicarían un cambio de signo; la amplia variedad de materiales superconductores en que la anomalía Hall aparece (incluyendo elementos como Nb o V), no apoya este tipo de razonamientos salvo para algún caso muy particular como las aleaciones de In-Pb, en las que los elementos constituyentes tienen contribuciones Hall de signo contrario en el estado normal.

4.1.4 El efecto Hall en las ecuaciones de Ginzburg-Landau dependientes del tiempo.

Ante esta "tozudez" de los resultados experimentales en contradecir las predicciones de los modelos teóricos, es importante conocer las consecuencias que se derivan para el movimiento de vórtices a partir de las ecuaciones de Ginzburg-Landau dependientes del tiempo, es decir, de la teoría fenomenológica general de la superconductividad y que incluye la dinámica de vórtices. Uno de los trabajos más completos en este sentido es el llevado a cabo por Dorsey [46], que hace un estudio sistemático del movimiento de un solo vórtice que incluye el del efecto Hall que genera. En resumen, se parte de la ecuación de movimiento para el parámetro de orden superconductor $\psi(\mathbf{r}, t)$

$$\hbar[\partial_t + i \frac{\mu^s}{\hbar}] \psi = -\Gamma \frac{\delta H}{\delta \psi^*}, \quad (4.7)$$

donde el hamiltoniano es

$$H = \int d^3r \left[\frac{\hbar^2}{2m} \left| \nabla - i \frac{\hat{e}}{\hbar} \mathbf{A} \right| \psi \right|^2 + a(T) |\psi|^2 + \frac{b}{2} |\psi|^4 + \frac{1}{8\pi} (\nabla \times \mathbf{A})^2 \right], \quad (4.8)$$

siendo \mathbf{A} el potencial vector, m la masa efectiva del par de Cooper, $\hat{e}=2e$, $a(T)=a_0(T/T_c-1)$ y $\Gamma=\Gamma_1+i\Gamma_2$ representa un ritmo de relajación complejo sin dimensiones. μ^s es el potencial químico total dado por

$$\mu^s = \mu + \hat{e} \Theta + \frac{\delta H}{\delta n_s}, \quad (4.9)$$

en donde μ es el potencial químico, Θ el eléctrico, $n_s = |\psi|^2$ es la densidad de los portadores superfluidos y $\delta H/\delta n_s$ es la contribución cinética.

Si se considera que $(\delta H/\delta n_s)\psi \approx \delta H/\delta \psi^*$ y se define un tiempo de relajación del parámetro de orden sin dimensiones

$$\gamma \equiv \gamma_1 + i \gamma_2 = \frac{\Gamma_1 + i(1 + \Gamma_2)}{\Gamma_1^2 + (1 + \Gamma_2)^2}, \quad (4.10)$$

la ecuación de movimiento queda

$$\hbar \gamma \left[\partial_t + i \frac{\partial}{\hbar} \left(\Theta + \frac{\mu}{\partial} \right) \right] \psi - \frac{\hbar^2}{2m} \left[\nabla + i \frac{\partial}{\hbar} A \right]^2 \psi + |a| \psi - b |\psi|^2 \psi. \quad (4.11)$$

Esta ecuación se resuelve para $H \geq H_{C1}$, es decir, para el límite de un solo vórtice, con solución

$$\mathbf{J}_T \times \mathbf{e}_z = (\alpha_1 \kappa \mathbf{v}_L + \alpha_2 \kappa \mathbf{v}_L \times \mathbf{e}_z)/2 \quad (4.12)$$

donde $\kappa = \lambda/\xi$ es el parámetro de Ginzburg-Landau, las constantes α_1 y α_2 son integrales espaciales de los potenciales y de la función de onda, se ha supuesto el campo magnético aplicado en la dirección del eje z y ciertas magnitudes están en unidades reducidas. Haciendo uso de la relación (4.1) y recuperando las unidades convencionales (sistema *cgs*), los expresiones para las conductividades longitudinal y Hall quedan

$$\sigma_{xx} = \frac{2m}{\hbar} \frac{\alpha_1}{8\pi\kappa^2} \frac{H_{C2}}{B} \quad (4.13)$$

$$\sigma_{xy} = \frac{2m}{\hbar} \frac{\alpha_2}{8\pi\kappa^2} \frac{H_{C2}}{B}, \quad (4.14)$$

con lo que el ángulo Hall, $\text{tg}\Theta_H = \alpha_2/\alpha_1$, es independiente del campo magnético.

A la vista de estos resultados, el posible cambio de signo en el efecto Hall estará determinado por el comportamiento de α_2 , cuya expresión general es (4.15)

$$\alpha_2 = -\frac{\gamma_2}{2} I(\xi_v/\zeta) - \frac{\zeta}{\xi_v} \frac{K_0(\xi_v/\zeta)}{K_1(\xi_v/\zeta)} \left[\gamma_2 + \frac{1}{\kappa^2} \sigma_{xy}^{(n)}(0) \right] + \frac{1}{\kappa} \sigma_{xy}^{(n)}(0) h_0(0),$$

donde K_0 y K_1 son las funciones de Bessel modificadas, I es proporcional a una integral espacial de K_1 , $h_0(0)$ es el campo en el centro del vórtice, $\sigma_{xy}^{(n)}(0)$ es la conductividad Hall en estado normal para un campo igual a h_0 , $\zeta = (\sigma_{xy}^{(n)}/\gamma_1)$ y ξ_v es un parámetro que mide la longitud de recuperación del parámetro de orden en el vórtice. Este coeficiente α_2 se puede escribir en el límite sucio como (4.16)

$$\alpha_2 = -0.178 \gamma_2 - 0.258 \left[\gamma_2 + \frac{2\pi\hbar}{m} \sigma_{xy}^{(n)}(0) \right] + \frac{\pi\hbar}{m} \ln(\kappa) \sigma_{xy}^{(n)}(0) \frac{h_0(0)}{-H_{C1}} .$$

Como podemos ver en las expresiones (4.15) y (4.16) el signo de α_2 depende del valor que tome la parte imaginaria del tiempo de relajación del parámetro de orden γ_2 . En el caso de un efecto Hall positivo en estado normal, parece que si $\gamma_2 > 0$ puede haber la posibilidad de que α_2 sea negativa y, por lo tanto, haya cambio de signo. En realidad, es difícil de saber si esto es así, pues γ_2 depende de la estructura electrónica detallada del material [47,48], pero estos resultados indican que, efectivamente, puede ser la propia dinámica de los vórtices la causante de este anómalo cambio de signo en el efecto Hall. Modificaciones posteriores de estos resultados [49] y análisis similares [48,50] continúan dejando abierta esta posibilidad. Otra importante consecuencia que se deriva de este tipo de resultados es que, en ciertos casos, la conductividad Hall puede ser una magnitud más adecuada que la resistividad para entender el cambio de signo, dado el carácter aditivo de sus términos (aunque el signo de ambas magnitudes es, naturalmente, siempre el mismo).

4.2 Relaciones de escala entre la resistividad longitudinal y la resistividad Hall.

Constatado el hecho de que el cambio de signo en ρ_{xy} no puede ser comprendido en base a los modelos teóricos clásicos, que hay buenos argumentos en contra de propuestas de origen extrínseco, y que existe la posibilidad de que sea en la propia dinámica de los vórtices en donde se halle su explicación, una forma muy conveniente de atacar este problema es buscar relaciones de escala, bien entre ρ_{xy} en su región de valores negativos y otras magnitudes como ρ_{xx} cuyo comportamiento se entiende mejor, o bien en los parámetros fenomenológicos característicos de la anomalía. Este tipo de análisis es el que hemos llevado a cabo en nuestras láminas delgadas orientadas eje-c.

4.2.1 Relaciones de escala en función del campo magnético.

a) *Los campos característicos.*

Recordando el comportamiento típico de $\rho_{xy}(H)$ representado en la figura IV.2, veíamos que hay dos valores de campo magnético que lo caracterizan. H_p , valor a partir del cual se empieza a detectar señal negativa, se ha asociado [12] a la línea de irreversibilidad que aparece en el estado mixto de estos superconductores y, como ocurre con la definida a partir de la resistividad longitudinal, depende de la estructura de defectos de cada muestra como corresponde a un desanclaje de vórtices. Por su parte, H_m es el campo en el que $\rho_{xy}(H)$ tiene el mínimo, es decir, el campo para el que la anomalía Hall es máxima, por lo que es interesante conocer su dependencia con la muestra.

En la figura IV.6 (a) representamos la evolución del cambio de signo en $\rho_{xy}(H)$ al variar la temperatura; como se puede ver la amplitud de la anomalía cambia con la temperatura, disminuyendo cuando T se acerca a T_c y a $0.9T_c$. Por su parte, H_m también varía con T , creciendo a medida que baja la temperatura. Si representamos (figura IV.6 (b)), en función de la temperatura reducida, los valores de este campo H_m de nuestras películas y de otras muestras de la literatura, nos encontramos con un resultado bastante significativo. A pesar de la variedad de muestras, que incluye monocristales, distintas tierras raras en el material y películas crecidas sobre diferentes tipos de sustratos, estos campos parecen tener una misma dependencia con T (aproximadamente lineal), que define una región bastante estrecha en el diagrama de fases (H, T) , y revelando así un origen común para la anomalía de todas ellas.

b) *Una teoría hidrodinámica.*

Por otra parte, puede ser muy interesante intentar comprender el comienzo de la disipación Hall cuando $H \geq H_p$. Si esta señal negativa está producida por el propio movimiento de los vórtices, debe estar muy relacionada con el comportamiento de ρ_{xx} en esta misma región de campos que se entiende bien en base a modelos de dinámica de vórtices; por ello, es importante buscar relaciones de escala entre ambas magnitudes. Desde el punto de vista teórico, se ha propuesto [54], partiendo de una descripción hidrodinámica general del movimiento de vórtices, que ρ_{xy} y ρ_{xx} deben escalar.

Esta teoría parte de la ecuación de equilibrio en un vórtice moviéndose en estado estacionario

$$\eta \mathbf{v}_L + \alpha \mathbf{v}_L \times \mathbf{n} = (\Phi_0/c) \mathbf{J}_T \times \mathbf{n} \quad (4.17)$$

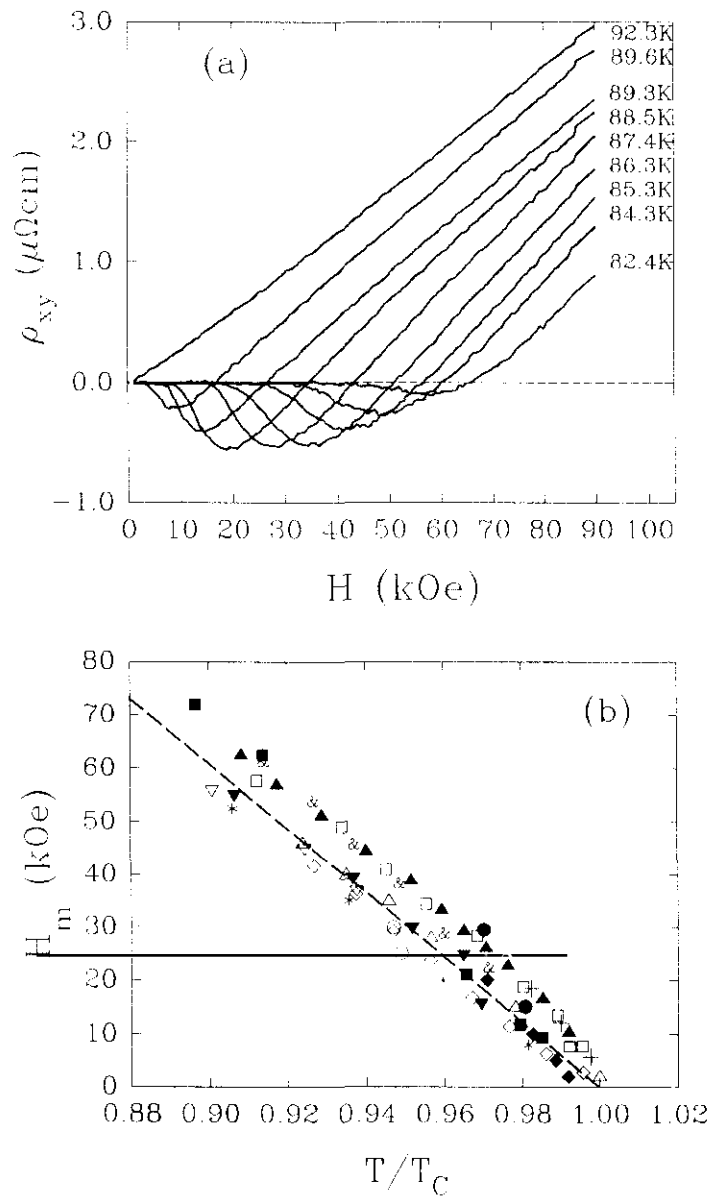


Figura IV.6: (a) $\rho_{xy}(H)$ a varias temperaturas de una película orientada eje-c con $T_C = 90\text{K}$. (b) Campo del mínimo H_m en función T/T_C de varias muestras superconductoras de la familia 123: ∇ , $\&$ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$; \bullet , \circ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$; \blacktriangledown $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{LaAlO}_3(100)$; \blacksquare , \square $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$; $*$ monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [17]; \diamond monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [18]; \blacklozenge película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [21]; $+$ película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [35]; \triangle monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [51]; \blacktriangle lámina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [52]; --- referencia 53.

donde, \mathbf{v}_L es la velocidad del fluxoide, $\eta = -\mathbf{F}_V/\mathbf{v}_L$ es el coeficiente de viscosidad, \mathbf{n} es el vector unitario en la dirección del campo magnético, y el coeficiente $\alpha(H,T)$ es una función dependiente de la microestructura y que determina el valor y el signo del ángulo Hall, pues en este modelo teórico $\text{tg}\Theta_H = \alpha/\eta$. Esta ecuación tiene como solución

$$[1 + (\alpha/\eta)^2] \eta \mathbf{v}_L = (\Phi_0/c) \mathbf{J}_T \times \mathbf{n} + (\Phi_0/c) (\alpha/\eta) \mathbf{J}_T . \quad (4.18)$$

Si se añaden fuerzas sobre el vórtice provenientes del anclaje \mathbf{F}_A , de las fluctuaciones térmicas \mathbf{F}_T y de la interacción entre los vórtices \mathbf{F}_L , la ecuación de equilibrio en el fluxoide i -ésimo queda

$$\eta \mathbf{v}_L + \alpha \mathbf{v}_L \times \mathbf{n} = (\Phi_0/c) \mathbf{J}_T \times \mathbf{n} + \mathbf{F}_{A,i} + \mathbf{F}_{T,i} + \mathbf{F}_{L,i} ; \quad (4.19)$$

promediando sobre todos los vórtices esta ecuación se simplifica,

$$\eta \mathbf{v} + \alpha \mathbf{v} \times \mathbf{n} = (\Phi_0/c) \mathbf{J}_T \times \mathbf{n} + \langle \mathbf{F}_{A,i} \rangle_i , \quad (4.20)$$

donde \mathbf{v} es la velocidad media de los vórtices. Considerando una fuerza de anclaje promedio del tipo $\langle \mathbf{F}_{A,i} \rangle = -\gamma(\mathbf{v})\mathbf{v}$, se llega a una solución del tipo de la (4.18) para \mathbf{v} :

$$\mathbf{v} = (1/\chi(\mathbf{v})) (1 + (\alpha/\chi(\mathbf{v})))^{-1} (\mathbf{F}_L - (\alpha/\chi(\mathbf{v})) \mathbf{F}_L \times \mathbf{n}) , \quad (4.21)$$

donde \mathbf{F}_L es la fuerza de Lorentz (4.2) y $\chi(\mathbf{v}) = \eta + \gamma(\mathbf{v})$ es el coeficiente de viscosidad renormalizado por el anclaje. Mediante la relación de Josephson (4.1) y teniendo en cuenta que el ángulo Hall es pequeño, se obtienen las componentes del campo eléctrico,

$$E_{xx} \approx [H\Phi_0/c^2\chi(\mathbf{v})]J_T , \quad E_{xy} \approx [\alpha H\Phi_0/c^2\chi^2(\mathbf{v})]J_T , \quad (4.22)$$

con lo que la relación entre ρ_{xy} y ρ_{xx} que se deriva es

$$\rho_{xy} = \rho_{xx}^2 \frac{c^2 \alpha}{H\Phi_0} . \quad (4.23)$$

Por lo tanto, esta teoría predice que, si la señal Hall está causada por el movimiento de vórtices que sufren fuerzas de anclaje, hay un escalaje cuadrático entre ambas magnitudes, independientemente de que haya cambio de signo, hecho que debe ir asociado a la dependencia del parámetro α con la microestructura. Pero además, hay otra importante consecuencia [54] que se deriva de estos resultados; como $\rho_{xx} \gg \rho_{xy}$, la conductividad Hall queda $\sigma_{xy} \approx (\rho_{xy}/\rho_{xx}^2) = (c^2\alpha/H\Phi_0)$, por lo que debe ser independiente del anclaje, ya que en esta expresión no aparece el coeficiente $\gamma(\mathbf{v})$ correspondiente a la fuerza de anclaje.

c) Relaciones entre ρ_{xy} y ρ_{xx} : resultados experimentales.

Siguiendo estas indicaciones teóricas y considerando que, en el inicio de la disipación, la dependencia de $\alpha(H, T)$ con el campo magnético es mucho más suave que las de $\rho_{xx}(H, T)$ y $\rho_{xy}(H, T)$ [54], hemos comprobado en medidas isotermas si, efectivamente, hay una ley de escala $\rho_{xy} \propto \rho_{xx}^n$ con exponente $n=2$ [55]. En la figura IV.7 se representa en escala logarítmica, teniendo en cuenta la dependencia predicha en la expresión (4.23), $|\rho_{xy}|H$ frente a ρ_{xx} a temperatura constante, para una de nuestras películas. Se puede observar claramente que hay una región lineal en el rango de baja resistividad, cuya pendiente nos proporciona el exponente $n = 1.4 \pm 0.1$. Cuando el campo se acerca al valor H_m el escalaje deja de verse debido, probablemente, a que ya no se puede despreciar la variación de $\alpha(H, T)$ con H , variación que, posteriormente, conduce al cambio de signo. Por otra parte, conviene comentar que el pico que aparece en la gráfica es artificial, se debe a haber tomado el valor absoluto de ρ_{xy} y corresponde al punto en que esta magnitud cambia de signo.

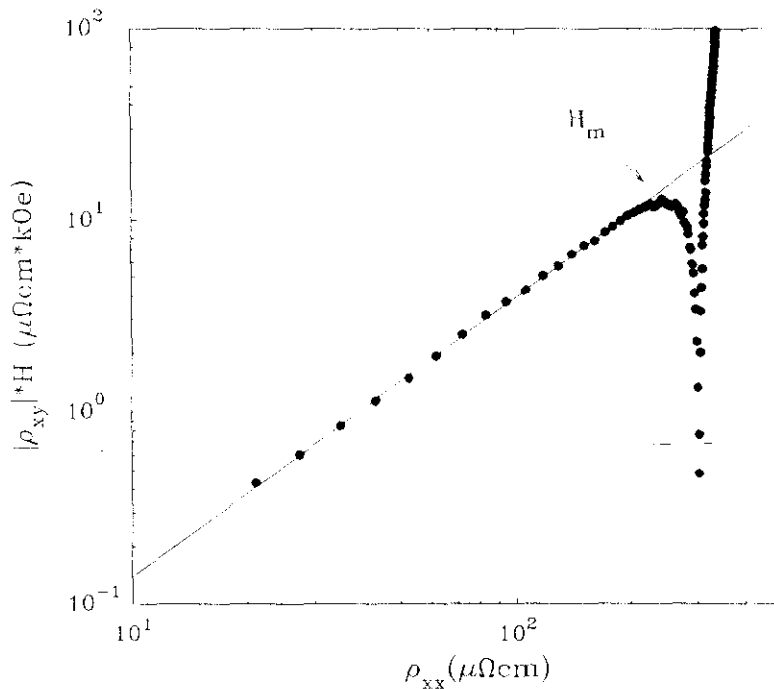


Figura IV.7: Representación logarítmica de $|\rho_{xy}(H)| \cdot H$ frente a $\rho_{xx}(H)$, a $T=86.3$ K, de una película eje-c. La recta, que indica el ajuste en el inicio de la disipación, tiene pendiente $n=1.4 \pm 0.1$. Se indica también la posición de H_m .

Si hacemos esta misma representación (gráfica IV.8) para medidas tomadas a distintas temperaturas en otra lámina delgada, encontramos que también hay una relación de escala en el inicio de la disipación de la que, en este caso, deducimos un exponente $n = 1.0 \pm 0.1$. Como vemos, este exponente es independiente de la temperatura, aunque sí varía de muestra a muestra y, sobre todo, se aleja de valor predicho por la teoría, lo que pone en duda su carácter universal.

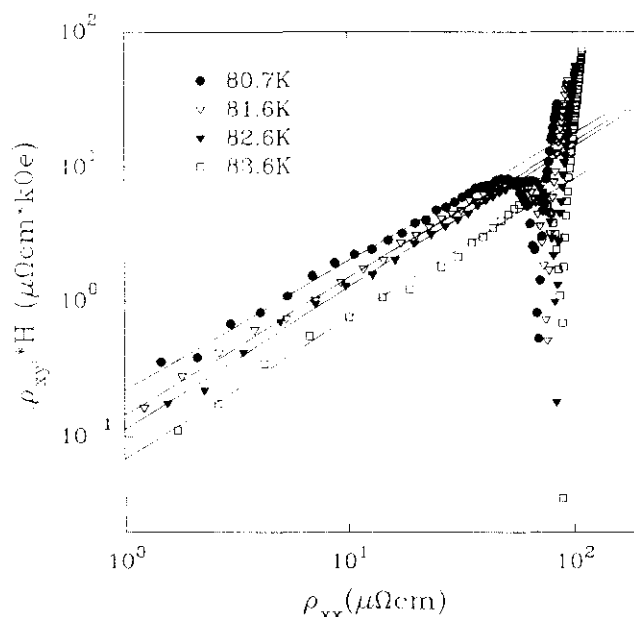


Figura IV.8: $|\rho_{xy}(H)| \cdot H$ vs $\rho_{xx}(H)$ en escala logarítmica y para varias temperaturas en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$. El exponente que se obtiene es $n = 1.0 \pm 0.1$.

Dejando para más tarde la discusión acerca del valor concreto del exponente, es importante que entendamos las consecuencias que tiene, sobre la anomalía Hall, el hecho de que haya esta ley de escala. Su existencia nos indica que ambas magnitudes, ρ_{xx} y ρ_{xy} , tienden a anularse en el mismo punto, es decir, deben de tener el mismo origen. Esto implica que, efectivamente, la señal Hall negativa está producida por el movimiento de vórtices, esto es, la velocidad de los vórtices tiene una componente en sentido contrario a la corriente de transporte, al menos en el comienzo de la disipación. Si esta conclusión es correcta, o sea, si hay una contribución Hall negativa debida a los fluxoides, conviene preguntarse qué

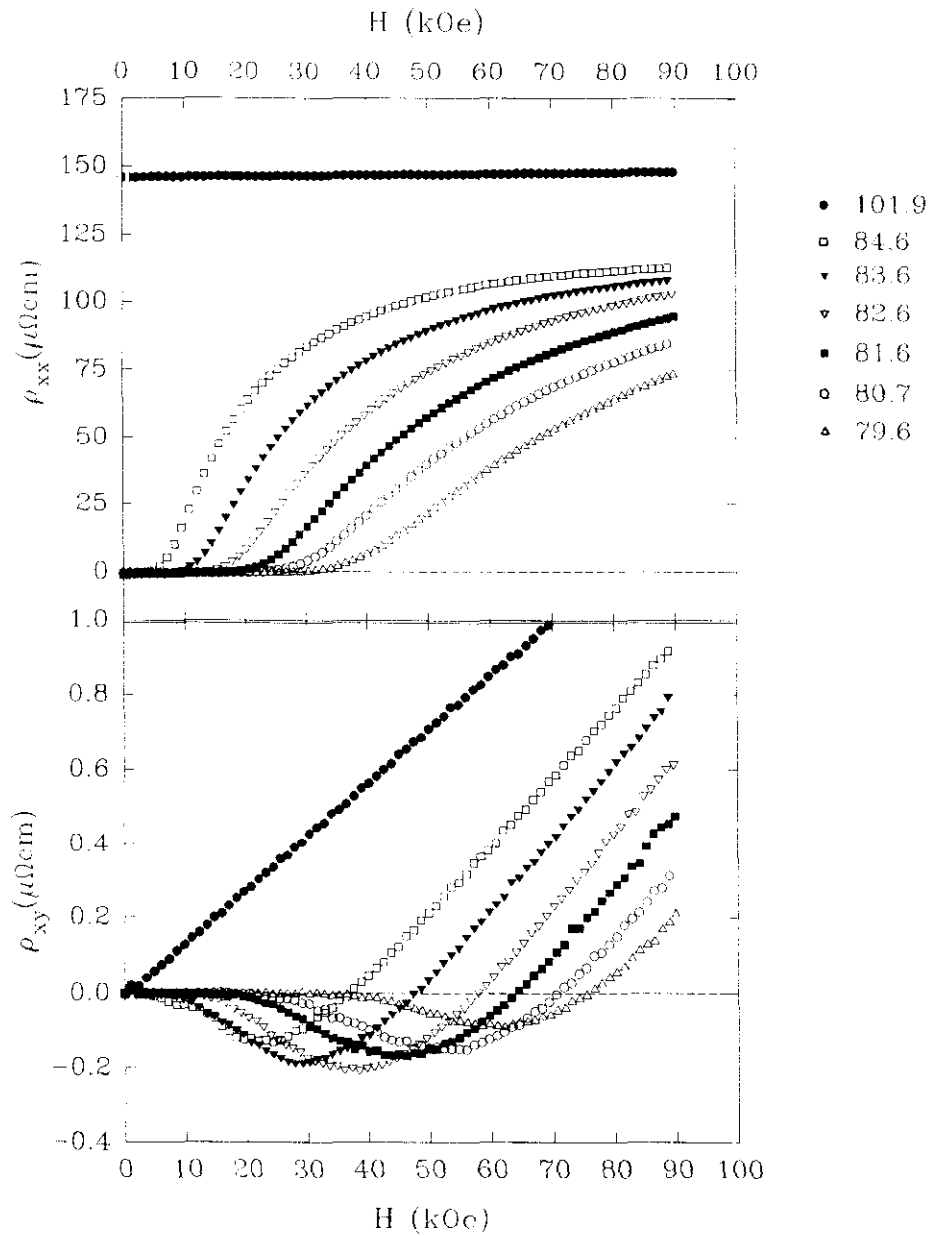


Figura IV.9: $\rho_{xx}(H)$ y $\rho_{xy}(H)$ a varias temperaturas constantes en una película orientada eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con $T_C=87.1$ K.

sucede en casos como el representado en la figura IV.3, en donde no se detectaba cambio de signo en ρ_{xy} . En las figuras IV.9 y IV.10 hemos representado, para varias temperaturas, tanto la resistividad Hall como la longitudinal en dos películas; una de las cuales no muestra el anómalo cambio de signo en $\rho_{xy}(H)$. Al comparar ambos comportamientos encontramos

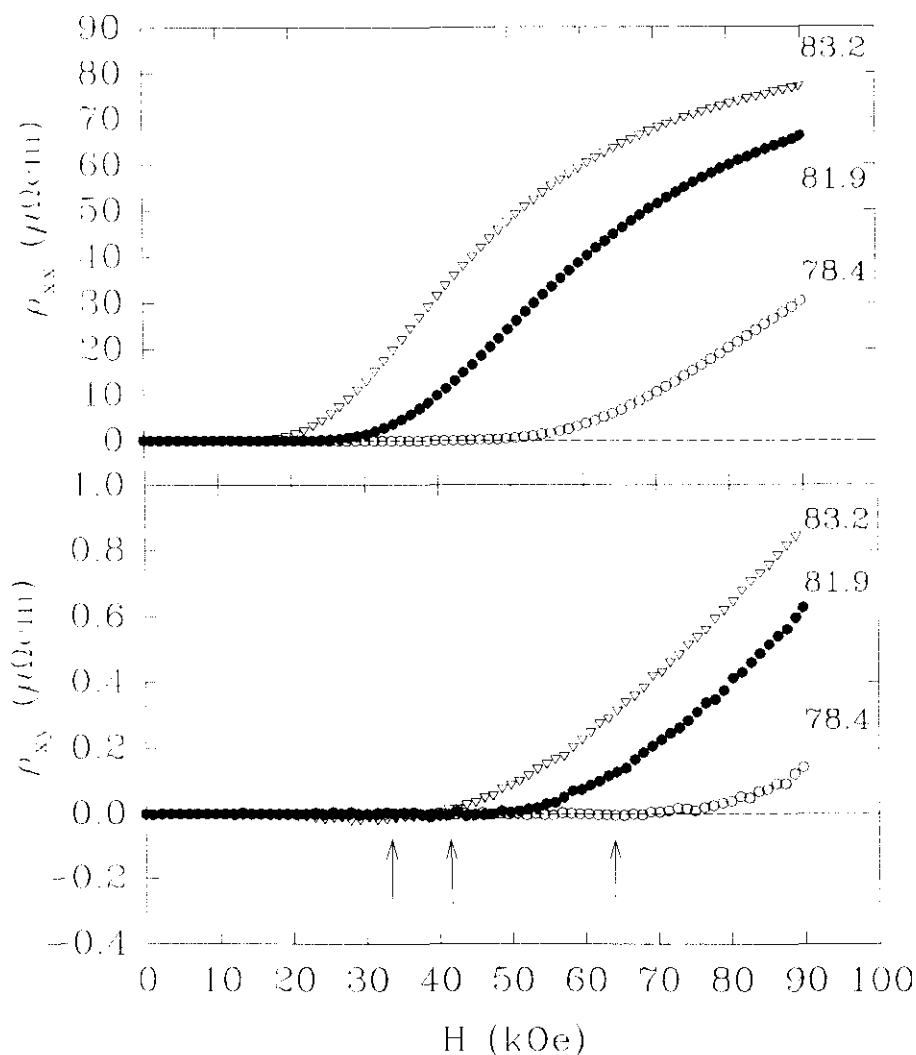


Figura IV.10: Resistividades longitudinal y Hall en función del campo magnético, a varias temperaturas, de una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($T_c=88$ K) en la que no se observa la anomalía. Las flechas indican donde debería estar el campo H_m deducido de la correlación de la figura IV.6(b) para cada temperatura.

que, además de la existencia o no de anomalía, hay otra diferencia muy significativa; mientras que en la muestra que tiene valores negativos de la resistividad Hall comprobamos que el campo magnético para el cual comienza la disipación en $\rho_{xy}(H)$ coincide con el de $\rho_{xx}(H)$ (a los que llamaremos H_{py} y H_{px} respectivamente), no ocurre lo mismo con la película

que no presenta la anomalía. En este segundo caso se puede ver, claramente, que $H_{py} > H_{px}$, con lo que no es posible el escalaje entre ambas resistividades. Es un hecho muy interesante que si calculamos de forma aproximada, a partir de la correlación que encontramos en la figura IV.6 (b), los valores del campo magnético H_m que corresponderían para esta muestra en caso de que también tuviese cambio de signo (indicados con flechas en la figura IV.10 para las distintas temperaturas), se cumple que $H_{py} > H_m > H_{px}$. Es decir, parece que, cuando no se detecta la anomalía Hall negativa que creemos se debe al movimiento de los vórtices, sí que se "le guarda el sitio", lo que puede ser debido a que $\alpha(H, T)$, que relaciona ρ_{xx} y ρ_{xy} en el inicio de la disipación y que depende de la microestructura [54], se haya anulado (o se haya hecho muy pequeña) en esa región.

Retomando el comentario acerca del valor de n en la ley de escala, conviene señalar que la variación en este exponente de muestra a muestra que hemos encontrado en nuestros ajustes a temperatura constante y en función de H , está de acuerdo con la dispersión de valores que se encuentra en la literatura en ajustes realizados a campo magnético constante y en función de T [18,25,53,56,57]. En estos casos en los que varía la temperatura se obtienen exponentes mayores (alrededor de $n=1.8$), es decir, la dependencia funcional entre $\rho_{xx}(H, T)$ y $\rho_{xy}(H, T)$ en el inicio de la disipación no parece ser la misma variando H que variando T . Estos hechos parecen confirmar que la existencia de la ley de escala entre ambas resistividades es, sólo, la manifestación de que ambas magnitudes dejan de ser nulas a la vez tanto en campo como en temperatura (esto es, sus líneas de irreversibilidad coinciden). Sin embargo, el exponente del escalaje parece que viene dado por la forma funcional particular en la que ρ_{xx} y ρ_{xy} tiendan hacia cero en cada muestra concreta (y que no tienen por qué ser iguales en H que en T), con lo que estaría en cuestión que hubiese una ley de escala universal con $n=2$.

Por otra parte, resulta muy conveniente hacer una representación de la conductividad Hall ($\sigma_{xy} \approx \rho_{xy}/\rho_{xx}^2$) en función del campo magnético (gráfica IV.11). Como vemos, presenta un crecimiento muy abrupto en el comienzo de la disipación (parece que diverge), indicando que $|\rho_{xy}|$ tiende a cero más lentamente que ρ_{xx}^2 , lo que, de nuevo, muestra las dudas acerca del exponente $n=2$. Un resultado similar se obtiene midiendo en función de T [58].

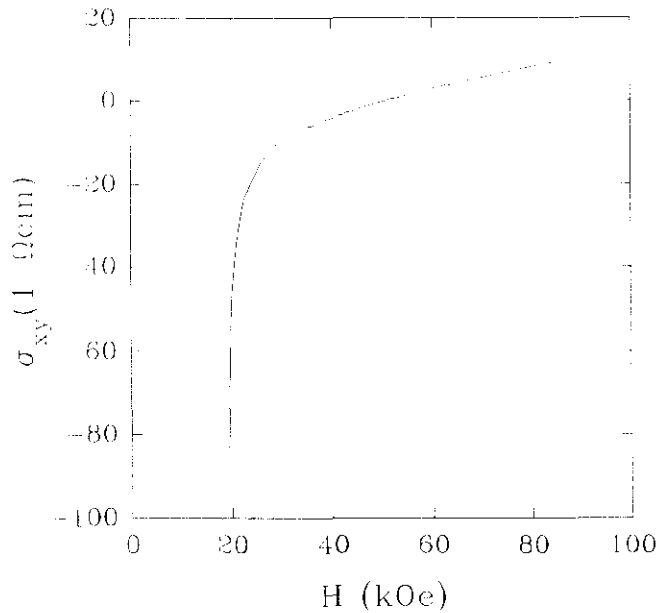


Figura IV.11: Conductividad Hall de una película orientada eje-c a $T=86.5$ K.

4.2.2 Relaciones de escala en función de la corriente. Curvas características

a) Diagrama de fases y curvas I - V

Dado que los resultados experimentales parecen ir en el camino de que el movimiento de los fluxoides es el origen del efecto Hall negativo (aunque se desconoce su relación analítica), cabe preguntarse si esta anomalía es propia o no de algún régimen concreto de la dinámica de vórtices. Es un hecho bien conocido, como ya se mencionaba en el capítulo 1, que el diagrama de fases fenomenológico en el plano (H, T) del estado mixto de estos materiales superconductores (figura IV.12) es muy complicado [59]; incluyendo una transición (en $H_c(T)$) que separa una fase de *vidrio de vórtices* en la que $\rho(J \rightarrow 0) \rightarrow 0$, de otra fase de *líquido de vórtices* cuya dinámica está gobernada por el anclaje y la activación térmica. Por todo ello, resulta muy interesante llevar a cabo medidas de curvas características I - V en nuestras películas, tanto de la componente Hall como de la componente longitudinal, y en distintos puntos del diagrama de fases para ver cómo la dinámica de vórtices afecta a la anomalía Hall en cada uno de ellos.

Por otro lado, se podría pensar que las relaciones de escala entre ρ_{xx} y ρ_{xy} , anteriormente comentadas, podían estar alteradas por una dependencia del factor de

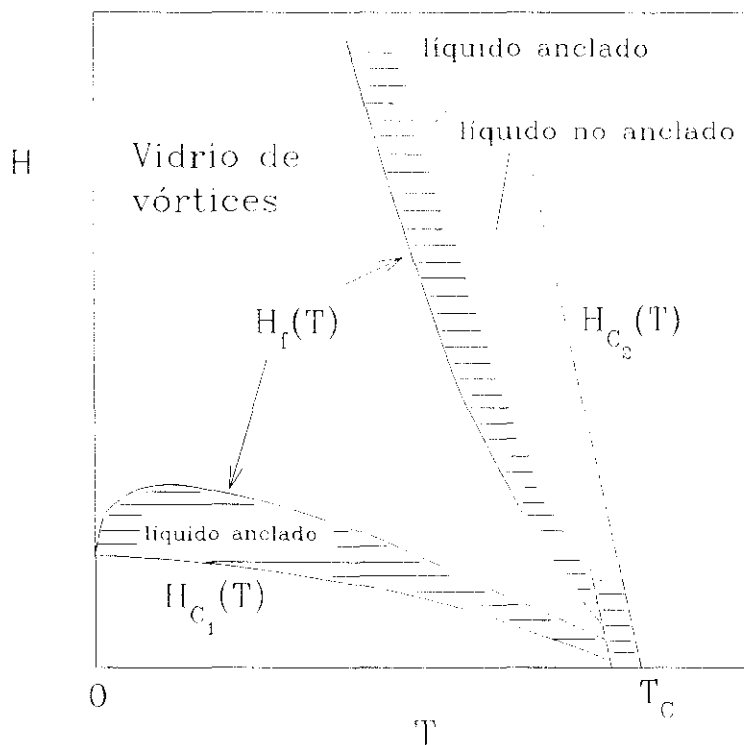


Figura IV.12: Diagrama de fases fenomenológico de los superconductores de alta temperatura, que incluye los efectos debidos a las fluctuaciones y al anclaje. $H_f(T)$ indica la transición *vidrio-líquido* de vórtices. (Tomado de la referencia 59).

proporcionalidad $\alpha(H, T)$ con el campo magnético mucho mayor de lo esperado. Como la medida de cada curva $I-V$ se realiza a temperatura y campo magnético constantes, también pueden aportarnos mayor información y claridad a este respecto.

En primer lugar, hemos medido las curvas $I-V$ (empleando el método descrito en el apartado 2.4.2), a una temperatura constante y en la cual se observa el cambio de signo en $\rho_{xy}(H)$, para los distintos valores del campo magnético que puedan corresponder a diferentes comportamientos del movimiento de vórtices, según se indica en la figura IV.13(a); se han obtenido, simultáneamente, los resultados correspondientes tanto al voltaje Hall como al longitudinal. En las curvas características de la componente longitudinal se aprecian básicamente dos comportamientos muy distintos (gráfica IV.13(b)); por una parte, hay curvas que reflejan un comportamiento óhmico del material (es decir, en la escala logarítmica en la que está representada la gráfica para apreciar todo el rango de medida, son rectas con

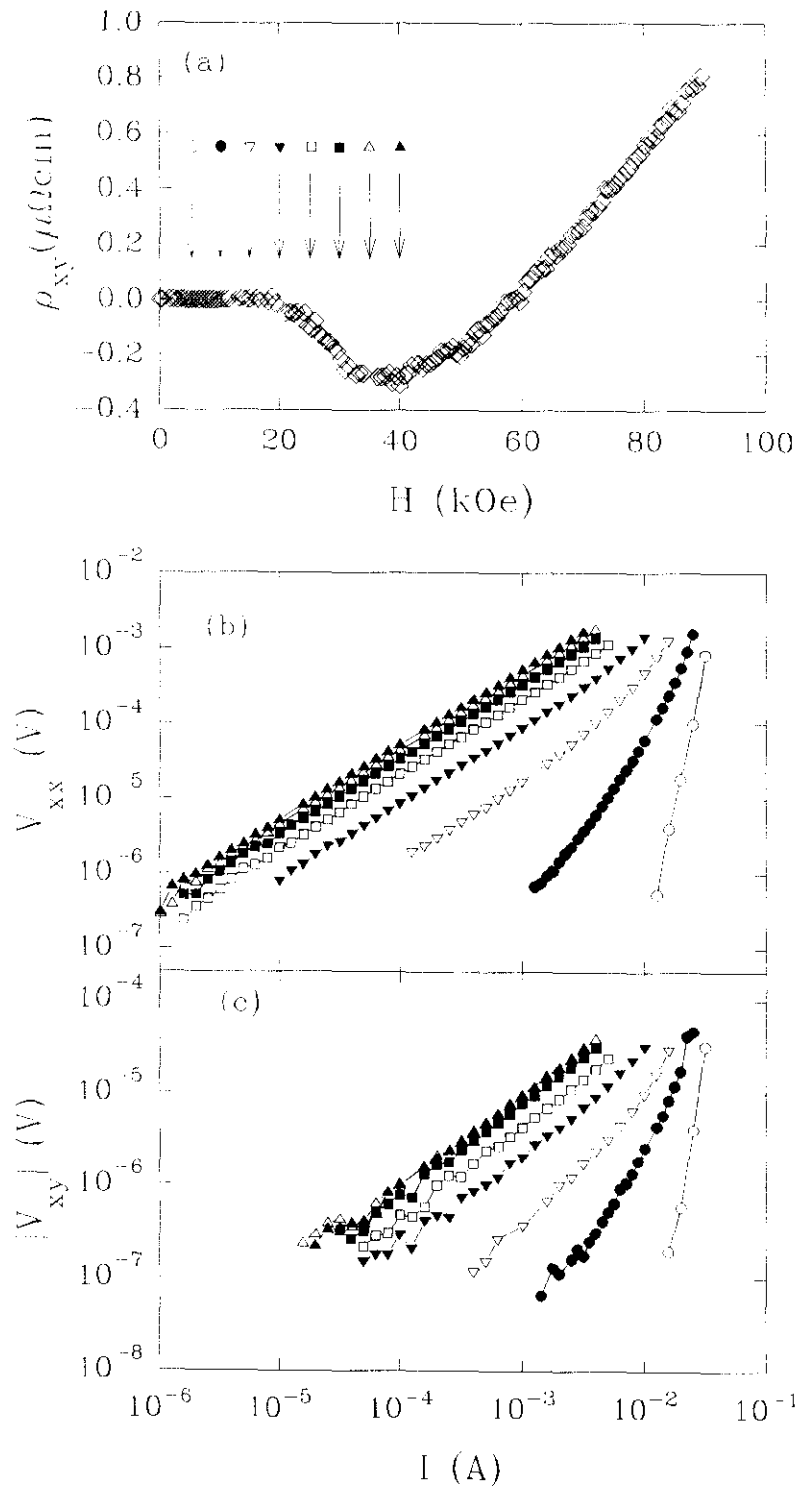


Figura IV.13: (a) $\rho_{xy}(H)$ a temperatura constante ($t=T/T_c=0.94$) de una lámina eje-c de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con $T_c=87.5$ K. Las flechas indican los campos magnéticos en los que se han medido las curvas características y su símbolo correspondiente (de 5 a 40 kOe cada 5 kOe). (b) Curvas I - V de la componente longitudinal. (c) Curvas I - V de la componente Hall.

pendiente $m=1$), al menos, en un rango bastante amplio de corrientes. Por otro lado, aparecen, a campo magnético más bajo, curvas que no son óhmicas, sino que indican una variación de tipo potencia; así, por ejemplo, se pasa de $V \propto I$ ($H=40$ kOe) a $V \propto I^b$ ($H=5$ kOe). Se ha mostrado [60,61] que ambos tipos de dependencias pueden ser escalados en dos curvas universales, de acuerdo con la transición de fase *líquido-vidrio* propuesta para la red de vórtices [62].

Por lo que respecta a los resultados del voltaje Hall (figura IV.13(c)), el primer hecho significativo es que siempre tiene signo negativo, cualquiera que sea el régimen de movimiento de la red de vórtices en los puntos estudiados del diagrama de fases (H, T). En cuanto a la dependencia concreta de las curvas $I-V$, vemos que muestra también los dos tipos de comportamiento (y en los mismos rangos de campo magnético) que el voltaje longitudinal. Ello parece estar de acuerdo con la idea teórica [63] de que la transición de *vidrio de vórtices* ha de verse también en la contribución Hall, si es que esta se produce por la propia dinámica de vórtices. En consonancia con este hecho, hay que señalar que se ha encontrado [56], en curvas $I-V$ medidas a distintas temperaturas en láminas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, una ley de escala del campo Hall con exponentes críticos similares a los correspondientes a la resistividad longitudinal, lo que es reflejo de la transición de fase de segundo orden que supone la transición de *vidrio de vórtices*.

b) Resistividad Hall y resistividad longitudinal

Una manera bastante adecuada y, quizás, más clara de ver que las señales Hall y longitudinal están muy relacionadas, es transformando los voltajes de las curvas $I-V$ en resistividades (figura IV.14). Como se puede apreciar, $\rho_{xy}(J)$ y $\rho_{xx}(J)$ parecen tener muchas cosas en común para cada valor de H ; a campos altos (por ejemplo, $H=40$ kOe) ambas magnitudes permanecen constantes en todo el rango de intensidades medido (son óhmicas), como corresponde a un movimiento libre de los vórtices (*flux flow*). Cuando H se encuentra en valores intermedios (p. ej., $H=15$ kOe), ρ_{xx} permanece constante a bajas corrientes pero crece al subir I , lo que refleja una dinámica tipo *flux creep* precedido de *TAFF*; ρ_{xy} parece sufrir el mismo comportamiento en este intervalo. Asimismo, en la región correspondiente al *vidrio de vórtices* ($H=5$ kOe), las dos resistividades también muestran un comportamiento bastante paralelo. Ante tales semejanzas entre ρ_{xy} y ρ_{xx} , es el momento de volver a plantearse la existencia de una relación de escala entre ambas magnitudes. En la gráfica IV.15 hemos representado ρ_{xy} frente a ρ_{xx} para todas y cada una de las curvas $I-V$ medidas a la misma

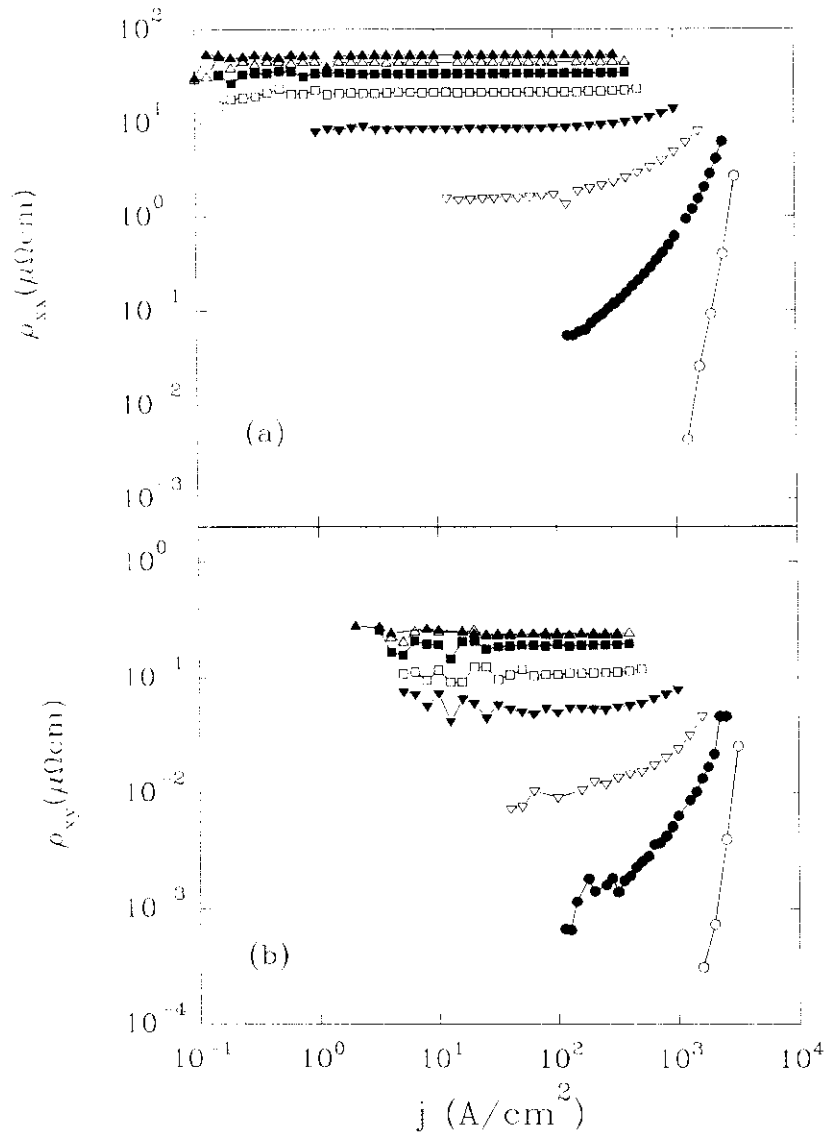


Figura IV.14: (a) Resistividad longitudinal y (b) resistividad Hall en función de la densidad de corriente. (Ambas deducidas a partir de las curvas I - V representadas en la figura IV.13 ($t=0.94$); los símbolos guardan la misma nomenclatura).

temperatura; vemos que parecen escalar en una misma curva que tiene una región lineal considerable en la que $\rho_{xy} \propto \rho_{xx}^n$ con $n=0.9 \pm 0.1$; exponente que es algo menor del que se obtiene a partir de los barridos en campo magnético ($n=1.2 \pm 0.1$) y, de nuevo, muy distinto de $n=2$.

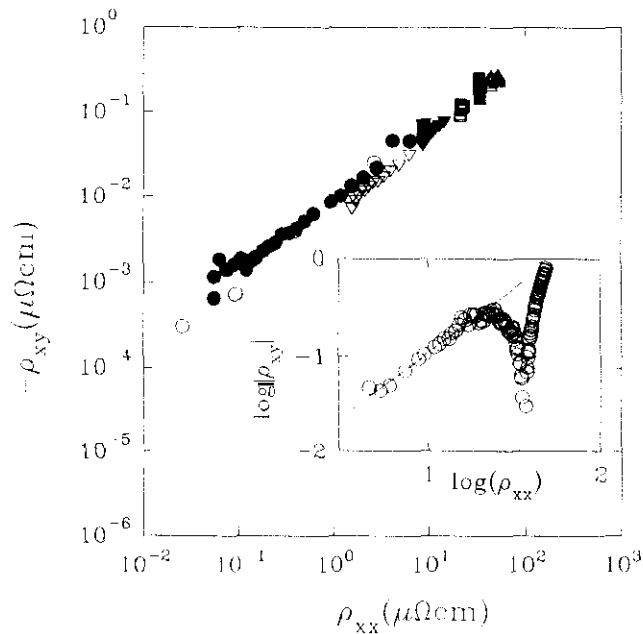


Figura IV.15: $\rho_{xy}(J)$ vs $\rho_{xx}(J)$ a partir de los datos de la figura IV.14 ($t=0.94$). Los puntos parecen situarse sobre una recta de pendiente $n=0.9$. Recuadro: $|\rho_{xy}(H)|$ vs $\rho_{xx}(H)$ a esta misma temperatura; la recta en la región lineal tiene pendiente $n=1.2$.

Todos estos argumentos vienen a confirmar que, efectivamente, la contribución Hall de la red de vórtices en este material, independientemente de si se encuentra en estado de *vidrio* o en estado de *líquido* más o menos activado térmicamente, es negativa; no obstante, su amplitud, al igual que ocurre con la longitudinal, viene determinada por el régimen de movimiento de los fluxoides en que nos encontremos.

c) Cambio de signo en función de la corriente.

Resulta muy interesante realizar las medidas de las curvas I - V en un rango aún mayor de corrientes, pues permite entender mejor la competencia entre la contribución Hall de los vórtices y la correspondiente al estado normal del material. El poder trabajar con mayores densidades de corriente es posible gracias al empleo de un método pulsado (descrito en el apartado 2.4.2) que evita efectos de calentamiento, como hemos comprobado midiendo en el estado normal para el mismo rango de corrientes, en donde tanto ρ_{xx} como ρ_{xy} permanecen constantes en todo el rango de medida, lo que indica, por tanto, que no se producen diferencias de temperatura entre los distintos valores de I . En la figura IV.16(a), en la que

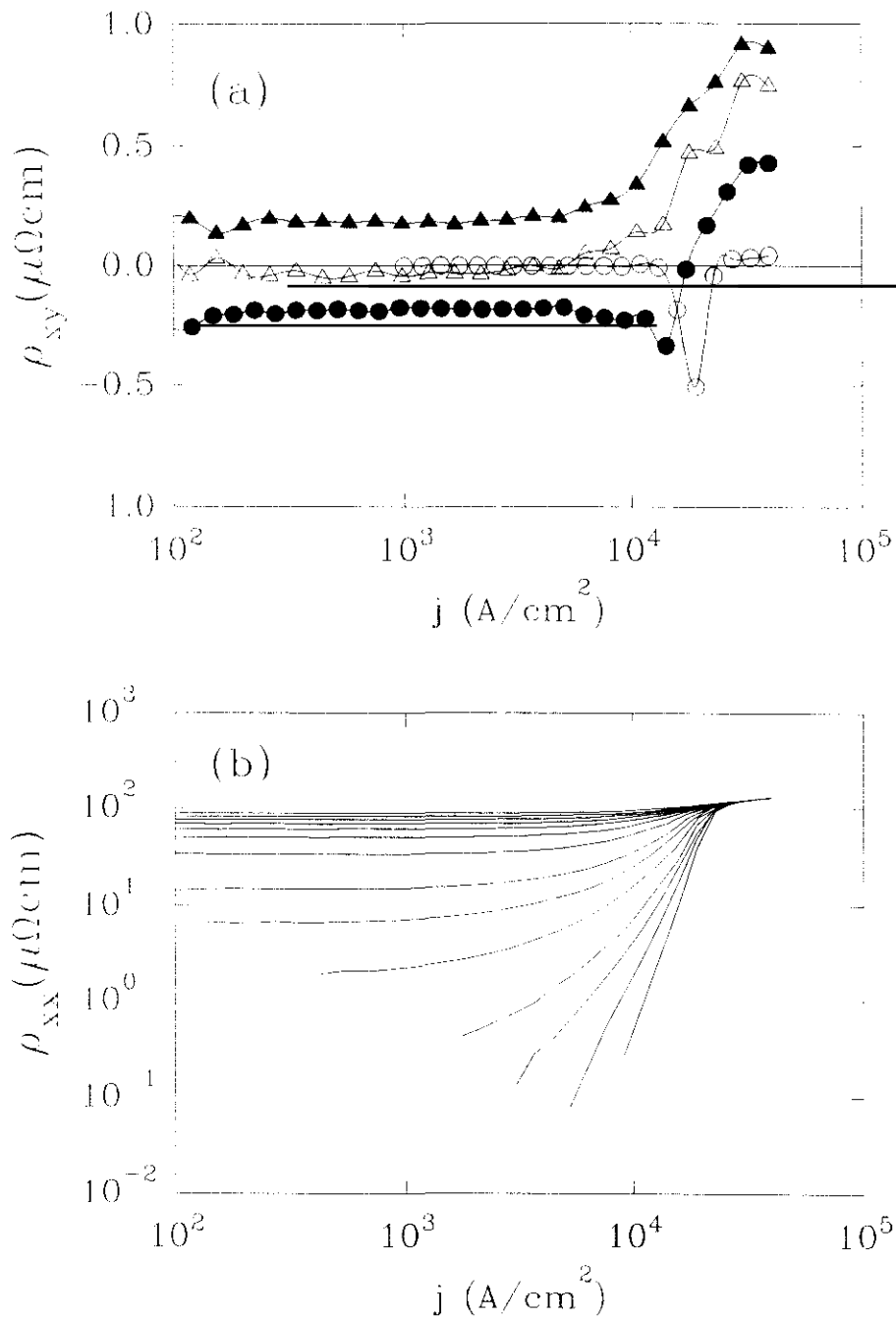


Figura IV.16: (a) $\rho_{xy}(j)$ en una película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ a temperatura constante ($t=0.96$) para varios campos magnéticos: \circ 2 kOe, \bullet 20 kOe, \triangle 40 kOe y \blacktriangle 50 kOe. (b) $\rho_{xx}(j)$ a la misma temperatura a distintos valores de H .

se ha representado ρ_{xy} en función de J a temperatura constante y para distintos valores del campo magnético (similares a los de los resultados representados en las figuras IV.13 y IV.14), vemos, en primer lugar, el comportamiento anteriormente descrito consistente en una resistividad Hall negativa debida a los vórtices y, por tanto, dependiente del régimen de movimiento de estos. Pero además aparece, de forma bastante brusca, una contribución positiva a partir de un valor de corriente suficientemente alto (que depende de T y H), de modo que $\rho_{xy}(J)$ cambia de signo y, luego, tiende a un valor constante para cada campo. Hay que destacar que este nuevo comportamiento en la componente Hall se produce a la vez que todas las curvas $\rho_{xx}(J)$ tienden a colapsar hacia la resistividad del estado normal (figura IV.16(b)); es decir, parece que esta contribución positiva a la resistividad Hall se produce como consecuencia de que el superconductor recupera su estado normal. Esto se refleja también en que coinciden bastante bien los valores a los que $\rho_{xy}(J)$ tiende (a las más altas corrientes) para cada campo, con los medidos justo por encima de T_c (gráfica IV.17).

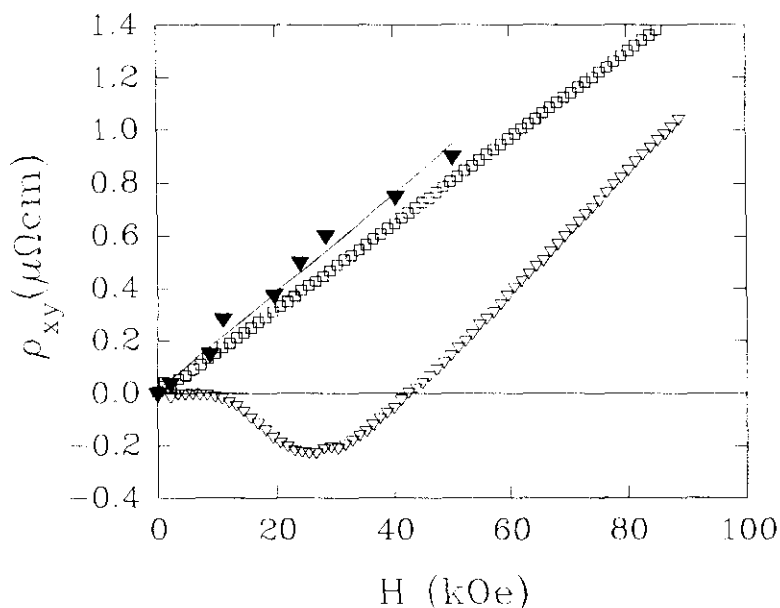


Figura IV.17: Resistividad Hall en función del campo magnético de una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c ($T_c = 87.5$ K): \square $T = 105$ K ($J = 200$ A/cm²), ∇ $T = 84$ K ($J = 200$ A/cm²), \blacktriangledown obtenida a $T = 84$ K de las curvas $\rho_{xy}(J)$ a altas corrientes ($J \approx 5 \cdot 10^4$ A/cm²), donde son positivas y aproximadamente constantes.

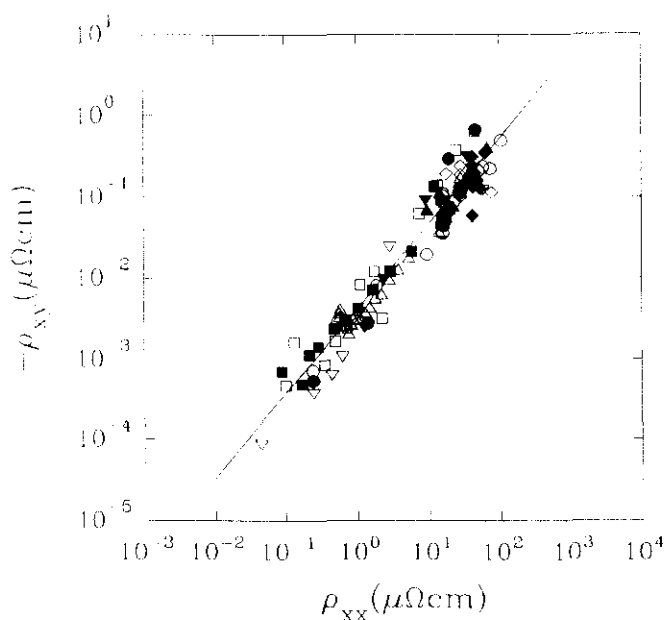


Figura IV.18: $\rho_{xy}(J)$ vs $\rho_{xx}(J)$ a temperatura constante ($t=0.93$) para varios campos magnéticos (cada símbolo) en una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$ con temperatura crítica $T_c=87.5$ K. La recta sobre la que se sitúan los puntos tiene pendiente $n=1.0$.

Además de los aspectos considerados anteriormente, hay otra importante consecuencia que se deriva de los resultados que hemos obtenido en la medida de las curvas características I - V en nuestras películas superconductoras. Como ya hemos comentado, aparece una ley de escala entre la resistividad Hall y la longitudinal del tipo $\rho_{xy}(J) \propto \rho_{xx}^n(J)$, donde el exponente no varía apreciablemente en el rango de temperaturas medido y tampoco parece cambiar mucho con la muestra (figuras IV.15 y IV.18), manteniéndose $n \approx 1.0 \pm 0.1$. Por tanto, al ser $n \neq 2$, la conductividad Hall ($\sigma_{xy} \approx (\rho_{xy}/\rho_{xx}^2)$) depende de la corriente, lo que significa que no debe ser independiente del anclaje. Esto implica que no se cumple la predicción del modelo teórico [52] para el comportamiento de σ_{xy} (ecuación (4.23)), al menos en la región del diagrama de fases que hemos explorado. A este respecto, resultados en películas irradiadas de $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ [25] indican también un cambio considerable de la conductividad Hall a la vez que se varía el anclaje. No obstante, es obligado mencionar que en otras medidas [64], también en muestras que se irradian, las variaciones en σ_{xy} son menos significativas. Existen argumentos teóricos [39] que sugieren que el parámetro α que aparece en la ecuación (4.23) depende de la velocidad de los vórtices y que, por tanto, la conductividad Hall no tiene por qué ser independiente del anclaje; consideración que está de acuerdo con nuestros resultados.

4.3 Parámetros microscópicos.

Como hemos visto, cualquiera que sea el modelo teórico que intenta describir el comportamiento del efecto Hall anómalo en el estado mixto, la explicación del cambio de signo respecto al estado normal queda escondida en la dependencia que ciertos parámetros (α_2 en las ecuaciones (4.14)-(4.15), α en la ecuación (4.17)) tienen de la microestructura del material. Es decir, para dar cuenta del origen de la inversión de signo de la resistividad Hall, parece que las teorías fenomenológicas no son suficientes, siendo necesarios modelos con base microscópica. Por estas razones, es de gran interés estudiar la anomalía en función de los parámetros microscópicos del superconductor, pues ello nos puede ayudar a clarificar cuál es la relación entre el cambio de signo y la microestructura.

4.3.1 El cambio de signo y el cociente ℓ/ξ_0 .

En primer lugar, hay que señalar que Hagen *et al* [21] han sugerido, en base a una comparación que hacen con todo tipo de materiales superconductores, que la inversión de signo en ρ_{xy} se produce cuando el recorrido libre medio ℓ de los portadores es comparable al tamaño del vórtice, esto es, a la longitud coherente ξ_0 , desapareciendo cuando el material se encuentra en el límite limpio ($\ell/\xi_0 \gg 1$) o en el sucio ($\ell/\xi_0 \ll 1$). En base a estos argumentos, tomando como parámetro característico de la anomalía Hall en cada muestra el tamaño máximo de la resistividad Hall negativa (es decir, el valor más negativo) que hemos encontrado (al que denominamos $\rho_{xy,max}$, y que se ha obtenido a partir de los valores de ρ_{xy} en el campo del mínimo H_m , según se representa en la gráfica IV.19), hemos representado la anomalía en cada una de las películas eje-c (tanto nuestras como de otros autores) en función del cociente ℓ/ξ_0 (figura IV.20). Para ello, hemos tomado el valor ξ_0 de la literatura [65] y hemos calculado ℓ considerando, como primera aproximación, un modelo de electrones libres [66]; de manera que

$$\ell(\text{\AA}) = \frac{1.27 \cdot 10^{18}}{\rho(\mu\Omega \text{ cm}) (n(\text{cm}^{-3}))^{2/3}} \quad (4.24)$$

Contemplando el aspecto de la gráfica, vemos que, efectivamente, cuando nos acercamos al límite limpio parece que la anomalía Hall tiende a desaparecer. Por su parte, hay también una disminución en las muestras que tienen los valores de ℓ/ξ_0 más pequeños, aunque no es tan clara como la anterior, lo que puede plantear dudas sobre la no existencia del cambio de signo en el límite sucio, al menos, en general como se sugiere en [21]. De hecho, como ya

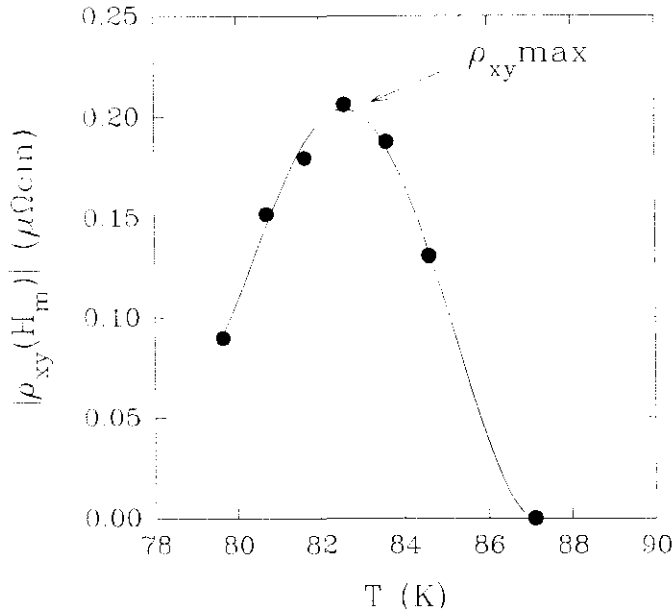


Figura IV.19: Amplitud de la anomalía Hall en el campo magnético H_m en función de la temperatura en una lámina de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($T_C=87$ K). Se indica la forma de obtener la amplitud máxima de la anomalía en la resistividad Hall.

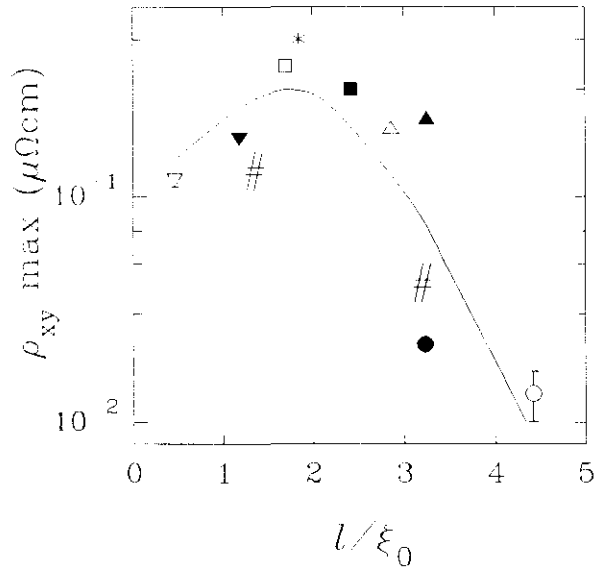


Figura IV.20: $\rho_{xy}(\text{max})$ vs l/ξ_0 en varias películas orientadas eje-c: \blacktriangle , \triangle , ∇ $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$; \circ , \bullet $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{MgO}(100)$; \blacksquare , \square $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3(100)$; \blacktriangledown $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{LaAlO}_3(100)$; \times referencia [10]; $*$ referencia [11]; $\#$ referencia [52].

mencionábamos en el apartado 4.1.1, también se ha encontrado la anomalía en algunos superconductores clásicos amorfos y que, por tanto, se encuentran en el límite sucio. A este respecto de la variación de la anomalía Hall con el cociente ℓ/ξ_0 , cabe señalar que, recientemente, se han propuesto unos resultados teóricos [67], que están basados en una generalización de las ecuaciones cinéticas cuasiclásicas para el límite limpio [68], y que indican que el signo del efecto Hall en el estado mixto es muy sensible a la estructura detallada de la superficie de Fermi y que puede depender del contenido de impurezas y del nivel de dopaje en el rango en que $\ell \sim \xi_0$; estos autores [67] afirman que es posible que se produzca el cambio entre la presencia y la ausencia de la anomalía Hall cuando $\ell/\xi_0 \sim 1$, tal y como nuestro análisis fenomenológico en estos superconductores parece sugerir.

4.3.2 Películas desoxigenadas. Dependencia de la densidad de portadores.

Como parece que los portadores juegan un papel en la aparición del cambio de signo en el efecto Hall a través de su recorrido libre medio, podemos preguntarnos por la dependencia de esta anomalía con la propia densidad de portadores n del material superconductor. Como ya mencionamos en el capítulo 2, en donde se describía el proceso de desoxigenación controlada de estas películas, el contenido de oxígeno por celda unidad de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ está íntimamente relacionado con el número de portadores (huecos en este caso) que hay por cada celda, de forma que, a medida que x decrece, n lo hace también. Por tanto, este proceso de desoxigenación, llevado a cabo varias veces en la misma muestra, nos permite comprobar la evolución de la anomalía al variar n sin que a la vez cambien esencialmente el resto de propiedades estructurales del superconductor.

Tabla IV.1

x	$T_c(\text{K})$	$R_H(\text{m}^3/\text{C})$ [$\sim 90 \text{ K}$]	$\rho_{xx}(\mu\Omega\text{cm})$ [$\sim 90 \text{ K}$]	$n(\text{m}^{-3})$	$\ell(\text{\AA})$
7.0	84.8	1.3×10^{-9}	150	4.81×10^{21}	29.7
6.9	88.1	2.5×10^{-9}	280	2.50×10^{21}	24.7
6.85	87.6	3.0×10^{-9}	310	2.08×10^{21}	25.1
6.7	74.0	3.4×10^{-9}	400	1.84×10^{21}	21.2

Hemos medido la resistividad Hall [69] para cuatro contenidos nominales de oxígeno distintos, $x = 7, 6.9, 6.85, 6.7$, siempre en la misma lámina. Esta película fue crecida mediante pulverización catódica, pero empleando la geometría sustrato-blanco llamada "fuera del eje" [70], lo que puede favorecer un ligero sobredopaje de la muestra [71], es decir, la densidad de portadores supera la correspondiente al contenido de oxígeno óptimo del superconductor, hecho que supone una ligera disminución en la temperatura crítica [72,73]. Así ha sido nuestro caso, pues el coeficiente Hall en estado normal para $x=7$ es algo menor ($R_H(100K) = 1.3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3/\text{C}$) que el que se encuentra habitualmente en las películas con dopaje óptimo [74] ($R_H(100K) \approx 2.0 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3/\text{C}$). De hecho, a medida que hemos ido reduciendo el contenido de oxígeno, aunque la temperatura crítica máxima corresponde a $x=6.9$, ρ_{xx} y R_H en el estado normal han ido creciendo (ver tabla IV.1) y tomando valores similares a los que aparecen en la literatura [74,75] en películas desoxigenadas, lo que se corresponde perfectamente con una reducción continua de n a partir de una muestra ligeramente sobredopada (n estimado del modelo de electrones libres: $R_H = 1/ne$). A su vez, el recorrido libre medio ℓ no ha variado sustancialmente durante los procesos de desoxigenación, con lo que, efectivamente, podemos considerar que los cambios en ρ_{xy} se producen principalmente por la variación del número de portadores.

En las figuras IV.21 y IV.22 se representa $\rho_{xy}(H)$ para cada uno de los contenidos de oxígeno estudiados. Como se puede ver, parece que la densidad de portadores afecta seriamente al comportamiento del efecto Hall en el estado mixto. Cuando la muestra está ligeramente sobredopada ($x=7$ nominal), no se observa el cambio de signo respecto al estado normal (fig. IV.21(a)); pero, al reducir ligeramente el contenido de oxígeno hasta $x=6.9$, nuevamente aparecen valores negativos de ρ_{xy} (fig. IV.21(b)). La presencia de la anomalía se mantiene para $x=6.85$, aunque su amplitud es algo menor (fig. IV.22(a)); finalmente, cuando x se disminuye hasta 6.7, la inversión del signo desaparece otra vez, de manera que ρ_{xy} es positiva (o nula) en todo el rango (fig. IV.22(b)).

Por otra parte, es importante señalar que también se observan diferentes comportamientos en la región de alto campo, en donde todas las resistividades son positivas. Así, mientras que la pendiente de $\rho_{xy}(H)$ en el estado mixto es bastante sensible a la temperatura para $x=6.7$, se mantiene prácticamente constante para cada uno de los otros contenidos de oxígeno, que es la dependencia habitual [11,14]. Además, en ese caso de $x=6.7$, se observa (fig. IV.22(b)) que dicha pendiente es menor que la correspondiente al estado normal justo por encima de la transición; es decir, lo contrario de lo que sucede para los contenidos de oxígeno más altos, en los que es mayor.

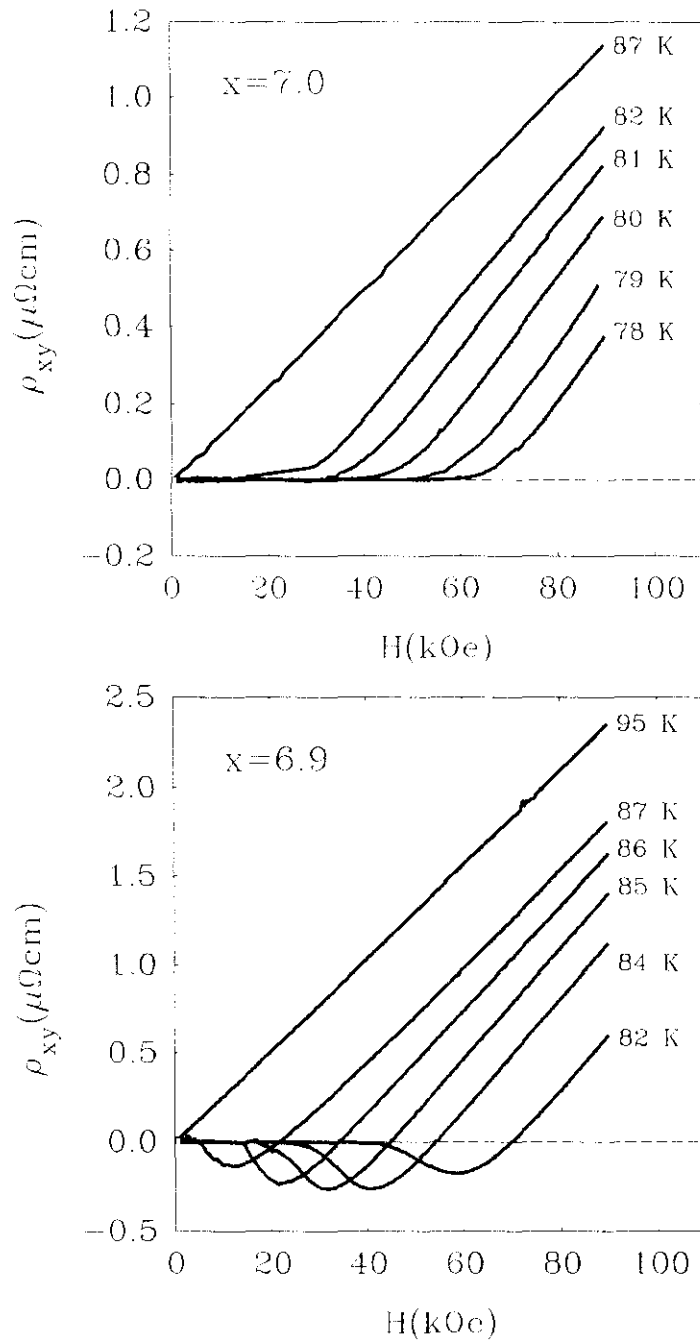


Figura IV.21: Resistividad Hall en función del campo magnético a varias temperaturas en el estado mixto de una película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x/\text{MgO}(100)$ con contenidos de oxígeno (a) $x=7.0$ y (b) $x=6.9$.

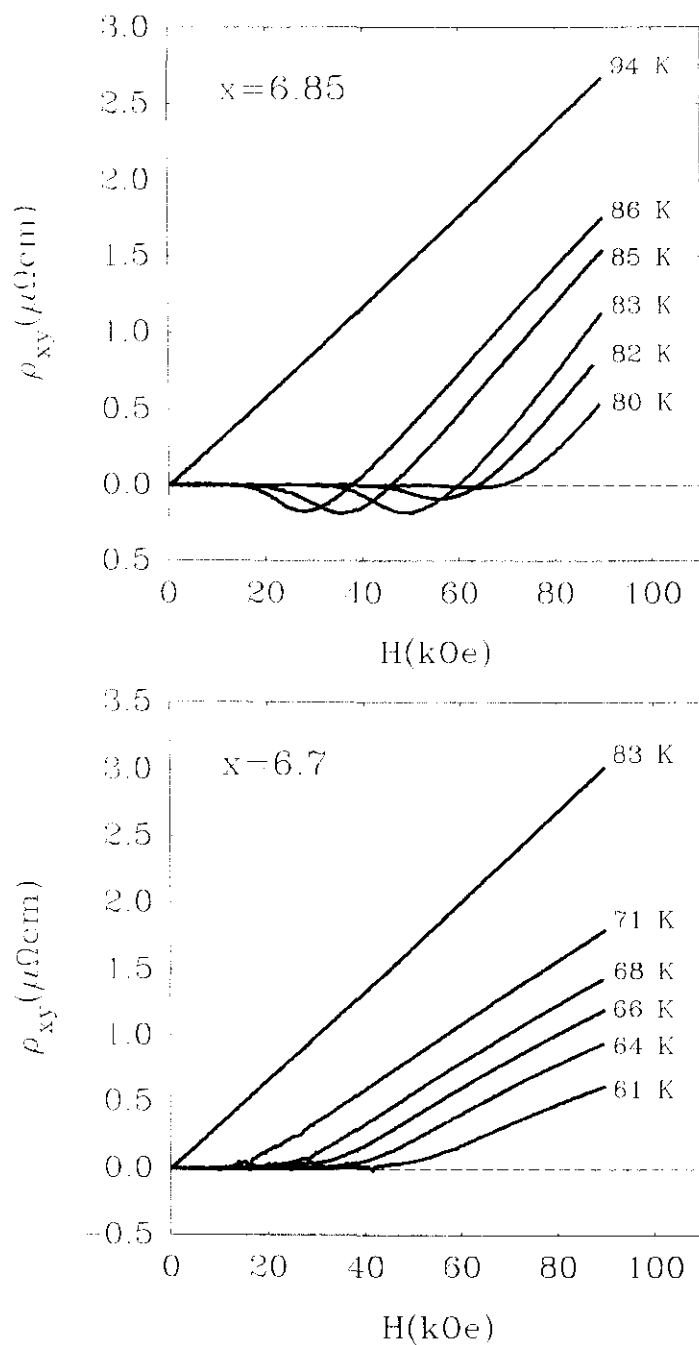


Figura IV.22: $\rho_{xy}(H)$ a varias temperaturas en una película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x/\text{MgO}(100)$ orientada eje-c con contenidos de oxígeno (a) $x=6.85$; (b) $x=6.7$.

El inicio de la disipación en la resistividad Hall tiene una importante novedad frente al comportamiento descrito anteriormente (apartado 4.2.1). En la gráfica IV.23 se comparan la resistividad Hall y la longitudinal del caso $x=6.7$, donde no se ve anomalía. Como se puede ver, tanto $\rho_{xx}(H)$ como $\rho_{xy}(H)$ tienden a anularse en el mismo valor de campo magnético, o sea, los comienzos de ambas señales disipativas coinciden. Esto quiere decir que con la variación de x y, por tanto, de n , hemos obtenido una contribución Hall del movimiento de los vórtices que es positiva. En definitiva, estos resultados indican que la densidad de portadores y sus variaciones deben jugar un papel ciertamente importante en la explicación de la anomalía en la resistividad Hall.

Recientemente, se han publicado [76] unas medidas llevadas a cabo en monocristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ con distintos contenidos de oxígeno, $6.65 \leq x \leq 6.84$. En ellas, de nuevo, se encuentra que el anómalo cambio de signo desaparece para $6.73 > x$, lo que confirma nuestros resultados. No obstante, sí se menciona la existencia de la anomalía en el efecto Hall en un estudio [77] en cristales de la fase de 60 K de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ ($x=6.6$). Es decir, estos resultados apuntan que la anomalía aparece en los rangos de contenido de oxígeno donde la temperatura crítica depende muy debilmente de x [78].

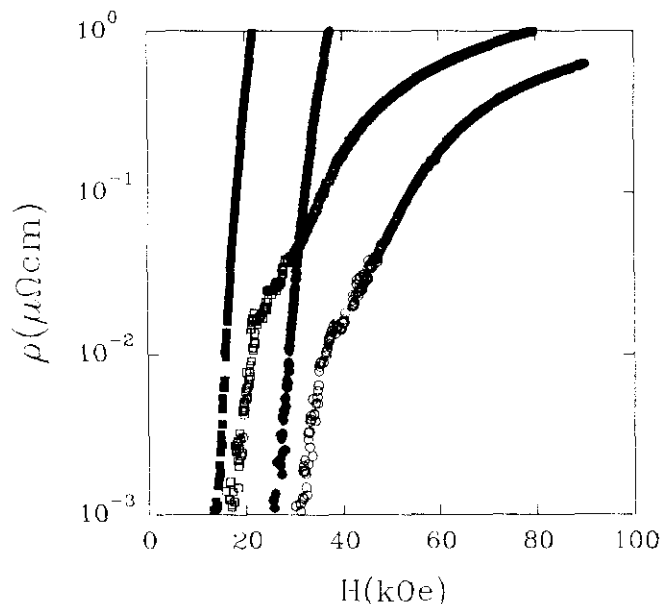


Figura IV.23: Comparación de la resistividad longitudinal y la resistividad Hall para el contenido de oxígeno $x=6.7$: ● $\rho_{xx}(H)$ $T=61$ K, ○ $\rho_{xy}(H)$ $T=61$ K, ■ $\rho_{xx}(H)$ $T=66$ K, □ $\rho_{xy}(H)$ $T=66$ K.

4.3.3 Un nuevo modelo teórico microscópico.

En consonancia con nuestros resultados, que indican que tanto el cociente ℓ/ξ_0 como la densidad de portadores pueden jugar un papel importante en la existencia de la anomalía Hall, cabe señalar que se ha propuesto últimamente un modelo teórico [79] que estudia esta contribución Hall anómala de los vórtices en base a un nuevo mecanismo microscópico que tiene en cuenta ambos parámetros y que, básicamente, consiste en una modificación del modelo NV [3].

Este modelo considera un vórtice cuyo núcleo de radio $r_N \approx \xi$ está en estado normal y tiene una frontera abrupta en r_N que lo separa del material superconductor. Llamando \mathbf{v}_L a la velocidad del vórtice en el sistema de referencia del laboratorio y \mathbf{v}_N a la de los portadores normales dentro del núcleo, la fuerza que actúa sobre estos portadores (de carga e) es

$$\mathbf{f}_N = e\Phi_0 \times (\mathbf{v}_L - \mathbf{v}_N)/2\pi cr_N^2 ; \quad (4.25)$$

el momento ganado debido a esta fuerza es transferido a la red con un tiempo τ de relajación, con lo que $\mathbf{v}_N = \mathbf{f}_N \tau / m$, donde m es la masa efectiva. Definiendo $\omega_0 \equiv \hbar/2mr_N^2$, considerando el campo magnético según el eje z ($\Phi_0 = \Phi_0 \mathbf{z}$) y teniendo en cuenta que $\hbar = e\Phi_0/\pi c$, la expresión (4.25) queda

$$\omega_0 \tau \mathbf{z} \times (\mathbf{v}_L - \mathbf{v}_N) = \mathbf{v}_N , \quad (4.26)$$

Resolviendo esta ecuación en \mathbf{v}_N ,

$$\mathbf{v}_N = \omega_0 \tau / (1 + (\omega_0 \tau)^2) \mathbf{z} \times \mathbf{v}_L + (\omega_0 \tau)^2 / (1 + (\omega_0 \tau)^2) \mathbf{v}_L . \quad (4.27)$$

Si la densidad de portadores dentro del núcleo (n_0) es igual a la de fuera (lejos) del núcleo (n_∞), entonces la corriente de transporte \mathbf{J}_T es $n_0 e c$ y de la ecuación (4.27) se siguen los resultados conocidos de Nozières-Vinen. Pero ello no sucede en el caso en que $n_0 \neq n_\infty$ (principal novedad de esta teoría), sino que, en el sistema de referencia del vórtice, la expresión de la corriente es

$$\mathbf{J}_T = en_0 (\mathbf{v}_N - \mathbf{v}_L) + en_\infty \mathbf{v}_L , \quad (4.28)$$

que junto con (4.27) queda, llamando $\delta n = n_0 - n_\infty$,

$$\mathbf{J}_T = en_0 \omega_0 \tau / (1 + (\omega_0 \tau)^2) \mathbf{z} \times \mathbf{v}_L + e(n_0 (\omega_0 \tau)^2 / (1 + (\omega_0 \tau)^2) - \delta n) \mathbf{v}_L . \quad (4.29)$$

Como siempre, la componente de \mathbf{J}_T paralela a \mathbf{v}_L nos proporciona la contribución Hall debida a la dinámica de vórtices que, en este caso, es

$$\sigma_{xy} = \frac{ec}{B} \left[n_0 \frac{(\omega_0 \tau)^2}{1 + (\omega_0 \tau)^2} - \delta n \right] . \quad (4.30)$$

Considerando que $\omega_0 \approx \Delta^2/E_F \hbar \ll \tau^{-1}$, $n_0 \sim n_\infty \sim n$ y que las variaciones que se pueden producir en la densidad de portadores son del orden de $|\delta n/n| \sim (\Delta/E_F)^2$, se obtiene

$$\sigma_{xy} \approx \frac{nec}{B} \left(\frac{\Delta}{E_F} \right)^2 \left[\left(\frac{\Delta \tau}{\hbar} \right)^2 - \text{signo}(\delta n) \right] , \quad (4.31)$$

que es la expresión final de este modelo para la conductividad Hall y que, como vemos, se compone de dos términos, uno de los cuales podría ser negativo (la función $\text{signo}(\delta n)$ puede tomar, en principio los valores ± 1). No obstante, vamos a modificarla de cara a poder analizarla mejor; como $v_F = \ell/\tau$ y $\xi_0 \equiv \hbar v_F/\pi \Delta$ [80], la ecuación (4.31) la podemos escribir

$$\sigma_{xy} = \frac{nec}{B} \left(\frac{\Delta}{E_F} \right)^2 \left[\frac{1}{\pi^2} \left(\frac{\ell}{\xi_0} \right)^2 - \text{signo}(\delta n) \right] . \quad (4.32)$$

El primer término es, por tanto, proporcional a ℓ/ξ_0 e influye notablemente en el signo de σ_{xy} . Cuando este cociente es suficientemente grande (límite limpio), la conductividad Hall tiene siempre el mismo signo que el estado normal, independientemente del valor de $\text{signo}(\delta n)$. Por su parte, si ℓ/ξ_0 es más pequeño el efecto Hall cambia de signo cuando $\text{signo}(\delta n) = +1$, es decir, si $n_\infty < n_0$. A su vez, si $\text{signo}(\delta n) = -1$ tampoco puede aparecer la anomalía Hall, cualquiera que sea ℓ/ξ_0 .

En definitiva, según esta teoría la explicación del cambio de signo en el efecto Hall debe tener su origen en que la densidad de portadores lejos de núcleo es menor que dentro de él. No está claro si esto puede ser así; experimentalmente no es fácil de medir y los argumentos teóricos más sencillos conducen a $n_\infty > n_0$, con lo que es necesario un cálculo muy detallado teniendo en cuenta toda la estructura electrónica del material para comprobarlo. Por ejemplo, Feigel'man *et al* [79] han sugerido, en base al comportamiento de la T_C en función del número de portadores, que la anomalía debe ser mayor en muestras sobredopadas, lo que no parece cumplirse a la vista de nuestros resultados en este tipo de películas.

En este mismo contexto, Khomskii y Freimuth han propuesto [81], muy recientemente, otro modelo teórico también basado en la redistribución de carga en el núcleo

del vórtice que, en este caso, vendría originada por la diferencia de potencial químico entre el interior y el exterior del fluxoide. Esta variación de carga δn en el núcleo provoca una fuerza adicional sobre el vórtice que es semejante a la determinada por Feigel'man *et al* [79] pero de signo contrario; es decir, predice un cambio de signo en el efecto Hall cuando $n_\infty > n_0$ lo que parece corresponder mejor con el análisis de nuestras medidas en función del contenido de oxígeno. En cualquier caso, nuestros resultados parecen tener bastantes puntos de acuerdo con estos modelos; por una parte, la anomalía desaparece cuando nos acercamos al límite limpio en muestras con dopado similar; por otra, pequeñas variaciones de la densidad de portadores provocan cambios sustanciales en el efecto Hall. Ello nos hace pensar que, al menos, el fundamento para explicar el cambio de signo que tienen estas teorías es el adecuado.

4.4 Conclusiones

-Se han medido la resistividad Hall y la resistividad longitudinal en el estado mixto de películas de superconductores de la familia 123 orientadas eje-c. Se ha estudiado el comportamiento de ρ_{xy} en función del campo magnético y de la corriente de transporte en distintos puntos del diagrama de fases; asimismo, se han llevado a cabo medidas de $\rho_{xy}(H)$ en películas desoxigenadas. En la resistividad Hall aparece un comportamiento anómalo cerca de la temperatura crítica ($0.85 < T < T_c$), que consiste en un cambio de signo respecto al estado normal que no puede ser explicado ni por los modelos clásicos de dinámica de vórtices, ni en base a factores extrínsecos; no obstante su existencia sí cabe en el marco de las ecuaciones fenomenológicas de Ginzburg-Landau dependientes del tiempo.

-Hemos encontrado que el campo para el que se obtiene el máximo de la anomalía Hall define una región estrecha en el diagrama de fases para todas las muestras estudiadas. Asimismo, se han encontrado relaciones de escala entre las contribuciones Hall y longitudinal $\rho_{xy}(H) \propto \rho_{xx}^n(H)$ en el inicio de la disipación, lo que indica que, efectivamente, la anomalía se debe al movimiento de vórtices, pues ambas magnitudes dejan de ser nulas en el mismo campo. El exponente n se mantiene constante en el rango de temperaturas en que aparece cambio de signo, aunque varía de muestra a muestra ($n=1.0-1.4$) poniendo en duda su carácter universal.

-Las medidas de curvas $I-V$ revelan que esta contribución negativa del movimiento de vórtices se produce en las diferentes regiones del complicado diagrama de fases (H, T) de estos materiales, tanto en la fase de *vidrio* como en la de *líquido* de vórtices. Se ha

encontrado que ρ_{xy} sufre un cambio de signo en función de la corriente (a corrientes muy altas) que corresponde a haber recuperado el estado normal como indican el comportamiento de ρ_{xx} y los valores de la resistividad Hall alcanzados. La ley de escala $\rho_{xy}(J) \propto \rho_{xx}^n(J)$ con $n \approx 1.0$ que encontramos implica que la conductividad Hall no es independiente de la corriente y, por tanto, del anclaje, al menos en la región donde aparece el anómalo cambio de signo en el efecto Hall.

-El análisis de los datos en las diferentes películas muestra que la relación entre el recorrido libre medio ℓ y la longitud coherente ξ_0 juega un papel importante en la existencia de la anomalía, que tiende a desaparecer en el límite limpio ($\ell/\xi_0 \gg 1$). Por su parte, los resultados en muestras desoxigenadas indican que también las variaciones en la densidad de portadores influyen determinantemente en el anómalo cambio de signo. Todo ello está en consonancia con modelos teóricos microscópicos recientemente propuestos [79,81], que basan el origen de la anomalía en la diferencia del número de portadores dentro y lejos del núcleo del vórtice.

4.5 Referencias

- [1] B. D. Josephson, *Phys. Lett.* **16**, (1965) 242.
- [2] J. Bardeen y M. J. Stephen, *Phys. Rev.* **140**, (1965) A1197.
- [3] P. Nozières y W. F. Vinen, *Phil. Mag.* **14**, (1966) 667.
- [4] H. Van Beelen, J. P. Van Braam Houckgeest, K. W. Taconis y R. DeBruynn Ouboter, *Physica* **36**, (1967) 225.
- [5] N. Usui, T. Ogasawara y K. Yasukochi, *Phys. Lett.* **27A**, (1968) 139.
- [6] C. H. Weijnsfeld, *Phys. Lett.* **28A**, (1968) 362.
- [7] N. Usui, T. Ogasawara, K. Yasukochi y S. Tomoda, *J. Phys. Soc. Jpn.* **27**, (1969) 574.
- [8] K. Noto, S. Shinzawa e Y. Muto, *Solid State Commun.* **18**, (1976) 1081.
- [9] H. L. Stormer, A. F. J. Levi, K. W. Baldwin, M. Anzlowar y G. S. Boebinger, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 2472.
- [10] Y. Iye, S. Nakamura y Y. Tamegai, *Physica C* **159**, (1989) 616.
- [11] S. J. Hagen, C. J. Lobb, R. L. Greene, M. G. Forrester y J. H. Kang, *Phys. Rev. B* **41**, (1990) 11630.
- [12] M. A. González, P. Prieto, D. Oyola y J. L. Vicent, *Physica C* **180**, (1991) 220.
- [13] A. V. Samoilov, *JETP Lett.* **57**, (1993) 44.
- [14] J. Colino, M. A. González, J. I. Martín, M. Vélez, D. Oyola, P. Prieto y J. L. Vicent, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 3496.
- [15] M. Galfy y E. Zirgiebl, *Solid State Commun.* **68**, (1988) 929.
- [16] L. Forró y A. Hamzic, *Solid State Commun.* **71**, (1989) 1099.
- [17] T. R. Chien, T. W. Jing, N. P. Ong y Z. Z. Wang, *Phys. Rev. Lett.* **66**, (1991) 3075.
- [18] J. P. Rice, N. Rigakis, D. M. Ginsberg y J. M. Mochel, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 11050.
- [19] J. M. Harris, N. P. Ong, P. Matl, R. Gagnon, L. Taillefer, T. Kimura y K. Kitazawa, *Phys. Rev. B* **51**, (1995) 12053.

- [20] J. Schoenes, E. Kaldis y J. Karpinski, *Phys. Rev. B* **48**, (1993) 16869.
- [21] S. J. Hagen, A. W. Smith, M. Rajeswari, J. L. Peng, Z. Y. Li, R. L. Greene, S. N. Mao, X. X. Xi, S. Bhattacharya, Q. Li y C. J. Lobb, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 1064.
- [22] M. Cagigal, J. Fontcuberta, M. A. Crusellas, J. L. Vicent y S. Piñol, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 15993.
- [23] A. V. Samoilov, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 617.
- [24] S. J. Hagen, C. J. Lobb, R. L. Green y M. Eddy, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 6246.
- [25] R. C. Budhani, S. H. Liou y Z. X. Cai, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 621.
- [26] A. V. Samoilov, Z. G. Ivanov y L.-G. Johansson, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 3667.
- [27] B. Byrnek y F. B. Rasmussen, *Physica* **55**, (1971) 357.
- [28] E. K. Sichel y B. Serin, *Phys. Lett. A* **37**, (1971) 123.
- [29] J. M. Graybeal, J. Luo y W. R. White, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 12923.
- [30] A. W. Smith, T. W. Clinton, C. C. Tsuei y C. J. Lobb, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 12927.
- [31] A. Freimuth, C. Hohn y M. Galffy, *Phys. Rev. B* **44**, (1991) 10396.
- [32] J. L. Chen y T. J. Yang, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 4064.
- [33] R. Ferrell, *Phys. Rev. Lett.* **68**, (1992) 2524.
- [34] H. J. Jensen, P. Minnhagen, E. Sonin y H. Weber, *Europhys. Lett.* **20**, (1992) 463.
- [35] S. J. Hagen, C. J. Lobb, R. L. Greene, M. G. Forrester y J. Talvacchio, *Phys. Rev. B* **42**, (1990) 6777.
- [36] Z. D. Wang y C. S. Ting, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 284.
- [37] E. Z. Meilikhov y R. M. Farzetdinova, *Superconductivity* **5**, (1992) 1547.
- [38] E. Z. Meilikhov, *Physica C* **209**, (1993) 566.
- [39] Z. D. Wang, J. Dong y C. S. Ting, *Phys. Rev. Lett.* **72**, (1994) 3875.
- [40] T. T. M. Palstra, B. Batlogg, R. B. van Dover, L. F. Schneemeyer y J. V. Waszczak, *Phys. Rev. B* **44**, (1990) 6621.

- [41] S. Bhattacharya, M. J. Higgins y T. V. Ramakrishnan, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 1699.
- [42] M. N. Kunchur, D. K. Christen, C. E. Klabunde y J. M. Phillips, *Phys. Rev. Lett.* **72**, (1994) 2259.
- [43] J. M. Harris, N. P. Ong e Y. F. Yan, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 1455.
- [44] V. B. Geshkenbein y A. I. Larkin, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 609. J. M. Harris, N. P. Ong e Y. F. Yan, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 610.
- [45] J. E. Hirsch y F. Marsiglio, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 424.
- [46] A. T. Dorsey, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 8376.
- [47] H. Fukuyama, H. Ebisawa y T. Tsuzuki, *Prog. Theor. Phys.* **46**, (1971) 1028.
- [48] N. B. Kopnin, B. I. Ivlev y V. A. Kalatsky, *J. Low. Temp. Phys.* **90**, (1993) 1.
- [49] R. J. Troy y A. T. Dorsey, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 2715.
- [50] N. B. Kopnin, B. I. Ivlev y V. A. Kalatsky, *JETP Lett.* **55**, (1992) 750.
- [51] Y. X. Jia, J. Z. Liu, M. D. Lan y R. N. Shelton, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 6043.
- [52] Y. Iye, S. Nakamura, T. Tamegai, T. Terashima e Y. Bando, *High-Temperature Superconductors: Fundamental Properties and Novel Materials Processing*, editado por D. K. Christen, J. Narayan y L. F. Schneemeyer, *MRS Symposia Proceedings* **169**, (1990) 871, (Materials Research Society, Pittsburgh).
- [53] J. Luo, T. P. Orlando, J. M. Graybeal, X. D. Wu y R. Muenchausen, *Phys. Rev. Lett.* **68**, (1992) 690.
- [54] V. M. Vinokur, V. B. Geshkenbein, M. V. Feigel'man y G. Blatter, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 1242.
- [55] J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino, P. Prieto y J. L. Vicent, *Solid State Commun.* **94**, (1995) 341.
- [56] P. J. M. Wöltgens, G. Dekker y H. W. de Wijn, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 3858.
- [57] H. C. Ri, R. Gross, F. Gollnik, A. Beck, R. P. Huebener, P. Wagner, H. Adrian, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 3312.
- [58] A. V. Samoilov, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 1246.

- [59] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66**, (1994) 1125; y sus referencias.
- [60] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta y M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **63**, (1989) 1511.
- [61] N.-C. Yeh, D. S. Reed, W. Jiang, U. Kirplani, F. Holtzberg, A. Gupta, B. D. Hunt, R. P. Vasquez, M. C. Foote y L. Bajuk, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 5654.
- [62] D. S. Fisher, M. P. A. Fisher y D. A. Huse, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 130.
- [63] A. T. Dorsey y M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **68**, (1992) 694.
- [64] A. V. Samoilov, A. Legris, F. Rullier-Albenque, P. Lejay, S. Bouffard, Z. G. Ivanov y L.-G. Johansson, *Phys. Rev. Lett.* **74**, (1995) 2351.
- [65] K. Semba, T. Ishii y A. Matsuda, *Physica C* **185-189**, (1991) 1303.
- [66] N. W. Ashcroft y N. D. Mermin, *Solid State Physics*, Ed. Saunders College (1976).
- [67] N. B. Kopnin y A. V. Lopatin, *Phys. Rev. B* **51**, (1995) 15291.
- [68] N. B. Kopnin, *J. Low Temp. Phys.* **97**, (1994) 157.
- [69] J. I. Martín, B. Wuyts, M. Maenhoudt, E. Osquiguil, J. L. Vicent, V. V. Moshchalkov e Y. Bruynseraede, *Physica C* **235-240**, (1994) 1451.
- [70] B. Wuyts, Z. X. Gao, S. Libbrecht, M. Maenhoudt, E. Osquiguil e Y. Bruynseraede, *Physica C* **203**, (1992) 235.
- [71] R. Feenstra, D. P. Norton, J. D. Budai, D. K. Christen, D. H. Lowndes, V. C. Matijasevic, C.-B. Eom, T. H. Geballe, E. S. Hellman y E. H. Hartford, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **275**, (1992) 101.
- [72] 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* **47**, (1993) 8986.
- [73] N. Nücker, E. Pellegrin, P. Schweiss, J. Fink, S. L. Molodtsov, C. T. Simmons, G. Kaindl, W. Frentrup, A. Erb y G. Müller-Vogt, *Phys. Rev. B* **51**, (1995) 8529.
- [74] B. Wuyts, M. Maenhoudt, Z. X. Gao, S. Libbrecht, E. Osquiguil e Y. Bruynseraede, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 5512.
- [75] P. Xiong, G. Xiao y X. D. Wu, *Phys. Rev. B* **47**, (1993) 5516.

-
- [76] C. C. Almasan, S. H. Han, K. Yoshiara, M. Buchgeister, D. A. Gajewski, L. M. Paulius, J. Herrman y M. B. Maple, *Phys. Rev. B* **51**, (1995) 3981.
- [77] J. M. Harris, Y. F. Yan, O. K. C. Tsui, Y. Matsuda y N. P. Ong, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 1711.
- [78] R. J. Cava, B. Batlogg, C. H. Chen, E. A. Rietman, S. M. Zahurak y D. Werder, *Phys. Rev. B* **36**, (1987) 5719.
- [79] M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, *Physica C* **235-240**, (1994) 3127.
- [80] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, Ed. R. E. Krieger, Florida.
- [81] D. I. Khomskii y A. Freimuth, *Phys. Rev. Lett.* **75**, (1995) 1384.

5. Crecimiento, caracterización y propiedades superconductoras de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a.

5.1 Introducción.

La obtención, caracterización y estudio de las propiedades físicas de láminas delgadas con estructura de superred o multicapa constituye un amplio campo de investigación científica dentro la Física del Estado Sólido, cuyo desarrollo se ha venido llevando a cabo en los últimos 25 años con resultados altamente fructíferos. Los avances tecnológicos alcanzados en los métodos de deposición de materiales en forma de película delgada ha permitido la fabricación de este tipo de superestructuras que, básicamente, se obtienen mediante el crecimiento alternado de dos (o más) materiales distintos. De esta manera, además de los correspondientes parámetros de red de cada material, el crecimiento modulado define una nueva distancia periódica Λ en la dirección del crecimiento, que no es sino la suma de los espesores de las capas de los distintos materiales.

Estas estructuras no solo suponen el interés de poder aprovechar simultáneamente las propiedades de cada uno de los materiales constituyentes en posibles aplicaciones, sino que dan lugar a la aparición de nuevas propiedades físicas que son fruto, por ejemplo, de la baja dimensionalidad de estos sistemas o del acoplamiento y coherencia entre las distintas capas de la superestructura; muchas de estas propiedades varían en función del espesor por lo que es posible controlarlas a voluntad. Por otra parte, conviene señalar que el término superred se utiliza, en general, para denominar a aquellas de estas estructuras en las que las redes cristalinas de cada material, a uno y otro lado de la interfase, estén acopladas coherentemente, pudiéndose hablar de un único parámetro de red. Si esta coherencia ente las capas no existe, el término multicapa resulta ser más adecuado que el de superred.

Los primeros trabajos en superredes fueron llevados a cabo en materiales semiconductores durante la década de los años setenta con el propósito de modificar las propiedades electrónicas de los dos materiales constituyentes [1-4]. La evolución de estos

trabajos de investigación con semiconductores ha desembocado en la actualidad en lo que se puede considerar una auténtica ingeniería de la estructura de bandas, con temas tan atractivos como la formación de puntos y pozos cuánticos [5,6], y con numerosas aplicaciones en el campo de la optoelectrónica, en la constitución de dispositivos con efecto tunel resonante o en la fabricación de láseres de semiconductores [7].

Asimismo, desde que en 1980 se encontró la posibilidad de crecer superredes de materiales metálicos (Nb/Cu) [8], estas estructuras han sido ampliamente estudiadas tanto en el campo del Magnetismo como de la Superconductividad. Las multicapas y superredes magnéticas pueden ser crecidas con buenas propiedades estructurales [9] y, además de tener interés de cara al almacenamiento de información [7], presentan nuevas propiedades muy sugerentes, tales como el acoplamiento antiferromagnético de las capas de Fe y Co que aparece en superredes de Fe/Cr [10] y Co/Cu [11], la magnetorresistencia gigante [12] o las oscilaciones que se encuentran en el acoplamiento magnético entre las capas y en la magnetorresistencia [13,14]. Por lo que respecta a los materiales superconductores, ya en los trabajos con los superconductores convencionales se encontró que era posible crecer multicapas y superredes superconductoras [15], y se observó que este tipo de estructuras no solo permite el estudio del efecto de proximidad [16] o del acoplo Josephson tan importante para las aplicaciones en dispositivos [17], sino que daba lugar a la aparición de nuevos fenómenos interesantes tales como los efectos de dimensionalidad y desacoplo de las capas sobre el campo crítico [18,19], la anómala dependencia con la temperatura de las propiedades elásticas de los vórtices [20], o los incrementos en la densidad de corriente crítica [21,22] y en la fuerza de anclaje de los vórtices [23].

Con este tipo de expectativas, al poco tiempo de desarrollarse las técnicas de deposición necesarias para la obtención de buenas películas delgadas simples de los óxidos superconductores de alta temperatura, comenzaron a aparecer trabajos referentes a la fabricación de superredes de estos materiales, principalmente con miembros de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [24-29], aunque también con los de otras familias [30]. Dado que para el crecimiento óptimo de este tipo de estructuras se requiere no solo solventar los problemas concernientes al crecimiento de cada uno de los componentes, sino también el que supone alcanzar un buen acoplamiento epitáxico entre sus respectivas redes cristalinas, la existencia de un miembro de la familia 123, el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, que, teniendo una celda unidad con la misma estructura, no es superconductor sino aislante, ha hecho que una gran parte de los primeros esfuerzos en este terreno se haya encaminado hacia la fabricación de superredes del tipo superconductor/aislante de esta familia y que fuesen orientadas eje-c, dada su menor

dificultad. Naturalmente, esta combinación del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (o cualquiera de los otros superconductores de esta familia) con el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no es la única posible, existiendo resultados de mucho interés en multicapas en las que se cambia a este último por otros materiales aislantes como, por ejemplo, el SrTiO_3 [31], el CaRuO_3 [32], o el $\text{La}_x\text{Ba}_{1-x}\text{MnO}_3$ [33], que es un material ferromagnético y da lugar a la coexistencia en el mismo sistema de magnetorresistencia gigante y superconductividad de alta temperatura crítica.

Las superredes de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje- c se obtienen con buenas propiedades estructurales [27,34] y superconductoras, que incluyen temperaturas críticas altas aunque dependientes del grosor de las capas superconductoras, reduciéndose considerablemente para espesores bajos, del orden de la celda unidad [27-29]; asimismo poseen elevadas corrientes críticas [35,36]. La existencia de estas muestras ha permitido profundizar en algunos temas básicos de la superconductividad en estos compuestos, como es el papel desempeñado por el acoplamiento entre los planos de CuO_2 de distintas celdas [27-29,37,38]; también ha puesto de manifiesto comportamientos bidimensionales en la dinámica de la red de vórtices [39-41]. No obstante, como ya mencionamos en el capítulo 3, estas superredes orientadas eje- c no presentan las condiciones óptimas para su aplicación en dispositivos basados en el acoplo Josephson, dada la reducida longitud coherente de estos materiales a lo largo del eje c . Por ello, resulta interesante fabricar y estudiar multicapas con orientación eje- a , multicapas en las que, además, la estructura laminar artificialmente crecida es perpendicular a la natural definida por los planos de CuO_2 , a diferencia de lo que sucede en las orientadas eje- c en donde son paralelas, lo que puede dar lugar a comportamientos notables en la dinámica de vórtices. Cabe señalar que, aunque existen en la literatura algunos trabajos referentes al crecimiento y caracterización de estas superredes eje- a [42-44], hasta ahora la mayor parte de los esfuerzos en el campo de las multicapas con orientación eje- a se ha dedicado a la fabricación de tricapas $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [45-47], de cara a la obtención de uniones Josephson.

En este capítulo describimos el método que hemos llevado a cabo para la obtención de superredes superconductoras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con el eje a orientado perpendicularmente al plano del sustrato. También hacemos un análisis pormenorizado de la estructura cristalina de este tipo de muestras y presentamos el comportamiento de algunas de sus propiedades de transporte [48,49].

5.2 Método de crecimiento.

Nuestro sistema de pulverización catódica permite el crecimiento de superredes y multicapas al constar de varios magnetrones y del motor paso a paso para controlar la posición del bloque portasustratos. De esta forma, las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se depositan partiendo de dos blancos cada uno de ellos de un material y montado sobre un magnetrón; el proceso se ve facilitado al encontrarse ambos magnetrones dispuestos en la misma geometría y a la misma altura de la campana de vacío. En principio, cabe pensar, dado que ambos compuestos tienen una estructura cristalina muy similar, que las condiciones de deposición para obtener $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientado eje-a han de ser muy parecidas a las del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, lo cual es muy adecuado para el crecimiento de las superredes. No obstante, previamente es necesario controlar si esto es así, de modo que al depositar $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no aparezca orientación eje-c. Hemos visto que la obtención de láminas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a pura sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$, que han sido los empleados para el crecimiento de las superredes, requiere la reducción de la temperatura de deposición en $\approx 10^\circ\text{C}$ respecto a las de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, sin variar ninguna de las otras condiciones de deposición mencionadas en el capítulo 3 (apartado 3.3.1): método de los dos pasos de temperatura de deposición ($640^\circ\text{C} - 700^\circ\text{C}$), 300 mTorr de presión de pulverización (6% de oxígeno), etc. No obstante, la potencia dc aplicada al blanco se disminuye hasta 15 W para conseguir un ritmo de deposición similar al que se obtiene en el crecimiento de las películas superconductoras ($\sim 0.3 \text{ \AA/s}$).

En la figura V.1 se representa el difractograma de rayos-X de una de estas láminas delgadas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$; como vemos, tiene la orientación eje-a deseada, y no aparecen las reflexiones $(00l)$ correspondientes a la orientación eje-c. Hay que señalar que, a partir de estos resultados, obtenemos un valor del parámetro a de la celda unidad del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($a \approx 3.865 \text{ \AA}$) que es mayor que en el caso del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($a \approx 3.835 \text{ \AA}$), tal y como corresponde a los valores del material masivo [50]; por ello, sus reflexiones $(h00)$ se superponen parcialmente con las del sustrato. El comportamiento aislante de este tipo de muestras anteriormente mencionado aparece reflejado en la gráfica V.2, en donde se representa la resistividad en función de la temperatura. Hemos obtenido valores de la resistividad que son mayores a los que se encuentran en láminas con orientación eje-c [44] y que, a temperatura ambiente, superan en más de un orden de magnitud a las superconductoras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a.

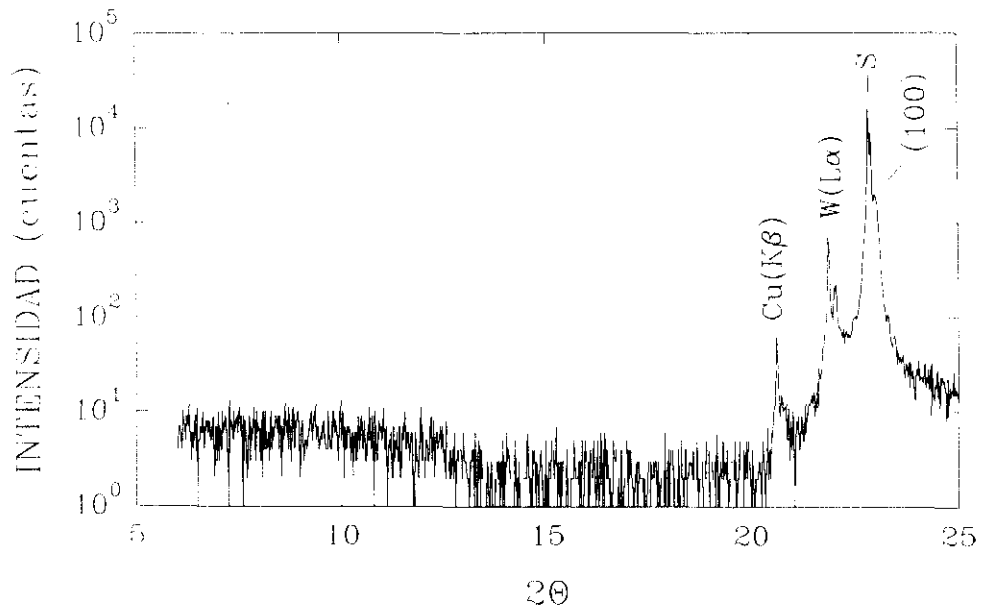


Figura V.1: Diagrama $\theta/2\theta$ de difracción de rayos-X de una lámina de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ (100) con orientación eje-a.

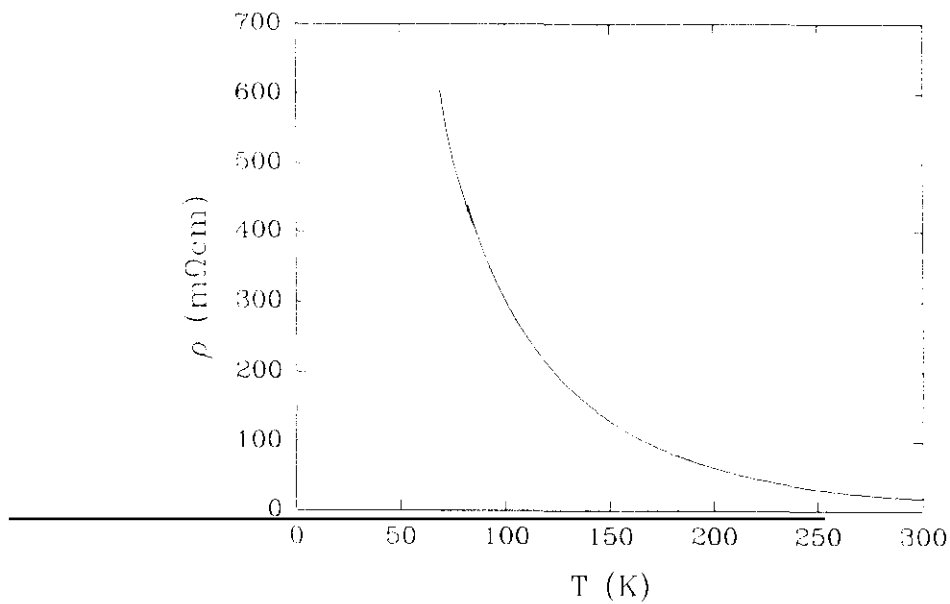


Figura V.2: Curva $\rho(T)$ de una película delgada de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ (100) orientada eje-a.

La razón por la cual no existe superconductividad en el compuesto $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y su comportamiento es aislante no está completamente clarificada. De acuerdo con la opinión general, la ausencia de superconductividad en este compuesto se explica en base a dos argumentos combinados: (a) la valencia mixta del praseodimio (Pr^{+3} y Pr^{+4}) que afecta al número de portadores [51,52], y (b) la hibridación de los orbitales $4f$ de esta tierra rara y $2p$ del oxígeno de los planos de CuO_2 cercanos, puesto que supone la localización de los portadores de carga [53,54]. Esta localización de estados está caracterizada por una conductividad que se lleva a cabo por un mecanismo conocido como "salto de rango variable" (*variable range hopping*) [55]. En este modelo de conducción los portadores de carga *saltan* entre estados localizados cercanos en energía, recibiendo la energía necesaria para ello de los fonones de la red; el comportamiento que predice para la resistividad en función de la temperatura en sistemas en que el transporte es tridimensional tiene la siguiente dependencia [55,56]:

$$\rho(T) \propto \exp(T_0/T)^{1/4}. \quad (5.1)$$

En nuestras películas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a encontramos este tipo de dependencia funcional en el intervalo de temperaturas entre 300 K y 200 K, habiendo una desviación a temperaturas menores (figura V.3). Este resultado está de acuerdo con las medidas llevadas

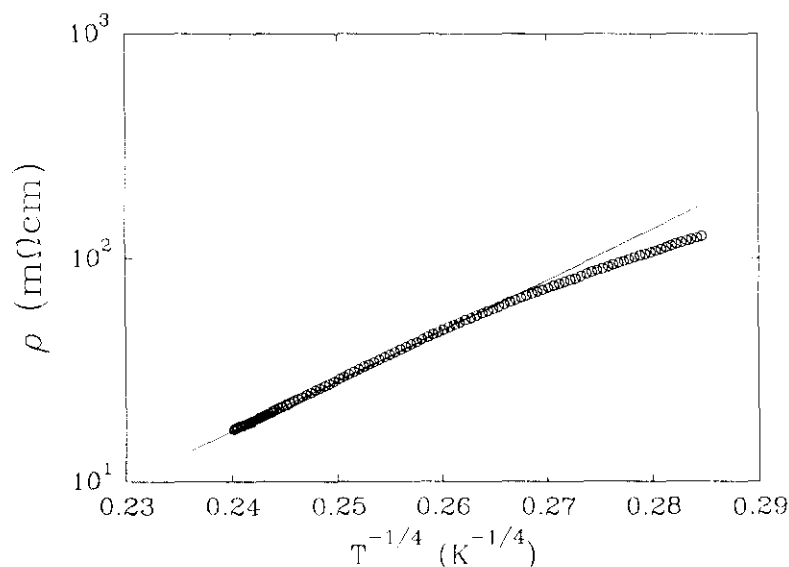


Figura V.3: Resistividad en escala logarítmica de una lámina eje-a de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ en función de $T^{-1/4}$, mostrando el comportamiento correspondiente al salto de rango variable.

a cabo en películas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje-c [57], en las que aparecía el comportamiento correspondiente al salto de rango variable a altas temperaturas mientras que en las bajas se encontraba un comportamiento más metálico. Ello parece deberse a que las cadenas de CuO son localmente metálicas, como se ha comprobado mediante medidas de aniquilación de positrones [58] y como indican los resultados de magnetotransporte (efecto Hall y magnetorresistencia) obtenidos [59] a lo largo del eje b de la estructura (es decir, en la dirección en la que se encuentran las cadenas de CuO). De esta manera, su comportamiento metálico dominaría el transporte sobre el salto de rango variable de los planos de CuO_2 en las bajas temperaturas. Esta suposición se ha visto confirmada con los resultados obtenidos en películas sometidas a tratamientos de desoxigenación [44], en las que al quitar el oxígeno de las cadenas se encuentra el salto de rango variable en todo el rango de temperaturas. Parece que esta metalicidad de las cadenas es la responsable de las largas longitudes coherentes de acoplamiento por proximidad que aparecen, a lo largo del plano ab , en tricapas superconductor/aislante/superconductor eje-a en las que el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ está presente [45].

Una vez optimizado el crecimiento de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ hemos abordado el proceso de obtención de las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a [48]. Básicamente, el método de obtención de este tipo de láminas delgadas es el mismo que el mencionado anteriormente, con las condiciones de temperatura de deposición empleadas para el crecimiento del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, para así evitar la posible nucleación de orientación eje-c en las capas de este material. Hay que señalar que los espesores deseados de cada capa se obtienen mediante el control del tiempo que el sustrato está situado sobre cada blanco. Para ello hay que calibrar previamente (y con la mayor precisión posible) el ritmo de deposición de cada uno de los blancos. En general, hemos crecido estas multicapas empezando por la deposición de una capa de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre el sustrato de $\text{SrTiO}_3(100)$ y acabando con una de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En cada una de las superredes los espesores de las capas de cada material son constantes; por su parte, los espesores totales de estas muestras están entre 2500 y 3000Å, de modo que se ha crecido el número de bicapas superconductor/aislante necesario para alcanzar estos valores, número que varía según el espesor de las capas de ambos materiales.

Con estas condiciones, las multicapas crecen con la orientación eje-a deseada, tal y como se muestra en la figura V.4, en la que representamos el diagrama θ - 2θ de rayos-X de una de estas superredes eje-a. Al igual que sucedía con las películas simples, no encontramos reflexiones $(00l)$ lo que descarta la existencia de orientación eje-c. Los picos Bragg $(h00)$ se encuentran en ángulos que se corresponden con espaciados que son intermedios entre los

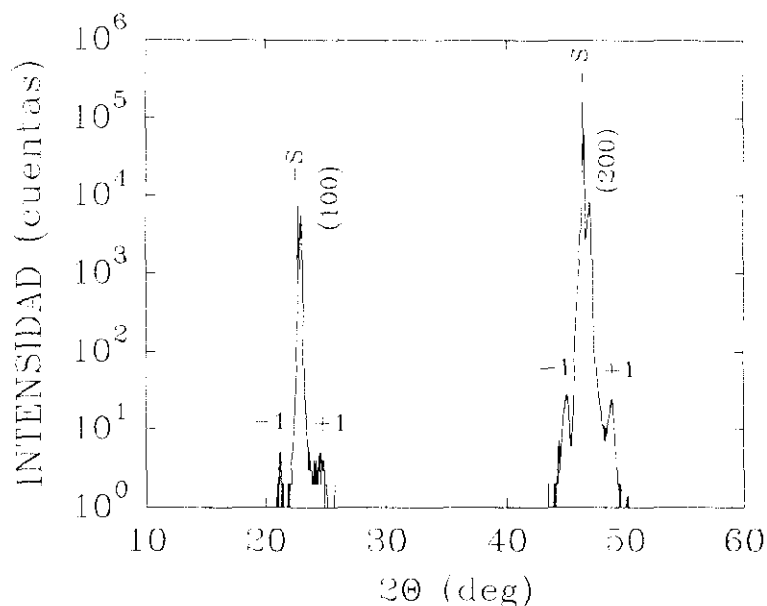


Figura V.4: Difractograma $\theta/2\theta$ de rayos-X de una superred con una composición de (7 celdas unidad de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ / 6 celdas unidad de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) por bicapa, reflejando la orientación eje-a de la misma y algunos satélites consecuencia de la estructura de multicapa.

valores del eje a que tienen el $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, lo que indica un buen acoplamiento entre ambas redes cristalinas; así, por ejemplo, la reflexión (200) de esta multicapa se halla en $2\theta=47.23^\circ$, que corresponde a un espaciado $a=3.845 \text{ \AA}$. Como veremos, alrededor de estas reflexiones principales aparecen satélites de difracción que son consecuencia de la estructura de superred crecida y cuyo análisis llevamos a cabo a continuación.

5.3 Microestructura.

Antes de estudiar algunas de las propiedades físicas de estas muestras que hemos obtenido, es necesario comprobar que su estructura cristalina sea la adecuada y que se corresponda realmente con la estructura de superred que pretendíamos crecer [48]. Es decir, además de tener una orientación eje-a, su microestructura debe constar de la superposición coherente de las capas de cada material. La difracción de rayos-X resulta ser una herramienta muy útil para este propósito [34,60], teniendo la ventaja añadida de su carácter no

destruivo; antes de mostrar los resultados obtenidos mediante esta técnica es conveniente tener en cuenta algunos factores.

En primer lugar, hay que señalar que si los parámetros de red de los materiales que forman la superestructura son suficientemente parecidos, como es nuestro caso, entonces ambas redes pueden sufrir pequeñas tensiones elásticas para ajustar perfectamente. Si es así, se habla de estructura coherente y está caracterizada por un único parámetro de red d_0 perpendicular a las capas y que ha de ser intermedio entre los de ambos materiales (d_1 y d_2), con lo que existirá una única reflexión Bragg correspondiente a este espaciado, como anteriormente vimos que sucedía en una de nuestras muestras (figura V.4). Además de estas reflexiones fruto del espaciado d_0 de la red, hay que tener en cuenta que en las multicapas existe una nueva periodicidad espacial Λ que es consecuencia de la alternancia de las capas; este espaciado Λ se corresponde con el espesor de una bicapa. De esta forma, en la geometría de difracción de rayos-X (figura V.5), en la que el vector de *scattering* es

$$\mathbf{Q} = \mathbf{k} - \mathbf{k}' = (4\pi/\lambda) \sin\theta \mathbf{z}, \quad (5.2)$$

siendo \mathbf{k} y \mathbf{k}' los vectores de onda incidente y difractado, λ la longitud de onda y \mathbf{z} el vector unitario perpendicular a la lámina, no solo existe interferencia constructiva cuando $Q = |\mathbf{Q}|$

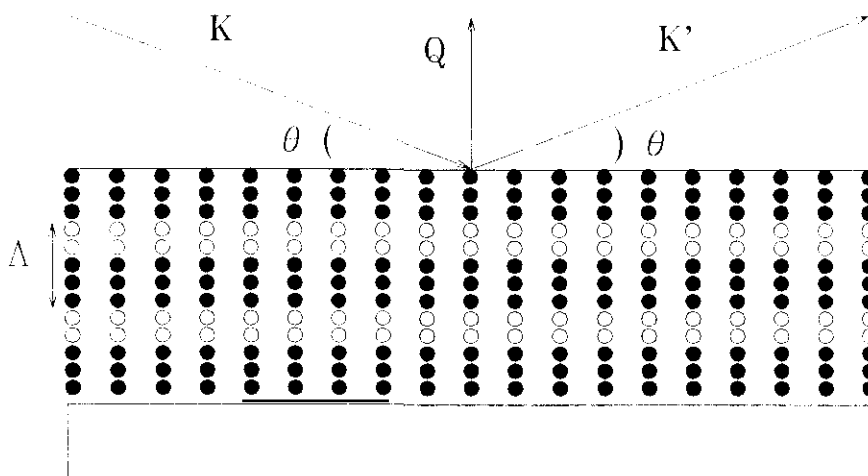


Figura V.5: Esquema de la difracción de rayos-X en superredes. Se indican el ángulo de incidencia (θ), los vectores de onda incidente y dispersado (\mathbf{K} y \mathbf{K}'), el vector de *scattering* (\mathbf{Q}) y el parámetro de red de la multicapa (Λ).

se hace igual a los valores $(2\pi/d_0)l$ correspondientes a la red cristalina, sino también cuando toma cualquiera de los valores

$$Q = \frac{2\pi}{d_0}l \pm \frac{2\pi}{\Lambda}m \quad (5.3)$$

de la nueva red recíproca, con l y m enteros; apareciendo, por tanto, satélites de difracción alrededor de las reflexiones principales. Entre los valores posibles de Q incluidos en (5.3) se encuentran los correspondientes a $l=0$, $Q=2\pi m/\Lambda$, es decir, los debidos al espaciado de la bicapa, que suponen reflexiones Bragg de ángulo bajo en el difractograma.

Hay que señalar que distintos modelos [60,61], más o menos refinados, han sido propuestos para dar cuenta de la intensidad y el número de estos satélites de difracción en las superredes. Estos modelos derivan expresiones para la amplitud A de la radiación de difracción ($I=|AA^*|$, siendo I la intensidad); sirva, a modo de ejemplo y para descripción de las mismas, la obtenida por Segmüller y Blakeslee [61] para una superred en la que los componentes tienen un parámetro de red común d_0 :

$$\begin{aligned} A(\mathbf{h}) = F_0 G \sum_n \sum_{p,q=-\infty}^{+\infty} J_p(h_3 N \Delta_1) J_q(h_3 N \Delta_2 / 2) \times & (\exp[2\pi i(h_3 + p/N + 2q/N)n] \\ + \phi_1 / 2 \{ \exp[2\pi i(h_3 + p/N + 2q/N + 1/N)n] + \exp[2\pi i(h_3 + p/N + 2q/N - 1/N)n] \} & \\ + \phi_2 / 2 \{ \exp[2\pi i(h_3 + p/N + 2q/N + 2/N)n] + \exp[2\pi i(h_3 + p/N + 2q/N - 2/N)n] \} &) \end{aligned} \quad (5.4)$$

donde $G = \sum_{n_1, n_2} \exp[2\pi i(h_1 n_1 + h_2 n_2)]$, $\mathbf{h} = (h_1, h_2, h_3)$ es un vector en el espacio recíproco, J_p son funciones de Bessel, N es el número de celdas por bicapa ($Nd_0 = \Lambda$), F_0 es el factor de estructura medio, y siendo ϕ_i y Δ_i las amplitudes en desarrollo armónico de las variaciones del factor de estructura y del parámetro de red d_0 respectivamente. En la expresión (5.4), $A(\mathbf{h})$ tiene un máximo si h_1 , h_2 y cualquiera de las expresiones entre paréntesis en las cinco exponenciales son simultáneamente iguales a tres números enteros h , k , y l respectivamente. Por tanto, se encuentran los correspondientes satélites en $h_3 = l \pm m/N$ (l y m enteros), cuya intensidad viene dada por los valores que toman las funciones de Bessel y las ϕ_i .

Por otra parte, la existencia de estos satélites de ángulo alto nos permite comprobar si el espesor de la bicapa constituyente de la superred, Λ , coincide con el nominalmente crecido, mediante el uso de la igualdad [8,62]

$$\Lambda = \frac{(m - n) \lambda}{2(\operatorname{sen}\theta_{i,m} - \operatorname{sen}\theta_{i,n})} \quad (5.5)$$

deducida a partir de la ley de Bragg, donde λ es la longitud de onda de los rayos-X y los ángulos θ_{i+n} indican las posiciones en el difractograma θ - 2θ de los satélites de orden n que aparecen alrededor de la reflexión principal i . De igual forma, las reflexiones de ángulo bajo pueden proporcionar el valor de Λ mediante la aplicación directa de la ley de Bragg.

En la gráfica V.6 representamos los difractogramas de rayos-X (barrido θ - 2θ) en torno a la reflexión (200) de dos de nuestras superredes orientadas eje-a; una de ellas tiene como composición (16 celdas unidad de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$)/(5 celdas unidad de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) por bicapa, nomenclatura que abreviaremos a partir de ahora con (16 cu EBCO / 5 cu PBCO); la otra tiene una estructura (7 cu EBCO / 6 cu PBCO). Como vemos, efectivamente se detectan satélites correspondientes a la periodicidad extra de la multicapa, incluso hasta el tercer orden, lo que es reflejo de buenas características estructurales. Cabe señalar que los espesores medios de las bicapas de estas superredes, obtenidos a partir de las posiciones de los satélites y de la expresión (5.5), son $\Lambda=80 \text{ \AA}$ y $\Lambda=50 \text{ \AA}$ respectivamente, lo que responde bastante bien a los espesores nominales de estas muestras. Por lo que respecta a las reflexiones de ángulo bajo, hay que mencionar que, dada la natural similitud de los factores de estructura del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, son débiles y difícilmente observables en este tipo de superredes, ya que quedan enmascaradas por el haz directo del difractómetro de rayos-X.

Asimismo, dado que por la fórmula de Scherrer [63]

$$\Gamma = \frac{0.9 \lambda}{\Delta(2\theta_B) \cos\theta_B} \quad (5.6)$$

podemos relacionar la longitud de coherencia cristalina en la dirección de crecimiento (Γ) con el valor de la FWHM en unidades 2θ del pico Bragg de ángulo alto (θ_B), denominada $\Delta(2\theta_B)$, hay que mencionar que las reflexiones principales Bragg (200) de las superredes son, prácticamente, igual de estrechas que las obtenidas en películas eje-a simples, con $\Delta(2\theta_B)=0.18^\circ$ - 0.22° , lo que indica un tamaño medio de grano similar. Aplicando directamente (5.6) a estos datos, se obtiene un valor de Γ que no es sino una cota inferior del valor real, puesto que se produce un ensanchamiento debido a los instrumentos de medida; de hecho los valores que se obtienen, en las mismas condiciones de medida, para las anchuras de las reflexiones Bragg del sustrato de SrTiO_3 monocristalino son muy

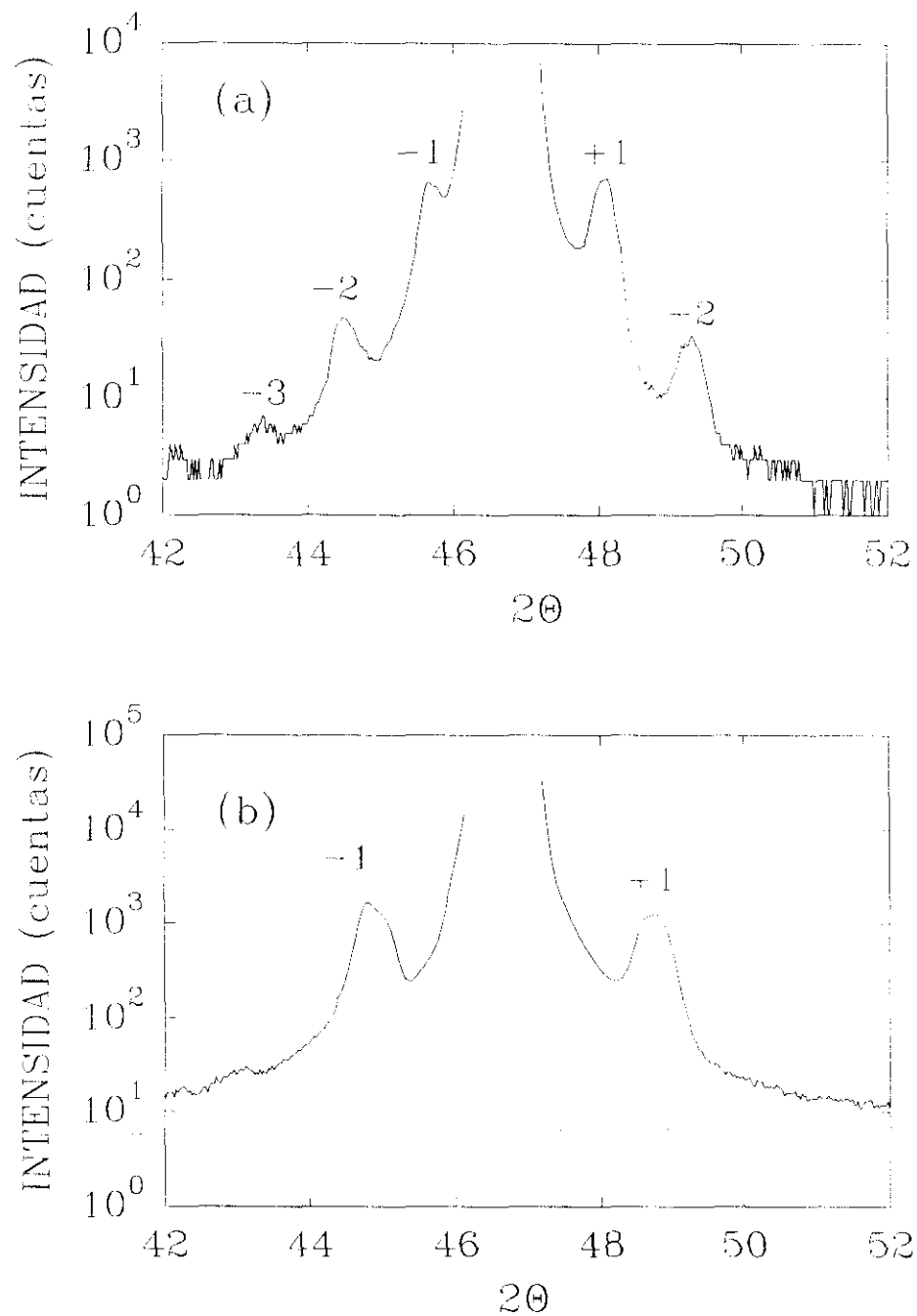


Figura V.6: Diagrama $\theta/2\theta$ de difracción de rayos-X en la región de la reflexión (200) de las láminas eje-a, mostrando los satélites de ángulo alto de la superestructura. **(a)** Superred (16 cu EBCO / 5 cu PBCO) obteniéndose un valor $\Lambda=80\text{\AA}$, **(b)** superred (7 cu EBCO / 6 cu PBCO) con $\Lambda=50\text{\AA}$.

similares (0.15° - 0.20°). Estimando que la anchura real del pico Bragg que procede de la multicapa crecida es la diferencia entre ambos valores (esto es $\Delta(2\theta_B) \sim 0.04^\circ$), se obtiene, de acuerdo con la fórmula de Scherrer, $\Gamma \approx 2200 \text{ \AA}$, que es del orden del espesor total. Esta estimación nos indica que se conserva el orden en la red cristalina a lo largo de la dirección perpendicular a la muestra.

A su vez, de la anchura de los satélites de difracción se obtiene, a través de (5.6), la longitud de coherencia en composición [25], esto es, la distancia característica en la que se mantiene el orden en la composición química en la dirección de crecimiento. Así por ejemplo, en el caso de las superredes representadas en la figura V.6, obtenemos $\Delta(2\theta_B) = 0.25^\circ$ (16 cu EBCO / 5 cu PBCO) y $\Delta(2\theta_B) = 0.42^\circ$ (7 cu EBCO / 6 cu PBCO) a partir de los satélites de primer orden; aplicando (5.6) se calculan $\Gamma \approx 350 \text{ \AA}$ y $\Gamma \approx 200 \text{ \AA}$ respectivamente que, nuevamente, son cotas inferiores. Ello quiere decir que al menos en longitudes equivalentes al espesor de 4 bicapas existe coherencia en la modulación química; estos buenos valores son similares a los obtenidos en superredes orientadas eje-c [25], en donde, por ejemplo, para una superred (3 cu $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ / 3 cu $\text{DyBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) se obtiene el valor $\Gamma = 360 \text{ \AA}$ (en este caso el parámetro de la celda a considerar es $c = 11.7 \text{ \AA}$). Por otra parte, las curvas *rocking* alrededor de la reflexión (200) de las multicapas siguen siendo estrechas, $\text{FWHM} \approx 0.2^\circ$ (figura V.7), lo que es otro indicio de la alta textura y de las buenas propiedades cristalinas.

La estructura cristalina de estas superredes orientadas eje-a queda claramente reflejada en el análisis realizado mediante microscopía electrónica de transmisión en sección transversal. En las figuras V.8 y V.9 aparecen dos imágenes, a distinta escala, de una superred eje-a con (6 cu EBCO / 5 cu PBCO), en ellas se pueden destacar varias características importantes. En primer lugar, se observan nítidamente franjas de red correspondientes al espaciado del eje c de forma continua y a lo largo del espesor de la muestra (figura V.8), lo que es una clara indicación de la buena coherencia cristalina de la multicapa. Por otra parte, la diferencia entre las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no se aprecia muy bien, debido a que el europio y el praseodimio tienen números atómicos parecidos ($Z(\text{Eu}) = 63$ y $Z(\text{Pr}) = 59$); no obstante, en algunas regiones sí se encuentran bandas más claras y más oscuras correspondientes a dicho contraste (figura V.9), estas bandas tienen una periodicidad aproximada de 50 \AA , esto es, coincide con la longitud de modulación de la bicapa.

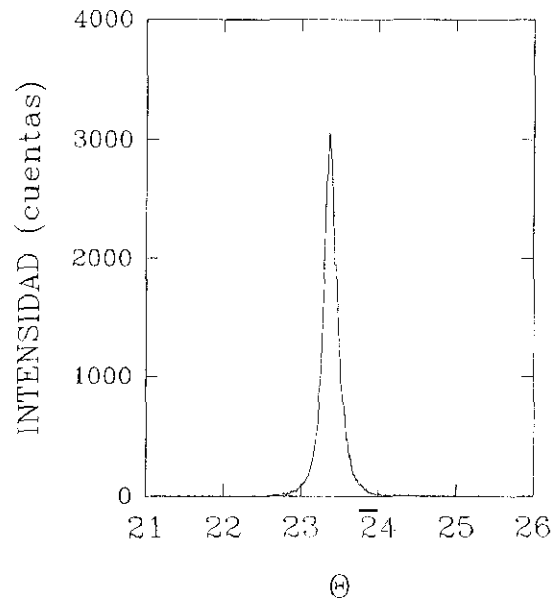


Figura V.7: Curva *rocking* en torno a la reflexión (200) de una superred (12 cu EBCO / 5 cu PBCO) orientada eje-a con FWHM=0.19°.

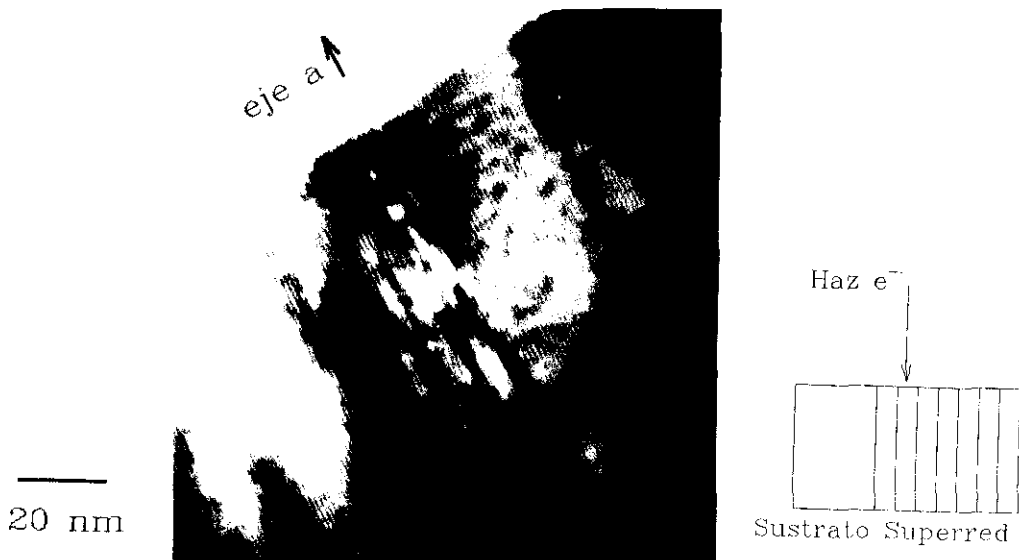


Figura V.8: Imagen de microscopía electrónica de transmisión en sección transversal de una superred eje-a con (6 cu EBCO / 5 cu PBCO). Se observa la red de franjas de difracción. En el esquema de la derecha se indica la geometría de medida. (La imagen ha sido tomada en un equipo JEOL 4000 FX).



Figura V.9: Imagen TEM en sección transversal de una superred (6 cu EBCO / 5 cu PBCO). Se encuentran franjas de contraste correspondientes a las capas.

A su vez, en el diagrama de difracción de electrones correspondiente a la sección transversal de esta superred (figura V.10), se observan dos direcciones ortogonales claramente distintas. A lo largo de una de ellas, paralela al plano de la película, encontramos unas reflexiones intensas cuya separación esta dividida en tres tramos iguales por otras dos reflexiones más débiles; las primeras se deben al espaciado b de la red, mientras que las segundas corresponden al parámetro c de la celda. Esta combinación de los dos ejes paralelamente al sustrato no es sino el reflejo de la existencia de los dominios de 90° . Por su parte, en la dirección perpendicular al sustrato las reflexiones principales se encuentran separadas el espaciado correspondiente al parámetro a ; además, se aprecian dos pequeñas reflexiones, una a cada lado de la principal. Estos satélites son consecuencia de la modulación estructural extra que existe en la superred a lo largo de la dirección de crecimiento. Hay que tener en cuenta que una de las características más interesantes de estas buenas propiedades estructurales es que los planos de CuO_2 , tan importantes para la superconductividad en estos compuestos, al encontrarse en el crecimiento eje-a perpendiculares al sustrato, están compartidos a la vez por capas superconductoras de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, tal y como se representa en la figura V.11. Ello supone una gran novedad respecto a la multicapas orientadas eje-c y debe, por tanto, conllevar propiedades físicas diferentes. En definitiva, en la gráfica V.12 aparece representado un esquema simple de la microestructura de estas superredes con orientación eje-a.

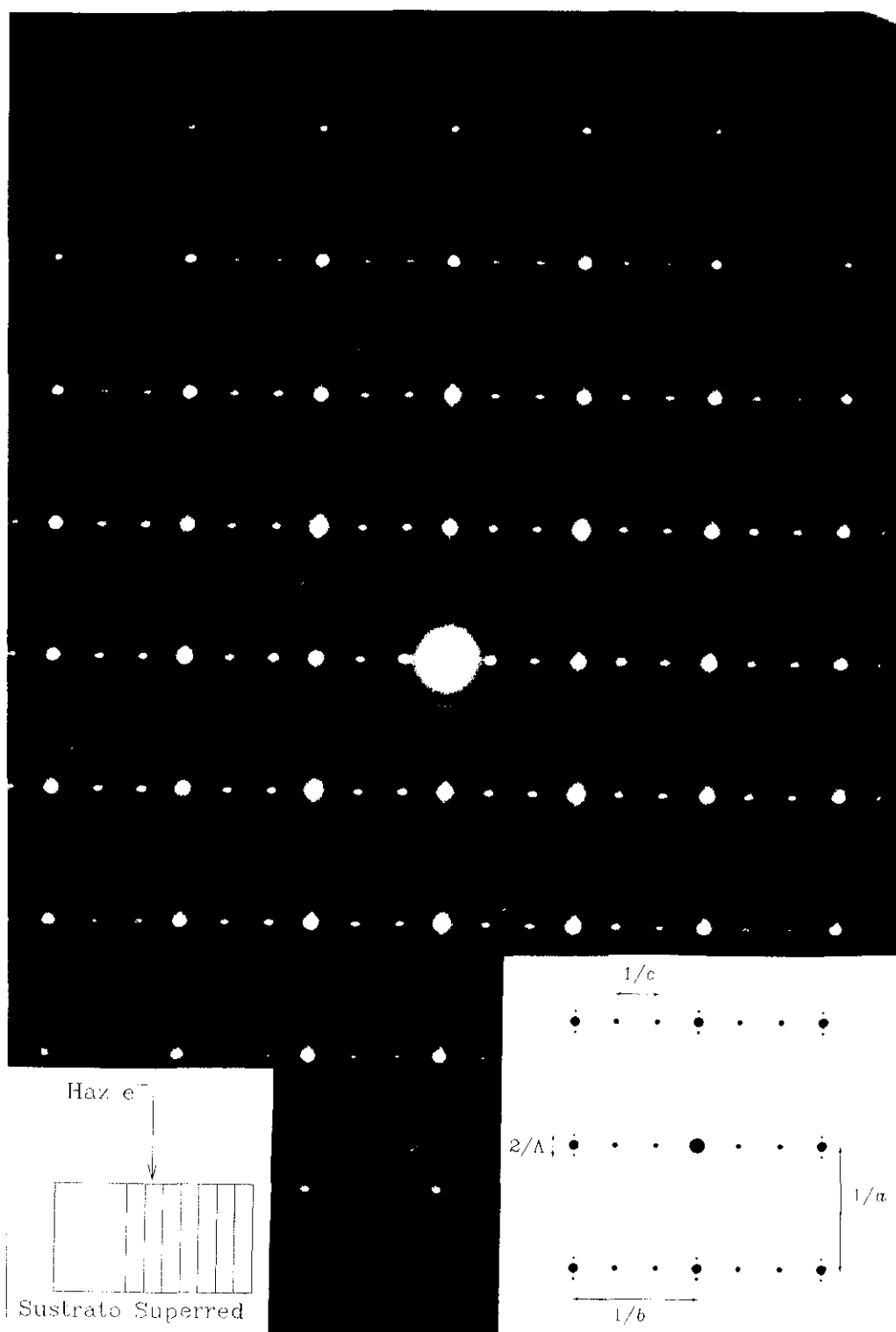


Figura V:10: Diagrama de difracción de electrones en sección transversal de una superred (6 cu EBCO / 5 cu PBCO) con orientación eje-a. La dirección vertical se corresponde con la de crecimiento. En la parte inferior izquierda se muestra la geometría de medida; en el recuadro de la derecha se indica la correspondencia entre los espaciados del diagrama y los parámetros de la multicapa.

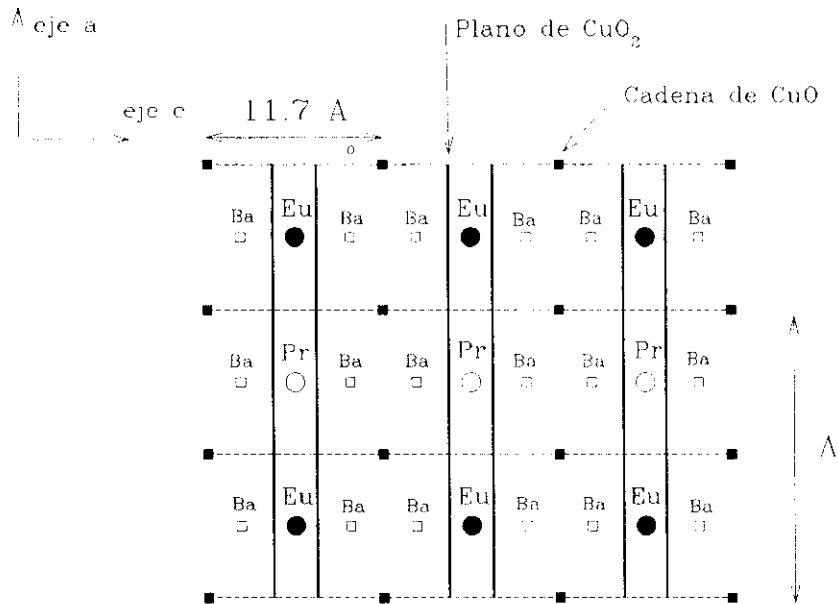


Figura V.11: Representación esquemática de la estructura a nivel atómico de una multicapa $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a.

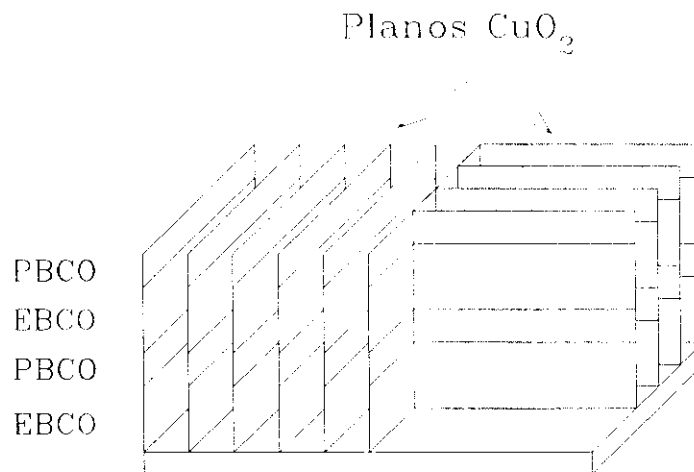


Figura V.12: Esquema de la microestructura de estas multicapas, teniendo en cuenta los dominios separados por fronteras de 90° .

La superficie de estas muestras presenta una estructura bastante regular con forma de *bloques* rectangulares que es similar a la observada en las películas eje-a simples, como se puede apreciar en las imágenes de SEM (figura V.13). El tamaño de los *bloques* es del orden, o ligeramente inferior, que el encontrado en las películas eje-a simples, variando en el rango $\sim 1000\text{-}2500$ Å. Así por ejemplo, el valor medio del lado de los *bloques* en la multicapa (40 cu EBCO / 60 cu PBCO) es ≈ 1500 Å (figura V.13(a)), mientras que en la superred (12 cu EBCO / 5 cu PBCO) es, aproximadamente, 1000 Å (figura V.13(b)). Dado que creemos que el origen de estos *bloques* superficiales es la liberación de las tensiones de la red cristalina (apartado 3.3.3), parece natural pensar que el aumento del número de intercaras, añadido al desajuste entre las redes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, pueda producir un mayor número de tensiones en la superficie, que al relajarse provoquen un aumento del número de *bloques* con un tamaño algo menor. Esta morfología superficial de las muestras se observa también mediante microscopía de fuerza atómica (AFM); en la gráfica V.14 aparece la imagen de la superficie de una superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO) realizada mediante esta técnica, en la que se aprecian *bloques* cuyo tamaño medio es ≈ 2400 Å.

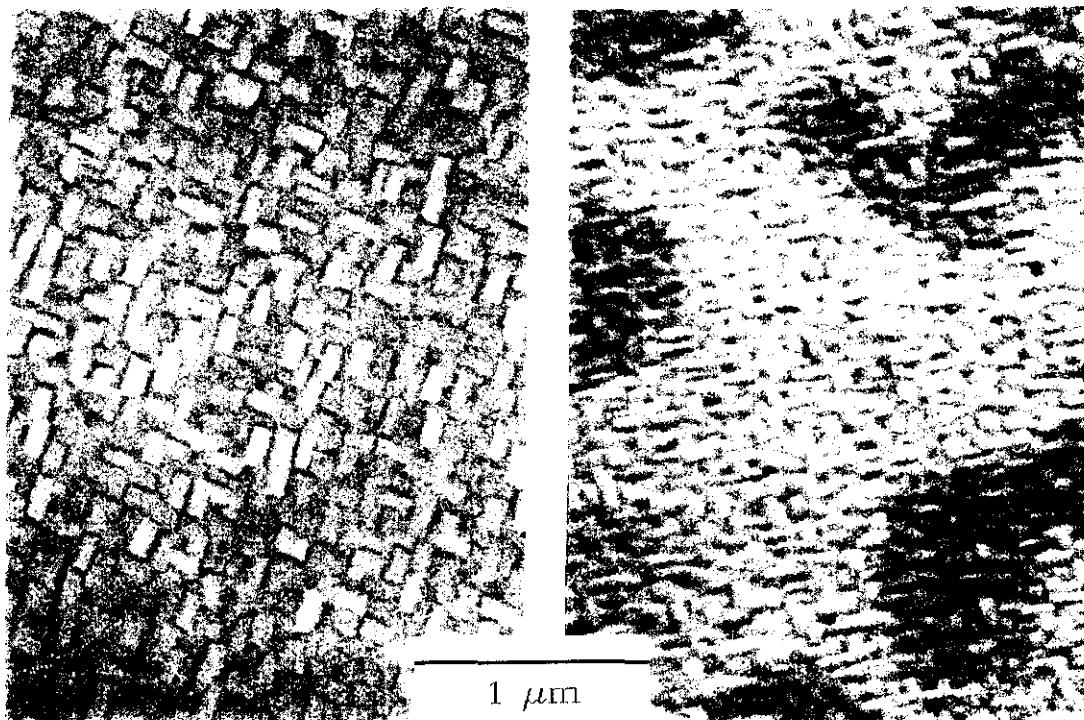


Figura V.13: Imágenes de microscopía electrónica de barrido de láminas eje-a, mostrando la estructura de *bloques* superficial: (a) superred (40 cu EBCO / 60 cu PBCO), (b) superred (12 cu EBCO / 5 cu PBCO) con la muestra inclinada 45° .

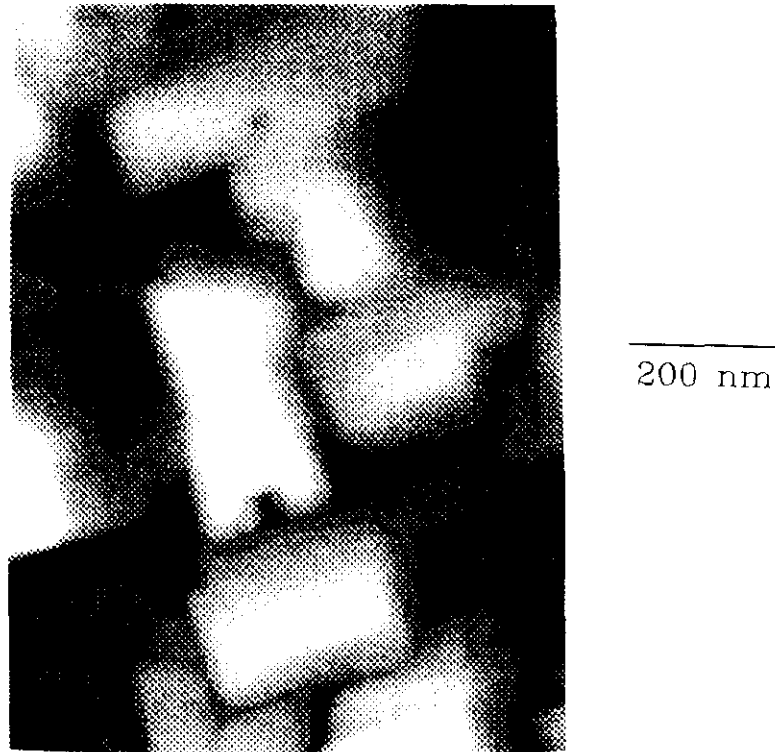


Figura V.14: Imagen obtenida mediante microscopía de fuerza atómica en una superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO).

5.4 Propiedades de transporte.

5.4.1 Transición superconductor.

Las curvas de resistividad en función de la temperatura $\rho(T)$ de estas superredes orientadas eje-a muestran transiciones superconductoras, tal y como se representa en la figura V.15, hecho importante a la vista de los pocos éxitos publicados al respecto en la literatura [42-44]. Como vemos, al introducir las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, la temperatura crítica disminuye respecto a las películas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ simples, hecho que también se produce en las multicapas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c [26-28,64] aunque en menor medida. Por su parte, la resistividad a temperatura ambiente de las superredes crece monótonamente a medida que se incrementan el número y el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$; así, varía desde $1000 \mu\Omega\text{cm}$ para la película simple hasta $7000 \mu\Omega\text{cm}$ en el caso de la multicapa con (20 cu EBCO / 100 cu PBCO). Si se considerase que la corriente circula solo por las capas superconductoras, ello supondría valores para la resistividad del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ entre 1000 y $2000 \mu\Omega\text{cm}$. La influencia de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre las propiedades del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

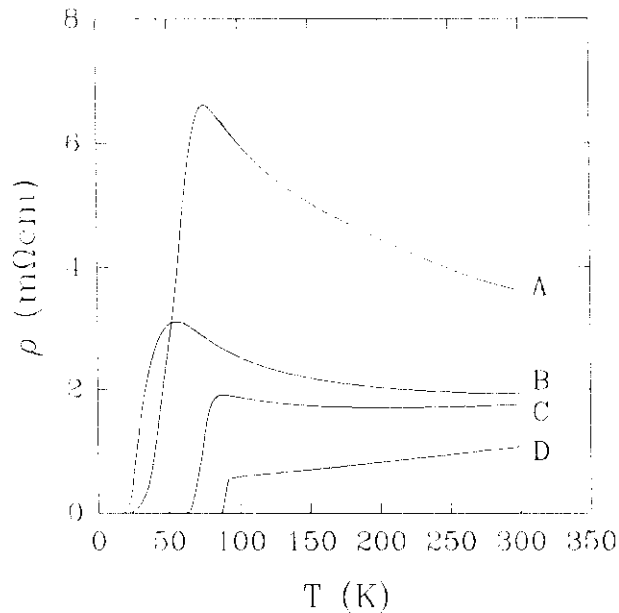


Figura V.15: Curvas de resistividad en función de la temperatura correspondientes a varias láminas orientadas eje-a: (A) superred (20 cu EBCO / 20 cu PBCO), (B) superred (12 cu EBCO / 5 cu PBCO), (C) superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), (D) película simple de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

no solo se aprecia en la transición superconductora, sino también en la dependencia funcional de $\rho(T)$ en el estado normal. Observamos que el comportamiento metálico típico de las películas eje-a simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se pierde en las superredes, incluso en las que tienen menor cantidad de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, que muestran $d\rho/dT < 0$ al menos en un rango de temperaturas. Esta característica de la resistividad es distinta en el caso de las superredes eje-c, en las que si bien disminuye la metalicidad, en general, la pendiente $d\rho/dT$ se mantiene positiva [27,65]. Por lo que respecta a la densidad de corriente crítica (gráfica V.16), de la que no existen resultados previos en la literatura, hemos encontrado valores en el rango de $J_c \sim 10^4 \text{ A/cm}^2$ que, si bien son menores que los de las películas orientadas eje-a simples, son bastante aceptables.

Con el fin de aclarar cómo están relacionadas la presencia de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y la evolución de la transición superconductora de las superredes, resulta conveniente representar la temperatura crítica en función de los espesores tanto de las capas aislantes como de las superconductoras. Parece que, para un espesor dado de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

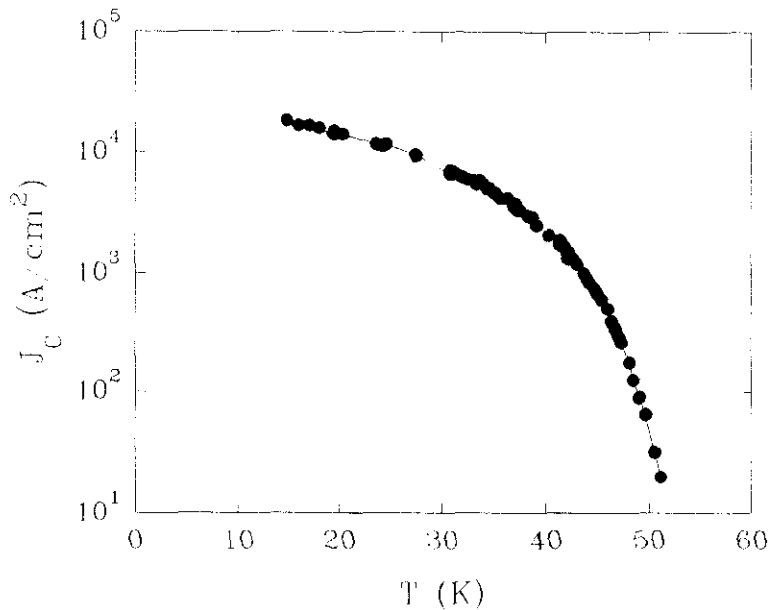


Figura V.16: Densidad de corriente crítica en función de la temperatura de una superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO) orientada eje-a.

(gráfica V.17(a)), aunque la T_c se reduce apreciablemente respecto a la de las películas simples con la introducción de capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ de tan solo 5 celdas unidad de espesor ($\sim 20\text{\AA}$), permanece prácticamente constante aun incrementando este espesor hasta $\sim 390\text{\AA}$ (100 celdas). Por el contrario, si se mantiene constante el espesor de las capas aislantes (gráfica V.17(b)), vemos que la temperatura crítica disminuye monótonamente a medida que decrece el número de celdas por capa de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Hay que señalar que en las superredes eje-c se observan características semejantes en función de los espesores, aunque en ese caso la reducción de la T_c es menor [28].

A la vista de este comportamiento de la temperatura crítica con los espesores y de las propiedades cristalinas anteriormente descritas, pensamos que no son deficiencias estructurales, tales como la interdifusión o las tensiones en la red debidas a la interfase, las principales responsables de estas variaciones en la transición superconductor respecta a las láminas eje-a simples. Cabe comentar que ese tipo de problemas estructurales no pueden ser cuantificados en estas muestras mediante la técnica habitual de refinamiento de rayos-X [60], ya que las reflexiones que proceden del sustrato están muy cercanas a las de la multicapa (figura V.4) y, por tanto, estas últimas quedan distorsionadas. En cualquier caso, hay varias

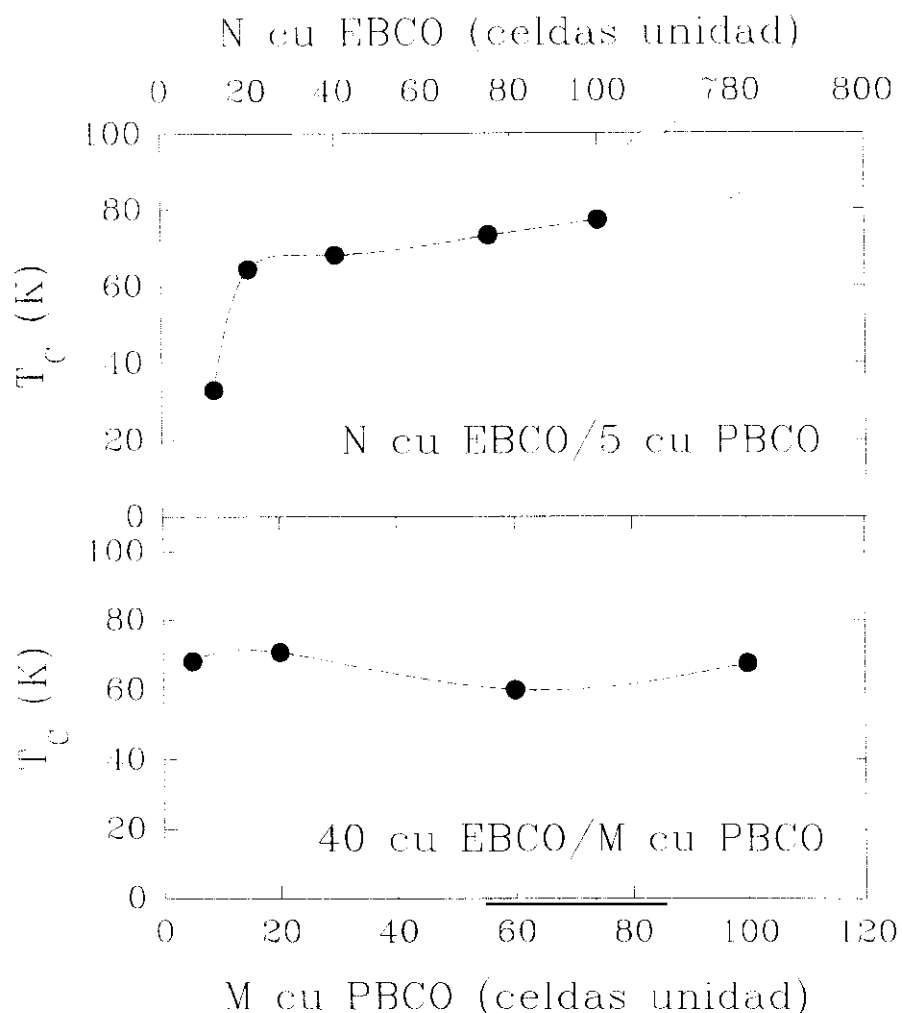


Figura V.17: Evolución de la temperatura crítica de punto medio: **(a)** en función del espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, **(b)** en función del espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. El símbolo \circ representa una película eje-a simple.

razones que apoyan la idea de su no influencia en este caso; por una parte, aunque las interfaces no son perfectas y podemos esperar una cierta mezcla de átomos de Eu y Pr en esa región, es difícil que esa interdifusión afectase a un espesor mayor de una o dos celdas unidad, conocidas las buenas propiedades estructurales; incluso en el caso hipotético de que así fuera, cabe pensar que existirían variaciones en la temperatura crítica al aumentar el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Conviene destacar el hecho de que mientras las aleaciones $\text{Eu}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no son superconductoras para $x \geq 0.5$ [50,66], sí hemos encontrado transiciones en multicapas con alta proporción de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ como (40 cu EBCO

/ 100 cu PBCO) y (20 cu EBCO / 100 cu PBCO). Igualmente, no parece adecuado pensar que las deformaciones generadas en la red cristalina de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ debidas a 5 celdas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, son iguales a las producidas por 100 celdas, por lo que no debe ser esta una causa importante en la variación de la temperatura crítica.

Pensamos que la razón principal del comportamiento de las transiciones superconductoras de las superredes eje-a se encuentra en el hecho de que los planos de CuO_2 están compartidos por las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (figura V.11). Como ya comentamos, por acción del Pr se produce la disminución y/o localización de los portadores en dichos planos, con lo que desaparece la superconductividad en el $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. De la misma forma, cabe pensar que en las multicapas modifica la estructura electrónica de los planos de CuO_2 compartidos, no solo en la región correspondiente a las capas aislantes, sino también en la de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ vecinas, variando, en consecuencia, sus propiedades superconductoras. De hecho, existen cálculos teóricos [67] que predicen una redistribución de la carga en estas superredes eje-a debido a esa pertenencia simultánea de cada plano de CuO_2 a las capas aislantes y superconductoras; en concreto, estos autores obtienen una disminución de portadores en las regiones de los planos de CuO_2 que se encuentran en las capas superconductoras [67]. Recordemos, en base a los resultados obtenidos en muestras desoxigenadas (apartado 3.4.3), que pequeñas variaciones en el número de portadores en las películas orientadas eje-a producen cambios importantes en las propiedades de conducción (disminución de la temperatura crítica y pérdida de la metalicidad entre otros); en las superredes parece que nos encontramos en un caso semejante, pero la variación en los portadores del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no se provoca mediante la reducción del contenido de oxígeno, sino por la acción del Pr de las capas cercanas.

Los resultados mostrados en la figura V.17, en los que se aprecian cambios en la transición superconductoras cuando se varía el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dejando, a la vez, constante el de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, y, por el contrario, en los que la temperatura crítica permanece prácticamente constante cuando se modifica el espesor de las capas aislantes para un mismo espesor de las capas superconductoras, parecen indicar que la influencia de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sobre las de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ debe estar caracterizada por un cierta longitud típica; es decir, una distancia a lo largo de la cual la acción del praseodimio sobre las capas superconductoras disminuye. Esta longitud típica debe ser bastante larga, en vista de que incluso las capas con 100 celdas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\sim 390\text{\AA}$) son afectadas por las de 5 celdas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Estas largas distancias a lo largo del eje a están en consonancia con los resultados obtenidos en tricapas $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

eje-a, en donde se encuentran longitudes de acoplamiento entre las capas superconductoras, a través de la aislante, de hasta 1000Å [45].

5.4.2 Propiedades en el estado normal.

Las propiedades de transporte en el estado normal nos proporcionan también características de la influencia del praseodimio sobre las propiedades electrónicas del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En la gráfica V.18 se representa la resistividad en estado normal de varias superredes de acuerdo a un modelo de salto de rango variable ($T^{1/4}$). Como vemos, al igual que sucedía en las películas simples de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, se encuentra este tipo de conducción en el rango de temperaturas más alto (200-300 K), desviándose a temperaturas más bajas, lo que, efectivamente, nos indica una localización de los portadores que contribuyen a la conducción. La pendiente del ajuste proporciona el valor de T_0 (ecuación (5.1)), cuya expresión es [56]

$$T_0 = \frac{\gamma}{\zeta^3 k_B \rho_0(E_F)}, \quad (5.7)$$

donde γ es una constante sin dimensiones, $\rho_0(E_F)$ es la densidad de estados en el nivel de Fermi y ζ representa la longitud de localización (la función de onda del estado ψ es tal que $\psi \sim \exp[-r/\zeta]$). Los valores de T_0 obtenidos en las láminas representadas en la figura V.18 varían desde $6.5 \cdot 10^6$ K para la película de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ hasta $4.5 \cdot 10^3$ K en el caso de la superred (20 cu EBCO / 20 cu PBCO). Teniendo en cuenta la igualdad (5.7), estos resultados son consecuencia de que en las superredes existe una mayor densidad de estados y/o una menor localización de los mismos respecto a las películas simples de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$; en principio, dado que ζ va con una potencia cúbica en el denominador de (5.7), cabe pensar que, probablemente, son las variaciones en su valor las que están jugando un papel más importante.

Por su parte, el comportamiento del efecto Hall en estado normal de las superredes también presenta cambios en comparación con el encontrado en las películas eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (apartado 3.4.4). Aunque el coeficiente Hall R_H , que sigue teniendo signo negativo, se mantiene aproximadamente constante en función de la temperatura, su valor es bastante mayor (en valor absoluto), incluso para una superred (100 cu EBCO / 5 cu PBCO) que tiene un porcentaje de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ pequeño (gráfica V.19). Claramente, esta variación

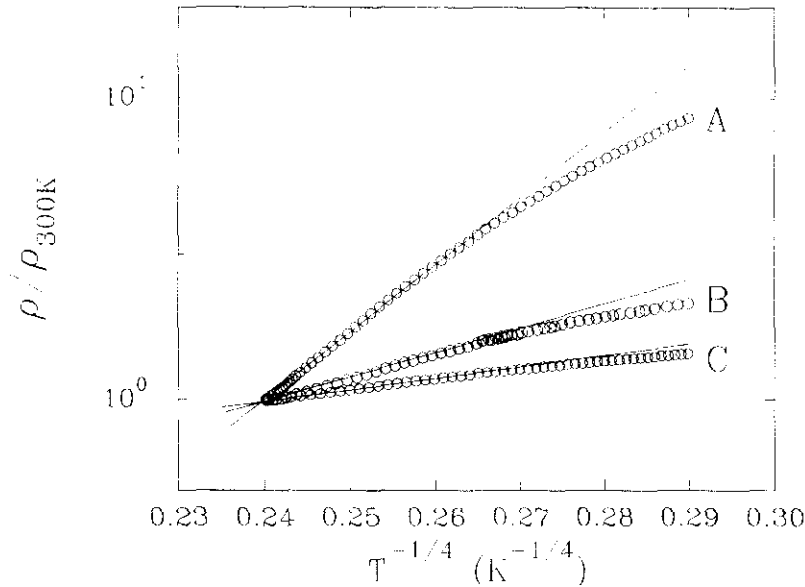


Figura V.18: Salto de rango variable en diversas láminas delgadas con orientación eje-a. (A) Película de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con $T_0 = 6.5 \times 10^6$ K. (B) multicapa (20 cu EBCO / 100 cu PBCO) con $T_0 = 1.0 \times 10^5$ K, y (C) superred (20 cu EBCO / 20 cu PBCO) con $T_0 = 4.5 \times 10^3$ K.

no puede ser explicada por una reducción del espesor efectivo de la lámina. Aunque como ya comentamos, la explicación del signo, valor y dependencia funcional de $R_H(T)$ es un tema todavía abierto, lo que sí reflejan nuestros resultados es que la presencia del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en las superredes provoca la alteración de la estructura electrónica del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Cabe añadir que ya en las multicapas con orientación eje-c existen trabajos que muestran procesos de redistribución de carga entre las capas de los dos materiales [68] y de localización de portadores [69].

5.4.3 Línea de irreversibilidad.

Se ha determinado la línea de irreversibilidad de las superredes a partir de los inicios de la disipación de las curvas de resistividad en función del campo magnético y a temperatura constante. Algunos de los resultados obtenidos en las medidas realizadas en la configuración geométrica habitual, con H perpendicular al plano de la muestra, aparecen en la figura V.20, donde hemos representado la línea de irreversibilidad, en temperatura reducida, para un

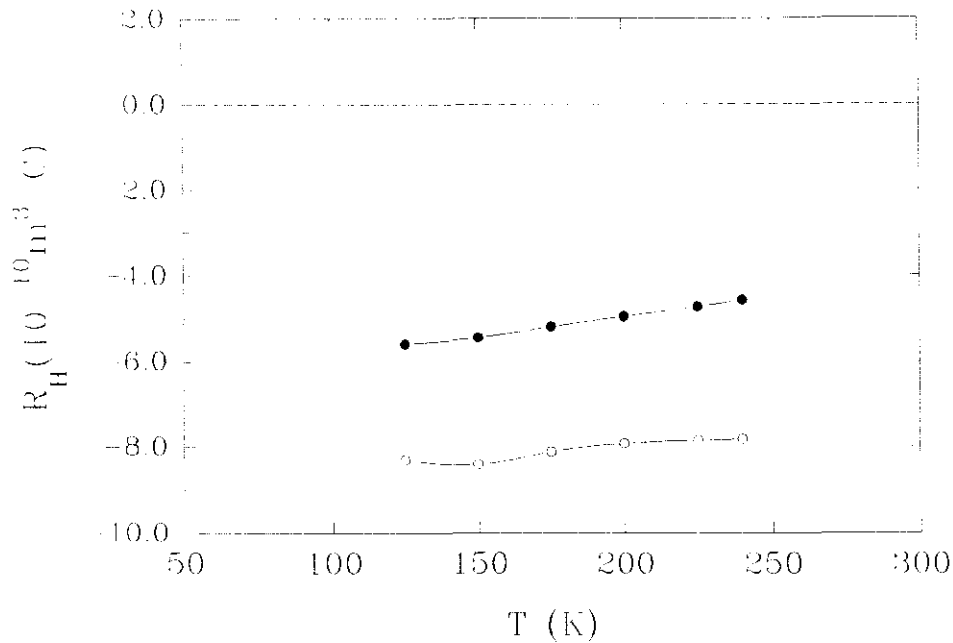


Figura V.19: Coeficiente Hall en función de la temperatura: ○ multicapa eje-a (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), ● película eje-a simple de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

conjunto de superredes eje-a en el que varía el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (desde 12 hasta 100 celdas unidad), permaneciendo constante en 5 celdas el espesor de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Como vemos, a medida que se va reduciendo la cantidad de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, la línea de irreversibilidad se desplaza hacia temperaturas más bajas. Este comportamiento parece corresponderse con la influencia ya mencionada del praseodimio sobre las propiedades superconductoras del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y con el hecho de que, en esta geometría, los vórtices cruzan toda la estructura de multicapa, incluyendo las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Ambas circunstancias concurren para que se reduzca la energía de línea del vórtice y, de esta forma, sea más favorable ponerlos en movimiento. Hay que mencionar que el desplazamiento de la línea de irreversibilidad hacia temperaturas más bajas al disminuir el espesor de las capas superconductoras ha sido observado también en superredes orientadas eje-c [70]. En cualquier caso, se mantienen considerablemente por encima de la línea de irreversibilidad de otros cupratos superconductores de carácter netamente laminar como el $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$, en donde, por ejemplo, para $T/T_c=0.6$ el campo de irreversibilidad es ≈ 0.2 kOe [71].

Por otra parte, si comparamos la línea de irreversibilidad en esta geometría de medida con la obtenida con el campo magnético aplicado paralelamente a las capas, se obtienen

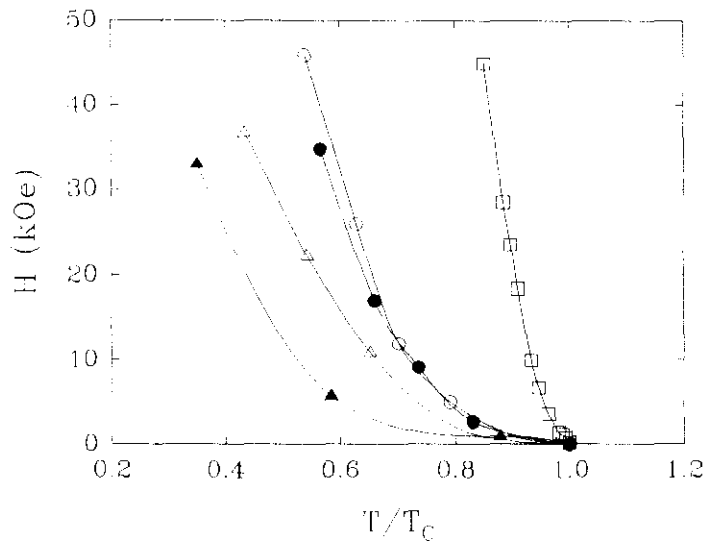


Figura V.20: Línea de irreversibilidad en función de la temperatura reducida de varias láminas orientadas eje-a, con el campo magnético perpendicular al plano de la muestra: □ película simple, ○ superred (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), ● superred (75 cu EBCO / 5 cu PBCO), ▲ superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), ▲ superred (12 cu EBCO / 5 cu PBCO).

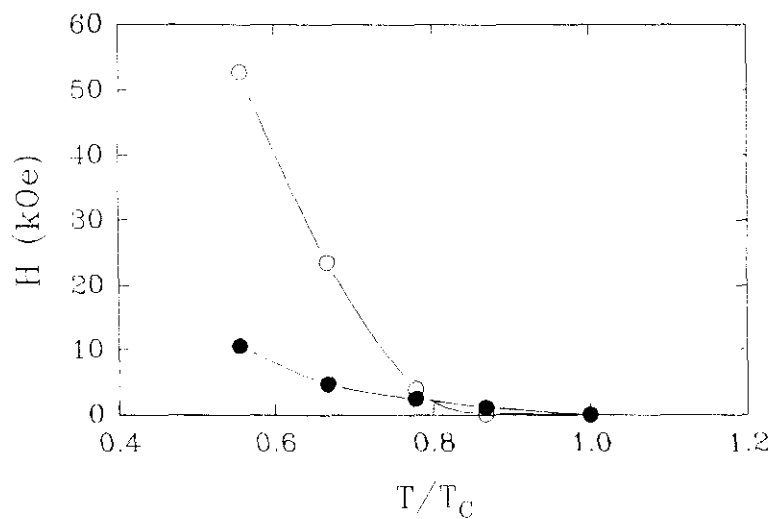


Figura V.21: Línea de irreversibilidad de una superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO) con orientación eje-a en distintas configuraciones geométricas de campo magnético: ● H perpendicular a las capas, ○ H paralelo a las capas.

resultados como el representado en la gráfica V.21, en donde ambas curvas se cruzan, de tal manera que un amplio rango de temperaturas la correspondiente a campo paralelo se encuentra en valores de H claramente mayores, lo que supone un mecanismo de anclaje de los vórtices más intenso. En el siguiente capítulo se realiza un análisis pormenorizado de estos fenómenos que aparecen en el estado mixto y que, como veremos, están relacionados con la propia estructura de multicapa crecida y su influencia en el movimiento de la red de vórtices.

5.5 Conclusiones.

-Se han crecido superredes superconductor/aislante de la familia 1:2:3 del tipo $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje- a , lo que es posible gracias a que las redes cristalinas de ambos materiales son muy parecidas. Las muestras han sido depositadas sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$ mediante pulverización catódica tipo magnetrón, empleando blancos con la composición estequiométrica para cada material y alternando la posición del portasustratos sobre cada uno de los magnetrones. La presión total de pulverización ha sido de 300 mTorr, con un 6% de O_2 y el resto de argón. La deposición se lleva a cabo en dos pasos de temperatura (640°C - 700°C), que se corresponden con las condiciones para la obtención de películas simples de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje- a . Posteriormente, se realiza un recocido en atmósfera de oxígeno igual al utilizado para el crecimiento de las láminas superconductoras simples.

-Diversas técnicas han sido empleadas para estudiar las propiedades cristalinas de estas multicapas. El análisis de las muestras mediante difracción de rayos-X revela la presencia de varios satélites de difracción de ángulo alto (hasta el tercer orden), que son producidos por el orden adicional que supone la estructura de superred. Por su parte, tanto las reflexiones Bragg en los diagramas $\theta/2\theta$ como las curvas *rocking* en torno a la reflexión (200) son estrechas ($\text{FWHM} \approx 0.2^\circ$), indicando alta coherencia cristalina. En las imágenes de microscopía TEM en sección transversal se observa la existencia de una red de franjas de difracción a lo largo del espesor de la multicapa, que es consecuencia del buen acoplo de las redes cristalinas de ambos materiales; si bien los números atómicos del Pr y del Eu son muy próximos, en algunas regiones también se observa el contraste correspondiente a la estructura de multicapa. En esta misma geometría, en el diagrama de difracción de electrones se encuentran satélites a los lados de las reflexiones correspondientes al espaciado del eje a de la red y en la dirección de crecimiento, satélites que son fruto de la superestructura existente

en la muestra. El estudio de la superficie de las muestras mediante SEM y AFM indica la presencia de *bloques* de forma rectangular que son similares a los encontrados en las películas eje-a simples.

-Por lo que se refiere a las propiedades de transporte, estas superredes con orientación eje-a tienen transiciones superconductoras, incluso aquellas con un alto porcentaje de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. La evolución de las temperaturas críticas en función de los diferentes espesores revela que las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no se comportan como un material aislante inerte, sino que, debido, principalmente, al hecho de que comparten los planos de CuO_2 , modifican la estructura electrónica del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ cercano y, con ello, sus propiedades de transporte. Los resultados indican que el praseodimio produce una localización y/o disminución de los portadores de carga del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, fenómeno que se manifiesta en el comportamiento de salto de rango variable de la resistividad en estado normal y en el incremento (en valor absoluto) del coeficiente Hall. Asimismo, la presencia de capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ afecta a la dinámica de vórtices, produciendo variaciones en la línea de irreversibilidad. Además, los datos revelan la presencia de un nuevo centro de anclaje intenso que es anisotrópico.

Referencias.

- [1] L. Esaki y R. Tsu, *IBM J. Res. Develop.* **14**, (1970) 61.
- [2] L. L. Chang, L. Esaki, W. E. Howard y R. Ludeke, *J. Vac. Sci. Technol.* **10**, (1973) 11.
- [3] A. Segmüller, P. Krishna y L. Esaki, *J. Appl. Cryst.* **10**, (1977) 1; y sus referencias.
- [4] A. C. Gossard, *Thin Solid Films* **57**, (1979) 3; y sus referencias.
- [5] M. J. Kelly y R. J. Nicholas, *Rep. Prog. Phys.* **48**, (1985) 1699; y sus referencias.
- [6] M. Sundaram, S. A. Chalmers, P. F. Hopkins y A. C. Grossard, *Science* **254**, (1991) 1326.
- [7] G. Bauer y H. Krenn, *Contemporary Physics* **32**, (1991) 383; y sus referencias.
- [8] I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **44**, (1980) 1597.
- [9] M. T. Pérez-Frías y J. L. Vicent, *Phys. Rev. B* **38**, (1988) 9503.
- [10] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky y H. Sowers, *Phys. Rev. Lett.* **57**, (1986) 2442.
- [11] A. Cebollada, J. L. Martínez, J. M. Gallego, J. J. de Miguel, R. Miranda, S. Ferrer, F. Batallán, G. Fillion y J. P. Rebouillat, *Phys. Rev. B* **39**, (1989) 9726.
- [12] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich y J. Chazelas, *Phys. Rev. Lett.* **61**, (1988) 2472.
- [13] S. S. P. Parkin, N. More y K. P. Roche, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 2304.
- [14] J. M. Gallego, D. Lederman, S. Kim e I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **74**, (1995) 4515.
- [15] J. M. Murduck, J. L. Vicent, I. K. Schuller y J. B. Ketterson, *J. Appl. Phys.* **62**, (1987) 4216.
- [16] I. Banerjee, Q. S. Yang, C. M. Falco e I. K. Schuller, *Solid State Commun.* **41**, (1982) 805.
- [17] R. Simon, *Physics Today*, Junio (1991) 64.
- [18] M. G. Karkut, V. Matijasevic, L. Antognazza, J.-M. Triscone, N. Missert, M. R.

- Beasley y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **60**, (1988) 1751.
- [19] D. Neerinck, K. Temst, C. Van Haesendonck, Y. Bruynseraede, A. Gilabert e I. K. Schuller, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 8676.
- [20] W. R. White, A. Kapitulnik y M. R. Beasley, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 6303.
- [21] P. R. Broussard y T. H. Geballe, *Phys. Rev. B* **37**, (1988) 68.
- [22] J. M. Murduck, D. W. Capone II, I. K. Sculler, S. Foner y J. B. Ketterson, *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988) 504.
- [23] A. N. Lykov, *Adv. Phys.* **42**, (1993) 263; y sus referencias.
- [24] U. Poppe, P. Prieto, J. Schubert, H. Soltner, K. Urban y Ch. Buchal, *Solid State Commun.* **71**, (1989) 569.
- [25] J.-M. Triscone, M. G. Karkut, L. Antognazza, O. Brunner y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **63**, (1989) 1016.
- [26] X. D. Wu, X. X. Xi, Q. Li, A. Inam, B. Dutta, L. DiDomenico, C. Weiss, J. A. Martínez, B. J. Wilkens, S. A. Schwarz, J. B. Barner, C. C. Chang, L. Nazar y T. Venkatesan, *Appl. Phys. Lett.* **56**, (1990) 400.
- [27] J.-M. Triscone, Ø. Fischer, O. Brunner, L. Antognazza, A. D. Kent y M. G. Karkut, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 804.
- [28] Q. Li, X.X. Xi, X. D. Wu, A. Inam, S. Vadlamannati, W. L. McLean, T. Venkatesan, R. Ramesh, D. M. Hwang, J. A. Martínez y L. Nazar, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 3086.
- [29] D. H. Lowndes, D. P. Norton y J. D. Budai, *Phys. Rev. Lett.* **65**, (1990) 1160.
- [30] H. Raffy, S. Labdi, Z. Z. Li, H. Rifi, S. F. Kim, S. Megtert, O. Laborde and P. Monceau, *Physica C* **235-240**, (1994) 182. A. Cretton, Y. Jaccard, E. J. Williams, J.-P. Locquet, E. Mächler, J.-M. Triscone, Ø. Fischer, T. Schneider y P. Martinoli, *Physica C* **235-240**, (1994) 733.
- [31] J. Chrzanowski, S. Meng-Burany, A. E. Curzon, J. C. Irwin, B. Heinrich, R. A. Cragg, C. Backhouse, V. Angus, F. Habib, H. Zhou y A. A. Fife, *Supercon. Sci. Technol.* **8**, (1995) 455.
- [32] K. Char, L. Antognazza y T. H. Geballe, *Appl. Phys. Lett.* **63**, (1993) 2420.

- [33] G. Jakob, V. V. Moshchalkov e Y. Bruynseraede, *Appl. Phys. Lett.* **66**, (1995) 2564.
- [34] E. E. Fullerton, J. Guimpel, O. Nakamura y I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **69**, (1992) 2859.
- [35] G. Jakob, P. Przyslupski, C. Tomé-Rosa, A. Walkenhorst, M. Schmitt y H. Adrian, *Appl. Phys. Lett.* **59**, (1991) 1626.
- [36] G. Jakob, T. Hahn, C. Stölzel, C. Tomé-Rosa y H. Adrian, *Europhys. Lett.* **19**, (1992) 135.
- [37] T. Terashima, K. Shimura, Y. Bando, Y. Matsuda, A. Fujiyama y S. Komiyama, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 1362.
- [38] Y. Matsuda, S. Komiyama, T. Terashima, K. Shimura e Y. Bando, *Phys. Rev. Lett.* **69**, (1992) 3228.
- [39] O. Brunner, L. Antognazza, J.-M. Triscone, L. Miéville y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 1354.
- [40] Q. Li, C. Kwon, X. X. Xi, S. Bhattacharya, A. Walkenhorst, T. Venkatesan, S. J. Hagen, W. Jiang y R. L. Greene, *Phys. Rev. Lett.* **69**, (1992) 2713.
- [41] X. G. Qiu, B. R. Zhao, S. Q. Guo, J. L. Zhang, L. Li y M. Tachiki, *Phys. Rev. B* **48**, (1993) 16180.
- [42] C. B. Eom, A. F. Marshall, J.-M. Triscone, B. Wilkens, S. S. Laderman y T. H. Geballe, *Science* **251**, (1991) 780.
- [43] J.-M. Triscone, C. B. Eom, Y. Suzuki y T. H. Geballe, *J. Alloys Compounds* **183**, (1992) 224.
- [44] Y. Suzuki, J.-M. Triscone, C. B. Eom, M. R. Beasley y T. H. Geballe, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 328.
- [45] J. B. Barner, C. T. Rogers, A. Inam, R. Ramesh y S. Bersey, *Appl. Phys. Lett.* **59**, (1991) 742.
- [46] T. Hashimoto, M. Sagoi, Y. Mizutani, J. Yoshida y K. Mizushima, *Appl. Phys. Lett.* **60**, (1992) 1756.
- [47] S. Hontsu, N. Mukai, J. Ishii, T. Kawai y S. Kawai, *Appl. Phys. Lett.* **63**, (1993) 1576.
- [48] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, *Thin Solid Films* (en prensa).

- [49] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, *Phys. Rev. B* **52**, (1995) 3872.
- [50] Z. Tomkowicz, A. Szytuła y K. Wojciechowski, *Supercond. Sci. Technol.* **5**, (1992) 373.
- [51] J. J. Neumeier, T. Bjørnholm, M. B. Maple e I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **63**, (1989) 2516; y sus referencias.
- [52] H. B. Radousky, *J. Mater. Res.* **7**, (1992) 1917.
- [53] M. B. Maple, J. M. Ferreira, R. R. Hake, B. W. Lee, J. J. Neumeier, C. L. Seaman, K. N. Yang y H. Zhou, *J. Less-Common Met.* **149**, (1989) 405.
- [54] R. Fehrenbacher y T. M. Rice, *Phys. Rev. Lett.* **70**, (1993) 3471; y sus referencias.
- [55] N. F. Mott, *Phil. Mag.* **19**, (1969) 835.
- [56] V. Ambegaokar, B. I. Halperin y J. S. Langer, *Phys. Rev. B* **4**, (1971) 2612.
- [57] U. Kabasawa, Y. Tarutani, M. Okamoto, T. Fukuzawa, A. Tsukamoto, M. Hiratani y K. Takagi, *Phys. Rev. Lett.* **70**, (1993) 1700.
- [58] L. Hoffmann, A. A. Manuel, M. Peter, E. Walker, M. Gauthier, A. Shukla, B. Barbellini, S. Massida, Gh. Adam, S. Adam, W. N. Hardy y R. Liang, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 4047.
- [59] M. Lee, Y. Suzuki y T. H. Geballe, *Phys. Rev. B* **51**, (1995) 15619.
- [60] E. E. Fullerton, I. K. Schuller, H. Vanderstraeten e Y. Bruynseraede, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 9292.
- [61] A. Segmüller y A. E. Blakeslee, *J. Appl. Cryst.* **6**, (1973) 19.
- [62] K. E. Meyer, G. P. Felcher, S. K. Sinha e I. K. Schuller, *J. Appl. Phys.* **52**, (1981) 6608.
- [63] B. D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, Ed. Addison-Wesley (1967).
- [64] G. Liu, G. Xiong, G. Li, G. Lian, K. Wu, S. Liu, J. Li y S. Yan, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 15287.
- [65] W. S. Seow, R. A. Doyle, J. D. Johnson, D. Kumar, R. Somekh, D. J. C. Walker y A. M. Campbell, *Physica C* **241**, (1995) 71.
- [66] H. Iwasaki, O. Taniguchi, S. Kenmochi y N. Kobayashi, *Physica C* **244**, (1995) 71.

- [67] G. Baumgärtel, W. Hübner y K.-H. Bennemann, *Phys. Rev. B* **46**, (1992) 8429.
- [68] M. Affronte, J.-M. Triscone, O. Brunner, L. Antognazza, L. Miéville, M. Decroux y Ø. Fischer, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 11484; Q. Li, C. Kwon, X. X. Xi, T. Venkatesan, K.-M. Ham y R. Sooryakumar, *Physica C* **235-240**, (1994) 91.
- [69] D. P. Norton, D. H. Lowndes, S. J. Pennycook y J. D. Budai, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 1358.
- [70] H. Obara, A. Sawa y S. Kosaka, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 1224.
- [71] K. Kadowaki y T. Mochiku, *Physica C* **195**, (1992) 127.

6. Influencia de la estructura de multicapa en el estado mixto de las superredes orientadas eje-a.

6.1 Anclaje de vórtices en estructuras laminares.

6.1.1 Introducción.

Desde los primeros trabajos llevados a cabo en láminas delgadas superconductoras con estructura de multicapa, se observó que dicha estructura desempeñaba un importante papel en el comportamiento del material superconductor en el estado mixto [1]. Dentro de este contexto, uno de los temas que despierta un interés especial es el que concierne a la influencia de la multicapa sobre el anclaje de la red de vórtices, factor de gran importancia de cara a las aplicaciones. Así, los primeros estudios en este sentido datan de los años setenta [2-3] y fueron realizados en películas de aleaciones superconductoras de Pb-Bi moduladas espacialmente en composición, en las que la concentración de bismuto ($C(x)$) varía sinusoidalmente en la dirección x perpendicular al plano de la lámina ($C(x) \propto \sin(2\pi x/2a)$, donde el periodo de modulación $2a$ es del orden de 1000 \AA). Estos autores encontraron que cuando el campo magnético era aplicado en la dirección de modulación (es decir, perpendicular al plano de la lámina) el comportamiento de la corriente crítica era semejante al de una película homogénea, pero que, si se aplicaba perpendicularmente a dicha dirección, aparecía un incremento en esa magnitud para un cierto rango de campos que dependía de la longitud de modulación. Posteriormente, en trabajos llevados a cabo en multicapas NbN/AlN [4], se obtuvieron grandes incrementos en la densidad de corriente crítica que se debían al anclaje que producía sobre los vórtices la presencia de las capas aislantes de AlN. Asimismo, Broussard y Geballe [5] observaron, en multicapas Nb/Ta, un incremento en la fuerza de anclaje cuando H se encontraba paralelo a las capas, debido a la interacción de los vórtices con las capas de tántalo, que tiene una temperatura crítica menor que el niobio. También cabe señalar que, en el sistema Mo/V, se han encontrado [6] fuerzas de anclaje con el campo paralelo que son un orden de magnitud mayores que con el campo perpendicular.

La razón fundamental de este comportamiento, en el que se produce un incremento en los valores de corriente crítica o en la fuerza de anclaje de la red de vórtices cuando el campo magnético se encuentra paralelo a las capas, se basa en la modulación espacial que sufre el parámetro de orden superconductor a lo largo de la dirección de crecimiento debido a la estructura de multicapa [5]. Es decir, en las capas no superconductoras presentes se produce una disminución del parámetro de orden, por lo que constituyen un buen centro de anclaje puesto que, como se esquematiza en la figura VI.1, es energéticamente favorable que los vórtices se sitúen en las regiones donde el parámetro de orden es más pequeño. Hay que tener en cuenta también que, en esta geometría de campo, dado que la corriente \mathbf{J}_T circula en el plano de la lámina, la fuerza de Lorentz que sufre un vórtice [7],

$$\mathbf{F} = \mathbf{J}_T \times \Phi_0/c, \quad (6.1)$$

es paralela a la dirección de crecimiento (gráfica VI.2), con lo que es sensible a la acción del anclaje por la multicapa. Además, hay que mencionar que la influencia de este tipo de anclaje sobre la red de vórtices varía con el campo magnético, ya que las distancias entre los

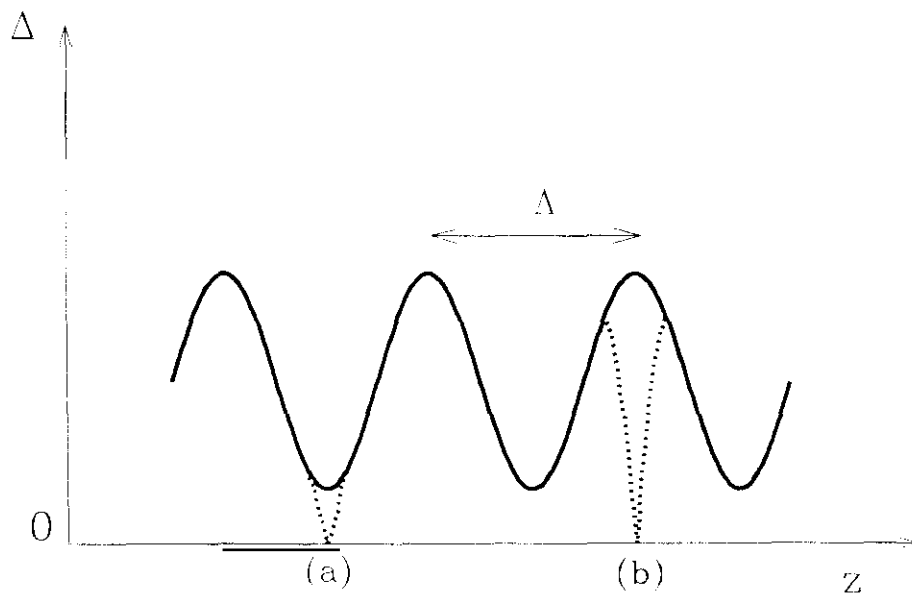


Figura VI.1: Esquema de la variación espacial del parámetro de orden superconductor a lo largo de la dirección de crecimiento en una multicapa con parámetro de modulación Λ . La línea de puntos indica la evolución de Δ cuando existe un vórtice en las posiciones (a) y (b). La línea continua se refiere al caso en que el sistema no contiene vórtices.

fluxoides dependen del valor de H ; por tanto, cabe esperar que el anclaje sea óptimo cuando la distancia entre vórtices se haga igual al espesor Λ de la bicapa. Teniendo en cuenta esta circunstancia, su influencia se hará presente en un mayor o menor rango de campos magnéticos dependiendo de la elasticidad de la red de vórtices, es decir, de la facilidad de esta red para deformarse y, así, adaptar la posición de los vórtices con las capas no superconductoras. Por otra parte, como ha sido sugerido por algunos autores [4], las propias intercaras existentes en las multicapas, como defectos estructurales planares que pueden ser, constituyen otro centro de anclaje adicional para los vórtices en dicha configuración de campo magnético.

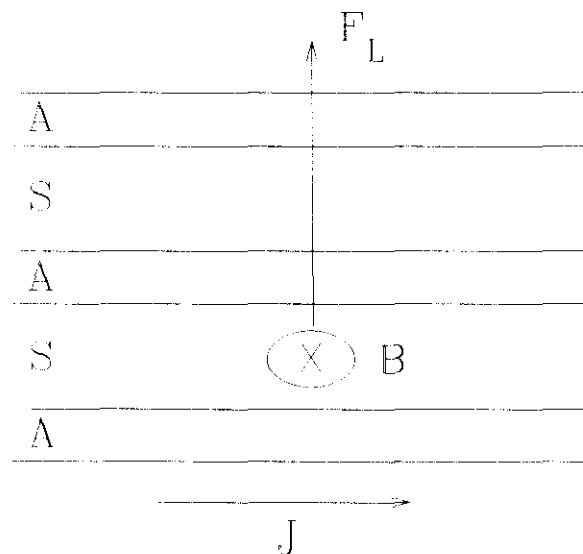


Figura VI.2: Esquema de la dirección de la fuerza de Lorentz (F_L) que actúa sobre el vórtice para el caso en que el campo magnético se aplica paralelamente a las capas de los materiales (S) y (A).

Además de los trabajos experimentales realizados al respecto, el papel jugado por la estructura de multicapa sobre la dinámica de la red de vórtices ha sido también estudiado desde el punto de vista teórico. Entre estos trabajos se encuentra el llevado a cabo por Ami y Maki [8], que obtuvieron una expresión para la dependencia de la corriente crítica con el campo magnético basada en la teoría de Ginzburg-Landau, y calculada para aleaciones moduladas en composición y en el rango de campos cercanos a H_{C2} . Asimismo, teniendo en cuenta argumentos relativos a las propiedades elásticas de la red de vórtices, Lowell [9] calculó una expresión de la fuerza de anclaje. En estos análisis teóricos se encuentran

máximos en las magnitudes cuando existe ajuste entre la red de vórtices y la longitud de modulación.

6.1.2 Anclaje intrínseco.

Por lo que respecta a los óxidos superconductores de alta temperatura y, en nuestro caso, a los miembros de la familia del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, el primer factor a tener en cuenta, de cara a estudiar el anclaje de la red de vórtices, es la anisotropía natural en la estructura cristalina que poseen estos materiales. La existencia en dicha estructura de una región altamente superconductora que se corresponde con los planos de CuO_2 , frente a otras regiones más débilmente superconductoras como son las cadenas de CuO , define una naturaleza laminar de la propia celda unidad del compuesto, en la que existe una modulación espacial del parámetro de orden superconductor a lo largo del eje c del cristal (con periodo el mismo parámetro c de la red), de manera similar a la representada en la figura VI.1 para el caso de las multicapas. Este hecho condujo a Tachiki y Takahashi [10] a proponer un mecanismo de tipo intrínseco para el anclaje de los vórtices, es decir, fundamentado en la propia estructura cristalina laminar de estos superconductores.

Estos autores consideran un modelo para la variación espacial del parámetro de orden en el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ del tipo

$$\Delta_0(z) = \Delta_1 + \Delta_2 \cos\left(\frac{2\pi z}{p_c}\right), \quad (6.2)$$

donde Δ_1 y Δ_2 son constantes positivas tales que $\Delta_1 > \Delta_2$, y p_c es el parámetro del eje c de la red que se ha tomado en la dirección z ; toman el origen $z=0$ (es decir, Δ_0 máximo) en la posición del átomo de Y, que se encuentra en el punto medio de la distancia más corta entre los dos planos de CuO_2 . Si ahora se considera un único vórtice cuyo eje es paralelo a la dirección y (por tanto, paralelo también a los planos de CuO_2), y que pasa por el punto $x=y=0$ y $z=z_0$, la variación espacial del parámetro de orden calculada por Tachiki y Takahashi [10] queda

$$\Delta(r) = \Delta_0(z) \tanh\left[\left(\frac{x}{\xi_{ab}}\right)^2 + \left(\frac{z-z_0}{\xi_c}\right)^2\right]^{1/2}, \quad (6.3)$$

siendo ξ_c y ξ_{ab} las longitudes coherentes en las direcciones paralela y perpendicular al eje c

respectivamente. La modulación en el parámetro de orden produce una variación (E_1) en la densidad de energía de condensación superconductor respecto a la de un superconductor con parámetro de orden uniforme $\Delta_1 = H_c^2/8\pi$ (siendo H_c el campo crítico termodinámico); en concreto, esta variación es un decrecimiento cuya expresión es

$$E_1 = \frac{H_c^2}{4\pi} \left[1 - \left(\frac{\Delta_0(z)}{\Delta_1} \right)^2 \right]. \quad (6.4)$$

Igualmente, el decrecimiento que se produce en la densidad de energía de condensación cuando se introduce un vórtice en el sistema se puede expresar como

$$E_2 = \frac{H_c^2}{4\pi} \left[1 - \left(\frac{\Delta(r)}{\Delta_1} \right)^2 \right]. \quad (6.5)$$

A partir de la diferencia entre los valores de la energía de condensación expresados en (6.4) y (6.5), $U(z_0) = E_1 - E_2$, se puede obtener la fuerza de anclaje sobre el vórtice, y en la dirección z , mediante la relación

$$f_p(z_0) = -\frac{d}{dz_0} U(z_0); \quad (6.6)$$

y, operando, queda

$$f_p(z_0) = \frac{H_c^2}{8\pi} 2\pi p_c \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} \eta(z_0), \quad (6.7)$$

en donde $\eta(z_0)$ representa una cantidad adimensional cuya expresión es

$$\eta(z_0) = \frac{4\Delta_2}{p_c^2 \Delta_1} \int dx dz \left(1 + \frac{\Delta_2}{\Delta_1} \cos \left[\frac{2\pi(z+z_0)}{p_c} \right] \right) \operatorname{sen} \left[\frac{2\pi(z+z_0)}{p_c} \right] \left(\operatorname{sech} \left[\frac{r}{\xi_c} \right] \right)^2,$$

siendo $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$. Si se define η_M como el máximo valor de $\eta(z_0)$ en función de z_0 , la fuerza de anclaje máxima que actúa sobre un vórtice está dada por

$$f_{pM} = \frac{H_c^2}{4} p_c \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} \eta_M. \quad (6.8)$$

Esta fuerza de anclaje depende de los parámetros del material superconductor y, en concreto, de como afectan estos al valor de η_M . Tachiki y Takahashi encontraron que η_M depende fuertemente del cociente ξ_c/p_c , haciéndose máximo en $\xi_c/p_c \sim 0.3$ y prácticamente nulo cuando $\xi_c/p_c > 1$. De acuerdo con este análisis, este tipo de fuerza de anclaje puede ser relevante en los superconductores de alta temperatura puesto que, en ellos, $\xi_c/p_c \sim 0.2-0.6$; además, el campo crítico termodinámico H_C de estos óxidos es elevado. En el caso particular del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, el valor de este cociente es $\xi_c/p_c \approx 0.3$ [11]; en otras palabras, tiene una corta longitud coherente ξ_c en comparación con el tamaño de la celda, lo que permite que el núcleo del vórtice se sitúe en el espacio existente entre cada pareja de planos de CuO_2 , tal y como se esquematiza en la figura VI.3, y, por ello, pueda estar sometido al anclaje intrínseco. En cambio, en otros superconductores con estructura laminar, como el NbSe_2 , este mecanismo de anclaje no debe ser importante, ya que ξ_c/p_c es mayor que la unidad [10]. Cabe añadir que, en este modelo teórico, la fuerza de anclaje máxima total (F_{pM}) se obtiene del producto de la fuerza de anclaje de un solo vórtice (6.8) y de la densidad de vórtices, y teniendo en cuenta la variación del parámetro de orden con el campo magnético. Su expresión final es

$$F_{pM} = \frac{H_C^2}{8\pi p_c} \frac{\xi_{ab}}{\xi_r} \eta_M \frac{B}{B_0} \left(1 - \frac{B}{\mu_0 H_{C2}}\right). \quad (6.9)$$

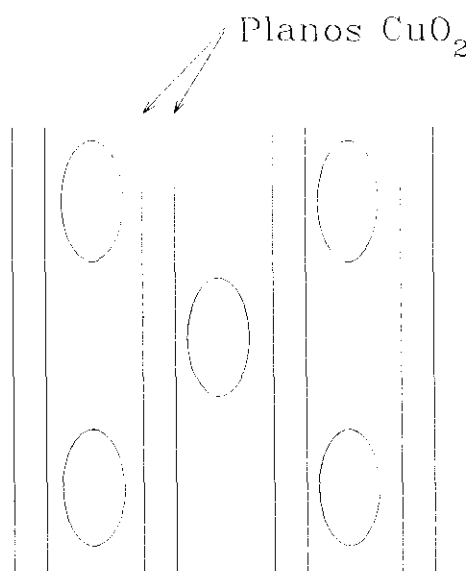


Figura VI.3: Diagrama de la ordenación de la red de vórtices (elipses) propuesto por el modelo de anclaje intrínseco para los óxidos superconductores de alta temperatura cuando el campo magnético es paralelo a los planos de CuO_2 .

Este mecanismo de anclaje intrínseco propuesto teóricamente ha sido observado experimentalmente en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, en medidas de resistividad realizadas en monocristales de este material [12]; también se ha encontrado en trabajos de corriente crítica en función del ángulo llevados a cabo en películas delgadas con orientación eje-c [13,14]. Por lo que respecta a las láminas eje-a, se obtienen valores de corriente crítica más altos (y de resistividad con campo más bajos) cuando el campo magnético está perpendicular al plano de la muestra y, por tanto, paralelo a los planos de CuO_2 [15]. Este comportamiento anisotrópico en la corriente crítica en las películas eje-a se ajusta bastante bien a un modelo de anclaje intrínseco, al igual que el de las láminas con orientación (110) y (113) [15]. Estos autores solo encuentran alguna contribución procedente de otros centros de anclaje (como los defectos de crecimiento) en el rango de temperaturas más alto; no obstante, no descartan la posibilidad de interpretar la dependencia de J_c en función del ángulo que forman el campo y los planos de CuO_2 en base a una contribución de la anisotropía de H_{c2} que, en cualquier caso, sería también consecuencia de la propia naturaleza laminar del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

En base a todos los argumentos anteriores, las superredes de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-a son un sistema muy interesante de cara a estudiar la dinámica de la red de vórtices en los superconductores de la familia 123. Por una parte, la introducción de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ permite variar la anisotropía de la muestra de una forma sistemática y, a su vez, estas capas aislantes pueden ser buenos centros de anclaje para los vórtices. Por otro lado, a diferencia de lo que sucede en las superredes orientadas eje-c, en las que la presencia del $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ incrementa la anisotropía natural y se superponen ambas contribuciones [16], la intrínseca y la de la multicapa, en las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a ello no sucede ya que, en este caso, la estructura de capas artificial se encuentra perpendicular a la natural de los planos de CuO_2 (recordemos la gráfica V.12); por tanto, ambas anisotropías están separadas y compiten, lo que permite comparar su influencia en la dinámica de vórtices.

Este capítulo está dedicado al estudio de las propiedades del estado mixto de las superredes orientadas eje-a. En primer lugar se analizan los efectos de la superestructura artificial sobre el anclaje de la red de vórtices, comparando los resultados con los obtenidos en películas eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ simples para observar las diferencias con el anclaje producido por la estructura natural. Posteriormente se comentan los nuevos efectos en la dinámica de vórtices que produce la estructura de superred cuando el campo magnético se aplica perpendicularmente a las capas, fruto de que al atravesar los vórtices las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se modifica su energía de condensación de línea.

6.2 Efectos de anclaje anisotrópico.

6.2.1 Magnetorresistencia.

La figura VI.4 muestra claramente la anisotropía existente en la dinámica de la red de vórtices de las películas orientadas eje-a. En ella se comparan los inicios en la disipación de la resistividad longitudinal medidos en dos configuraciones geométricas distintas de campo magnético; una con el campo paralelo al plano del sustrato, B_{\parallel} , y otra con el campo perpendicular a la lámina, B_{\perp} , (es decir, paralelo a los planos de CuO_2). Hay que señalar que, en ambos casos, la corriente de transporte es perpendicular al campo (gráfica VI.5). Como vemos, la resistividad de la película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a es considerablemente menor, y el comienzo de la disipación ocurre a campos más altos, cuando nos encontramos en la configuración B_{\perp} . Como ya se discutió en el capítulo 4, la disipación en el estado mixto está relacionada con el movimiento de los vórtices mediante la ley de Josephson [17], $\mathbf{E} = -\mathbf{v}_L \times \mathbf{H}/c$, siendo \mathbf{E} el campo eléctrico producido por un vórtice que se mueve con velocidad \mathbf{v}_L . De esta manera, los resultados representados en la figura VI.4 indican que,

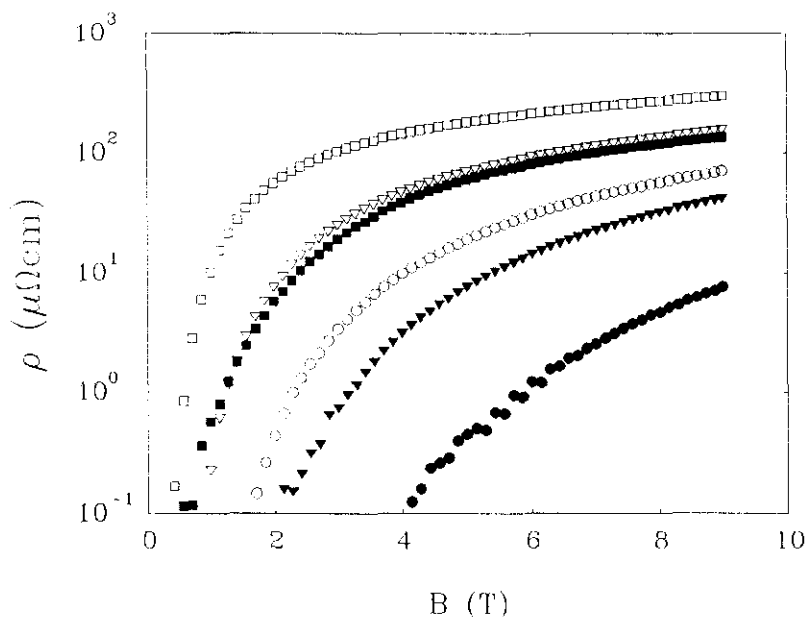


Figura VI.4: Resistividad (en escala logarítmica) en función del campo magnético de una película simple de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientada eje-a para distintas temperaturas y en las configuraciones de campo B_{\perp} (símbolos llenos) y B_{\parallel} (símbolos vacíos). ●, ○ $T=0.65T_c$; ▼, ▽ $T=0.70T_c$; ■, □ $T=0.75T_c$.

cuando los vórtices se encuentran paralelos a los planos de CuO_2 (B_{\perp}), se mueven con mayor dificultad que si cruzan dichos planos, un comportamiento anisótropo que, tal y como mencionamos anteriormente, se atribuye a la presencia del anclaje intrínseco en este tipo de láminas eje-a para la geometría B_{\perp} [15].

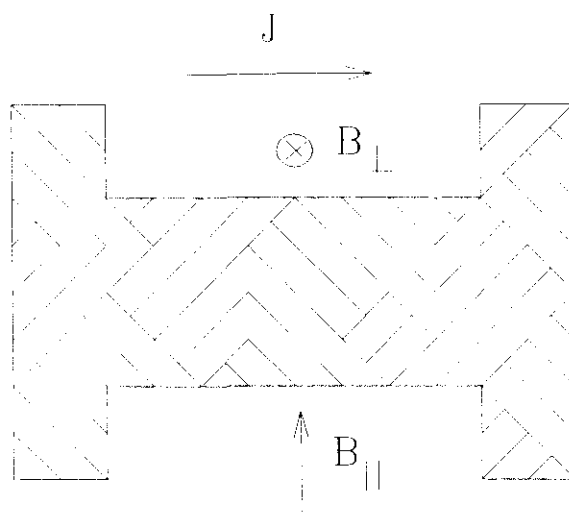


Figura VI.5: Esquema de la disposición geométrica de la corriente de transporte y del campo magnético en las configuraciones B_{\perp} y B_{\parallel} .

Este comportamiento anisotrópico encontrado en las películas simples con orientación eje-a sufre grandes variaciones en el caso de las superredes [18,19]. En la gráfica VI.6 se representa la resistividad en función del campo magnético en las dos geometrías, B_{\perp} y B_{\parallel} , y para varias temperaturas de una superred (75 cu EBCO / 5 cu PBCO). Se puede apreciar que, en el rango de campos magnéticos bajos, la anisotropía en la resistividad es similar a la de la película simple, siendo menor la correspondiente a B_{\perp} . Sin embargo, a medida que se incrementa el valor del campo, la situación se invierte y la resistividad con el campo paralelo a las capas, $\rho[B_{\parallel}]$, se hace menor a partir de un cierto campo B° . A su vez, el comportamiento $\rho[B_{\perp}] < \rho[B_{\parallel}]$ se recupera, de nuevo, en el rango de campos más alto para $B > B^{\wedge}$. Como se puede apreciar en la gráfica VI.7(a), obtenida a partir de estos resultados, el rango de campos magnéticos en el que se encuentra el cambio en la anisotropía ($B^{\circ} < B < B^{\wedge}$) es prácticamente independiente de la temperatura, lo que podría ser una indicación de que el mecanismo que lo produce es de origen geométrico, como sería el caso del anclaje en las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ cuando los vórtices están paralelos a ellas.

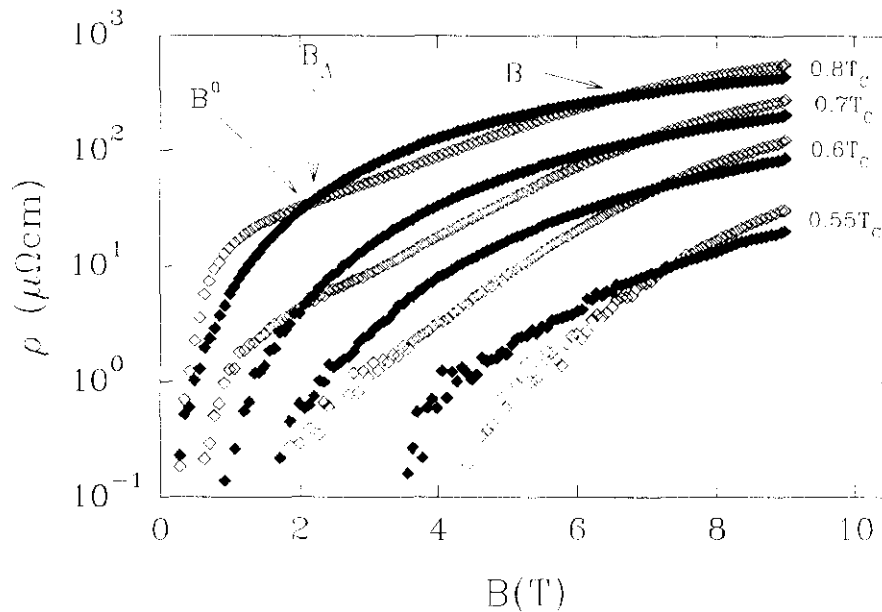


Figura VI.6: Resistividad de una superred eje-a (75 cu EBCO / 5 cu PBCO) en función del campo magnético en las geometrías B_{\perp} (símbolos llenos) y B_{\parallel} (vacíos) para distintos valores de la temperatura. Se indica el campo de ajuste B_{λ} de esta multicapa, así como los campos de cruce B° y B^{\sim} en una de las temperaturas.

En primera aproximación, podemos pensar que dicho anclaje por la estructura de multicapa ha de ser más efectivo cuando la distancia media en la red de vórtices (a_0) ajuste con la distancia entre las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (Λ). Por tanto, considerando una red de Abrikosov con $a_0 = (\Phi_0/B)^{1/2}$, siendo Φ_0 el cuanto de flujo, el campo de ajuste (B_{λ}) que se obtiene, haciendo $a_0 = \Lambda$, para la superred (75 cu EBCO / 5 cu PBCO) es $B_{\lambda} = 2.2$ T, que da una estimación del rango de campos donde el anclaje por las capas aislantes debe ser relevante; como vemos en la gráfica VI.7(a), cerca de este campo se produce el primer cruce en las resistividades (en B°). Por otra parte, cuando el campo magnético se incrementa por encima de B_{λ} , el anclaje debido a las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ debe perder efectividad y hacerse más débil con lo que, a campos suficientemente elevados (B^{\sim}), deja de ser superior al producido por la estructura natural de la geometría B_{\perp} . De acuerdo con este modelo de anclaje producido por la multicapa, el crecimiento de la resistividad $\rho[B_{\parallel}]$ en el inicio de la disipación disminuye en la región de campos magnéticos próxima a B_{λ} (lo que ocasiona el cruce con $\rho[B_{\perp}]$), como se observa claramente en la derivada de la resistividad correspondiente a la configuración paralela (figura VI.7(b)); esta función, que crece a campos bajos, disminuye a partir de un cierto campo magnético, presentando un mínimo en un valor

muy similar a B_A , lo que refleja que, efectivamente, el anclaje de la red de vórtices en las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es óptimo para dicho campo.

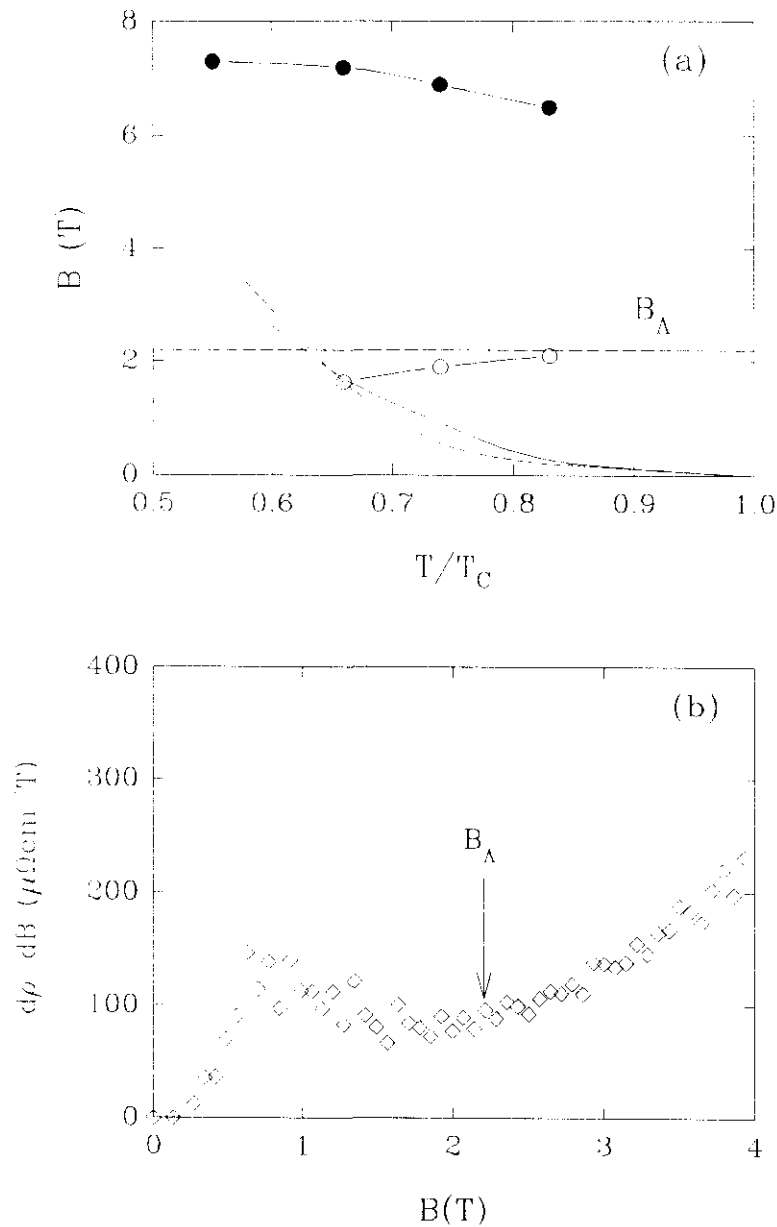


Figura VI.7: (a) Evolución de los campos de cruce B^0 (\circ) y B^{\sim} (\bullet) en función de la temperatura para una superred eje-a (75 cu EBCO / 5 cu PBCO). También se representan las líneas de irreversibilidad en las geometrías B_{I1} (línea continua) y B_{I2} (línea de puntos), así como el campo magnético de ajuste B_A (línea discontinua). (b) En la misma muestra, derivada de la resistividad en función del campo magnético cuando este se aplica paralelamente a las capas a $T=0.8T_C$.

En la figura VI.8 se muestra la evolución de los cambios en la anisotropía de la resistividad en una serie de láminas orientadas eje-a en las que se varía el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$; a la vez, el espesor de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ permanece constante en 5

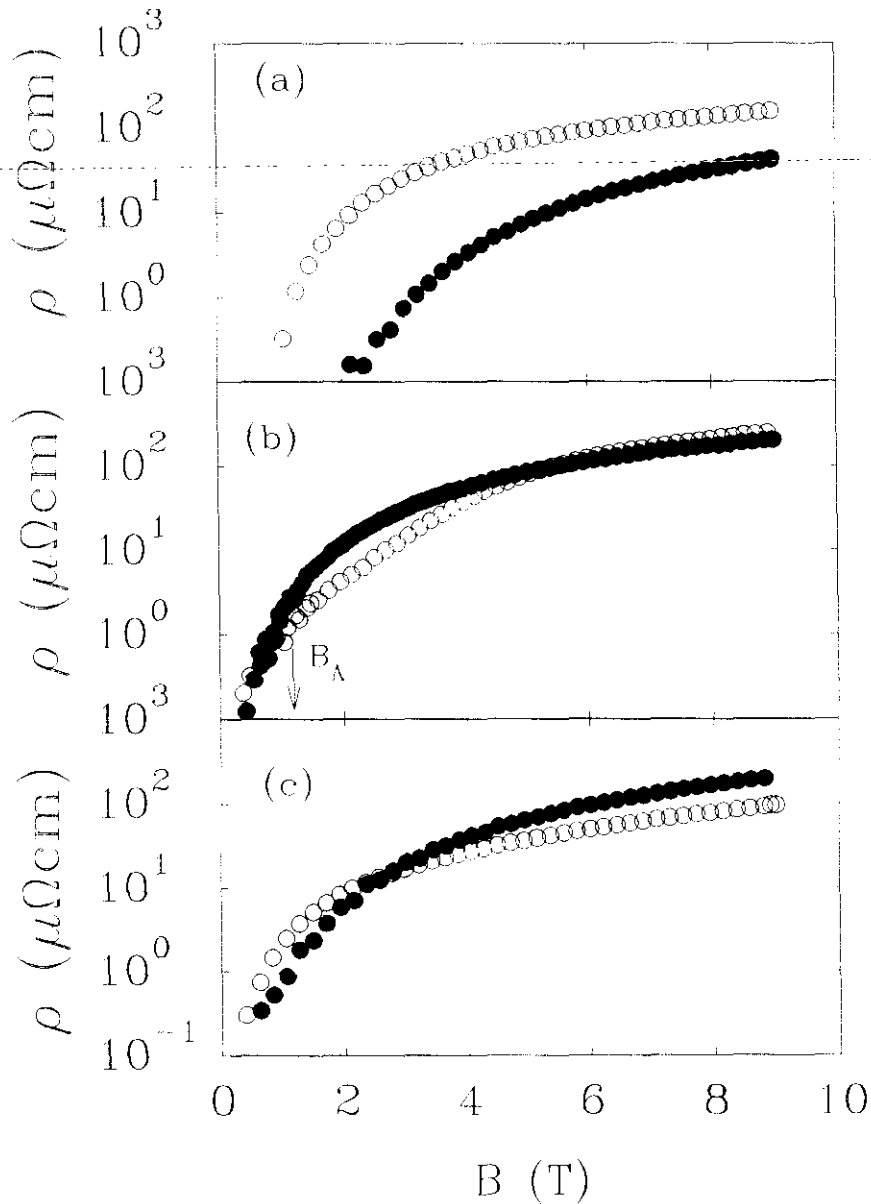


Figura VI.8: Curvas $\rho(B)$ de varias láminas con orientación eje-a con el campo magnético perpendicular (●) y paralelo (○) al plano del sustrato a temperatura $T/T_c=0.7$: (a) película simple, (b) superred (100 cu EBCO / 5 cu PBCO) indicándose su campo B_A , (c) superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO).

celdas. El espesor total de las multicapas se mantiene siempre en $\approx 2500 \text{ \AA}$. lo que evita efectos como los producidos por su variación en multicapas orientadas eje-c [20]; de manera que, en este caso, el número de capas aislantes aumenta con la disminución del espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Las medidas están realizadas a la misma temperatura reducida. Como observamos, el cambio de anisotropía con respecto a la película superconductora simple, producido por la estructura de multicapa, también aparece en la superred (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), siendo más efectivo el anclaje de la multicapa que el de carácter intrínseco ($\rho[B_{\parallel}] < \rho[B_{\perp}]$) en el intervalo 0.7 - 5.4 T; hay que señalar que, en esta muestra, $B_{\lambda} = 1.1 \text{ T}$. El resultado de la superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO) nos indica que, cuando se incrementa sustancialmente el número de capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ presentes en la lámina, el anclaje sobre la red de vórtices que producen tiene efectos en un rango de campos muy amplio. En este caso, existe cruce en las resistividades en $B^{\circ} = 2.6 \text{ T}$, y permanece $\rho[B_{\parallel}] < \rho[B_{\perp}]$, al menos, hasta 9 T; hay que mencionar que el campo de ajuste es $B_{\lambda} = 22 \text{ T}$.

El efecto de la estructura de multicapa sobre la anisotropía de la dinámica del estado mixto se incrementa, de forma drástica, al aumentar el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En la gráfica VI.9 se comparan $\rho[B_{\parallel}]$ y $\rho[B_{\perp}]$ a la misma temperatura reducida ($T = 0.7 T_c$) de una serie de superredes en las que el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es constante (40 celdas), mientras que varía el de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ desde 5 hasta 60 celdas. Conviene señalar que se ha observado, en este tipo de superredes orientadas eje-a, que las capas superconductoras están acopladas, es decir, que no se comportan como láminas independientes, hasta un espesor de, al menos, 50 celdas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [21]; de hecho, estos autores solo encuentran desacoplo cuando dicho espesor es igual 125 celdas. Por tanto, podemos considerar que las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en esta serie nuestra de superredes están acopladas a través de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. La multicapa (40 cu EBCO / 5 cu PBCO) muestra el mismo comportamiento que el anteriormente descrito de otras superredes con capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ de 5 celdas de espesor, presentando un cruce en las resistividades en el campo $B^{\circ} = 3.9 \text{ T}$, por encima del cual tiene el comportamiento $\rho[B_{\parallel}] < \rho[B_{\perp}]$, contrario al de las películas simples de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Al incrementar el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ de 5 a 20 ó a 60 celdas, ya no encontramos un campo B° de cruce de las resistividades, sino que la anisotropía está cambiada en todo rango, siendo la resistividad con el campo paralelo siempre menor a la correspondiente a la geometría B_{\perp} . Además, cabe destacar el hecho de que la multicapa (40 cu EBCO / 60 cu PBCO) tiene unos valores de $\rho[B_{\parallel}]$ bajos, que son hasta dos órdenes de magnitud menores que los de $\rho[B_{\perp}]$ en esta misma muestra.

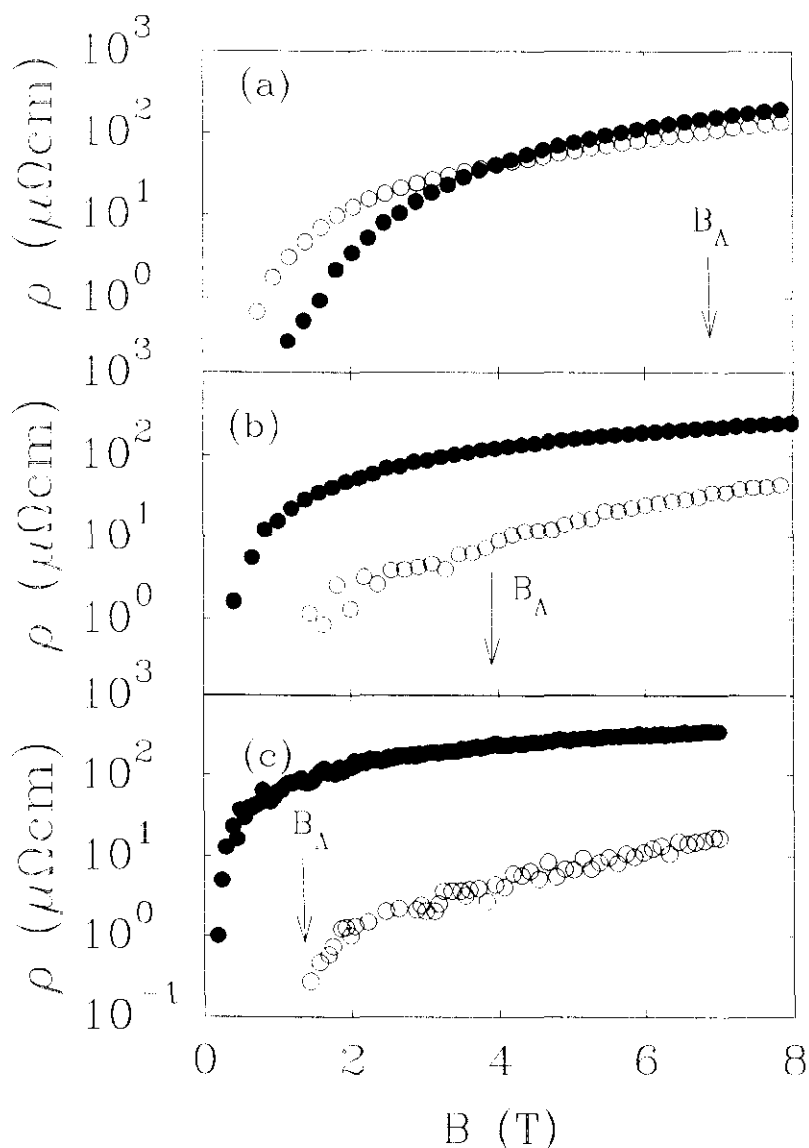


Figura VI.9: Resistividad en función del campo magnético de varias multicapas eje-a en las configuraciones B_{\perp} (\bullet) y B_{\parallel} (\circ) y a $T=0.7T_c$: (a) superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), (b) superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO), (c) superred (40 cu EBCO / 60 cu PBCO). Los correspondientes campos B_A se indican con flechas.

Resulta muy interesante comparar el comportamiento de superredes con un valor del periodo de la bicapa muy parecido, pero con una relación diferente entre los espesores de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. En las figuras VI.10 y VI.11 se presentan dos ejemplos de esa comparación, uno con 105 y 100 celdas por bicapa en las superredes, y otro con 65 y 60. Como se observa, mientras $\rho[B_{\parallel}]$ y $\rho[B_{\perp}]$ tienen valores comparables cuando

el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ es de 5 celdas solamente, existe una diferencia de, al menos, un orden de magnitud (con $\rho[B_{\parallel}] < \rho[B_{\perp}]$) en los otros casos. Estos resultados en superredes con tamaño de bicapa similar, pero con comportamiento en la resistividad tan distinto, nos indican que la reducción en la resistividad con el campo magnético paralelo a las capas no se debe al anclaje de los vórtices en las intercaras de la multicapa, sino al producido por las propias capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. El hecho de que la influencia del anclaje producido por la multicapa aumente con el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ puede deberse a una mayor reducción del parámetro de orden en estas capas, lo que favorece el anclaje de los vórtices. Por otra parte, a la vista de que encontramos un cambio de anisotropía en todo el rango de campos estudiado y no solo en la región cercana a B_A , parece que la red de vórtices en la configuración B_{\parallel} es muy elástica, permitiendo deformaciones que varían las distancias entre vórtices y, así, haciendo efectivo el anclaje producido por las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en un intervalo de campos magnéticos muy amplio.

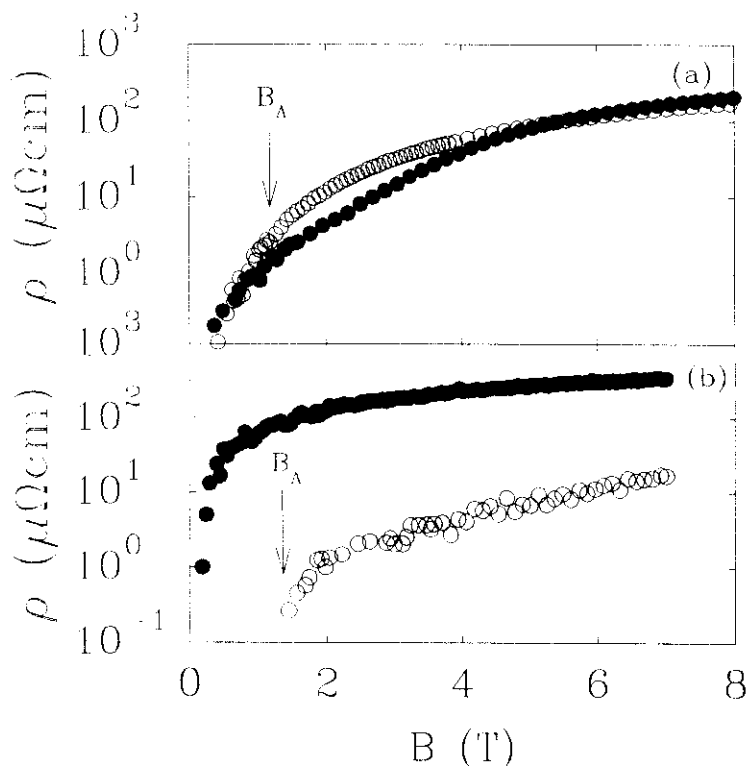


Figura VI.10: Curvas $\rho(B)$ de superredes eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con bicapas de espesor similar. (a) (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), (b) (40 cu EBCO / 60 cu PBCO). Las medidas están realizadas con el campo perpendicular (\bullet) y paralelo (\circ) a las capas, y a la misma temperatura reducida $T/T_c=0.7$.

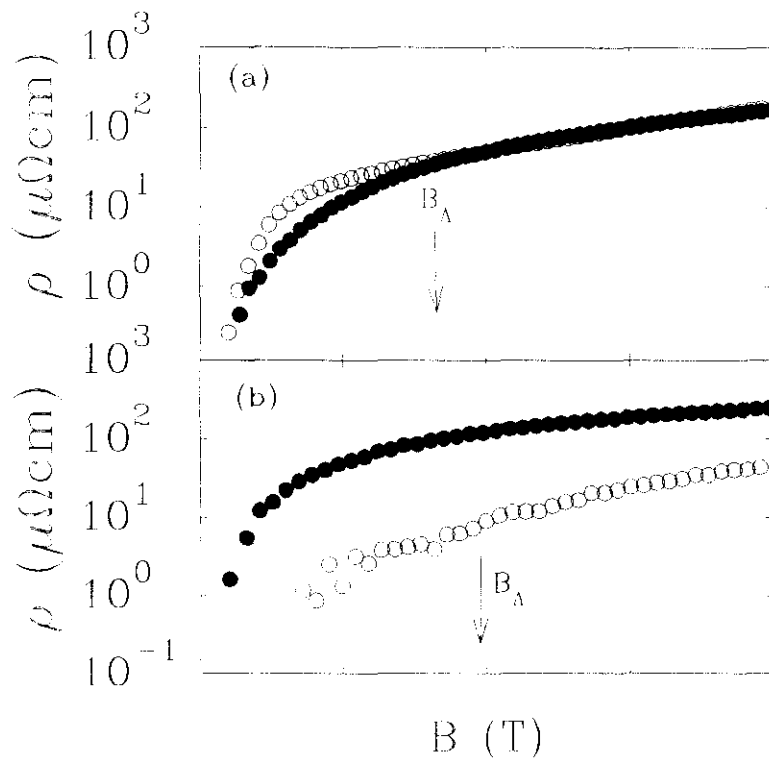


Figura VI.11: Curvas $\rho(B)$ a $T=0.7T_c$ de multicapas orientadas eje-a en las configuraciones de campo magnético B_{\perp} (\bullet) y B_{\parallel} (\circ): (a) superred (60 cu EBCO / 5 cu PBCO), (b) superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO).

La evolución en la anisotropía del anclaje se pone también de manifiesto en las líneas de irreversibilidad correspondientes. En la figura VI.12 se representan, para la serie de superredes en las que varía el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ permaneciendo constante en 40 celdas el de las de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, las líneas de irreversibilidad obtenidas a partir de medidas de resistividad en las geometrías B_{\parallel} y B_{\perp} . Como vemos, la superred con 5 celdas de espesor de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ presenta una línea de irreversibilidad en el caso B_{\perp} que se encuentra, para el rango de temperaturas medido, a campos más altos que la correspondiente a la geometría B_{\parallel} , indicando que el anclaje intrínseco es más efectivo que el debido a la multicapa; no obstante, hay una cierta tendencia al cruce cuando nos aproximamos a la región de campos más altos (hay que tener en cuenta que en esta multicapa $B_A=6.9$ T). Por su parte, la multicapa (40 cu EBCO / 60 cu PBCO) tiene el comportamiento opuesto en todo el rango, manifestando que el anclaje en la estructura de superred artificial es superior al correspondiente a la estructura laminar natural. La superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO) es un caso intermedio entre los dos anteriores, teniendo un cruce en las líneas de

irreversibilidad y, por tanto, un cambio en el carácter del anclaje dominante, siendo el anclaje intrínseco en la región de temperaturas altas y campos magnéticos poco intensos y el anclaje por la estructura de multicapa a temperaturas más bajas.

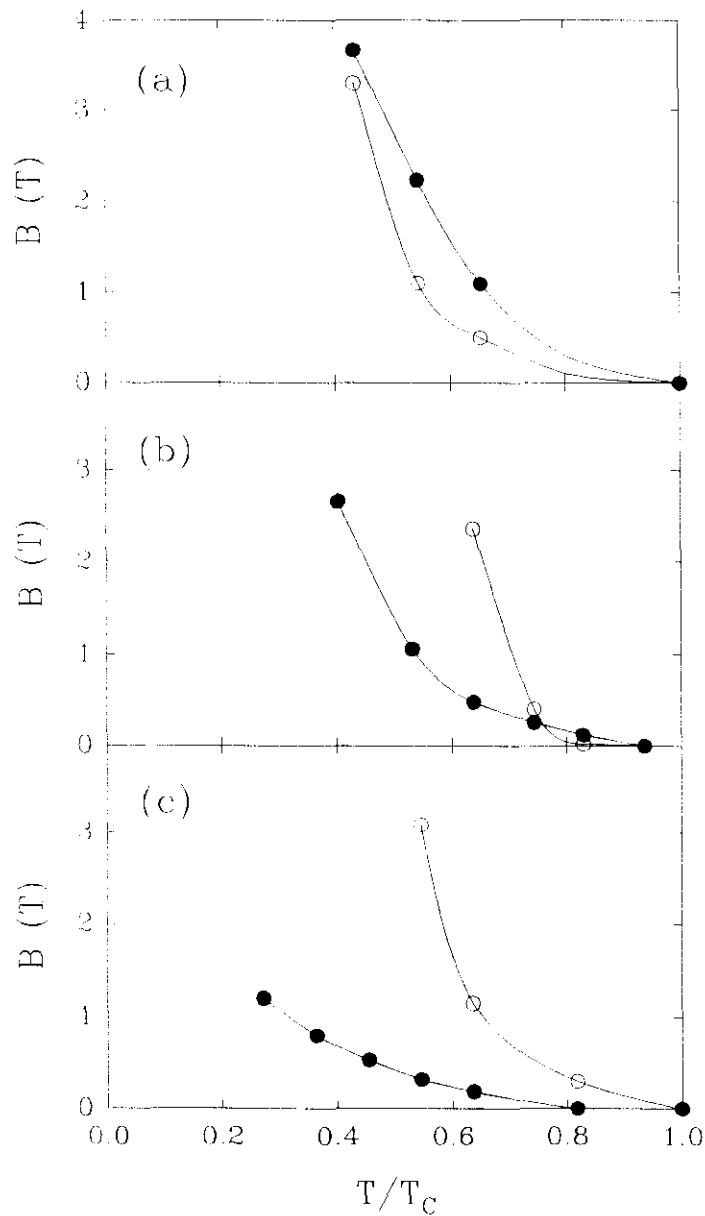


Figura VI.12: Líneas de irreversibilidad en varias superredes eje-a para B_{\perp} (●) y B_{\parallel} (○): (a) (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), (b) (40 cu EBCO / 20 cu PBCO), (c) (40 cu EBCO / 60 cu PBCO).

6.2.2 Fuerza de anclaje.

El importante papel jugado por la estructura de multicapa superconductor/aislante sobre el anclaje de los vórtices, cuando el campo magnético se encuentra paralelo a las capas, se pone de manifiesto en la corriente crítica en función del campo, en donde se produce un incremento respecto a la correspondiente a la geometría B_{\perp} . En la gráfica VI.13 se representa el comportamiento típico de la corriente crítica, en ambas configuraciones geométricas de campo, de una película eje-a simple. Los resultados muestran que la corriente crítica con el campo perpendicular al plano de la muestra ($J_c[B_{\perp}]$) es claramente superior a la de la geometría B_{\parallel} ($J_c[B_{\parallel}]$), hecho que se debe a la influencia del anclaje intrínseco [15]. La situación cambia sustancialmente en el caso de las multicapas orientadas eje-a; así, por ejemplo, una superred (40 cu EBCO / 5 cu EBCO) presenta el comportamiento que se muestra en la figura VI.14; si bien a bajos campos magnéticos continúa teniendo la misma anisotropía que la de la película simple, con $J_c[B_{\perp}] > J_c[B_{\parallel}]$, a medida que se incrementa el campo, acercándose a $B_A = 6.9$ T, las curvas de corriente crítica en ambas configuraciones se aproximan y se cruzan, obteniéndose $J_c[B_{\perp}] < J_c[B_{\parallel}]$, manifestando que, en ese rango de campos magnéticos, la efectividad del anclaje por la multicapa es superior al de la estructura natural de planos de CuO_2 .

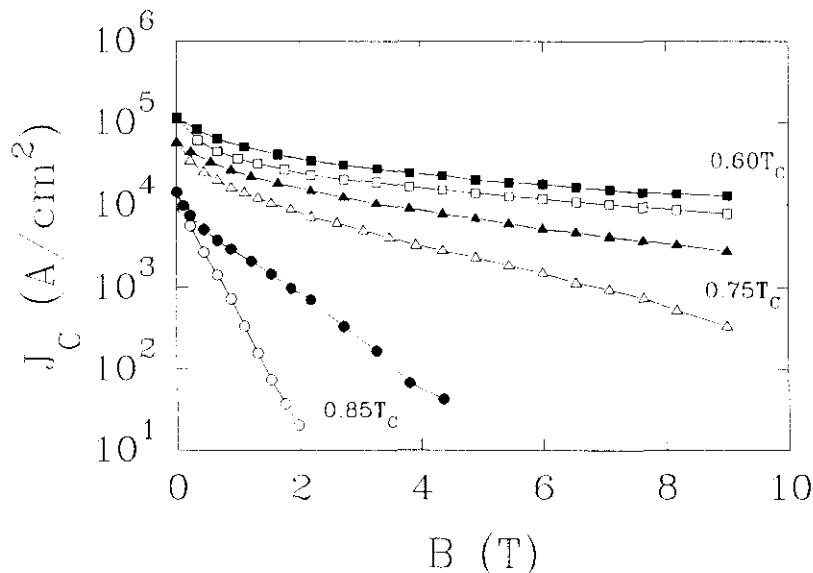


Figura VI.13: Densidad de corriente crítica en función del campo magnético en las geometrías B_{\perp} (símbolos llenos) y B_{\parallel} (símbolos vacíos) de una película orientada eje-a de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ a distintas temperaturas.

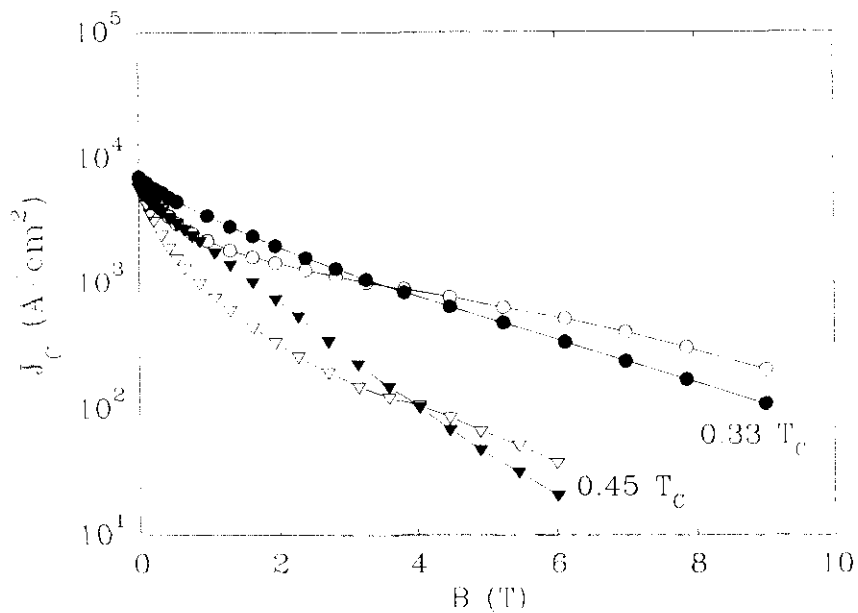


Figura VI.14: J_c en función del campo magnético y para dos temperaturas de una superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO); B_{\perp} (símbolos llenos) y B_{\parallel} (vacíos).

Una de las magnitudes más convenientes y habituales [5,22-24], a la hora de estudiar el comportamiento de los centros de anclaje en las películas y multicapas superconductoras, es la densidad de fuerza de anclaje total, que tiene una expresión bastante sencilla en función del campo magnético [1]:

$$\mathbf{F}_p = \mathbf{J}_c \times \mathbf{B}; \quad (6.10)$$

dato que la corriente y el campo son perpendiculares, el módulo de esta fuerza se calcula simplemente como $F_p = J_c B$. En la figura VI.15 se representa la evolución de $F_p(B)$ en las dos configuraciones de campo, B_{\perp} y B_{\parallel} , de dos superredes orientadas eje-a, con igual espesor en las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ pero distinto en las de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, para la misma temperatura reducida $T=0.4T_c$. Mientras el comportamiento de F_p , con la geometría B_{\perp} y en la superred (60 cu EBCO / 5 cu PBCO), es similar al encontrado en películas eje-a simples [24], presenta una interesante dependencia en la configuración B_{\parallel} . Parece que la fuerza de anclaje procedente de la estructura de multicapa se manifiesta, aproximadamente, a partir de 1.5 T; asimismo, parece que esta fuerza adicional es máxima en torno a 3.3 T (coincidiendo con el campo B_{\parallel}), en donde F_p con el campo paralelo se hace mayor a F_p en la geometría B_{\perp} . Cuando existe un mayor número de capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en las superredes, su influencia es

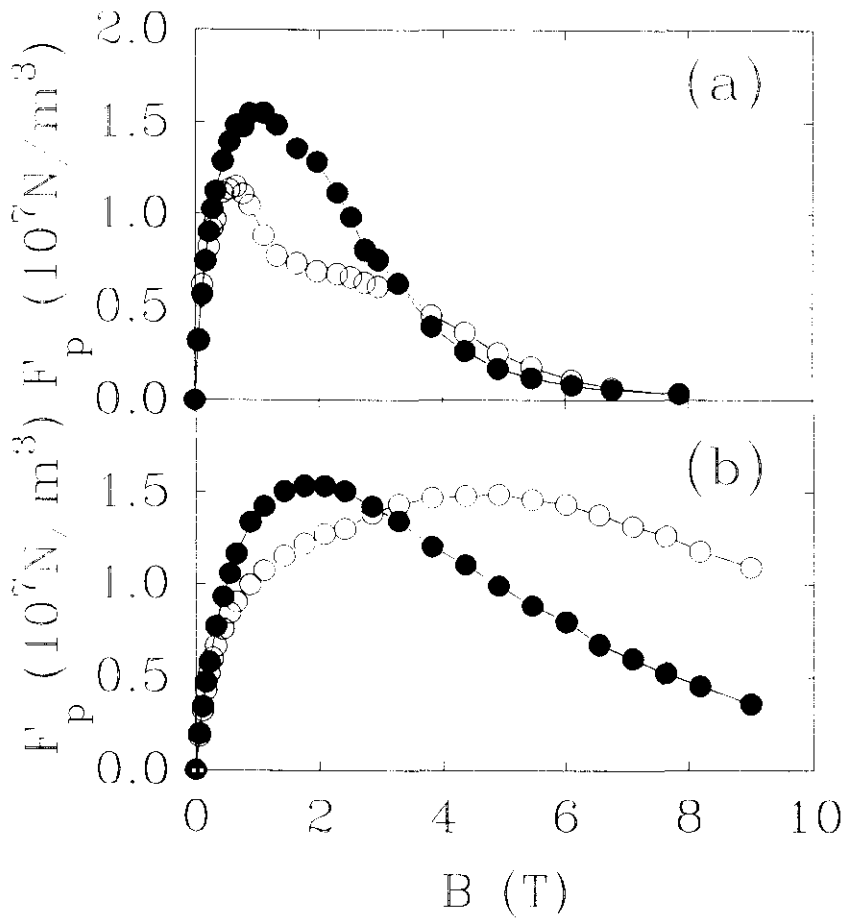


Figura VI.15: Comparación de las densidades de fuerza de anclaje ($F_p = J_c B$) medidas en las configuraciones B_{\perp} (●) y B_{\parallel} (○) a $T/T_c = 0.4$: (a) superred eje-a (60 cu EBCO / 5 cu PBCO), (b) superred eje-a (20 cu EBCO / 5 cu PBCO).

mucho mayor, produciéndose un gran incremento en la fuerza de anclaje en el caso B_{\parallel} , superando nítidamente a la de la geometría B_{\perp} (figura VI.15(b)).

Por otra parte, en numerosas ocasiones, tales como en superconductores de baja temperatura [5,25], en películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c [26] e, incluso, en láminas con orientación eje-a [24], se observa, en esta representación de la densidad de fuerza de anclaje total en función del campo, un escalaje de las curvas obtenidas a distintas temperaturas; es decir, todas son una manifestación de una curva $F_p(B)$ universal independiente de la temperatura y que es característica del mecanismo de anclaje. Los parámetros del escalaje son el máximo valor de la fuerza de anclaje ($F_{p\text{max}}$) y su correspondiente campo magnético (B_{max}). Siguiendo estas ideas, en la gráfica VI.16(a) se representan las curvas $F_p/F_{p\text{max}}$ en

función de B/B_{\max} obtenidas, a distintas temperaturas, en una superred (75 cu EBCO / 5 cu PBCO) con la configuración de campo B_{\perp} . Como vemos, efectivamente existe un escalaje entre todas ellas, indicando la acción del mismo mecanismo de anclaje sobre los vórtices en todo el rango de temperaturas estudiado. El comportamiento encontrado en esa misma multicapa eje-a, pero con el campo magnético paralelo a las capas, es claramente diferente (figura VI.16(b)); no se observa ningún escalaje entre las curvas medidas a distinta temperatura, de modo similar a los resultados encontrados en multicapas de superconductores

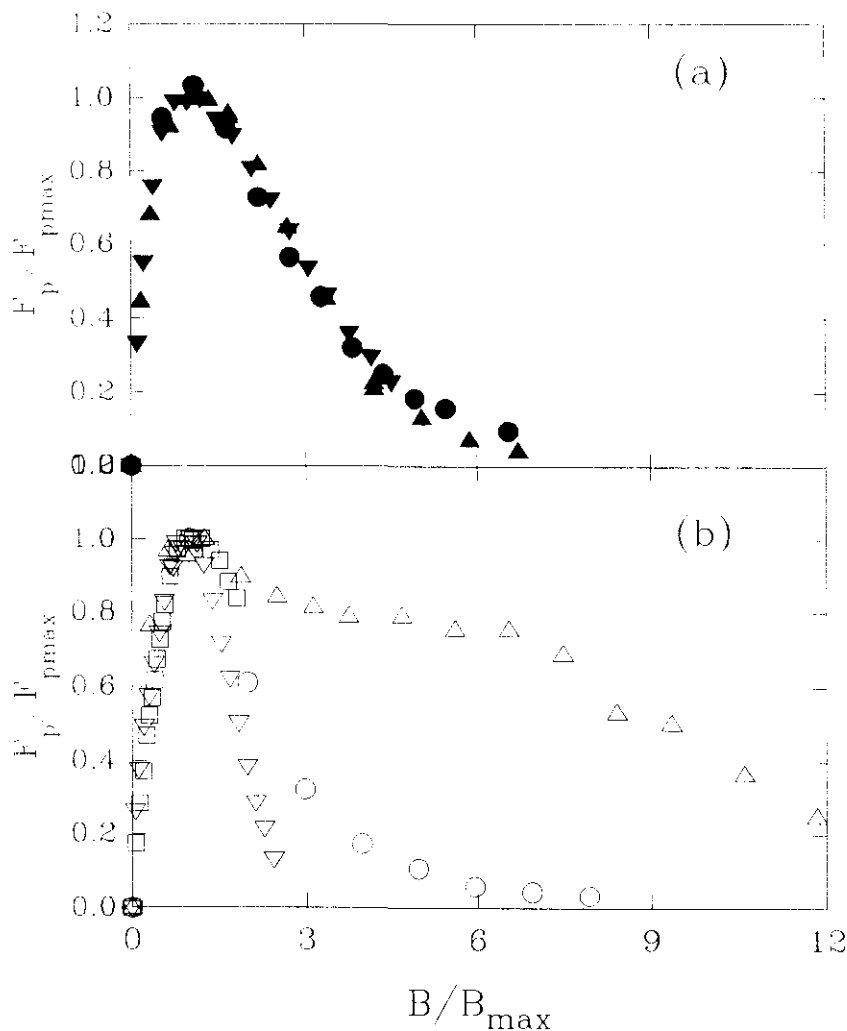


Figura VI.16: Dependencia con el campo magnético de F_p normalizada en una superred orientada eje-a (75 cu EBCO / 5 cu PBCO) a varias temperaturas. (a) Geometría de campo B_{\perp} (\bullet $0.7T_c$, \blacktriangle $0.5T_c$, \blacktriangledown $0.35T_c$). (b) Configuración B_{\parallel} (\circ $0.7T_c$, \triangle $0.5T_c$, \triangledown $0.35T_c$, \square $0.2T_c$).

de baja temperatura [5]. Ello se debe, sin duda, a la fuerza de anclaje producida por la estructura de multicapa que se superpone a la que habitualmente existe en películas eje-a simples, y que, dado su carácter geométrico, no es igual de efectiva en todo el rango de campos magnéticos, sino que varía según el valor de campo sea más o menos cercano al de ajuste B_A .

En vista de la gran influencia que parece ejercer el anclaje producido por la estructura de multicapa sobre la dinámica de la red de vórtices que, como se ha descrito y comentado anteriormente, abarca un amplio rango de campos, llegando a invertir la anisotropía en algunas de nuestras superredes eje-a, conviene que analicemos y discutamos en detalle las consecuencias que propone la teoría acerca de este tipo de fuerzas de anclaje. En principio, es obligado señalar que, en general, la suma que relaciona las fuerzas de anclaje elementales sobre cada vórtice (\mathbf{f}_p) con la fuerza de anclaje total sobre la red de vórtices (\mathbf{F}_p),

$$\mathbf{F}_p = \sum_i \mathbf{f}_{p,i}, \quad (6.11)$$

es muy complicada y prácticamente imposible de realizar, ya que esta suma depende de la fuerza y la distribución de los centros de anclaje, así como de las distorsiones en la red de vórtices que producen.

El problema del anclaje producido por una estructura de multicapa cuando el campo está paralelo a las capas ha sido estudiado desde el punto de vista teórico por Campbell y Evetts [27], quienes mostraron que este anclaje es un caso particular en el que la suma (6.11) se puede hacer de forma sencilla. Ello se debe a que, por la simetría del sistema, las fuerzas que ejercen las capas sobre todos y cada uno de los vórtices en esa geometría van en la misma dirección, que no es sino la perpendicular a las capas (la fuerza de anclaje elemental \mathbf{f}_p , que viene dada por el gradiente de la energía de condensación, tiene, en un defecto planar, la dirección de la normal a dicho defecto). De esta manera, el problema, tan complicado en un principio, se puede reducir a un sistema unidimensional como el que se representa en la gráfica VI.17. En este modelo, la red de fluxoides viene representada por una línea de "partículas" separadas una distancia a_0 y unidas por muelles con módulo elástico μ , y está sometida a un potencial que consiste en pozos que se encuentran separados una distancia Λ (espesor de la bicapa), correspondiendo a las capas no superconductoras ($\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en nuestras superredes). Por tanto, de acuerdo con este modelo unidimensional, las fuerzas de anclaje elementales se suman algebraicamente, de modo que (6.11) queda

$$F_p = p_m n_p, \quad (6.12)$$

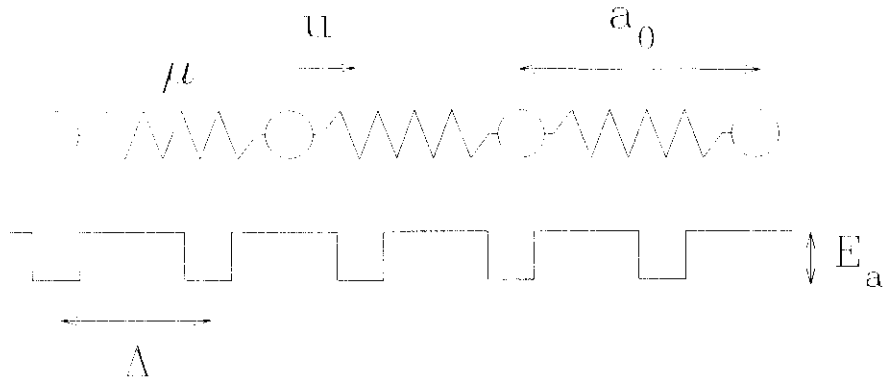


Figura VI.17: Esquema del modelo unidimensional de anclaje. Los círculos unidos por muelles con módulo elástico μ representan la red de vórtices; u indica las deformaciones en la red que se deben a la presencia del potencial de pozos, que están separados una distancia Λ y tienen una profundidad E_a que da idea de una cierta energía de anclaje; a_0 representa el parámetro de la red de vórtices.

donde p_m es la fuerza de anclaje media por unidad de longitud del vórtice, y n_p representa el número de vórtices anclados por unidad de área.

Como la fuerza de anclaje (p_m) produce un desplazamiento o deformación (u) sobre la posición del vórtice, aparece una fuerza elástica $f_e = \mu u/a_0$ en la red que, en el equilibrio, ha de ser igual a p_m , con lo que las deformaciones en la red quedan

$$u = (p_m a_0)/\mu . \tag{6.13}$$

Teniendo en cuenta este tipo de desplazamientos en la red de vórtices, Campbell y Evetts encontraron que la probabilidad de que exista anclaje tiene la expresión

$$P(n) = 2 \exp(-\beta n^2/2) \operatorname{senh}(\beta n/2) , \tag{6.14}$$

donde $\beta = (p_m/\mu)(a_0/\Lambda)$ si $\Lambda \ll a_0$, representando $P(n)$ la probabilidad de que cada n vórtices haya uno anclado; y $\beta = (p_m/\mu)(\Lambda/a_0)$ para $\Lambda \gg a_0$, de modo que $P(n)$ representa la probabilidad de que cada n centros de anclaje (esto es, los pozos que representan las capas no superconductoras) haya uno que esté anclando un fluxoide. De cara a estudiar nuestros resultados, es interesante diferenciar y analizar dos casos límite:

(a) $\beta \ll 1$, es decir, $p_m \ll \mu$ y, por tanto, estamos con una red de vórtices rígida, en cuyo caso n se puede considerar como una variable continua y la distancia media entre

vórtices anclados ($\check{n}a_0$) es

$$\check{n}a_0 = a_0 \int_0^\infty nP(n) dn = a_0 (\pi/2\beta)^{1/2}, \tag{6.15}$$

que es relativamente grande al ser $\beta \ll 1$, con lo que, en general, hay pocos vórtices anclados. Así, la densidad de fuerza de anclaje total que, dado el modelo unidimensional, es por unidad de longitud, tiene como expresión

$$F_{PL} = p_m \frac{1}{\check{n}a_0} = \frac{p_m^{3/2}}{(2\pi a_0 \Lambda)^{1/2}}. \tag{6.16}$$

Aunque no se deduce una expresión analítica al respecto, la fuerza de anclaje total solo se incrementa de forma considerable cuando $a_0 = \Lambda$, es decir, en el campo de ajuste B_Λ , ya que, en ese caso, cada vórtice está anclado.

(b) $\beta \gg 1$, esto es, $p_m \geq \mu$, por lo que estamos en el caso de una red de vórtices blanda. Ahora, la probabilidad (6.14) se puede expresar como

$$P(n) \approx \exp \left[-\frac{\beta}{2} n(n-1) \right], \tag{6.17}$$

que es máxima para $n=1$, con lo que \check{n} tiende a la unidad de forma que todos los fluxoides están anclados (o todos los centros de anclaje ocupados por vórtices en el caso $\Lambda \gg a_0$), teniéndose siempre un anclaje óptimo. Por tanto, F_{PL} varía de acuerdo con los valores que se esquematizan en la gráfica VI.18.

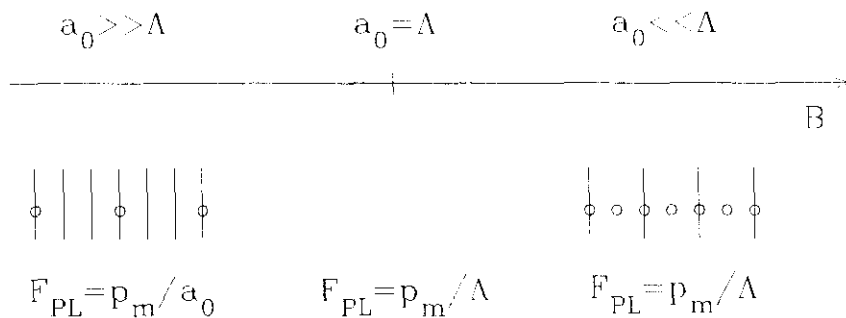


Figura VI.18: Esquema de la evolución, en función del campo magnético, del anclaje de una red de vórtices blanda producido por defectos planares separados una distancia Λ . Los círculos y las rectas representan, respectivamente, a vórtices y centros de anclaje.

En ambos casos, (a) y (b), la corriente crítica se puede obtener igualando la fuerza de anclaje total por unidad de longitud a la correspondiente fuerza de Lorentz, esto es,

$$F_{\text{pl.}} = J_C (\Phi_0/a_0) , \quad (6.18)$$

donde hemos tenido en cuenta que $(1/a_0)$ es el número de vórtices por unidad de longitud. El comportamiento que se deduce para J_C en función del campo magnético en estos casos límite es el que se representa esquemáticamente en la figura VI.19. Como vemos, ambos casos muestran dependencias muy distintas. Por una parte, la red de vórtices rígida presenta un pico en J_C en el campo de ajuste con el periodo de la multicapa, como ha sido observado en superconductores clásicos [2]; por otra, en la red blanda, la dependencia de la corriente crítica con el campo es mucho más suave, siendo constante en un entorno de B_A . Este último parece ser el caso de las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje-a, pues, como se observa en la gráfica VI.20, J_C es aproximadamente constante en dicha región. Hay que señalar que este carácter blando de la red de vórtices en estos materiales superconductores ha sido ampliamente observado en la literatura [28]. En definitiva, la red de vórtices blanda que poseen estos óxidos de la familia 1:2:3 hace posible que nuestras superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a puedan aprovechar, de forma óptima, el anclaje producido por la estructura de multicapa en un amplio rango de campos magnéticos.

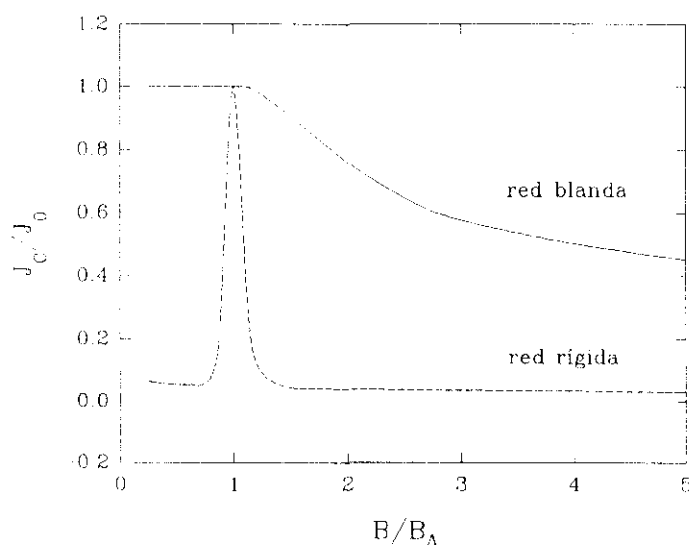


Figura VI.19: Comparación del comportamiento que tiene la densidad de corriente crítica en función del campo magnético de una red de vórtices rígida y de una red blanda sometidas al anclaje de la multicapa.

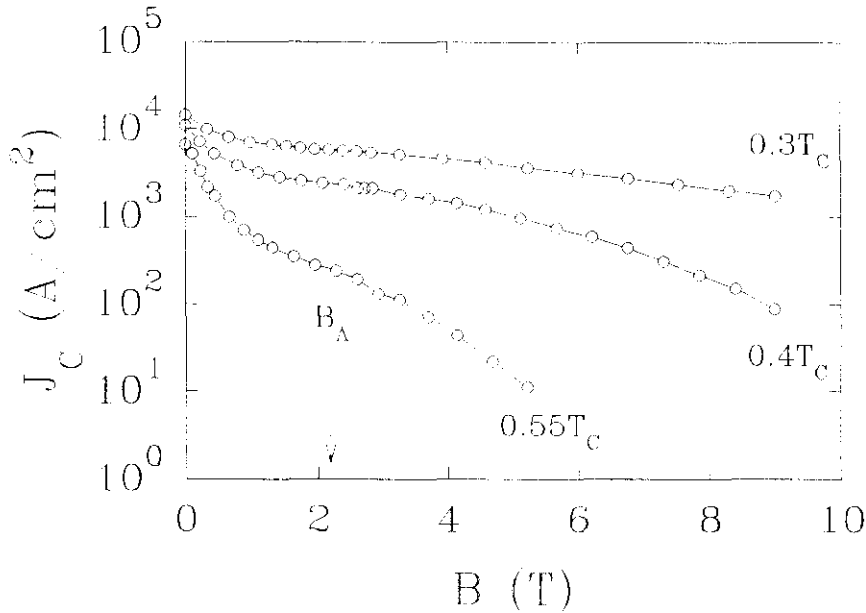


Figura VI.20: Curvas $J_c(B)$ de una superred (75 cu EBCO / 5 cu PBCO) eje-a con el campo magnético paralelo a las capas y a distintas temperaturas.

6.3 Efectos de dimensionalidad con el campo magnético perpendicular a las capas.

6.3.1 Energías de activación.

Hasta ahora se han venido analizando la importante influencia que, en las superredes orientadas eje-a, la estructura de multicapa ejerce sobre la dinámica de vórtices, concretamente en el anclaje, cuando el campo magnético se encuentra paralelo a las capas. En este apartado vamos a estudiar y discutir el papel jugado por la superestructura en el estado mixto cuando el campo se aplica según la geometría B_{\perp} ; como veremos, aparecen algunas diferencias interesantes en comparación con el comportamiento mostrado por las películas orientadas eje-a simples.

En esta configuración de campo magnético, el efecto de la estructura laminar artificial sobre la red de vórtices se basa en que estos cruzan las capas de $PrBa_2Cu_3O_7$, hecho que puede provocar variaciones en la energía de activación del movimiento de los vórtices en comparación con las películas de $EuBa_2Cu_3O_7$ simples, como ya comentamos en el capítulo anterior al referirnos a las líneas de irreversibilidad. Las medidas de resistividad son muy

útiles de cara a estudiar el comportamiento de la energía de activación, ya que una de las características más importantes de la red de vórtices en los superconductores de alta temperatura es el ensanchamiento inusual en la transición resistiva cuando hay un campo magnético aplicado. En concreto, se ha encontrado [29] un comportamiento térmicamente activado en el inicio de la transición en ρ , según

$$\rho(T,B) = \rho_0 \exp(-U/k_B T) , \quad (6.19)$$

donde U representa la energía de activación que, en general, depende de la temperatura y del campo. De acuerdo con ello, en el caso de las películas simples con orientación eje-a, se ha observado [30] que el movimiento de los vórtices ocurre sobre barreras de energía cuya dependencia con el campo es

$$U(T,B) = U_0(T)/B . \quad (6.20)$$

Esta dependencia de la energía de activación con el campo magnético, $U \propto 1/B$, se encuentra también presente en el caso de la superred eje-a (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), como se puede apreciar en la figura VI.21, en donde se representa, siguiendo (6.19) y (6.20), $\log(\rho)$ en función de $1/B$ para varias temperaturas constantes. Sin embargo, los

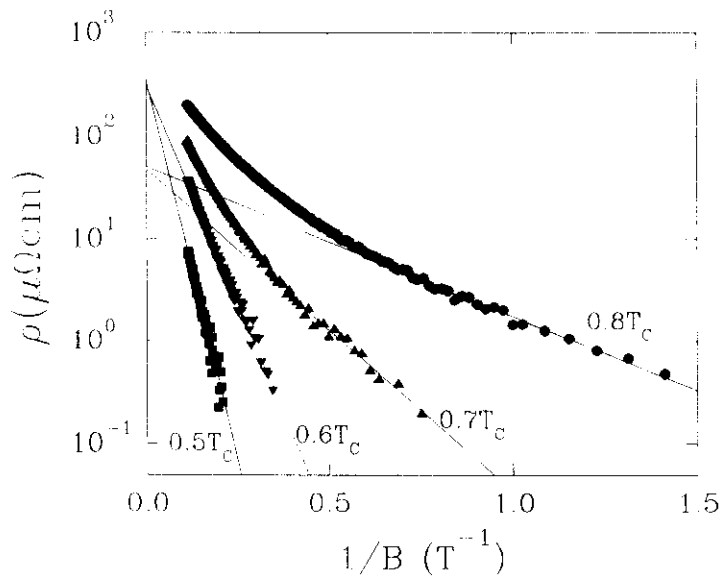


Figura VI.21: Resistividad en escala logarítmica en función de $1/B$ de una superred eje-a (100 cu EBCO / 5 cu PBCO) para distintas temperaturas y en la geometría B_{\perp} . Se encuentra una región lineal en el inicio de la disipación.

valores deducidos para la energía de activación U_0 están en torno a $0.1 \text{ eV}\cdot\text{T}$, es decir, se reducen aproximadamente en un factor tres respecto a los obtenidos en películas simples a la misma temperatura reducida T/T_c [30]; así, por ejemplo, para $T/T_c \approx 0.5$ esta superred muestra un valor $U_0 = 0.1 \text{ eV}\cdot\text{T}$, mientras que para las películas eje-a simples se obtiene $U_0 = 0.35 \text{ eV}\cdot\text{T}$. Por otra parte, a medida que se reduce el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ esta dependencia de la energía de activación $U \propto 1/B$ se pierde, apareciendo una nueva dependencia logarítmica [18]

$$U(T,B) = U_0(T) \log(B/B_0) . \quad (6.21)$$

De manera que, en una representación de $\log(\rho)$ en función de $\log(B)$, se observa una región lineal en el inicio de la disipación resistiva, como se muestra en la gráfica VI.22 para una superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO). Ello sucede para capas superconductoras con 40 ó menos celdas de espesor, no encontrándose ni esta dependencia logarítmica (6.21) ni la inversamente proporcional al campo (6.20) en superredes con capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con 60 ó 75 celdas de espesor.

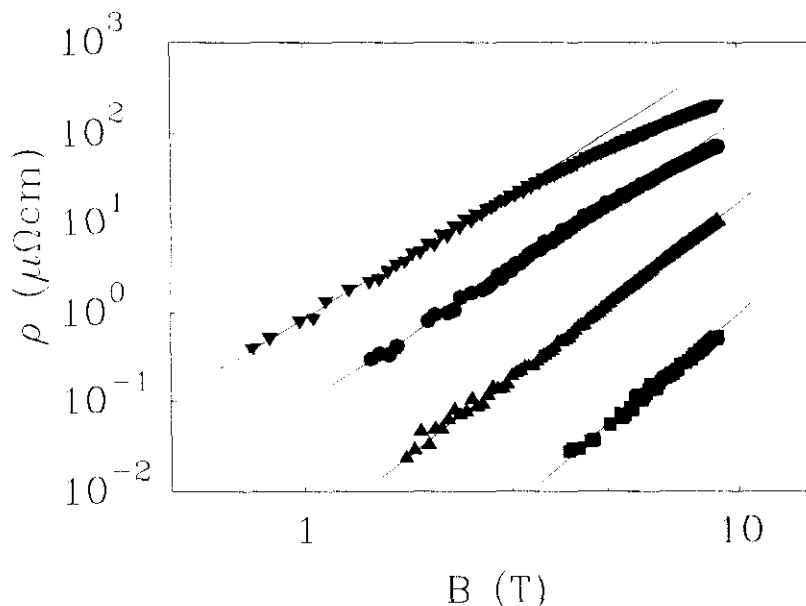


Figura VI.22: Representación logarítmica de la resistividad en función del campo magnético de una superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO) eje-a con el campo perpendicular al sustrato: ∇ $0.8T_c$, \bullet $0.7T_c$, \blacktriangle $0.6 T_c$, \blacksquare $0.5T_c$. Se pone de manifiesto el comportamiento $U \propto \log(B)$.

Hay que señalar que el comportamiento $U \propto \log(B)$ en la energía de activación aparece también en otros trabajos llevados a cabo en películas muy delgadas de superconductores clásicos [31] e igualmente, en medidas en función de la temperatura de ese mismo grupo, en superredes de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a con un espesor pequeño de las capas superconductoras [21]. Asimismo, se ha observado en multicapas de superconductores de la familia 1:2:3 con orientación eje-c [20,32], pero la explicación de su origen es un tema no aclarado todavía. Dado que este comportamiento logarítmico se encontró en primer lugar en superredes en las que las capas superconductoras estaban desacopladas [32], se pensó que estaba asociado al carácter bidimensional que, en estos sistemas, tiene la red de vórtices. Debemos recordar que cuando el espesor de las capas superconductoras es menor que una cierta longitud de correlación L_C , que indica el tamaño a partir del cual el vórtice se puede deformar [20] (esto es, en longitudes menores se puede considerar que el vórtice es rígido), y, además, dichas capas están desacopladas, nos encontramos ante sistemas de dos dimensiones en los que la línea de vórtice se descompone en segmentos independientes que se denominan *pancakes* [33] (gráfica VI.23).

Así, algunos resultados experimentales [31,32] se han interpretado en base a las predicciones que un modelo de anclaje colectivo [34] hace para redes de vórtices bidimensionales, y que determina que la energía (ϵ) asociada a la creación de una dislocación

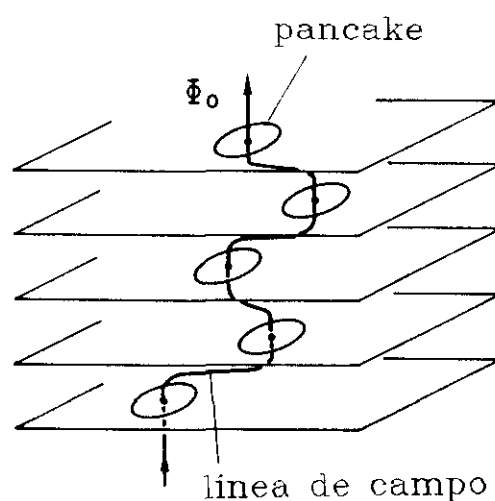


Figura VI.23: Esquema de la descomposición del vórtice en segmentos tipo *pancake* que se encuentran en las capas superconductoras desacopladas.

en la red es finita y, cuando la longitud de correlación de los fluxoides es pequeña, es de la forma $\varepsilon \propto \log(a_0/\xi(T)) = \log(B_0(T)/B)$, donde $a_0 = (\Phi_0/B)^{1/2}$ y $B_0(T)$ es un parámetro. En esta imagen, las barreras para el movimiento de esas dislocaciones son mucho menores que la energía para crearlas, por lo que la energía de activación U que determina las medidas de resistividad viene dada por ε . Otros autores [35] han propuesto que un comportamiento $\log(B)$ puede tener su origen en la contribución a la disipación de los pares vórtice-antivórtice (esto es, pares de vórtices que tienen el campo magnético en sentido contrario) que se generan térmicamente en sistemas bidimensionales. El argumento principal de esta idea es que, en este caso, la separación vórtice-antivórtice coincide con la distancia existente entre los vórtices del campo magnético aplicado (a_0); de esta manera, la dependencia logarítmica con el campo proviene de la energía de interacción vórtice-antivórtice, que es proporcional al logaritmo de su separación.

Por otro lado, al encontrarse también $U \propto \log(B)$ en superredes con orientación eje-c del tipo $\text{DyBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Y}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en donde las capas superconductoras están acopladas, si bien solo aparece en el rango de bajos campos magnéticos [20,36], se ha considerado también la posibilidad de que este comportamiento puede ser característico de sistemas en los que no se produce "entrelazamiento" (*entanglement*) [37,38] en la red de vórtices; sin embargo, este tipo de explicaciones presenta problemas respecto al rango de campos magnéticos en que se observa el comportamiento logarítmico y a su dependencia con la anisotropía, ya que, por ejemplo, esta teoría predice que el rango de campos en el que podría observarse el comportamiento logarítmico debe ser menor al aumentar la anisotropía del sistema, lo que está en desacuerdo con el hecho de que se encuentra en multicapas y no en láminas simples de espesor comparable.

En nuestro caso, encontramos la dependencia $U \propto \log(B)$ en superredes eje-a con capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con un espesor de tan solo 5 celdas, de modo que las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ están acopladas (según Suzuki *et al.* [21] no se desacoplan hasta 120 celdas), hecho que se confirma al no cumplirse el escalaje de las energías de activación con el espesor de las capas superconductoras (figura VI.24(a)). A este respecto, cabe señalar que, en el caso de multicapas desacopladas, el movimiento de los *pancakes* en cada capa superconductora es independiente y, por tanto, la energía de activación es proporcional a su espesor e independiente del de las capas aislantes. De este modo nuestros resultados contradicen que el comportamiento logarítmico corresponda tan sólo a superredes de carácter bidimensional con capas desacopladas. Es decir, no cabe, al menos para estas superredes eje-a, una explicación de $U \propto \log(B)$ basada en sistemas bidimensionales con vórtices tipo *pancake* en

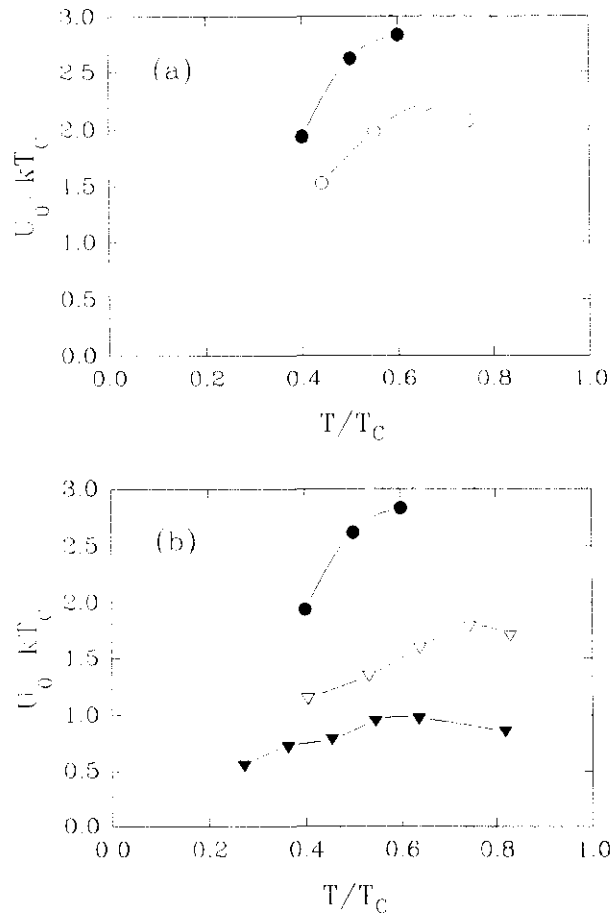


Figura VI.24: Dependencia de la energía de activación con la temperatura en varias multicapas orientadas eje-a que presentan el comportamiento logarítmico (geometría de campo B_1). **(a)** Variando el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$: ● superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), ○ superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO). **(b)** Variando el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$: ● superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), ▽ superred (40 cu EBCO / 60 cu PBCO), ▼ superred (40 cu EBCO / 100 cu PBCO).

capas superconductoras desacopladas.

A la vista de que observamos que el comportamiento logarítmico aparece al reducir el espesor de las capas superconductoras manteniendo el acoplamiento entre ellas constante, se puede proponer que dicha dependencia $U \propto \log(B)$ puede ser fruto de la competición entre el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y el valor de la longitud de correlación de "doblamiento" L_C ; es decir, para espesores menores que L_C (como puede ser el caso de 20 ó 40 celdas) el vórtice está rígido en cada capa de material superconductor lo que, de alguna manera, puede conllevar un comportamiento semejante al bidimensional. Cuando el espesor

supera el valor L_C (por ejemplo para 100 celdas), los vórtices pueden doblarse, recuperándose la dependencia $U \propto 1/B$ típica de las películas eje-a simples. Hay que señalar que una evolución similar a esta se ha observado recientemente en tricapas aislante/superconductor/aislante eje-c [39], en las que al incrementar el espesor de la capa central se pasa de tener un comportamiento logarítmico a recuperar el correspondiente a láminas simples. Cabe añadir que, en base a nuestros resultados, podemos deducir, para las láminas orientadas eje-a, un valor de L_C que se encuentra en el rango 160-240 Å, menor que el observado [20,32] en las muestras eje-c ($L_C \approx 400$ Å).

Por lo que respecta a la variación que tiene la energía de activación U_0 (obtenida a partir de (6.21)) en función del espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ y de la temperatura (figura VI.24(b)) hay varias características interesantes que resaltar. Por una parte, encontramos, en el rango de bajas temperaturas, un incremento en los valores de U_0 en función de T , existiendo un máximo cerca de $T/T_C \approx 0.6-0.7$ y una disminución al aproximarse a la temperatura crítica. Este tipo de dependencia con la temperatura también ha sido observado en películas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-c [40] y en muestras de las familias del Tl [41,42] y del Bi [43]. La explicación que se da [40] a este comportamiento se basa en la competencia entre las dos magnitudes que contribuyen a la energía de activación, $U = E_C V_C$ [32], que son la densidad de energía de condensación superconductor (E_C) y el volumen correlacionado (V_C), es decir, el volumen característico que ha de desplazarse en un suceso de activación térmica. De acuerdo con estos autores [40], V_C puede aumentar debido a que el crecimiento de la longitud coherente con la temperatura ($\xi(T) = \xi(0)/(1-T/T_C)^{1/2}$) puede mejorar el acoplamiento entre las capas superconductoras. Por tanto, en nuestras superredes, el crecimiento de la energía de activación en el rango de temperaturas bajas podría estar producido por un aumento en el valor efectivo de V_C que fuera mayor que la correspondiente disminución de E_C . A su vez, a más altas temperaturas, dominaría el decrecimiento en la energía de condensación. Por otra parte, a la vista de la gráfica VI.24(b), se encuentra un decrecimiento en los valores de U_0 al aumentar el espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dejando constante el de las de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Esta variación es indicativa del acoplamiento existente entre las capas superconductoras a través de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, ya que, de otra manera, la energía de activación permanecería constante [32]. No obstante, esa misma disminución nos señala que el acoplamiento se hace más débil a medida que se incrementa el tamaño de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

6.3.2 Fuerza de anclaje.

La influencia que la estructura de multicapa ejerce sobre la dinámica de vórtices cuando el campo se encuentra perpendicular al plano de la lámina se observa también en el comportamiento de la fuerza de anclaje. Como ya se comentó anteriormente, la existencia de la estructura laminar artificial no modifica el hecho de que haya un escalaje en función de la temperatura de las curvas $F_p(B)$ (gráfica VI.16(a)). No obstante, como podemos apreciar en la figura VI.25, la dependencia general que tiene la curva de escala de la fuerza de anclaje sí se modifica claramente al ir reduciendo el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ en nuestras superredes eje-a. Mientras que la multicapa (100 cu EBCO / 5 cu PBCO) todavía presenta el mismo comportamiento que la película superconductora simple, una pequeña desviación se empieza a observar en la muestra (40 cu EBCO / 5 cu PBCO). Esta desviación se hace aún mayor en el caso de la superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO), en donde la caída en la fuerza de anclaje es más suave. Un fenómeno similar sucede a medida que se reduce el acoplamiento entre las capas superconductoras mediante el aumento del espesor de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (gráfica VI.26).

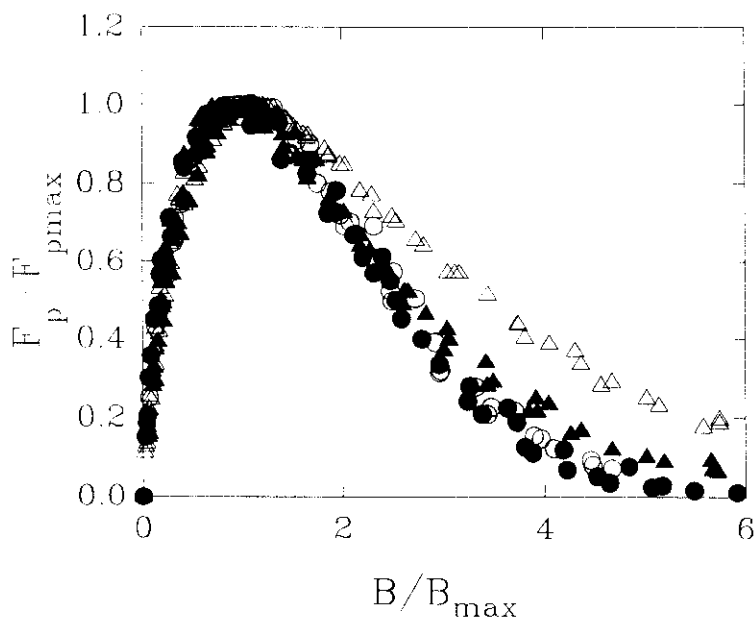


Figura VI.25: Dependencia con el campo magnético (geometría B_{\perp}) de la fuerza de anclaje normalizada en varias muestras orientadas eje-a con distintos espesores de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$: ● película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ simple, ○ superred (100 cu EBCO / 5 cu PBCO), ▲ superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), △ superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO).

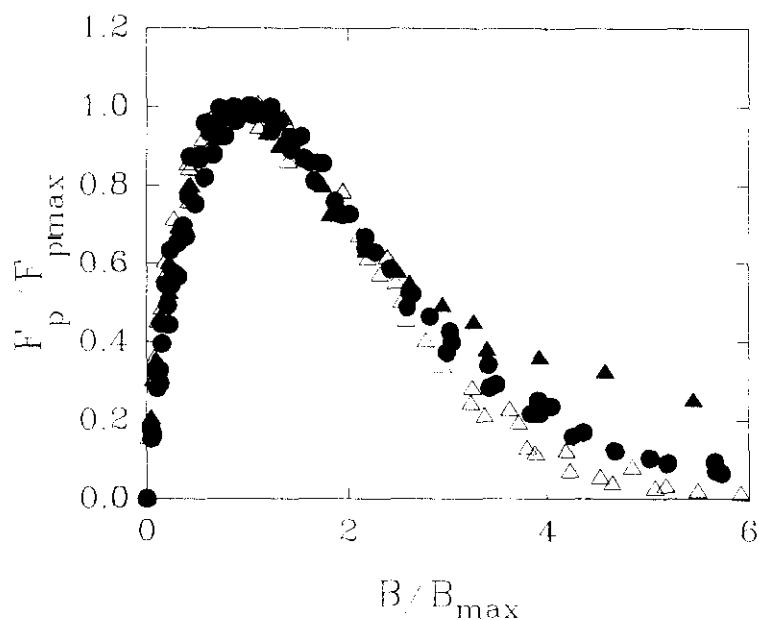


Figura VI.26: Dependencia con el campo magnético (geometría B_1) de la fuerza de anclaje normalizada en varias muestras orientadas eje-a con distintos espesores de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$: Δ película de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ simple, \bullet superred (40 cu EBCO / 5 cu PBCO), \blacktriangle superred (40 cu EBCO / 20 cu PBCO).

Esta variación en las curvas de escala de la fuerza de anclaje viene acompañada por una nueva dependencia de la corriente crítica con el campo magnético. Si en las películas simples con orientación eje-a la región de alto campo ($B > B_{max}$) se describe en base a un modelo de *flux creep* [44] con una energía de activación $U \propto 1/B$ [24], ahora, en las superredes en las que se desvía la fuerza de anclaje, se encuentra que la corriente crítica depende exponencialmente del campo magnético, como se puede apreciar en la figura VI.27, en la que se representa J_c (en escala logarítmica) en función de B , a 30 K, para una superred (20 cu EBCO / 5 cu PBCO). En esta gráfica se observa una región lineal en el rango de campos $B > B_{max}$. Hay que señalar que un comportamiento exponencial semejante ha sido observado previamente en superredes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 / (\text{Pr}_x\text{Y}_{1-x})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ con orientación eje-c en las que las capas superconductoras estaban desacopladas [45], por lo que la dependencia exponencial en la corriente crítica se ha asociado a efectos de dimensionalidad causados por el desacoplo. En el caso de nuestras superredes eje-a, hemos encontrado el comportamiento $J_c \propto \exp(-B)$ reduciendo el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ que, por otra parte, están acopladas, lo que sugiere que está causado probablemente por un incremento en la anisotropía de la red de vórtices más que por un desacoplo completo de las capas

superconductoras. Recientemente, se ha observado en superredes eje-c [46] que la presencia del comportamiento exponencial en la corriente crítica viene acompañado por una reducción brusca en la energía de anclaje colectivo al aumentar el campo, por lo que se ha indicado que podría estar asociado a un gran "ablandamiento" de los vórtices. Cabe señalar que estos autores [46], al igual que parece suceder en nuestras superredes orientadas eje-a, asocian la existencia del comportamiento logarítmico de la energía de activación con la dependencia exponencial en la corriente crítica.

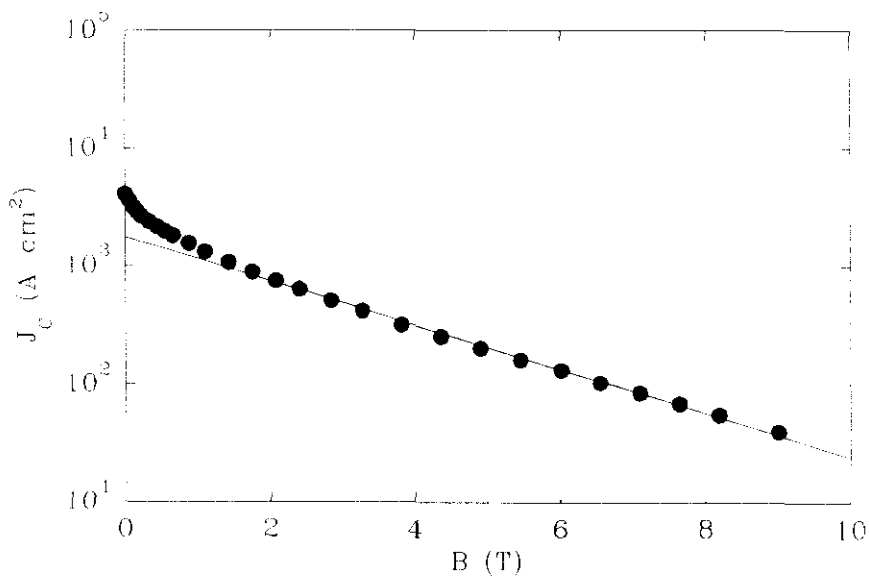


Figura VI.27: Densidad de corriente crítica (en escala logarítmica) en función del campo magnético (geometría B_{\perp}) a 30 K de una superred eje-a (20 cu EBCO / 5 cu PBCO). La recta indica un comportamiento de tipo exponencial.

6.4 Conclusiones.

-Se ha estudiado la influencia de la estructura de multicapa artificial sobre la dinámica de la red de vórtices en superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje-a, superredes en las que se puede diferenciar entre el efecto de origen intrínseco producido por la estructura laminar natural y la influencia que se debe al apilamiento de capas superconductoras y aislantes, hecho que no es posible en las superredes orientadas eje-c en donde ambos efectos se suman. El estudio se ha llevado a cabo mediante las medidas de magnetorresistencia y de corriente crítica en las configuraciones geométricas de campo magnético perpendicular y paralelo al plano del sustrato.

-Las medidas de magnetorresistencia han puesto de manifiesto el mecanismo de anclaje de la red de vórtices producido por la estructura de multicapa cuando el campo magnético es aplicado paralelamente a la lámina. Este anclaje es efectivo en un amplio rango de campos magnéticos en torno al campo de ajuste entre la red de vórtices y la estructura de multicapa, llegando a ser más eficaz que el de carácter intrínseco. Se ha observado que el aumento del número de capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ supone un mayor rango de campos magnéticos en el que se encuentra la influencia de dicho anclaje; asimismo, el incremento en el espesor de las capas aislantes llega a conducir a una inversión de la anisotropía con respecto a la existente en películas eje-a simples en todo el rango de campos magnéticos medido. Por su parte, los resultados en la densidad de fuerza de anclaje, obtenidos a partir de las medidas de corriente crítica, confirman la presencia del anclaje producido por la estructura de multicapa. El análisis de los resultados en base a un modelo de anclaje unidimensional pone de manifiesto que el hecho de que la red de vórtices en este tipo de materiales superconductores sea blanda hace posible que el anclaje en las capas aislantes sea eficaz en un amplio rango de campos.

-La superestructura influye también sobre la dinámica de vórtices cuando el campo se encuentra perpendicular a las capas (paralelo a los planos de CuO_2), produciendo nuevos comportamientos. Se ha encontrado que, a medida que se disminuye el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (dejando constante el de las de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), la energía de activación del movimiento de vórtices pasa de una dependencia $U \propto 1/B$ típica de las películas eje-a simples a un comportamiento $U \propto \log(B)$ cuando el espesor del $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ se reduce suficientemente (menos de ~ 50 celdas unidad). Puesto que se observa este fenómeno en superredes en las que las capas superconductoras están acopladas, hecho que se deduce de la no proporcionalidad entre la energía de activación y su espesor, parece posible que tenga su origen en la competencia entre el valor de la longitud de correlación de "doblamiento" a lo

largo de la dirección del campo magnético y el espesor de la capa superconductora, de modo que la dependencia estaría producida por la rigidez del vórtice dentro de capa de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Asimismo, se encuentra una desviación en la densidad de fuerza de anclaje normalizada, tanto al reducir el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ como al aumentar el de las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (es decir, al disminuir el acoplamiento entre las capas superconductoras), lo que indica una modificación en el mecanismo de anclaje respecto a las películas simples; esta desviación en la fuerza de anclaje viene acompañada de una nueva dependencia exponencial de la densidad de corriente crítica con el campo magnético, que podría estar relacionada con un ablandamiento de los vórtices.

Referencias.

- [1] A. N. Lykov, *Adv. Phys.* **42**, (1993) 263; y sus referencias.
- [2] H. Raffy, J. C. Renard y E. Guyon, *Solid State Commun.* **11**, (1972) 1679.
- [3] H. Raffy, E. Guyon y J. C. Renard, *Solid State Commun.* **14**, (1974) 427; H. Raffy, E. Guyon y J. C. Renard, *Solid State Commun.* **14**, (1974) 431.
- [4] J. M. Murduck, J. L. Vicent, I. K. Schuller y J. B. Ketterson, *J. Appl. Phys.* **62**, (1987) 4216; J. M. Murduck, D. W. Capone II, I. K. Schuller, S. Foner y J. B. Ketterson, *Appl. Phys. Lett.* **52**, (1988) 504.
- [5] P. R. Broussard y T. H. Geballe, *Phys. Rev. B* **37**, (1988) 68.
- [6] A. J. Vermeer, C. W. Hagen, D. G. de Groot, N. J. Koeman, J. H. Rector, H. van Leuken y R. Griessen, *Physica C* **162-164**, (1989) 409.
- [7] J. Bardeen y M. J. Stephen, *Phys. Rev.* **140**, (1965) A1197.
- [8] S. Ami y K. Maki, *Prog. Theor. Phys.* **53**, (1975) 1.
- [9] J. Lowell, *J. Phys. F* **8**, (1978) 501.
- [10] M. Tachiki y S. Takahashi, *Solid State Commun.* **70**, (1989) 291.
- [11] K. Semba, T. Ishii y A. Matsuda, *Physica C* **185-189**, (1991) 1303.
- [12] W. K. Kwok, U. Welp, V. M. Vinokur, S. Fleshler, J. Downey y G. W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 390.
- [13] B. Roas, L. Schultz y G. Saemann-Ischenko, *Phys. Rev. Lett.* **64**, (1990) 479.
- [14] R. A. Doyle, A. M. Campbell y R. E. Somekh, *Phys. Rev. Lett.* **71**, (1993) 4241.
- [15] J. Z. Wu y W. K. Chu, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 1381.
- [16] B. Holzapfel, G. Kreiselmeyer, M. Kraus, G. Saemann-Ischenko, S. Bouffard, S. Klaumünzer y L. Schultz, *Phys. Rev. B* **48**, (1993) 600.
- [17] B. D. Josephson, *Phys. Lett.* **16**, (1965) 242.

- [18] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, *Phys. Rev. B* **52**, (1995) 3872.
- [19] J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent, *Thin Solid Films* (en prensa).
- [20] J.-M. Triscone, P. Fivat, M. Andersson, M. Decroux y Ø. Fischer, *Phys. Rev. B* **50**, (1994) 1229.
- [21] Y. Suzuki, J.-M. Triscone, C. B. Eom, M. R. Beasley y T. H. Geballe, *Phys. Rev. Lett.* **73**, (1994) 328.
- [22] W. E. Yetter, E. J. Kramer y D. G. Ast, *J. Low Temp. Phys.* **49**, (1982) 227.
- [23] 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**, (1993) 8986.
- [24] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *Appl. Phys. Lett.* **65**, (1994) 2099.
- [25] T. Luhman, C. S. Pande y D. Dew-Hughes, *J. Appl. Phys.* **47**, (1976) 1459.
- [26] M. E. Reeves, B. D. Weaver, D. A. Krieger, D. B. Chrisey, J. S. Horwitz, S. A. Wolf y G. P. Summers, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 2585.
- [27] A. M. Campbell y J. E. Evetts, *Adv. Phys.* **21**, (1972) 199.
- [28] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66**, (1994) 1125; y sus referencias.
- [29] T. T. M. Palstra, B. Batlogg, L. F. Schneemeyer y J. V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **61**, (1988) 1662.
- [30] M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *IEEE Trans. Appl. Supercon.* **5**, (1995) 1537.
- [31] W. R. White, A. Kapitulnik y M. R. Beasley, *Phys. Rev. Lett.* **70**, (1993) 670.
- [32] O. Brunner, L. Antognazza, J.-M. Triscone, L. Miéville y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **67**, (1991) 1354.
- [33] J. R. Clem, *Phys. Rev. B* **43**, (1991) 7837.
- [34] M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein y A. I. Larkin, *Physica C* **167**, (1990) 177.
- [35] H. J. Jensen, P. Minnhagen, E. Sonin y H. Weber, *Europhys. Lett.* **20**, (1992) 463.

- [36] P. Fivat, J.-M. Triscone, M. Andersson, H. Obara y Ø. Fischer, *Physica C* **235-240**, (1994) 2599.
- [37] D. R. Nelson, *Phys. Rev. Lett.* **60**, (1988) 1973.
- [38] D. R. Nelson y H. S. Seung, *Phys. Rev. B* **39**, (1989) 9153.
- [39] C. Kwon, M. Damaske, Q. Li, L. Senapati, P. A. Warburton y T. Venkatesan, *IEEE Trans. Appl. Supercon.* **5**, (1995) 1355.
- [40] R. M. Schalk, G. Samadi-Hosseinali, H. W. Weber, S. Proyer, P. Schwab, D. Bäuerle y S. Gründorfer, *Phys. Rev. B* **49**, (1994) 3511.
- [41] V. K. Chan y S. H. Lion, *Phys. Rev. B* **45**, (1992) 5547.
- [42] M. Mittag, M. Rosenberg, B. Himmerich y H. Sabrowsky, *Supercon. Sci. Technol.* **4**, (1991) 244.
- [43] M. Mittag, R. Job y M. Rosenberg, *Physica C* **174**, (1991) 101.
- [44] J. D. Hettinger, A. G. Swanson, W. J. Skocpol, J. S. Brooks, J. M. Graybeal, P. M. Mankiewich, R. E. Howard, B. L. Straughn y E. G. Burkhardt, *Phys. Rev. Lett.* **62**, (1989) 2044.
- [45] Q. Li, C. Kwon, X. X. Xi, S. Bhattacharya, A. Walkenhorst, T. Venkatesan, S. J. Hagen, W. Jiang y R. L. Greene, *Phys. Rev. Lett.* **69**, (1992) 2713.
- [46] H. Obara, M. Andersson, L. Fàbrega, P. Fivat, J.-M. Triscone, M. Decreoux y Ø. Fischer, *Phys. Rev. Lett.* **74**, (1995) 3041.

7. Conclusiones generales.

En este trabajo se ha llevado a cabo un estudio experimental acerca de los óxidos superconductores de alta temperatura de la familia 123 obtenidos en forma de lámina delgada. En concreto, se ha realizado un análisis detallado del proceso de crecimiento y de la microestructura de películas con distintas orientaciones, así como de superredes superconductor/aislante orientadas eje-a. Asimismo, los resultados obtenidos de sus propiedades de transporte en el estado mixto han permitido comprender mejor tanto el comportamiento anómalo del efecto Hall en láminas orientadas eje-c, como los efectos de anclaje y dimensionalidad que produce la estructura de multicapa en las superredes. Las conclusiones del trabajo se resumen en los siguientes puntos:

1). Se ha utilizado un sistema de pulverización catódica tipo magnetrón especialmente preparado para la deposición de láminas delgadas de superconductores de alta temperatura crítica. Se han empleado diversas técnicas de caracterización estructural de las muestras (difracción de rayos-X, microscopía electrónica de transmisión, microscopía electrónica de barrido, microscopía de fuerza atómica), y se ha llevado a cabo la automatización del proceso de medida de varias propiedades de transporte (curvas características I - V , resistividad, efecto Hall, magnetorresistencia). Se ha procedido a la puesta a punto de un sistema de fotolitografía, y se ha utilizado un equipo para la variación controlada del contenido de oxígeno en películas delgadas superconductoras.

2). Se han obtenido láminas delgadas superconductoras de óxidos de la familia $\text{RBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\text{R}=\text{Y}$, tierra rara) con el eje c de la estructura perpendicular al plano del sustrato que poseen elevadas temperaturas críticas ($T_C \sim 86\text{-}89$ K). Asimismo, se ha conseguido optimizar el crecimiento de películas de estos materiales con la orientación eje-a ($T_C \sim 82\text{-}88$ K), es decir, con los planos de CuO_2 perpendiculares al plano de la lámina, sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$ y $\text{LaAlO}_3(100)$; estas películas eje-a son poco habituales en la literatura, y su obtención ha hecho posible poner de relieve nuevas propiedades que son consecuencia de la anisotropía de estos óxidos superconductores.

3). En el crecimiento y caracterización de las láminas con orientación eje-a cabe destacar los siguientes resultados:

-Se ha encontrado que el empleo de un método de dos pasos de temperatura de deposición (650°C - 710°C), de europio como tierra rara y de una baja presión parcial de oxígeno en la pulverización (6% en 300 mTorr) son procedimientos adecuados para obtener estas láminas eje-a con una muy alta calidad en la estructura y en las propiedades superconductoras.

-Las películas eje-a así obtenidas poseen altas temperaturas críticas ($T_c \sim 82$ - 88 K) y comportamiento metálico ($\rho(300\text{K})/\rho(100\text{K})=1.3$ - 1.6).

-Son altamente texturadas con curvas *rocking* muy estrechas ($\text{FWHM}=0.1^{\circ}$ - 0.2°).

-Su microestructura consta de dominios de ~ 200 Å de tamaño, que están separados por fronteras de 90° , de modo que los planos de CuO_2 de un dominio son perpendiculares a los del vecino.

4). La comparación entre películas eje-a y eje-c ha permitido el estudio de la anisotropía de varias propiedades de transporte:

-La línea de irreversibilidad de las películas eje-c se encuentra por encima de la de las orientadas eje-a, lo que concuerda con los más altos valores de J_c , e indica un mejor anclaje de los vórtices.

-Se ha encontrado que el efecto Hall en estado normal en láminas eje-a ($H \parallel \mathbf{a}$) tiene signo negativo (tipo *electrón*) y es prácticamente constante con la temperatura, a diferencia de las películas eje-c ($H \parallel \mathbf{c}$) en donde $R_H > 0$ y varía con T .

-Se ha observado que la resistividad Hall en el estado mixto de las películas eje-a difiere de los monocristales debido a su microestructura de dominios. Por su parte, en láminas orientadas eje-c, ρ_{xy} en el estado mixto presenta una contribución negativa anómala de signo contrario a la del estado normal que no puede ser descrita en términos de los modelos clásicos de dinámica de vórtices.

5). De los estudios referentes a la anomalía del efecto Hall en el estado mixto de películas orientadas eje-c cabe resaltar los siguientes aspectos:

-Se ha encontrado que existe un campo característico de la anomalía (H_m) que define una región estrecha en el diagrama de fases (H - T). Asimismo, se han observado relaciones

de escala entre las resistividades Hall y longitudinal $\rho_{xy}(H) \propto \rho_{xx}^n(H)$ en el inicio de la disipación. La existencia de estas leyes de escala indican que la contribución Hall negativa es de origen intrínseco, es decir, se debe a la dinámica de vórtices.

-La contribución Hall negativa del movimiento de vórtices existe cualquiera que sea la región estudiada del diagrama de fases (H - T) de estos superconductores, es decir, tanto en la zona de *vidrio* de vórtices como en la de *líquido* de vórtices.

-Se ha observado, en la región de la anomalía, una ley de escala en función de la densidad de corriente del tipo $\rho_{xy}(J) \propto \rho_{xx}^n(J)$ con $n \approx 1.0$, lo que implica que, en esta región, la conductividad Hall ($\sigma_{xy} \approx \rho_{xy}/\rho_{xx}^2$) no es independiente del anclaje, lo que parece contradecir las predicciones de un modelo teórico hidrodinámico recientemente propuesto.

-Tanto el cociente ℓ/ξ_0 , que relaciona el recorrido libre medio con la longitud coherente, como la densidad de portadores son parámetros microscópicos que juegan un papel muy importante en la existencia del anómalo cambio de signo en el estado mixto, ya que dicha anomalía tiende a desaparecer en el límite limpio ($\ell/\xi_0 \gg 1$) y sufre grandes cambios al variar el contenido de oxígeno en las láminas.

-Todo ello muestra un claro origen intrínseco de la anomalía, pudiéndose descartar los numerosos modelos que implican un origen extrínseco del efecto. En particular, los resultados obtenidos están en consonancia con modelos teóricos microscópicos de movimiento de vórtices, propuestos recientemente, que basan la explicación de la anomalía en una redistribución de la carga en el núcleo del vórtice.

6). Se han crecido multicapas orientadas eje-a del tipo $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (superconductor/aislante) sobre sustratos de $\text{SrTiO}_3(100)$ y con diversas longitudes de modulación; en ellas los planos de CuO_2 están compartidos por las distintas capas, al ser perpendiculares a las mismas. El análisis estructural ha puesto de manifiesto los siguientes resultados:

-Los rayos-X revelan la existencia de satélites de difracción de ángulo alto (hasta el tercer orden) que son producidos por el orden adicional que supone la estructura de superred.

-Las reflexiones Bragg $\theta/2\theta$ así como las curvas *rocking* en torno a (200) son estrechas (FWHM=0.2°).

-La microscopía electrónica de transmisión en sección transversal revela no sólo la existencia de una estructura de multicapa, sino también un buen acoplo entre las redes

cristalinas de las distintas capas.

7). Las superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ orientadas eje-a tienen transiciones superconductoras, incluso aquellas con un alto porcentaje de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Al estar compartidos los planos de CuO_2 , las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ modifican la estructura electrónica en las capas superconductoras, produciendo una localización y/o disminución de los portadores; ello tiene como consecuencia la existencia de un comportamiento de salto de rango variable en la resistividad y un incremento (en valor absoluto) del coeficiente Hall R_H . Por otra parte, las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ también afectan a la dinámica de vórtices, produciendo variaciones en la línea de irreversibilidad.

8). Las propiedades más destacables del magnetotransporte en el estado mixto de superredes $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ eje-a son:

-En estas superredes se puede diferenciar entre el anclaje intrínseco producido por la presencia de los planos de CuO_2 y el anclaje debido a la estructura de multicapa superconductor/aislante, ya que las capas artificiales son perpendiculares a la estructura laminar natural de los planos de CuO_2 .

-Las medidas de magnetorresistencia y corriente crítica han puesto de manifiesto el mecanismo de anclaje de la red de vórtices producido por las capas aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ cuando el campo magnético es aplicado paralelamente a la lámina. Dicho anclaje es efectivo en un amplio rango de campos magnéticos en torno al campo de ajuste entre la red de vórtices y la estructura de multicapa, pudiendo ser más eficaz que el de carácter intrínseco. La influencia del anclaje por la estructura de multicapa se hace todavía mayor al incrementar el número de capas aislantes y al aumentar el espesor de las mismas, llegando a producirse una inversión de la anisotropía con respecto a las películas eje-a simples en todo el rango de campos magnéticos medido.

-De acuerdo con el análisis de los resultados en base a un modelo de anclaje unidimensional, el hecho de que la red de vórtices sea blanda en este tipo de materiales superconductores es el que hace posible que el anclaje en las capas de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sea eficaz en un amplio rango de campos.

-Se ha observado que, cuando el campo magnético se aplica perpendicular a las capas (paralelo a los planos de CuO_2), la superestructura da lugar también a nuevos comportamientos relacionados con efectos de dimensionalidad. Por una parte, se ha encontrado, incluso en superredes de capas superconductoras acopladas (poco espesor en las

aislantes de $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$), que la energía de activación del movimiento de vórtices tiene una dependencia $U \propto \log(B)$ al reducir suficientemente el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (menos de ~ 50 celdas unidad), comportamiento habitualmente asociado a sistemas bidimensionales de capas desacopladas. De acuerdo con nuestros resultados, esta propiedad parece más bien ligada a la rigidez del vórtice en cada capa superconductora, que se produce a causa de la competición entre la longitud de correlación del vórtice a lo largo del campo magnético y el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Por otro lado, se ha observado una desviación en la densidad de fuerza de anclaje normalizada, tanto al reducir el espesor de las capas de $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ como al aumentar el de las capas aislantes, lo que indica un cambio en el mecanismo de anclaje que podría estar relacionada con un ablandamiento de los vórtices en estas estructuras.

Referencias.

1. "Fabrication and physical properties of high temperature superconductor thin films".
J. I. Martín, M. Cagigal, J. Colino, M. A. González y J. L. Vicent,
Superconductividad en España, Programa Midas. Ed. F. Yndurain, (1993) 375.
2. "Sign reversal of the flux flow Hall effect in sputtered a-axis and c-axis oriented films of 123 superconducting cuprates".
J. Colino, M. A. González, J. I. Martín, M. Vélez, D. Oyola, P. Prieto y J. L. Vicent,
Physical Review B **49**, (1994) 3496.
3. "Sign reversal of the flux flow Hall effect in oxygen deficient $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ films".
J. I. Martín, B. Wuyts, M. Maenhoudt, E. Osquiguil, J. L. Vicent, V. V. Moshchalkov
e Y. Bruynseraede,
Physica C **235-240**, (1994) 1451.
4. "Hall effect in the mixed state of a-axis oriented $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films".
J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino M. A. González y J. L. Vicent,
Physica C **235-240**, (1994) 3123.
5. "Normal-state Hall effect in c-axis and a-axis oriented $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconducting thin films."
J. Colino, J. I. Martín y J. L. Vicent,

Physica B **199-200**, (1994) 246.

6. "Hall effect and longitudinal resistivity of 123 superconducting thin films: scaling relations".

J. I. Martín, M. Vélez, J. Colino, P. Prieto y J. L. Vicent,
Solid State Communications **94**, (1995) 341.

7. "Multilayer pinning in a-axis oriented $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconducting superlattices".

J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent,
Physical Review B **52** (Rapid Communications), (1995) 3872.

8. "Magnetic flux pinning and microstructure, a special case: a-axis oriented $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconducting superlattices".

J. I. Martín, M. Vélez y J. L. Vicent,
Thin Solid Films, (en prensa).

Otros artículos publicados durante el periodo de tesis.

-M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *Applied Physics Letters* **65**, (1994) 2099.

-M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *Physica C* **235-240**, (1994) 3171.

-M. Maenhoudt, J. I. Martín, J. L. Vicent, J. Hasen, D. Lederman, I. K. Schuller, V. V. Moshchalkov e Y. Bruynseraede, NATO ASI Series; Serie C: *Mathematical and Physical Sciences*, (en prensa).

-M. Vélez, J. I. Martín y J. L. Vicent, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* **5**, (1995) 1537.