



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

MEDICIONES DE CORRIENTE CRÍTICA EN
PELÍCULAS DELGADAS SUPERCONDUCTORAS

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
F Í S I C A
P R E S E N T A :

ROSA ERÉNDIRA DÍAZ SANDOVAL

DIRECTOR DE TESIS: DR. JESÚS L. HEIRAS



FACULTAD DE CIENCIAS
MÉXICO, D.F. SECCIÓN ESCOLAR

1996



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

M. en C. Virginia Abrín Batule
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis:
"Mediciones de corriente crítica en películas delgadas superconductoras"

realizado por DIAZ SANDOVAL ROSA ERENDIRA

con número de cuenta 8734003-1 , pasante de la carrera de Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis
Propietario

DR. JESUS LEONARDO HEIRAS AGUIRRE

Propietario

DR. JOSE GUADALUPE PEREZ RAMIREZ

Propietario

DR. JUAN CARLOS CHEANG WONG

Suplente

DR. ALIPIO GUSTAVO CALLES MARTINEZ

Suplente

DR. MIGUEL ANGEL HUERTA GARNICA

Consejo Departamental de Física

DR. ROBERTO ALEJANDRO RUELAS MAYORGA
Coordinador de Licenciatura

FACULTAD DE CIENCIAS
DIVISIÓN DE FÍSICA

El trabajo de tesis, casi siempre refleja la conclusión de los estudios que durante largo tiempo se sostienen para encaminarnos hacia una vida profesional. En un principio, inician con el conocimiento de las primeras letras, los números y las tablas de multiplicar; con profesores cuyos nombres olvidamos al paso de los años y cuyas enseñanzas llevamos tan inmersas en nuestras mentes que a veces no recordamos que hubo un tiempo en el que tuvimos que aprenderlas. Sin embargo todo aquello de lo que tenemos o no consciencia, nos orienta en nuestros gustos y ambiciones, y nos conduce a seguir un camino. Bien podemos hacer caso omiso de nuestros mismos deseos o seguirlos con entusiasmo, aún cuando no sea fácil..... Para aquéllos que se inclinan por luchar en pro de sus sueños, mi más profunda admiración.

Con todo cariño, a mis papás,

Ing. Ernesto Díaz Becerril

Dra. Rosa Eréndira Sandoval Vega

con los que siempre he podido contar,
tanto para compartir mis triunfos, como
para consolarme en mis fracasos.

A mis hermanos:

Ernesto y Norma Angélica, un par de
locos idealistas con muchas ilusiones por
delante.

A todos los maestros de quienes he
recibido la educación, desde aquéllos que
me enseñaron a leer en la niñez, hasta los
profesores de la Facultad de Ciencias que
tuve la dicha de conocer.

A mis compañeros y amigos con quienes he compartido lo mejor de esta vida: el tiempo de estudios.

A la Universidad Nacional Autónoma de México que me cobijó bajo su techo durante mis años de preparatoria y en mis estudios profesionales en la carrera de Física de la Facultad de Ciencias.

A Mimi; a la memoria de mi abuelo: Maximino Sandoval Rojas, de quien vino toda esta idea.

A México, gran país en donde tuve la suerte de nacer, y que actualmente está pasando por momentos difíciles. Deseo que todos sus habitantes luchen por sacarlo adelante, y que quienes tienen el privilegio de contar con la educación, no desaprovechen algo que es realmente tan valioso; aunque, espero que algún día todos y cada uno puedan contar con esa suerte.

A Dios, por todo lo recibido.

A Miguel

Indice

Introducción	1
Agradecimientos	3
Capítulo 1. Superconductividad.	
1.1 Introducción.....	5
1.2 Temperatura Crítica.....	7
1.3 Campo Crítico.....	7
1.4 Corriente Crítica.....	9
1.4.1 Flujo de vórtices.	
1.4.2 Ciclo de histéresis, Modelo de Bean.	
1.4.3 J_c en Superconductores de Alta Temperatura.	
Capítulo 2. Desarrollo Experimental.	
2.1 Métodos de Medición de J_c	22
2.1.1 Mediciones por Transporte.	
2.1.2 Mediciones por magnetización.	
2.2 Sistema de Medición de J_c por inducción.....	24
2.2.1 Descripción del equipo de medición.	
2.2.2 Sondas.	
2.2.3 Sistemas de enfriamiento.	
2.3 Preparación de muestras.....	35
2.3.1 Preparación del Blanco.	
2.3.2 Preparación de la Película.	
2.4 Métodos para la caracterización de las películas.....	38
2.4.1 Temperatura Crítica.	
2.4.2 Medición del espesor.	
2.4.3 Estructura.	

Capítulo 3. Resultados y Discusión.	
3.1 Condiciones óptimas del equipo.....	44
3.1.1 Filtro Twin-T.	
3.1.2 Triplicador de Frecuencia.	
3.1.3 Detección del 1er. armónico del voltaje en la bobina.	
3.1.4 Bobina.	
3.1.5 Voltaje de entrada en el circuito.	
3.1.6 Frecuencia de trabajo.	
3.2 Métodos de la medición de J_c	49
3.2.1 Variación de corriente en la bobina, temperatura constante.	
3.2.2 Variación de temperatura, corriente constante en la bobina.	
3.3 Resultados de las mediciones de J_c en películas delgadas.....	54
3.3.1 Caracterización de las películas.	
3.3.2 J_c en función de la temperatura.	
3.3.3 J_c como función de la calidad de la película.	
Capítulo 4. Conclusiones.....	64
Apéndice A.....	68
Apéndice B.....	69
Bibliografía.....	71

Introducción.

A partir del año de 1986 se abre una nueva etapa para la superconductividad con el descubrimiento de los llamados *Superconductores de Alta Temperatura* (SCATs) cuyas temperaturas críticas hoy en día, llegan a ser orden de 131K y que exhiben comportamientos diferentes en sus propiedades en relación a los superconductores tradicionales. Uno de ellos es el alto campo crítico que pueden soportar sin volver al estado normal, lo que hace pensar que estos materiales pueden ser utilizados para producir electroimanes que generen campos magnéticos mucho muy grandes. Sin embargo, esto también está limitado por la densidad de corriente que pueden soportar, pues si el campo magnético no los devuelve al estado normal, la corriente si lo podría hacer. Vemos pues, que se hace necesario tener métodos de medición que determinen la máxima corriente que puede soportar el superconductor, la denominada corriente crítica I_c .

Las densidades de corriente crítica (J_c) que exhiben las cerámicas de SCATs en bulto son muy pequeñas, del orden de 10^3A-cm^{-2} a temperatura del nitrógeno líquido y no sirven para las aplicaciones antes mencionadas. No obstante, las películas delgadas epitaxiales que se hacen a partir de esos materiales, llegan a tener densidades de corriente crítica de hasta 10^7A-cm^{-2} a temperatura del nitrógeno líquido, comparables a las mostradas por los superconductores tradicionales a temperatura del helio líquido.

En las mediciones de I_c comúnmente se emplea la técnica por contacto, en la cual se sueldan cuatro puntas a la muestra. Por las de los extremos se hace circular una corriente y en los contactos internos se mide el voltaje. Mientras la corriente se encuentre por debajo de I_c no se logra detectar voltaje alguno, y cuando se observa la aparición de una señal de voltaje se dice que se ha llegado a la corriente crítica de la muestra. En las películas delgadas los contactos se pegan a su superficie mediante soldadura de plata; estos contactos pueden estropear la superficie del superconductor al contaminarla, además de que, dado que la corriente que se hace circular para realizar este tipo de mediciones es muy grande, los

contactos se calientan bastante por efecto Joule llegando a dañar las propiedades superconductoras de la película.

Por otro lado, existen también métodos inductivos de medición basados en la respuesta de la magnetización que presentan los superconductores tipo II a los que pertenecen los SCATs. Uno de ellos es el que aquí se propone. Este método está basado en la respuesta no lineal a un campo magnético externo que presentan los superconductores tipo II, y consiste en generar un campo magnético mediante una bobina, cercana a la superficie de la muestra, lo cual induce una corriente de apantallamiento en el material; mediante un amplificador de detección síncrona (Lock-in) se monitorea el comportamiento del tercer armónico en el voltaje de la bobina y cuando la corriente inducida iguala a la corriente crítica, este armónico llega a su máximo (ver sección 2.2) por lo que se logra así medir J_c .

El objetivo de esta tesis es la construcción, prueba y puesta a punto del equipo de medición para el monitoreo del tercer armónico así como el estudio por este método de J_c en películas delgadas. Así pues, se construyó la parte electrónica (elaborando un par de circuitos) y se armó el sistema complementándolo con aparatos comerciales; se fabricaron dos tipos de sondas (una para la medición en nitrógeno líquido (77K) y otra para mediciones en un refrigerador de ciclo cerrado en el intervalo de 12-300K); se diseñaron y construyeron los portamuestras correspondientes para películas delgadas y se fabricaron bobinas de alrededor de 300 vueltas de alambre de cobre calibre 50; se hicieron pruebas en cuanto a las condiciones del equipo y se determinaron los parámetros para el funcionamiento óptimo y por último, se hicieron mediciones de J_c vs T en varias películas delgadas y se encontró una dependencia en función de la calidad de las muestras.

La tesis que aquí se presenta se divide en cuatro capítulos. En el Capítulo I se dan los aspectos generales de los superconductores, en donde se comienza por una breve introducción histórica de lo que ha sido la superconductividad desde sus inicios en 1911 hasta el descubrimiento de los *Superconductores de Alta Temperatura Crítica* a finales de la década de los 80's. Se describen y explican los conceptos de temperatura, campo y corriente críticos. Y sobre este último tema se hace un mayor énfasis dando a conocer el modelo de Bean para el estado mixto en los superconductores tipo II, que describe la histéresis en la magnetización que muestran este tipo de superconductores y que se relaciona directamente con el valor de la corriente crítica del material, aparte de predecir la generación de armónicos impares en la respuesta magnética de un superconductor tipo II.

En el Capítulo 2 se describe la parte experimental de este trabajo, empezando por dar a conocer los métodos de medición de J_c que se utilizan comúnmente, por contacto y por magnetización, después de lo cual se discute uno de los métodos que aquí se ha llamado *Sistema por inducción*. Se describe en general el diseño experimental, que involucra el equipo electrónico, las sondas de medición y los sistemas de refrigeración utilizados. En seguida se hace una breve descripción de la preparación de las muestras, desde la sinterización de los blancos hasta el depósito de películas delgadas mediante espurreo catódico y de la caracterización de estas últimas por medio de su resistencia, susceptibilidad, espesor y estructura.

Los resultados experimentales se presentan en el Capítulo 3, en donde se discuten los mejores parámetros para la utilización del equipo de medición, así como un par de métodos para realizar las medidas. Se dan a conocer las medidas hechas en películas delgadas de $YBa_2Cu_3O_7$, en relación con los parámetros de las muestras, obtenidos por medio de la caracterización de sus propiedades y se discute la viabilidad de la aplicación de películas delgadas de SCATs a la producción de bobinas superconductoras.

Por último, en el Capítulo 4 se presentan las conclusiones y las perspectivas de trabajo a futuro.

Agradecimientos.

Puesto que este trabajo fue totalmente experimental, es justo que mencione a todos aquellos que directa o indirectamente colaboraron para la realización del mismo, así pues, dedico especialmente esta sección para hacer patente mi agradecimiento:

Al Dr. Jesús L. Heiras por la dirección de esta tesis, a quien agradezco la preocupación que tiene por sus alumnos y la cordialidad con la que siempre me trató.

A mis sinodales, los doctores: José G. Pérez, Juan C. Cheang, Alipio Calles y Miguel A. Huerta por la cuidadosa lectura del trabajo y las correcciones que hicieron para su mejor resultado.

Al Dr. Oscar Arés por sus comentarios en materia de corriente crítica y al M. en C. Oscar Blanco en relación a la fabricación de películas delgadas, quienes me ayudaron enormemente a la comprensión de dichos temas.

Por la fabricación de todas las piezas utilizadas en este trabajo, agradezco al Ing. Jesús Camacho y al Sr. Ismael López y su valioso grupo de colaboradores. Todos ellos, personas realmente capaces y de un trato inigualable.

En la parte electrónica del sistema de medición, agradezco la asesoría del Fis. Esteban Amano, el M. en C. Manuel Chacón y la enorme ayuda que recibí por parte del Sr. Luis Rosas del Laboratorio de Electrónica de la Facultad de Ciencias.

Al Ing. Fernando Silvar y al Sr. Manuel Saldaña, gracias a los cuales siempre se cuenta con nitrógeno líquido para los experimentos.

Agradezco también, la colaboración del Dr. Pedro Prieto y su grupo de la Universidad del Valle en Cali, Colombia, y en especial al M. en C. Enrique Salinas por haberme proporcionado algunas de las películas delgadas, utilizadas en este trabajo.

A la Quím. Leticia Baños, al M. en C. Raúl Escamilla y a Carlos Campos, por las medidas de Rayos X y el asesoramiento en el tema; así como al M. en C. José Guzmán por las mediciones de Microscopía Electrónica; al Dr. Stephen Muhl y al Fis. Manuel García por el uso del perfilómetro; al Dr. Tatsuo Akachi por las facilidades prestadas al uso de algunos equipos; y al Sr. Antonio Caballero en la parte de fotografía.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales, donde se realizó todo el trabajo experimental, a todo su personal y a mis compañeros de trabajo, Oscar, Ernesto, Edgar, Arshad, JJJ y Alma.

A mis padres, hermanos y amigos; en especial a mi mamá y a Miguel Ángel Ponce Rojas, mi novio, por su apoyo constante.

Capítulo 1

Superconductividad

1.1 Introducción.

H. K. Onnes, en el año de 1911 [1], descubrió el fenómeno llamado superconductividad en el que por debajo de una cierta temperatura crítica (T_c), un material pierde por completo su resistencia al paso de una corriente eléctrica. En 1913 el mismo científico observó [2] que al aplicar un campo magnético, los superconductores recuperaban su estado normal después de que éste rebasa un campo crítico (H_c) y en 1916 Silsbee [3] detectó un efecto análogo para un valor crítico en la corriente (I_c). Años después, en 1933, Meissner y Ochsenfeld [4] descubrieron una nueva propiedad de los superconductores: el diamagnetismo perfecto, es decir, la expulsión de un campo magnético aplicado al material H_a (Efecto Meissner), para $H_a < H_c$.

Durante los años que siguieron, se hicieron muchos trabajos en relación a la búsqueda de temperaturas críticas mayores, así como del estudio de las propiedades superconductoras, a la par que se avanzaba en la interpretación teórica de la superconductividad. En la referencia [5] se puede encontrar una amena reseña histórica sobre el asunto.

Hasta antes de 1986, la temperatura crítica más alta era de 23.2K para el Nb_3Ge (que apenas rebasaba la temperatura de ebullición del H_2 líquido). En ese año K. A. Müller y J. G. Bednorz [6] reportan posible superconductividad en el sistema Ba-La-Cu-O a 30K, artículo que como se sabe, causó una gran expectación e interés renovado por la superconductividad; en 1987 las mediciones de T_c en función de la presión interna del

material sugieren la sustitución del La por un ion más pequeño, por lo que muy pronto se sintetiza un nuevo sistema que alcanza $T_c=93K$ [7] en una de sus fases: $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, siendo el primero en rebasar la temperatura de ebullición del nitrógeno líquido. Para el año de 1988 se aumenta la lista con dos sistemas más: $BiSrCaCuO$ [8] y $TlBaCaCuO$ [9], con temperaturas críticas máximas de 110K para el primero, y 125K para el segundo y más recientemente con $HgBaRCuO$ ($R = La, Nd, Eu, Gd, Dy, Y$) [10] cuya T_c es del orden de 131K. En la figura 1.1 se grafica T_c vs. año de descubrimiento, en donde se puede observar el gran salto que hubo a partir de 1986.

En las secciones que siguen se verán los parámetros que limitan la superconductividad, que como se dijo al principio de esta sección, se trata de la temperatura crítica T_c , el campo magnético crítico H_c y por último, la corriente crítica I_c , sobre la cual se hará un mayor énfasis pues es el tema de este trabajo de tesis.

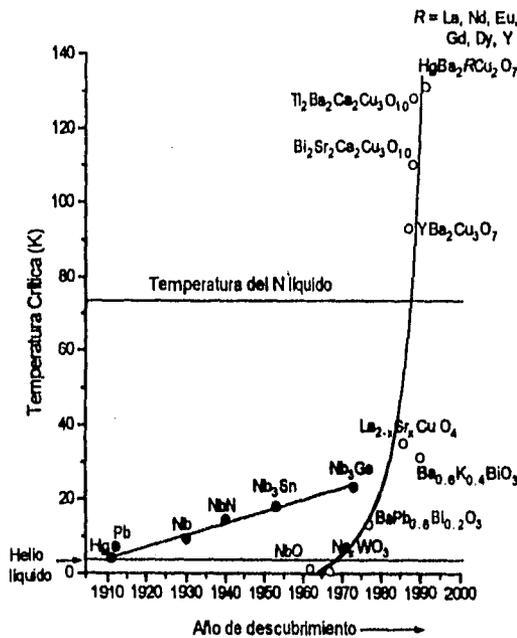


Fig. 1.1. Temperatura crítica de los superconductores en función del año de descubrimiento.

1.2 Temperatura Crítica

En la medición de la resistencia eléctrica de los superconductores se observa una caída brusca a un valor nulo por debajo de una temperatura de transición mayor que 0K, la cual es denominada Temperatura crítica (T_c) del material. En la figura 1.2 se puede observar la medida hecha para una cerámica de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ con $T_c=89\text{K}$.

No obstante, la resistencia nula sólo se aplica al comportamiento del superconductor al paso de una corriente directa, pues en el caso de una corriente alterna, el material ofrece una cierta impedancia que es mayor entre más grande sea la frecuencia de la señal alterna [11].

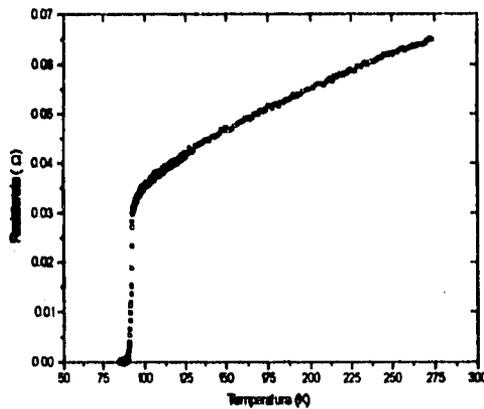


Fig. 1.2. Resistencia en función de la temperatura para una cerámica de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ con $T_c=89\text{K}$.

1.3 Campo crítico.

Los superconductores poseen dos longitudes características: la longitud de penetración de London (λ) que se relaciona con la respuesta del material a un campo magnético aplicado y la longitud de coherencia (ξ) que es la dimensión de los portadores de

carga en el estado superconductor (Pares de Cooper). Ginzburg y Landau [12] proponen un parámetro κ tal que $\kappa = \lambda/\xi$ y que divide a los superconductores en dos tipos. El cálculo refinado por Abrikosov [13] muestra que para $\kappa < 1/\sqrt{2}$ el superconductor es tipo I, mientras que para $\kappa > 1/\sqrt{2}$ pertenece al tipo II.

En presencia de un campo aplicado, los superconductores Tipo I en general pasan por dos estados: normal y superconductor, no obstante dependiendo de su geometría o la dirección del campo aplicado, se presenta un tercer estado denominado intermedio [14]. Mientras que los superconductores Tipo II presentan invariablemente tres estados: normal, mixto y superconductor, no importando ni la geometría del material ni la dirección del campo magnético aplicado.

Si se somete al superconductor a un campo magnético aplicado H_a , se originan en su superficie corrientes de apantallamiento de tal forma que la inducción magnética sólo penetra hasta la llamada longitud de penetración de London (λ) [15] siendo $B=0$ en el interior del material. Para superconductores tipo I, cuando H_a alcanza el valor de H_C , el material recupera el estado normal y las corrientes de apantallamiento desaparecen. Para los superconductores tipo II, por otro lado, existe un estado totalmente superconductor en el que se da un efecto Meissner completo hasta un campo crítico inferior H_{C1} , después del cual se presenta el estado mixto. En este estado, el campo magnético penetra parcialmente en el material, dando origen a pequeñas regiones normales en forma de filamentos paralelos a la dirección en la que es aplicado el campo externo. El flujo magnético que atraviesa cada una de estas regiones, lo hace de manera cuantizada. Cada filamento se encuentra rodeado por una corriente persistente en forma de vórtice, y puesto que en todos los filamentos o también denominados vórtices, tiene el mismo sentido, se provoca una repulsión entre ellos dando como resultado un arreglo hexagonal para los superconductores tradicionales como lo muestra la figura 1.3a. No obstante, para los superconductores de alta temperatura (SCATs), en las películas y la mayoría de los monocristales, se observa un patrón amorfo denominado *vidrio de vórtices (flux glass)*. Ver figura 1.3b.

Cuando el campo magnético alcanza el valor del campo crítico superior H_{C2} , que es bastante alto, el estado mixto termina y el material se vuelve totalmente normal. Para los SCATs, que son superconductores tipo II en extremo ($\kappa \gg 1/\sqrt{2}$), H_{C2} es tan grande que es imposible de medir a bajas temperaturas, por ejemplo para $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ su valor extrapolado a 0K es de 670T cuando el campo aplicado es paralelo al plano cristalográfico

ab y de 120T a lo largo del eje c. Esta anisotropía es característica en las propiedades superconductoras de los SCATs.

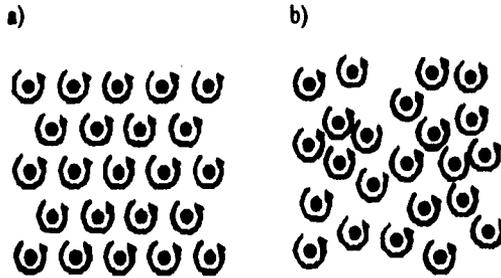


Fig. 1.3. Red de vórtices para superconductores tipo II. a) Patrón bien ordenado para superconductores tradicionales, b) Vidrio de vórtices (flux glass) para los SCATs.

1.4 Corriente Crítica.

Anteriormente se vió que el efecto Meissner involucra corrientes de apantallamiento que impiden la entrada de campo al interior del material cuando éste es sometido a un campo magnético externo. Para los superconductores tipo I el campo crítico se relaciona directamente con la llamada corriente crítica I_c , que es la máxima corriente que puede circular en un superconductor antes de pasar al estado normal. Así pues, cuando al material en estado superconductor se le aplica un campo externo y se aumenta su intensidad, las corrientes de apantallamiento también aumentan hasta que se alcanza I_c (y por ende H_c). Esto hace que el material pase al estado normal. Por otro lado, si se hace pasar una corriente por el material en ausencia de campo aplicado, esta corriente genera un campo magnético que penetra hasta λ , de modo que la corriente aplicada sólo circula en una capa de este mismo ancho, pues en caso contrario habría densidad de campo en todo el material lo cual es imposible. Cuando el valor del campo producido por la corriente alcance el valor de H_c , la corriente también habrá llegado a su valor crítico I_c .

Para los superconductores tipo II, el comportamiento es igual al discutido anteriormente en el estado superconductor, en donde se da un efecto Meissner completo, pero por arriba de H_{c1} no se alcanza todavía el estado normal sino el mixto por lo que no se

habla de una corriente crítica en relación con las corrientes de apantallamiento. En el estado mixto, los vórtices mantienen un arreglo mientras no haya una fuerza que los haga moverse. En general, dado que la red cristalina del material no es perfecta, existe una fuerza de anclaje determinada por las impurezas e imperfecciones del material [16].

Puesto que el conjunto de filamentos puede considerarse como una red vorticial, como se muestra en la figura 1.4, basta con que algunos y no todos ellos estén anclados por efecto de las impurezas, y esto tendrá como consecuencia la existencia de una fuerza de anclaje promedio f_p para la red completa.

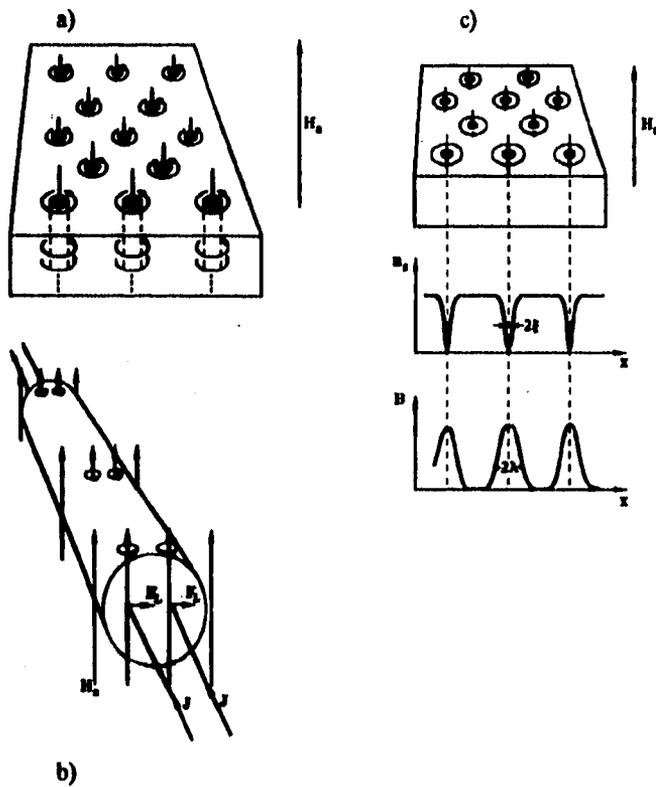


Fig. 1.4. a) Red de vórtices en el estado mixto. b) Fuerza de Lorentz provocada por una corriente que pasa a través del superconductor. c) Comparación entre las dimensiones del vórtice y las longitudes de penetración de London y de coherencia

En el caso de un alambre, si se hace pasar una corriente por el superconductor, ésta circulará a través de todo el material, a diferencia de los tipo I y no nada más en la superficie puesto que el flujo de campo magnético penetra en pequeños filamentos. Esta corriente y el campo magnético de los vórtices provocan una fuerza de Lorentz (figura 1.4b) en el material:

$$F_L = i l n \phi_0 \text{ sen } \theta$$

dónde l = longitud del alambre, i = corriente aplicada, θ = ángulo entre la dirección de corriente y el campo magnético, y $n\phi_0$ = densidad de flujo promedio, donde ϕ_0 es el flujo en cada filamento y n nos da el número total de vórtices por unidad de área.

La longitud total de todos los vórtices en el material es nA , donde A es el área de la sección transversal a la corriente, por lo que la fuerza promedio por unidad de longitud del vórtice es $(i / A) \phi_0 \text{ sen } \theta$. Podemos observar que i / A es la densidad de corriente J , por lo que en términos de estas cantidades anteriores la fuerza de Lorentz por unidad de longitud para cada vórtice queda expresada como sigue:

$$f_L = J \phi_0 \text{ sen } \theta \quad (1.1)$$

Cuando esta fuerza es menor que f_p los vórtices permanecen anclados, pero al ir aumentando la corriente, comienzan a moverse y se dice entonces que ésta ha tomado el valor de la corriente crítica. No obstante, el material no ha llegado al estado normal, sino que continúa aún en el estado mixto, pero su resistencia ya no es nula sino que hay una contribución resistiva debido al movimiento de los vórtices, y ésta va subiendo conforme se aproxima al estado normal en donde se recupera la resistencia total del material, lo que ocurre a valores de corriente mayores que J_c .

1.4.1 Flujo de vórtices.

Puesto que la fuerza de anclaje f_p tiene que ser rebasada para poner a los vórtices en movimiento, de la ecuación 1.1 se deduce que el valor de J_c está dado como:

$$J_c = f_p / (\phi_0 \text{ sen}\theta) \quad (1.2)$$

Es decir, J aumenta hasta que en J_c , f_L se hace igual a f_p .

Si consideramos el caso de la fig. 1.5a en el que se hace fluir una corriente i a través del material que se encuentra a su vez inmerso en un campo magnético externo H_a , se producirá una fuerza de Lorentz f_L sobre cada uno de los vórtices o filamentos. Suponiendo que $f_L > f_p$, los vórtices comenzarán a moverse, pero como para una corriente dada, el voltaje observado no depende del tiempo, es decir, el movimiento de los filamentos no es acelerado, entonces se puede visualizar al material como si fuera un medio viscoso con una constante de viscosidad η . La fuerza neta por unidad de longitud actuando sobre el vórtice que se mueve con velocidad v entonces se puede ver como:

$$f = \eta v \quad (1.3)$$

Pero puesto que no hay aceleración, la fuerza f_r que la red ejerce sobre el vórtice será igual y opuesta a la de (1.3) por lo que:

$$f_r = -\eta v \quad (1.4)$$

Ahora bien, la velocidad v de los vórtices tiene dos componentes, una de ellas v_y está en la dirección de la corriente aplicada y su magnitud es menor que la velocidad v_i de los electrones que transportan la corriente. Por otro lado, gracias a la fuerza de Lorentz, se tiene una velocidad v_L que es perpendicular a la corriente de transporte y al campo magnético aplicado por lo que la resultante v se encuentra a un ángulo ζ de la dirección de la corriente i (Ver fig. 1.5a).

Cuando el vórtice es puesto en movimiento, la velocidad de los electrones de corriente en relación al vórtice es $(v_i - v)$, esto produce una fuerza de Lorentz f_L perpendicular a esta nueva dirección y al campo H_a (fig. 1.5b) y cuya magnitud está dada por:

$$f_L = |v_i - v| n_s e \phi_0 \quad (1.5)$$

Donde n_s es la densidad de pares de Cooper y e la carga del electrón. Podemos observar que f_L es la fuerza f de la que se estaba hablando en (1.3), por lo que sustituyendo el valor dado por (1.5) resulta:

$$|v_i - v| = (\eta v) / n_s e \phi_0 \quad (1.6)$$

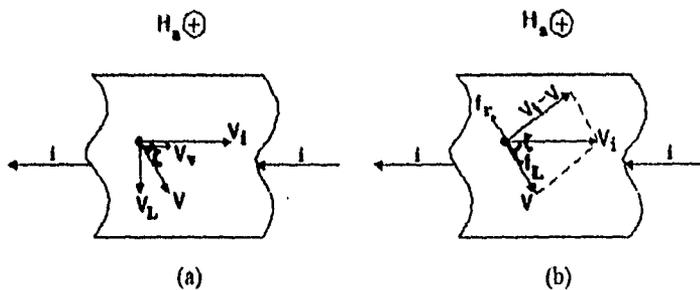


Fig. 1.5. Diagramas de velocidad y fuerza para el movimiento de vórtices. a) Diagrama de velocidades con v_i =velocidad de los electrones portadores de la corriente, v =velocidad del vórtice, v_L = componente de v dada por la fuerza de Lorentz que actúa sobre el vórtice, v_v = componente en dirección de la corriente aplicada. b) Diagrama de fuerzas, con f_r = fuerza que la red ejerce sobre el vórtice, f_L = la fuerza de Lorentz, $(v_i - v)$ = velocidad relativa entre los electrones de la corriente j y el vórtice, y ζ = ángulo entre la velocidad v y la dirección de la corriente j .

De la fig. 1.5b vemos que el ángulo ζ queda en términos de la expresión anterior como:

$$\zeta = \tan^{-1} \{ \eta / (n_s e \phi_0) \} \quad (1.7)$$

Así pues, se puede ver que entre más viscoso sea el sistema o bien entre mayor sea la fuerza de anclaje, el ángulo ζ estará más próximo a 90° y los vórtices se moverán perpendicularmente a la corriente de transporte. Las mediciones hechas en la mayoría de los superconductores tipo II muestran que ζ es muy próximo a 90° .

Cuando es considerado el efecto de la temperatura en el flujo de vórtices, resulta que a una corriente menor que I_C pero cercana a ella, las fluctuaciones térmicas permiten que la red de vórtices se mueva, lo cual ocasiona el régimen denominado *flux creep*, en donde existe una resistencia no óhmica que depende fuertemente de la temperatura. En la figura 1.6 se pueden ver ambos estados: el flujo de vórtices o *flux flow* y el *flux creep*, para muestras con diferentes grados de impurezas.

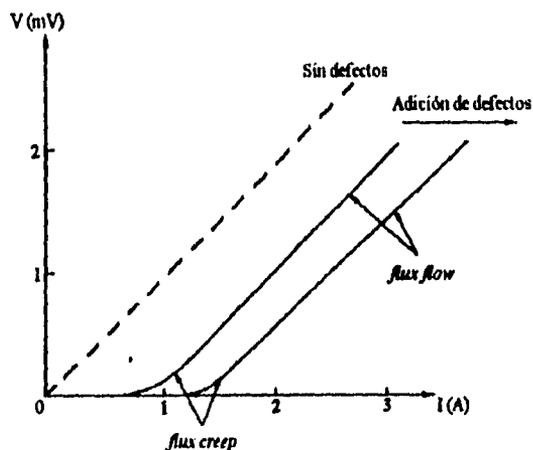


Fig. 1.6. Representación esquemática de una gráfica I-V para los estados de movimiento de los vórtices: *flux flow* y *flux creep*, para dos muestras con diferente concentración de defectos. Se puede notar que las corrientes críticas son también diferentes.

1.4.2 Ciclo de histéresis, Modelo de Bean.

El tipo, cantidad y distribución de las inhomogeneidades en el material causantes de la fuerza de anclaje sobre los vórtices están altamente relacionados con la corriente crítica que se pueda tener, como lo muestra la ecuación (1.2), ya que para mayor f_p mayor J_c . Se ha visto también que existe una estrecha relación en el comportamiento histérico en la magnetización como función de la pureza del material, mostrando que entre menos defectos tenga éste, menor es la histéresis observada cuando se aplica un campo magnético que se aumenta y después se disminuye. En cambio, cuanto mayor número de defectos se tienen en la muestra, mayor será la diferencia en las curvas de magnetización obtenidas, dependiendo del camino que haya seguido el campo magnético aplicado. En la figura 1.7 se puede ver el comportamiento de la magnetización para los superconductores tipo II que muestra la diferencia de la magnetización (ΔM) para campos aplicados creciente y decrecientemente.

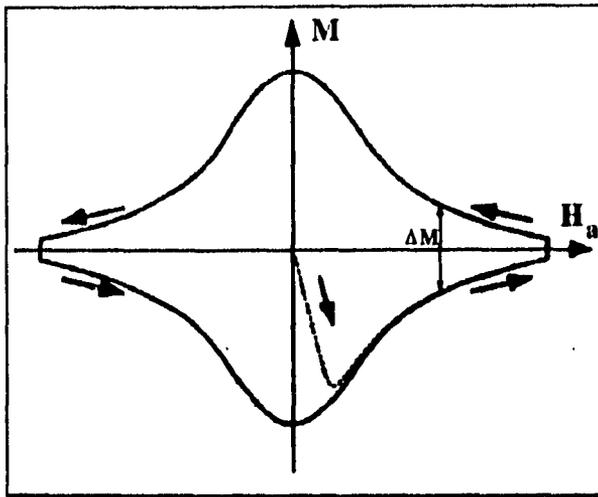


Fig. 1.7. Ciclo completo de la histéresis observada en la magnetización de los superconductores tipo II en función del campo magnético aplicado. La línea punteada representa la respuesta inicial de la muestra enfriada por debajo de T_c a la que se le aplica un campo magnético aumentando su valor hasta un cierto máximo mucho mayor que H_{c1} pero menor que H_{c2} . Mientras que la línea sólida es la respuesta observada al ir disminuyendo el campo y luego invertir su polaridad hasta un máximo equivalente al alcanzado antes en el eje positivo. Las flechas indican la dirección seguida durante el proceso y ΔM es la magnetización remanente que es igual a la diferencia entre las magnetizaciones para campos aplicados creciente y decrecientemente.

La irreversibilidad en las curvas de magnetización fue explicada por Charles P. Bean mediante un modelo para el estado mixto [17, 18], que por otro lado permite hacer mediciones indirectas de J_c utilizando esas curvas de magnetización (Ver Sección 2.1.2).

La suposición fundamental del modelo de Bean es que J_c es independiente del campo aplicado para campos menores que H_{c2} y además que cualquier fuerza electromotriz por pequeña que sea, inducirá a las corrientes a fluir localmente. Por otro lado, el material en el estado mixto se supone formado por una malla filamentaria con campo crítico muy alto, rodeada por intersticios de campo crítico muy pequeño, es decir, de material tipo I. Cabe aclarar que el modelo utiliza cantidades físicas promediadas en toda la muestra como B y J , así que no considera la penetración local en forma de filamentos.

Considerando el caso de una placa de espesor d , como lo muestra la fig. 1.8a se observa que la inducción magnética penetra totalmente el espécimen cuando el valor de B es igual a un cierto B^* .

Por la ley de Ampere y teniendo en cuenta que J y B son independientes, se deduce que el campo decrece linealmente con la distancia, así pues tenemos que:

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{J} \quad (1.8)$$

en una dimensión queda como:

$$\partial B(x) / \partial x = \mu_0 J \quad (1.9)$$

Integrando resulta en:

$$B = \mu_0 J x \quad (1.10)$$

Despejando x , se puede observar que la inducción magnética sólo penetra hasta una cierta longitud:

$$x = B / (\mu_0 J) \quad (1.11)$$

En este caso, las corrientes de apantallamiento circulan en la capa superficial de espesor x . Cuando $x = d/2$, B penetra por completo a la placa. Denominando B^* al valor de dicha inducción, y sustituyendo $d/2$ en (1.11) obtenemos:

$$B^* = (\mu_0 d J_c) / 2 \quad (1.12)$$

donde J_c indica el valor de la densidad de corriente crítica, pues a densidades de flujo magnético mayores que B^* , las corrientes fluyen en todo el espécimen.

Teniendo el caso de que un campo H_0 es aplicado y luego removido, la superficie siente entonces una fuerza electromotriz opuesta a la sentida mientras el campo era incrementado, lo que provoca que las corrientes de apantallamiento se reviertan, dando como resultado un flujo atrapado (figura 1.8b), el cual no desaparece hasta aplicar $H_0 / 2$ en

forma inversa, así pues se tiene un ciclo de histéresis. En este caso, Bean encuentra que la inducción magnética para una placa puede expresarse de la siguiente manera:

$$B = HH_0 / 2H^* \pm (H^2 - H_0^2) / 4H^* \quad \text{para } |H_0| < |H^*| \quad (1.13)$$

donde H_0 es un valor máximo de H ; el signo más se aplica para un campo aplicado creciente, el signo menos para un campo decreciente y H^* es la intensidad de campo correspondiente a B^* . Para obtener la magnetización a partir de (1.13), se usa:

$$H = (B / \mu_0) - M$$

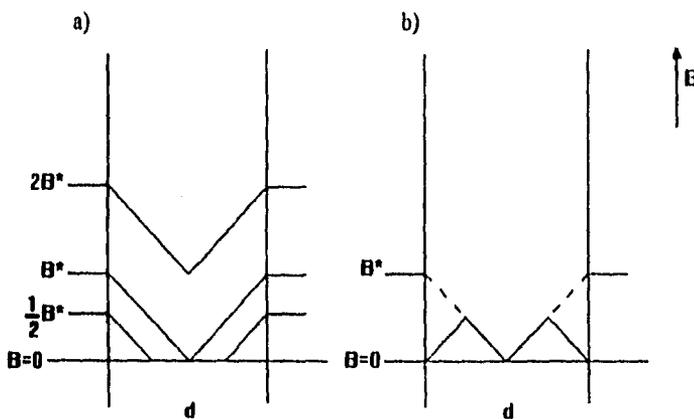


Fig. 1.8. Penetración de B en una placa de espesor d para un campo aplicado paralelo a la placa. a) Para distintos valores de la inducción magnética, campo creciente. b) Campo decreciente desde B^* (línea punteada), nótese que queda un flujo atrapado (marcado con la línea sólida).

Cuando $|H_0| > |H^*|$, la ecuación (1.13) ya no es válida y se tienen otras expresiones [19] que convergen a esta misma para $H_0 = H^*$ excepto por un prefactor que depende de la geometría estudiada. La corriente crítica (en función de B y T) se puede obtener de las curvas de magnetización experimentales; para una placa de espesor d se reporta [20] que:

$$J_c(A\text{-cm}^{-2}) = 20 \Delta M / d \quad (1.14)$$

- Generación de armónicos.

Si se aplica a la muestra un campo magnético oscilante de la forma $H = H_0 \cos(\omega t)$, la inducción magnética dada por la ecuación (1.13) se puede escribir como:

$$B = [H_0^2 / 4H^*(H)] [2\cos(\omega t) \pm \text{sen}^2(\omega t)] \quad (1.15)$$

Vemos que B no es una señal sinusoidal pura y en consecuencia la magnetización tampoco. Desarrollando en series de Fourier [21], $B(t)$ se puede expresar en función de senos y cosenos como:

$$B = \sum_{n=1}^{\infty} [\alpha_n \text{sen}(n\omega t) + \beta_n \text{cos}(n\omega t)]$$

Donde los coeficientes están dados por las siguientes integrales:

$$\alpha_n = (1/\pi) \int_{-\pi}^{\pi} B(t) \cos(n\omega t) d(\omega t)$$

$$\beta_n = (1/\pi) \int_{-\pi}^{\pi} B(t) \text{sen}(n\omega t) d(\omega t)$$

Ji et al [19] reportan para $H_0 < H^*$ (en una placa) los coeficientes α y β como sigue:

$$\alpha_1 = H_0^2 / (2H^*) \quad (1.16a)$$

$$\alpha_n = 0, \text{ para } n > 1 \quad (1.16b)$$

$$\beta_n = 0, \text{ para } n \text{ par} \quad (1.16c)$$

$$\beta_n = - (H_0^2 / H^*) [(2/\pi) (n-2) n (n+2)] \quad (1.16d)$$

Para $H_0 > H^*$ las expresiones son mucho más complicadas; en este trabajo interesa en particular el tercer armónico como se verá más adelante, por lo que aquí sólo se muestra el resultado con $n = 3$ para la señal en fase:

$$\begin{aligned} \beta_3 = & (2H^*)/(3\pi) + (4\pi H^*)^{-1} \{ [H_0 / 2] [(\cos 5X - 1) / 5] + [\cos X - 1]] \\ & + [H_0^2 + 2(H_0 \cdot 2H^*)^2] [(\cos 3X - 1) / 3] \\ & - 2H_0 [H_0 - 2H^*] [(\cos 3X - 1) / 3] + [\cos 2X - 1] / 2] \} \end{aligned} \quad (1.17)$$

Con $X = \cos^{-1}[1 - 2H^*/H_0]$, $0 < X < \pi$

Así pues se observa que la inducción magnética está compuesta por términos armónicos de los cuales sólo los impares sobreviven aún cuando se agregue un campo aplicado D.C., pues en este caso sólo basta remplazar H por $H + H(D.C.)$ en (1.13) y las ecuaciones desarrolladas en esta sección no pierden validez.

Aún cuando el modelo de Bean es muy simplificado, describe bien el comportamiento observado en las películas delgadas; en las cerámicas, por otro lado, no se ajusta, por lo que se recurre al modelo de Anderson-Kim [22] que considera una dependencia explícita de J_c en función de B .

1.4.3 J_c en Superconductores de Alta Temperatura.

La densidad de corriente crítica en los materiales en bulto es muy baja debido a los llamados enlaces débiles (*weak links*), es decir, puesto que las cerámicas están constituidas por granos, las fronteras entre los mismos pueden estar separadas por una pequeña cantidad de material que claramente tiene una menor J_c que el resto del material, por lo que fácilmente se convierten en partes normales y al constituir el único camino que puede seguir la corriente circulante en el SCAT, producen disipación a muy bajas densidades de corriente en comparación con los superconductores tradicionales (Ver figura 1.9).

Por otro lado, como se mencionó anteriormente, J_c tiene también un carácter anisotrópico [23], siendo menor la J_c que circula paralela al eje c que la que lo hace en el plano ab , una de las razones por las cuales, J_c para las películas delgadas y monocristales es más alta que para las películas policristalinas y los materiales en bulto. Hay que tener en cuenta también, que la alta orientación del cristal en las películas y monocristales reduce las

fronteras de grano y en consecuencia evita el problema de los enlaces débiles, lo que incrementa la magnitud que J_c puede alcanzar. Aunque los valores de J_c son del orden de los obtenidos para los superconductores tradicionales, la ventaja que tienen los SCATs es que gracias a sus altas temperaturas críticas, las aplicaciones pueden ser llevadas a temperaturas del nitrógeno líquido, de ahí uno de los intereses en estudiarlos.

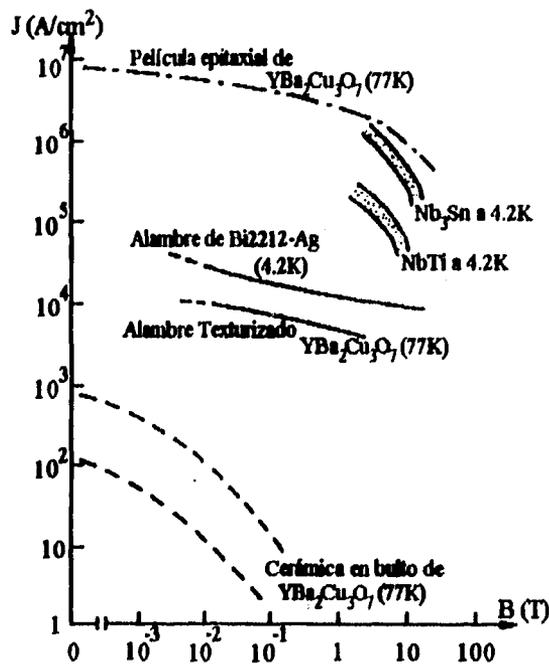


Fig. 1.9. J_c vs. campo aplicado para superconductores tradicionales (Nb_3Sn y $NbTi$) y SCATs: $YBaCuO$ (en buito, película delgada y alambre fuadidamente texturizado) y Bi2212 (alambre con plata). En donde también se indican las temperaturas de medición para cada curva.

Para películas delgadas de $YBa_2Cu_3O_{7.8}$, $J_c \sim 10^7 A/cm^2$ a $T = 4K$ en campos de 0 a 1 Tesla y a 77K su valor se reduce por un factor de aproximadamente 10 veces (Ver figura 1.10). Para los buenos monocristales el valor es regularmente 30 veces menor que el de las películas, la razón parece ser que el anclaje es mejor en las películas que en los monocristales.

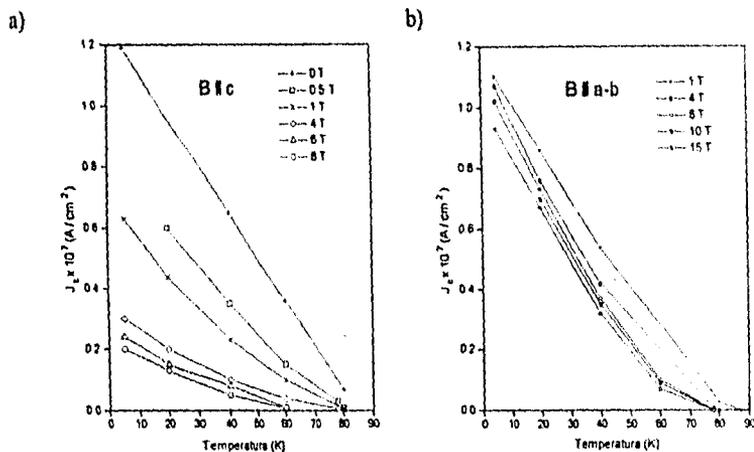


Fig. 1. J_c en función de la temperatura (Unidades de 10^7 A/cm^2) para una película de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a diferentes campos magnéticos aplicados en dos diferentes orientaciones: paralelo al plano ab y a lo largo del eje c .

Para aumentar las densidades de corriente crítica, comúnmente se recurre a distintos métodos que inducen cualquier tipo de inhomogeneidad espacial (centro de anclaje) en el material, como pueden ser impurezas, fronteras de grano, dislocaciones, vacancias o precipitados no superconductores. Estos últimos, por ejemplo se pueden producir mediante bombardeo neutrónico o protónico, dando como resultado que en los monocristales [24], por ejemplo, J_c se haga comparable a la de las películas aunque teniendo en cuenta que también existe un límite para el bombardeo puesto que en cierto punto puede crear daño en el cristal y como consecuencia disminuir J_c . Por otro lado, para el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ se pueden hacer crecer inclusiones de Y_2BaCuO_5 para aumentar J_c .

Otros métodos pueden consistir en trabajo en frío para producir dislocaciones y templados *in situ* [25] durante el depósito de películas delgadas mediante ablación láser y espurreo catódico. También se ha observado que las vacancias naturales de oxígeno actúan como centros de anclaje dado que los valores de la longitud de coherencia son del orden de los parámetros de red.

Capítulo 2

Desarrollo Experimental

2.1 Métodos de medición de J_c .

Este capítulo inicia mencionando los métodos utilizados para la medición de J_c , describiendo brevemente cada uno, para dar paso a un tratamiento más profundo del método inductivo que se propone en esta tesis. Las mediciones de densidad de corriente crítica se realizan usualmente de dos formas: el método denominado de transporte o por contacto y métodos indirectos que están basados en la respuesta de la magnetización a un campo magnético externo.

2.1.1 Mediciones por Transporte.

Este tipo de medidas se realizan haciendo contactos directos con la película tal como se muestra en la figura 2.1a. El principio de la medición es sumamente sencillo: se hace circular una corriente a través del superconductor mediante los contactos en los extremos y se monitorea el voltaje en los contactos interiores. Mientras el material está en el estado superconductor no se observa voltaje alguno puesto que la conducción se da sin resistencia y así permanece también en el estado mixto mientras los vórtices no se mueven, pero cuando la corriente es lo suficientemente grande para empezar a moverlos, el voltaje se incrementa, primero suavemente y después de forma rápida (Figura 2.1b) hasta alcanzar el estado normal. Debido al problema de calentamiento en los contactos, no se reportan mediciones más allá de una cierta corriente, por lo que no se puede observar el comportamiento óhmico que se tendría a corrientes mayores.

Debido a la resolución en los sistemas de medición y los problemas en las medidas, la determinación de la corriente crítica de transporte a partir de las curvas de V vs I no es única, por lo que se han tomado en cuenta varios criterios de voltaje en los cuales se dice que se ha alcanzado la corriente crítica. El más utilizado es el de $.1\mu\text{V}$, pero para mediciones menos sensibles existen otros criterios que abarcan voltajes mayores como $1, 5$ ó $10\mu\text{V}$. La densidad de corriente crítica es el resultado de dividir la corriente crítica entre el área transversal, por lo que también influye bastante la medida de dicha superficie. En las películas delgadas este tipo de mediciones se hacen sobre tirillas muy delgadas que dificultan más la medición del área transversal.

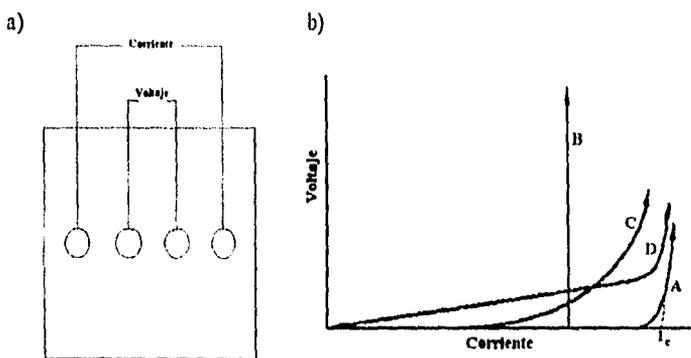


Fig. 2.1. Mediciones de corriente crítica por contacto directo con la película. a) Disposición de los contactos. b) Gráficas de Voltaje en función de la Corriente, por debajo de I_c , no hay resistencia y el voltaje es nulo, pero después de I_c aparece una resistencia que en el caso ideal se reflejaría en un comportamiento A. Mientras que en B se observa un calentamiento prematuro, en C se muestra el resultado para una muestra dañada y en D existe una inadecuada transferencia de corriente en los contactos.

En las mediciones DC [26], los contactos se llegan a calentar mucho y pueden llegar a dañar la superficie de la película; para disminuir estos problemas, existen métodos alternativos utilizando corriente AC [27] o por pulsos [28].

2.1.2 Mediciones por magnetización.

La respuesta que los superconductores presentan a un campo magnético externo da lugar a tres métodos de medición de J_c :

1. Se mide la magnetización en función del campo aplicado [29] y J_c se obtiene evaluando la magnetización remanente ΔM . En el caso de una placa, por ejemplo, se utiliza la expresión (1.15).
2. A partir de mediciones de susceptibilidad se obtiene J_c . En esta técnica [30] se miden las pérdidas AC como función de la amplitud de un campo magnético transversal.
3. La respuesta no lineal de un superconductor a un campo magnético se utiliza para obtener J_c .

Los tres métodos anteriores están fundamentados en el modelo de Bean para el estado mixto, que fue considerado con cierto detenimiento en el capítulo anterior. Los detalles experimentales de los dos primeros métodos se encuentran en las referencias indicadas y en este trabajo se describirá en detalle la última técnica mencionada. Se ha visto que los resultados de las mediciones de J_c utilizando los tres métodos anteriores son esencialmente los mismos entre sí. Sin embargo, puede haber diferencias tan grandes hasta del 30% y como por lo general los métodos inductivos (2 y 3) dan valores para J_c mayores que el método por contacto, es deseable comparar los resultados inductivos con los de contacto.

2.2 Sistema de Medición de J_c por inducción.

El sistema inductivo que se realizó para este trabajo está basado en el modelo para el estado mixto en superconductores tipo II propuesto por Bean [18] en relación a la generación de armónicos en el campo magnético debido a la presencia del superconductor y en la aplicación para mediciones de J_c hecha por Claassen et al [31]. La construcción de la parte electrónica involucra muchos de los detalles descritos por este grupo, sin embargo existen algunas correcciones [32] y modificaciones debidas a la disponibilidad de los aparatos comerciales en el mercado y de los recursos y necesidades en el laboratorio.

La idea básica que se propone en el trabajo de Claassen et al, es la de someter a la película delgada a un campo magnético originado por una bobina, de modo que este último induzca a su vez corrientes de apantallamiento en la superficie del material. La respuesta no lineal del superconductor produce la generación de armónicos en el campo magnético; para la medida de J_c por este método, se monitorea la evolución del 3er. armónico del voltaje en

la bobina conforme se va aumentando el campo (que es proporcional a la corriente en la bobina) y se determina J_c con el comienzo de la respuesta no lineal que presenta la señal del 3er. armónico. En el caso de las medidas hechas en este trabajo, dicho comienzo no es claro puesto que también hay una contribución a la respuesta de la bobina debida a que el embobinado no es ideal, por lo que se toma el pico de la no linealidad. A primera vista, esta elección parece no estar demasiado justificada, sin embargo en mediciones del 3er. armónico en función de la temperatura se confirma que el máximo es un buen indicador para la obtención de gráficas de J_c vs T [33]; se observó experimentalmente que dicho máximo corresponde también al que es observado en gráficas del 3er. armónico en función de la corriente de la bobina.

Suponiendo que la densidad de campo magnético es apantallada totalmente por la película superconductora, es decir, que $B=0$ en la parte opuesta del sustrato, se originan corrientes de apantallamiento en una capa delgada, por lo que en términos de la densidad lineal de corriente K , se escribe J como:

$$J = K / d \quad (2.1)$$

donde d es el espesor de la película y K depende linealmente de la inducción magnética, siendo ambas a su vez función de la distancia radial r sobre el plano de la película con respecto al eje de la bobina:

$$K = K(r) = B(r) / \mu_0 \quad (2.2)$$

Ahora bien, se encuentra que existe un radio crítico (Ver figura 2.2) que depende de las dimensiones de la bobina y de la distancia entre ésta y la película, en el que B tiene un máximo bastante notable, por lo que se pueden desprestigiar el resto de las contribuciones y el problema se reduce a considerar el comportamiento de la inducción magnética en dicho radio, resultando ser proporcional a la corriente de la bobina. Así pues, cuando I rebasa un cierto valor I_0 , a partir de éste se podrá obtener la densidad de corriente crítica de la película por medio de una relación del tipo:

$$J_c = \tau I_0 / d \quad (2.3)$$

Donde I_0 puede ser deducida graficando el tercer armónico del voltaje de la bobina en función de la corriente I en la bobina, τ es una constante que puede ser determinada de la

solución analítica del problema para una geometría dada, que involucra una bobina con un cierto número de vueltas y una distancia específica entre ésta y la película o bien calibrando el equipo con respecto a mediciones de transporte [33] y d es el espesor de la película. En su artículo, Claassen et al reportan que la densidad de corriente crítica está dada por:

$$J_c \times 10^6 \text{ [A/cm}^2\text{]} = 250 I_0 \text{ [mA]} / d \text{ [Å]} \quad (2.4)$$

En este trabajo se hace uso de esta misma fórmula, aunque para verificar dicha elección, haría falta comparar los resultados obtenidos con mediciones por contacto y así determinar una constante específica para el sistema.

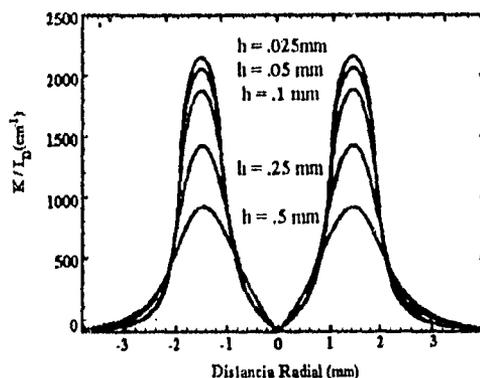


Fig. 2.2. Comportamiento de las corrientes de apantallamiento en función de la distancia radial con respecto al eje de la bobina sobre el plano de la superficie de la película para diferentes distancias (h) bobina-película. K/I_D indica la razón de la densidad de corriente superficial entre la corriente que conduce la bobina.

2.2.1 Descripción del equipo de medición.

El sistema utilizado para medir la densidad de corriente crítica (J_c) está integrado por tres partes: el sistema electrónico, la sonda y el sistema de enfriamiento. Se hicieron dos diseños de las sondas para dos diferentes sistemas de enfriamiento: el primero usa nitrógeno líquido y helio gas de intercambio y el otro, un sistema de refrigeración de ciclo cerrado con helio como gas de trabajo.

La figura 2.3 muestra un diagrama de bloques del arreglo en el que se observa el sistema bobina-película con que se trabajó.

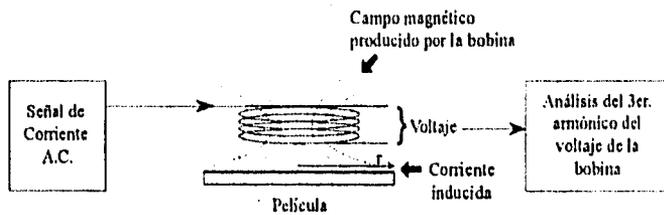


Fig. 2.3. Diagrama de bloques del sistema de medición por inducción de corrientes superficiales en la película mediante la aplicación de un campo magnético.

Las componentes de este sistema se esquematizan en la figura 2.4. Los circuitos electrónicos para el triplicador y el filtro Twin-T fueron construidos en el laboratorio, mientras que el resto es equipo comercial. Con este sistema se pueden tener cantidades medibles y analizar el cambio registrado en el tercer armónico del voltaje generado en la bobina durante la transición superconductor de la muestra.

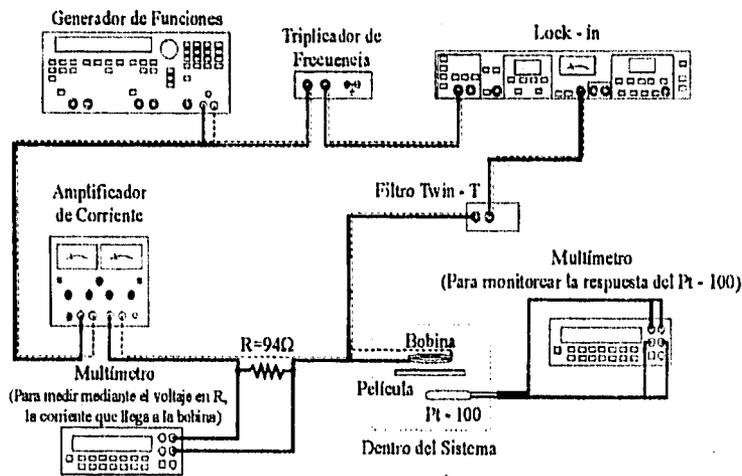


Fig. 2.4. Conexiones utilizadas para el Sistema de medición inductivo de corriente crítica en películas delgadas superconductoras. La línea punteada indica el blindaje del cable.

Con un generador de funciones (Wavetek modelo 98) se manda una señal sinusoidal a un triplicador de frecuencia por una parte y a la bobina por la otra. Antes de que la señal llegue a la bobina, se aumenta su intensidad con un amplificador de corriente (Hewlett Packard modelo 6826A) y se pasa a través de una resistencia (94Ω) que se utiliza para determinar la corriente que llega a la bobina.

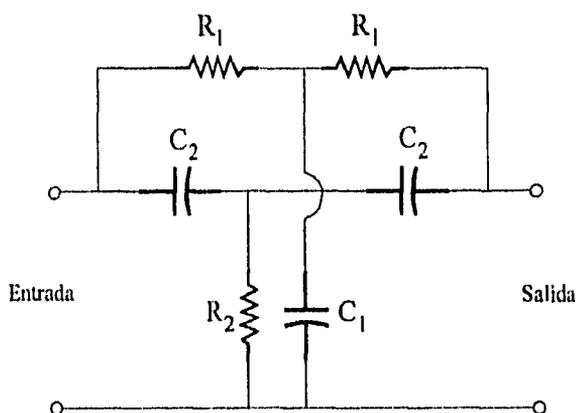


Fig. 2.5. Esquema del Filtro Twin-T que no permite el paso de señales cercanas a la frecuencia $1f$. Se construyó de acuerdo a lo descrito en la referencia [34].

La señal que sale de la bobina pasa a través del filtro Twin-T, construido en el laboratorio (Ver figura 2.5) que impide el paso de las señales con frecuencias cercanas a la principal ($1f$), las cuales son muy grandes; en caso de dejarlas pasar opacarían al resto de los armónicos del voltaje, no pudiendo así monitorear el comportamiento del tercer armónico. Finalmente la señal llega al canal A de un amplificador de detección síncrona, *Lock-in* (EG&G modelo 5210) que al ser comparada con la referencia que viene del triplicador (figura 2.6) mide el 3er. armónico (Ver Apéndice A). El triplicador ha convertido a $3f$ la señal del generador de funciones ($1f$) proporcionando una señal cuadrada con un voltaje constante.

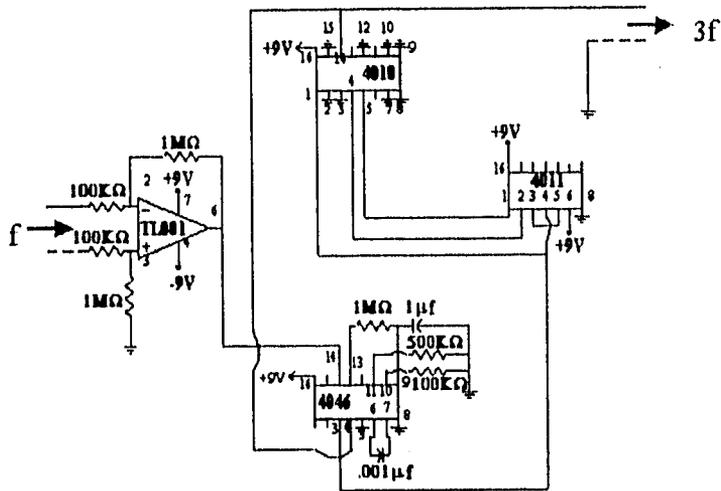


Fig. 2.6. Diagrama del triplicador de frecuencia hecho en el laboratorio. Se observan las conexiones que involucran los siguientes circuitos integrados: Amplificador Operacional TL081, 4011 Cuatro compuertas NAND de 2 entradas, 4018 Contador divisor por N y 4046 Comparador de fase y Oscilador de voltaje controlado.

Las mediciones requieren de un portamuestras que pueda ser utilizado a bajas temperaturas. A continuación se describen las sondas que fueron diseñadas y construidas en el laboratorio.

2.2.2 Sondas.

a) Para Nitrógeno

La figura 2.7 esquematiza el diseño. El cuerpo de la sonda se hizo de tubo de acero inoxidable, el cual es relativamente mal conductor térmico y sirve como blindaje a la señal que viaja a través de alambres delgados de cobre que pasan a lo largo de su interior. Estos alambres se trenzan por parejas para disminuir el ruido eléctrico, y en un extremo se sueldan a un conector de 12 patas, mientras que en el otro se sueldan a una extensión al tubo hecha

de cobre que también consta de 12 terminales; los alambres que salen del portamuestras también se sueldan en esta pieza.

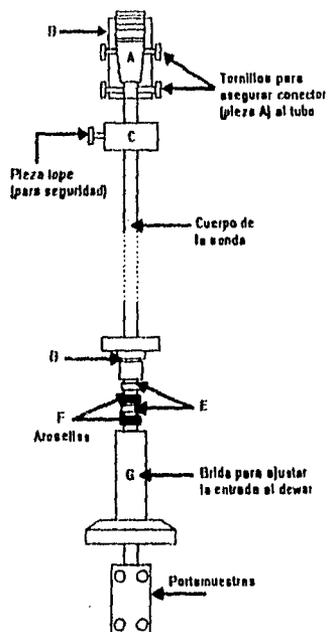
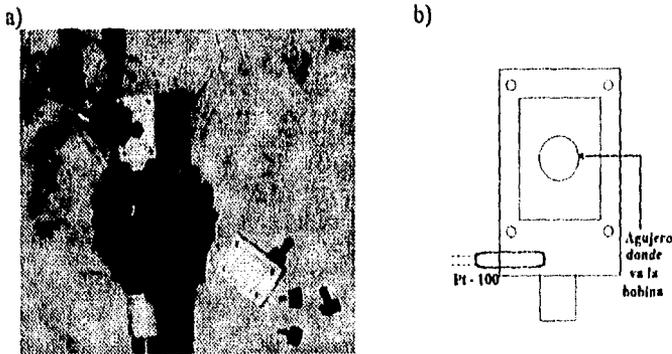


Fig. 2.7. Sonda utilizada en el Sistema de Enfriamiento por Nitrógeno Líquido. Las piezas de que consiste son las siguientes: Cuerpo de la sonda (Hecho de tubo de acero inoxidable), Conector de 12 patas (A), Protector del conector (F), Tope (C) para evitar el deslizamiento del tubo, las piezas D, E, F y G se utilizan para lograr el sello de vacío al interior del dewar (Ver Sección 2.2.3)

Atornillado a la pieza de cobre (Ver figura 2.8a) está el portamuestras que se fabricó en teflón, con el objeto de evitar corrientes parásitas y la deformación del campo magnético si éste fuera conductor, además de que es fácil de maquinar. En el centro se hizo un pequeño agujero circular en donde se coloca la bobina de 300 vueltas (Ver figura 2.8b). El diseño del portamuestras es tal que puede alojar justamente una película delgada de 1 cm^2 , aunque, películas de dimensiones un poco menores también pueden ser colocadas puesto que la pieza tiene un sistema de tornillos que permite fijarlas. Para medir la temperatura en la muestra se coloca un sensor de temperatura lo más cercano posible. En este caso se optó por un Pt-100 (resistencia de platino con $R = 100\Omega$ a 0°C) sensible a los cambios de temperatura en la

región de interés. La calibración se realizó en un refrigerador de ciclo cerrado con referencia a un Diodo de GaAlAs (Lakeshore modelo PG-120PL) en el intervalo de 12 a 300K (Ver figura 2.9).



Las piezas de sujeción, protección del conector, tope y sellado para vacío se muestran con mayor detalle en la figura 2.7.

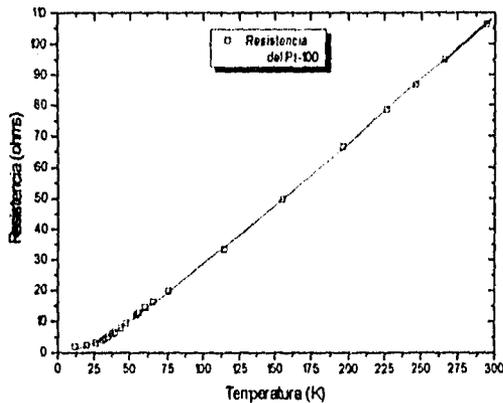


Fig. 2.9. Calibración del Pt-100 con referencia a un diodo de GaAlAs.

b) Para Helio.

La figura 2.10 muestra la sonda utilizada en el refrigerador de ciclo cerrado que trabaja con helio. En este caso se fabricó un tubo de fibra de vidrio que se fijó a una pieza de metal, la cual se atornilla a la boquilla de entrada del refrigerador; la sonda lleva en un extremo un conector para vacío de 9 patas, y en el otro un portamuestras hecho de teflón de forma análoga al utilizado en la sonda para nitrógeno, pero de dimensiones menores, de tal manera que permite introducirla en el sistema de refrigeración. Los cambios de temperatura se registran por medio de un Pt-100 calibrado.

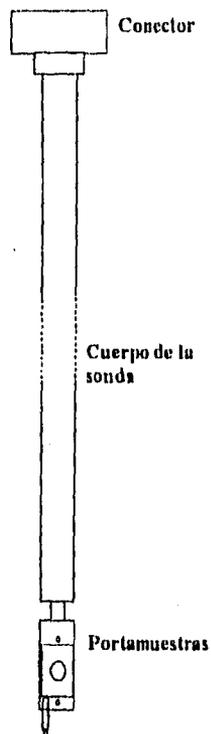


Fig. 2.10. Sonda usada en las mediciones a muy bajas temperaturas.

2.2.3 Sistemas de enfriamiento.

a) Por Nitrógeno líquido.

El diagrama de la figura 2.11 muestra la disposición del sistema.

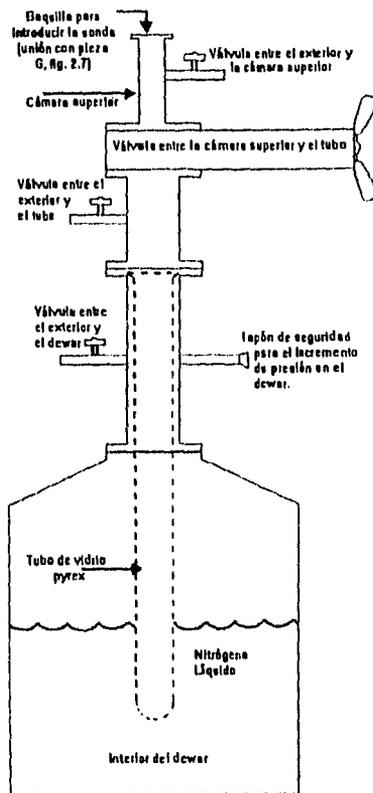


Fig. 2.11. Sistema de Enfriamiento por Nitrógeno Líquido.

El sistema consiste en un dewar con nitrógeno líquido al que se le introduce un tubo de vidrio sostenido por una serie de piezas de metal con un sistema de válvulas que regulan la entrada y salida de gases en tres etapas. En la cámara superior se encuentra una boquilla con un arosello en la cual se coloca la sonda, sellando de tal manera que evita la entrada de

aire al portamuestras y que permite hacer vacío en dicha zona. La sonda es introducida al tubo inmerso en el nitrógeno; en el interior del tubo se mete helio gas que permite el intercambio térmico entre el baño de nitrógeno líquido y la muestra. Bombeando sobre la cámara del dewar se disminuye la presión sobre el nitrógeno lo que permite bajar la temperatura hasta 60K.

b) Por Helio.

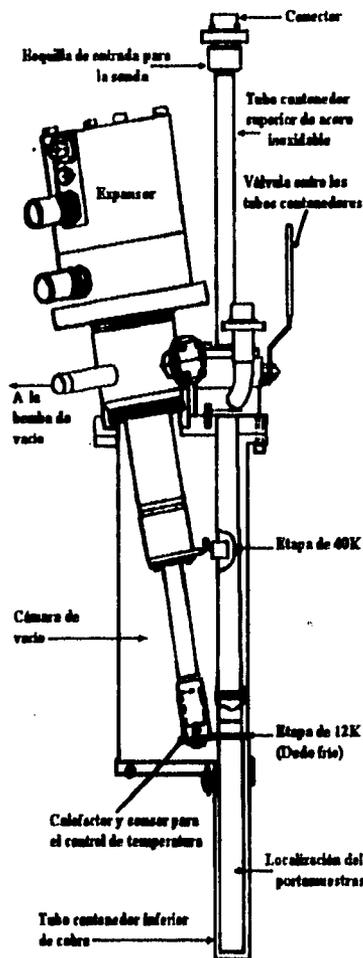


Fig. 2.12. Criostato APD utilizado como Sistema de Enfriamiento por Helio.

El sistema (Figura 2.12) consiste en un crióstato APD [35] provisto de un tubo de cobre enfriado por medio de un refrigerador de ciclo cerrado, en el cual el enfriamiento se logra a base de compresiones y descompresiones isotérmicas utilizando helio como gas de trabajo. Para conducir el calor al tubo de cobre se usa helio como gas de intercambio mientras que la muestra queda eléctricamente aislada.

Mediante un controlador de temperatura (Lake Shore modelo 330), se puede mantener la temperatura constante en el interior del tubo de cobre utilizando una resistencia como calentador y un diodo de GaAlAs a modo de sensor.

2.3 Preparación de muestras.

Se utilizaron películas delgadas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, obtenidas mediante el método de depósito por espurreo catódico.

2.3.1 Preparación del blanco.

La primera parte de la preparación consiste en la sinterización de una pastilla o blanco que se utilizará en el espurreo. La pastilla tiene un diámetro de 5cm y un espesor variable de 3 a 5mm, con un peso inicial de 10 a 15 g.

El compuesto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (123) se prepara por la técnica de reacción en estado sólido a partir de polvos de Y_2O_3 (Oxido de Itrio 99.99 %, Aldrich), BaCO_3 (Carbonato de Bario 99.999 %, Strem) y CuO (Oxido de Cobre 99.99 %, Aldrich) que se pesan de acuerdo a la estequiometría del 123.

Se procede a mezclar y moler los polvos muy bien para lograr la mejor homogeneidad posible. Después de esto, se meten al horno a 920°C durante 24 horas para obtener una primera reacción. Se vuelven a moler y hornear de la misma forma.

Después de la última horneada, se vuelven a moler los polvos, pero esta vez se empastillan sometiéndolos a una presión uniforme de 260Kg/cm^2 (equivalente a una fuerza

de 10 Toneladas) y se hornean siguiendo la gráfica mostrada en la figura 2.13, en la que se observa un calentamiento gradual hasta 920°C y un enfriamiento hasta 450°C, temperatura a la cual se oxigena la muestra durante cuatro días. La pastilla resultante se conserva en un desecador para evitar su degradación.

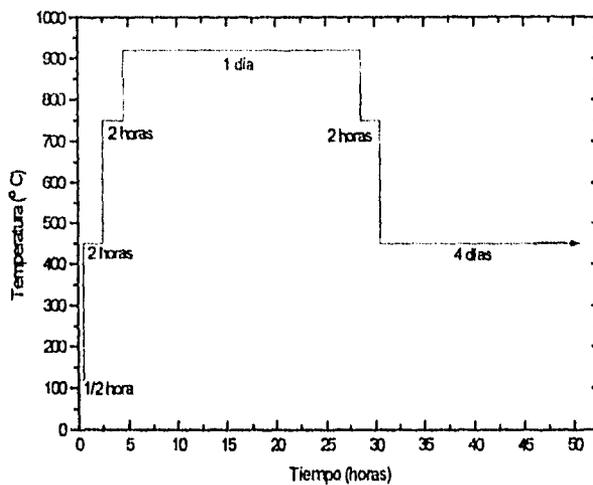


Fig. 2.13. Proceso de calentamiento para la obtención del blanco de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$

2.3.2 Preparación de la película.

El depósito de las películas se hace por medio de la técnica de espurreo catódico a altas presiones de oxígeno. La figura 2.14 es una fotografía del equipo de depósito utilizado.

Se coloca sobre el horno, el sustrato (SrTiO_3 ó LaAlO_3) sobre el que se va a depositar la película y se calienta hasta una temperatura de alrededor de 860°C. Entre los electrodos (el negativo conectado al blanco) se forma un plasma (Potencia=30Watts) a una presión de 1.7 Torr en atmósfera de oxígeno. Los iones positivos bombardean la superficie del blanco desprendiendo material y depositándolo sobre el sustrato. Después de un determinado tiempo de depósito (2 a 6hrs), la película se deja enfriar en atmósfera de oxígeno, terminándose así el proceso.

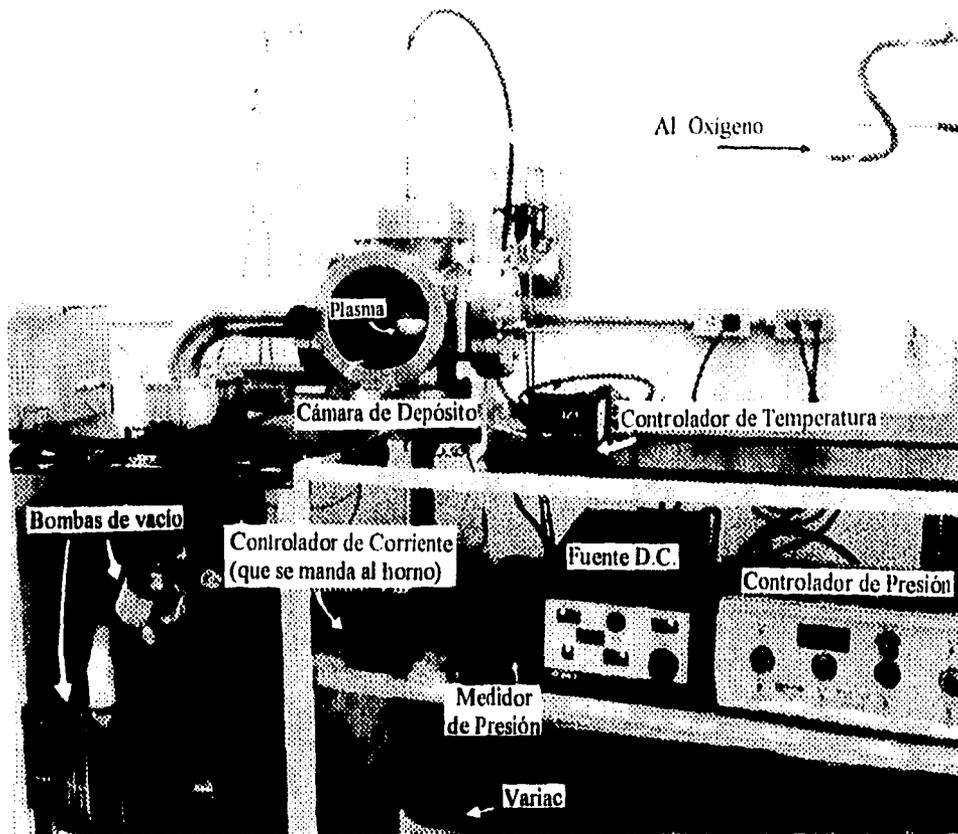


Fig. 2.14. Sistema utilizado para el Depósito de las películas por Espurreo Catódico. Se puede ver la cámara, sistema de bombeo, fuentes, controladores de temperatura y presión, etc.

Cabe mencionar que las características de las películas obtenidas (T_c , J_c , H_c , composición, etc.) dependen, además del blanco y los sustratos utilizados, de los parámetros de depósito, como son: el voltaje, la corriente y la potencia del plasma, la distancia entre el blanco y el sustrato, la temperatura a la que se hace el depósito, la presión de oxígeno, etc. [36].

2.4 Métodos para la caracterización de las películas.

2.4.1 Temperatura Crítica.

La temperatura crítica se mide de dos formas, una es por medio de mediciones de resistencia eléctrica en función de la temperatura y la otra es mediante el monitoreo de la susceptibilidad magnética de la muestra vs. la temperatura. La sonda utilizada para ambas mediciones es semejante a la que se usa en las de corriente crítica con el sistema de refrigeración por nitrógeno líquido (ver secciones 2.2.2a y 2.2.3a).

a) Resistencia.

La resistencia se mide por el método usual de cuatro terminales puestas directamente sobre la película. Los cuatro contactos son hechos con unas pequeñas puntas llamadas *pogopines* con un diminuto resorte integrado en cada una de ellas para lograr el mejor contacto con la película en todas las terminales. La disposición del portamuestras se puede observar en la figura 2.15; un Pt-100 registra la temperatura en mediciones de R vs. T. En la figura 2.16 se muestran las conexiones utilizadas para el monitoreo de la resistencia que es registrado por una computadora.

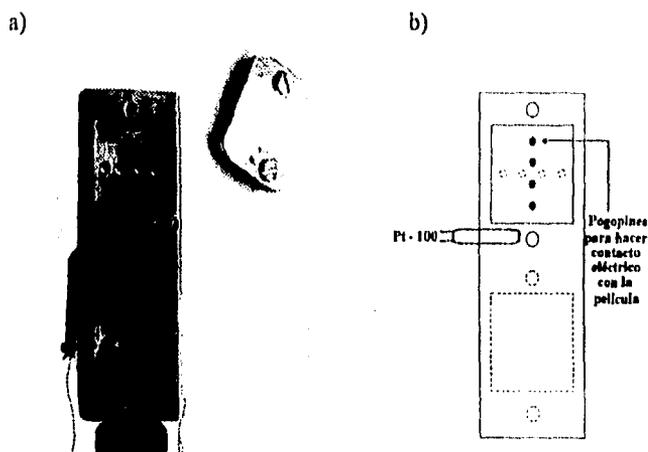


Fig. 2.15. Portamuestras utilizado en las mediciones de R vs. T. a) Fotografía del portamuestras en donde se puede notar una clara correspondencia con el esquema, y a la derecha se ve la tapa que se usa para asegurar la película cuya cara es apretada contra los pogopines para lograr el contacto eléctrico. b) Esquema del diseño.

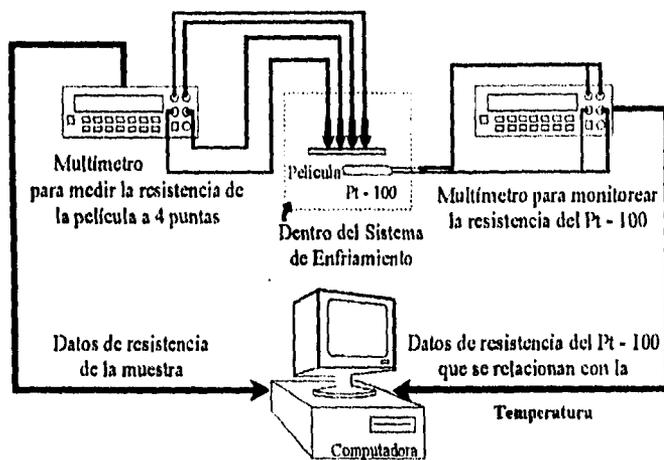


Fig. 2.16. Conexiones usadas en las mediciones de R vs. T.

b) Susceptibilidad.

El portamuestras consiste de dos bobinas incrustadas en un cuerpo cilíndrico de teflón (Figura 2.17) que se encuentran una frente a la otra. La primaria recibe una señal de corriente alterna por lo que genera un campo magnético que detecta la secundaria. Sin embargo, cuando la película se vuelve superconductor, el campo magnético de la bobina primaria es apantallado por la muestra y la bobina secundaria no recibe señal alguna. Esto último se registra mediante un Lock-in.

El diagrama de la figura 2.18 muestra los aparatos y conexiones utilizadas.

El comportamiento de la susceptibilidad se va registrando mediante una computadora que grafica χ en función de T. Esta última variable se mide mediante un Pt-100 y el programa de medición convierte los datos de resistencia que da el sensor a la temperatura mediante una fórmula obtenida del ajuste en la curva de calibración.

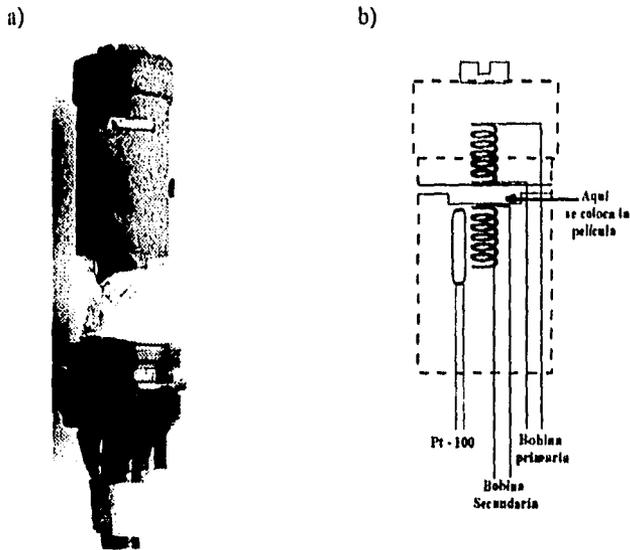


Fig. 2.17. Portamuestras para las mediciones de χ vs. T. a) Fotografía del portamuestras. b) Esquema del diseño.

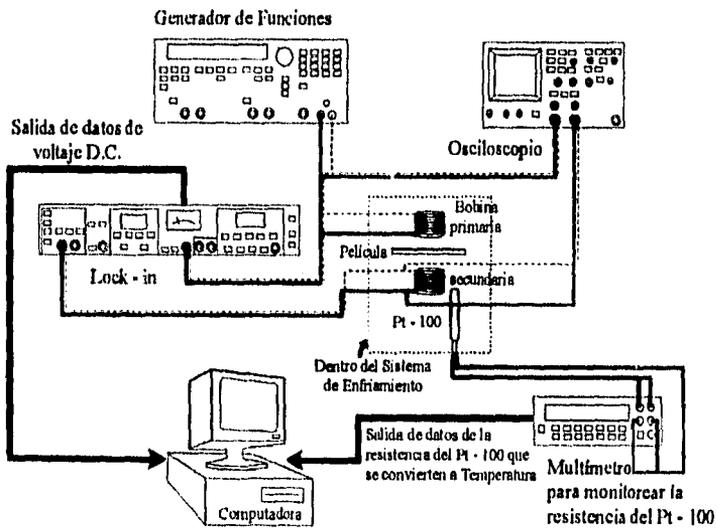


Fig. 2.18. Conexiones eléctricas utilizadas en las mediciones de χ vs. T.

2.5.2 Medición del Espesor.

Las medidas del espesor de las películas se hicieron mediante un perfilómetro, que como su nombre lo dice, nos va dando el perfil de la superficie en una línea de recorrido sobre el plano de la misma. El perfilómetro consiste de una pequeña aguja muy sensible a los cambios en la superficie a estudiar. Cuenta además con una cámara de video que va grabando el mapeo realizado y se programan las características del barrido deseado mediante una computadora. Para estas medidas se utilizan películas delgadas con un escalón, es decir, previamente se ha dejado una parte del sustrato sin película, lo cual se puede hacer colocando una pantalla que tape parcialmente el sustrato al hacer el depósito, o bien limpiando parte de la superficie con bromo diluido en metanol para disolver la película. Así pues, al realizar la medida del espesor, se obtiene una curva en forma de escalón que da el perfil de la película tomando como 0 a la superficie del sustrato. Finalmente, el espesor obtenido es el promedio de los espesores que se tienen para cada punto de la película durante el recorrido de la aguja (Ver figura 2.19).

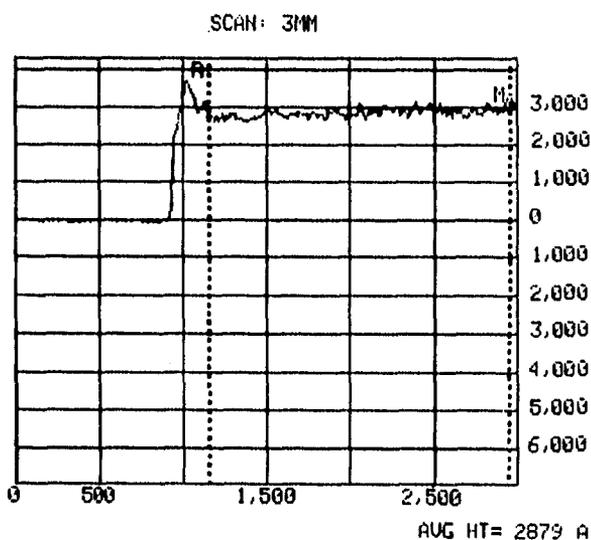


Fig. 2.19. Gráfica obtenida por el perfilómetro en la medición del espesor de una película delgada. En este caso se trata de un barrido (SCAN) de 3mm en donde los cursores R y M acotan la región sobre la cual se hace el análisis para obtener la altura promedio (AVG HT). Para esta película en particular, el espesor es de 2879 Å.

2.5.3 Estructura.

a) Rayos X.

La caracterización de la estructura cristalina de las películas se realiza por la técnica de difracción de rayos X que se basa en el principio de la difracción (que sigue la ley de Bragg [37]) de un haz monocromático de rayos X en una distribución regular de átomos.

Para cada tipo de compuesto existe un patrón único de difracción de rayos X, por lo que se puede identificar la composición y estructura de una muestra comparándola con patrones previamente establecidos. El equipo utilizado en este tipo de estudios fue un Difractómetro Siemens Modelo 500 que trabaja con radiación $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.54051 \text{ \AA}$, y que está respaldado por un programa computacional que hace los cálculos necesarios para obtener la distancia interatómica d (para cada ángulo θ del haz de rayos X que incide sobre la muestra) y que se relaciona [38] con los parámetros de red mediante:

$$d = 1 / (h^2/a^2 + k^2/b^2 + l^2/c^2)^{1/2}$$

En donde (hkl) son los llamados índices de Miller que designan las intersecciones de los planos cristalográficos con los ejes direccionales a , b y c , es decir, dan información sobre la orientación de los cristales en la muestra.

a) Microscopía electrónica.

Mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, *Scanning Electron Microscopy*) se puede observar la topografía de las películas, pues se tienen aumentos en la resolución de la imagen del orden de miles de veces la original. En esta tesis se trabajó con un aumento de 7500 veces pues para mayores resoluciones resultaba difícil el enfoque de la superficie.

En la técnica de SEM se bombardea la muestra con electrones acelerados mediante un voltaje que se determina por el tipo de objeto a analizar. Existen dos formas de obtener una imagen, dependiendo de los electrones que se utilicen, ya sean los retrodispersados (detector QBSD, *Quarter Back Scattering Detection*) o bien los secundarios (detector SEI, *Scattering Electron Image*). Cuando la composición en la muestra es homogénea, el

contraste de imagen que da el QBSD es muy poco, por lo que no se distingue muy bien la superficie, en estos casos conviene utilizar el análisis SEI en donde se elimina este problema.

El microscopio se auxilia además de un programa computacional ZAF (*Z = atomic number correction, Absorption correction and characteristic Fluorescence*), mediante el cual, ya sea eligiendo una zona grande del material o una puntual, determina la composición de la muestra y el porcentaje atómico de cada elemento que posea, además de proporcionar un espectro de energía con picos correspondientes a los tipos de elementos químicos que constituyen la muestra.

Capítulo 3

Resultados y Discusión

3.1 Condiciones óptimas del equipo.

Uno de los objetivos de estudio fue la construcción y optimización de un sistema inductivo de medición. El esquema general del sistema ya ha sido descrito en el capítulo anterior (Sección 2.2), por lo que ahora resta mencionar los resultados obtenidos después de hacer pruebas con el equipo para determinar las condiciones para el mejor funcionamiento; así pues la primera parte de este capítulo se dedicará a esto.

3.1.1 Filtro Twin-T.

La utilización del este filtro es fundamental pues la intensidad de la señal principal del voltaje en la bobina es mucho mayor que las intensidades de los armónicos secundarios, por lo que resulta sumamente difícil captar la señal del 3er armónico cuando la de la frecuencia fundamental está presente. Una vez construido el filtro, se pudo verificar que impide de manera eficiente el paso de señal a 1000Hz.

3.1.2 Triplicador de Frecuencia.

Las pruebas iniciales demostraron que el triplicador de frecuencia, utilizado como referencia para captar el tercer armónico del voltaje mediante el Lock-in (Ver Apéndice A) funciona adecuadamente en intervalos definidos tanto de voltaje como de frecuencia.

Con respecto a la frecuencia se encontró que el triplicador se podía utilizar entre 250 y 1400Hz; a frecuencias menores que 250Hz la señal de salida es muy ruidosa y por arriba de 1400Hz se satura (Ver Fig. 3.1a). En la figura 3.1a se puede observar la calidad del triplicador ya que hay un buen ajuste entre los datos experimentales y la recta de pendiente 3, sin embargo en la figura 3.1b se puede ver que hay un poco de ruido en la frecuencia de salida del triplicador. La variación en la frecuencia es menor que el 1% en el intervalo de 500 a 1000 Hz, aumentando considerablemente a partir de 1100Hz.

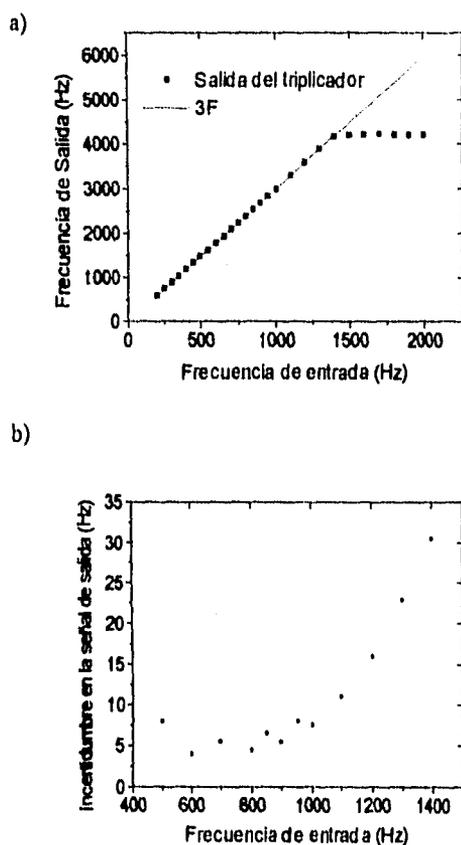


Fig. 3.1. Funcionamiento del Triplicador de Frecuencia. a) Señal de salida del triplicador en función de la frecuencia de entrada; nótese la saturación por arriba de 1400Hz. b) Incertidumbre de la frecuencia de salida del triplicador (Desviación Standard) en función de la frecuencia de entrada; obsérvese que a partir de 1100 Hz el ruido en la señal aumenta.

En cuanto al voltaje de entrada, se observó que se necesita un voltaje mínimo de 2Vpp para que funcione el triplicador. Para no trabajar en el límite del aparato, las mediciones se hicieron de 3Vpp en adelante, pero sin rebasar los 10Vpp ya que se podía dañar la bobina que está hecha de un alambre muy delgado (diámetro=25 μ m). Otra de las razones para trabajar por debajo de 10Vpp es que el control de salida del amplificador de corriente es más fino entre menor sea el voltaje, pues se maneja manualmente.

3.1.3 Detección del 1er. armónico del voltaje en la bobina.

Previo a las mediciones del 3er. armónico del voltaje se hizo un breve estudio del comportamiento de la señal principal del voltaje en la bobina ó 1er. armónico para observar su respuesta con y sin película. En este caso, el triplicador de frecuencia, el filtro Twin-T y el Lock-in fueron sustituidos por un multímetro. Los resultados obtenidos en mediciones a temperatura del nitrógeno líquido con y sin película superconductora ($T_c = 90K$) se muestran en la figura 3.2a. Se nota que la presencia de la película superconductora sólo influye ligeramente en la señal y que es difícil, a partir de estas curvas, definir la corriente exacta en la cual ocurre el cambio. Haciendo una resta del comportamiento de la bobina con película y el que tiene intrínsecamente (sin película) se obtiene la curva de la figura 3.2b, en este caso, la corriente de bobina a la que ocurre el cambio puede ser relativamente más fácil de determinar, por lo que este tipo de medidas podrían ser una alternativa a las mediciones del tercer armónico en caso de no contar con un Lock-in.

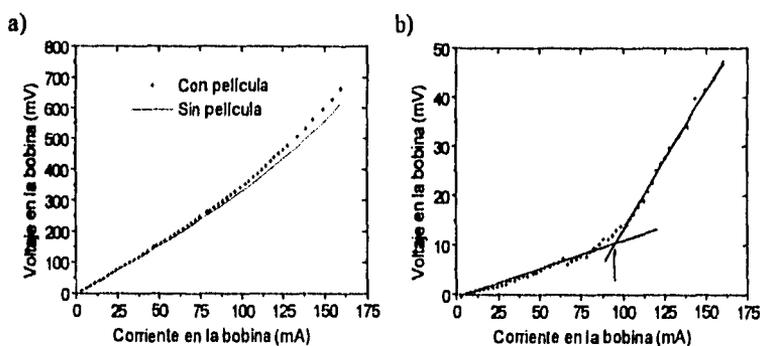


Fig. 3.2. Voltaje de la bobina en función de la corriente en la bobina a) Con y sin presencia de película superconductora. b) Resta para quitar la contribución de la señal sin película, la flecha indica la posible determinación de I_c mediante aproximaciones lineales a la curva.

3.1.4 Bobina.

La bobina es un factor determinante en la resolución de las mediciones pues su geometría claramente influye en el campo magnético generado sobre la superficie de la película. Se hicieron medidas con tres bobinas con distinto número de vueltas (220, 300 y 350 ± 5 vueltas) sobre un carrete de diámetro interno constante (2.1 ± 0.5 mm) y una altura también fija ($.3 \pm 0.5$ mm), mientras que el diámetro externo de la bobina variaba dependiendo del número de vueltas.

Mediciones hechas a temperatura del nitrógeno líquido sin película muestran que existe una pequeña contribución al tercer armónico debida probablemente a la falta de perfección del embobinado. Los resultados de la medición con película del tercer armónico para las tres bobinas se muestran en la fig. 3.3. En ella se puede observar que la sensibilidad es mayor para la de 300 vueltas.

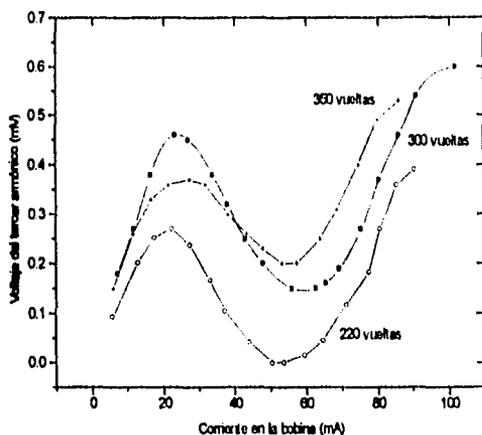


Fig. 3.3. Mediciones con película de la señal del tercer armónico para tres bobinas con distinto número de vueltas; obsérvese aquí, que la señal se maximiza para la bobina de 300 vueltas.

3.1.5 Voltaje de entrada en el circuito.

Se estudió la variación en magnitud del tercer armónico (en presencia de una película) con diferentes voltajes a la salida del generador de funciones; recuérdese que el

intervalo de trabajo debe mantenerse entre 3 y 10 Vpp de acuerdo con los requerimientos del triplicador y la bobina. La gráfica de la figura 3.4 muestra que el voltaje del tercer armónico es ligeramente mayor para 3Vpp. Por otro lado hay una pequeña contribución al tercer armónico sin película (debido a que la bobina no es ideal), la cual es menor para menores voltajes del generador. Estos resultados indican que 3Vpp es el valor más adecuado para realizar las medidas. Cabe aclarar que la posición del máximo en la señal del tercer armónico es prácticamente independiente del voltaje, lo que como ya se vió es importante para la determinación de J_c .

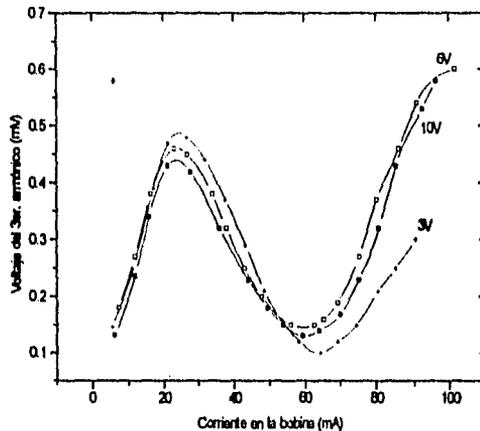


Fig. 3.4. Mediciones a temperatura del nitrógeno líquido (con película) del voltaje del 3er armónico en función de la corriente de la bobina para diferentes voltajes del generador de funciones (3, 6, 10 ± 0.005 Vpp).

3.1.6 Frecuencia de trabajo.

Las primeras mediciones con respecto a la frecuencia fueron hechas a temperatura ambiente en el intervalo de trabajo del triplicador (600 a 1300Hz). Los resultados obtenidos se resumen en la gráfica de la figura 3.5, en donde se puede ver una clara dependencia creciente de la sensibilidad del equipo en función de la frecuencia hasta 1100Hz, mientras que a 1200 y 1300Hz decrece abruptamente, pues nos acercamos al valor de saturación del triplicador. De estas medidas se puede concluir que la frecuencia óptima de trabajo se encuentra por abajo y cercana a 1100Hz. Mediciones con película mostraron una mayor estabilidad de todo el circuito y menor ruido cuando la frecuencia de trabajo era de 1000Hz.

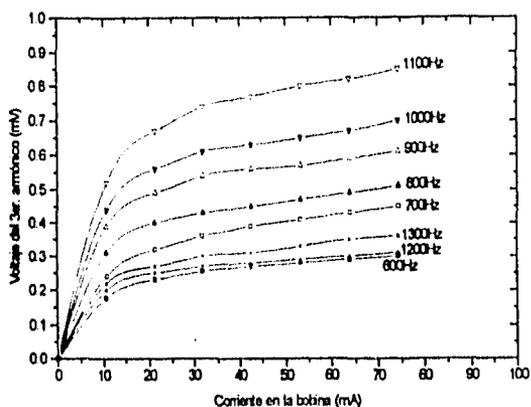


Fig. 3.5. Medidas a temperatura ambiente sin película, del tercer armónico en función de la corriente en la bobina para distintas frecuencias. Véase la dependencia creciente en la sensibilidad de 600 a 1100 Hz y un abrupto decremento para 1200 y 1300 Hz.

3.2 Métodos de la medición de J_C

Habiendo obtenido los parámetros óptimos para utilizar el Sistema Inductivo de Medición, a saber: bobina de 300 vueltas, voltaje de salida de 3Vpp en el generador de funciones y frecuencia de 1000 Hz, las medidas se hicieron de dos maneras distintas. En la primera, tal y como se vio en la sección 3.1, se mantuvo la temperatura constante y se fue variando la corriente de entrada a la bobina, monitoreando el comportamiento del tercer armónico del voltaje en función de dicha corriente. Mientras que en la segunda se mantuvo la corriente constante y se varió la temperatura, obteniendo gráficas del tercer armónico en función de la temperatura.

3.2.1 Variación de corriente en la bobina, temperatura constante.

Las mediciones se realizaron a diferentes temperaturas a partir de 20K hasta algunos kelvin por arriba de T_C en películas superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sobre sustratos de $SrTiO_3$ (Titanato de Estroncio) y $LaAlO_3$ (Aluminato de Lantano).

La figura 3.6 muestra los resultados para una película con $T_c=90K$ en donde se puede notar la evolución de las curvas obtenidas conforme se incrementa la temperatura. A temperaturas muy bajas, la corriente necesaria en la bobina para observar el máximo del tercer armónico es más grande que la que soporta el equipo. Esta es una limitación importante del equipo de medición que vale la pena considerar en cierto detalle. Como se sabe, la J_c de un superconductor aumenta conforme la temperatura decrece. A bajas temperaturas, para detectar el máximo en el tercer armónico que determina J_c , se requiere alimentar a la bobina con corrientes relativamente altas; por otro lado, si bien la resistencia de la bobina disminuye con la temperatura (y por lo tanto disipará menos calor para una corriente dada), a menor temperatura es más difícil disipar este calor. De hecho se observaba que la muestra y la bobina se calentaban en estas condiciones, inclusive algunas de las bobinas se llegaron a quemar.

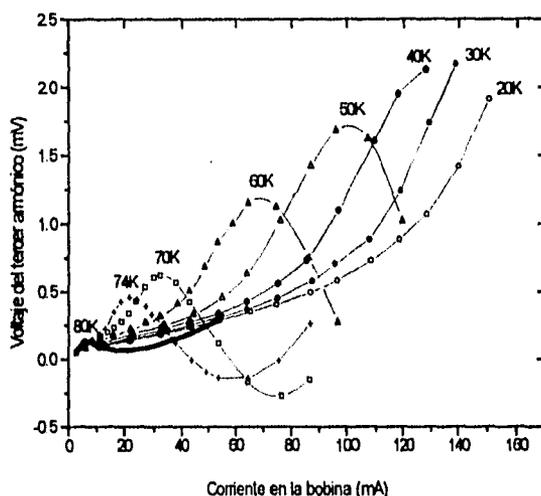


Fig. 3.6. Voltaje del tercer armónico en función de la corriente en la bobina a diferentes temperaturas en presencia de película superconductora. Se puede observar que a bajas temperaturas no se alcanza a medir el máximo en el tercer armónico pues ocurre a una corriente mayor de la que puede soportar el sistema de medición. Por otro lado, nótese que los picos máximos proporcionales a J_c se recorren a la izquierda conforme la temperatura aumenta. Las incertidumbres de los puntos experimentales no aparecen en la gráfica puesto que son más pequeñas que el símbolo utilizado para indicar cada curva.

Nótese que para la medición de la figura 3.6 sólo se pueden obtener densidades de corriente crítica de 50K en adelante. También el equipo tiene una limitación en la parte de corrientes muy bajas, que sería el caso de J_c muy pequeñas o a temperaturas cercanas a T_c . Esto se debe a que el control en la corriente sólo se puede lograr por arriba de 1mA. Para aquellas curvas en las que se aplica corriente más allá de I_0 (aparición del máximo en la gráfica) se observa que el tercer armónico decrece hasta valores negativos, por ejemplo, la curva a 74K. Esto es consistente con el comportamiento del coeficiente (β_3) del desarrollo en series de Fourier del tercer armónico de la señal del campo magnético en la muestra. En la figura 3.7 se puede apreciar que β_3 cambia de signo para campos ligeramente mayores a H^* por lo que hace posible que el tercer armónico del voltaje en la bobina cambie también de signo.

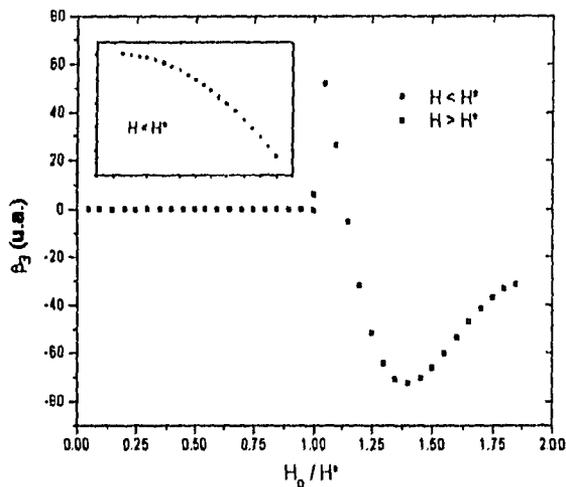


Fig. 3.7. Evolución del coeficiente del tercer armónico (β_3) de la señal de campo magnético de un superconductor en función de un campo externo aplicado.

También se hicieron medidas de la respuesta intrínseca de equipo, es decir, sin película, para observar el comportamiento del tercer armónico a diferentes temperaturas desde 20 a 202K (Ver figura 3.8). El comportamiento es el mismo en todas las temperaturas

y se detecta un aumento en el valor del tercer armónico conforme se incrementa la temperatura; obsérvese que no aparecen ni máximo ni mínimo.

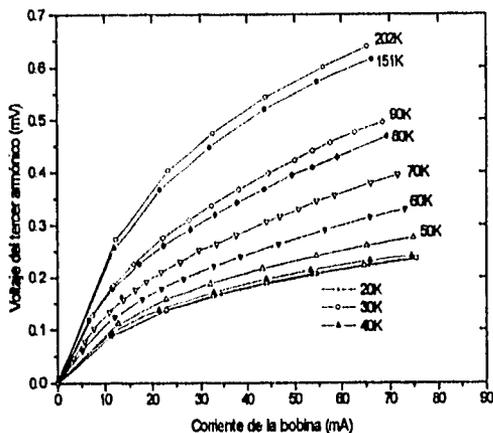


Fig. 3.8. Voltaje del tercer armónico en función de la corriente en la bobina a diferentes temperaturas sin película superconductora. Nótese la diferencia en la escala vertical con respecto a la figura 3.6.

3.2.2 Variación de temperatura, corriente constante en la bobina.

Otro tipo de medida que se puede hacer es dejando la corriente con que se alimenta la bobina constante y variando la temperatura. Esta medición tiene la ventaja de que no se controla nada manualmente (amplificador de corriente, en particular) y puede ser monitoreada directamente con una computadora, por lo que se obtiene un mayor número de puntos (definiendo mejor las curvas resultantes). En la figura 3.9 se muestra la medición para una película con $T_c = 62K$ y se puede ver claramente la evolución de las curvas a diferentes corrientes de la bobina. A 96mA, por ejemplo, se observan sólo un máximo y un mínimo; el máximo indica una cierta temperatura crítica T_0 a la cual la densidad de corriente crítica es proporcional a 96mA; para otras curvas dicha temperatura se toma en el máximo de la temperatura mayor.

En cuanto al mínimo, si tenemos en cuenta que H^* en función de la temperatura tiene la misma dependencia que H_c (donde H_c es siempre positivo), y β se comporta como se vió anteriormente en la sección 3.2.1, se esperaría también la aparición de un máximo y

un mínimo en la gráfica de β en función de la temperatura, que es consistente con lo que se obtuvo en este tipo de mediciones. No obstante, puesto que dicho mínimo no ha sido reportado anteriormente, dado quizás a que su aparición ocurre más allá de T_0 , debe hacerse una interpretación de esto en relación al comportamiento de los vórtices. Se puede pensar en primera instancia que la respuesta del mínimo en el 3er. armónico quizás se deba a una saturación en el movimiento de los vórtices antes de destruirse por completo y pasar al estado normal, en donde como se ve en la figura 3.9 el tercer armónico es prácticamente constante. Pero para saberlo con certeza y no únicamente especular, se tendrían que realizar estudios mucho más profundos al respecto, tanto teóricos como experimentales.

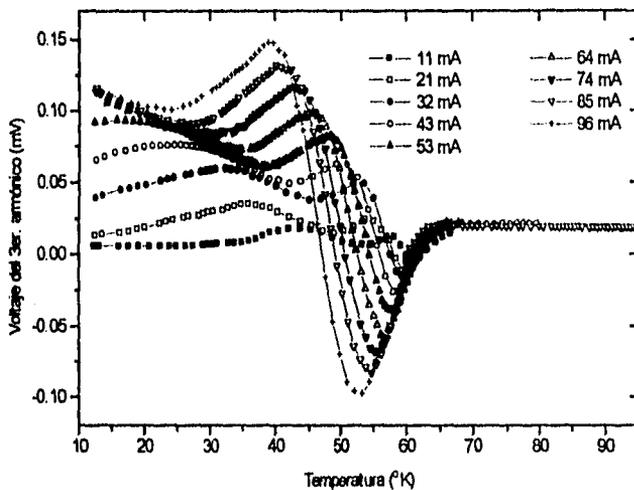


Fig. 3.9. Voltaje del 3er. armónico en función de la Temperatura a diferentes corrientes de bobina en presencia de una película superconductora. El penúltimo punto crítico (máximo) antes de que la señal del 3er. armónico se vuelva constante corresponde a una cierta temperatura crítica para cada corriente de bobina constante que a su vez es proporcional a J_c como se vió en la sección 2.2. Las incertidumbres de los puntos experimentales no aparecen en la gráfica puesto que son más pequeñas que el símbolo utilizado para indicar cada curva.

De la misma manera que en el método de la sección anterior, también se estudió el comportamiento del Sistema de Medición sin película superconductora, y en la gráfica de la figura 3.10 se resumen los resultados. Como se puede ver, existe un cambio alrededor de 30K que es propio del sistema y que debe restarse a las mediciones con película.

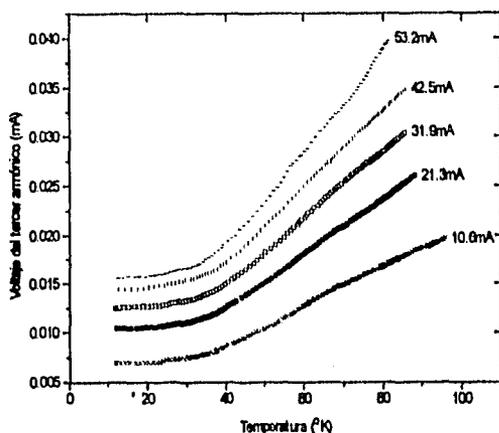


Fig. 3.10. Voltaje del 3er. armónico en función de la temperatura a diferentes corrientes de bobina sin película superconductora. Nótese la diferencia en escalas de esta figura y 3.9.

3.3 Resultados de las mediciones de J_C en películas delgadas.

En este estudio se utilizaron 8 películas delgadas de $YBa_2Cu_3O_7$ con espesores entre 2000 y 5500Å, 7 de ellas depositadas sobre sustratos de $SrTiO_3$ (titanato de estroncio, STO orientación (001)) y una sobre $LaAlO_3$ (aluminato de lantano, LAO orientación (001)) (Ver tabla de la figura 3.11). Los resultados de la caracterización con los métodos descritos en la sección 2.4 se dan a continuación.

3.3.1 Caracterización de las películas.

- R vs. T.

La temperatura crítica de las muestras se obtuvo con mediciones de resistencia (R) y susceptibilidad (χ) vs. temperatura. Como se esperaba, los valores obtenidos para T_C por medio de R son ligeramente mayores (alrededor de 1K) que los obtenidos con χ , ya que χ mide T_{C0} ($T_{C\ onset}$ ó inicio de la transición).

La tabla de la figura 3.11 muestra los valores extraídos de las curvas de resistencia (Ver Apéndice B); de estas curvas se determinaron también los valores de la resistividad de la películas a temperatura ambiente y el cociente de resistividad residual RRR que se define como la razón entre las resistividades (ρ) de la película a 300K y 100K, esto es:

$$RRR = \rho_{300K} / \rho_{100K}$$

y que es un indicador de la calidad de la muestra siendo mejor conforme el valor de RRR esté más cercano a 3 [36].

Película	Sustrato	Espesor ± 50 (Å)	$T_c \pm .05$ (K)	$\rho_{300} \pm .005$ ($\mu\Omega\text{-cm}$)	RRR $\pm .005$
A	STO	1900	86.9	107.16	2.05
B	STO	3300	87.8	186.78	1.88
C	STO	4200	86.4	265.44	1.76
D	LAO	2200	89.8	68.64	2.46
E	STO	5520	64.3	97.70	2.24
F	STO	4900	65.5	131.80	2.14
G	STO	4050	63.8	289.20	1.86
H	STO	2400	61.2	223.50	1.99

Fig. 3.11. Datos para las 8 películas estudiadas: tipo de sustrato, espesor, T_c , resistividad a temperatura ambiente y cociente de resistividad residual (RRR).

- Rayos X.

Las patrones de difracción de rayos X de todas las películas se muestran en la figura 3.12; se puede notar que para algunas de las muestras (E, F, G), la fase $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ no se distingue claramente por lo que hubo que aumentar la escala para poder observar los picos de las orientaciones (00 l). En general, las películas son epitaxiales con orientación en el eje c y en algunas (A, B, C) se observa un crecimiento en el eje a . En el patrón de la película H se observa también la presencia de BaCuO_2 . Cabe notar que los picos del sustrato se superponen a los picos (003) y (006) de la película para aquellas crecidas sobre titanato de estroncio.

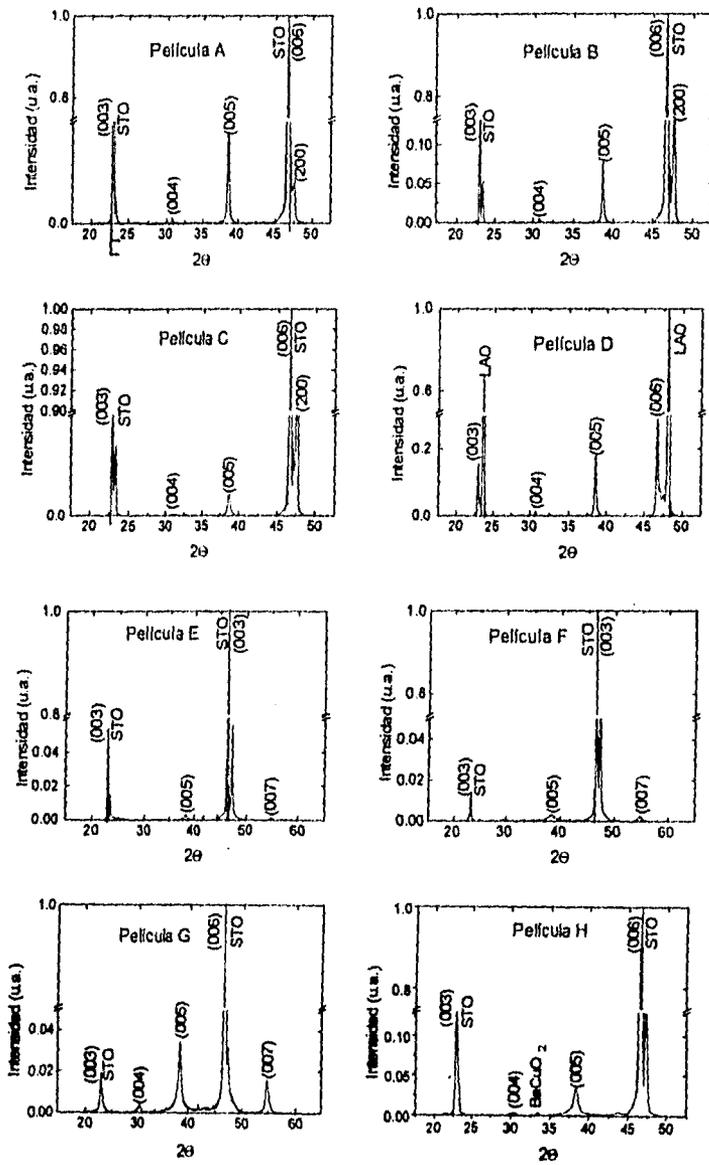
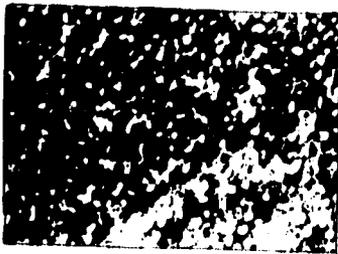


Fig. 3.12. Patrones de difracción de rayos X para todas las películas. Se indexan los picos (00*l*) y los del sustrato.

- Microscopía electrónica.

Para observar la microestructura de las películas se tomaron fotografías (Ver figuras 3.13 y 3.14) de todas las muestras con una amplificación de 7500:1. Todas las películas mostraron una superficie rugosa con estructuras granulares en el detector SEI pues en el QBSD casi no había contraste en las imágenes. Se hizo un análisis puntual de composición y se encontró que en algunas regiones sólo se tenía un pequeño porcentaje de la estequiometría del 123, mostrando que los granos podrían ser precipitados de impurezas.



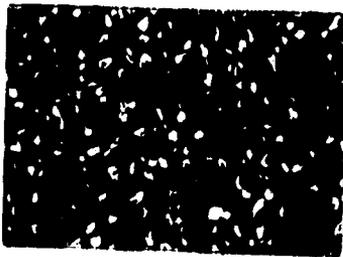
1 μ m

Película A Grano \approx 350nm



1 μ m

Película B Grano \approx 350nm



1 μ m

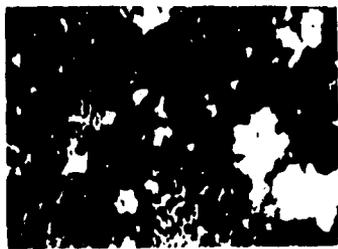
Película C Grano \approx 600nm



1 μ m

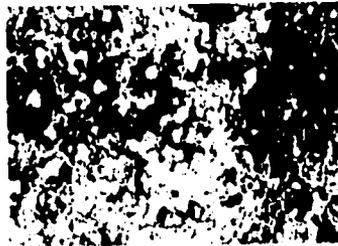
Película D Grano \approx 350nm

Fig. 3.13. Fotografías de SEM (Detector SEI) con una amplificación de 7500:1 para el grupo de películas delgadas con $T_c \sim 90K$. Bajo cada fotografía se muestra el tamaño promedio de los granos que aparecen.



1 μ m

Película E Grano \approx 350nm



1 μ m

Película F Grano \approx 250nm



1 μ m

Película G Grano \approx 400nm



1 μ m

Película H Grano \approx 250nm

Fig. 3.14. Fotografías de SEM (Detector SEI) con una amplificación de 7500:1 para el grupo de películas delgadas con $T_c \sim 60K$. Bajo cada fotografía se muestra el tamaño promedio de los granos que aparecen.

Después de caracterizar las películas se procedió a medir J_c a diferentes temperaturas. Posteriormente se intenta relacionar los resultados obtenidos con parámetros que indican la calidad de las películas. En las siguientes secciones se expone esto con detalle.

3.3.2 J_c en función de la temperatura.

Los resultados de las mediciones de J_c con respecto a la temperatura para todas las películas se pueden observar en la gráfica de la figura 3.15. Podemos notar que el comportamiento de la densidad de corriente crítica tiene una relación decreciente en función de la temperatura (figura 3.15a) y los resultados son consistentes con los reportados anteriormente (ver figura 1.10).

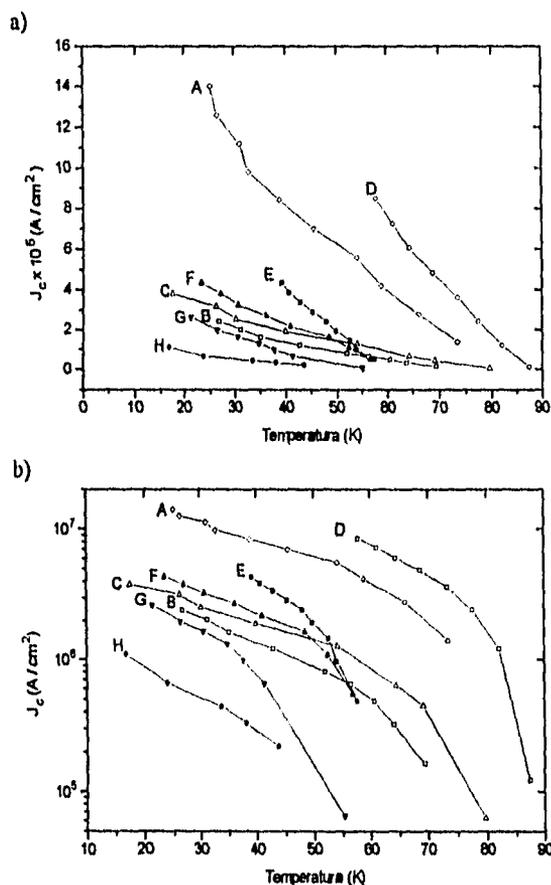


Fig. 3.15. Gráficos de J_c en función de la temperatura para todas las películas estudiadas. Los datos experimentales están unidos por una línea con el único objeto de facilitar la identificación para cada película. a) En escala normal. Las incertidumbres de los puntos experimentales no aparecen en la gráfica puesto que son más pequeños que el símbolo utilizado para indicar cada curva. b) En escala logarítmica, para distinguir con claridad los resultados para cada película.

Para distinguir con mayor claridad los resultados independientemente para cada película, la gráfica de J_c vs T se ha puesto también en escala logarítmica (figura 3.15b). Obsérvese que la mayor J_c medida es del orden de 10^7 A/cm² para la película A a una temperatura de 30K; esta muestra y la película D son las que tienen mayores densidades de corriente crítica, aunque J_c para D ya no se pudo registrar a temperaturas menores que 60K pues las medidas están limitadas por la mínima temperatura a la que se puede llegar con el refrigerador y por la máxima corriente con que se puede alimentar la bobina sin dañar el sistema.

El resto de las películas forman un grupo de curvas con valores similares de J_c , teniendo valores inferiores en comparación con A y D. Se puede ver que la temperatura crítica de las muestras no influye en la J_c que puedan alcanzar, pues mientras E y F son de baja T_c , tienen mayor J_c que B y C, que tienen altas T_c . Por estas razones es factible pensar que hay algo más importante que la T_c que influye en los valores de las densidades de corriente crítica obtenidos. Haciendo el análisis de los datos de caracterización se encontró una clara dependencia de J_c en función de la calidad de las películas (evaluada mediante RRR y ρ_{300}), que se analizará en la siguiente sección.

3.3.3 J_c como función de la calidad de la película.

Puesto que las curvas de J_c vs T de todas las muestras no pudieron hacerse en un mismo intervalo de temperaturas, ya fuera por problemas inherentes al equipo o por las distintas temperaturas críticas que se tenían, se escogió una temperatura de 43.6K en donde se tienen valores de J_c para todas las películas, excepto para D que fue extrapolada para poder realizar la comparación. En la tabla de la figura 3.16 se muestran los resultados obtenidos para la densidad de corriente crítica a $T=43.6$ K.

Película (T~90K)	$J_c \times 10^6 \pm 10^3$ A/cm ²	Película (T~65K)	$J_c \times 10^6 \pm 10^3$ A/cm ²
A	7.40	E	3.21
B	1.19	F	2.01
C	1.73	G	0.52
D	14.0*	H	0.23

Fig. 3.16. Tabla que indica J_c para todas las películas a $T=43.6$ K. (* Indica que el valor fue extrapolado).

En la gráfica de la figura 3.17 se muestra el comportamiento de J_c en función del parámetro de calidad RRR. Nótese que J_c es en general, con excepción de A, mayor cuanto más se acercan las muestras a un valor ideal de $RRR = 3$.

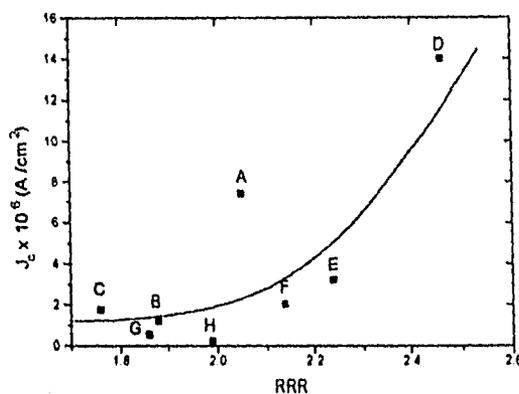


Fig. 3.17. Densidad de corriente crítica (J_c) en función del cociente de resistividad residual (RRR). Nótese que a excepción de A, todas las películas se ajustan aproximadamente a una curva creciente. La línea curva que se superpone sólo da una idea del comportamiento de los puntos.

También es interesante graficar (Ver figura 3.18) J_c en función de la resistividad a temperatura ambiente y esta vez los puntos se ajustan a un claro comportamiento: entre menor es la resistividad mayor es J_c , como ya ha sido interpretado por otros autores.

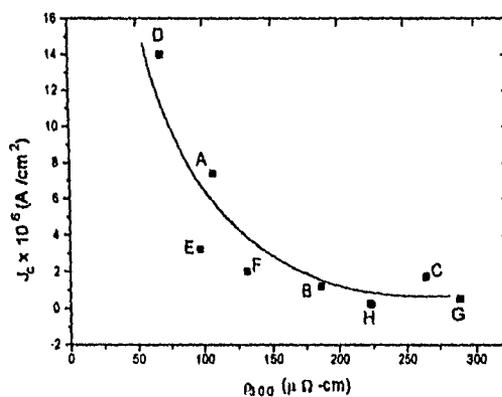


Fig. 3.18. Densidad de corriente crítica (J_c) en función de la resistividad a temperatura ambiente (ρ_{300}). Se puede observar la clara dependencia decreciente de J_c conforme la resistividad aumenta. La curva que se superpone sólo da una idea del comportamiento de los puntos.

Para incluir los dos criterios mencionados anteriormente, se graficó J_c contra el producto $\mathcal{R} = RRR \times \rho_{300}$, un parámetro que contiene la influencia del factor de calidad de la muestra y de la resistividad a temperatura ambiente en la densidad de corriente crítica; en la figura 3.19 se observa que J_c aumenta conforme \mathcal{R} decrece de valor. En la figura 3.20 se puede ver la gráfica en escala logarítmica que en donde se notan con mayor claridad los puntos extremos a los que tiende el valor de J_c cuando el parámetro \mathcal{R} es muy pequeño, y a que valor tiende \mathcal{R} para tener densidades de corriente crítica bajas.

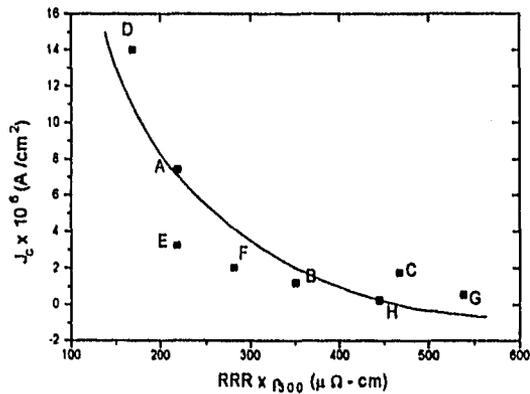


Fig. 3.19. Densidad de corriente crítica (J_c) en función del parámetro $\mathcal{R}=RRR \times \rho_{300}$. Se puede observar la clara dependencia creciente de J_c conforme \mathcal{R} disminuye. La línea curva da una indicación del comportamiento aproximado de los puntos.

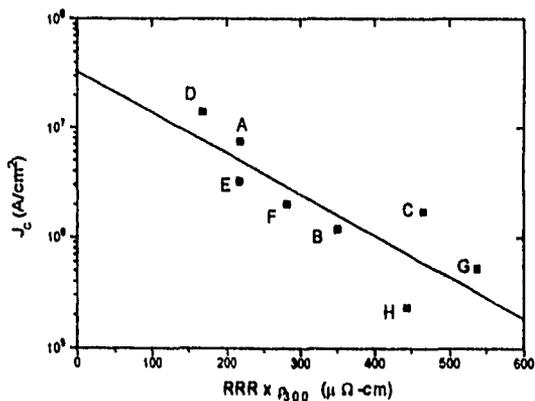


Fig. 3.20. En escala logarítmica se grafica la densidad de corriente crítica (J_c) en función del parámetro $\mathcal{R}=RRR \times \rho_{300}$. Nótese que ajustando una línea recta a los puntos experimentales se tiene que cuando $\mathcal{R} = 0$ (para una película muy buena) J_c está por arriba de 10^7 A/cm^2 .

La última gráfica sugiere que el valor límite de J_c a 43.6K, esto es, la máxima J_c que se podría esperar a campo magnético externo nulo, estaría apenas por arriba de 10^7 A/cm² para una película delgada de YBa₂Cu₃O₇ optimizada. Considerando la evolución de J_c vs T, mostrada en la figura 3.15, se puede ver que la tendencia general de J_c al aumentar la temperatura es a disminuir lentamente primero y después en forma más rápida; de esta manera se esperarían densidades de corriente crítica relativamente bajas a 77K (menores que las de los superconductores tradicionales a 4.2K). Aún así, se puede observar en la gráfica de la figura 3.15 que puede haber películas delgadas de YBa₂Cu₃O₇ con J_c 's cercanas a 10^7 A/cm² a 77K (sobre sustratos de LAO) que pueden competir favorablemente con los superconductores tradicionales a 4.2K. Es necesario hacer notar que dentro del mismo sistema 123, las películas delgadas de HoBa₂Cu₃O₇ tienen densidades de corriente críticas mayores que las de YBa₂Cu₃O₇. Se puede recordar también de la figura 1.9, que J_c en películas delgadas epitaxiales de YBa₂Cu₃O₇, cae más o menos lentamente en función del campo magnético externo aplicado, por lo que su desempeño es igual o superior a muestras de Nb₃Sn y Nb₃Ti que son los materiales que se usan para hacer bobinas superconductoras. Por otro lado, son bien conocidas las grandes dificultades que se presentan al intentar fabricar alambres de cerámicas superconductoras; es por eso que las películas delgadas de superconductores de alta T_c ofrecen una opción francamente viable para la fabricación de bobinas superconductoras.

Capítulo 4

Conclusiones

Los objetivos propuestos en este trabajo fueron cumplidos en forma satisfactoria y además arrojaron resultados bastante interesantes tanto del funcionamiento del Sistema de medición estudiado como del comportamiento de J_c en películas delgadas. También se abrieron nuevas líneas de investigación que están relacionadas con todos los resultados que fueron surgiendo durante este estudio.

Con respecto al equipo de medición se tuvo la experiencia de una construcción difícil y pesada, pues dado que se inició poco después de que saliera publicado el artículo de Claassen, existía poca información. No obstante después de las pruebas hechas para sacar adelante el funcionamiento correcto del equipo de medición, se puede concluir lo siguiente:

- En caso de no contar con un Lock-in (que es un aparato bastante caro), se pueden realizar mediciones del voltaje de una bobina cercana a la película en función de la corriente que se le manda. Restando la señal sin muestra superconductora se obtienen gráficas relativamente fácil de interpretar. Sin embargo hace falta determinar la relación funcional entre el posible cambio observado a una corriente de bobina y J_c , o bien, hacer comparaciones directas con métodos de transporte para calibrar el sistema.
- En esta tesis se da una descripción detallada del equipo utilizado para el Sistema de medición de J_c basado en el monitoreo del tercer armónico del voltaje en la bobina. Se dan a conocer los diseños de las sondas y portamuestras usados, los cuales no se reportan en la literatura, por lo que pueden ser una buena guía para futuras construcciones de otros equipos parecidos.

- Se obtuvieron parámetros óptimos de utilización del equipo fabricado, y que son: bobina de alambre de cobre calibre #50 de 300 vueltas; 3Vpp y 1000Hz de salida del generador de funciones.
- Se notaron enormes ventajas del sistema estudiado con respecto a las mediciones por contacto. El sistema inductivo no provoca ningún daño físico a la película, y sus propiedades no varían después de una medición como es el caso de las medidas de transporte que utilizan contactos sobre la superficie de la película que se calientan demasiado debido a las altas corrientes que conducen y que llegan a dañar gravemente las propiedades superconductoras de la muestra. Para evitar esto último, se han propuesto varias alternativas entre las cuales está la de reducir la resistencia de los contactos lo más que se pueda o disminuir la zona a medir, haciendo tirillas muy finas (del orden de micras o menores) con el fin de utilizar corrientes más pequeñas para la medición, pero esto resulta también un problema pues en este caso hay que pensar en formas de fotolitografiar la superficie para obtener una tira uniforme y que en el procedimiento no se cambien las propiedades de la película.
- Con respecto a las gráficas obtenidas para el 3er. armónico, se observó un comportamiento no reportado anteriormente pues aparece un mínimo en la señal, lo que nos induce a pensar que esta técnica de medición pueda quizás en un futuro no sólo ser usada para la caracterización de las muestras superconductoras, sino que también sirva para revelar los mecanismos de flujo de vórtices en el estado mixto que probablemente se reflejen en los picos obtenidos. Por otro lado se observó que este comportamiento es consistente con el modelo de Bean en relación a la generación de armónicos.
- En cuanto a la duración de las mediciones se tiene que sin tomar en cuenta lo que tarda en enfriar el refrigerador que se utilice, las medidas se obtienen en muy poco tiempo, ya que para el primer método, descrito en la Sección 2.2.1, lo único necesario es estabilizar una temperatura y cuando esto se haya logrado, el tiempo de medición puede ser de alrededor de 5 minutos, mientras que para el segundo método, descrito en la Sección 2.2.2, la duración de la medida está determinada por el acoplamiento entre el sensor de temperatura y la respuesta de apantallamiento de la muestra; en nuestro caso se optó por dejar calentar el sistema poco a poco hasta la temperatura crítica de cada material sin utilizar ningún tipo de calefactor, lo cual no llegaba a durar más de 40 minutos para temperaturas críticas del orden de 90K.

Por otro lado, las mediciones hechas para J_c en películas delgadas, revelaron lo siguiente:

- La densidad de corriente crítica es una función decreciente con respecto a la temperatura; primero disminuye suavemente hasta que a temperaturas cercanas a T_c decrece en forma rápida, como se puede apreciar en la gráfica de la figura 3.15.
- Se puede pensar que las películas de $YBa_2Cu_3O_7$ depositadas sobre sustratos de LAO muestran J_c 's más altas que las depositadas sobre sustratos de STO. Aunque para afirmar lo anterior se necesitan hacer estudios controlados con una mayor cantidad de muestras.
- Se encontró que el valor de J_c para películas delgadas tiene una relación creciente en función de la calidad de las muestras determinada por un parámetro \mathcal{R} que es el producto del cociente de resistividad residual por la resistividad a temperatura ambiente, esto es: $RRR \times \rho_{300}$.
- La gráfica logarítmica de J_c vs \mathcal{R} revela un límite máximo para la densidad de corriente crítica que puede tener una película superconductora de $YBa_2Cu_3O_7$, cuando su calidad es óptima, y que está poco arriba de 10^7 A/cm² a 43.6K.

Finalmente, como perspectivas a futuro, se establecen nuevas líneas de investigación sobre este mismo tema de tesis, que se resumirían como sigue:

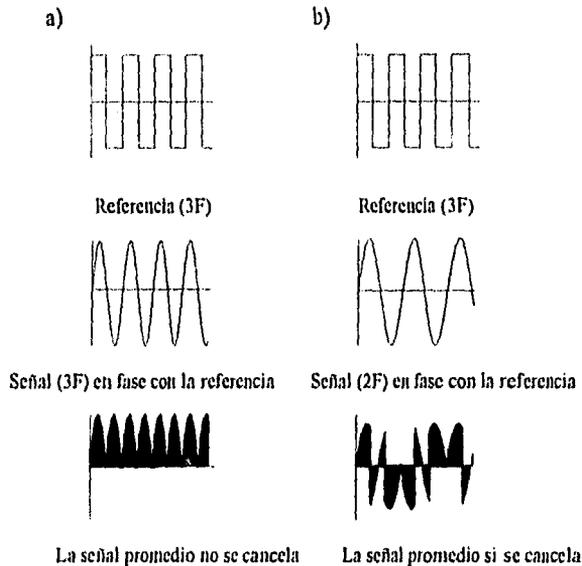
- Computarización del Sistema Inductivo de Medición de J_c , métodos con corriente constante y con temperatura constante.
- Estudios del Sistema de Medición basado en el 1er armónico del voltaje.
- Estudios del comportamiento del 3er. armónico y del resto de los armónicos más allá de J_c .
- Modelos teóricos de explicación de los máximos y mínimos observados en las gráficas del voltaje del tercer armónico en función de la corriente de bobina y de la temperatura; relación con el comportamiento de los vórtices en el estado mixto.

- Mayor número de estudios de J_c en función de los parámetros de las muestras.
- Comparación de J_c obtenida por este Sistema inductivo con la que se mide por otros métodos.
- Preparación de otros sistemas, por ejemplo HoBaCuO y medición de J_c en función de la calidad de las muestras.

Apéndice A.

Funcionamiento del Lock-in.

Un amplificador de detección síncrona, *Lock-in*, funciona como a continuación se describe: en el canal de la referencia, recibe una señal periódica de una frecuencia F y una amplitud R , mientras que en el canal A recibe la señal a analizar con una amplitud S y con una composición de frecuencias. Ambas señales entran a un mezclador que, después de ponerlas en fase para hacer la medición, multiplica los valores de las amplitudes, resultando una señal cuyo voltaje promedio puede cancelarse o no dependiendo de la frecuencia de la señal de entrada o bien de que la medida se haya hecho teniendo las señales desfasadas. En el caso de las mediciones hechas para el tercer armónico, se tiene que la frecuencia de la referencia es $3f$ y la del tercer armónico del voltaje con frecuencia principal f , también es $3f$, por lo que al estar ambas en fase, dan por resultado una señal medible de voltaje dc.

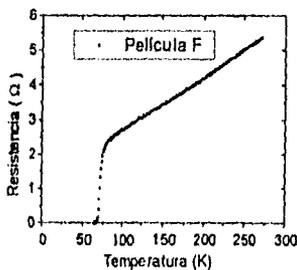
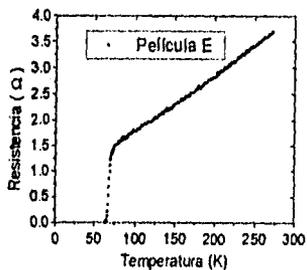
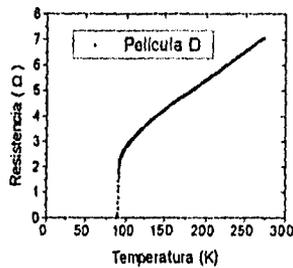
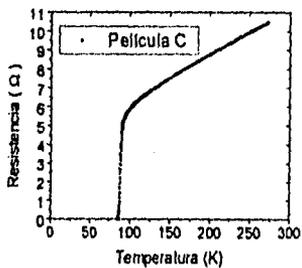
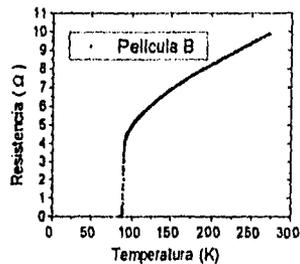
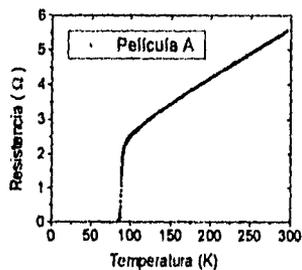


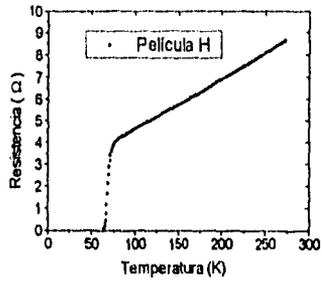
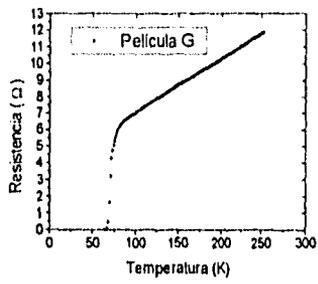
Gráficas que muestran el funcionamiento del Lock-in que recibe dos señales, una es la referencia y la otra, la señal que se pretende analizar. Se grafica la amplitud en función del tiempo. En a) la señal y la referencia están en fase y tienen la misma frecuencia por lo que la señal promediada resultante no se cancela, por otro lado en b) la señal de entrada tiene una frecuencia diferente a la de la referencia lo que resulta en una señal promedio nula a la salida.

Apéndice B. ESTA PÁGINA NO DEBE SALIR DE LA BIBLIOTECA

Gráficas de resistencia para las películas estudiadas.

De las siguientes gráficas se pueden extraer los valores de la resistividad a 300K conociendo el espesor de las películas y en su caso, extrapolando el valor de la resistencia hasta 300K [36].





BIBLIOGRAFIA

1. H. Kamerlingh-Onnes, *Akad. van Wetenschappen (Amsterdam)* **14**, 113, 818 (1911)
2. H. Kamerlingh-Onnes, *Leiden Comm. Suppl.* **34**, (1913)
3. F. B. Silsbee, *J. Wash. Acad. Sci.* **6**, 597 (1916)
4. W. Meissner, R. Ochsenfeld, *Naturwiss* **21**, 787 (1933)
5. S. Ortolí, J. Klein, *Historia y Leyendas de la Superconductividad*, Edit. Gedisa, 1990
6. J. G. Bednorz, K. A. Müller, *Z. Phys. B* **64**, 189 (1986)
7. M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang, C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 908 (1987)
8. H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi, T. Asano, *Jpn. J. Appl. Phys. Lett.* **27**, L209 (1988)
9. Z. Sheng, A. M. Hermann, *Nature* **332**, 138 (1988)
10. N. Putilin, I. Brynise, E. V. Antipov, *Mater. Res. Bull.* **26**, 1299 (1991)
11. H. M. Rosenberg, *El Estado Sólido*, Edit. Alianza Universidad, Madrid 1991
12. V. L. Ginzburg, L. D. Landau, *J. Exptl. Theoret. Phys. (URSS)* **20**, 1064 (1950)
13. A. A. Abrikosov, *J. Exptl. Theoret. Phys. (URSS)* **32**, 1442 (1957)
14. A. C. Rose-Innes, E. H. Rhoderick, *Introduction to Superconductivity*, Pergamon Press, Oxford 1969
15. F. London, H. London, *Proc. Roy. Soc. (Londres)* **A149**, 71 (1935)
16. M. F. Imaev, O. A. Kaibyshev, F. F. Musin, Y. A. Bashkirov, L. S. Fleishman, J. R. Cave, *Supercond. Sci. Technol.* **7**, 707 (1994)
17. C. P. Bean, *Phys. Rev. Lett.* **8**, 250 (1962)
18. C. P. Bean, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 31 (1964)
19. L. Ji, R. H. Sohn, G. C. Spalding, C. J. Lobb, M. Tinkham, *Phys. Rev. B* **40**, 10936 (1989)

20. M. Cyrot, D. Pavuna, Introduction to Superconductivity and High Tc Materials, World Scientific, Singapur 1992
21. E. Kreyszig, Matemáticas avanzadas para Ingeniería Vol II, Edit. Limusa, México 1991
22. P. W. Anderson, Y. B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 39 (1964)
23. A. Geerkens, M. Meven, H. J. Frenck, *Physica C Superconductivity* **235-240**, Part V, 2865 (1995)
24. R. B. van Dover, E. M. Gyorgy, L. F. Schneemeyer, R. J. Felder, J. V. Waszczak, *App. Phys. Lett.* **56**, 2681 (1990)
25. R. G. Florence, S. S. Ang, W. D. Brown, *Supercond. Sci. Technol.* **7**, 741 (1994)
26. C. A. Hollin, J. S. Abell, P. W. Gilberd, *Supercond. Sci. Technol.* **8**, 6 (1995)
27. R. Hahn, J. Klockau, G. Fotheringham, *Supercond. Sci. Technol.* **7**, 290 (1994)
28. P. Chaudhari, R. H. Koch, R. B. Laibowitz, T. R. McGuire, R. J. Gambino, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 2683 (1987)
29. T. A. Vanderah, Chemistry of Superconductor Materials, Noyes Publications, 1992
30. V. A. Atsarkin, G. A. Vasneva, S. G. Zybtssev, *Supercond. Sci. Technol.* **7**, 423 (1994)
31. J. H. Claassen, M. E. Reeves, R. J. Soulen, *Rev. Sci Instrum.* **62** (4), 996 (1991)
32. Comunicación personal con J. H. Claassen
33. J. Hudner, O. Thomas, F. Weiss, D. Boursier, E. Mossang, J. P. Senateur, J. C. Villegier, H. Moriceau, M. Schwerdtfeger, A. Jäger, H. Ohlsén, *Supercond. Sci. Technol.* **7**, 195 (1994)
34. J.J. Brophy, Electrónica Fundamental para Científicos, Edit. Reverté, México 1979
35. Technical Manual of Superconductor Characterization Cryostat, APD Cryogenics Inc., U.S.A 1988
36. O. Blanco, Tesis de maestría. Facultad de Ciencias, U.N.A.M., México 1995
37. A. Beiser, Conceptos de Física Moderna, McGraw-Hill, México 1988
38. J. P. McKelvey, Física del Estado Sólido y de Semiconductores, Edit. Limusa, México 1976