Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América

Dirección General de Estudios de Posgrado
Facultad de Ciencias Físicas
Unidad de Posgrado

Caracterización y estudio de la textura en capas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre el sustrato MgO

TESIS

Para optar el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido

AUTOR

Henry Elías SANCHEZ CORNEJO

ASESOR

Dr. Ángel Guillermo BUSTAMANTE DOMÍNGUEZ

Lima, Perú

2020



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Sanchez, H. (2020). *Caracterización y estudio de la textura en capas superconductoras de YBa2Cu3O7-δ sobre el sustrato MgO*. [Tesis de maestría, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Unidad de Posgrado]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor	
Nombres y apellidos	Henry Elías Sanchez Cornejo
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	46704497
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0002-6211-165X
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Ángel Guillermo Bustamante Domínguez
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	06445752
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0001-5892-3500
Datos del jurado	
Presidente del jurado	
Nombres y apellidos	Chachi Rojas Ayala
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	09934476
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Andrés Néstor Díaz Sandoval
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	08961579
Miembro del jurado 2	
Nombres y apellidos	Luis de los Santos Valladares
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	15740666
Datos de investigación	

Línea de investigación	A.2.1.1. Superconductividad
Grupo de investigación	Materiales funcionales
Agencia de financiamiento	Ninguno
Ubicación geográfica de la investigación	Universidad Nacional Mayor de San Marcos Edificio: Laboratorio de Cerámicos y Nanomateriales. Instituto de Investigación. Facultad de Ciencias Físicas País: Perú Departamento: Lima Provincia: Lima Distrito: Cercado de Lima Av. Carlos Germán Amezaga 375 Latitud: -12.05905 Longitud: -77.08130
Año o rango de años en que se realizó la investigación	2015 - 2019
URL de disciplinas OCDE	Física de la materia condensada https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#1.03.02

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE MAGÍSTER EN FÍSICA CON MENCIÓN EN FÍSICA DEL ESTADO SÓLIDO

A los trece días del mes de febrero de 2020, siendo las cinco de la tarde, se reunió el Jurado Examinador, en el auditorio 304 de la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, presidido por el señor Dr. Chachi Rojas Ayala como presidente, y con la asistencia de los siguientes miembros del Jurado Examinador:

Dr. Chachi Rojas Ayala	(Presidente)
Mg. Andrés Néstor Díaz Sandoval	(Miembro integrante)
Dr. Luis de los Santos Valladares	(Miembro integrante)
Dr. Ángel Guillermo Bustamante Domínguez	(Asesor)

Para la sustentación oral y pública del trabajo de Tesis para optar el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido, del Bachiller **Henry Elías Sanchez Cornejo** con matrícula Nº 14137003.

Después de darse lectura al expediente de Grado en el que consta haberse cumplido con todas las disposiciones reglamentarias, los señores Miembros del Jurado Examinador, atendieron a la exposición de la Tesis titulada:

"Caracterización y estudio de la textura en capas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre el sustrato MgO"

Y formuladas las preguntas, éstas fueron absueltas por el graduando.

Acto seguido, en privado, el Jurado Examinador procedió a la calificación. El Presidente determinó el promedio de la calificación, obteniendo como resultado de:

MEDIO OCHO (18) Muy bueno

A continuación el Presidente del Jurado Examinador recomienda que la Facultad de Ciencias Físicas proponga que se le otorgue el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido al bachiller **Henry Elías Sanchez Cornejo.**

Siendo las 19:32 h, se levantó la sesión; recibiendo el graduando las felicitaciones de los señores Miembros del Jurado Examinador y público asistente.

Los Miembros del Jurado Examinador suscriben el Acta de sustentación de tesis en Lima, a los trece días del mes de febrero de 2020

Lima, 13 de febrero de 2020

... Acta de sustentación de Tesis del Bach. Henry Elías Sanchez Cornejo....

Dr. Chachi Rojas Ayala
Presidente

Mg. Andrés Néstor Díaz Sandoval
Miembro integrante

Dr. Luis de los Santos Valladares
Miembro integrante

Dr. Angel Guillermo Bustamante Domínguez
Asesor

INFORME DE EVALUACION DE ORIGINALIDAD

1. Facultad de Ciencias Físicas
2. Unidad de Posgrado
3. Director de la Unidad de Posgrado
4. Dr. Víctor Anthony García Rivera
5. Srta. Yamiley Carmen Verastegui Ludeña (Secretaria de la Unidad de Posgrado)
6. Tesis para optar el Grado Académico de Magister:
   "Caracterización y estudio de la textura en capas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre el sustrato MgO"
7. **Henry Elías Sanchez Cornejo**
8. Fecha de recepción del documento: 21/11/2019
9. Fecha de aplicación del programa informático de similitudes: 21/11/2019
10. TURNITIN
11. Configuración del programa detector de similitudes
    a. Excluye bibliografía
    b. Excluye cadenas menores a 40 palabras
    c. Excluye textos bibliografía
12. 04%(cuatro por ciento)
13. Fuentes originales de las similitudes encontradas:
    a. Cybertesis.unmsm.edu.pe
    b. www.tdx.cat
    c. Submitted to University College London
14. Observaciones: Se observa una similitud del 04%, por lo tanto cumple con las especificaciones, ya que se encuentra dentro del 10% permitido.
15. Calificación de originalidad:
    a. Documento cumple criterios de originalidad, sin observaciones.
16. 25/11/2019

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS UNIDAD DE POST-GRADO U.N.M.S.M.

Dr. Víctor Anthony García Rivera
Director de la Unidad De Posgrado
Facultad de Ciencias Físicas
Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Agradecimientos

Mi más sincero agradecimiento a mi asesor, el Prof. Ángel Guillermo Bustamante Domínguez, por la ayuda en el desarrollo del presente trabajo de tesis; además de su orientación en mi formación como investigador desde el principio.
Agradecer al Dr. Luis De Los Santos Valladares, de la Universidad de Cambridge, por su valiosa colaboración en la toma de medidas por las distintas técnicas utilizadas y el tiempo que todo ello empleó, además de las diversas sugerencias, correcciones y observaciones que ayudaron a enriquecer la presente tesis.
Agradecer a los miembros del Grupo de Estudio y Laboratorio, por su ayuda de manera directa o indirecta en el desarrollo de la tesis.
A mis padres y hermanos, por apoyarme durante el desarrollo de la tesis.
A Diana, por apoyarme y animarme en la culminación del presente trabajo.

Resumen

La tesis reporta la caracterización magnética y estudio de la textura en capas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre el sustrato MgO. Se divide en dos partes. En la primera se reporta la caracterización tanto estructural, morfológica y magnética y la segunda parte consta de un estudio de la dinámica de vórtices de un filme superconductor del compuesto de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO), el cual ha sido crecido sobre el sustrato monocristalino de MgO (*100*) tipo-E, la cual fue donada por la empresa Ceraco.

Para la primera caracterización estructural se emplea la Difracción de rayos-X (DRX), donde se observa picos del tipo (00*l*) pertenecientes al YBCO con crecimiento orientado. Fases secundarias, como el Y_2BaCuO_5 (Y211) y óxido de Cobre (CuO) también son detectados. El crecimiento ordenado, mostrado mediante DRX, es confirmado con micrografías de sección transversal, usando Microscopía electrónica de transmisión (TEM), donde se observa el ordenamiento y la presencia tanto de la fase principal de YBCO como del sustrato MgO. Una posterior caracterización de la morfología y topología superficial del filme se realiza mediante Microscopía de Fuerza Atómica, encontrándose una rugosidad media cuadrática RMS = 3,6824 nm; es decir, la superficie de la película es relativamente suave respecto a filmes superconductores anteriormente fabricados en el laboratorio.

Para la caracterización magnética y comprobación de la superconductividad se realizan unas primeras mediciones $\chi\ vs$ T bajos los campos magnéticos aplicados 0.05, 0.2 y 2 T, encontrándose experimentalmente un T_C = 88 K. Medidas posteriores $\chi\ vs$ T en estado no superconductor permiten obtener dos regiones con una temperatura de Curie equivalente a 35.77 y 71.47 K, observándose la respuesta ferromagnética de la muestra para ambos casos. De las medidas de magnetización versus campo aplicado $M(H)$ a T=10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K se calculan los campos críticos experimentales H_{C1}, H_{C2}, H_P y H_{irr}, obteniéndose el Diagrama de Fase Magnético para la muestra. Usando el modelo de Bean se realizan cálculos de Densidad de Corriente Crítica J_C, de cuyas curvas se observa la presencia del efecto pico, calculándose los campos B_{pico} dependientes de la temperatura.

La dinámica de los vórtices se estudia a partir de las curvas de densidad de corriente crítica en escala log-log, observándose la presencia de 4 regiones muy diferenciadas de comportamiento de líneas de flujo respecto al campo aplicado. Se obtienen las curvas de Fuerza de Fijación de vórtices (también llamada Fuerza de anclaje) y Fuerza normalizada. Finalmente, medidas de relajación magnética en modo *Field Cooling* (FC) a T = 10, 30, 40 y 60 K permiten estudiar la evolución temporal de los vórtices mediante el modelo de *vortex glass*, calculándose la energía característica de anclaje mediante el método de Maley, además de estimar el tiempo de salto de vórtices entre sitios de anclaje en el orden de microsegundos. De las curvas de relajación magnética y $B(t)$ en los ciclos de Histéresis se pueden esbozar las curvas características $E(J)$. Finalmente, la medición de la relajación magnética en el estado no superconductor permite confirmar el carácter ferromagnético de la muestra.

Con la finalidad de estudiar cómo la anisotropía magnética, propia del YBCO, afecta los distintos valores obtenidos anteriormente, se realizan mediciones $\chi\ vs$ T bajo las distintas

intensidades de campo: 50, 100, 500, 1000, 5000 y 10 000 Oe con $H_{ext} \parallel ab$ y $H_{ext} \parallel c$, observándose un comportamiento anisotrópico. Curvas $d\chi/d$T permiten estudiar más a detalle esta variación. Mediciones de histéresis a T = 10 y 30 K en disposición de campo externo longitudinal $H_{ext} \parallel ab$ a la muestra permiten graficar las curvas J(H), las cuales son comparadas con sus campos B_{C2} similares medidas a campo transversal, calculándose la el factor de anisotropía experimental γ, además de las longitudes de coherencia ξ_c y ξ_{ab} para las temperaturas T = 10, 20, 30, 40, 50 , 60 y 70 K. De estas curvas $M(H)$ se calculan los campos característicos y se esboza el diagrama de fase magnético de la muestra cuando el campo externo está en disposición longitudinal a éste. De las curvas log-log $J(H)$ se estudia la dinámica de vórtices en esta disposición de campo aplicado. Finalmente, mediciones de Rocking curves permiten obtener un $\Delta\omega = 0.81°$.

Abstract

We report the characterization and vortex dynamics study about an YBCO superconductor film on a single-crystal MgO (*100*) E-Type obtained from the CERACO Company, where a structural characterization was realized by XRD which revealed (*00l*) YBCO reflections and other phases such as Y_2BaCuO_5 and CuO. These results are confirmed using TEM images where epitaxial growth of YBCO grains and MgO substrate phases are showed. Using Scherrer´s formula we obtain the size grain estimation of 56 nm for the YBCO phase. The morphology analysis was realized by atomic force microscopy (AFM) which revealed and average roughness of 2.6951nm and a roughness RMS of 3.6824nm.

The temperature dependence of the magnetic moment in the superconducting state of the sample was measured under an external applied magnetic field of 500 Oe revealing the critical temperature value T_C = 88 K. Curie´s temperature θ_c= 35.77 y 71.47 K is calculated from m(T) measurements in the normal state of the sample showing two ferromagnetic regions. From the magnetization versus temperature measurements $M(T)$ in T= 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K were calculated the critical fields values H_{C1}, $H_{C2,}$ H_P and H_{irr} and therefore obtained the vortex matter diagram for the sample. Using the bean ´model, Critical current density curves J_C were obtained and peak effect was observed.

The study of the vortex dynamics was performed from the $J(H)$ in log-log scale, was observed 4 vortex behavior regions. Pinning force F_P and normalized force pinning were estimated and the pinning force was expressed. Finally, Magnetic relaxation was measured in field cooling mode at T=10, 30, 40 y 60 K using the vortex glass model. The glassy exponent and characteristic energy were estimated using the Maley method. $E(J)$ characteristic curves were expressed from the magnetic relaxation and B(t) from Hysteresis showing a power-law. Magnetic relaxation measurements in normal state showed the ferromagnetic response.

Out-of-plane analysis was performed by Rocking curves measurements around (005) YBCO reflection where FWHM = 0.81° is the average angle deviation. The fraction of c-axis orientation equal to 0.98 was calculated. Finally, DC susceptibility measurements was obtained under external applied fields of 50, 100, 500, 1000, 5000 and 10000 Oe both longitudinal and transversal form, shows an anisotropy magnetic response product of the epitaxial growth. $M(H)$ loops with H_{ext} along sample was measured at T = 10 and 30 K and therefore $J(H)$ and vortex matter diagram were estimated. Finally, a comparison between the upper critical fields B_{C2} with H_{ext} measured along the sample and c-axis it allows calculate the γ anisotropy factor.

Contenido

1. Introducción 7

2. Fundamento teórico 8

2.1 Descubrimiento de los superconductores 8

2.2 Características de los superconductores 8

2.3 Clasificación de los superconductores 10

2.4 Vórtices 10

2.5 Anclaje y línea de irreversibilidad 11

2.6 Relajación magnética 12

2.6.1 Modelo Anderson-Kim o flux-creep 12

2.6.2 Modelo de flux-creep gigante 13

2.6.3 Barrera logarítmica de Zeldov 14

2.6.4 Dependencia potencial directa e inversa 14

3. El superconductor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 16

3.1 Propiedades cristalográficas 16

3.2 Estructura tipo Perovskita 17

3.3 Factor de anisotropía 17

4. Muestra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre el sustrato MgO 18

5. Caracterización estructural y morfológica 19

5.1 Análisis por Difracción de rayos-X 19

5.2 Análisis por Microscopía Óptica 21

5.3 Análisis por Microscopía de fuerza atómica AFM 23

5.4 Análisis por Microscopía electrónica de transmisión TEM 26

6. Caracterización magnética 28

6.1 Susceptibilidad magnética 28

6.2 Medidas de Magnetización en función del campo aplicado 32

6.3 Diagrama de fase magnético 35

6.4 Densidad de Corriente J_C 40

6.5 Efecto pico 43

6.6 Dinámica de Vórtices 45

6.7 Fuerza de Fijación F_P 49

6.8 Relajación magnética 53

6.9 Energía de activación $U(J)$ 55

6.10 Curvas características $E(J)$ 59

7. Textura fuera-del-plano y anisotropía magnética 63

7.1 Índice de textura 63

7.2 Mediciones ω-scan o Rocking Curves 63

7.3 Medidas de susceptibilidad magnética 64

7.4 Medidas de Magnetización ($H_{ext} \parallel ab$) 68

7.5 Factor de Anisotropía 69

7.6 Diagrama de fase magnético ($H_{ext} \parallel ab$ y $H_{ext} \parallel c$) 72

7.7 Densidad de corriente J_c ($H_{ext} \parallel ab$) 74

7.8 Dinámica de vórtices ($H_{ext} \parallel ab$) 75

7.9 Relajación magnética ($H_{ext} \parallel ab$) 77

8 Conclusiones 79

9 Bibliografía 80

Anexo I: Especificaciones de la muestra $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ sobre MgO 84

Anexo II: El trabajo fue presentado en los siguientes eventos 86

Anexo III: Publicaciones del autor 87

1. Introducción

Desde el descubrimiento de la superconductividad en 1911 por Heike Kamerlingh Onnes [1,2] ha sido el sueño de científicos e ingenieros usar los materiales superconductores para crear generadores, transformadores, motores, cables y circuitos eléctricos sin pérdidas de energía. Por más de 75 años solo quedaron como un sueño lejos de cualquier aplicación comercial debido a que el fenómeno de la superconductividad solo se presentaba a muy bajas temperaturas. Esto cambió en 1986 con el descubrimiento de los materiales superconductores de alta temperatura crítica, concretamente con el sistema La-Ba-Cu-O a una relativa alta temperatura de 35K. Posteriormente, con el $YBa_2Cu_3O_7$, se revivió el sueño de posibles aplicaciones de este fenómeno. Un gran desafío para la comercialización de superconductores de alta temperatura crítica es la reducción de los costos de fabricación de éstos, sin disminuir su rendimiento y propiedades requeridas para aplicaciones reales.

El superconductor $YBa_2Cu_3O_7$, también llamado YBCO o Y123 tiene una temperatura de transición superconductora de aproximadamente 93 K, dependiendo del nivel de dopaje de oxígeno. Además presenta una fuerte anisotropía magnética y dependiendo de la forma de preparación de la muestra (polvo, capa gruesa o delgada, monocristal, textura uniaxial o biaxial, etc.) puede llegar a transportar densidades de corriente del orden de MA/cm^2.

Parte de esta euforia por los materiales superconductores y sus posibles aplicaciones fue disminuyendo conforme se descubrió que ésta decae con el tiempo, llamándose a este fenómeno Relajación Magnética. En los últimos años se ha intensificado el estudio de este fenómeno a fin de obtener materiales superconductores que puedan ser aplicados en tareas de tiempo prolongado. Anderson, Kim, Yeshurun y Malozemoff realizaron trabajos pioneros en el tema de la relajación magnética, explicando este fenómeno en términos de movimiento de vórtices; explicando además el fenómeno del arrastre gigante de vórtices presente en superconductores de alta temperatura crítica.

El presente trabajo debe ser considerado como una continuación de la síntesis y caracterización de capas YBCO realizadas anteriormente mediante ruta química [3], sirviendo como comparación de los diferentes resultados y parámetros relacionados con el fenómeno de la superconductividad. Este trabajo hace especial énfasis en el estudio de la dinámica de vórtices ya que, como se mencionó antes, este es un aspecto fundamental para definir posibles aplicaciones del mismo.

2. Fundamento Teórico

2.1. Descubrimiento de los superconductores

En 1911, Heike Kamerlingh Onnes observó la desaparición de la resistencia en Mercurio Hg cuando la temperatura fue reducida a 4K [2]. Este comportamiento de conducción eléctrica fue denominado "Superconductividad". En 1933 Walter Meissner y Robert Ochsenfeld encontraron el Efecto Meissner - Ochsenfeld (o más comúnmente efecto Meissner) y es el responsable de las propiedades de levitación presentes en los materiales superconductores. L.D. Landau y V.L. Ginzburg en 1950 desarrollaron la Teoría de Ginzburg-Landau, con la que se puede deducir la energía libre de un sistema superconductor y sus propiedades magnéticas observadas y medidas en el laboratorio, además de definir el parámetro κ que lleva su nombre, la cual da una explicación a la diferencia entre los superconductores tipo I y II.

J. Bardeen, L.N. Cooper y T.R. Schrieffer postularon la "Teoría BCS" en 1957, la cual explica los fenómenos microscópicos observados experimentalmente y reportados anteriormente [4]. Esta teoría gira en torno a la presencia de los llamados pares de Cooper, los cuales son los portadores de carga de la corriente superconductora, y se encuentran compuestos por dos electrones ligados por la interacción de un fonón.

En 2008 se descubrieron los superconductores a base de Fe conocidos como Iron pnictides, los cuales son una nueva clase de superconductores de alta temperatura comparables a la familia de los cupratos, al cual pertenece el YBCO.

2.2. Características de los superconductores

La figura 2.1 muestra la repulsión total de las líneas de flujo del campo magnético externo, el cual es aplicado al material cuando se encuentra en su estado superconductor, como se observa en la parte izquierda y comparada cuando se encuentra en su estado normal, observado a la derecha de la misma gráfica. Se debe aclarar que sí existe una cierta longitud de penetración llamada penetración de London (λ) en el material.

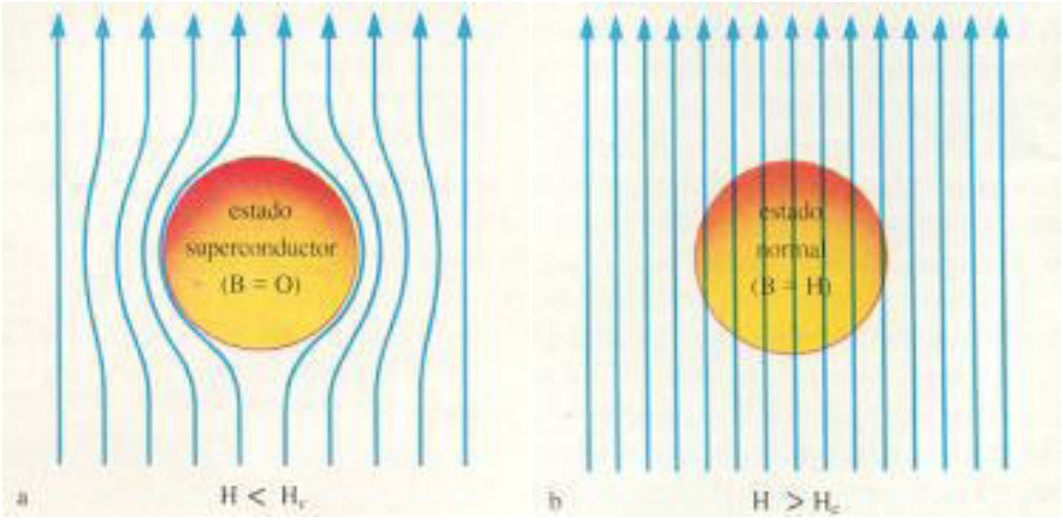


Figura 2.1 El efecto Meissner en un superconductor.

La ecuación 2.1 muestra la relación entre el valor del campo crítico y la temperatura a la cual está sometida el material en cuestión.

$$Hc \sim Hc(0)[1 - (T - Tc)^2] \tag{2.1}$$

Por su parte la figura 2.2 muestra un diagrama de fase magnético típico para un superconductor del tipo I, donde la superconductividad que exhibe el material está limitado por la superficie, y para parámetros mayores a estos, es decir fuera de dicha superficie, el material exhibiría un estado no superconductor o normal.

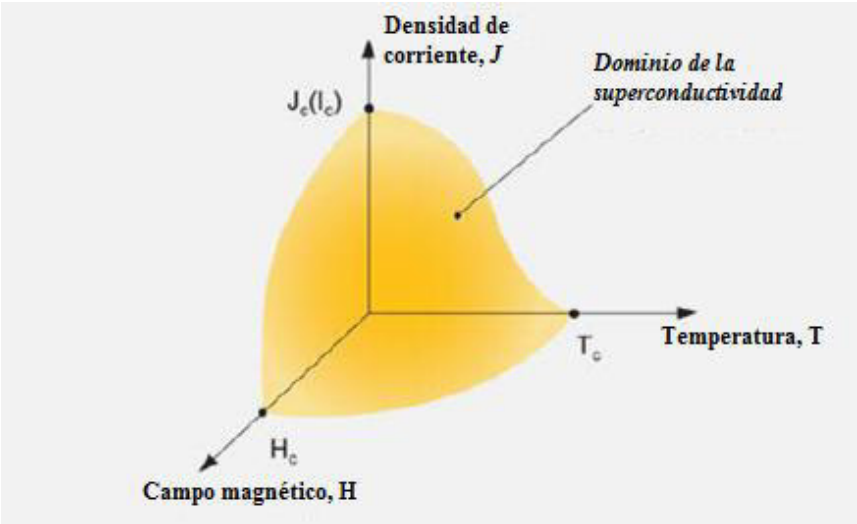


Figura 2.2 Diagrama del Estado Superconductor

2.3. Clasificación de los superconductores

Superconductores Tipo I:

Posee un único campo magnético crítico y exhibe el efecto Meissner mientras se encuentre en el estado superconductor, como se muestra en la figura 2.2.

Superconductores Tipo II:

Presenta dos campos magnéticos críticos, donde bajo el primero de ellos se exhibe el efecto Meissner, comportándose el material así como un superconductor tipo I, mientras que entre ambos campos existe un estado mixto, perdiéndose la superconductividad en valores mayor al segundo campo crítico. El diagrama de fase magnético de este tipo de superconductores se muestra en la figura 2.3.

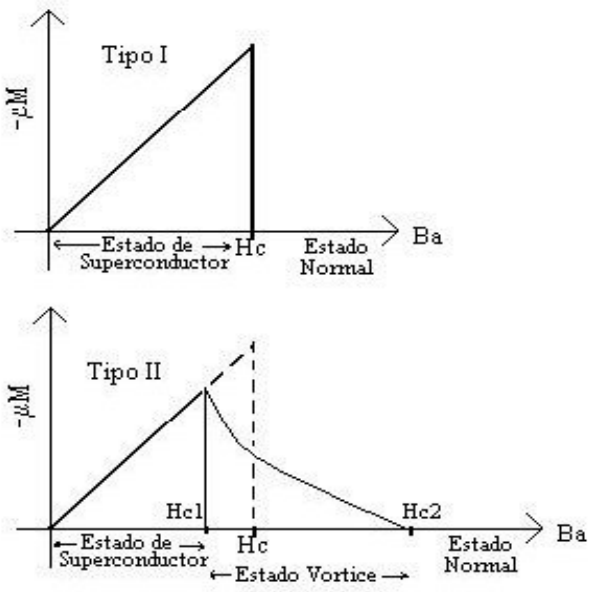


Figura 2.3 Superconductores Tipo I y II.

2.4 Vórtices

Estos superconductores tipo II presentan magnetización irreversible, como se observa en la figura 2.4 derecha, comparada con el comportamiento de superconductores tipo I. Además, entre los campos críticos inferior y superior se encuentra el estado mixto o fase Shubnikov, dentro del cual el superconductor no presenta efecto Meissner y las líneas de campo magnético comienzan a penetrar el material de forma cuantizada a través de vórtices superconductores dentro de los cuales el material está en estado normal.

En estos vórtices superconductores, el campos extiende hasta una distancia λ del centro del vórtice, y el parámetro de orden se encuentra deprimido hasta una distancia ξ del mismo, en la zona conocida como núcleo del vórtice, Rodeándolo se extienden supercorrientes que confinan el campo en el interior del vórtice, apantallándolo en el resto del superconductor.

Al aumentar el campo, el número de vórtices se incrementa. Si dos vórtices se acercan a una distancia menor que λ, sus campos magnéticos comenzarán a sopalar, elevándose la energía magnética y generando un potencial de repulsión. Cuando múltiples vórtices atraviesan la muestra, la distribución de mínima energía será la que les permita estar lo más separados posible. Abrikosov resolvió este problema en 1957 a partir de las ecuaciones de Ginzburg-Landau, obteniendo que la red triangular es la configuración de mínima energía, siendo conocida como red de Abrikosov. Finalmente, cuando la densidad de vórtices sea tan alta que los núcleos se comiencen a solapar, todo el material se encontrara en estado normal y el fenómeno de la superconductividad se perderá. Todo esto ocurre para el campo crítico superior.

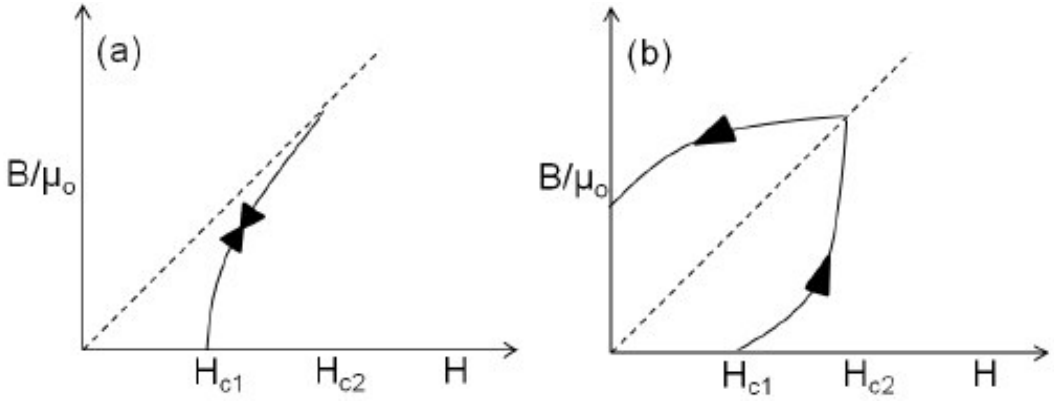


Figura 2.4 Bosquejo de curvas de magnetización [5].

2.5. Línea de Irreversibilidad

La figura 2.5 muestra un bosquejo del diagrama de fase magnético, se aprecia la línea de irreversibilidad la cual separa el estado mixto previamente explicado, siendo esta línea de transformación de fase de primer orden. Esta línea además supone el límite para el transporte real de corriente a través del material superconductor, siendo que a valores de B o T que supongan pasar de esta línea el material aun se encuentra en estado superconductor pero cualquier corriente que se intente transportar hará que el fenómeno de la superconductividad se pierda. Por tanto en términos de aplicabilidad esta línea de irreversibilidad es de suma importancia.

Otro aspecto importante al hablar de aplicaciones de un material superconductor determinado es la densidad de corriente máxima que este puede transportar sin pérdidas de energía. A este valor se le conoce como densidad de corriente crítica y es el límite del transporte efectivo de corriente a través del material.

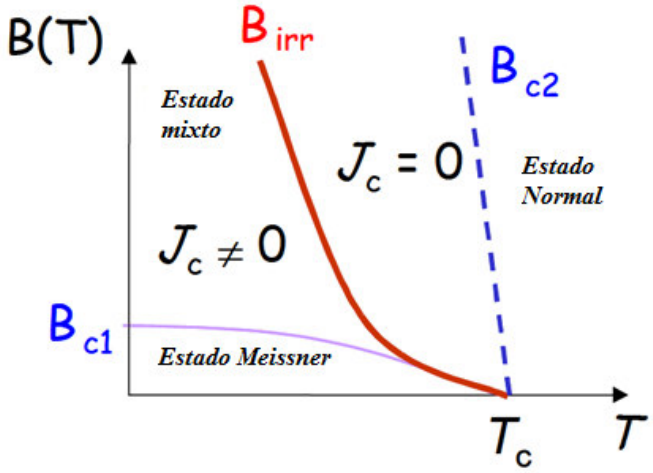


Figura 2.5 Comportamiento de un superconductor Tipo II [6].

2.6. Relajación Magnética

Una configuración de vórtices fuera del equilibrio lleva a una redistribución de las corrientes en el superconductor lo que a su vez produce un cambio en el momento magnético con el tiempo. Esta variación es conocida como relajación magnética, donde los vórtices sufren un movimiento espontáneo de sus sitios de fijación. Las impurezas y defectos en la estructura de la muestra actúan como centros o sitios de fijación o anclaje. El movimiento de las líneas de flujo de sus sitios de fijación es producido por una activación térmica, tunelamiento cuántico o por activación externa debido a vibraciones mecánicas [7].

2.6.1 Modelo Anderson-Kim o *flux-creep*

El concepto de activación térmica como solución al movimiento de vórtices de los sitios de fijación fue inicialmente sugerido por Anderson para explicar los datos obtenidos por Kim: relajación de corrientes en tubos de NbZr. De acuerdo a la relación de Arrhenius, un tiempo de salto *t* es dado en términos de la altura del potencial de energía U, la constante de Boltzmann *k* y la temperatura absoluta T:

$$t = t_0 \exp\left(\frac{U}{kT}\right) \tag{2.2}$$

Los saltos son producidos también por la Fuerza de Lorentz, además U debe decrecer conforme J aumenta. Para el modelo de Anderson-Kim se asume una dependencia lineal entre U y J:

$$U = U_0\left[1 - \frac{J}{J_{C0}}\right] \tag{2.3}$$

Donde U_o es la altura de la barrera en ausencia de la Fuerza de Lorentz y J_{C0} corresponde a la densidad de corriente crítica en ausencia de activación térmica. Combinando las ecuaciones (2.2) y (2.3) obtenemos la relación clásica del modelo de arrastre de flujo de Anderson-Kim:

$$J = J_0 \left[1 - \frac{kT}{U_0} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right)\right] \tag{2.4}$$

Debido a que la magnetización es proporcional a *J* (relacionados mediante el modelo de Bean), podemos esperar un decaimiento de dicha magnetización *M* en el tiempo, como es efectivamente observado experimentalmente para una ventana temporal de valores menores a 10^4 segundos [8].

Se puede definir también la tasa normalizada de relajación magnética [9] a fin de eliminar de los cálculos los parámetros J_0, U_0 y t_0:

$$S \equiv \frac{1}{M_{irr}} \frac{dM_{irr}}{dlnt} = \frac{dlnM_{irr}}{dlnt} = -\frac{kT}{U_0 - KTln(\frac{t}{t_0})} \tag{2.5}$$

Notar que la Fuerza de Lorentz inclina la distribución de barreras de energía *U* como se observa en la figura 2.6.

2.6.2 Modelo de *flux creep* gigante

El modelo Anderson-Kim o de relación lineal *U*(*J*) fue aplicado por Yeshurun y Malozemoff en monocristales de YBCO [10], presentado el decaimiento logarítmico del momento magnético respecto al tiempo descrito en la ecuación 2.4. Se obtuvieron valores de energía de anclaje o pinning U_0 mucho menores que lo hallados en HTS hasta ese momento, por lo que la probabilidad de relajación y movimiento de los vórtices de sus sitios de anclaje resulta mayor. Debido a esto la tasa de relajación es mucho mayor a la convencional en superconductores de alta temperatura por lo que se le denominó a este fenómeno desplazamiento gigante de flujo.

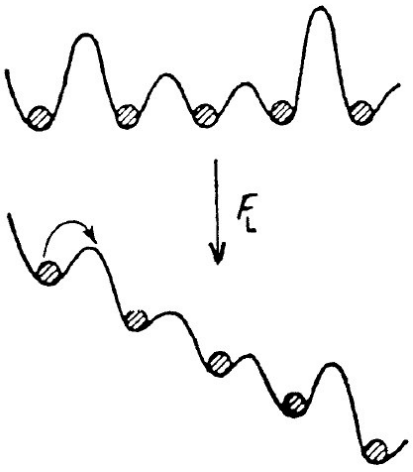


Figura 2.6 Representación de las barreras de energía en el modelo "*flux creep*". [7].

2.6.3 Barrera logarítmica de Zeldov

El modelo Anderson-Kim parte de la suposición de una relación $U(J)$ lineal; sin embargo, Zeldov et al [11] propuso una dependencia logarítmica del tipo:

$$U(J) = U_0 \ln\left(\frac{J_{C0}}{J}\right) \tag{2.6}$$

Con la función potencial inversa de $J(t)$:

$$J = J_{C0}(t/t_0)^{-KT/U_0} \tag{2.7}$$

2.6.4 Dependencia potencial directa e inversa

Estas dos dependencias parten de la dependencia no lineal $U(J)$ [12]:

$$U_J = \frac{U_0}{\mu}\left[\left(\frac{J_{C0}}{J}\right)^{\mu} - 1\right] \tag{2.8}$$

Aunque dependiendo de la literatura encontrada, dicha relación tiene la ligera variación [13]:

$$U_J = U_0\left[\left(\frac{J_{C0}}{J}\right)^{\mu} - 1\right] \tag{2.9}$$

Las dos teorías o modelos que comparten esta dependencia son la de "*Vortex glass*" o vidrio de vórtices, propuesto por Muller, Takashige y Bednorz y la teoría FGVL, propuesto por Feigel`man, Geshkenbein, Larkin y Vinokur [14], donde para la primera teoría se propone que μ sea un exponente universal menor que 1, mientras que para el modelo FGVL μ toma valores que cambian de 1/7 a 3/2 y a 7/9 dependiendo de la región de temperatura que se analice. De esto se tiene que la ley temporal de la densidad de corriente (y por tanto de la magnetización irreversible M_{irr}) será:

$$J(t) = \frac{J_{C0}}{\left[1 + \left(\frac{\mu KT}{U_0}\right)\ln\left(\frac{t}{t_0}\right)\right]^{\frac{1}{\mu}}} \tag{2.10}$$

Esta es la llamada formula de interpolación ya que interpola o enlaza entre un decaimiento logarítmico descrito en el modelo de Anderson- Kim a bajas temperaturas y un decaimiento no logarítmico en la región de altas temperaturas. De aquí se tiene la tasa de relajación normalizada:

$$S = \frac{KT}{U_0 + \mu KT ln(\frac{t}{t_0})} \tag{2.11}$$

Donde para temperaturas altas, es decir cuando se cumple $KT \gg U_0$ la tasa de relajación se reduce a:

$$S = \frac{1}{\mu \ln\left(\frac{t}{t_0}\right)} \tag{2.12}$$

3 El superconductor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

3.1. Propiedades cristalográficas

La figura 3.1 presenta el ordenamiento de los átomos de itrio, bario, cobre y oxígeno en la estructura cristalina del superconductor YBCO, donde las vacancias en los sitios de oxígeno permiten la obtención de cadenas de cobre Cu-O como se observa. El superconductor YBCO puede tomar la estructura tetragonal u ortorrómbica dependiendo de los sitios y vacancias del oxígeno, siendo superconductor únicamente en la fase Ortorrómbica como se aprecia en la figura 3.2 y 3.3.

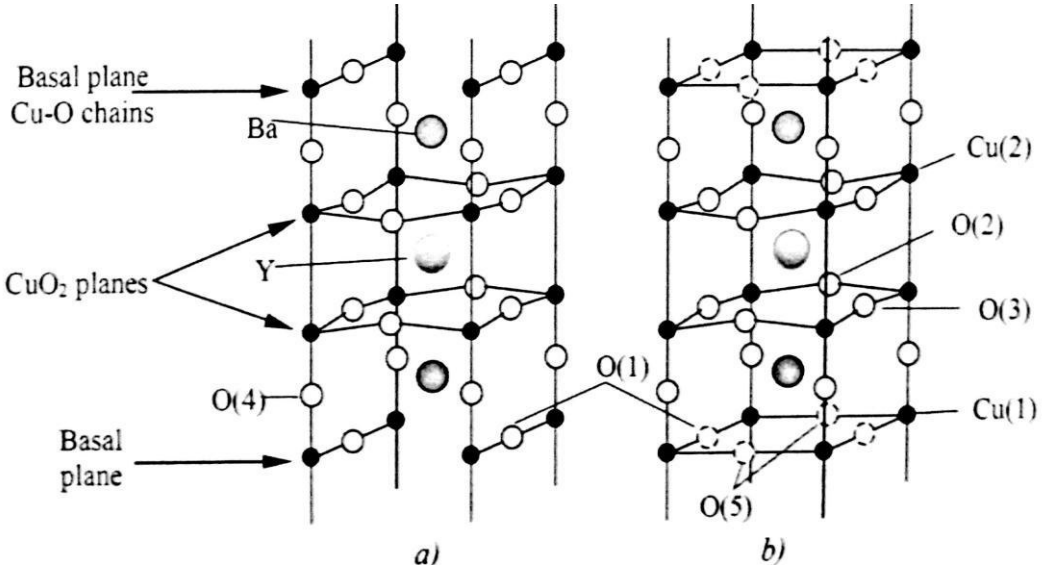


Figura 3.1 Estructura cristalina para el superconductor YBCO.

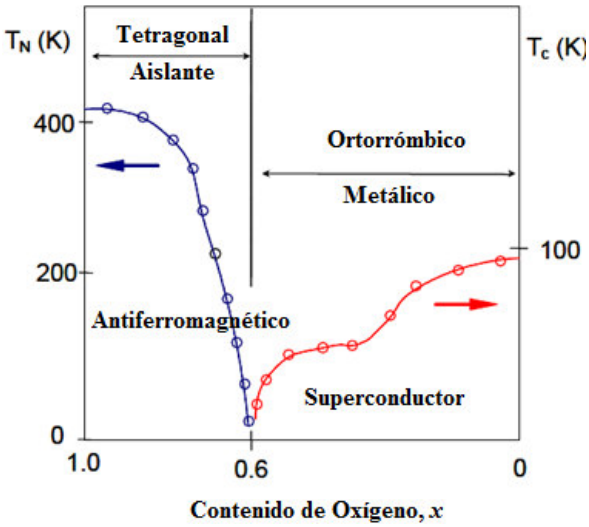


Figura 3.2 Dependencia de T_N y T_C respecto al contenido de oxígeno "x".

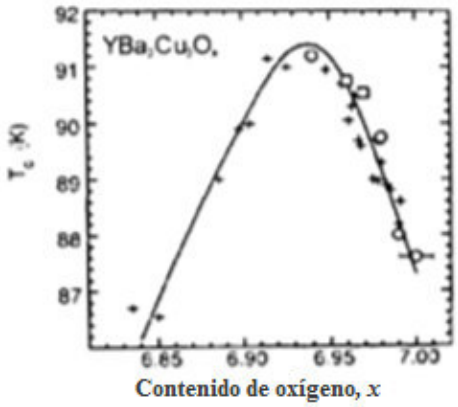


Figura 3.3 Dependencia de T_C respecto al contenido de oxígeno "x". Imagen tomada de [6].

3.2. Estructura tipo Perovskita

La estructura del $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ se obtiene de la estructura conocida con el nombre de *"perovskita"*, llamada así por el mineral $CaTiO_3$. Una estructura tipo Perovskita general es mostrada en la figura 3.4 izquierda al igual que el mineral Perovskita es mostrado al lado derecho de la figura. Para nuestro caso las posiciones de B son ocupadas por Cu y las posiciones de A son ocupadas por Ba a los extremos de la estructura e Y para el centro del mismo.

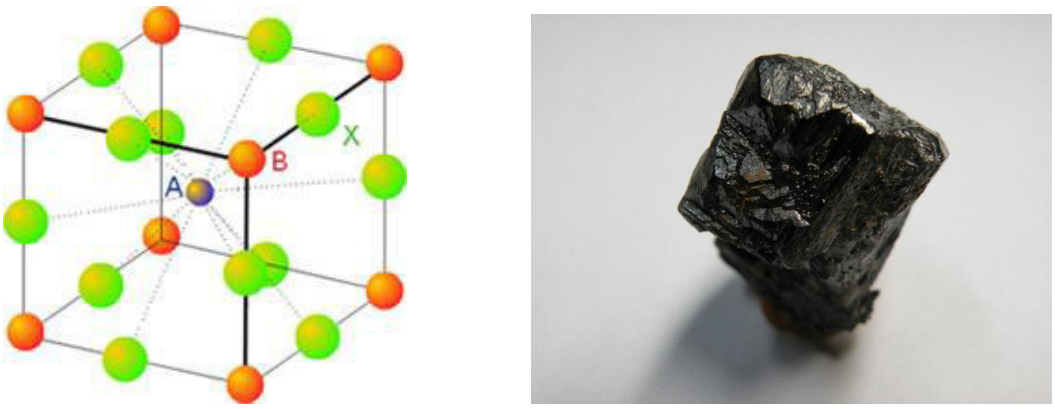


Figura 3.4 La estructura Perovskita (izquierda) y mineral Perovskita (derecha).

3.3. Factor de Anisotropía

Es conocido que el superconductor YBCO muestra o exhibe una anisotropía magnética y de propiedades superconductoras, siendo este fenómeno cuantificado mediante el factor de anisotropía, representado por la letra griega γ, el cual es independiente de la temperatura.

4 Muestra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre MgO

La muestra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre un sustrato monocristalino (100) de Óxido de Magnesio MgO que se estudiará en la presente tesis fue adquirida el año 2015 de la empresa alemana CERACO (www.ceraco.de). Esta empresa se especializa en la fabricación de muestras superconductoras de la familia de cupratos $(RE)Ba_2Cu_3O_7$ (donde RE es alguna tierra rara) en forma de filme o en muestra bulk, habiendo para el caso de las películas distintos tipos, dependiendo de las aplicaciones posibles, como se muestra en el Anexo I. Los sustratos empleados por la compañía son todos monocristalinos con estructura tipo Perovskita, garantizando un máximo encaje en la estructura sustrato-YBCO (plano ab), como ya se concluyó en el trabajo anterior [3].

En nuestro caso particular, la muestra a estudiar fue realizada con la técnica de fabricación física de Sputtering, siendo catalogada como CERACO E-Type y se aprecia en la figura 4.1, diferenciándose del catalogo restante por su morfología superficial suave como se estudiará en el capítulo 5 con la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Las aplicaciones sugeridas por la empresa para la presente muestra son, entre otras: Electrónica a bajas temperaturas, multicapas y estructuras a nivel micrométrico. Las especificaciones de la muestra E-Type dadas por el fabricante se aprecian a detalle en el Anexo I. Finalmente mencionar que la película adquirida posee un área de 5 x 5 mm, la cual será importante para los cálculos posteriores de magnetización.

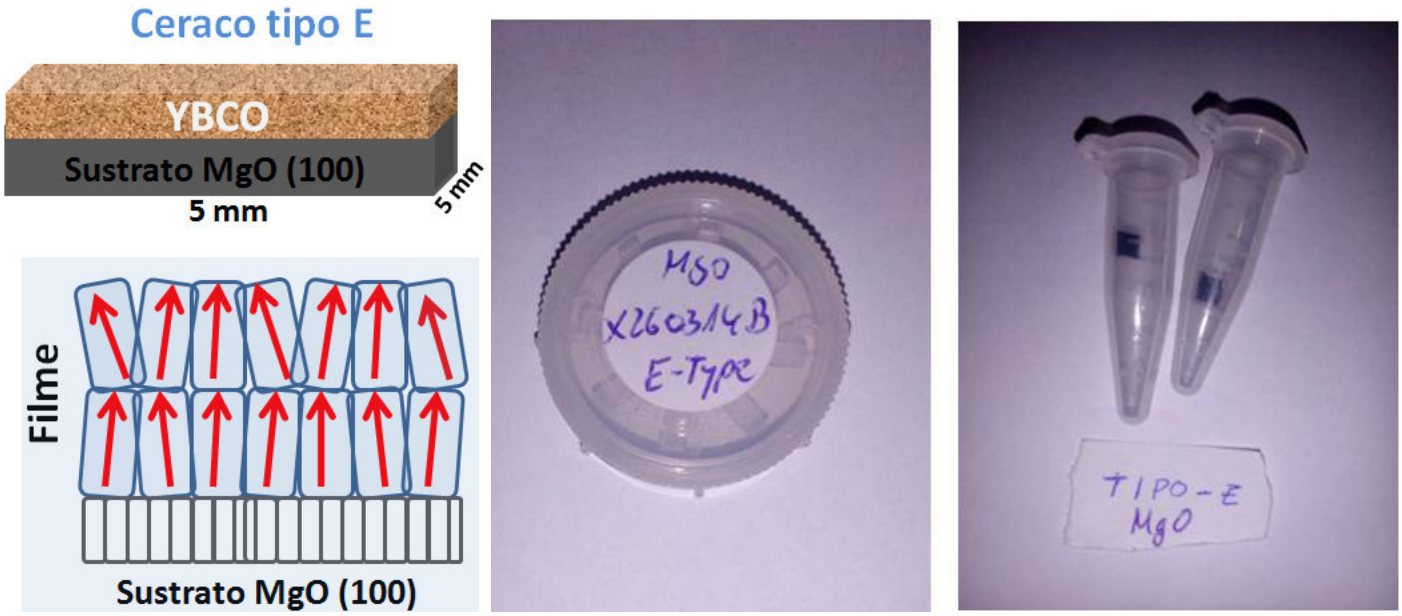


Figura 4.1 Muestra YBCO tipo – E sobre sustrato monocristalino de MgO.

5 Caracterización Estructural y Morfológica

5.1 Análisis por Difracción de rayos-X

Se usó el difractómetro *Bruker AXS Modelo D8 FOCUS* (figura 5.1) para un primer estudio de la cristalización y obtención las fases presentes, en geometría Θ-2Θ con un paso de 0,01° (ΔΘ) y tiempo de paso 3 segundos en el intervalo 8°-80° (2Θ).



Figura 5.1 Difractómetro Bruker *AXS Modelo D8 FOCUS*

El patrón DRX perteneciente al sustrato monocristalino de MgO, también adquirido a la empresa CERACO, es mostrado en la figura 5.2. Se aprecian dos reflexiones fuertemente intensas y angularmente cercanas entre sí, ubicadas en 42.60° y 42.98°.

La figura 5.3(a) muestra el patrón de Difracción de Rayos-X de la muestra superconductora de YBCO sobre el sustrato monocristalino MgO. Se aprecian los picos (*002*), (*003*), (*004*), (*005*), (*006*), (*007*) y (*008*) correspondientes a la fase superconductora de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, lo cual denota un crecimiento ordenado a lo largo de la dirección (*00l*) o eje de crecimiento *c*. Debido a la relativa alta intensidad de los picos pertenecientes al sustrato MgO, estudiaremos más a detalle las fases presentes en la muestra a través del patrón DRX con intensidad en escala logarítmica como se observa en la figura 5.3(b). Aquí se puede ver más a detalle la presencia de la fase secundaria Y_2BaCuO_5 (Y211, PDF 78-1719 [15,16]), también llamada fase verde, con reflexiones en 34.45°; 35.49° y 59.92°. Se detecta además la fase secundaria CuO con sus picos en posiciones angulares 65.91° y 72.64°. La presencia de estas fases quizá sea producto de inhomogeneidades en la estequiometria durante la

fabricación de la muestra [3]. La tabla 5.1 resume las fases encontradas así como las posiciones angulares, distancias interplanares e índices de Miller de sus respectivos picos.

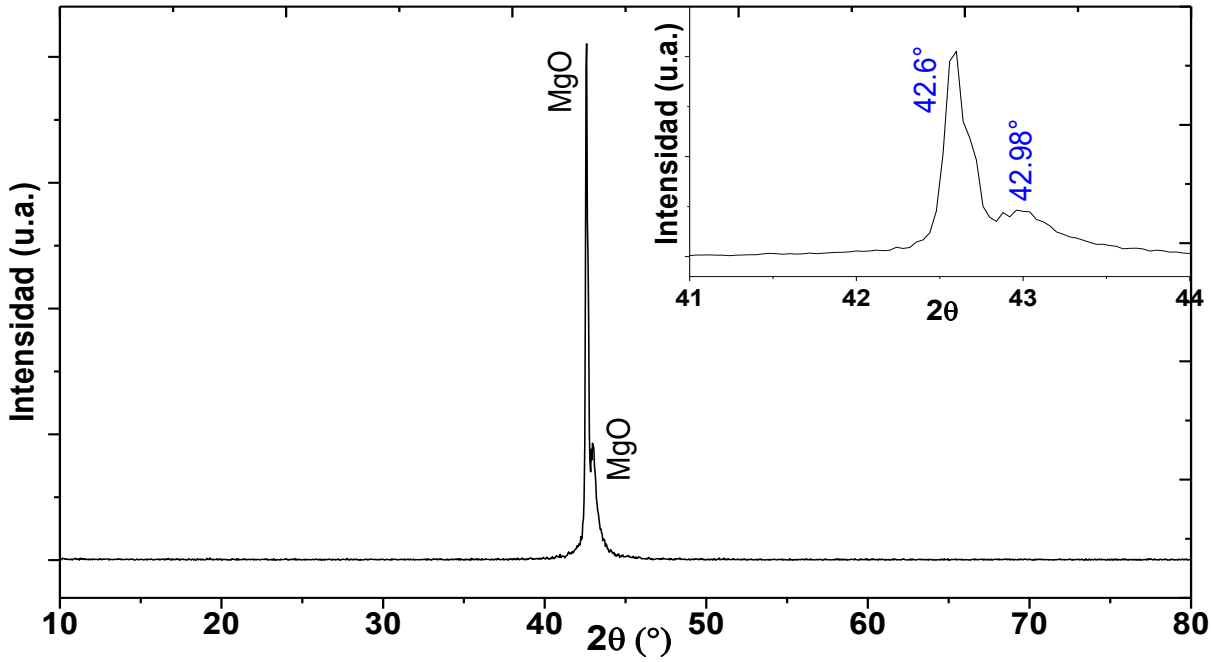


Figura 5.2 Patrón DRX para el sustrato monocristalino de MgO. Se aprecian las dos reflexiones características del mismo.

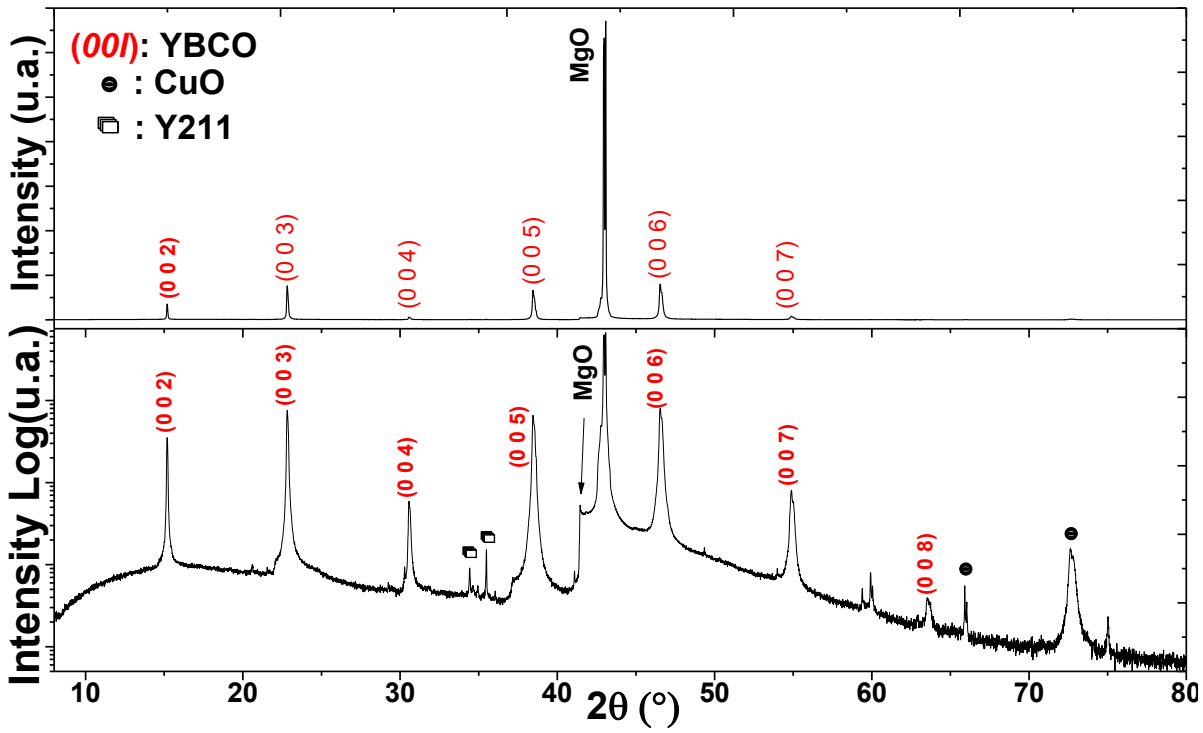


Figura 5.3 Difractograma DRX para la muestra YBCO/MgO en escala de Intensidad(a) en unidades arbitrarias (b) en escala logarítmica.

Obteniendo la posición angular ancho a media altura FWHM de la reflexión (*005*) de la fase de YBCO, estimaremos el diámetro de cristalitos promedio para esta fase superconductora, mediante la fórmula de Scherrer:

$$D = \frac{0.96\,\lambda}{\beta_{hkl}\cos(\theta)} \tag{5.1}$$

Donde θ = 19.52° para el pico (*005*) y la longitud de onda de rayos-X es λ = 1.5406 Å con radiación Cu Kα para el difractómetro empleado. Del cálculo se obtuvo un valor de 56 nm de diámetro medio de cristalito de YBCO, mientras que para la fase verde Y211 el diámetro medio de cristalito es aproximadamente 48 nm.

Fase	Índices de Miller	Posición angular (2θ)	Distancia interplanar (Å)
YBCO	(002)	15.46	5.8
	(003)	23.11	3.9
	(004)	30.79	2.9
	(103)	33.03	2.7
	(005)	38.91	2.3
	(006)	46.91	1.9
	(007)	55.39	1.6
	(008)	63.75	
CuO	(022)	65.92	1.42
	(311)	72.60	1.30
Y211	(121)	34.43	2.57
	(411)	35.74	2.51

Tabla 5.1 índices de Miller, posiciones angulares y distancias interplanares para las fases detectadas mediante DRX.

5.2 Análisis por Microscopía Óptica

El estudio cualitativo de la morfología superficial se realizó mediante imágenes obtenidas de un Microscopio óptico de la compañía NIKON modelo ME600L, donde se estudiaron las imágenes con aumentos de 5X, 10X, 20X, 50X y 100X, las cuales se muestran en la figura 5.4. Se aprecia que el filme es compacto y no formado por islas, como usualmente se observa al realizar una deposición química [3]. En la imagen con aumento 10X se aprecia un corte realizado en el filme, y a partir de aquí las siguientes imágenes fueron tomadas con la finalidad de inspeccionar esta área en concreto. De este corte, aun no es posible observar claramente la superficie del sustrato monocristalino MgO, siendo el tono oscuro observado en el corte posiblemente producto de una reflexión de la luz con un ángulo diferente al resto del área de estudio. Posiblemente no se observa la superficie del sustrato debido al grosor de la película, el cual será posteriormente estimado de las micrografías TEM.

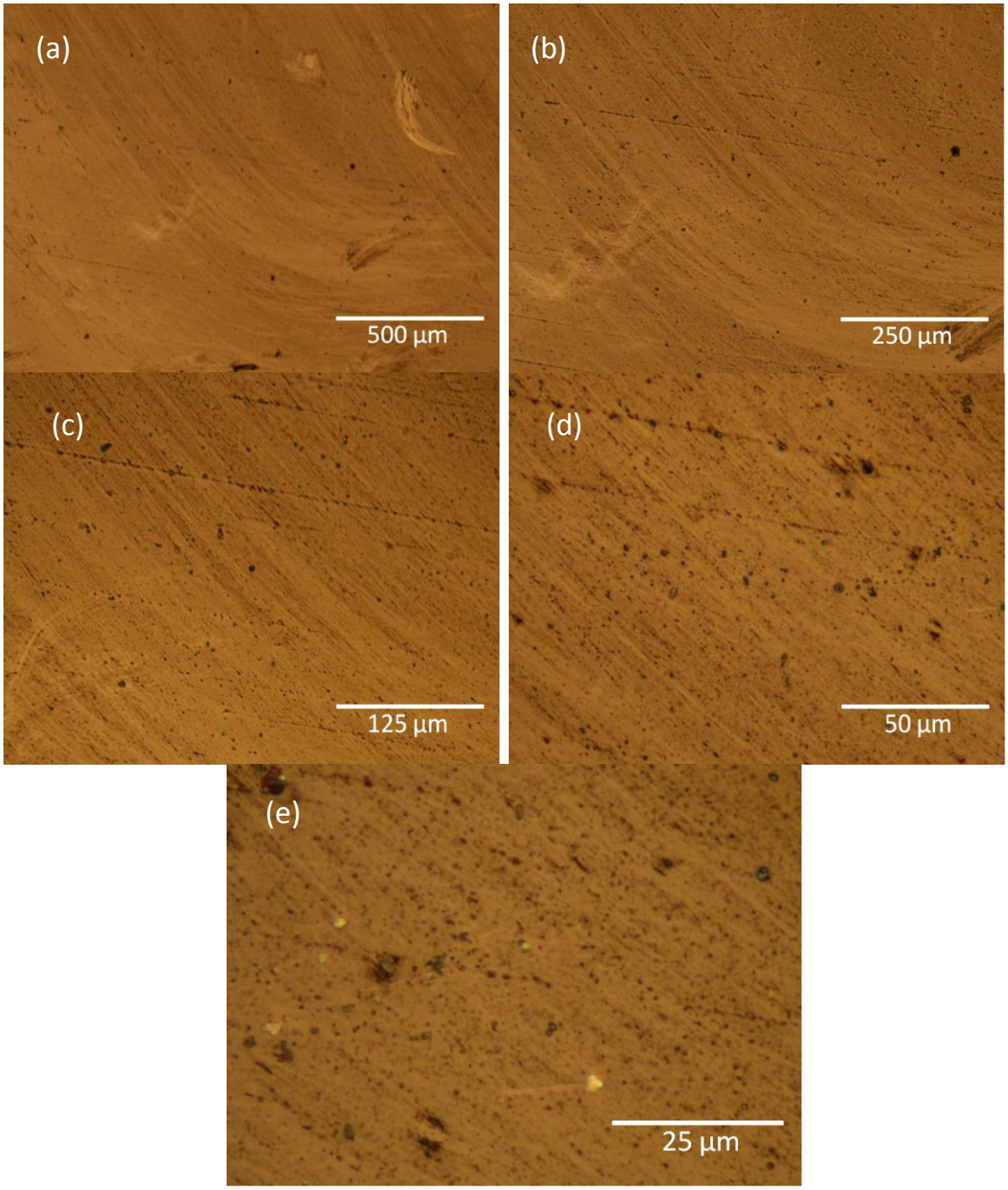


Figura 5.4 Imágenes ópticas con aumentos (a) 5X, (b) 10X, (c) 20X, (d) 50X y (e) 100X

5.3 Análisis por Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

Para las medidas de la topología superficial de la muestra, se empleó un microscopio Nanoscope Dimension 3100 de la compañía Digital Instruments. Las medidas se realizaron en modo tapping, empleando además el software WSxM 3.1 para el tratamiento de los datos obtenidos [17]. Se indican las ecuaciones representativas de la Rugosidad media (ecuación 5.2) y de la Rugosidad Media Cuadrática (RMS, ecuación 5.3).

$$R_a = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}|Z_i - \bar{Z}| \tag{5.2}$$

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}(Z_i - \bar{Z})^2} \tag{5.3}$$

En la figura 5.5 y 5.6 se observa la inspección de la morfología superficial de la película de YBCO en 2D y 3D respectivamente, medido a diferentes áreas, observándose para todas las áreas de medición una rugosidad más suave (del orden de nm) comparada con la rugosidad medida en muestras de YBCO fabricadas mediante Deposición de Solución Química, habiéndose obtenido para ese caso rugosidades del orden de µm [3]. Los resultados cuantitativos del análisis de imágenes AFM se resumen en la Tabla 5.2.

Áreas de medición	Rugosidad Media (R_a)	Rugosidad Media Cuadrática(RMS)	Distancia P-V
50 x 50µm	9.9363 nm	14.1522 nm	268.558 nm
20 x 20µm	6.3043 nm	11.6116 nm	149.961 nm
10 x 10µm	3.9837 nm	6.3034 nm	141.550 nm
5 x 5µm	4.416 nm	7.7495 nm	131.161 nm
2 x 2µm	2.8771 nm	4.3133 nm	38.5899 nm
1 x 1µm	2.9256 nm	4.4352 nm	42.3929 nm

Tabla 5.2 Valores experimentales R_a, RMS y P-V obtenidos por Microscopía de Fuerza Atómica en capas de YBCO sobre MgO mediante el software WSxM 3.1.

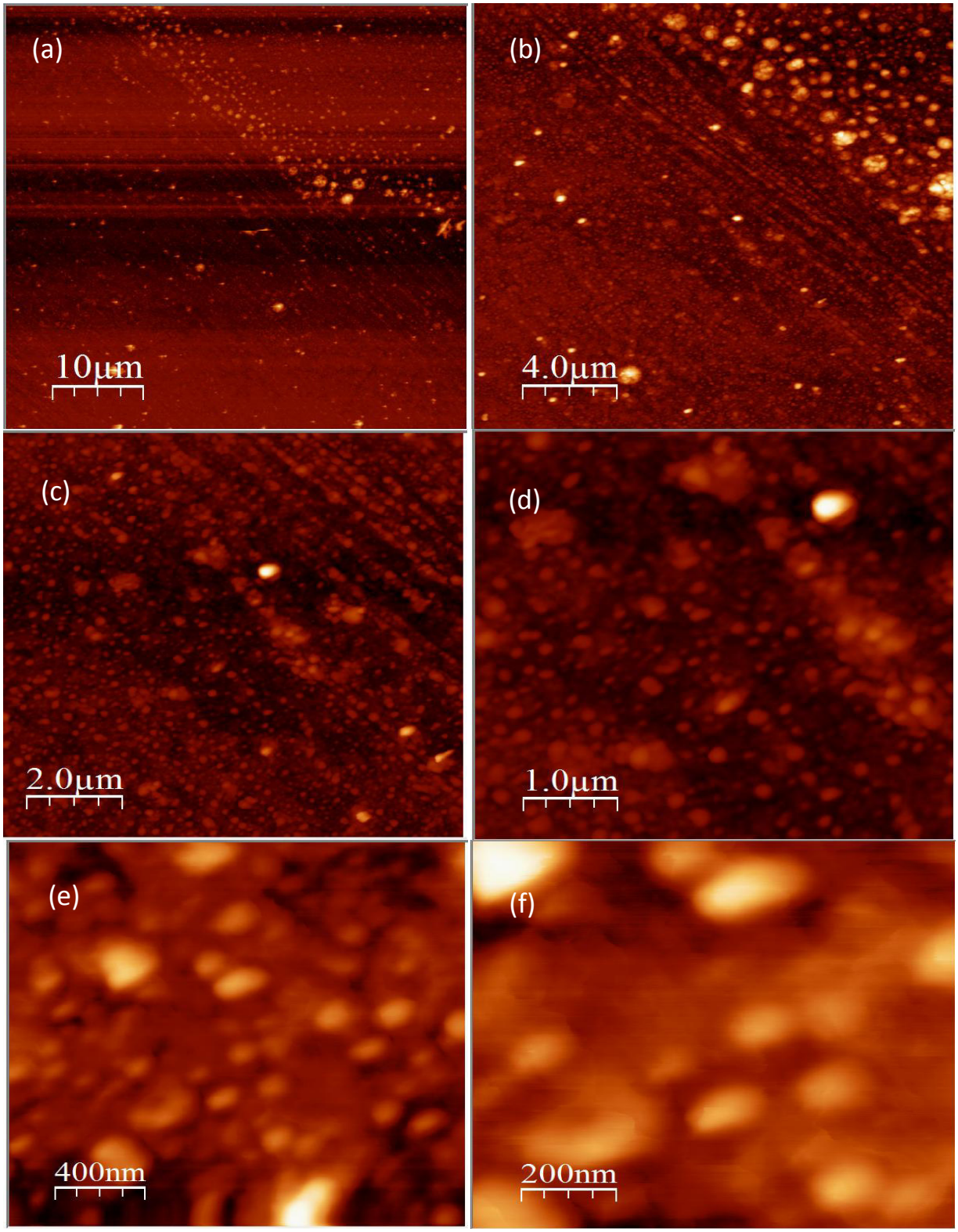


Figura 5.5 Vista 2D de la morfología superficial de la película de YBCO sobre MgO a diferentes áreas de medida: (a) 50 x50 µm; (b) 20 x 20 µm; (c) 10 x 10 µm; (d) 5 x5 µm; (e) 2 x2 µm y (f) 1 x1 µm.

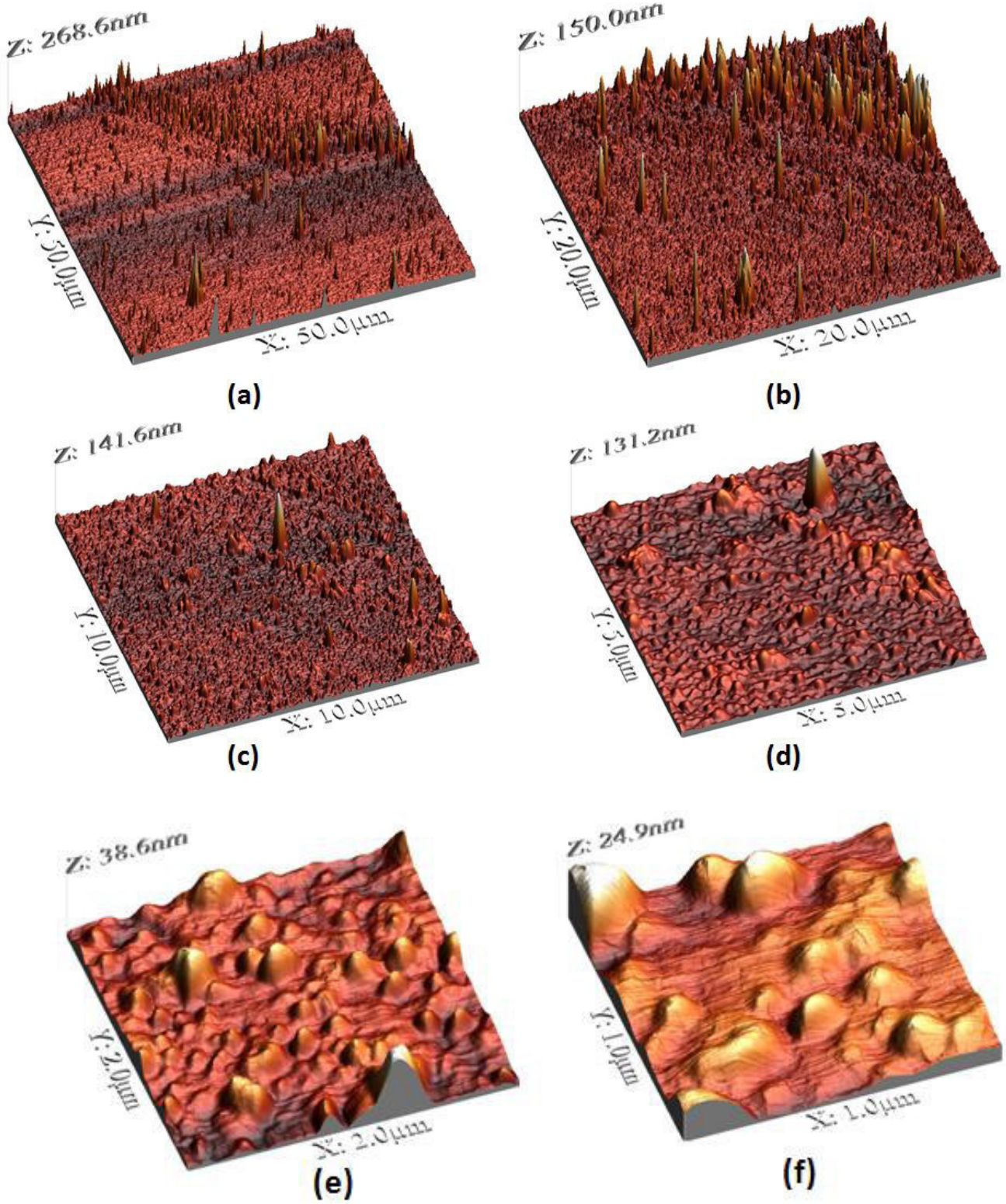
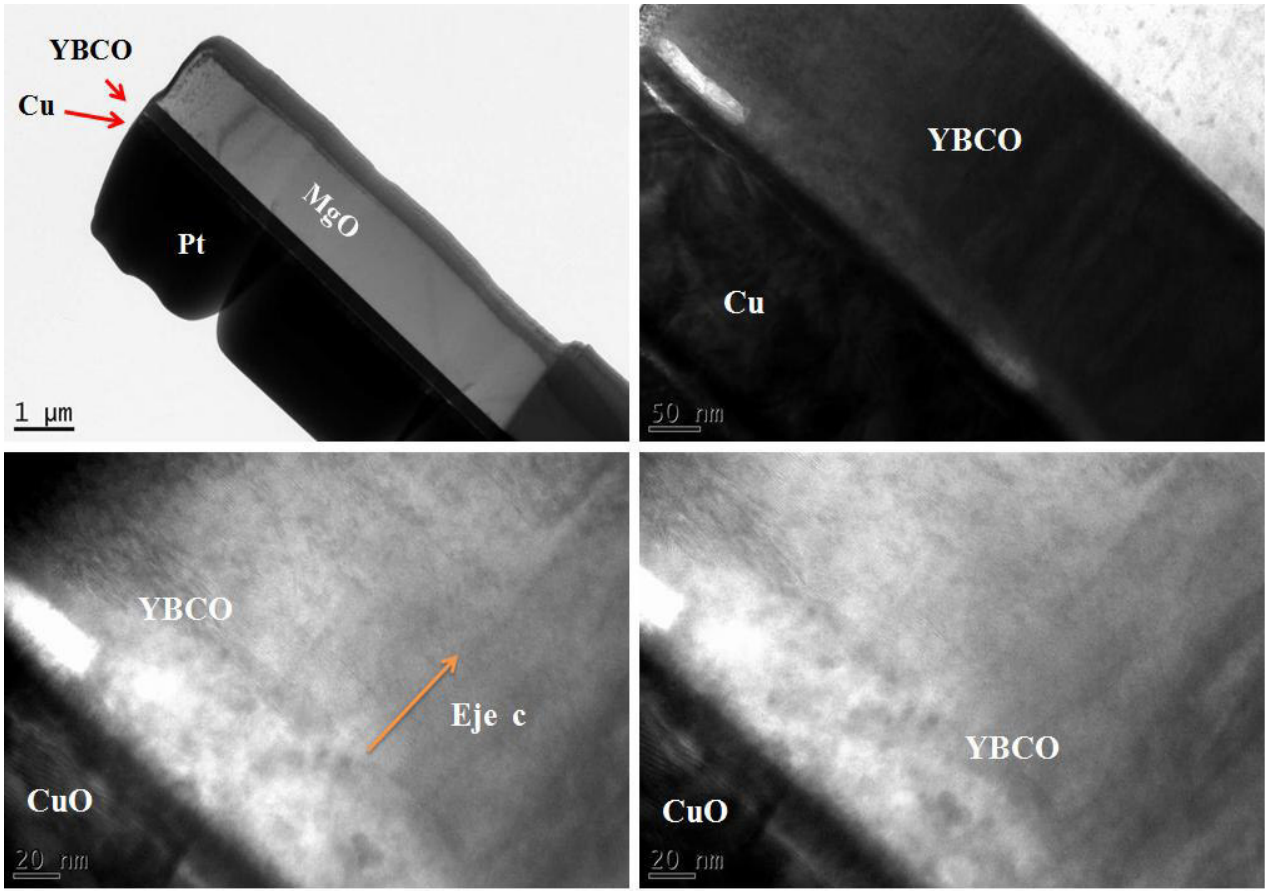


Figura 5.6 Vista 3D de la morfología superficial de la película de YBCO sobre MgO a diferentes áreas de medida: (a) 50 x50 µm; (b) 20 x 20 µm; (c) 10 x 10 µm; (d) 5 x5 µm; (e) 2 x2 µm y (f) 1 x1 µm.

5.4 Análisis por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

La inspección transversal por microscopía electrónica de transmisión (TEM) es mostrada en la figura 5.7. La superficie de la muestra fue previamente recubierta por capas protectoras de platino y cobre, (las cuales se aprecian en la primera micrografía), para posteriormente estudiar la sección transversal de la muestra mediante un microscopio Tecnai 20 (Philips) con un haz de 200 KeV generado por una fuente de Tungsteno.

Las capas protectoras de Pt y Cu, así como el sustrato MgO, se observan claramente en las micrografías en escala 1 μm y 50 nm. Las posteriores micrografías con escala de 20 nm, cada una, muestran la interfase capa-sustrato o YBCO-MgO. Posteriores micrografías amplían la sección transversal del filme, observándose un crecimiento ordenado en el eje-c; donde además se pueden identificar las distancias interplanares pertenecientes a las reflexiones (004) y (005) de la fase superconductora YBCO también detectadas mediante DRX y que se encuentran en la tabla 5.1. Finalmente, las micrografías con escala a 10 y 5 nm muestran la interfase capa-sustrato representada como líneas cortadas.



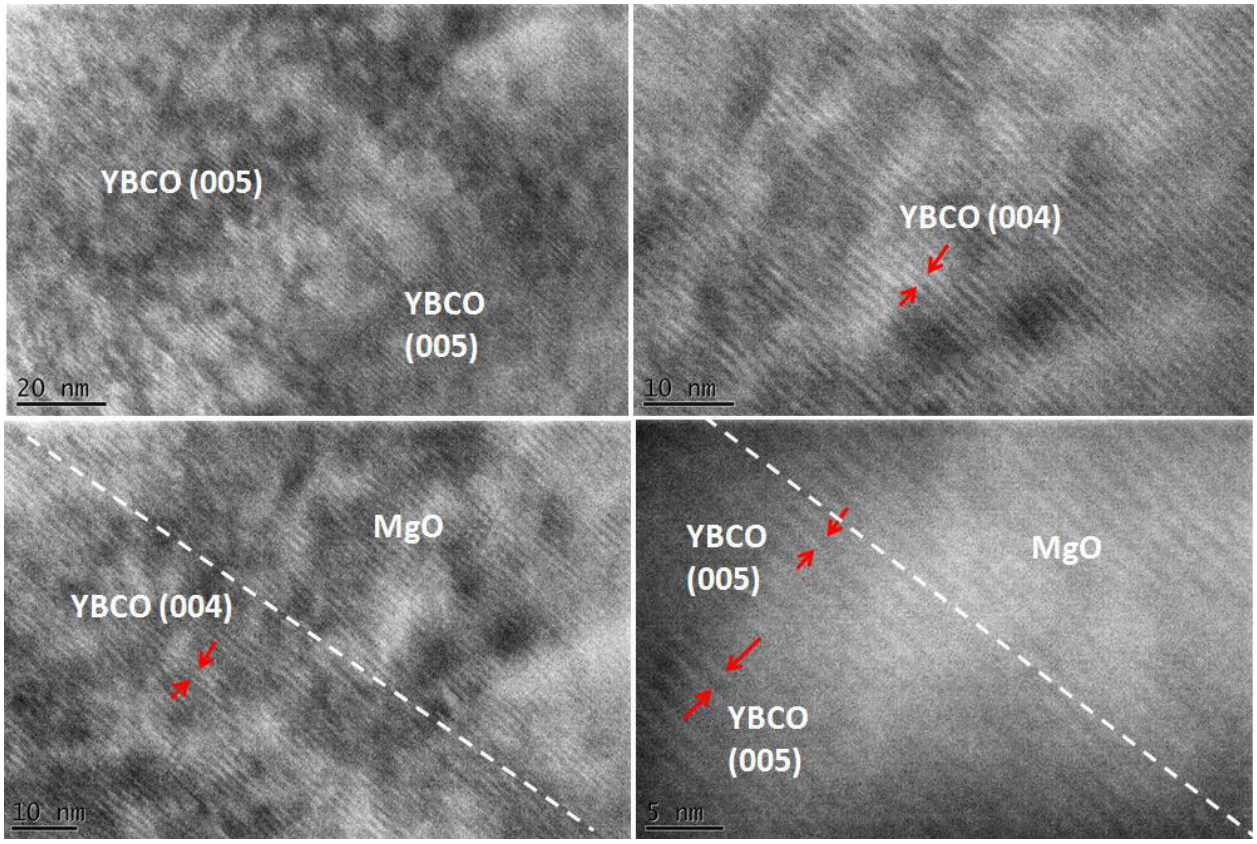


Figura 5.7 Micrografías TEM mostrando las distancias interplanares para (004) y (005) del YBCO.

6 Caracterización Magnética

6.1 Susceptibilidad Magnética

Para todas las mediciones magnéticas mostradas en la presente tesis, se empleó un equipo DC *Magnetic Property Measurement System* (DC-MPMS-SQUID) de la compañía Quantum Design, ubicado en el Laboratorio Cavendish, University of Cambridge. Se realizaron mediciones en los modos *Zero Field Cooling* (ZFC) y *Field Cooling* (FC) a campo magnético externo de 500, 2000 y 20 000 Oe.

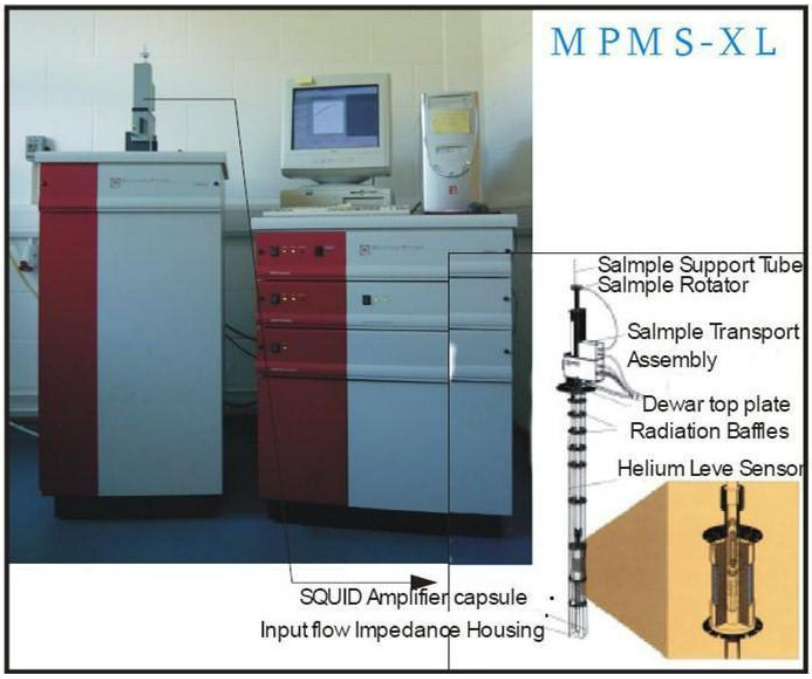


Figura 6.1 DC *Magnetic Property Measurement System*, de la compañía Quantum Design. Laboratorio Cavendish, Universidad de Cambridge. [54,55].

Debido a que las mediciones de momento magnético detectadas por el sensor SQUID pertenecen al total del volumen de la muestra, se debe tener en cuenta también a las otras fases secundarias detectadas por DRX, además de la posible respuesta magnética que pueda tener el sustrato MgO. Sin embargo, estas fases no son superconductoras por lo que no contribuyen significativamente a la señal diamagnética, salvo la fase de $BaCuO_2$ que se reporta que decrece la señal diamagnética, sin embargo esta fase no fue detectada en mediciones DRX. Recordar que los datos obtenidos por el sensor SQUID son de momento dipolar magnético $\vec{m}$ medido en unidades Oersted (emu), las cuales se relacionan con la Susceptibilidad magnética (χ) de acuerdo a la ecuación 6.1 [18], la cual se usará en el presente trabajo para obtener datos de χ.

$$\chi = \frac{M \times Peso_{molecular}}{H_{\text{ext}} \times Masa_{muestra}} \tag{6.1}$$

La figura 6.2 presenta los valores de susceptibilidad magnética de la muestra con respecto a la temperatura, frente al campo magnético externo de 500 Oe aplicado a lo largo del eje-*c*. El campo fue aplicado después de enfriada la muestra (*zero field cooling*); posteriormente la temperatura se incrementó a 110 K (estado normal de la muestra) y finalmente reducida (*field cooling*). La propiedad superconductora en la muestra queda demostrada mediante la señal diamagnética detectada bajo una temperatura de transición a 88 K. Esta respuesta diamagnética es propia de materiales superconductores, ya que debido al efecto Meissner se crean supercorrientes superficiales, que a su vez generan mediante Ley de Ampere $\nabla x\vec{H} = \left(\frac{4\pi}{c}\right)\vec{J}$ campos magnéticos de igual magnitud y dirección pero de sentido opuesto al campo magnético externo aplicado a fin de contrarrestarlo. Dichas supercorrientes son la causa de valores negativos de momento dipolar magnético (diamagnetismo) detectados por el sensor SQUID.

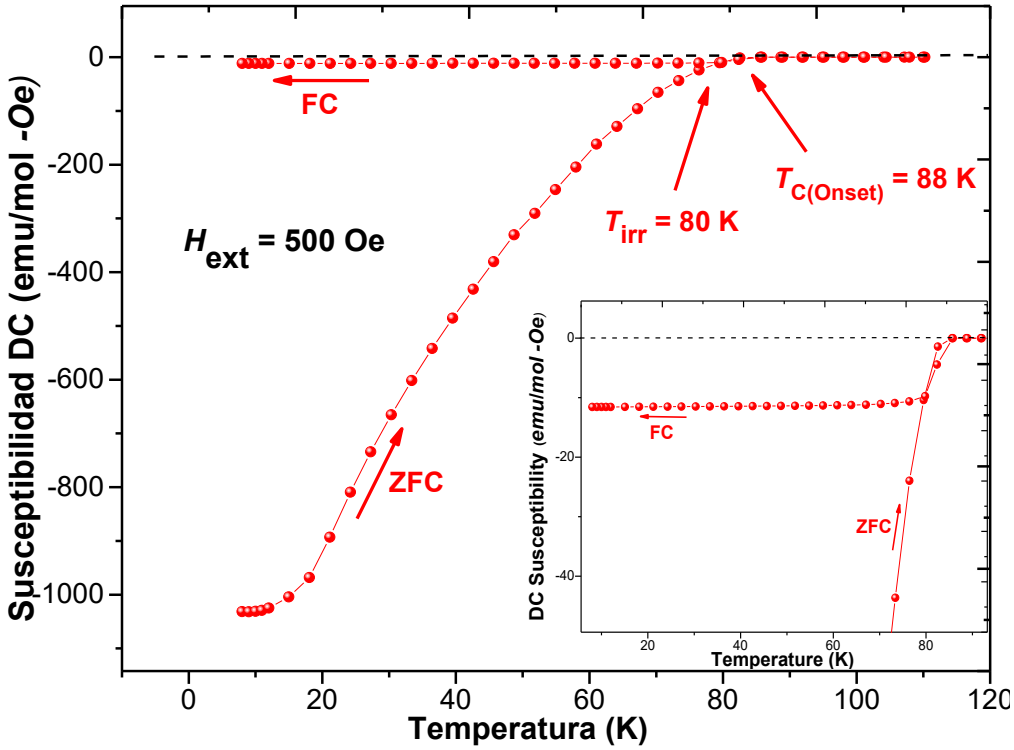


Figura 6.2 Medida de magnetización DC en magnetómetro MPMS bajo H_{ext} = 500 Oe aplicado de manera transversal a la muestra.

Experimentalmente se obtiene un valor de temperatura de transición superconductora T_C = 88 K y una Temperatura de Irreversibilidad T_{irr} = 80 K. Experimentalmente, esta última temperatura es encontrada como el valor de T en el cual las líneas de señal ZFC y FC se separan y su valor depende directamente del campo magnético aplicado, para este caso 500 Oe. Esta dependencia de T_{irr} se puede apreciar en mediciones bajo campos magnéticos aplicados más intensos, como se observa en la figura 6.3, donde para campos relativamente muy intensos H_{ext} = 2 y 20 kOe la T_{irr} cae hasta un valor de 70.23 y 21.15 K respectivamente.

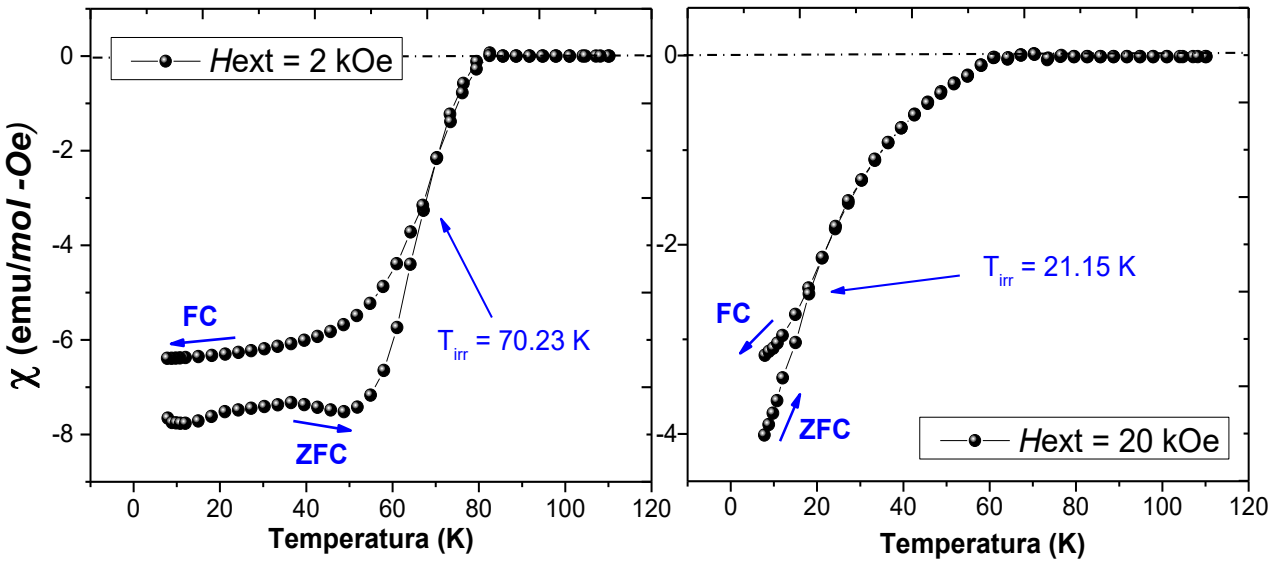


Figura 6.3. Medidas de magnetización DC bajo H_{ext} = 2 y 20 kOe aplicados de manera transversal a la muestra. Se observa el decaimiento del valor T_{irr}.

Adicionalmente se realizaron las medidas del momento magnético vs temperatura en el estado normal, es decir cuando la muestra no exhibe superconductividad. La figura 6.4 muestra la susceptibilidad en el estado no superconductor obtenido bajo un campo magnético externo H_{ext} = 1 kOe y a rangos de temperaturas 100 – 300 K. Se observan valores positivos de Susceptibilidad (χ) y los datos siguen la típica ley de paramagnetismo de tipo Curie-Weiss [19]. Además, realizando un ajuste lineal a la curva 1/χ vs T y extrapolándola podemos obtener 2 regiones ferromagnéticas con temperatura de Curie-Weiss experimental θ_{c1} = 35.77 K y θ_{c2} = 71.47 K, donde el valor experimental de la susceptibilidad independiente de la temperatura es χ_{01} = 0.028 emu/Oe-mol y χ_{02} = 0.031 emu/Oe-mol, respectivamente. El valor positivo de θ_c para ambas regiones indica una interacción ferromagnética neta entre los momentos, es decir, esta interacción ayuda a alinear momentos adyacentes en la misma dirección [19]. Los acoplamientos y desacoplamientos deben ser originados entre los planos de CuO_2 y las cadenas Cu-O en la estructura [18]. Debido a que los valores θ_c reportados para el $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ son entre -20K y 30K para valores de contenido de oxígeno δ óptimo, y teniendo en cuenta que el valor experimental de temperatura de transición T_c obtenido es menor al valor máximo referenciado, podemos concluir que la muestra YBCO presenta una vacancia de oxígenos fuera del valor óptimo [20], como se detalla a continuación.

Como se mencionó anteriormente, el contenido de oxígeno en la muestra es crucial para determinar la estructura cristalina de la muestra, la cual puede ser Tetragonal u Ortorrómbica, además del valor de temperatura de transición superconductora. Las vacancias de Oxígeno se encuentran en las cadenas de CuO por lo que podemos estimar la concentración de huecos por ión de Cu en nuestra muestra, haciendo uso de la relación empírica para los cupratos superconductores [21, 22], que a su vez se relacionara con el contenido de Oxígeno, de donde se obtuvo un valor experimental $p = 0.18$, indicando (como se observa en la figura referencial 6.5) que nuestra muestra se encuentra sobre

dopada y por tanto con una concentración de oxígeno fuera del valor óptimo, en concordancia con la temperatura de Curie-Weiss obtenida previamente.

$$T_C/T_{Cmax} = 1 - 82.6(p - 0.16)^2 \qquad (6.2)$$

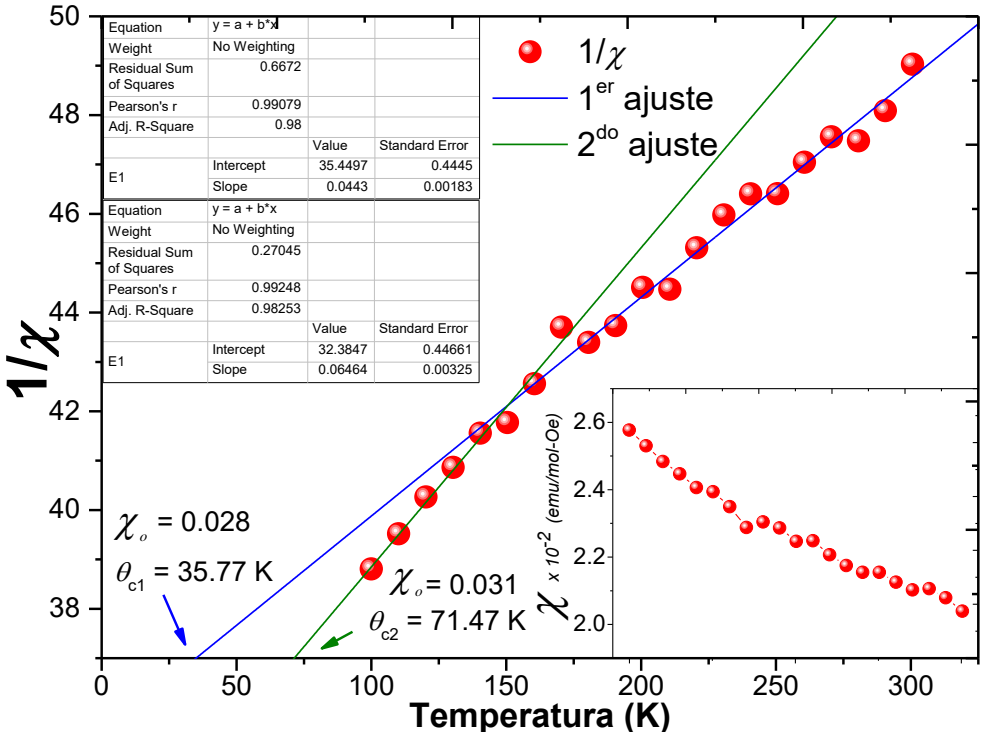


Figura 6.4 Medida magnética en estado no superconductor, bajo un campo magnético externo de 1 kOe.

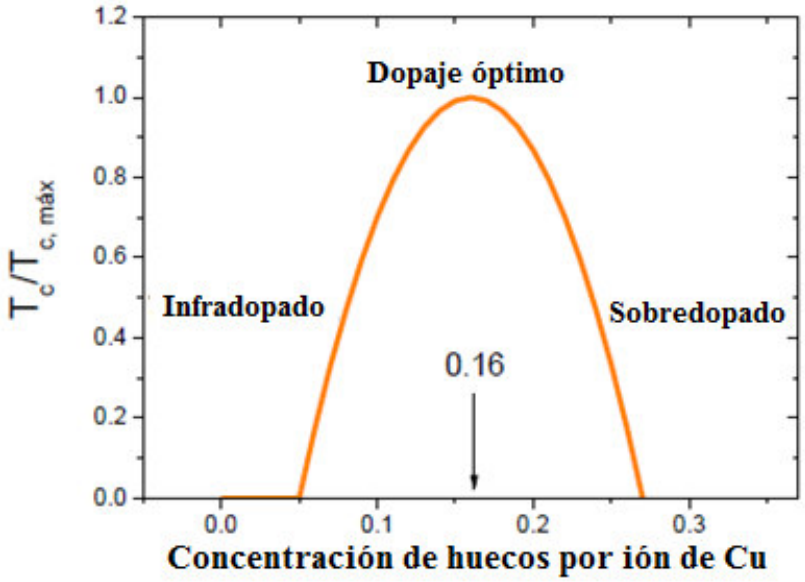


Figura 6.5 Concentración de huecos por ión de Cu. [6]

6.2 Medidas de Magnetización en función del campo aplicado

La figura 6.6 muestra los ciclos de Histéresis $M(H)$ medidos a valores de intensidad de campo magnético externo partiendo de cero a campos máximos de ±5 T y a temperaturas constantes de 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K. La elección de las primeras temperaturas de medida nos garantiza que las fases secundarias detectadas mediante DRX y TEM no contribuyan considerablemente en los valores de magnetización. Recordar que fases secundarias e impurezas se detectan analizando las curvas de magnetización a medida que la temperatura se acerca a T_c. Para las mediciones a temperaturas mayores se observó una contribución de señal paramagnética (proveniente posiblemente de las fases secundarias antes mencionadas), la cual fue retirada de las curvas $M(H)$ sustrayendo a estas una función lineal del tipo $M = mH$, donde la pendiente m se calculó experimentalmente para cada histéresis. Se observa además un desnivel de magnetización M respecto al cero en las curvas medidas a 10, 20, 30 y 40 K, esto es debido a barreras superficiales presentes durante la medición [7].

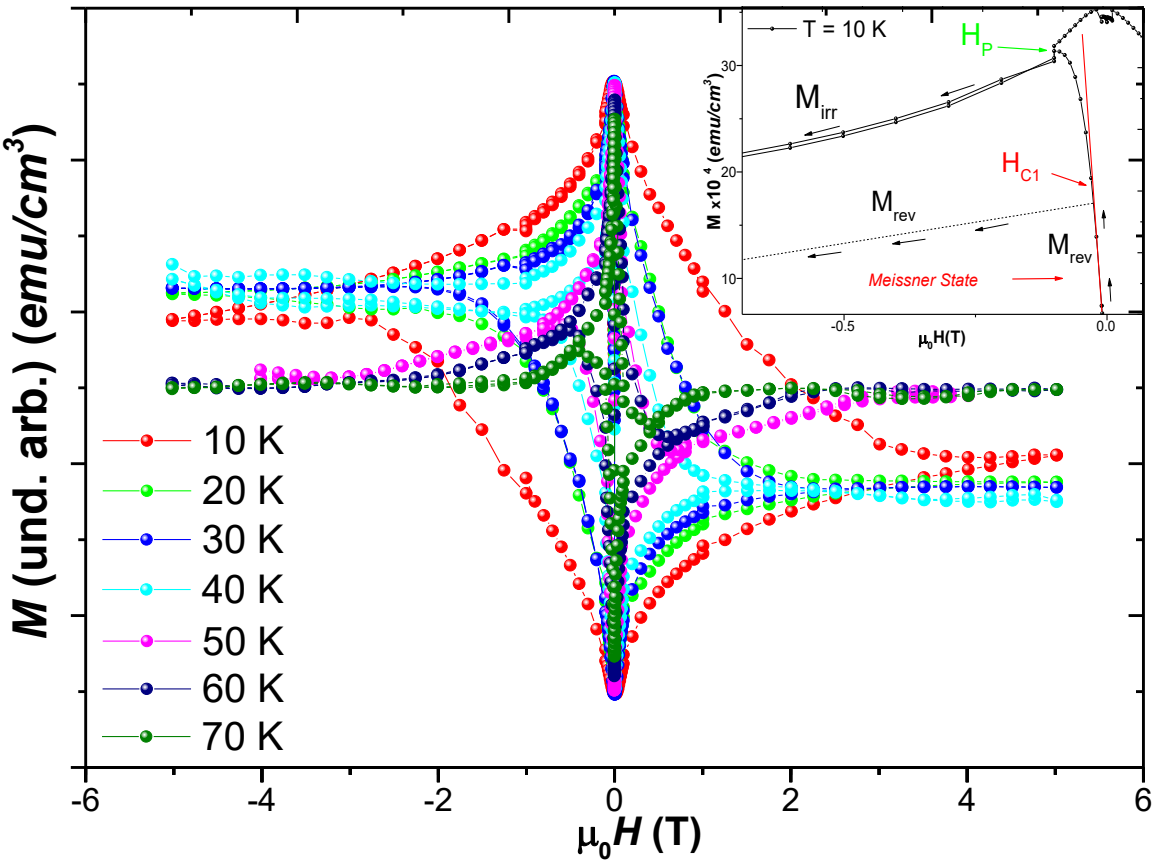


Figura 6.6 Medidas de ciclos histéresis obtenidos mediante un magnetómetro MPMS a distintos valores de temperatura. Gráfica interna: H_{c1} y H_P experimentales en T = 10 K.

Los valores experimentales del Primer Campo Crítico (H_{c1}) y del Campo de penetración (H_P) son mostrados en la figura 6.6 a la temperatura 10 K. El campo H_{c2} se obtiene extrapolando la rama decreciente de la magnetización reversible M_{rev} de la curva y tomando el valor del campo en el cual $M = 0$ [22], esto debido a que la M_{rev} sólo tomaría el valor de cero cuando la superconductividad presente en el material desaparezca, de la manera en que lo haría un superconductor Tipo-I. Este cálculo del H_{c2} debe ser tomado solo de manera referencial, siendo más precisos los valores de H_{c2} que se obtendrían mediante curvas V-I. Finalmente, H_{irr} se toma como el punto experimental de la histéresis en la cual la rama de magnetización irreversible creciente y decreciente se unen, salvo que el H_{ext} sea cambiado de sentido antes de haber alcanzado H_{irr}, en cuyo caso se observarían extremos truncos en la curva $M(H)$ y se procedería a extrapolar como en el caso de H_{C2}. Recordar que H_{irr} es el punto en el cual la magnetización irreversible M_{irr} en el material decae a cero.

Una ampliación de los ciclos histéresis se presenta en la figura 6.7, donde se observa que cada isoterma sigue inicialmente la dependencia lineal [23]:

$$M = -\frac{V}{4\pi(1-\eta)}H \tag{6.3}$$

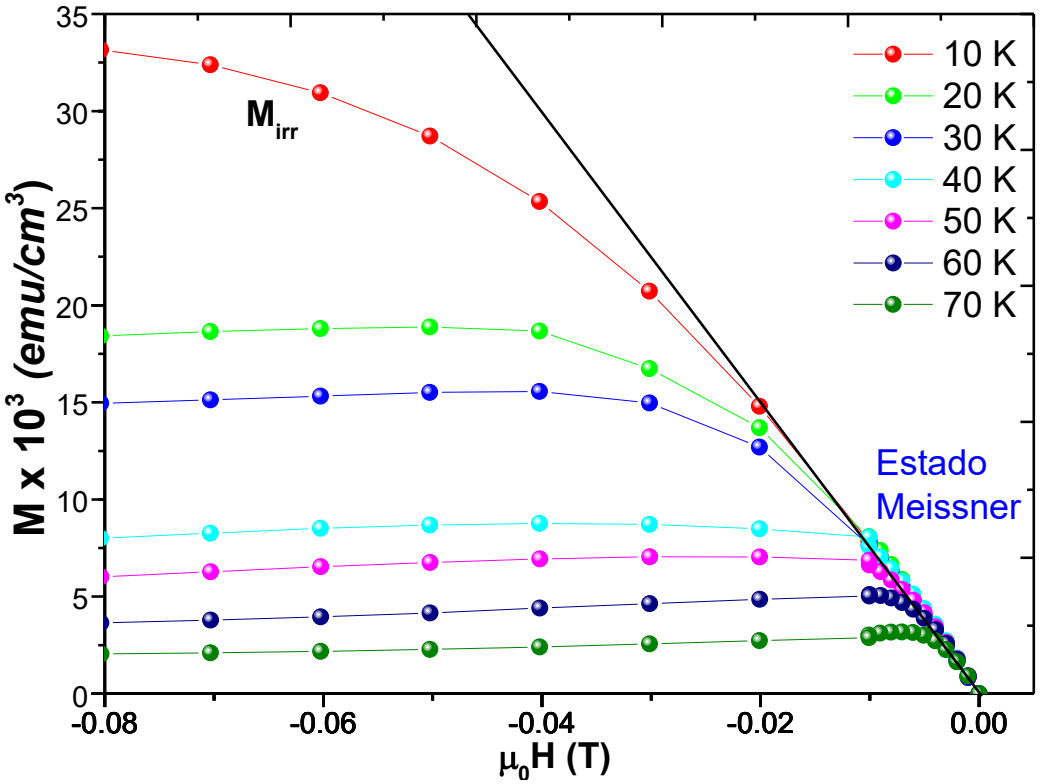


Figura 6.7 Ampliación de las curvas $M(H)$ mostrando la obtención experimental de los campos H_{C1}

La cual corresponde al diamagnetismo perfecto en el estado Meissner, donde V es el volumen de la muestra y η es el factor de demagnetización. De esto se tiene que el primer valor experimental de campo que se desvía de esta dependencia lineal sería H_{c1}, punto en el cual la muestra deja el estado Meissner de diamagnetismo perfecto y entra al estado de vórtices o mixto. Finalmente, la tabla 6.1 resume los valores experimentales obtenidos del análisis de las curvas $M(H)$.

Temperatura (K)	H_P (Oe)	H_{c1} (Oe)	H_{c2} (Oe)	H_{irr} (Oe)	η
10	1004.40	703.4059	121064.145	69948.5361	0.998
20	703. 43	402.2757	107106.179	51424.2298	0.997
30	402. 22	301.69	105347.512	50072.5656	0.9985
40	201. 04	100.73	82104.71	32626.29	0.9995
50	200. 82	90.14	64326.2396	27612.95	0.999
60	100. 35	50	50075.9156	15073.53	0.999
70	70. 69	30	32795.6789	12564.99	0.999

Tabla 6.1. Valores experimentales obtenidos de curvas $M(H)$.

La dependencia de los valores del campo de irreversibilidad B_{irr} con la temperatura sigue la tendencia lineal dada por la ecuación 6.4 [22]:

$$B_{irr}(T) = B_{irr}(0)(1 - T/T_C)^n \tag{6.4}$$

Donde $B_{irr}(0)$ corresponde al valor de campo de irreversibilidad a temperatura T = 0 K y n es el exponente relacionado al tipo de transición que representa la curva $B_{irr}(T)$ en la región de vórtices, pudiendo describir la curva de irreversibilidad una transición de fase de *vortex glass* a *vortex liquid* ($n = 1.3$) [22], un arrastre de vórtices por activación térmica ($n = 1.5$) [10] o una transición de valores experimentales en un rango de campo mayor a 25 T ($n = 1.4$) [22]. Con la finalidad de estimar estos dos parámetros, se grafican los valores experimentales de $B_{irr}(T)$ obtenidos de las curvas $M(H)$, y se ajusta la ecuación 6.4 a los mismos, tal como se observa en la figura 6.8; de donde se obtiene $B_{irr}(0) = 78694.3977$ Oe ó 7.87 T y $n = 1.3$, el cual corresponde a una transición de vórtices en fase vidriosa a líquida, como se estudiará más adelante a detalle.

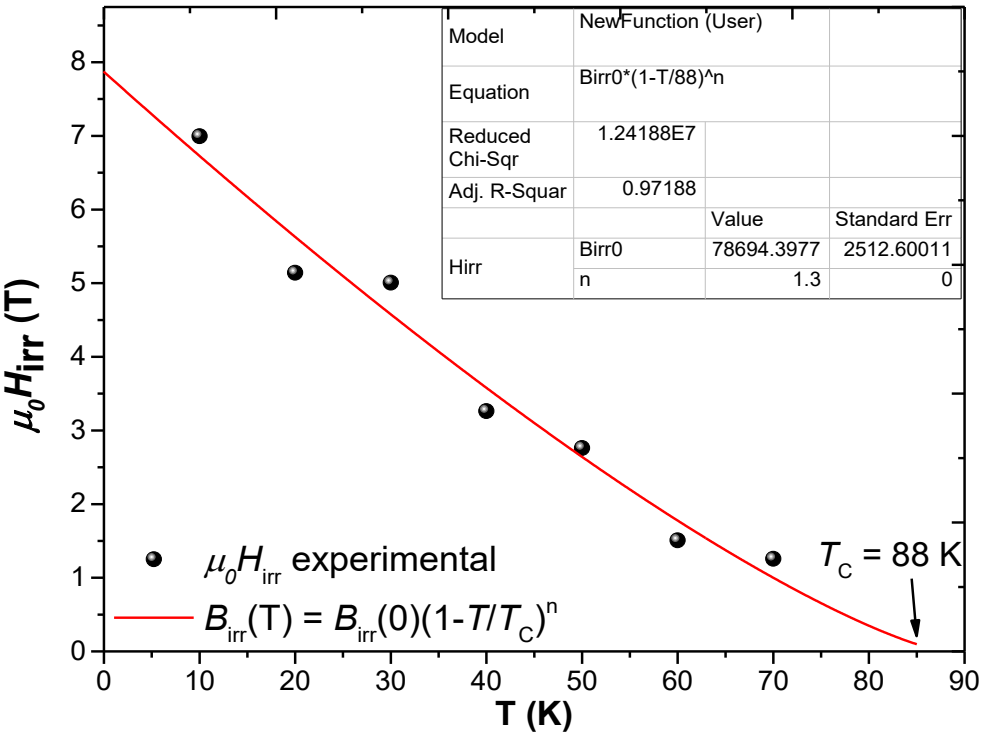


Figura 6.8 Dependencia de los valores de B_{irr} respecto a T . La curva roja corresponde al ajuste obtenido usando la ecuación 6.4.

6.3 Diagrama de fase magnético

Además de los valores experimentales obtenidos de las curvas $M(H)$; los campos H_{irr} y H_{c2} también pueden ser estimados experimentalmente de las curvas de Susceptibilidad vs temperatura $\chi(T)$, como las observadas previamente en las figuras 6.2 y 6.3. El método utilizado se muestra en la figura 6.9 para el caso de la curva $\chi(T)$ medido a 0.2 T, pero se empleará para las demás mediciones $\chi(T)$, las cuales se muestran en el siguiente capítulo a detalle (figura 7.3), donde se presentan mediciones con el campo aplicado tanto transversal como paralelo a la muestra.

Como se mencionó anteriormente, la magnetización irreversible M_{irr} toma el valor $M = 0$ en H_{irr}, mientras que la magnetización reversible M_{rev} toma $M = 0$ en H_{C2}. Teniendo estos conceptos en consideración se puede entender que los valores de Susceptibilidad (y también los de Magnetización) comprendidos desde el mínimo valor medido de temperatura hasta T_{irr}, correspondería a valores de M_{irr}. A partir de esta temperatura en adelante, los valores de magnetización registrados corresponderían a M_{rev}, cuya región debe cumplir con el diamagnetismo perfecto del estado Meissner y por tanto tener una dependencia lineal, lo cual se observa en la figura 6.9. Dicha dependencia lineal se pierde a valores cercanos a T_C, donde ya no es posible mantener el estado Meissner. Por lo tanto, extrapolando la región lineal comprendida entre T_{irr} y $M = 0$ (línea entrecortada en la figura

6.9) se puede obtener el valor experimental T_{C2}, cuyo valor H_{c2} sería el valor de campo magnético externo en el que se realizó la medición, para este caso $Bc_2 = 0.2$ T.

Para la obtención de H_{irr} a partir de las curvas $\chi(T)$, se relacionará el campo irreversible con los valores de T_{irr} a partir de la ecuación 6.4, de donde previamente se estimaron los parámetros $B_{irr}(0)\ y\ n$. Finalmente, los valores estimados de H_{irr} y Hc_2 mediante las curvas $\chi(T)$ son mostradas en la tabla 6.2.

Temperatura (K)	79.81	82.62	85.57	85.7
H_{irr} (Oe)	3592.66	2080.48	740.35	689.28
H_{C2} (Oe)	10000	5000	1000	500

Tabla 6.2 Valores experimentales H_{irr} y H_{C2} obtenidos de las curvas $\chi(T)$

La figura 6.10 muestra los valores experimentales del campo crítico superior H_{c2} los cuales cumplen con la dependencia lineal respecto a la temperatura:

$$B_{c2}(T) = B_{c2}(0)\left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \tag{6.5}$$

Del ajuste realizado se puede estimar el valor de campo crítico superior cuando $T = 0$ K el cual es aproximadamente $B_{c2}(0) \approx 14.13$ T.

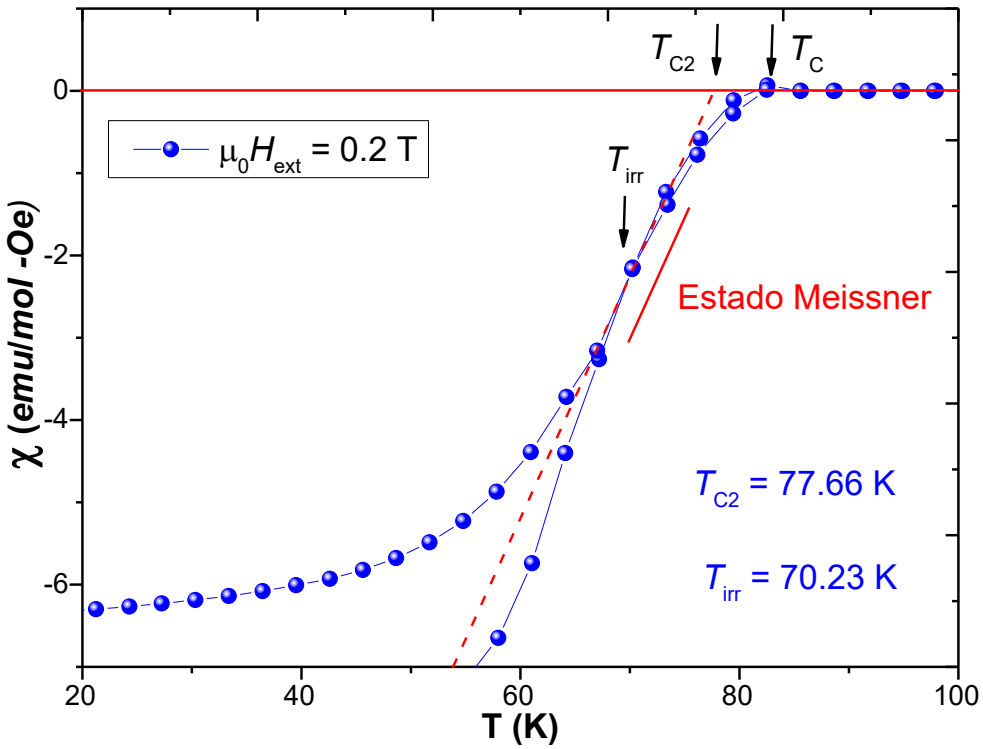


Figura 6.9 Obtención experimental de los valores H_{irr} y H_{c2} a partir de la parte reversible de la magnetización.

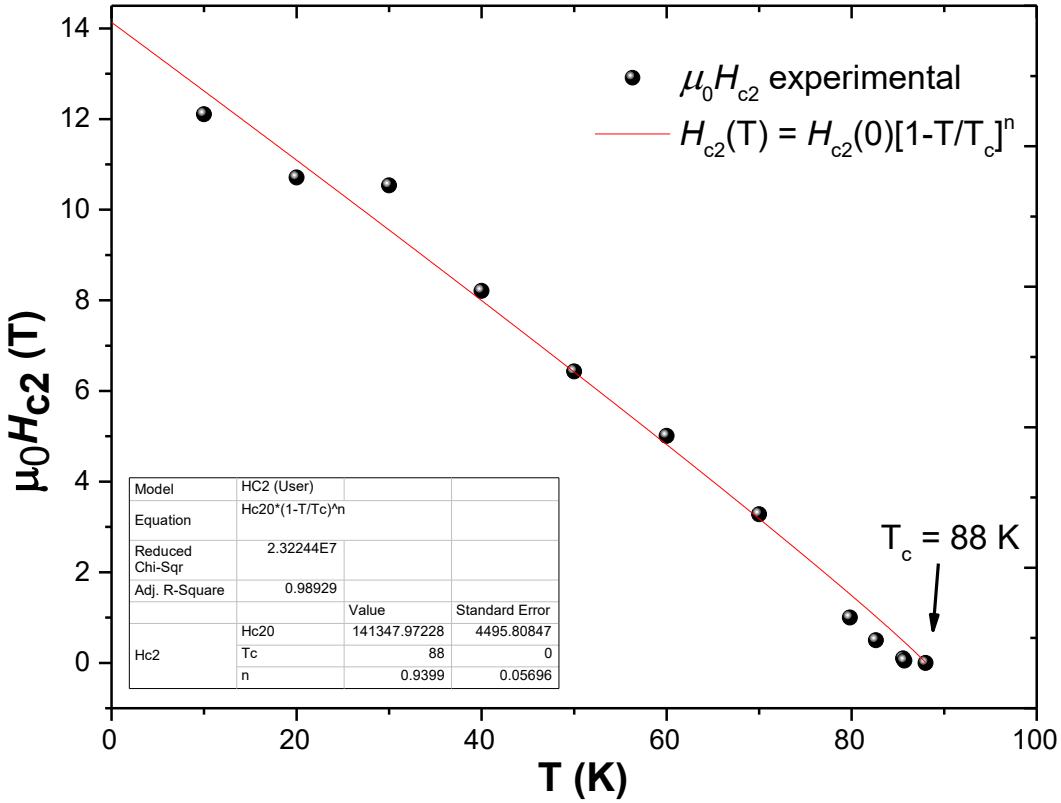


Figura 6.10 Valores experimentales del Campo crítico superior H_{c2} obtenidos de las curvas $M(H)$ y $\chi(T)$.

A partir de los valores H_{c1}; H_{irr} y H_{c2} obtenidos en las curvas $M(H)$ y $\chi(T)$; y sabiendo que a temperaturas mayores de T_c = 88 K la muestra cambia a un estado no superconductor, podemos esbozar el Diagrama de Fase Magnético $B(T)$ para la muestra YBCO/MgO, el cual se aprecia en la figura 6.11. Notar que los altos valores de campo magnético de B_{c2} son extrapolaciones a partir de las curvas $M(H)$, tal como se explicó líneas arriba; mientras que los valores a temperaturas próximas a T_c corresponden a las obtenidas experimentalmente de las curvas $\chi(T)$. Adicionalmente se muestran los valores $H_{irr}(0)$ y $H_{c2}(0)$ obtenidos en las figuras 6.8 y 6.10.

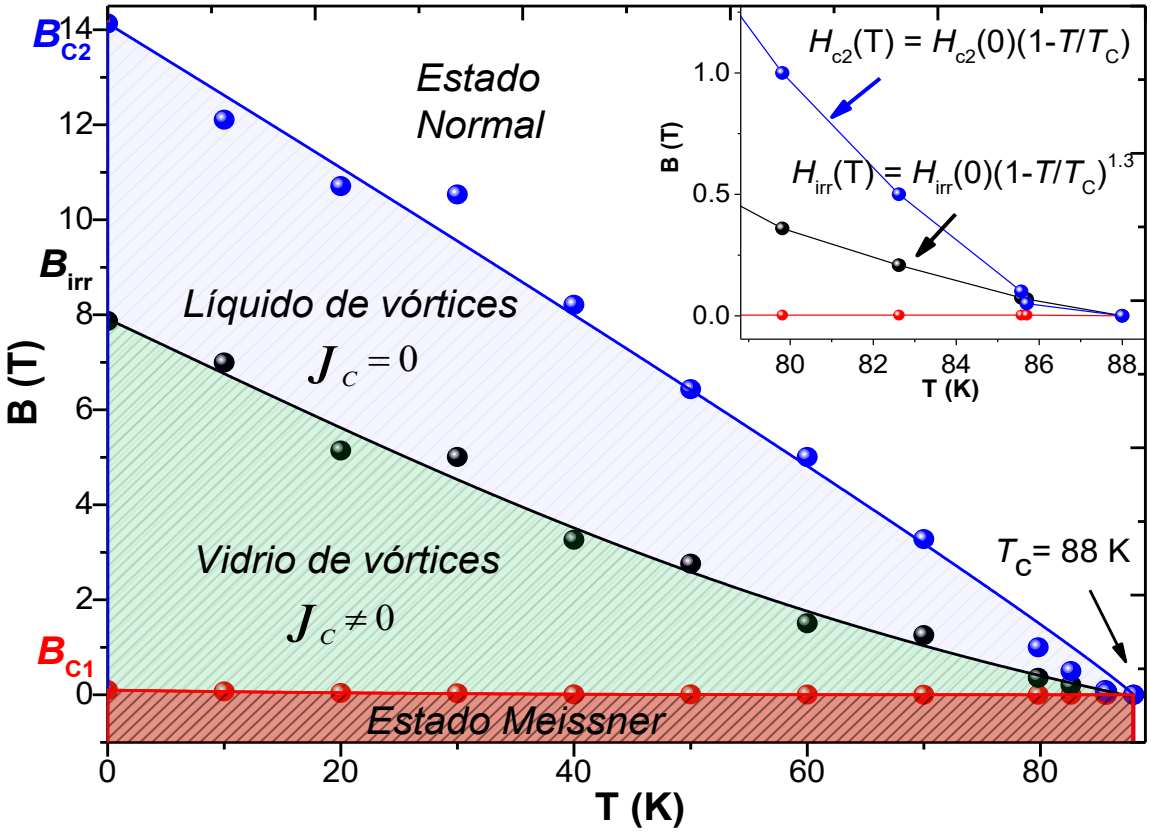


Figura 6.11 Diagrama de fase magnético para la película de YBCO/MgO determinado de las curvas $M(H)$ y $\chi(T)$.

Para un campo magnético externo menor a H_{c_1} las líneas de dicho campo son completamente expulsadas del material mediante la creación de supercorrientes superficiales, las cuales generan un campo que contrarresta al flujo magnético del campo externo aplicado: este es llamado el Estado Meissner, donde la muestra se comporta como un superconductor Tipo-I. Para valores de campo externo entre H_{c_1} y H_{c_2}, el flujo magnético comienza a penetrar en el material (Vórtices), a esta región se le conoce como Estado mixto o de Shubnikov. Las impurezas en la muestra actúan como anclajes o centros de fijación que impiden el libre movimiento de los vórtices mediante la Fuerza de Fijación (F_P), generando un arreglo de vórtices (*Vortex glass*). Dichos vórtices intentan moverse debido a la Fuerza de Lorentz (F_L) presente en el material, el cual a su vez es generado por la densidad de corriente J_c, que depende del campo externo aplicado y la temperatura.

Además de las impurezas en la muestra como sitios de anclaje, estructuras gemelas, presencia de nanopartículas, deformaciones en la estructura cristalina, vacancias de oxígeno y clusters de deficiencia oxígeno, etc, son reportados [22, 24] también como posibles mecanismos de anclaje de vórtices. Los mecanismos de anclaje que gobiernan la dinámica de vórtices en nuestra muestra serán inferidos a partir de resultados siguientes.

Para un $H > H_{c_1}$ las líneas del campo magnético aplicado comienzan a penetrar el material superconductor hasta alcanzar el centro del mismo al campo de penetración $H = H_P$, punto en el cual la magnetización es máxima. Para campos $H > H_P$ la magnetización comienza a decrecer, hasta llegar al campo H_{irr}, en el cual la magnetización irreversible se vuelve cero. El campo de Irreversibilidad H_{irr} se alcanza cuando $F_P = F_L$ es decir, para valores de campo aplicado mayores a H_{irr} los vórtices comienzan a moverse en búsqueda de un menor estado energético, perdiéndose el arreglo anteriormente establecido y produciéndose en arrastre o "*creep*" de vórtices.

Dicho movimiento de vórtices es desordenado por lo que se conoce a este estado como *Vortex Liquid*, donde la corriente ya no puede ser transportada sin pérdidas a pesar que la muestra aun se encuentra en su estado superconductor. Esto significa que las aplicaciones de materiales superconductores están restringidas por la curva de H_{irr} en el diagrama de fase magnético. Finalmente, para valores de campo aplicado mayores a H_{c2} la muestra pasa del estado superconductor al estado normal y el flujo magnético atrapado en el interior de la muestra desaparece [22].

La figura 6.11 muestra más a detalle los valores experimentales encontrados para los campos H_{c1} y H_P. Se observa la existencia de una región (esbozada en color verde), la cual pertenece al estado mixto pero que sin embargo no muestra una penetración de líneas de campo en el centro del filme. Para la región sobre la curva de H_P, el campo externo alcanza el centro de la muestra y la magnetización se satura.

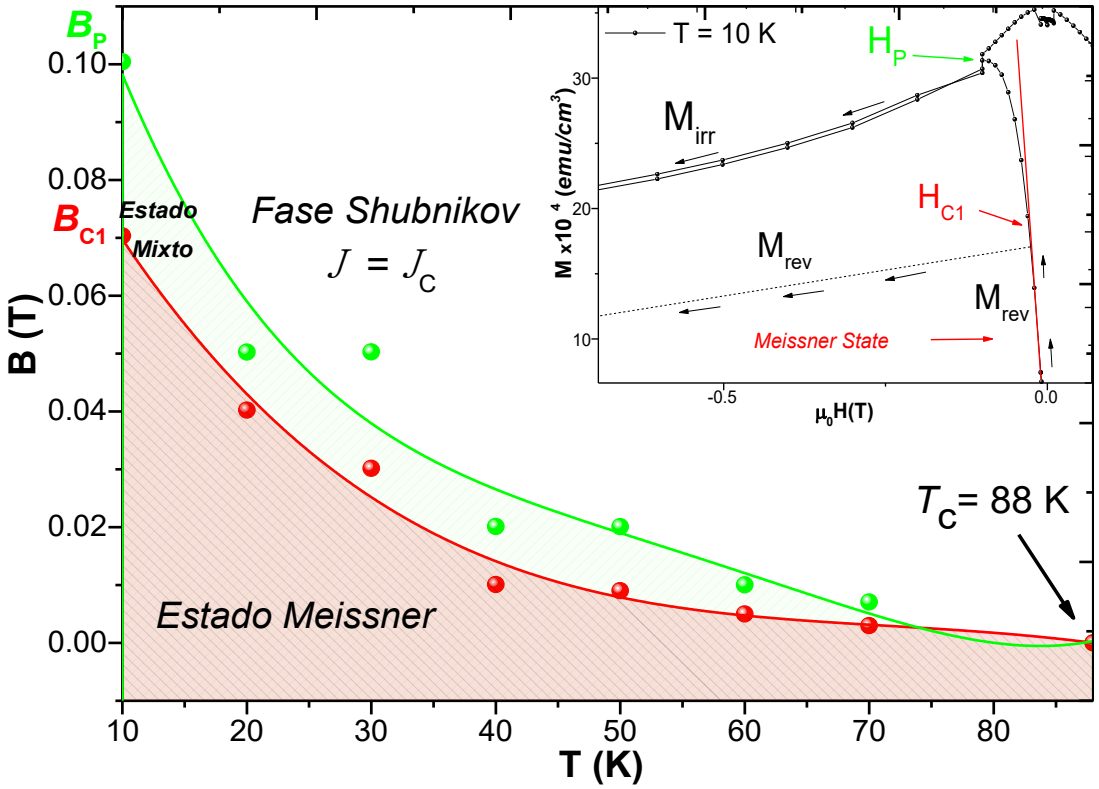


Figura 6.11 Diagrama de fase del primer campo crítico H_{c1} y del campo de penetración total H_P.

Finalmente, el inset de la figura 6.11 muestra la ampliación de la curva histéresis tomada a T = 10 K, donde se observa inicialmente una dependencia lineal del campo con M (estado Meissner, línea roja) para posteriormente comenzar a desviarse de la dependencia lineal y llegar a un valor de saturación de M en el campo H_P, a partir del cual los valores de magnetización M comienzan a decrecer.

6.4 Densidad de Corriente J_C

La Densidad de Corriente J_C se calcula utilizando el modelo de Bean [25], el cual relaciona la magnetización irreversible medida (M_{irr}) presente en los ciclos de Histéresis con la densidad de supercorriente del bulk J. La relación especifica de M_{irr} y J_C depende de la geometría de la muestra, siendo para nuestro caso utilizada la ecuación 6.5 [23-76] perteneciente al modelo geométrico de una muestra rectangular, la cual a su vez toma en consideración la anisotropía de la corriente crítica [27]; donde ΔM es la diferencia entre los valores de las ramas de magnetización irreversible creciente ($+M$) y decreciente ($-M$) a un campo magnético determinado y además w y l son los valores de largo y ancho de la muestra respectivamente. Para nuestro caso se tiene una muestra de lados $w = l = 5\,mm$.

$$J_C = \left[\frac{20\Delta M}{w\left(1 - \frac{w}{3l}\right)}\right] \tag{6.5}$$

Otra geometría que podría a simple vista ser válida sería la de una muestra granular, sin embargo, como se observa en la ecuación 6.6, solo depende del tamaño de grano d y no de las dimensiones reales de la muestra por lo que sería usada para estimaciones de J_C en muestras de polvo o bulk [22].

$$J_C = \frac{30\Delta M}{d} \tag{6.6}$$

La figura 6.12 muestra las curvas de Densidad de Corriente $J(\mu_0 H)$ en condiciones isotérmicas a T = 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K. El valor de $J_C(0\text{ T})$ a 10 K se estima en $\approx 2.31x10^8 A/cm^2$, sin embargo este alto valor de corriente crítica decae rápidamente con el aumento de la temperatura, como se observa en la misma figura. Para la siguiente curva, a T = 30 K, J_C decae a la mitad siendo $\approx 1.12x10^8 A/cm^2$, observándose igualmente que los valores de J_C decaen rápidamente con el aumento de T. Esto se entiende recordando que el valor máximo de Densidad de Corriente J_C sin pérdidas decae con el aumento de la temperatura, ya que la activación térmica es mayor y produce desplazamiento de vórtices de los sitios de fijación (*Vortex Liquid*) [22]. Se observa que la curva T = 20 K (en color verde) no sigue el orden de decaimiento de J_C como el resto de curvas, ubicándose esta entre las curvas a T = 10 y 30 K, esto en parte podría deberse a fluctuaciones térmicas durante la medición, no observándose este comportamiento en mediciones de magnetización vs tiempo, las cuales se mostrarán más adelante.

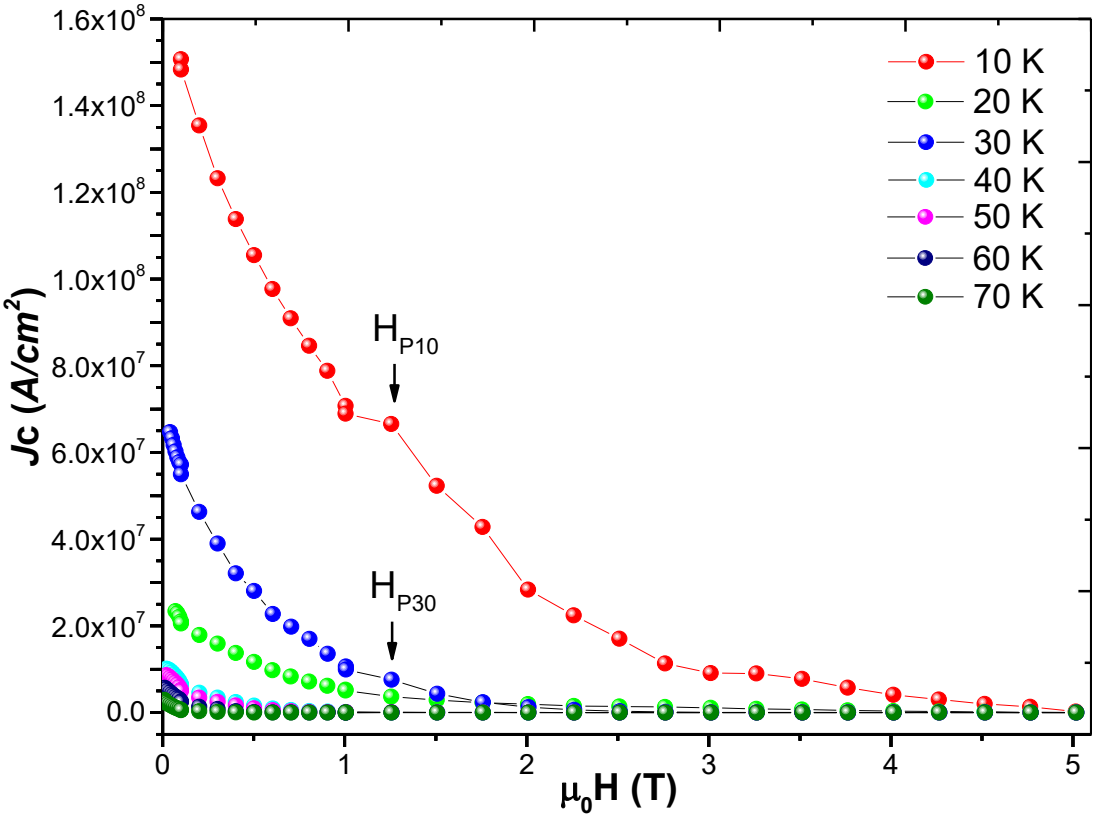


Figura 6.12 Curvas de Densidad de Corriente Crítica J_C a distintos valores de temperatura

De la figura 6.12, podemos a su vez esbozar la relación J_C vs T a valores fijos de campo magnético aplicado. Se tomarán los valores $\mu_0 H$ = 0.5, 1, 2, 3 Y 4 T.

La figura 6.13 muestra los valores de densidad de corriente vs temperatura, los cuales deben seguir la relación $J_C(T) = J_0 \exp\left(-\frac{T}{T_0}\right)$, donde las curvas en la gráfica corresponden al ajuste realizando con esta ecuación. La gráfica interna muestra la relación en escala semilogarítmica, observándose una tendencia lineal a bajas temperaturas, lo cual garantiza en esta región el cumplimiento de un decaimiento exponencial. Del ajuste realizado se obtiene el valor $J_0 \approx 3.7264\ x\ 10^8 A/cm^2$ que corresponde a la densidad de corriente en ausencia de anclaje y cuya estimación será usada en posteriores cálculos.

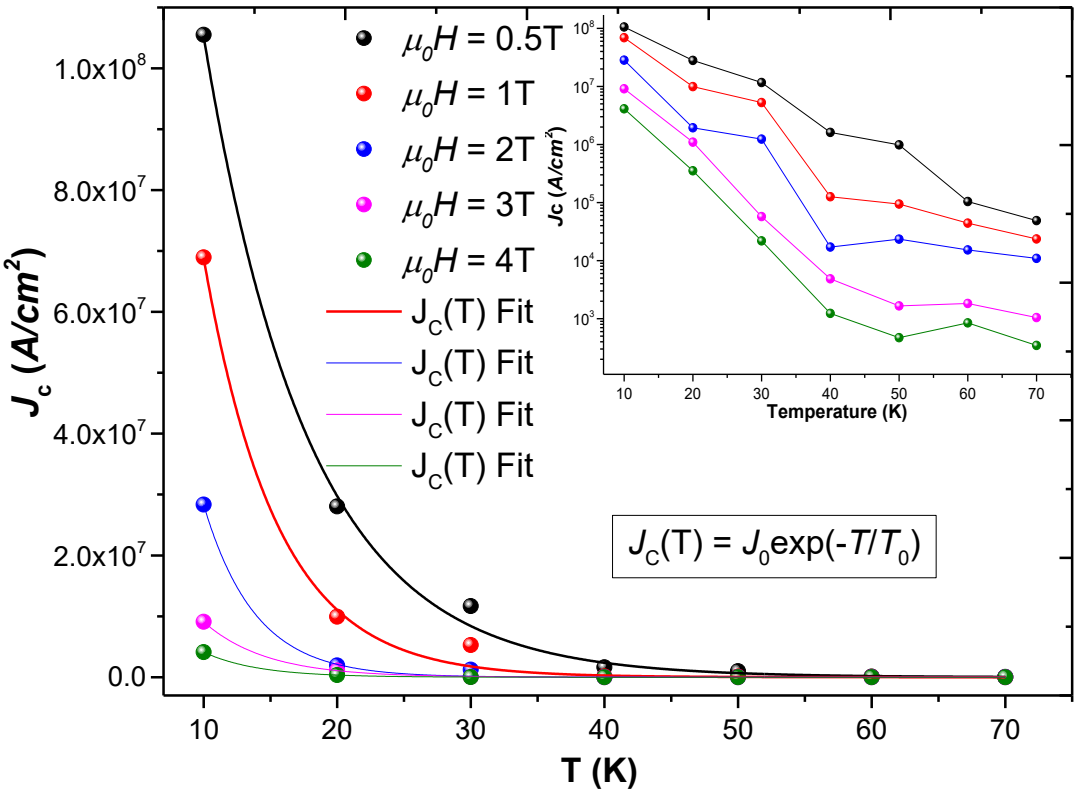


Figura 6.13 Curvas de Densidad de corriente vs temperatura

Debido a que los valores de densidad de corriente varían respecto al campo aplicado y a la temperatura $J_C(B,T)$, se toma como patrón de comparación de J entre los distintos superconductores de alta temperatura crítica las condiciones de $J_C(B=0, T=77\text{ K})$. De la gráfica interna observada en la figura 6.13 podemos estimar que, en ausencia de campo aplicado y a temperatura $\sim$77 K la presente muestra tendría una densidad de corriente crítica con orden de magnitud $J_C(B=0, T=77\text{ K}) \sim 10^5\text{ A/cm}^2$. La tabla 6.3 resume algunos valores de J encontrados en la literatura para el superconductor YBCO.

Muestra	Técnica	Fases secundarias	Temperatura de crecimiento	J (Acm^{-2})	Referencia
YBCO/$LaAlO_3$	CSD	$BaCuO_2$, CuO	790°C	1 x10^6	[54]
YBCO/$LaAlO_3$	CSD	$BaCuO_2$, CuO	750°C	5 x 10^5	[54]
YBCO/$LaAlO_3$	TFA-MOD-CSD	CuO, BaF_2, Y_2O_3	800°C	0.3 x10^9	[6]
YBCO/$LaAlO_3$	TFA-MOD-CSD	CuO, BaF_2, Y_2O_3	800°C	2.5 x10^9	[6]

Tabla 6.3 Valores de densidad de corriente encontrado en otros trabajos

6.5 Efecto pico

Se observan aumentos anómalos en las curvas $J(\mu_0 H)$, siendo más notorio este efecto en la curva T = 10K. Esta anomalía es llamada "*Efecto pico, fishtail o second peak effect*", adoptando este último término solo cuando la magnetización relacionada al modelo de Bean se toma desde el primer campo crítico, siendo evidentemente que el primer pico corresponde a la saturación de M_{irr} en H_P. El efecto pico en general puede ser originado por estructuras gemelas [28, 29], anclaje intrínseco de vórtices en planos CuO_2 [30], partículas pertenecientes a fases secundarias [31-32] o por clusters de vacancias de oxigeno [33], siendo este último el principal responsable del efecto pico en muestras de YBCO [22]. Estos clusters, al tener un H_{C2} menor comparada con una región completamente oxigenada, representan anclajes débiles distribuidos a valores de campo externo débiles y a su vez, a campos externos intensos, estos anclajes son más fuertes. Debido a esto el efecto pico para las curvas T = 10 y 30 K se da para valores de campo magnético relativamente débiles (B_{Peak10} = 1.254 T y B_{Peak30} = 1.257 T), luego del cual continua el decrecimiento propio de J_C conforme el campo aplicado es más intenso.

La figura 6.14 muestra los valores de $logJ_C$ vs B, lo cual permite no solo estimar mejor el resto de valores $J_C(\mathrm{T} = 0)$ al estar linealizada la gráfica a bajos valores de campo (las cuales se resumen en la tabla 6.4), sino que además se aprecia que el efecto pico también se encuentra en las curvas T = 50, 60 y 70 K, no siendo apreciable el efecto en las curvas medidas a T = 20 y 40 K. La tabla 6.5 resume los valores experimentales del efecto pico encontrados en las curvas.

Fluctuaciones de las líneas J_C son observadas a altos valores de campo y de temperatura, esto se entiende tomando en consideración que las curvas J_C fueron estimadas de los valores de M_{irr} en las curvas $M(H)$, presentándose en altas temperaturas de medición mayores fluctuaciones térmicas, además de una mayor contribución de señal paramagnética producto de las fases secundarias mostradas anteriormente. Prueba de esto es la alta dispersión de la curva a T = 70K, la cual se encuentra muy cerca de la temperatura de la transición superconductora T_c = 88 K y donde se observa cada vez más notoria a altos campos magnéticos. Revisando la figura 6.10 se puede concluir que en esta región de medida, la curva mencionada se encuentra prácticamente en el estado normal no superconductor, y por tanto teniendo señal paramagnética.

A/cm^2	10 K	20 K	30 K	40 K	50 K	60 K	70 K
J_C (0 T)	$2.31x10^8$	$2.89x10^7$	$1.12x10^8$	$1.25x10^7$	$9.20x10^6$	$6.42x10^6$	$3.11x10^6$
J_C (1 T)	$6.89x10^7$	$5.41x10^6$	$1.02x10^7$	$1.19x10^5$	$9.46x10^4$	$4.31x10^3$	$3.64x10^3$

Tabla 6.4 Valores experimentales de J_C bajo 0 T y 1 T.

	B_{Peak10}	$B_{Ppeak20}$	B_{Peak30}	B_{Peak40}	B_{Peak50}	$B_{Ppeak60}$	B_{Peak70}
Experimental (T)	1.254	No encontrado	1.257	No encontrado	1.006	0.704	0.604
Calculado (T)	1.25	1.244	1.220	1.158	1.048	0.814	0.508

Tabla 6.5 Comparación de valores de campo experimentales y teóricos del efecto pico.

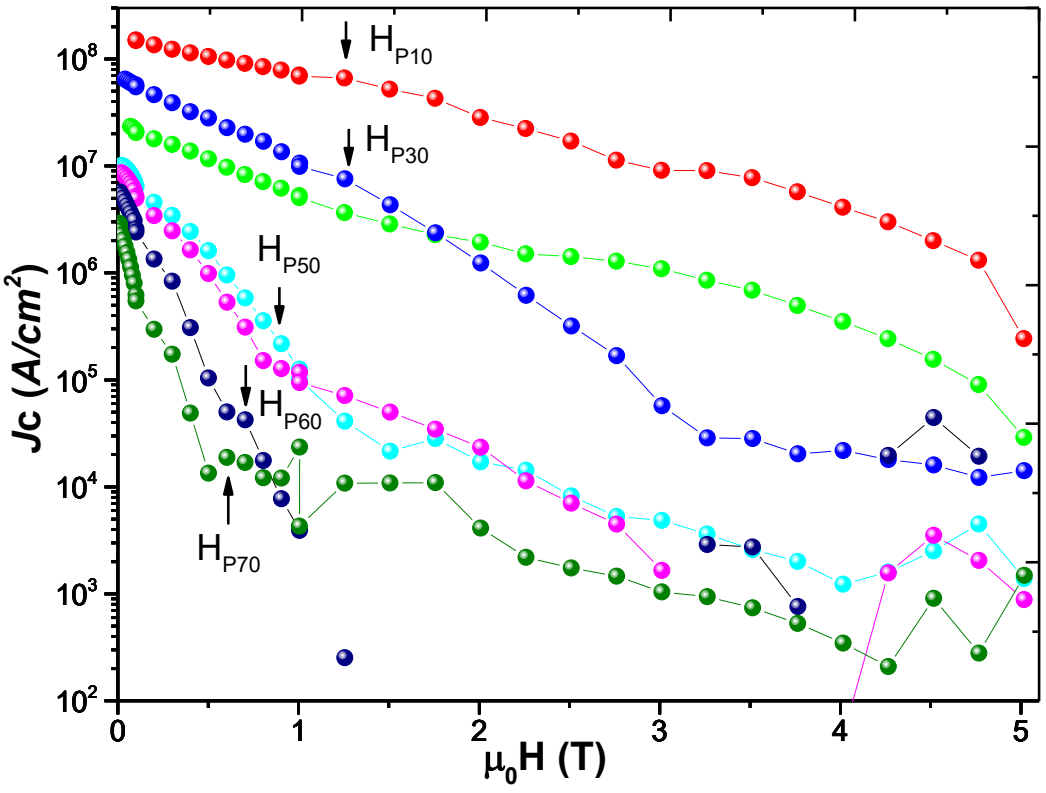


Figura 6.14 Log J_C vs $\mu_0 H$ mostrando fluctuaciones en la linealización.

Con los valores experimentales de campo para el efecto pico a diferentes temperaturas resumidos en la tabla 6.4, podemos ajustar la ecuación 6.7 [24], que relaciona B_{Peak} con la temperatura T:

$$B_{Peak} \propto [1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^2]^n \qquad (6.7)$$

Donde $n = 2$ [24] para una estimación teórica. La gráfica 6.15 muestra el ajuste realizado a los valores experimentales, encontrándose un valor $n = 1.78$ muy próximo al valor teórico antes mencionado. A partir de esto, podemos estimar los valores teóricos de B_{Peak} los cuales se muestran en la tabla 6.5.

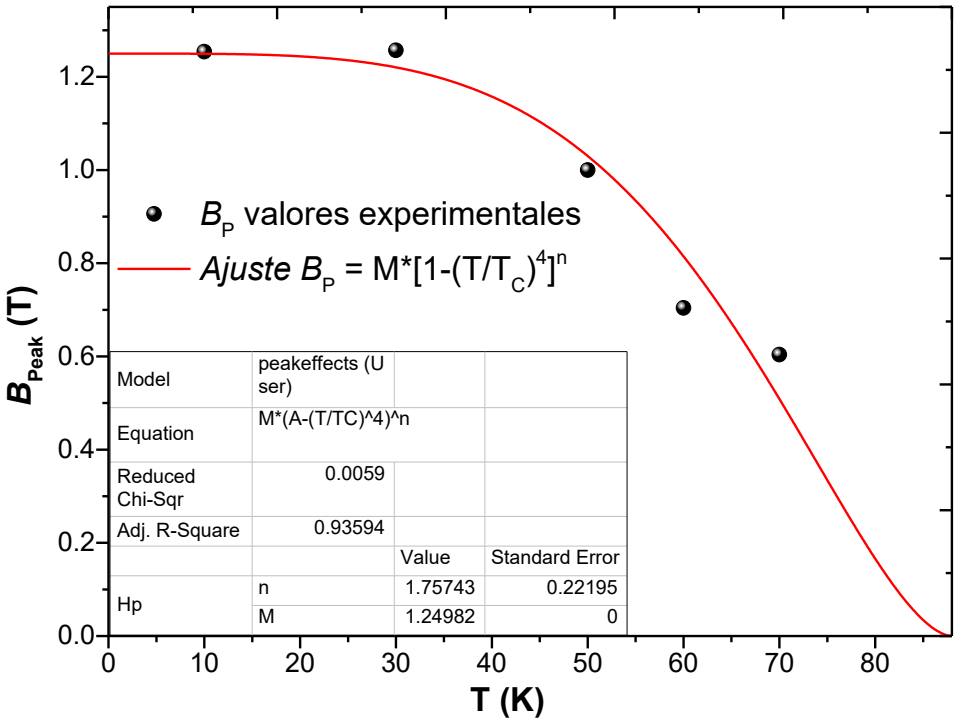


Figura 6.15 Ajuste de los valores experimentales de B_{Peak}.

6.6 Dinámica de Vórtices

La figura 6.16 muestra los valores de densidad de corriente crítica J_C en función del campo magnético perpendicular al sustrato en escala log-log. Se observan 4 regímenes relacionados con el comportamiento de los vórtices, los cuales no pueden ser explicados por un único mecanismo de anclaje, por lo que analizaremos el comportamiento de cada uno de estos. Del comportamiento de estos regímenes, se analizará la dinámica de vórtices mediante el desarrollo teórico de Ovchinnikov e Ivlev [34] cuya principal característica es la presencia de grandes sitios de anclaje pero lejanos entre sí o esparcidos a lo largo del material. Van der Beek *et al* [35] implementaron este modelo al YBCO, extendiendo el modelo, el cual originalmente describe 3 regímenes descritos por [36]:

$$J_C \approx 0.28 n_i^{\frac{1}{2}} J_0 \frac{[D_i^z F(\mathrm{T})]^{\frac{3}{2}}}{2\varepsilon} \qquad B < B^* \qquad (6.8a)$$

$$J_C \approx 0.0866 n_i J_0 \frac{[D_i^z F(T)]^{9/4}}{\varepsilon^{5/4}\xi^{1/2}} \left(\frac{\phi_0}{B}\right)^{5/8} \qquad B^* < B < B_a \qquad (6.8b)$$

$$J_C \approx 0.375 n_i J_0 D_i^z F(T) \frac{\phi_0}{B} \qquad B > B_a \qquad (6.8c)$$

Donde, n_i es la densidad de defectos, ε es el parámetro de anisotropía y es $\varepsilon \approx 1/5$ para el YBCO [36], ξ es la longitud de coherencia en el plano *ab*, D_i^z es la extensión de los defectos a lo largo del eje *c* o *z*, $F(T)$ es un factor dependiente de la temperatura el cual toma la forma $F(T) = \ln\left[1 + \frac{D_i}{2\xi^2(T)}\right]$, siendo para este caso D_i la longitud del defecto en el plano *ab*, además $\phi_0 = 2.1x10^{-15}\mathrm{Tm}^2$ es el quantum de flujo magnético.

El régimen I presenta valores de J_C independientes de H, es decir $J_C \approx constante$, siendo este comportamiento explicado por un anclaje de vórtices de manera aislada y no colectiva; es decir: cada sitio de anclaje atrapa un vórtice y no existe interacción entre estos. Esto se debe a que el valor de H_{ext} es bajo, por lo que la densidad de líneas de flujo que penetran el material es baja. Recordar que estas se distribuyen de manera aleatoria en el material y lejanos entre sí como ya se explicó y cumple con el comportamiento descrito por la ecuación 6.8a. Debido a que $H_{ext} > H_P$, esta distribución de líneas de flujo se encuentra presente aleatoriamente en todo el material, incluyendo su centro (estado crítico).

De la forma descrita para la ecuación $F(T)$, y sabiendo que el tamaño de los sitios de anclaje debe de ser del mismo orden de magnitud que ξ [22], consideraremos $F(T) \approx 1$. De igual modo, para efectos del cálculo en el régimen I, consideraremos que el defecto en cuestión tiene la misma longitud en el plano ab como a lo largo de la dirección z: $D_i \approx D_i^z$.

Con estas consideraciones previas, podemos reescribir la ecuación 6.8a: $J_C/J_0 = 0.14 n_i^{1/2} D^{3/2}/\varepsilon$, de donde podemos a su vez reescribirlo como:

$$n_i D = \left(\frac{J_C}{J_0}\right)^2 \frac{1}{0.49D^2} \tag{6.9}$$

El campo B^* que actúa como límite del régimen I es llamado campo característico o de acomodación y es equivalente a [37] $B^* \equiv \pi\phi_0 n_i (U_P/\varepsilon_0)$, donde U_P corresponde a la energía de anclaje por defecto y toma la forma [23] $U_P \approx \varepsilon_0 D F(T)/4$ por lo que reescribiremos el campo de acomodación a la forma $B^* \approx \pi\phi_0 n_i D/4$, e insertando la ecuación 6.9 obtendremos: $B^* \approx \frac{\pi\phi_0}{4*0.49D^2}\left(\frac{J_C}{J_0}\right)^2$, de donde obtendremos una estimación del tamaño del defecto que hace las veces de centro de anclaje:

$$D \approx \sqrt{\frac{\pi\phi_0}{1.96B^*}}\left(\frac{J_C}{J_0}\right) \tag{6.10}$$

Del valor experimental $J_0 \approx 3.73x10^8 A/cm^2$ estimado anteriormente, y tomando $B^* = 0.200748$ T de la gráfica 6.16 para la curva a T = 10 K, estimamos un valor de tamaño de defecto $D \approx 52.3133\, nm$, el cual es aproximadamente el diámetro de cristalito de la fase verde Y211 obtenido mediante DRX. De esto se puede entender que los sitios de anclaje están compuestos principalmente por dicha fase secundaria.

De la aproximación $B^* \approx \pi\phi_0 n_i D/4$ dada anteriormente, podemos estimar la densidad de defectos n_i, a partir de los valores B^* y D, de donde se ha estimado una densidad $n_i \approx 2.33x10^{21}m^{-3}$.

Conforme la intensidad del campo magnético externo es incrementada, el número de líneas de flujo que penetran el material también se incrementa, lo que se expresa en una densidad mayor de vórtices. El régimen II por tanto describe la región en que las interacciones vórtice-vórtice son importantes, siguiendo J_C un decrecimiento conforme la intensidad de H aumenta bajo la relación $J_C \propto H^{-\alpha}$. Los valores de α experimentales para cada temperatura de medición son observados en la figura 6.16 y resumidos en la tabla 6.6. Van der Beek *et al* [23], reportaron que para una distribución aleatoria de partículas mayores que el valor ξ no interactuando entre sí se tiene $\alpha = 5/8 = 0.625$, siendo cercado a los valores obtenidos de α encontrados. Este régimen se encuentra descrito por la ecuación 6.8b, donde se observa el valor del exponente 5/8 presente.

Un régimen III es observado con el mismo comportamiento decreciente de J_C respecto a H y limitado por los valores $B^* \leq \mu_0 H \leq B_a$, sin embargo este decrecimiento es mucho más notorio, expresándose en valores experimentales de $\alpha > 1$ para todas las temperaturas de medición, las cuales se resumen en la tabla 6.7. El modelo teórico usado por van der Beek *et al* [23] describe un decaimiento de J_C con un $\alpha = 1$, como se observa en la ecuación 6.8c. Esta región está caracterizada por una densidad mucho mayor de vórtices, la cual se incrementa hasta llegar a la región de cambio de regímenes III-IV.

Van der Beek [23] expresó el campo característico B_a en la forma $B_a = \phi_0(\varepsilon\frac{\varepsilon_0}{U_P})^2$, de donde, usando la expresión para U_P antes indicada y haciendo nuevamente $F(T) \approx 1$, tendremos la relación: $D \approx 4\varepsilon/\sqrt{B_a/\phi_0}$, obteniéndose un valor de $D \approx 30nm$, encontrándose dentro del orden de magnitud del diámetro de cristalito de la fase Y211, por lo que para todos los regímenes los cambios en los mecanismos de anclaje están relacionados únicamente a cambios en la interacción entre estos y no a nuevos sitios de anclaje, salvo para una región muy concreta la cual será estudiada a continuación.

	10 K	20 K	30 K	40 K	50 K	60 K	70 K
α	0.48313	0.94936	0.69767	0.65031	0.70602	0.86918	1.07601
C	5.0115	$1.41x10^{16}$	$9.807x10^{9}$	$6x10^{8}$	$6.921x10^{8}$	$1.027x10^{9}$	$1.19x10^{9}$

Tabla 6.6 Valores de ajuste para el régimen II.

	10 K	20 K	30 K	40 K	50 K	60 K	70 K
α	2.29819	1.46459	2.28049	3.24712	3.45785	4.68608	4.5673
C	$2.18x10^{17}$	$3.80x10^{12}$	$1.41x10^{16}$	$1.7x10^{18}$	$6.18x10^{18}$	$2.369x10^{22}$	$1.34x10^{21}$

Tabla 6.7 Valores de ajuste para el régimen III.

La línea que da inicio al régimen IV se observa que está constituida por los valores de campo de efecto pico B_{Peak} discutido en la sección anterior, siendo ahora capaces de dar un sentido físico al incremento anómalo de J_C en valores de B_{Peak}: a estos valores de campo, los vórtices, que envuelven una pequeña región no superconductora, se sobrelapan, incrementando estas regiones normales no superconductoras al punto de ser comparables con el valor ξ y por tanto actuando estas regiones no superconductoras como sitios de anclaje de vórtices [22], mitigando el movimiento de estos vórtices e indirectamente incrementando momentáneamente el valor de J_C. Este incremento momentáneo de los valores de J_C es observado más claramente a bajas temperaturas (10 y 30 K). Es evidente que las regiones no superconductoras actúan como centros de anclaje a valores de campo determinados y muy restringidos: conforme se sigue aumentando el valor de B_{ext} se pierde la superconductividad, observándose esto en la rápida caída de los valores de J_C hasta llegar a cero una vez que se alcanzaron valores mayores a B_{Peak}.

Para estudiar más a detalle el régimen IV, el cual como se observa está limitado por valores de campo $B_{Peak} \leq \mu_0 H \leq B_{irr}$, analizaremos la Fuerza de anclaje o *pinning* y su relación con el campo aplicado, como se presenta en la siguiente sección.

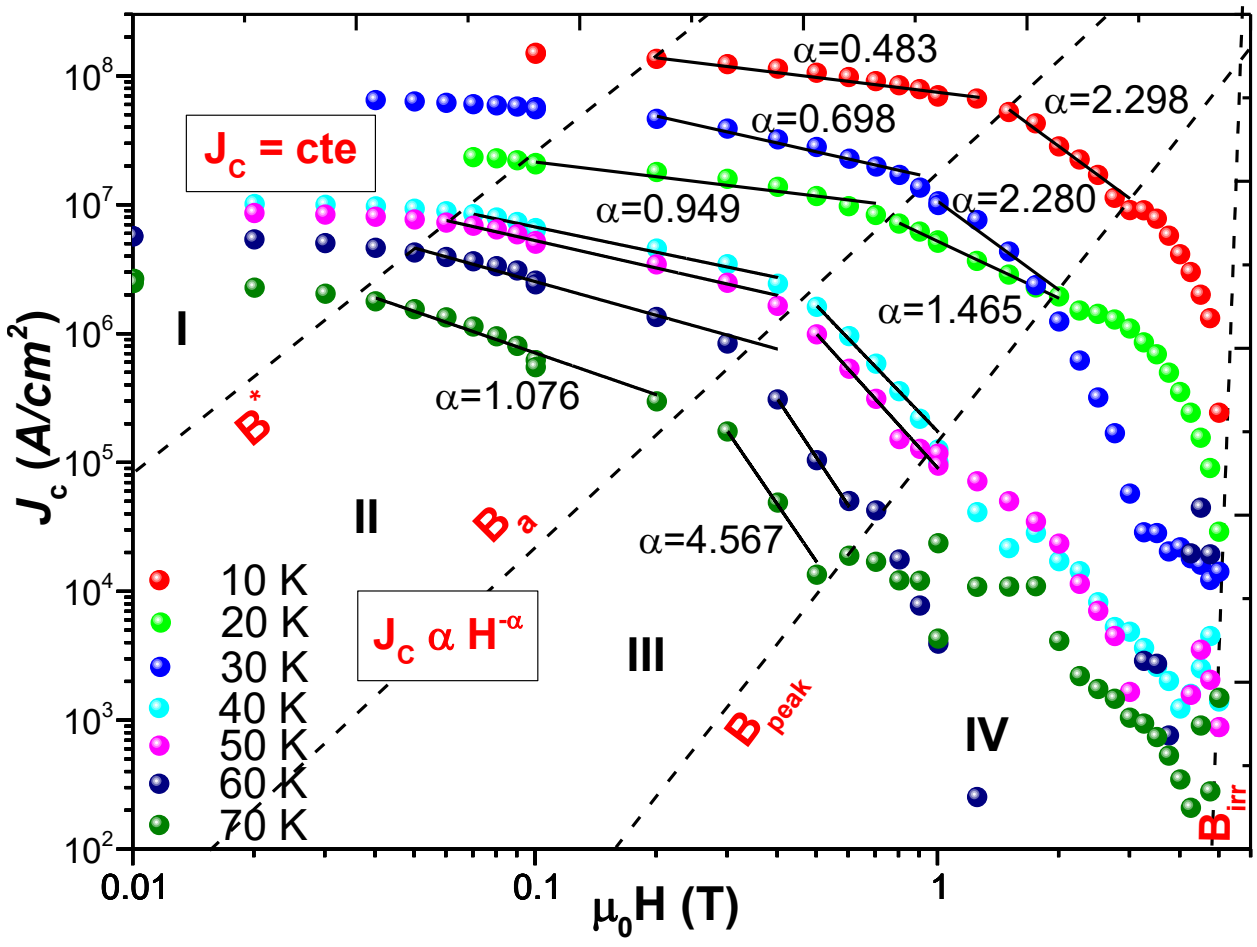


Figura 6.16 Curvas J_C(B) en escala log-log. Se observan 4 regiones de comportamiento de vórtices.

6.7 Fuerza de Fijación F_P

Como se mencionó anteriormente, las impurezas y defectos en la muestra actúan como centros de anclaje de líneas de flujo magnético, impidiendo así el movimiento de estos a través del material y confinándolos a formar determinados arreglos. Para una muestra sin impurezas o defectos el movimiento de vórtices estaría dado por la fuerza de Lorentz $\vec{F}_L = \left(\frac{1}{C}\right)\vec{J}\mathrm{x}\vec{B}$, por lo que la fijación de vórtices está sujeta a la condición $F_L < F_P$. Esta Fuerza de Fijación (F_P), también llamada fuerza de fijación volumétrica del flujo magnético, está relacionada con la Densidad de Corriente J_C calculada anteriormente de la forma [18]:

$$F_P = J_C \mu_0 H_{ext} \tag{6.9}$$

Donde J_C es el máximo valor local de J la cual conserva el gradiente de la distribución de vórtices en la relación $F_P = (\partial H/\partial B)BJ_C/c$, visto de otro modo: si se tiene una densidad de corriente superconductora $J > J_C$ en el material, F_L superaría a F_P, los vórtices escapan de los sitios de atrapamiento de líneas de flujo y fluyen por el material guiados por la fuerza de Lorentz, dando lugar al fenómeno de *vortex flow* o flujo de vórtices. Como ya se mencionó en la sección 6.3, existiría una "fase líquida", la cual es caracterizada por este desplazamiento de vórtices.

Para valores inferiores o próximos a J_C, igualmente existe una probabilidad que los vórtices puedan desplazarse de los centros de anclaje por un proceso de activación térmica, dando lugar al fenómeno de arrastre de líneas de flujo o *vortex creep*, el cual fue explicado en el apartado 2.5 de la presente tesis. Finalmente, cuando se produce el equilibrio entre la fuerza de Lorentz F_L y la fuerza de fijación F_P, se establece el estado crítico en el material: la corriente superconductora alcanza su valor máximo y $J \rightarrow J_C$. La figura 6.17 muestra las curvas de fuerza volumétrica de anclaje para cada temperatura de medición T = 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K.

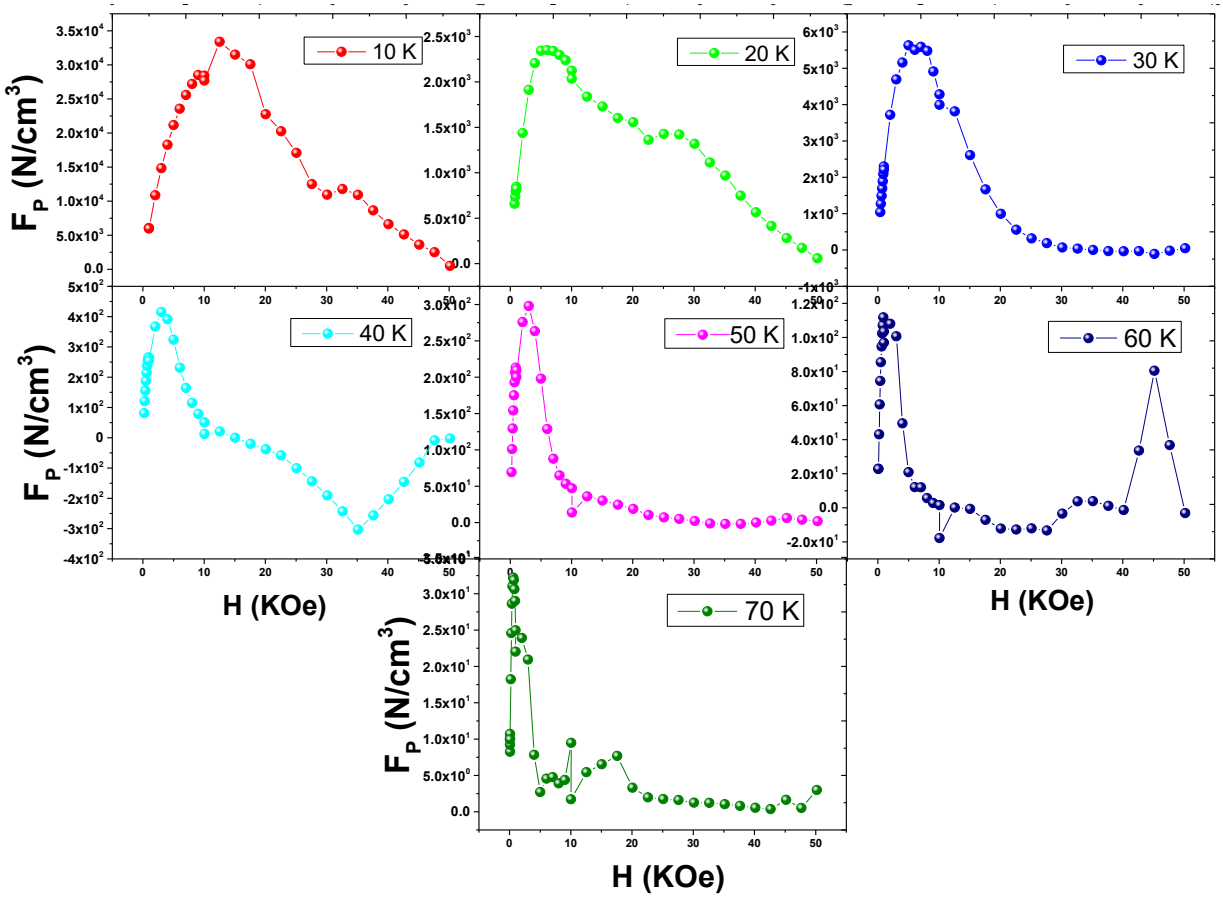


Figura 6.17 Curvas de Fuerza volumétrica de anclaje para temperaturas experimentales de 10 -70 K.

Para un superconductor tipo II, la densidad volumétrica de fuerza de anclaje F_P, obedece la ley de escalamiento de Kramer [38]:

$$F_P = [B_{irr}(T)]^m f(h) \tag{6.11}$$

Donde $m = 2.5$ como valor teórico para superconductores de alta temperatura crítica [37, 38]. La importancia de esta relación es que se puede predecir valores de F_P para diferentes temperaturas a partir de una sola medición experimental a una temperatura determinada.

Además h es el campo reducido H/H_{irr} y por tanto $f(h)$ es la función del campo reducido el cual se relaciona a su vez con la fuerza volumétrica máxima de la forma:

$$f(h) = \frac{F_P}{F_P^{max}} \tag{6.12}$$

De la ecuación 6.11, es posible estimar experimentalmente el valor m a partir de la gráfica 6.18, la cual muestra los valores experimentales de F_P^{max} respecto al campo H para cada temperatura, en escala log-log. Se observa que los valores toman una tendencia lineal, de donde el valor de m =2.123 experimental es la pendiente de la línea ajustada.

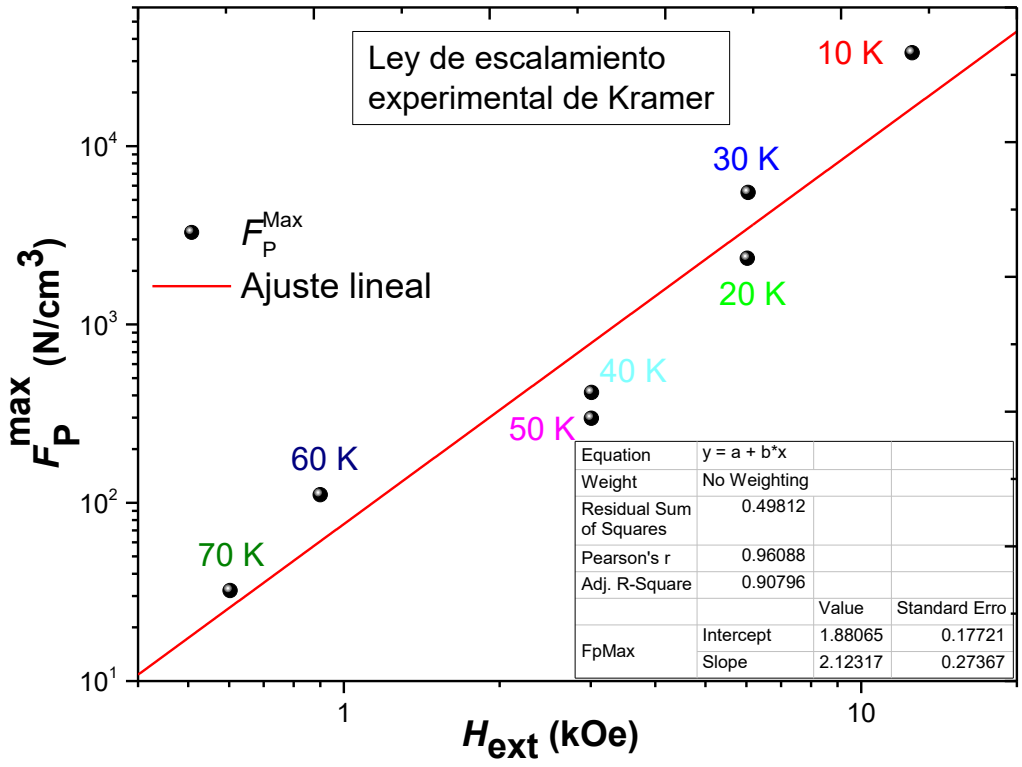


Figura 6.18 F_P^{max} vs H en escala log-log, donde se observa experimentalmente la ley de escalamiento de Kramer para las temperaturas de 10 a 70 K.

Por lo tanto se tiene la ley de escalamiento experimental para la muestra de $F_P = [B_{irr}(T)]^{2.12} f(h)$. Con la finalidad de expresar completamente la fuerza volumétrica de anclaje, se calculará la función $f(h)$, la cual en general toma la forma [37]:

$$f(h) \propto b^p (1-b)^q \tag{6.13}$$

La figura 6.19 muestra las curvas $f(h)\ vs\ h$, de donde se ajusta la curva de la ecuación 6.13. Se observa que todos los valores experimentales, salvo la curva a T = 10 K, cumplen con la curva en color verde con $h = 0.123$. La curva en T = 10 K muestra un corrimiento respecto al resto de valores, con $h = 0.180$. Dicho corrimiento es posiblemente debido a que se encuentra en la región de bajas temperaturas, donde no necesariamente debe encajar con los valores a altas temperaturas [37]; sin embargo, corrimientos de los valores de h también son debidos a que esta fuerza está relacionada a otro mecanismo de anclaje de vórtices. Esto se debe a que la región de bajas temperaturas está caracterizada por la ausencia de interacción entre vórtices, como se explicó anteriormente.

A fin de corroborar que esta diferencia en el mecanismo de anclaje no está relacionado a un cambio en los sitios de *pinning*, estimaremos el tamaño de defecto cuando $B = B_{Peak}$, cuya región debe estar descrita por la ecuación 6.8c, y tomando las mismas consideraciones anteriores: $F(T) \approx 1$, $D_i \approx D_i^z$, y de la curva a 10 K en la figura 6.16: $J_C^{Peak} \approx 0.09090373x10^8 A/cm^2$, estimamos que el diámetro de defecto es

aproximadamente 40 nm, sugiriendo que los sitios de anclaje siguen estando compuestos por la fase secundaria Y211 para la curva a 10 K.

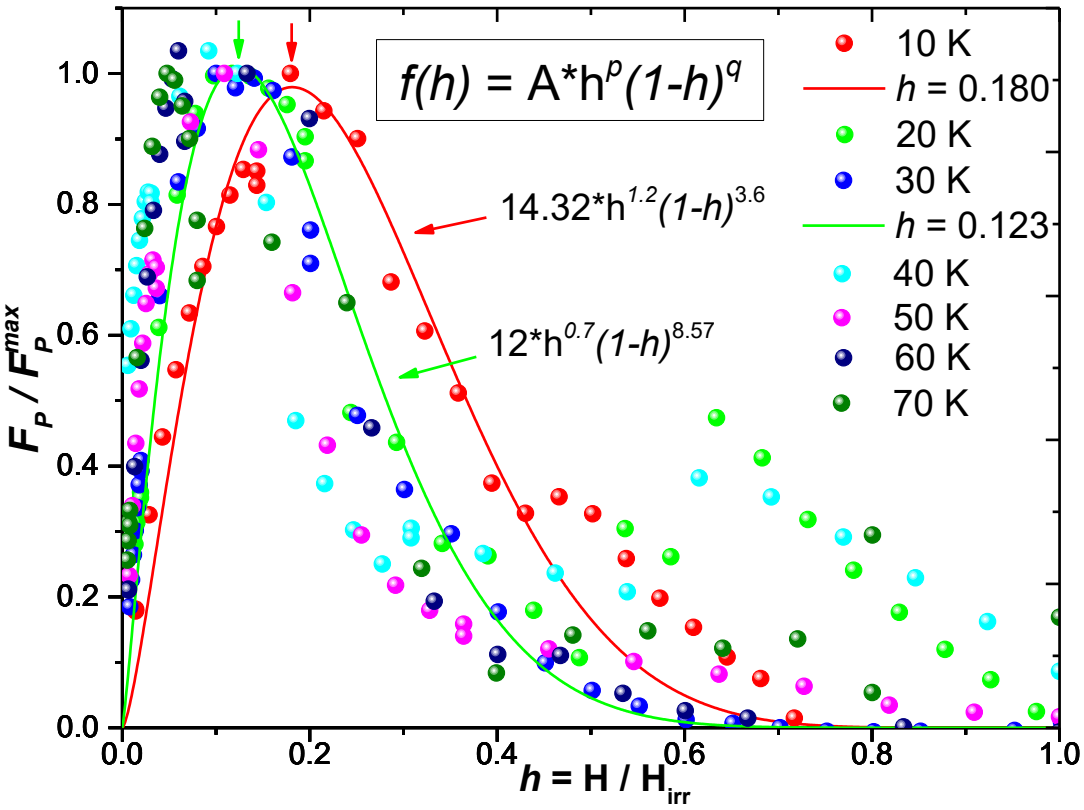


Figura 6.19 Campo reducido $f(h)$ vs h donde se ajusta la curva de la ecuación 6.13

A partir de las ecuaciones 6.12 y 6.13 y sus respectivos parámetros experimentales obtenidos de las figuras 6.18 y 6.19, podemos expresar la fuerza volumétrica de anclaje de vórtices como:

$$F_P = 12[B_{irr}(T)]^{2.12} h^{0.7} (1-h)^{8.57} \qquad (6.14)$$

Válido para la región de valores de temperatura T = 20 a 70 K. La fuerza de anclaje para la temperatura T = 10 K (y posiblemente también a menores temperaturas) será expresado como:

$$F_P = 14.32[B_{irr}(T)]^{2.12} h^{1.2} (1-h)^{3.6} \qquad (6.15)$$

6.8 Relajación Magnética

Mediciones de magnetización con respecto al tiempo en el estado superconductor son realizadas a T = 10, 30, 40 y 60 K y bajo un campo magnético externo de $\mu_0 H_{ext} = 1$ T aplicado transversalmente a la muestra. Los resultados son mostrados en la figura 6.20. El protocolo de medición se realizó en modo *Field Cooling* (FC) de la siguiente manera:

$$FC(H_{ext}) + H_{ext} \rightarrow 0 + M_r(t) \tag{6.16}$$

1. A temperatura ambiente (300 K aprox.) se somete la muestra a un proceso de *Field Cooling*; es decir, se aplica el campo externo y se reduce la temperatura a 10, 30, 40 o 60 K.

2. Cuando la temperatura (T) se estabiliza (aproximadamente 10 minutos), el campo magnético externo H_{ext} es retirado y se mide la evolución temporal de la imanación remanente $M_r(t)$ el cual se encuentra asociado a la salida de flujo magnético de la muestra. En caso el protocolo de medición sea *Zero-Field Cooling* (ZFC), la magnetización detectada tomaría valores positivos, observándose una curva invertida respecto a la que se observa en 6.20.

3. Al terminar la medida, la muestra es calentada a $T > T_C$ para eliminar el flujo magnético que pudiese quedar atrapado.

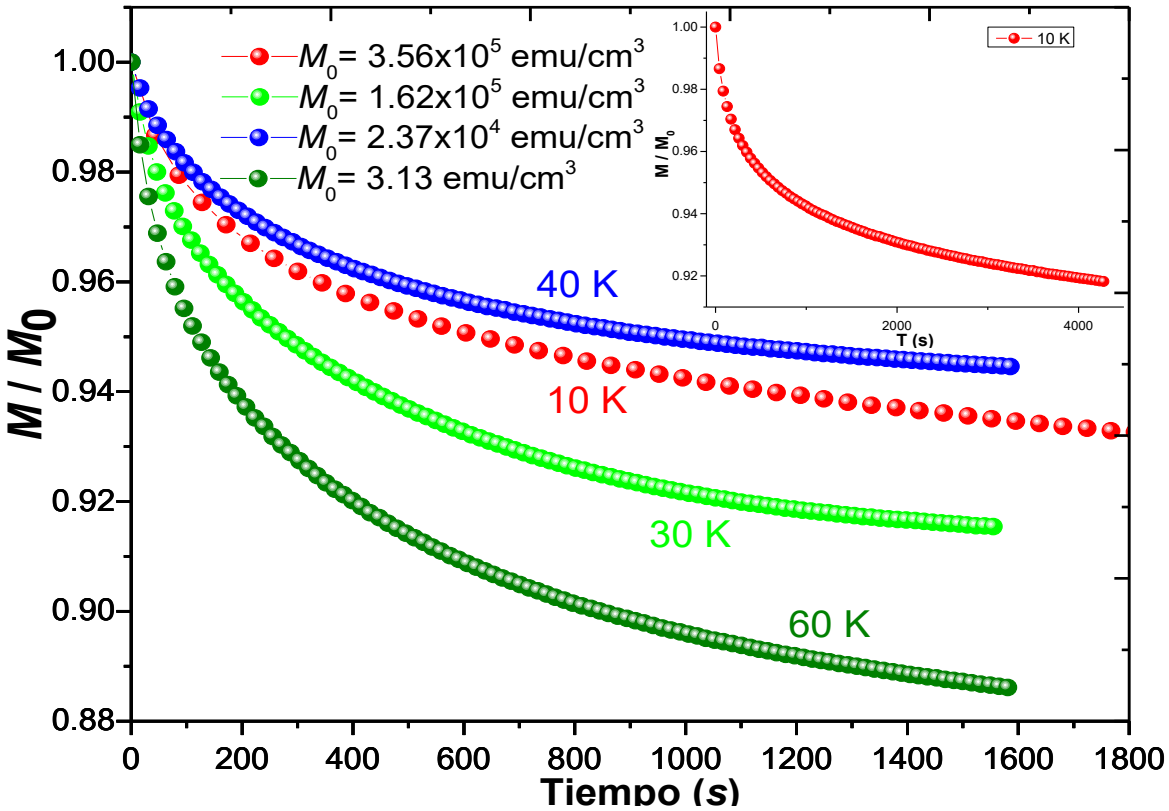


Figura 6.20 Medidas de relajación magnética a T=10, 30, 40 y 60 K. Se observa el decrecimiento del momento magnético respecto al tiempo.

Medidas de relajación magnética en el estado normal a T = 100 K y $\mu_0 H_{ext} = 1$ T son mostradas en la figura 6.21. Se observa una rápida estabilización de los valores de momento magnético, siendo en 700 segundos estabilizado en $5\text{x}10^{-6}$ emu. La obtención de un valor positivo de susceptibilidad magnética, dará cuenta de una respuesta paramagnética del material en su estado normal, tal como se dedujo del valor de Temperatura de Curie θ_C obtenido anteriormente en la sección 6.1, donde la muestra en su estado normal tiene una respuesta paramagnética del tipo Curie-Weiss.

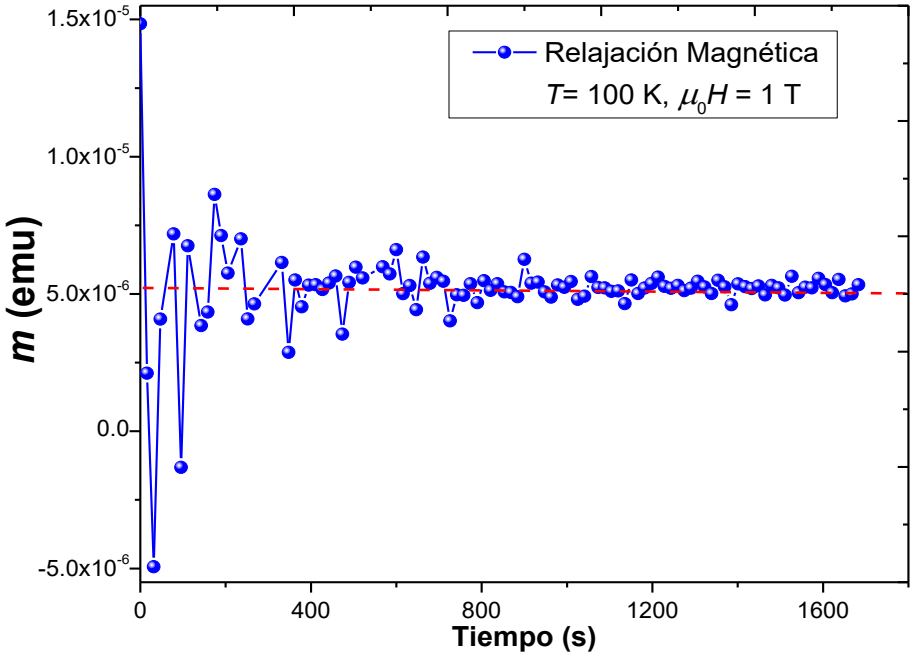


Figura 6.21 Relajación magnética para la muestra YBCO en el estado no superconductor.

De las medidas de relajación en estado superconductor mostradas en la figura 6.20 se puede estimar la tasa de relajación para la zona de decaimiento logarítmico (modelo Anderson-Kim). Las curvas de relajación en escala log-log son mostrados en la figura 6.22. Se aprecia que la zona de decaimiento logarítmico se encuentra para todos los casos a valores altos de tiempo, reduciéndose este régimen conforme la temperatura de relajación es aumentada. De estas gráficas podemos concluir que no podemos estudiar el arrastre temporal de vórtices usando el modelo *flux-creep* de Anderson y Kim descrito en el capítulo 2.

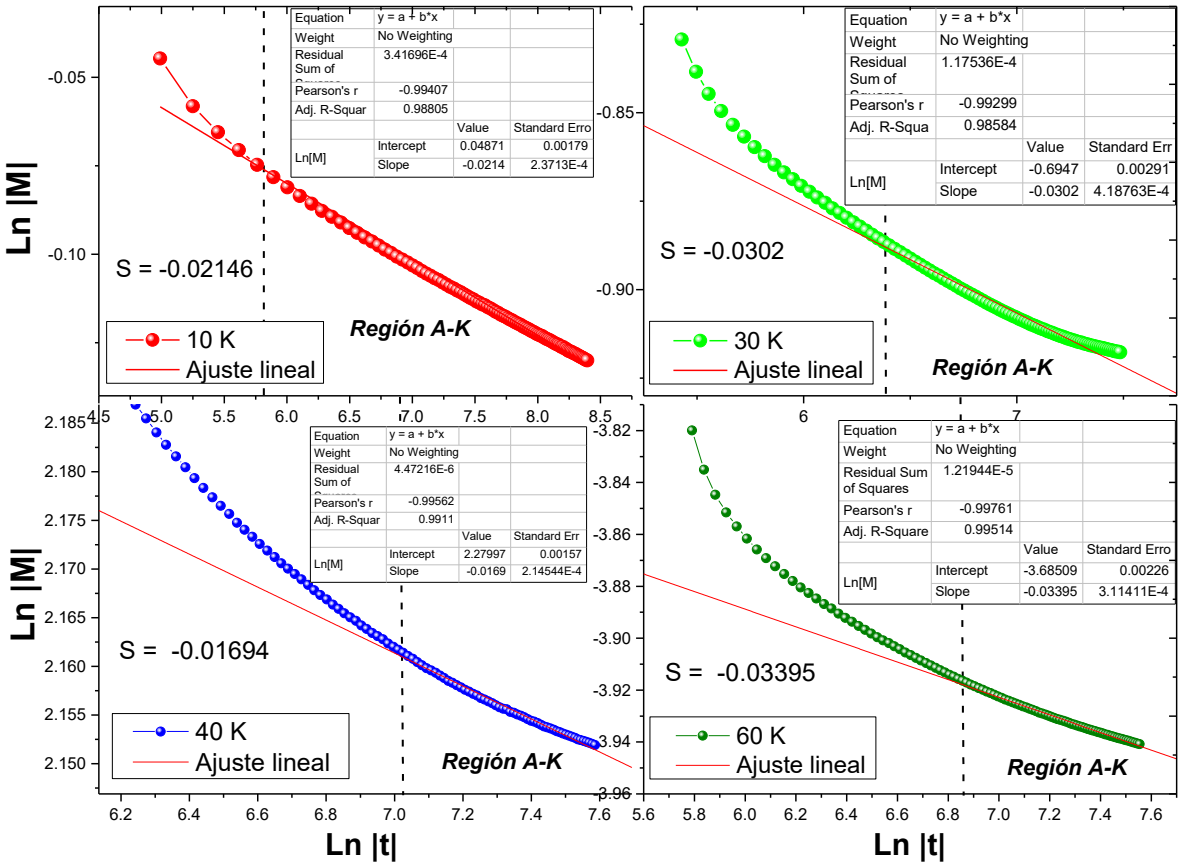


Figura 6.22 Tasas de relajación magnética a 10, 30, 40 y 60 K. Se observa un comportamiento lineal en la parte final de cada curva.

6.9 Energía de activación U(*J*)

Podemos aplicar el modelo tipo barrera de la ecuación 2.8 para expresar la energía efectiva de anclaje o *pinning*, o también llamada Energía de activación como función de la densidad de corriente J en la fase de vidrios de vórtices:

$$U_{eff}(J,T,B) = \frac{U_0(T,B)}{\mu}\left[\left(\frac{J_{C0}}{J}\right)^{\mu} - 1\right] \tag{6.17}$$

Donde $U_0(T,B)$ es la energía de anclaje en ausencia de J o energía característica, J_{C0} es la densidad de corriente en ausencia de anclaje y μ es el exponente *glassy* o vidrioso mencionado anteriormente, donde para el modelo de *Vortex-glass* es $\mu \leq 1$, mientras que varía su dimensión en el modelo de anclaje colectivo [36]. Debido a que nuestras medidas fueron todas realizadas bajo el mismo campo externo de 1 T, para nuestro caso se tendrá $U_{eff}(J,T,B) = U_{eff}(J,T)$.

Del mismo modo definiremos la función térmica $G(T)$ como:

$$U_0(T,B) = U_0(B)G(T) \tag{6.18}$$

Siendo para nuestro caso $U_0(B) = U_0$ por lo expuesto anteriormente. Esta función térmica ayuda a darle continuidad a la energía de anclaje obtenida a bajas y altas temperaturas de medición.

Maley [39] desarrolló un método útil para obtener experimentalmente la energía efectiva de anclaje a partir de las curvas M(t) o $J(t)$:

$$U_{eff} = -Tln\left|\frac{dM}{dt}\right| + TA \tag{6.19}$$

Donde A es una constante independiente del tiempo y relacionada a la velocidad media de salto de la forma $A = \ln(\frac{J_C}{\tau})$. El método de Maley consiste en graficar los valores $U_{eff}\ vs\ J$ y ajustar la constante A hasta conseguir que todos los datos se alineen o encajen en una curva suave. Debido a que la magnetización medida es irreversible, podemos relacionar mediante modelo de Bean los valores M con J. La figura 6.23 muestra los valores $U_{eff}(B,T)\ vs\ J$ aplicando el método de Maley y utilizando como constante A = 52. Se observa un desencaje en los valores a T = 40 K debido a que esta es aun la energía dependiente de la temperatura.

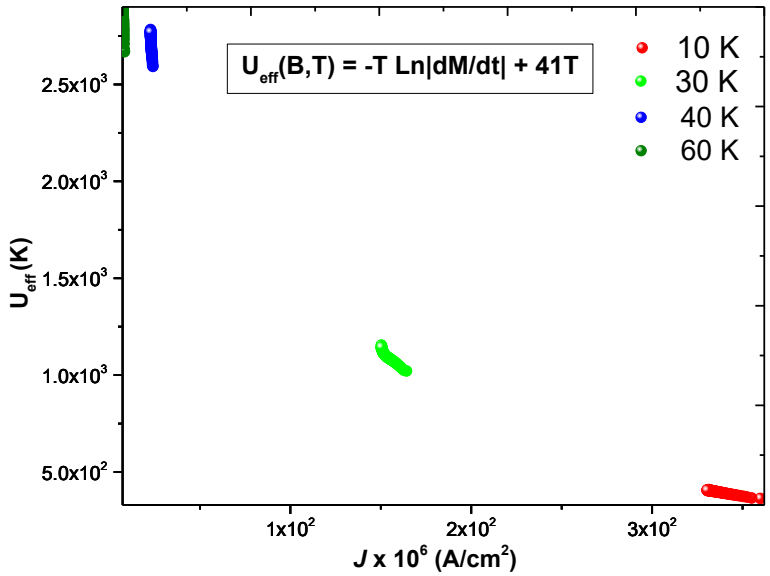


Figura 6.23 Valores experimentales $U_{eff}(B,T)\ vs\ J$ usando el método de Maley

Con la finalidad de poder expresar la energía efectiva de manera independiente a la temperatura de medición y obtener una curva suave, usaremos la expresión 6.18, donde tomaremos una función térmica $G(T)$ de la forma [22, 40]:

$$G(T) = [1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^2]^{3/2} \tag{6.20}$$

La figura 6.24 muestra las curvas $U_{eff}(B) vs\, J$. Se observa que tomando el valor A = 52 ya mencionado anteriormente, las curvas isotérmicas caen sobre una curva suave, mostrada como una curva entrecortada roja en la gráfica, la cual representa el ajuste realizado de la ecuación 2.8 con el exponente *glassy* $\mu = 0.87$, acorde a la teoría *Vortex glass* mencionada en el capítulo 2.

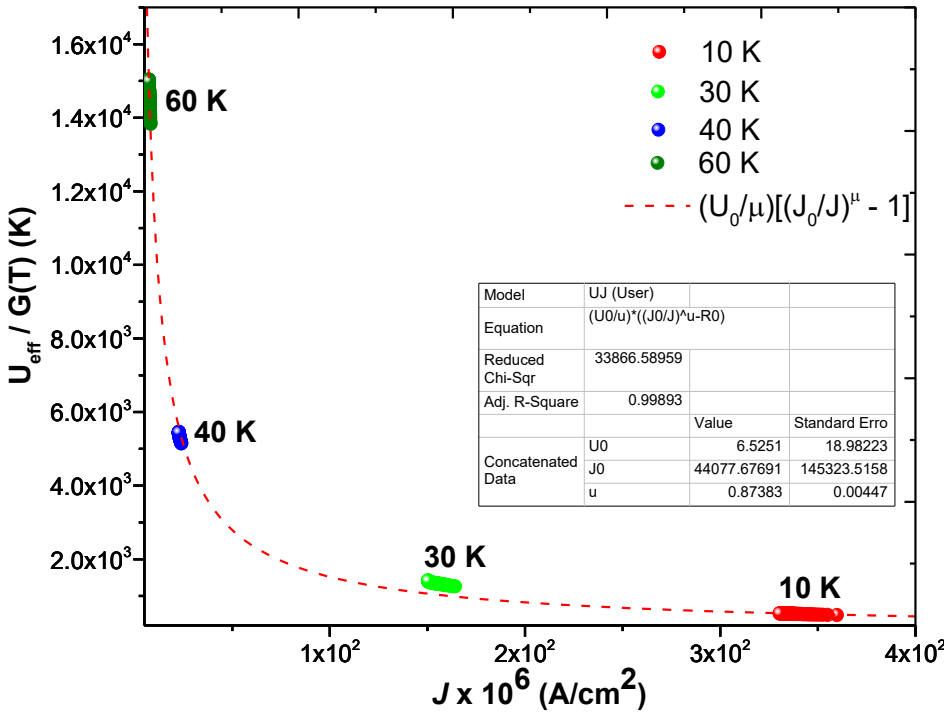


Figura 6.24 Curva $U_{eff}(B) vs\, J$ ajustada mediante la ecuación 2.8 y A = 52

De esta gráfica se observa un pequeño desfasaje de la isoterma a 30 K respecto a la curva ajustada. Para analizarlo más a detalle, la figura 6.25 muestra la curva $U_{eff}(B) vs\, J$ en escala log-log. Como se indicó en el capítulo 2, la ecuación 2.8 utilizada es compartida por los modelos de *vortex-glass* y *collective creep*. En esta figura se observa que las isotermas no encajan suavemente en una única curva de ajuste, sino en dos: la primera con valores altos de temperatura (60 y 40 K) y con $\mu = 0.89 \approx 7/9$ y donde se produce un arrastre colectivo de grandes grupos de líneas de flujo. La segunda región es a valores menores de temperatura (10 y 30 K) con $\mu = 1.21 \approx 3/2$ y puede ser explicado como un arrastre colectivo de pequeños grupos de vórtices. Acorde al modelo de arrastre colectivo, debe existir una tercera región a valores muy bajos de temperatura, donde el arrastre de vórtices debe ser individual y no en grupos como los casos antes mencionados.

Los valores obtenidos de la energía característica de anclaje $U_0(T, B)$ para los ajustes realizados mediante el método de Maley son: 6.52, 32.46 y 19.78 K, los cuales pueden

opcionalmente ser expresados en unidades eV mediante la constante de Boltzmann $k = 8.86173324x10^{-5}$ eVK^{-1} dando 0.578, 2.877 y 1.753 meV respectivamente. Estas energías serían las alturas de las barreras en caso se expresen los sitios de anclaje como pozos de potencial y se observa que son valores muy bajos [22], lo cual cumple con la definición de relajación gigante de Yeshurun y Malozemoff [10] dentro del modelo de *Giant flux-creep*.

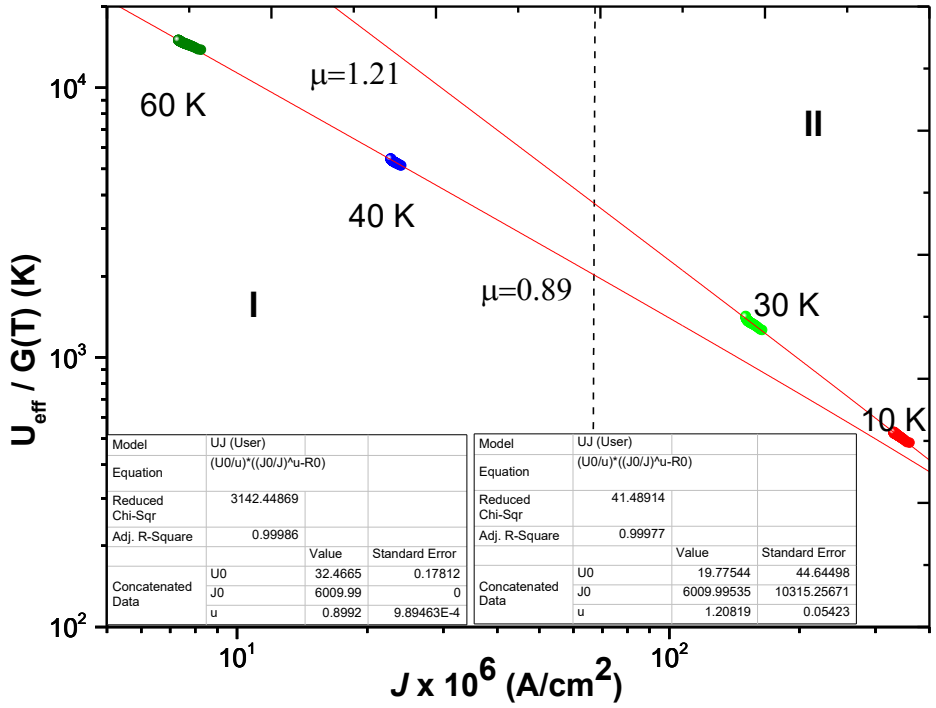


Figura 6.25 Curva $U_{eff}(B) vs\ J$ en escala log-log. Se aprecian dos regiones de arrastre colectivo de vórtices.

A partir de la ecuación 2.10, se puede estimar el tiempo característico para el intento de salto (τ) de un vórtice o grupo de vórtices de un sitio de anclaje a otro con la relación:

$$A = \ln\left(\frac{J_0}{\tau}\right) \tag{6.21}$$

Donde tomaremos los valores $J_0 = 6009.99\frac{MA}{cm^2}$ y $A = 52$ que se encontraron usando el método de Maley en las figuras 6.23 y 6.24. De aquí podemos calcular un tiempo de salto de $\tau = 18.99x10^{-6}$segundos; es decir, los vórtices saltan de un sitio de anclaje a otro en un tiempo del orden de los microsegundos, lo cual concuerda con la literatura encontrada [22,13]. Esto complementa la idea de un arrastre gigante de vórtices mencionado líneas arriba: la energía U_0 requerida por uno o más vórtices para dar un salto a otro sitio de anclaje es muy pequeña, por lo que la probabilidad de arrastre de líneas de flujo es alta, expresándose en tiempo de salto muy pequeños, en este caso del orden de microsegundos.

6.10 Curvas características *E-J*

El movimiento de los vórtices, y por tanto de líneas de flujo magnético en el material, producen en general un campo eléctrico inducido E paralelo a la densidad de corriente J, como se observa en la figura 6.26, el cual puede ser obtenido directamente de mediciones de transporte mediante el arreglo de 4 puntas. Sin embargo, la colocación de contactos en el filme a fin de prepararlo para la técnica resulta inconveniente si se requiere posteriormente utilizar la muestra para otras técnicas. Por lo tanto las estimaciones del campo eléctrico E, fueron obtenidas sin usar técnicas destructivas.

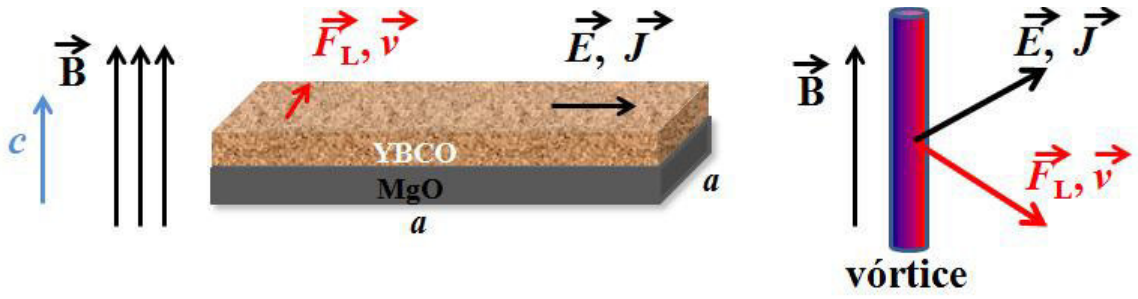


Figura 6.26 Izquierda: Esquema del movimiento de vórtices con velocidad $\vec{v}$, paralelo a la fuerza de Lorentz. Se genera un campo eléctrico inducido $\vec{E}$ paralelo a J. Derecha: Esquema de un vórtice en movimiento en la muestra superconductora.

Las mediciones de transporte nos dan la ventaja de obtener altos valores de disipación y por tanto altos valores de campo eléctrico inducido E [41] típicamente del orden de $E{\sim}1\mu V/cm$ [13], sin embargo se encuentran limitadas por altas temperaturas de medición y bajas corrientes debido al posible calentamiento de los contactos. Por otra parte, se pueden estimar las curvas características $E-J$ por mediciones magnéticas, donde se tiene la ventaja de poderse realizar en regiones de bajas temperaturas y dependiente de la medición magnética para encontrar $E(J)$, se obtienen órdenes de magnitud de E bajos y muy bajos respecto a las medidas de transporte.

La primera técnica magnética para calcular el campo eléctrico inducido E es por medio de medidas de momento magnético vs un campo magnético con una tasa de variación baja (200-10) Oe/s [41] la cual varía respecto al tiempo, lo cual genera un flujo magnético $d\varphi/dt$ variante respecto al perímetro de la muestra $4a$ y por tanto produciendo una inducción de $\vec{E}$ de la forma [41, 42]:

$$E = \frac{d\varphi/dt}{perímetro} = \frac{1}{perímetro}\frac{d}{dt}(área\ x\ campo\ magnético) = \frac{a}{4}\left(\frac{dB}{dt}\right) \quad (6.22)$$

Donde, de los valores temporalmente cambiantes dB/dt estimaremos los valores de E, los cuales para estimaciones con esta técnica toma el rango de valores $E{\sim}10^{-7}-10^{-9}V/cm$ y de los valores de momento magnético podemos obtener, mediante modelo de Bean,

valores de densidad de corriente J. Estos valores se obtendrán a partir de las curvas $M - H$, donde H evoluciona temporalmente en tasas constantes como se observa en la figura 6.27, la cual fue medida a la temperatura T = 10 K. Donde los valores ascendentes y descendentes de campo magnético conformarían el ciclo de histéresis visto previamente.

Se observan dos rampas de variación temporal con 74.76 y 4.94 mT/s las cuales cumplen con el rango de valores de aplicación para el cálculo de E para la sección de valores de campo magnético que se empleará, donde posteriormente se calculará dB/dt a usar en la ecuación 6.22.

Bajo la misma metodología se tomarán rangos de medición para valores de temperatura 20, 30, 40, 50, 60 y 70 K, calculándose el campo eléctrico inducido E en el perímetro de la muestra.

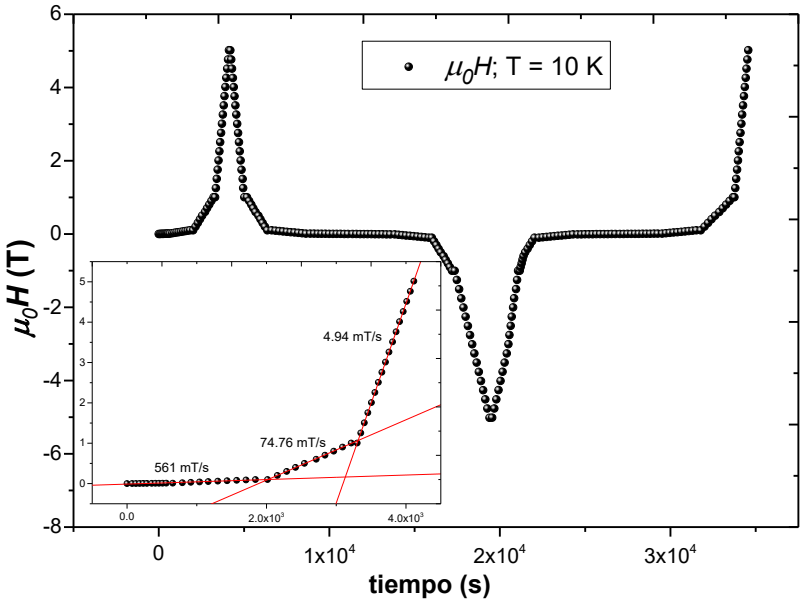


Figura 6.27 Variación del campo magnético $\mu_0 H$ respecto al tiempo en 10 K.

La segunda técnica para calcular el campo Eléctrico inducido será a partir de las mediciones de arrastre de vórtices respecto al tiempo, es decir relajación magnética, donde la entrada y salida de flujo magnético en la muestra a un campo externo constante también crea un campo E. Experimentalmente las curvas de relajación son medidas a campo constante y transversal a la muestra $\mu_0 H = 1$ T y a temperaturas T = 10, 30, 40 y 60 K, como se observa en la sección 6.8. Como las medidas de momento magnético vs tiempo fueron realizadas sobre toda la muestra, el campo eléctrico inducido E se da en el perímetro del filme como en el caso anterior, relacionándose con el decaimiento temporal de J (o de M, tomando en cuenta que $dJ/dt \propto dM/dt$) mediante [41, 42]:

$$E(J) = \mu_0 \frac{\pi a d}{12}\left(\frac{dJ}{dt}\right) \tag{6.23}$$

Siendo, al igual que en el método anterior, a el valor del lado de la muestra y d el espesor del mismo. Mediante esta técnica se obtienen típicamente valores de campo eléctrico inducido $E{\sim}10^{-10} - 10^{-13} V/cm$.

A partir de los cálculos de E mediante los dos métodos de campo magnético externo variante y arrastre de vórtices explicados anteriormente, se obtienen las curvas características $E - J$ para las distintas temperaturas de medición y a campo externo de 1 T, las cuales se muestran en la figura 6.28. El primer método expresa valores de E respecto al campo B externo variante, por lo que se toman únicamente los valores de E correspondientes con al campo $\mu_0 H = 1$ T a fin de darle una continuidad a las curvas mostradas.

De la gráfica 6.28 se observa que el eje de densidad de corriente J se ha expresado en valores $J_C d$, donde d como ya se mencionó es el espesor del filme superconductor, y ambos ejes en escala log - log, esto con la finalidad de poder expresar los valores en unidades A/cm y poder corroborar que las curvas características mostradas siguen una ley del tipo $E \propto J^n$ [42], de donde se ajustan valores del índice n para cada caso, los cuales se muestran en la gráfica.

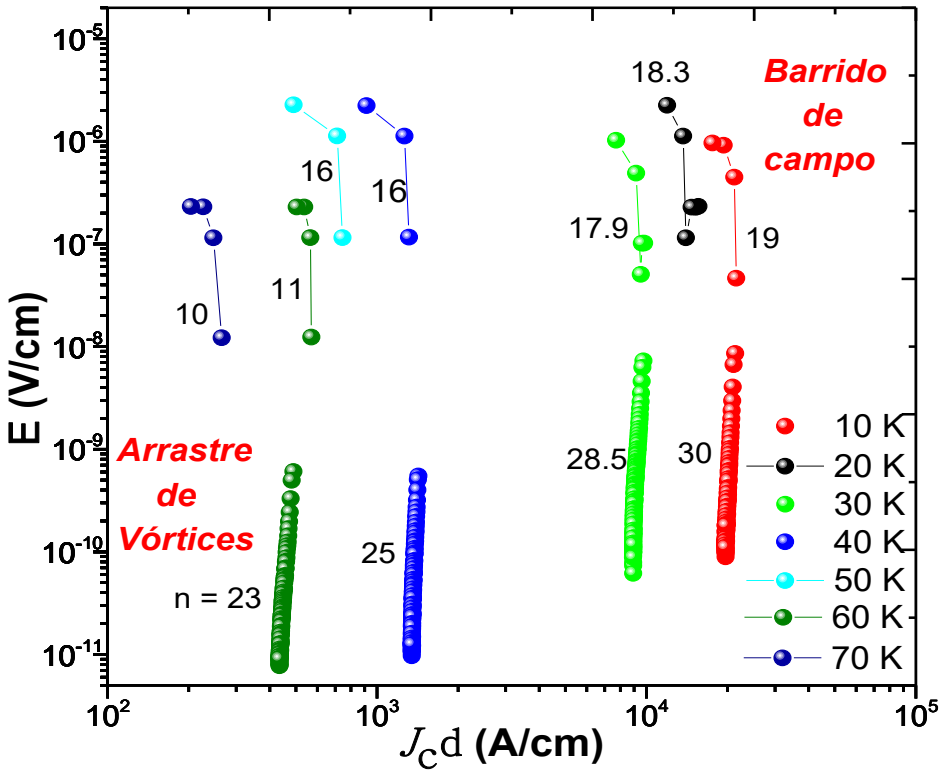


Figura 6.28 Curvas $E - Jd$ determinado de medidas magnéticas bajo $\mu_0 H = 1$ T

Se aprecian corrimientos en la continuidad de las curvas a temperaturas de 40 y 60 K, los cuales pueden deberse a fluctuaciones térmicas, al tratarse de mediciones distintas; sin embargo, de la gráfica 6.16 donde se estudió la dinámica de vórtices, se observó que para

las curvas a T = 40 y 50 K existe una transición de régimen de vórtices o cambio de mecanismo de anclaje, siendo esta la causa para las desviaciones observadas en figura 6.28.

En caso se tuviesen adicionalmente mediciones de transporte, las curvas de las mismas se encontrarían naturalmente en la parte superior de la gráfica en el orden de 10^{-3} V/cm, siguiendo el comportamiento $E - J$ observado.

7 Textura fuera-del-plano y anisotropía magnética

7.1 Índice de textura

A partir de la ecuación 7.1 [43, 44] podemos estimar la fracción de granos (f_c) de YBCO orientados en el eje de crecimiento *c* en la película:

$$\frac{I^{005}}{I^{200}} = \frac{f_c \cdot I^{005}_{stand}}{(1 - f_c) I^{200}_{stand}} \tag{7.1}$$

Donde las intensidades de los picos (*005*) y (*200*) son obtenidas por DRX en nuestra muestra texturada y las indicadas como stand o estándar son obtenidas del PDF 40-159, es decir a intensidades aleatorias de los perfiles del YBCO en polvo. Del cálculo se obtuvo un valor *fc* = 0,98, lo cual indica que aproximadamente un 98% de los granos de YBCO, respecto al total de la muestra, crecieron conforme a la orientación preferencial dada por el sustrato MgO. Dicho porcentaje nos da una buena textura fuera-del-plano o uniaxial del filme.

7.2 Mediciones ω-scan o Rocking Curves

Para el estudio de la textura fuera-del-plano respecto al eje de crecimiento *c* se emplearán mediciones ω-scan, también llamadas Rocking Curves, alrededor de la reflexión (005) mostrada en el DRX, la cual tiene su posición angular en 2θ~38.52º. La figura 7.1 bosqueja la textura fuera-de-plano.

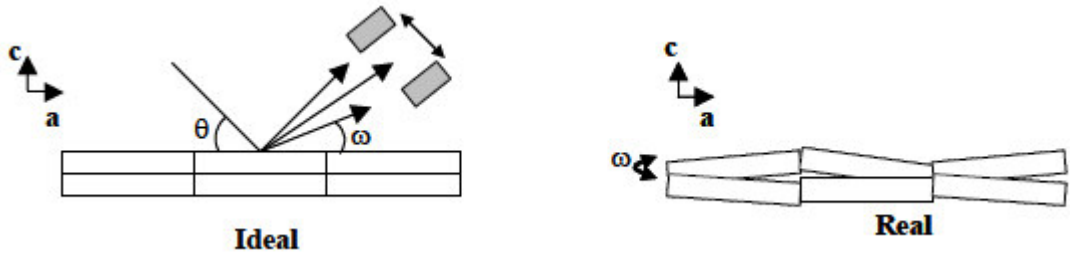


Figura 7.1 Medición del ángulo de inclinación ω. [53].

Como se aprecia en la figura 5.3, la cual muestra el patrón DRX, las reflexiones (003) y (005) tienen una alta intensidad, además de encontrarse relativamente alejadas del pico altamente texturado de MgO; sin embargo, al ser la reflexión (005) usualmente la escogida para estas mediciones se tomará en particular esta reflexión para realizar la medición indicada. En principio, también se podría realizar el ω-scan sobre otros picos del tipo (00l) de la fase YBCO siempre que no se encuentren estas sobrelapadas con fases secundarias y en general presentan una relativa alta intensidad a fin de detectarlos más fácilmente. La figura 7.2 muestra el Rocking curve, donde se observa la presencia de una única región de textura o distribución de granos texturados con un ángulo de desviación promedio con

respecto a la reflexión (005) de 0.81°, a diferencia de trabajos anteriores, donde se observaba la presencia de dos o hasta tres regiones texturadas [3] El valor de la desviación angular respecto a la reflexión (*005*) está dado por el ancho a media altura (*full width at the half maximum*, FWHM). Por tanto se entiende que el 98% de cristalitos YBCO calculado anteriormente se encuentran desviados en promedio 0.81° respecto al eje de crecimiento o eje-*c*.

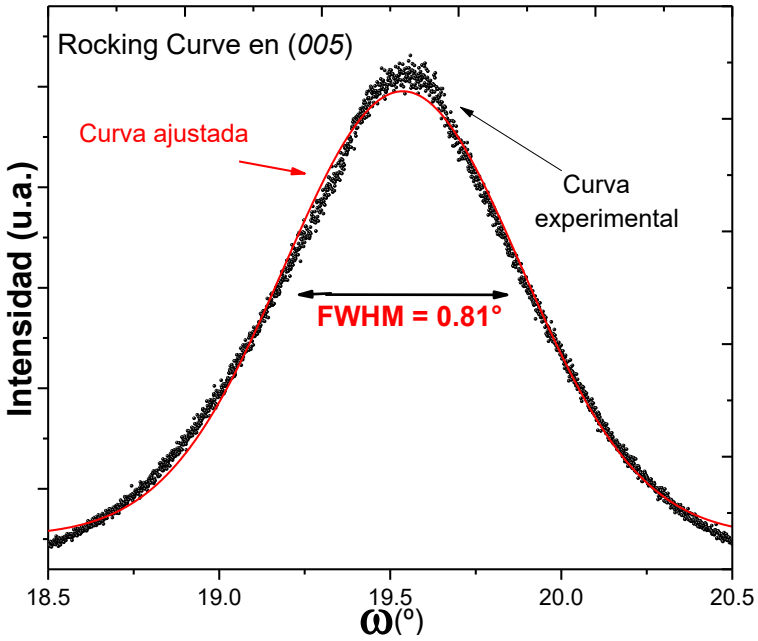


Figura 7.2 Rocking curve alrededor de la reflexión (005)

7.3 Medidas de Susceptibilidad magnética

De igual manera que se estudió en la Susceptibilidad magnética vs la temperatura en la sección 6.1, ahora se estudiará bajo los campos aplicados de manera tanto longitudinal ($H_{\text{ext}} \parallel ab$) como transversal al filme ($H_{\text{ext}} \parallel c$). Dichas medidas permiten observar cómo la anisotropía magnética propia del material YBCO afecta la respuesta diamagnética y cómo esta evoluciona conforme la intensidad del campo magnético externo es aumentada. Para nuestro caso se aplicaron campos magnéticos con intensidad 50, 100, 500, 1000, 5000 y 10000 Oe. Con la finalidad de apreciar mejor los datos presentados, los valores y curvas pertenecientes a campos $H_{\text{ext}}||c$ se mostrarán en color rojo, mientras para H_{ext} $||ab$ tomará el color azul. La figura 7.3 nos muestra las curvas obtenidas en modos FC y ZFC bajo las 6 intensidades de campo magnético mencionadas, comparándose la respuesta magnética en ambos arreglos. Se puede apreciar a simple vista una fuerte diferencia en la respuesta cuando el campo magnético es aplicado a lo largo del eje *c* respecto a cuando este es aplicado en el plano *ab*, siendo esto explicado por la anisotropía magnética del YBCO mencionado anteriormente y la cual será cuantificada posteriormente en la sección 7.5.

Conforme se incrementa la intensidad de campo magnético externo la magnitud de la susceptibilidad a H_{ext} paralelo y perpendicular al sustrato se asemejan, mientras que a valores bajos de campo las diferencias en la respuesta magnética son más evidentes.

La figura 7.4 muestra una representación del ordenamiento de los cristalitos de YBCO con sus momentos magnéticos. De las mediciones de DRX y ω-scan es ya sabido que estos cristalitos se encuentran orientados en la dirección del eje-*c* o de crecimiento dada por el sustrato.

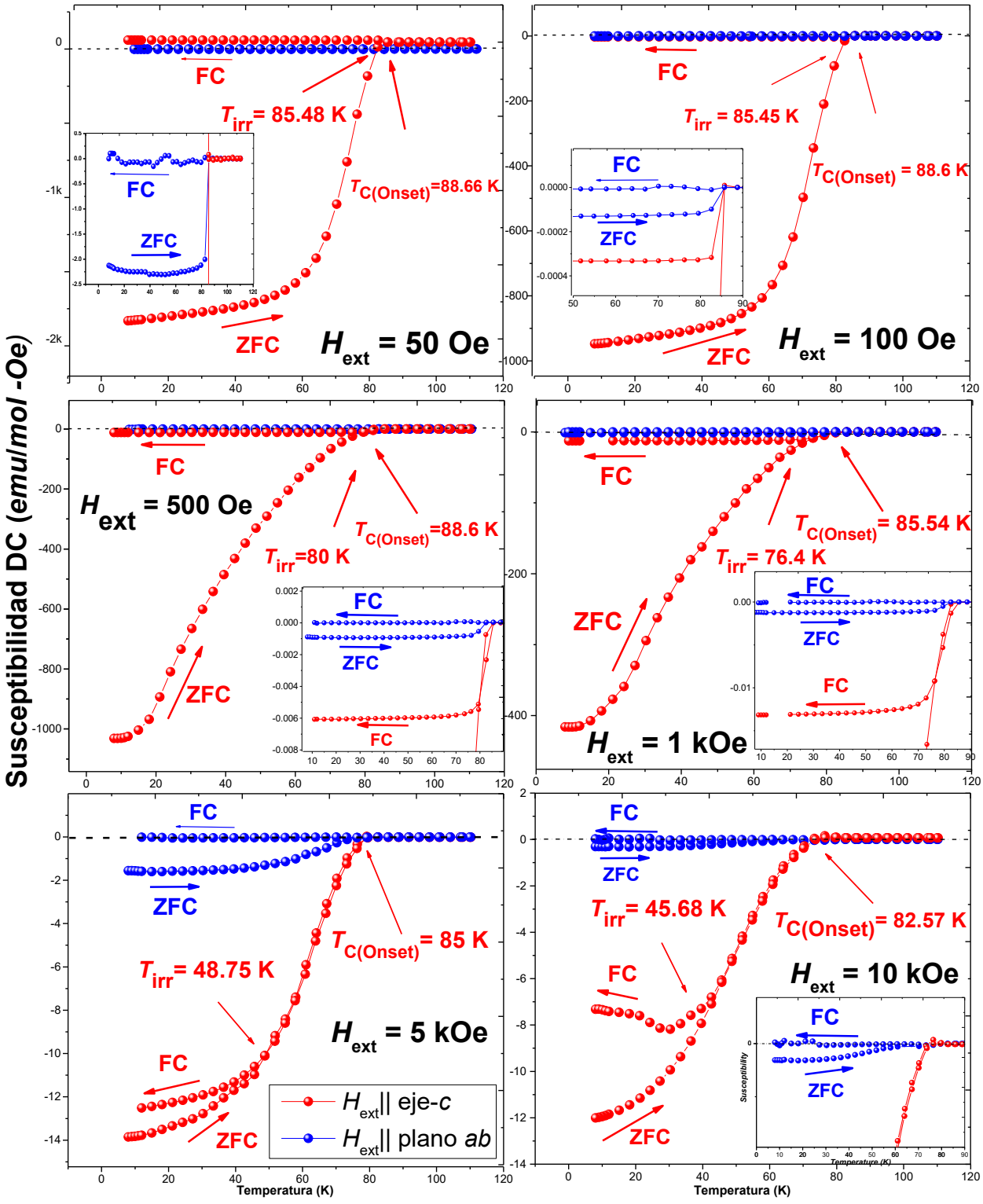


Figura 7.3 χ *vs* T bajo distintos campos magnéticos aplicados paralela y transversalmente a la muestra.

A fin de estudiar con más detalle las diferencias de respuesta magnética conforme el campo externo es incrementado en ambos arreglos, se obtienen las curvas $d\chi/dT$ a las curvas en modo ZFC de la figura 7.3. De estas curvas se calcula el ancho a media altura (FWHM), el cual está relacionado no solamente a los valores experimentales de T_C y T_{irr}, sino además a la proporción entre las regiones de estado Meissner, comprendidas desde T_{irr} a T_{C2} como se explicó en la figura 6.9 y principalmente en las regiones de valores de magnetización irreversible M_{irr}. Se observa que la intensidad no solamente aumenta conforme el campo magnético externo se incrementa, sino que además estas intensidades se van acercando entre sí para los arreglos a $H_{ext} \parallel c$ y $H_{ext} \parallel ab$, lo cual se aprecia también en los incrementos de los valores FWHM conforme H_{ext} aumenta, como se observa en las figuras 7.5 y figura 7.6 para los arreglos a $H_{ext} \parallel c$ y $H_{ext} \parallel ab$ respectivamente. La figura 7.7 muestra la relación de FWHM respecto al H_{ext}.

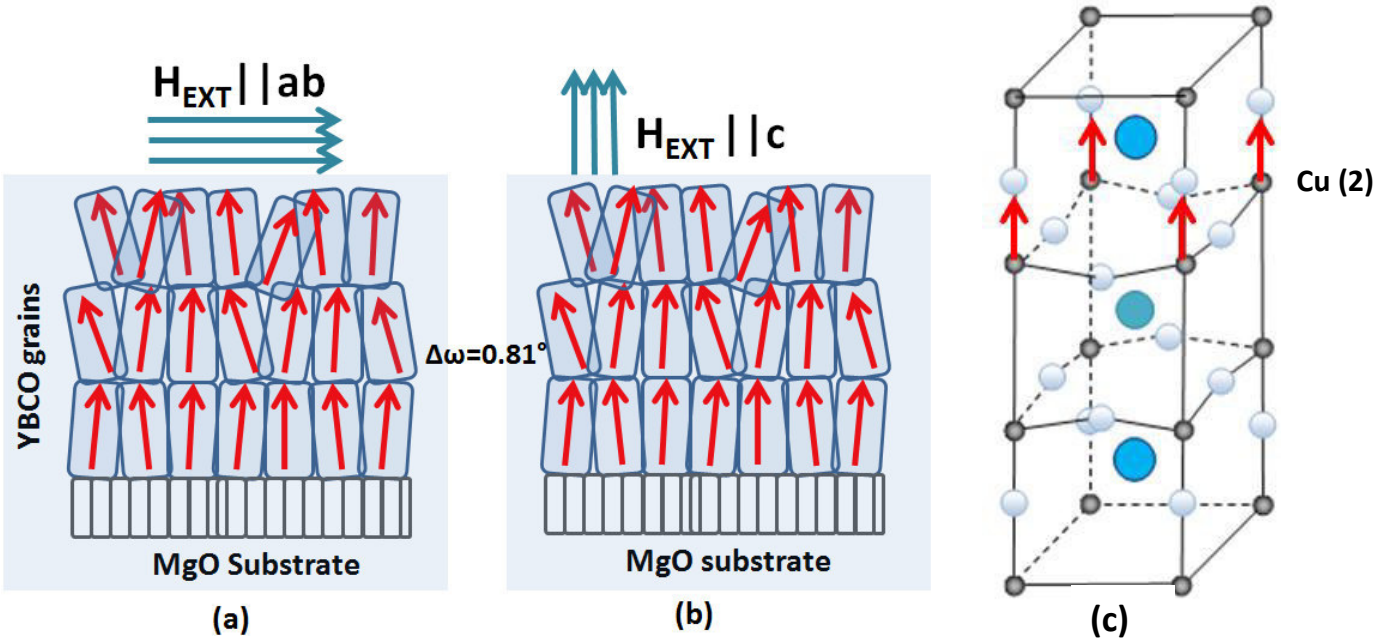


Figura 7.4. Representación de los cristalitos de YBCO bajo un H_{ext} (a) paralelo al sustrato y (b) perpendicular al mismo. Imagen (c): representación de la dirección de los espines en los planos de Cu(2).

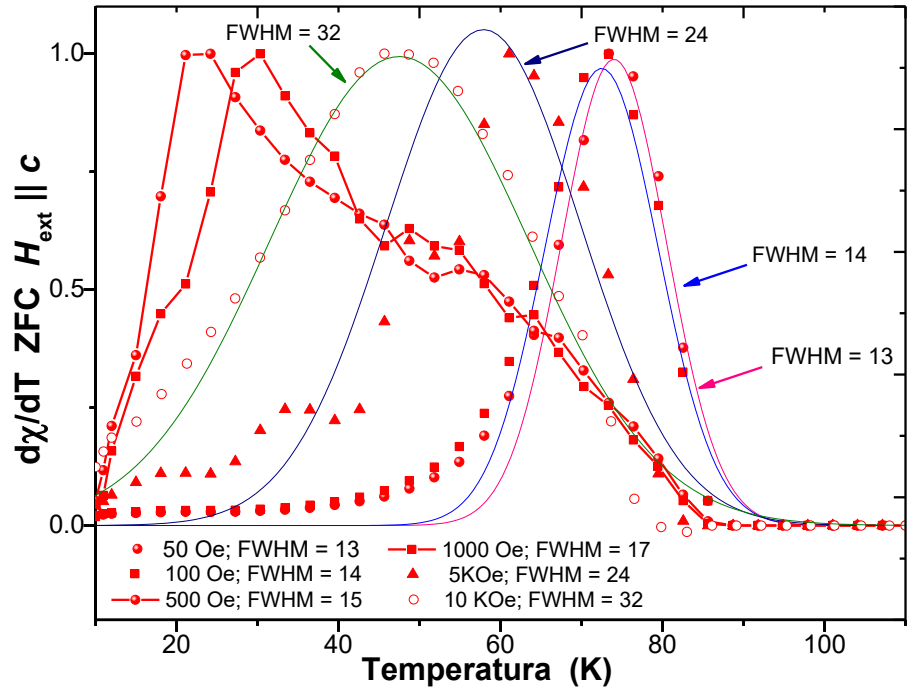


Figura 7.5 Valores FWHM o ancho a media altura de las curvas $d\chi/dT$ en modo ZFC cuando $H_{ext} \parallel c$

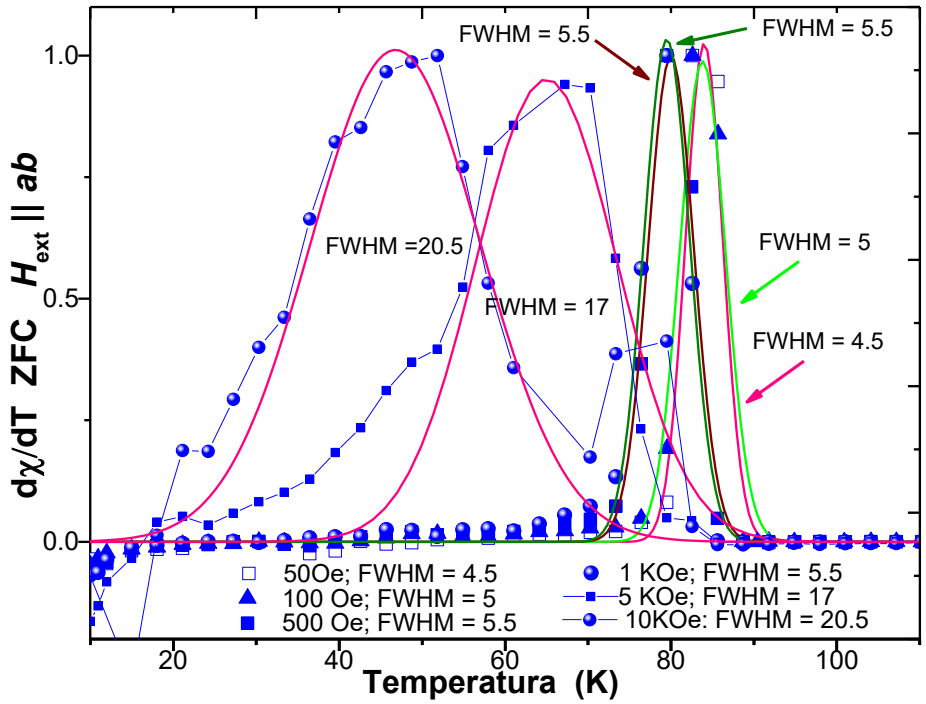


Figura 7.6 Valores de FWHM para las curvas $d\chi/dT$ en modo ZFC cuando $H_{ext} \parallel ab$

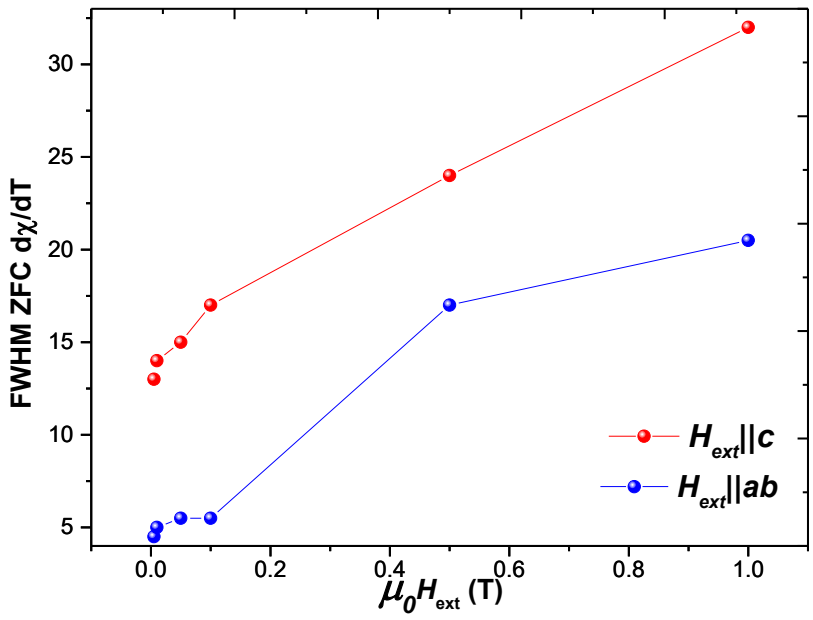


Figura 7.7 Variación de los valores de ancho a media altura respecto a la intensidad de campo magnético aplicado.

7.4 Medidas de Magnetización en función del campo aplicado

La figura 7.8 muestra los ciclos de Histéresis $M(H)$ medidos a valores de intensidad de campo magnético externo ($H_{ext} \parallel ab$) partiendo de cero a campos máximos de ± 5 T y a temperaturas constantes de 10 y 30 K. Se observa que la histéresis medida a T = 10 K (en color rojo), muestra un relativo alto ruido, además de encontrarse trunca en sus extremos a altos valores de campo externo. Esto último se entiende como que la muestra no alcanzó el valor H_{irr} a esta temperatura antes de cambiar de sentido el campo aplicado; sin embargo se puede calcular el valor del campo de irreversibilidad extrapolando la curva de M_{irr}, la cual se explicó en el capítulo 6 el modo de obtenerla. Para la curva $M(H)$ a 30 K se aprecia que se logró alcanzar el campo H_{irr} en ambos extremos.

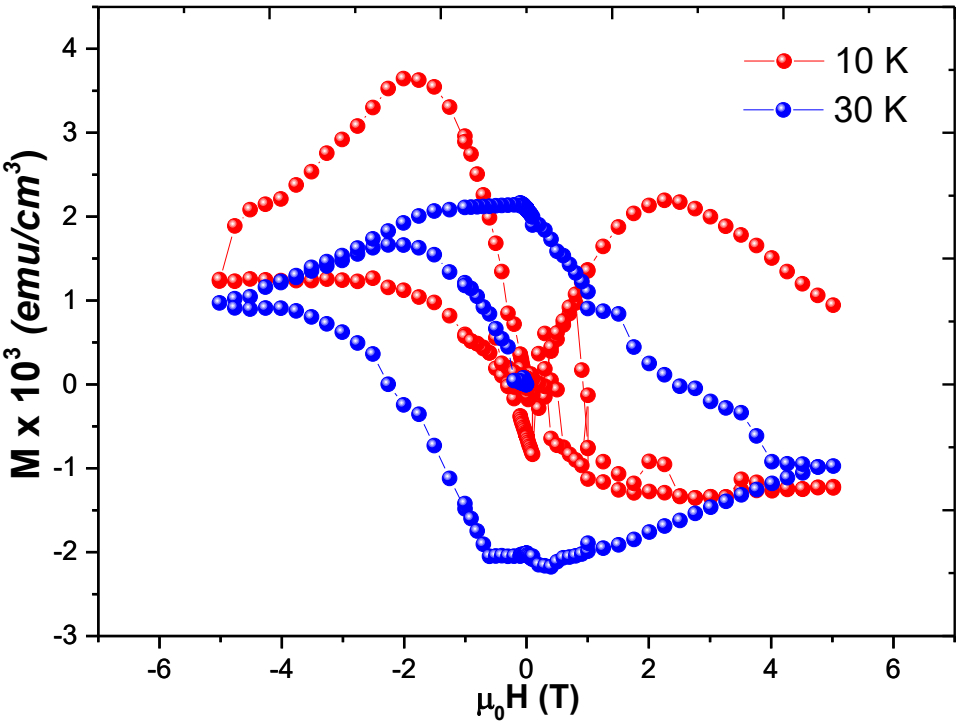


Figura 7.8 Medidas de magnetización realizadas a T = 10 y 30 K con $H_{ext} \parallel ab$.

De igual forma que para la tabla 6.1 ($H_{ext} \parallel c$), a partir de las curvas $M(H)$ podemos estimar los valores de campos críticos B_{C1}, B_{C2} además del campo de irreversibilidad B_{irr} y el campo de penetración B_P, ahora cuando $H_{ext} \parallel ab$. La tabla 7.1 resume los valores experimentales encontrados.

Campo (T)	B_{C1}	B_{C2}	B_{irr}	B_P
10 K	0.4013	61.1438	5.0180	1.7584
30 K	0.3010	51.9572	4.7671	2.2599

Tabla 7.1 Valores experimentales de campo estimados de las curvas $M(H)$ a T = 10 y 30 K, cuando $H_{ext} \parallel ab$

7.5 Factor de anisotropía

A partir de los campos resumidos en las tablas 6.1 y 7.1, podemos estimar el factor de anisotropía mediante la relación [45]:

$$\gamma = \frac{B_{C2}^{ab}}{B_{C2}^{c}} \tag{7.2}$$

y tomando en consideración que γ es independiente de la temperatura, graficamos los valores de campo crítico superior H_{C2}^{ab} y H_{C2}^{c} cuando $H_{ext} \parallel ab$ (tabla 6.1) y $H_{ext} \parallel ab$ (tabla 7.1) como se aprecia en la figura 7.9. Realizamos el ajuste de los datos usando la

ecuación 6.5 y de manera lineal, obteniendo de este último las pendientes -8090.42 y -1573.05, por lo que se tendrá una constante $\gamma = -8090.42 / -1573.05 = 5.14$; siendo el rango $\gamma = 5 - 7$ para el YBCO óptimamente dopado [22]. Del ajuste lineal también se obtiene: $B_{C2}^{ab}(0) \approx 72.22$ T, mientras que en el ajuste por la ecuación 6.5 se obtuvo $B_{C2}^{ab}(0) \approx 72.49$ T.

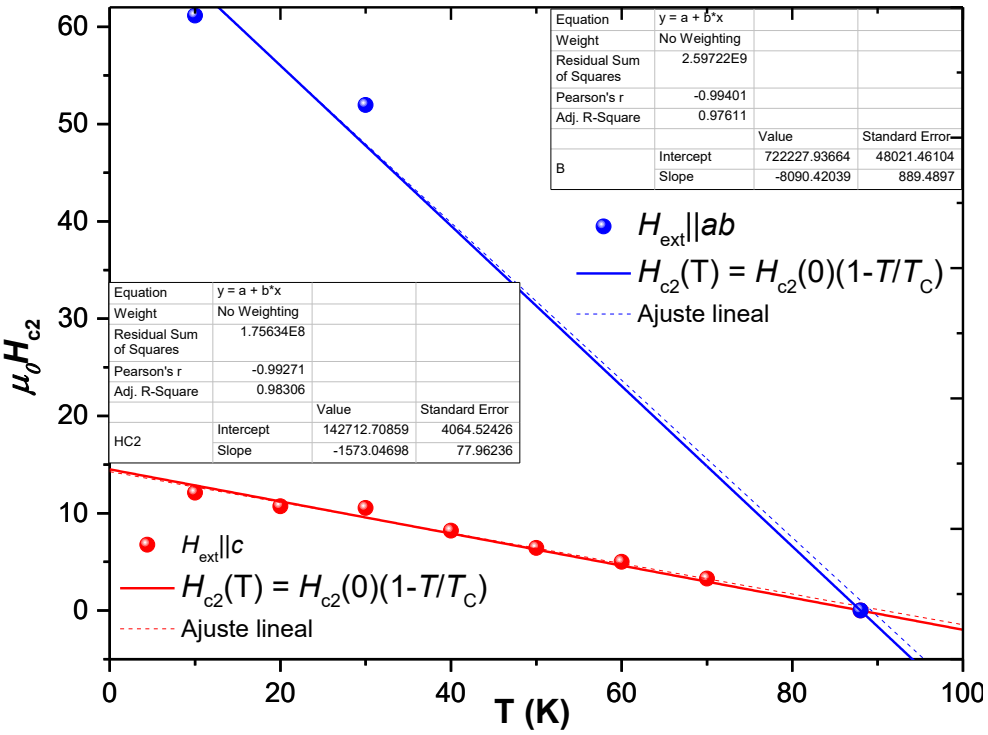


Figura 7.9 Obtención del factor de anisotropía γ a partir de los valores experimentales H_{C2}^{ab} y H_{C2}^{c}

Debido a que el factor de anisotropía γ es independiente de la temperatura, podemos estimar los valores de Longitud de Coherencia dependiente de la temperatura y la dirección: $\xi_{ab}(T)$, relacionado a la distancia entre los pares de Cooper en el plano superconductor de CuO_2 (paralelo al plano *ab*) y $\xi_c(T)$, respecto al eje de crecimiento *c*. Esta longitud de coherencia también se entiende como el radio de un vórtice cuando este se representa esquemáticamente como una línea de flujo aislada envuelta por una sección cilíndrica no superconductora, por lo que cuando el campo magnético aplicado H_{ext} se aproxima al segundo campo crítico H_{C2} la distancia entre dos líneas de flujo en el arreglo de vórtices toma el valor 2ξ. Por lo tanto se cumple las siguientes relaciones [22]:

$$B_{C2}^{c} = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{ab}^2} \qquad y \qquad B_{C2}^{ab} = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_c\xi_{ab}} \tag{7.3}$$

y considerando que la razón de las longitudes de coherencia ξ_{ab} y ξ_c también es el factor de anisotropía γ, calcularemos los valores ξ_{ab} para cada temperatura de medición a partir de los valores experimentales de campo crítico B_{C2}^{c} encontrados en el capítulo 6 y

posteriormente encontraremos ξ_c a partir de γ. Los valores obtenidos son resumidos en la tabla 7.2.

	10 K	20 K	30 K	40 K	50 K	60 K	70 K
ξ_{ab}(nm)	1.66	1.766	1.782	2.018	2.280	2.585	3.192
ξ_c (nm)	0.33	0.349	0.353	0.399	0.451	0.512	0.632

Tabla 7.2 valores de longitud de coherencia en el plano *ab* y en el eje-*c*

Los valores de Longitud de Coherencia son mostrados también en la figura 7.10, donde se observa la dependencia de los mismos respecto a la temperatura. Se observa para ambas longitudes que estas aumentan conforme la temperatura experimental es mayor, siendo que en $T = T_c$ los valores $\xi_c \, y \, \xi_{ab} \to \infty$ y acorde a la ecuación 7.3: B_{C2}^{c} y $B_{C2}^{ab} \to 0$. Finalmente, los valores $\xi_c \, y \, \xi_{ab}$ son ajustados respecto a la ecuación 7.4, el cual describe el comportamiento teórico de los valores de Longitud de Coherencia respecto a la temperatura.

$$\xi_{c,ab}(T) = \xi_{c,ab}(0)/(1 - \frac{T}{T_c})^{\frac{1}{2}} \tag{7.4}$$

De los valores obtenidos ξ_{ab} y ξ_c dependientes de la temperatura, podemos calcular los valores B_{C2}^{ab} correspondientes a cada temperatura de longitud de coherencia, haciendo uso de la ecuación 7.3. Los valores obtenidos son mostrados en la tabla 7.3.

Temperatura	20 K	40 K	50 K	60 K	70 K
B_{C2}^{ab} (T)	54.23	41.51	32.50	25.25	16.57

Tabla 7.3 Valores de B_{C2}^{ab} obtenidos a partir de las Longitudes de coherencia

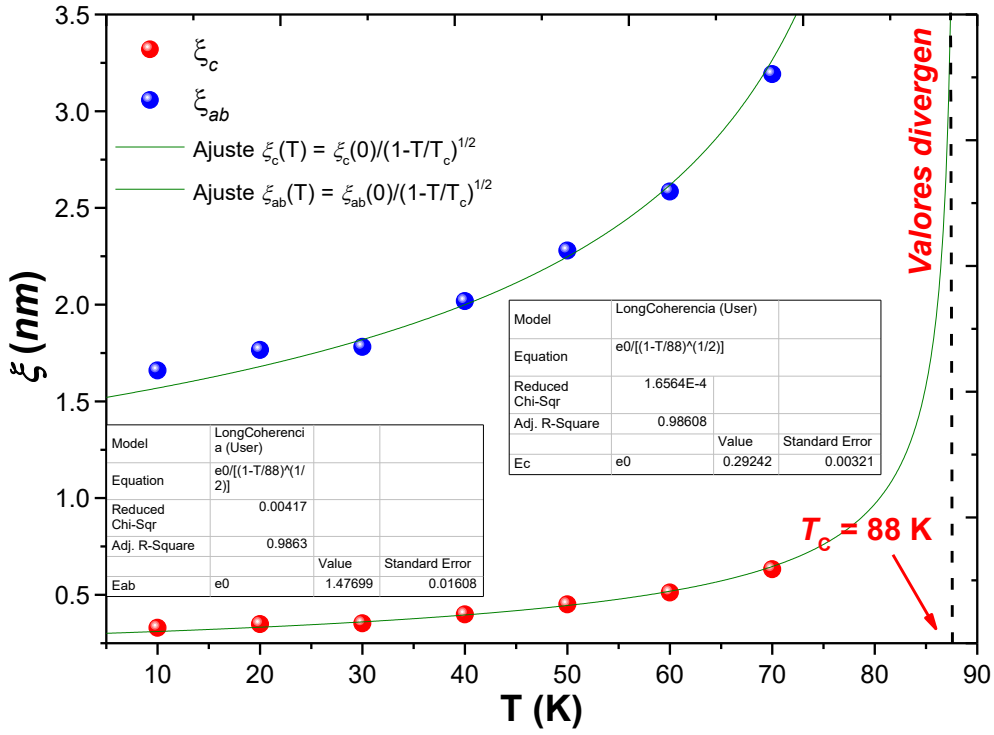


Figura 7.10 Dependencia de las Longitudes de Coherencia ξ_c y ξ_{ab} respecto a la temperatura.

7.6 Diagrama de Fase Magnético ($H_{ext} \parallel ab$ y $H_{ext} \parallel c$)

A partir de los valores experimentales resumidos en la tabla 7.1, 7.3 y 6.1, correspondientes a los campos críticos para $H_{ext} \parallel ab$ y $H_{ext} \parallel c$ respectivamente, podemos graficar el diagrama *B-T* para la película YBCO considerando la anisotropía magnética, como se muestra en figura 7.11.

Se observa una relativa gran diferencia en los valores de campo crítico superior B_{C2}, siendo mucho mayor los valores cuando $H_{ext} \parallel ab$, mientras que ambas curvas de campo de irreversibilidad se encuentran muy próximas entre sí. Dichos valores cercanos, además de la relativa gran diferencia de valores de campo crítico superior, producen a su vez que la zona de "*Vortex Liquid*" (zona verde), es decir donde $J_C = 0$, sea mucho más amplia cuando $H_{ext} \parallel ab$ respecto a $H_{ext} \parallel c$. Todo esto se expresa en que, aunque a simple vista del fenómeno de la superconductividad puede permanecer en la muestra a valores de campo aplicado mucho mayores cuando es paralelo al plano *ab* que cuando es paralelo al eje-*c*, esta superconductividad se encuentra en el estado *vortex liquid* y por tanto no puede transportar corriente sin pérdidas de energía.

Para el caso de las curvas de irreversibilidad, ambas se encuentran relativamente muy próximas entre sí en comparación con los valores de H_{c2}, siendo la región de *vortex glass*

(área roja) levemente más amplia cuando $H_{ext}||c$. Debido a la proximidad y tendencia parecida de ambas curvas de B_{irr}, podemos ajustar los valores obtenidos para $H_{ext}||ab$ a la ecuación 6.4 tal como se hizo en el capítulo anterior para los valores experimentales en $H_{ext}||c$; sin embargo, en realidad solo tenemos 3 datos para ajustar (a temperaturas de 10, 30 y 88 K) a diferencia de los 8 datos experimentales que teníamos en el primer caso, por lo que a fin de estimar $B_{irr}(T)$ en $H_{ext}||ab$, consideraremos para la ecuación 6.4 el valor de exponente vidrioso que se obtuvo previamente para $H_{ext}||c$, es decir $n = 1.3$, e implícitamente estaremos asumiendo que dicha curva también corresponderá a una transición de *vortex glass* a *vortex liquid.* Tomando estas consideraciones, se obtiene que $B_{irr}^{ab}(0) \approx 6.60$ T.

A partir de las curvas de susceptibilidad magnética vs temperatura para $H_{ext}||ab$ mostradas en la figura 7.3, es posible estimar valores adicionales de B_{irr}, sin embargo (y como ya se observó en la figura 6.10) dichos valores son a temperaturas próximas a T_C y muy próximos entre sí, por lo que en principio no serían ideales para un ajuste que abarque también la curva en valores de baja temperatura. De igual manera, también podrían estimarse valores B_{c2}^{ab} a partir de las curvas $\chi\ vs\ T$ de la figura 7.3, pero no resultarían útiles considerando la magnitud de los valores de campo crítico superior a bajas temperaturas.

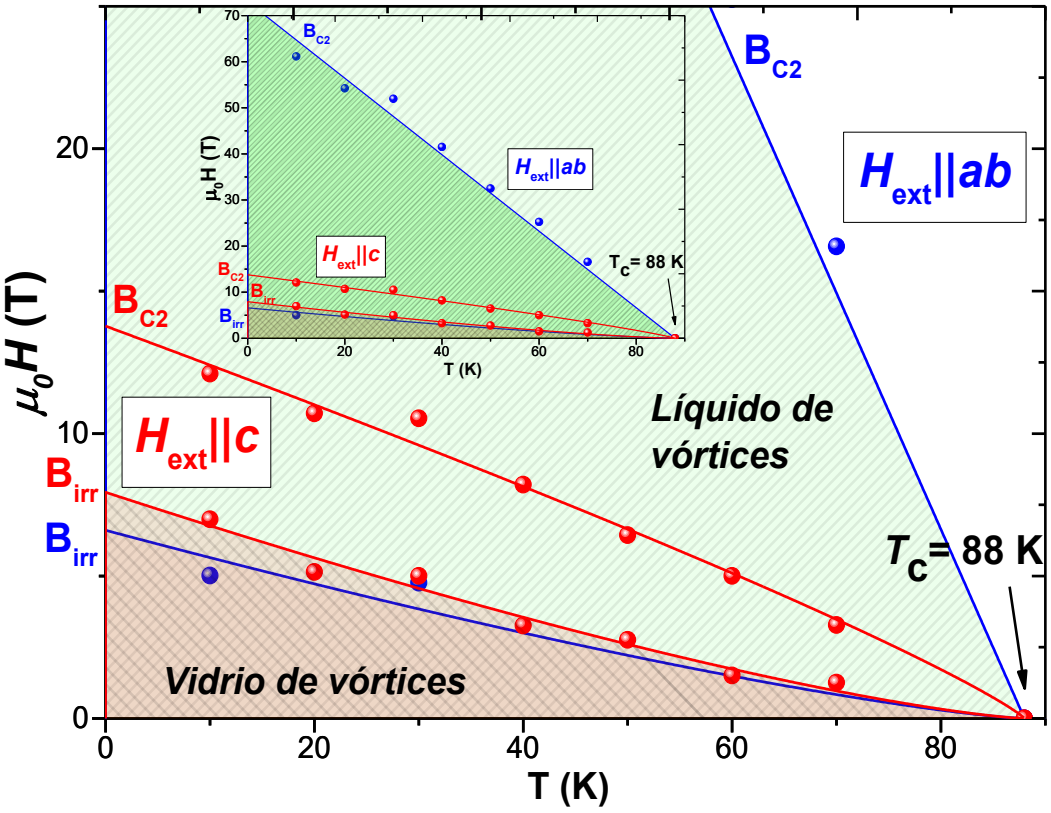


Figura 7.11 Diagrama *B-T* para la muestra a campo $H_{ext}||c$ y $H_{ext}||ab$. Gráfica interna: Valores experimentales y calculados B_{C2}.

7.7 Densidad de Corriente Crítica (J_C) ($H_{ext} \parallel ab$)

De la misma forma que se realizó en la sección 6.4, se calcularán las curvas de densidad de corriente crítica a T = 10 y 30 K, la cual se aprecia en la figura 7.12. Se aprecia que las curvas $J(H)$ comienzan a valores relativamente altos de H_{ext} respecto a las curvas obtenidas para $H_{ext} \parallel c$ en el capítulo anterior, esto se debe a que en $H_{ext} \parallel ab$ el campo de penetración total H_P es mayor y por tanto la región comprendida entre H_P y H_{c1} si bien tiene magnetización irreversible M_{irr}, no cumple con el estado crítico, por lo que no es fiable aplicar el modelo de Bean.

La figura 7.13 muestra la curva log J_C vs B, la cual nos permitirá estimar mejor los valores de J_C en ausencia de campo externo para ambas curvas, donde se observa el efecto pico para la curva a 30 K en aproximadamente $B_{P30} = 4.27$ T. Para la curva a $T = 10$ K no se logra apreciar completamente la presencia de este efecto.

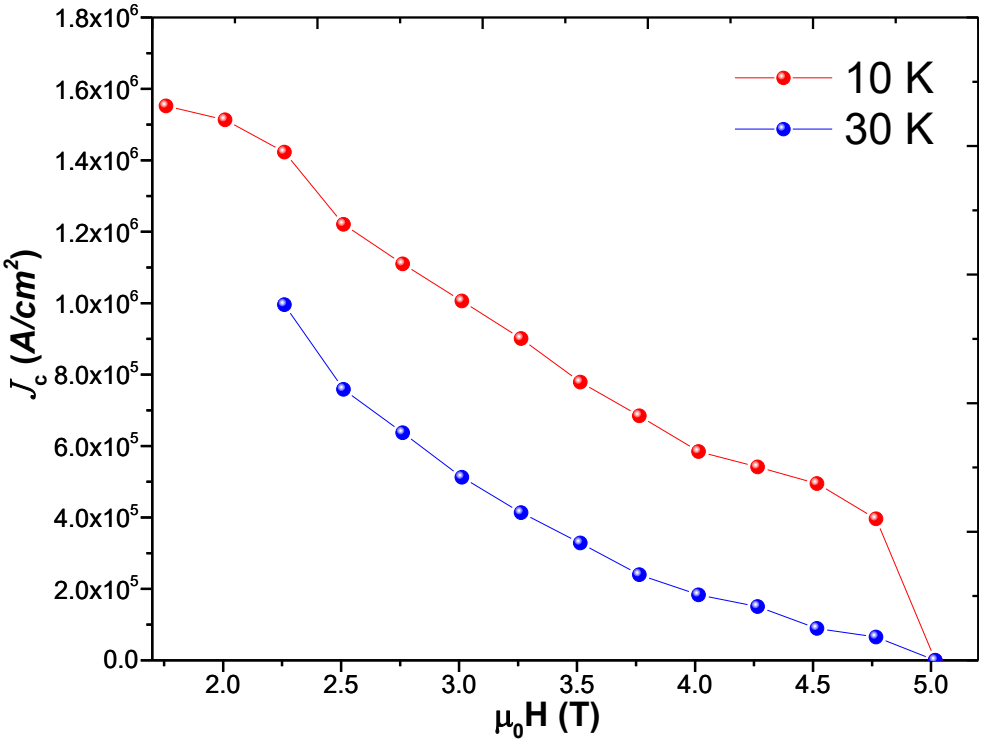


Figura 7.12 Curvas $J_c(\mu_0 H)$ para $H_{ext} \parallel ab$

La linealización para la curva a 10 K se muestra como una línea cortada en color rojo cuando se linealiza todos los datos, mientras la línea solida roja es la linealización de los dos primeros datos. Para el caso de la curva a 30 K también se presentan ambas líneas. El por qué de esta doble linealización para cada caso se debe a que se obtienen valores de $J_C(0)$ muy diferentes cuando se toma una u otra linealización, incluso para el caso en que la linealización se realizó sobre todos los datos (líneas cortadas), se llega a estimar que $J_C(0)$ para 30 K es mayor que para 10 K, no siguiendo la tendencia de valores de $J_C(0)$

mayores conforme la temperatura disminuye. Las líneas sólidas, es decir tomando únicamente los primeros datos para linealizar, sí sigue la tendencia antes mencionada.

La explicación de esto lo encontramos en la figura 7.14, que muestra la curva J(B) en escala log-log. Se observa al igual que en el caso H_{ext} $\|c$ una región I donde J es independiente de B y por tanto aproximadamente constante, por lo que es sobre esta región que se debe linealizar y por tanto estimar los valores de J en ausencia de campo externo. Para el caso de la curva a 30 K en color azul, no se observa esta línea constante de J debido a la falta de datos antes del campo de penetración H_P, por lo que consideraremos que para valores de campo débiles menores a H_P efectivamente existe un valor constante de J y por tanto una región I.

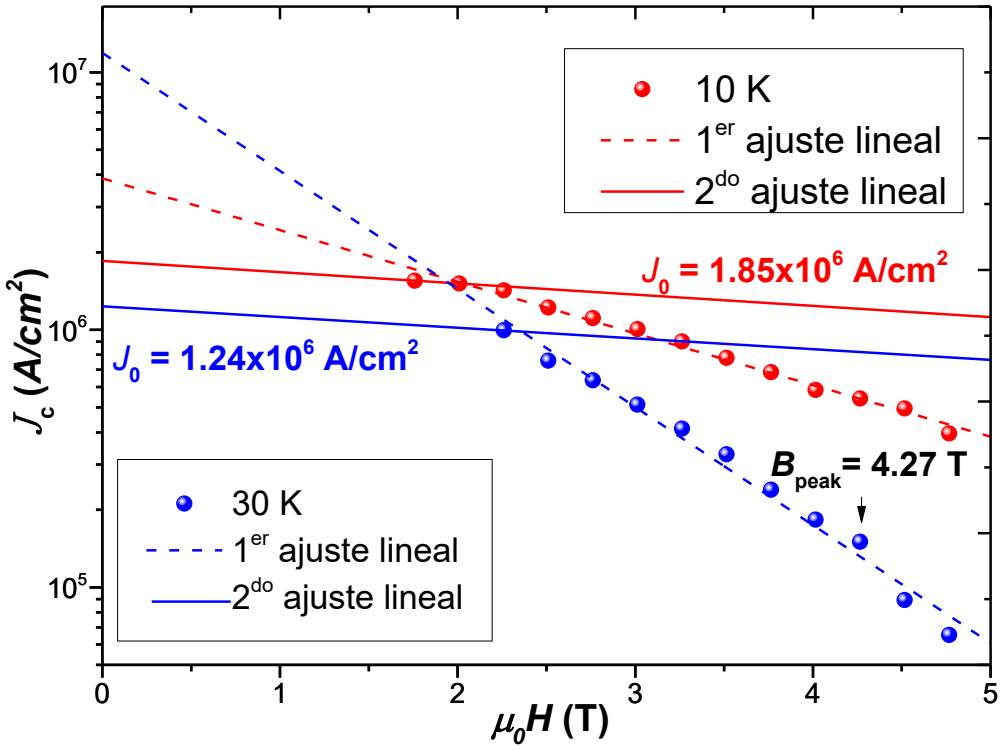


Figura 7.13 Curvas $J_C(B)$ con valores de J en escala logarítmica

7.8 Dinámica de vórtices ($H_{ext} \parallel ab$)

De la misma forma que se estudio la dinámica de vórtices con $H_{ext} \parallel$ eje $-c$ en la sección 6.6, estudiaremos el comportamiento de las líneas de flujo cuando el campo aplicado se encuentra perpendicular al eje de crecimiento a partir de la figura 7.14. Para este caso se observa la presencia de 3 regímenes muy diferenciados entre sí, a diferencia del caso anterior donde se pudo apreciar la existencia de 4 regímenes para los vórtices.

Debido a que se tienen únicamente dos valores de temperatura experimentales de medición, 10 y 30 K, no se podrá estimar fehacientemente la densidad de corriente J_0, por lo que se hará únicamente un estudio cualitativo del comportamiento de vórtices.

A simple vista, se observan 3 regiones donde la primera correspondería a valores de de J_C independientes de H ($J_C \sim constante$), siguiendo un comportamiento por la ecuación 6.8a como ya se observó en el capítulo anterior cuando $H_{ext} \parallel c$; sin embargo, la región II presenta la relación decreciente $J_C \propto H^{-\alpha}$, donde los valores experimentales de α son del orden de la unidad, no siendo $\alpha = 5/8$ o del mismo orden, por lo que la llamada región I debe corresponder a una región con interacción de vórtices siguiendo un comportamiento dado por la ecuación 6.8b.

Esto se puede entender observando que nuestra gráfica comienza en relativamente altos valores de campo debido a la restricción del campo de penetración H_P, debido a que no podemos calcular mediante modelo de Bean valores J_C para campos menores a H_P, siendo esta una región donde el estado crítico no está garantizado. Por tanto la región II en nuestro caso correspondería al régimen III en $H_{ext} \parallel c$, siendo interesante aquí los valores de α, los cuales en el caso anterior eran mayores a 1 dando a entender una tasa de decaimiento de J_C mucho mayor que para nuestro actual caso, donde aproximadamente cumple con el modelo teórico empleado por van der Beek: $\alpha = 1$.

A valores de campo aplicado B_{peak} existe un cambio al régimen III caracterizada por ser una región donde estos vórtices se sobrelapan entre sí, cayendo la superconductividad a valores de campo aplicado B_{irr}.

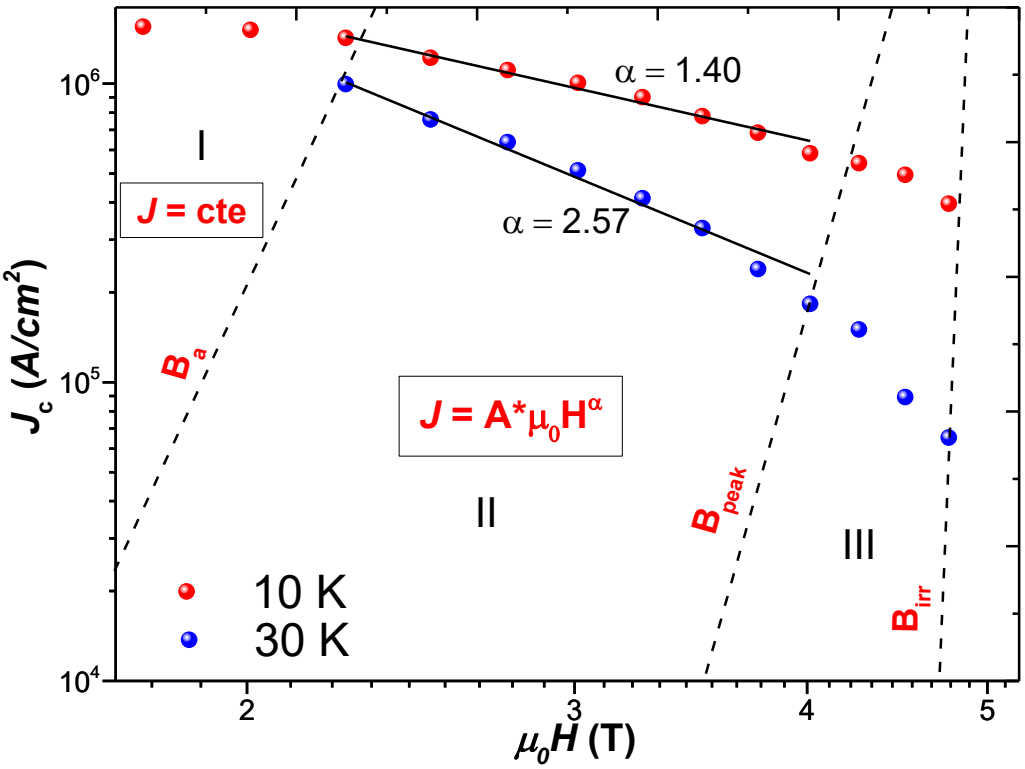


Figura 7.14 Curvas $J_c(\mu_0 H)$ para T = 10 y 30 K en escala log-log.

7.9 Relajación magnética ($H_{ext} \parallel ab$)

Mediciones de magnetización con respecto al tiempo en el estado superconductor son realizadas a T = 10 y 30 K y bajo un campo magnético externo de $\mu_0 H_{ext} = 1$ T aplicado longitudinal a la muestra, usándose el protocolo de medición *Field cooling* a la temperatura de 10 K, mientras que para el caso de la medición realizada a 30 K se utilizó el protocolo de medición *Zero-Field Cooling* (*ZFC*), en el cual se mide los valores de imanación $M_{ZFC}(t)$ debido a la entrada de flujo magnético en el interior de la muestra una vez aplicado el campo H_{ext}. Debido al sentido que toma el flujo magnético (entrante, a diferencia del modo *FC* el cual era saliente) se obtendrán valores de magnetización negativa.

La evolución temporal de la imanación normalizada, medido a T = 10 y 30 K y bajo $H_{ext} \parallel ab$ es mostrada en la figura 7.15, donde se aprecia claramente una dispersión de los valores de imanación comparado con las mediciones realizadas bajo $H_{ext} \parallel c$, observadas en la figura 6.20. Esto resulta compresible considerando la anisotropía magnética ya estudiada, mediante la cual las mediciones magnéticas realizadas bajo $H_{ext} \parallel c$ tendrán mayor respuesta respecto a las mediciones con $H_{ext} \parallel ab$.

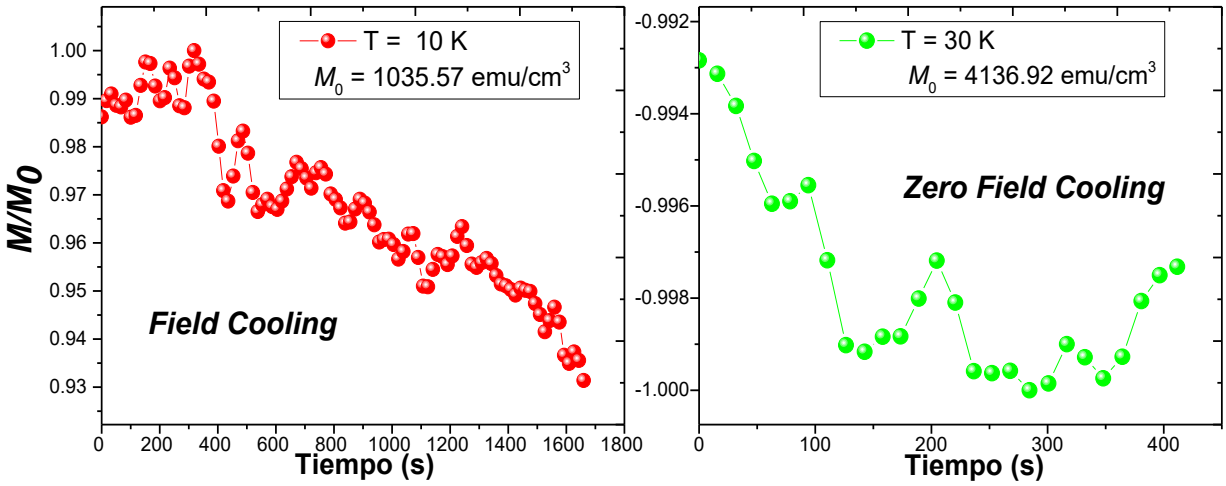


Figura 7.15 Evolución temporal $M_{ZFC}(t)$ a 10 y 30 K, cuando $H_{ext} \parallel ab$.

Con la finalidad de observar la región de comportamiento Anderson - Kim, se graficarán los valores de relajación magnética a T = 10 K en escala log-log, como se aprecia en la figura 7.16. Se observa que esta región se encuentra reducida respecto a cuando la relajación es medida con campo transversal a la muestra y a la misma temperatura (véase la figura 6.22), donde se encontró que la región Anderson – Kim comprendía casi la totalidad de la evolución temporal.

Se estimó además una tasa de relajación S = - 0.041, sin embargo no se debe obviar la dispersión de los datos durante la linealización en la región A-K, por lo que S debe ser

considerada solo de manera referencial y únicamente para compararla cualitativamente la obtenida cuando $H_{ext} \parallel c$.

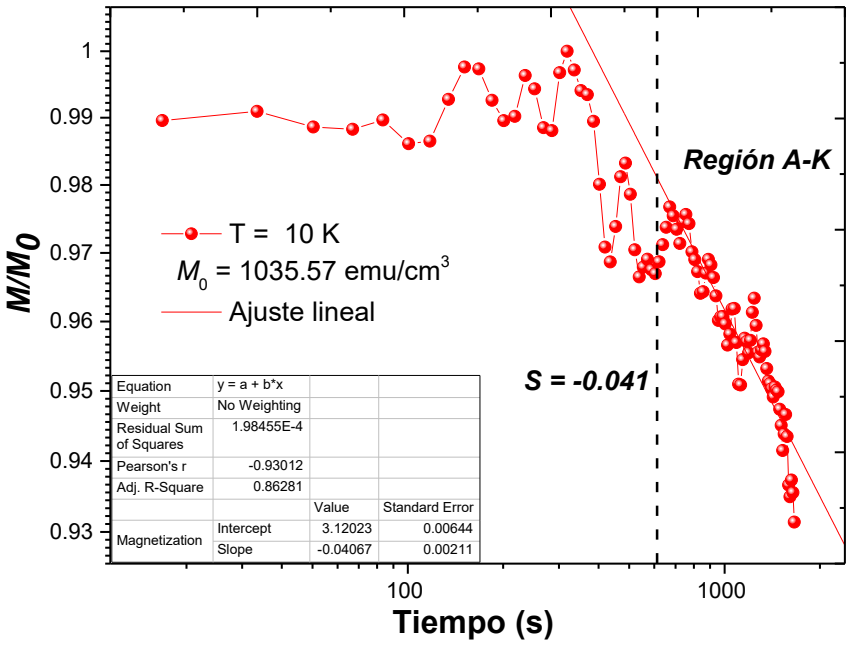


Figura 7.16 Región Anderson – Kim presente en la relajación magnética medida a T = 10 K y bajo $H_{ext} \parallel ab$.

8 Conclusiones

El presente trabajo es una continuación la tesis de Licenciatura donde se prepararon películas de YBCO sobre el sustrato monocristalino de YSZ mediante ruta química [55], manteniendo presente la mayor predisposición de obtener mejores resultados al momento de fabricar películas mediante técnicas físicas frente a químicas, siendo esta última el real interés en el grupo de investigación [49, 53]. Por tanto, el presente trabajo tiene por finalidad primordial la de servir como patrón de resultados para futuros trabajos de películas superconductoras en el grupo, donde actualmente se viene realizando con éxito la fabricación de filmes de YBCO mediante ruta Sol-Gel y Trifluoroacetatos como precursores.

En cuanto a los resultados de la muestra obtenidos en la presente tesis, se ha dado primordial interés en la caracterización magnética y sobre todo al estudio de la dinámica que gobierna los vórtices y sitios de anclaje en la muestra, por ser variables clave al momento de hablar de aplicaciones en este tipo de materiales. Se observan valores de J_c del orden de 10^8 A/cm^2 en ausencia de campo aplicado, siendo J_c (77 K) ≈ 10^6 A/cm^2, energías de sitios de anclaje de vórtices con valores 0.578, 2.877 y 1.753 meV. Se estimó un diámetro de sitio de anclaje de D ≈ 52 nm, perteneciendo al diámetro aproximado de la fase verde Y211 detectada previamente mediante DRX. En este punto resulta importante el estudio del efecto pico, donde el sobrelapamiento de vórtices debido a altos valores de campo producen que las regiones no superconductoras dentro de estos actúen también como sitios de anclaje, aumentando el valor de J_c en dicha región. La fuerza de fijación a 10 K fue expresada como: $F_P = 14.32[B_{irr}(T)]^{2.12}\, h^{1.2}\, (1-h)^{3.6}$ mientras que para valores 20 a 70 K se expresa de la forma: $F_P = 12[B_{irr}(T)]^{2.12}\, h^{0.7}\, (1-h)^{8.57}$. De las medidas $M(H)$ y $M(t)$ se esbozan las curvas $E(J)$, obteniéndose en el orden $E \sim 10^{-5}$-10^{-12} V/cm.

El análisis de textura realizado a la muestra nos permitió confirmar la "suavidad" de la morfología superficial, así como la menor mosaicidad comparado con trabajos anteriores en el grupo de investigación [55]. Los valores de rugosidad RMS, R_a y distancias P-V fueron del orden de nm, comparada con rugosidades de capa del orden de μm obtenidos en dichos trabajos. Así mismo se obtuvo un ángulo promedio de desviación de 0.81°, comparado con valores incluso mayores a 1° y la presencia de hasta 3 regiones de textura anteriormente medidos para la muestra sobre el sustrato YSZ.

De las mediciones $M(H)$ y $\chi(T)$ aplicados a campo $H_{ext} \parallel c$ y $H_{ext} \parallel ab$, se calcularon los campos críticos de acuerdo a la disposición del campo aplicado, con lo que se estimó la anisotropía magnética $\gamma = 5.14$ confirmando la fuerte anisotropía magnética esperada por el crecimiento epitaxial propio de la muestra. Se graficó el diagrama de fase magnético cuando el campo externo se encuentra aplicado paralelo y también transversal al sustrato a fin de comparar las regiones de aplicación de la muestra para cada caso.

Bibliografía

[1] H. K. Onnes, The liquefaction of Helium 1908, *KNAW proceedings*, 11.

[2] H. K. Onnes, 1911, *Chem. Phys. Lett*. 120 (b).

[3] Henry Sanchez Cornejo. "Fabricación y caracterización de películas Superconductoras de $YBa_2Cu_3O_7$ depositadas sobre el sustrato YSZ, mediante la técnica de Deposición Química". Tesis de Licenciatura en física. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 2014.

[4] BARDEEN, J., COOPER, L. N. y SCHRIEFFER, J. R.: *Phys. Rev.,* 108, 1175 (1957).

[5] J.G. Bednorz, K.A. Müller. Z.Phys.B **64**, 189 (1986).

[5] Xiao Tang. "Development of a fluorine-free chemical solution deposition route for rare-earth cuprate superconducting tapes and its application to reel-to-reel processing". Tesis Doctoral. Technical University of Denmark.

[6] Juan Carlos González González. "Coated Superconductors and Chemical solution growth of YBCO films: A Micro Raman spectroscopy study". Tesis doctoral. Universidad Autónoma de Barcelona. 2005.

[7] Yeshurun, Malozemoff, and Shaulov. "Magnetic Relaxation in High-temperature superconductors". Rev. Mod. Phys.,911-949. Vol. 68. (1996).

[8] Antoni García Santiago. "Movimiento cuantico de vórtices a bajas temperaturas en SCAT de alta temperatura crítica basados en Talio". Tesis de Doctorado. Universitat de Barcelona.

[9] O. Kizilaslan et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 384(2015). 186–191

[10] Y. Yeshurun, A. P. Malozemoff. Phys. "Giant flux creep and irreversibility in an Y-Ba-Cu-O crystal: An alternative to the Superconducting-Glass model" Rev. Lett 60 (1988) 2202.

[11] E. Zeldov *et al*. Phys Rev. Lett. 65 (1989) 3093.

[12] A. P. Malozemoff, "Flux creep in high temperature superconductors", Physica C 185-189 (1991) 264-269.

[13] A. O. Ijaduola *et al*. "Critical currents, magnetic relaxation and pinning in NdBa2Cu3O7-x films with BaZr03-generated columnar defects" Supercond. Sci. Technol. 25 (2012) 045013 (9pp)

[14] M. V. Feigel´man, V. B. Geshgenbein, A. I. Larkin and Vinokur V. M. Phys Rev. Lett. 63 2303 (1989)

[15] M. Llosa, L. De Los Santos Valladares, N. De la Cruz Centeno, A. Bustamante Domínguez, Revista de Investigación de Física 7 (2004) 34-37.

[16] Powder Diffraction File PCPDFWIN, Version 2.1 JCPDS, The international Centre for Diffraction Data (2000).

[17] Hocas, I.; Fernández, R.; Gómez-Rodríguez, J. M.; Colchero, J.; Gómez-Herrero, J.; Baro, A. M. *Review of Scientific Instruments* **2007,** *74,* 013705.

[18] Luis De Los Santos Valladares. "Preparación y Caracterización del Sistema $LaCaBaCu_{3-x}(PO_4)_xO_{7-\delta}$ con $0.0<x<0.6$". Tesis de Maestría en física. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 2010.

[19] Fundamentals of Magnetism and magnetic measurements, Quantum Desing Inc, MIKE McElfresh, Purdue University (1994).

[20] J.M. Tarascon, W.R. Mckinnon, L.H. Greence, G.W. Hull, and E.M. Vogel, "Oxygen and rare-earth doping of the 90-K superconducting perovskite $YBa_2Cu_3O_7$" Phys. Rev. B 36, 226 (1987).

[21] M. Doudkowsky J. Santiso, S. Berton, A. Figueras, J. Bassas, Chemical Physics 288 (1997) 1-9.

[22] Gernot Krabbes, Gunter Fuchs, Wolf-Rudiger Cander, Hardo May, and Ryszard palka, "High temperature superconductor bulk materials", Wiley-VCH Verlag GmbH-Co. KGaA, Weinheim 2006, ISBN: 3-527-40383-3.

[23] N. Haberkorn *et al*. "Effect of doping on structural and superconducting properties in Ca1-xNaxFe2As2 single crystals". Physical Review B 84, 064533 (2011).

[24] Y. Abulafia, A. Shaulov, Y. Wolfus, R. Prozorov, L. Burlachkov and Y. Yeshurun. "Plastic Vortex creep in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Crystals" Phys. Rev. Lett. 77, 8 (1996).

[25] C.P. Bean, "Magnetization of High-Field superconductors" Rev. Mod. Phys. 36 (1964) 31.

[26] S. Eley, M. Miura, B. Maiorov and L. Civale. "Universal lower limit on vortex creep in superconductors" Nature Materials (2017).

[27] E. M. Gyorgy, R. B. van Dover, K. A. Jackson, L. F. Schneemeyer, and J. V. Waszczak. "Anisotropic critical currents in Ba2YCu3O7 analyzed using an extended Bean model", Appl. Phys. Lett. 55, 283 (1989).

[28] W K. Kwok, J. A. Fendrich, C.J. van der beek and G.W. Crabtree, "Peak effect as a Precursor to Vortex Lattice melting in single crystal $YBa_2Cu_3O_7$" Phys.Rev.Lett 73, 2614 (1994).

[29] Th.Wolf, A.C.Bornarel,H.Kupfer, R.Meier-Hirmer, B.Obst, "High irreversibility fields and current densities in $NdBa_2Cu_3O_7$ single crystals and melt-textured samples" Phys.Rev.B. 56, 6308 (1997).

[30] M. Oussena, P.A.J. de Groot, R.Gagnon, L.Taillefer, "Lock-in oscillations in magnetic hysteresis curves of $YBa_2Cu_3O_7$ single crystals" Phys.Rev.Lett. 72, 3606 (1994).

[31] M. R. Koblischka, A.J.J. van Dalen, T. Higuchi, K. Sawada, S. I. Yoo, M. Murakami, "Observation of multiple peaks in the magnetization curves of $NdBa_2Cu_3O_7$ single crystals" Phys. Rev. B 54, R6893 (1996).

[32] G. Krabbes, G.Fuchs, P.Schatzle, S.Grub, J.W.Park, F.Hardinghaus. Physica C 330 181 (2000).

[33] H. Kupfer, Th.Wolf, C.Lessing, A.A.Zhukov, X.Lancon, R.Meier-Hirmer, Phys. Rev. B 58, 2886 (1998).

[34] Yu. N. Ovchinnikov and B. I. Ivlev, "Pinning in layered inhomogeneous superconductors" Phys. Rev. B 43, 8024 (1991)

[35] C. J. van der Beek and M. Konczykowski. "Strong pinning in high-temperature superconducting films". Phys. Rev. B 66, 024523 (2002).

[36] A. O. Ijaduola *et al*, "Critical currents of ex situ $YBa_2Cu_3O_7$ thin films on rolling assisted biaxially textured substrates: Thickness, field, and temperatura dependencies" Phys. Rev. B 73, 134502 (2006)

[37] J. N. Li et al. "High-Field magnetization of single-crystalline $YBa_2Cu_3O_7$". Physica C 169 (1990) 81-86.

[38] E. J. Kramer. "Scaling laws of flux pinning in hard superconductors". J. Appl. Phys. 44, 1360 (1973).

[39]M.P.Maley, J.O.Willis, H.Lessure, M.E. McHenry, Dependence of flux-creep activation energy upon current density in grain-aligned $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, Phys. Rev.B42 (1990)4.

[40] M. E. McHenry, S. Simizu, H. Lessure, M. P. Maley, J. Y. Coulter, I. Tanaka, H. Kojima, "Dependence of the flux-creep activation energy on the magnetization current for a $La_{1.86}Sr_{0.14}CuO_4$ single crystal" Phys. Rev. B 44, 7614 (1991).

[41] O. Polat *et al*, "Thickness dependence of magnetic relaxation and E-J characteristics in superconducting (Gd-Y)-Ba-Cu-O films with strong vortex pinning" Phys. Rev. B 84, 024519 (2011)

[42] J. R. Thompson *et al*, "Wide-range characterization of current conduction in high-Tc coated conductors" J. Appl. Phys. 93, 042506 (2008)

[43] Teresa Puig, Anna Puig-Molina, N. Mestres, H. Van Seijen, F. Alsina, J.C. González, X. Obradors. H. Grasfsma, A.Usoskin y H.C.Freyhardt, Mat. Res. Soc. Symp. Vol. 659. II5.6.1 (2001).

[44] X. Obradors, T. Puig, A. Pomar, F. Sandiumenge, N. Mestres, M. Coll, A. Cavallaro, N. Roma, J. Gázquez, J.C. González, O Castaño, J. Gutierrez, A. Palau, K. Zalamova, S. Morlens, A Hassini, M Gibert, S Ricart, J.M. Moreto, S Piñol, D Isfort, and J Bock. Supercond. Sci. Technol. **19** (2006) S13.

[45] Javier del Valle Granda, "Efectos mesoscópicos y longitudes características en sistemas superconductors" tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid (2016)

[46] H. Yang, C.Ren, L.Shan, H.-H.Wen, Magnetization relaxation and collective

vortex pinning in the Fe-based superconductor $SmFeAsO_{0.9}F_{0.1}$, Phys.Rev.B78 (2008) 092504.

[47] C.S. Yadav, P.L.Paulose, Magnetic relaxation studies on $FeTe_{0.60}Se_{0.40}$ super-conductor, J.Phys.:Conf.Ser.273 (2011) 012108.

[48] Narayan, Bhaumik and Sachan, "High temperature superconductivity in distinct phases of amorphous B-doped Q-carbon" J. Appl. Phys. 123 135304 (2018).

[49] A. Bustamante Domínguez, L. León Félix, J. Garcia, J. Flores Santibañez, L. De Los Santos Valladares, J.C. González, A. Osorio Anaya, M. Pillaca,. Physics Procedia 36 (2012) 526 – 531.

[50] J.C. González, L. De Los Santos Valladares, A.M. Osorio, J. Albino Aguiar, A. Bustamante Domínguez, Revista de Investigación de Física 15 (2012) 121501104.

[51] J. García, A. Bustamante Domínguez, L. De Los Santos Valladares, J.C. González, L. León Félix, J. Flores Santibañez, A.M. Osorio, J. Albino Aguiar, Revista de Investigación de Física 15 (2012) 121502102.

[52] A. Bustamante Domínguez, A. M. Osorio, L. De Los Santos Valladares, H. Carhuancho, J.C. González, G.R.C. Cernicchiario, J.A. Feijoo Lévano, Advances in Science and Technology 47 (2006) 37-42.

[53] L. De Los Santos Valladares, A. Bustamante Domínguez, J.C. González, J. Feijoo Lévano, A. Osorio, T. Mitrelias, Y. Majima, C.H.W. Barnes, Open Supercond. J. 2 (2010) 19-27.

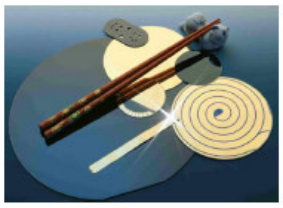
[54] Oscar Castaño Linares, "Sintesis y caracterización de capas delgadas superconductoras de altas corrientes críticas de $YBa_2Cu_3O_7$ obtenidas por MOD", Doctoral Thesis (2004), Universitat autonoma de Barcelona.

Anexo I: Especificaciones de la muestra $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ sobre MgO

ceraco
ceramic coating

Film deposition

Superconductors



HTS - films

Ceraco fabricates all kinds of $REBa_2Cu_3O_7$ - films (RE = rare earths).

The properties of HTS – films required for certain applications can vary considerably and hence there is no standard HTS – film satisfying all the different specifications. However, ceraco offers different film types tailored for specific applications to allow an easy selection.

The following pages give an overview of technical details which are helpful for making a decision on which film to use.

Each HTS - film leaving our production is thoroughly checked and accompanied by a quality inspection certificate.

and a lot more

Metal oxides with complex composition

Ceraco's proprietary coating technique has been developed for the deposition of complex, multi-component metal oxide films on large area.

Typical examples are perovskits with special ferroelectric or –magnetic properties or dielectric films for high temperature fuel cells.

Contact us to discuss your desired custom - designed layer architecture and choice of material.

Adhesion, buffers, metalization

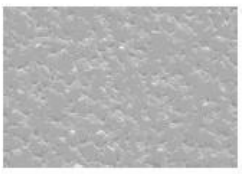
With years of experience in thin film coating ceraco has the experts to address all related crucial issues such as adhesion, diffusion and electrical contacts.

Ceraco offers assistance and expertise to solve material related problems, and develops layers to prevent interdiffusion, or metal coatings with extremely low contact resistance.

ceraco
ceramic coating

HTS film types

Characteristics



M-type

Excellent microwave performance, porous surface, enhanced pinning

Typical superconducting specs:

T_c = 88 K

j_c(77K) ≥ 2.5 MA/cm^2

R_s < 300 µΩ (@77K, 10 GHz, 700 nm)

Suggested application:

Microwave devices, high jc-applications, FCL



S-type

Smooth matrix, small CuO_x-segregations

Typical superconducting specs:

T_c = 87 K

j_c(77K) ≥ 2 MA/cm^2

R_s < 500 µΩ (@77K, 10 GHz, 700 nm)

Suggested application:

Squids, micron - linewidth patterning



E-type

Extremely smooth, no segregations
Rms roughness 6-10 nm

Typical superconducting specs:

T_c ≥ 83 K

j_c(77K) ≥ 1 MA/cm^2

Suggested application:

Low temperature electronics, multilayers, submicron structures

General warranty

No scratches or line defects,

No sticking particles or point defects > 50 µm in diameter

<2% a-axis per volume

Warranted specs

T_c > 87 K

j_c(77K) > 2 MA/cm^2

R_s < 500 µΩ (@77K, 10 GHz)

Warranted specs

T_c > 86 K

j_c(77K) > 1.5 MA/cm^2

Warranted specs

T_c > 80 K

Substrates

Characteristics

Substrate wafer materials

The most important ingredient for obtaining high quality films are high quality substrates. For this reason we are collaborating only with qualified substrate suppliers.

Substrate materials as listed in the table with their most important parameters are readily available for HTS deposition.

Substrate	Maximum size	Buffer layer	ε	tan δ (1GHz, 77K)*	Max. film thickness
$LaAlO_3$	3"	CeO_2	23.6	10^{-5}	1.0 µm
MgO	3" or 70x70 mm²	---	9,7	2×10^{-6}	> 3 µm
YSZ (ZrO_2:Y)	2" mm	Y_2O_3 or CeO_2	27	10^{-3}	1.5 µm
Sapphire	200 mm	CeO_2	11,6/9,4	$< 10^{-8}$	350 nm
$SrTiO_3$	1"	CeO_2	2000	10^{-3}	1.0 µm
$NdGaO_3$	2"	CeO_2	23	3×10^{-4}	1.0 µm
$YAlO_3$	2"	CeO_2	15,5	2×10^{-5}	< 500 nm
LSAT	2"	CeO_2	22,7	2×10^{-4}	1.0 µm

* Values taken from literature

The film thickness limit (here for YBCO) is a consequence of the thermal expansion mismatch between film and substrate. Thicker films tend to relax stresses by cracking.

Standard dimensions

Substrate sizes

We can accommodate practically every substrate size and shape fitting into the deposition area of 22 cm diameter. Standard substrate holders together with the maximum number of substrates per batch of deposition

(batch size in the parenthesis) are listed below:

Circular wafers: 200 mm (1), 150 mm (1), 100 mm (3), 3" (5), 2" (12), 30 mm (30)

Rectangular wafers: 190x100 mm² (1), 100x100 mm² (1), 75x75 mm² (4),
50x50 mm² (8), 60x30 mm² (10), 40x40 mm² (12),
120x10 mm² (20), 30x30 mm² (20), 20x20 mm² (48)

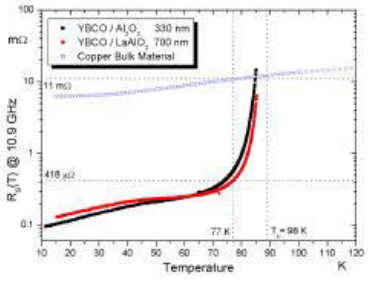
Other dimensions are available on request. In some cases it may be more economic to cut larger wafers into the desired shape after deposition.

Surface resistance

RF resistance

Communication applications require low RF surface resistance

High frequency filters for satellite and cellular communication with extremely sharp skirts and selectivity are realized by HTS - films with low surface resistance.



Temperature dependence

The temperature dependence of the microwave surface resistance at 10.9 GHz is depicted on the left.

Two typical M-type YBCO films of different thickness are shown on $LaAlO_3$ (700 nm) and sapphire (330 nm).

The R_S of copper is shown for comparison.

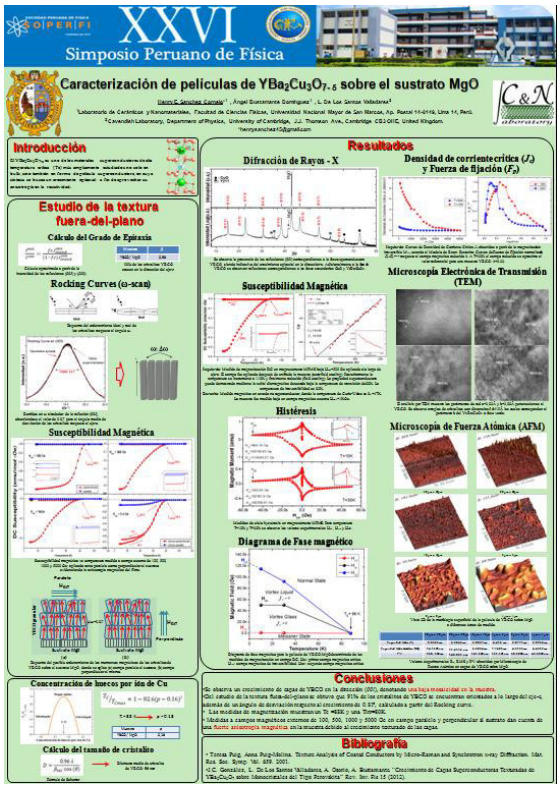
Anexo II: El trabajo fue presentado en los siguientes eventos:

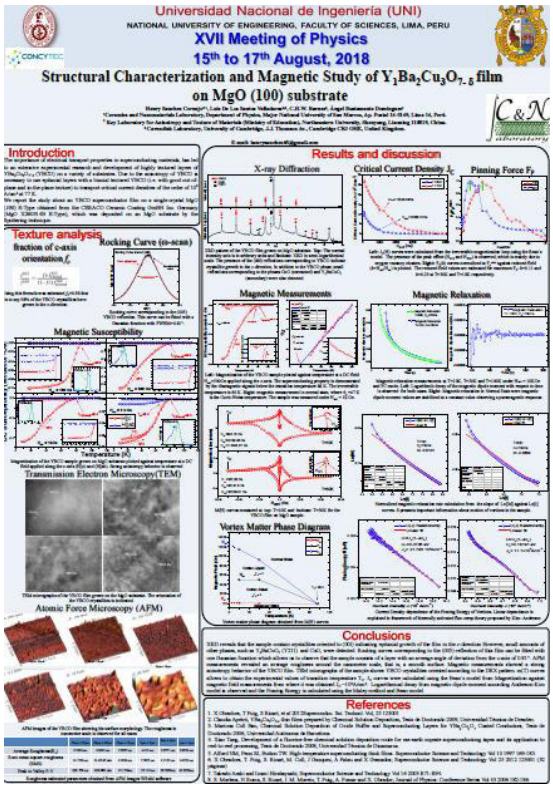
- Presentación oral, en el "Encuentro Científico Internacional de Verano", organizado por la Asociación Científica Internacional, del 04 al 09 de Enero del 2016, con el título "Caracterización y estudio de la textura de capas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ sobre el sustrato MgO". Lima, Perú.

- Presentación oral, en el "I Latin American Conference on Superconductivity and Magnetism", organizado por la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, del 24 al 28 de Octubre del 2016, con el título "Characterization of YBCO film on MgO substrate". Lima, Perú.

- Presentación en Póster, en el "XXVI Simposio Peruano de Física", organizado por la Sociedad Peruana de Física – Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión (UNJFSC), del 13 al 17 de Noviembre del 2017, con el título "Caracterización de películas $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ sobre el sustrato MgO". Huacho, Perú.

- Presentación en Póster, en el "XVII Meeting of Physics", organizado por la Universidad Nacional de Ingeniería, del 15 al 17 de Agosto del 2018, con el título "Structural characterization and magnetic study of YBa2Cu3O7-x film on MgO (100) substrate Lima, Perú. Obteniéndose el tercer lugar en reconocimiento a mejores trabajos presentados.





Anexo III: Publicaciones del autor

- Henry Elías Sanchez Cornejo, Angel Bustamante, Ana María Osorio, L. De Los Santos Valladares, J. Albino Aguiar, C.H.W.Barnes. J. Chem. Chem. Eng, **8**, 547-551 (2014).
- Henry Sanchez, A. Bustamante, A. Osorio, L. De Los Santos Valladares, J. C. González, C.H.W. Barnes. Rev. Per. Quím. Ing. Quím. Vol. 17 N.º 2, págs. 15-20 (2014).
- L. De Los Santos Valladares, J.C. González, A. Bustamante Domínguez, A. Osorio Anaya, H. Sanchez Cornejo, S. Holmes, J. Albino Aguiar, C.H.W. Barnes. Superconductors - New developments, INTECH, ISBN 978-953-51-2133-6, 35-53 (2015).
- J. C. Gonzalez, L. De Los Santos Valladares, H. Sanchez Cornejo, A. M. Osorio, J. Albino Aguiar y A. Bustamante D. Revista de Investigación de Física 23(2), (Jul-Dic 2020).
- H. Sanchez Cornejo, L. De Los Santos Valladares, C.H.W. Barnes, N.O. Moreno, A. Bustamante Domínguez, Journal of Materials Science: Materials in Electronics (2020) doi.org/10.1007/s10854-020-04623-w