

TESIS
CARRERA DE DOCTORADO EN FÍSICA

**MEDICIÓN DE SUPERCONDUCTORES
MESOSCÓPICOS MEDIANTE
MICRO-ELECTRO-MÁQUINAS**

Moira Inés Dolz

Dr. Hernán Pastoriza
Director

Lic. Moira I. Dolz
Doctorando

Marzo de 2009

Instituto Balseiro
Universidad Nacional de Cuyo
Comisión Nacional de Energía Atómica
Argentina

A Fede,
mi compañero de ruta,
mi hogar.

Resumen

En esta tesis estudiamos el efecto de tamaño en el diagrama de fases campo magnético vs. temperatura del material superconductor de alta temperatura crítica $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$. Implementamos micro-osciladores mecánicos de silicio utilizados como micro-magnetómetros de alta sensibilidad y fabricamos discos superconductores mesoscópicos de diferentes radios. Las fases en la que se encuentran los vórtices fueron detectadas midiendo la variación de frecuencia de resonancia del modo torsional del micro-oscilador. La respuesta magnética obtenida depende tanto de la temperatura como de la magnitud y el ángulo respecto a los planos superconductores, del campo externo aplicado. En particular, se obtiene información de la susceptibilidad magnética o de la magnetización cuando el campo se aplica paralelo o perpendicular a dichos planos, respectivamente.

A una temperatura T_d por debajo de la temperatura crítica y para campos magnéticos de hasta $\simeq 500$ Oe, se observa un cambio de fase reversible de un líquido a un sólido de vórtices. La dependencia de T_d con el radio de los discos superconductores puede ser interpretada en términos del efecto *skin*. La respuesta del micro-oscilador es reversible hasta una temperatura inferior T_i , la cual está asociada a la línea de irreversibilidad en el diagrama de fases campo vs. temperatura. A diferencia de lo publicado en la literatura para muestras macroscópicas, T_i es mucho menor que T_d . Analizando la dependencia de esta línea de irreversibilidad con el tamaño de las muestras y con la densidad de vórtices, es posible vincular este comportamiento irreversible con el crossover desde el régimen de Larkin al de Random Manifold. De esta forma estimamos directamente la longitud transversa de Larkin, R_c , y su dependencia con temperatura y campo. Este resultado es relevante ya que la teoría de Larkin cumple un rol fundamental en las teorías elásticas, como la que describe la fase Bragg Glass de un superconductor.

Además, utilizando micro-osciladores estudiamos la respuesta magnética de dos nanotubos de manganita. Se obtuvo por primera vez ciclos completos de magnetización en función del campo magnético para un nanotubo aislado, con una sensibilidad del orden de 10^{-10} emu. La dependencia de la magnetización de saturación con la temperatura es lineal, evidenciando la importancia del magnetismo de superficie en los granos que forman estas nanoestructuras. Estos granos interaccionan débilmente entre sí, ya que poseen una capa magnética muerta, generando modos colectivos que favorecen la inversión de la magnetización y disminuyendo los valores de campos coercitivos.

Abstract

In this thesis we studied the size effects in the magnetic field vs. temperature phase diagram of the high temperature superconductor $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$. Silicon mechanical micro-oscillators were used as high sensitive micro-magnetometers for measuring superconducting disks of different diameters. The vortex phases were detected by measuring the resonant frequency variations of the oscillator torsional mode. The obtained magnetic response depended as much on the temperature as on the applied external field magnitude and the angle with the superconducting planes. In particular, we obtained information about either the magnetic susceptibility or the magnetization when the magnetic field was applied parallel or perpendicular to the planes.

At a temperature T_d below the critical temperature, and for magnetic fields smaller than $\simeq 500$ Oe, we observed a reversible phase change from a liquid to a solid in the vortex matter. The dependence of T_d with the radius of the superconducting disks can be interpreted in terms of the skin effect. The micro-oscillator response is reversible down to a temperature T_i , which is associated with the irreversibility line in the magnetic field vs. temperature phase diagram. In contrast to the reported results for macroscopic samples found in the literature, T_i is much smaller than T_d . Analyzing the dependence of this irreversibility line with the sample size and with the vortices density, it is possible to link this irreversible behavior with the crossover from the Larkin to the Random Manifold regime. In this way, we directly estimate the transverse Larkin length, R_c , and its dependence with temperature and magnetic field. This result is relevant due to the fundamental role that the Larkin theory plays in elastic theories, such as that used in the description of the Bragg Glass phase in a superconductor.

Moreover, using micro-oscillators we studied the magnetic response of two manganite nanotubes. We obtained for the first time, complete magnetization cycles (hysteresis loops) as a function of magnetic field for an isolated nanotube, with a sensitivity of the order of 10^{-10} emu. The dependence saturation magnetization with temperature is lineal, evidencing the importance of surface magnetism in the grains that form these nanostructures. These grains interact weakly due to the fact that they possess a magnetic dead layer, which allows the generation of collective modes that favor the magnetization reversal and depress the values of coercive fields.

Índice general

1	Introducción	1
I	Parte I	5
2	Micro Osciladores Mecánicos de Silicio	7
2.1	Funcionamiento de los micro-osciladores mecánicos	8
2.1.1	Ecuación de movimiento	11
2.1.2	Amplificador conversor corriente-tensión	14
2.1.3	Frecuencia de resonancia vs. tensión de polarización	15
2.1.4	Factor de Calidad y Energía	17
2.2	Fabricación de micro-osciladores mecánicos	18
2.3	Configuración experimental	21
3	Magnetometría de nanotubos individuales de manganita	23
3.1	Nanotubos de manganita	23
3.2	Determinación de las propiedades magnéticas del sistema	25
3.3	Resultados experimentales y análisis a campos altos	29
3.3.1	Magnetización de Saturación	30
3.3.2	Constante de Anisotropía	34
3.4	Resultados experimentales y análisis a campos bajos	34
3.4.1	Campo coercitivo	35
3.4.2	Ciclo de histéresis	37
3.5	Campo magnético perpendicular al eje fácil	38
3.6	Conclusiones	40
II	Parte II	41
4	Introducción a la Superconductividad	43
4.1	Superconductores de alta temperatura crítica, SAT	47
4.1.1	Interacción entre vórtices	49
4.1.2	Anisotropía	49
4.1.3	Fluctuaciones Térmicas	49
4.1.4	Desorden y Anclaje colectivo	50
4.2	Diagrama de fases del $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (BSCCO)	52
4.2.1	Línea de Irreversibilidad	53

4.3	Susceptibilidad Magnética Alterna vs Osciladores Mecánicos	56
5	Fabricación de muestras superconductoras mesoscópicas	59
5.1	Litografía	59
5.1.1	Litografía óptica	60
5.1.2	Litografía electrónica	60
5.2	Ataque químico y físico	62
5.3	Fabricación de un disco superconductor	64
5.4	Decoración magnética	68
6	Mediciones de magnetización y susceptibilidad	71
6.1	Protocolos de Medición	73
6.2	Campo magnético paralelo a los planos ab	74
6.2.1	Análisis de la respuesta del micro-oscilador	76
6.2.2	Determinación de las propiedades magnéticas del sistema	78
6.2.3	Resultados experimentales	79
6.3	Campo magnético perpendicular a los planos ab	84
6.3.1	Determinación de las propiedades magnéticas del sistema	85
6.3.2	Resultados experimentales	86
6.3.3	Sensibilidad del sistema de medición	87
6.4	Campo magnético aplicado a un ángulo ϕ de los planos ab	88
6.4.1	Pico disipativo a altas temperaturas.	90
6.4.2	Pico disipativo a bajas temperaturas.	94
6.5	Conclusiones	95
7	Efecto de Tamaño en el diagrama de fase H vs. T del BSCCO	97
7.1	Diagrama de fases del BSCCO para una muestra mesoscópica	97
7.1.1	Irreversibilidad: barreras geométricas, de superficie ó shaking?	98
7.2	Efecto de Tamaño Finito en BSCCO	107
7.2.1	Irreversibilidad: crossover al régimen de Larkin	107
7.2.2	Temperatura T_d	112
7.3	Conclusiones	113
8	Conclusiones Generales	115
	Agradecimientos	127
	Trabajos Publicados	131

Capítulo 1

Introducción

El descubrimiento de los superconductores de alta temperatura crítica en 1986 por J. G. Bednorz y K. A. Müller [1] abrió una nueva rama de investigación en el área de física del sólido. Esta familia de materiales cerámicos (óxidos de cobre con estructura de perovskita) son superconductores con temperaturas críticas superiores a 90 Kelvin. Debido a que estas temperaturas son mayores a la del nitrógeno líquido hubo grandes expectativas sobre las posibles aplicaciones tecnológicas y comerciales de estos materiales. El diagrama de fase de estos superconductores es muy complejo e interesante, ya que presenta una gran variedad de fases termodinámicas y regímenes dinámicos.

El comportamiento magnético de estos materiales depende fuertemente de las dimensiones del sistema. A modo de ejemplo, recientemente se ha propuesto que los superconductores mesoscópicos¹ tipo II deben poseer estados degenerados de multivórtices o vórtices gigantes, para un número dado de vórtices [2–6]. Tanto la estructura en la que se nuclean los vórtices, como la entrada y salida de éstos al superconductor, deberían depender fuertemente de las dimensiones y geometría de la muestra. Empleando puntas *Hall*, se ha observado en muestras microscópicas del superconductor de alta temperatura crítica $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (BSCCO), importantes efectos de tamaño. En particular, se encontró que el campo de penetración para el cual se detecta la entrada del primer vórtice, es proporcional al diámetro de la muestra para temperaturas por debajo de 15 K [7]. Por encima de esta temperatura el campo de penetración es una función de la relación de aspecto (cociente entre el espesor y el diámetro). También se observó que cuando la dimensión característica de la muestra es menor que una determinada longitud crítica, el llamado efecto segundo pico desaparece [8, 9]. A pesar de estos trabajos, el estudio experimental de los efectos de tamaño en superconductores de alta temperatura crítica aún no ha sido suficientemente explorado. Esto se debe fundamentalmente a que existen diversas dificultades técnicas para realizar este tipo de experimentos. No sólo es necesario tener la capacidad de fabricar muestras de tamaño mesoscópico, sino también se debe disponer de instrumentos lo suficientemente sensibles como para poder detectar señales extremadamente pequeñas.

Por otro lado el estudio de muestras nano y microscópicas de otros mate-

¹Cuando el tamaño de la muestra es del orden de alguna longitud característica del sistema.

riales magnéticos, tales como los óxidos de manganeso (manganitas), es de gran importancia para sus aplicaciones tecnológicas. Estos materiales abrieron una línea prometedora en el área de la espintrónica, ya que son potencialmente aptos para fabricar dispositivos que combinen la microelectrónica convencional con los efectos dependientes del espín [10–12]. Dichos dispositivos permitirían aumentar la capacidad de almacenar información en memorias no volátiles [13, 14], aumentar la velocidad de procesamiento y disminuir el consumo de potencia [15]. Recientemente se han sintetizado nanotubos de estos compuestos [16], los cuales han sido estudiados y caracterizados usando sólo muestras de polvo (muestras compuestas por un gran número de nanotubos dispuestos en forma desordenada). En estos experimentos se obtiene una respuesta global, que no permite determinar las propiedades magnéticas individuales de cada nanotubo. No obstante, para las eventuales aplicaciones tecnológicas de estos materiales, es importante separar el comportamiento individual del comportamiento colectivo de estas nanoestructuras.

Simultáneamente a la evolución en la síntesis y fabricación de materiales micro-nanométricos, surge la necesidad de desarrollar nuevas tecnologías capaces de caracterizar las propiedades físicas de estos materiales. En esta línea, se ha demostrado que los micro-osciladores mecánicos de silicio son idóneos para el estudio de las propiedades magnéticas de muestras mesoscópicas [17]. Estos poseen dimensiones micrométricas, un muy alto factor de calidad a bajas temperaturas y una gran sensibilidad, por lo que funcionan muy bien como micro-magnetómetros de alta performance.

La presente tesis está dedicada al estudio de los efectos de tamaño finito en el diagrama de fases de muestras mesoscópicas de BSCCO, y al comportamiento magnético individual de nanotubos de manganita, mediante el uso de micro-osciladores mecánicos de silicio como dispositivo de medición. La primera parte de la tesis está orientada a la caracterización de los micro-osciladores y al desarrollo de la técnica experimental. Debido a que los nanotubos de manganita constituyen un sistema magnético simple de analizar (ya que poseen una simetría uniaxial), su estudio es presentado en esta primera etapa. La segunda parte está dedicada al estudio de superconductores mesoscópicos. Contiene una introducción a la superconductividad, los procesos de microfabricación utilizados para fabricar muestras superconductoras de BSCCO, el estudio de la respuesta magnética del sistema y el efecto de tamaño en el diagrama de fases campo vs. temperatura. Específicamente, esta tesis está organizada de la siguiente manera:

Parte I: Primero, en el capítulo 2, se desarrolla la técnica experimental utilizada. Se presenta la implementación, el funcionamiento y diseño de los micro-osciladores mecánicos de silicio. Luego, en el capítulo 3, se estudia el sistema de dos nanotubos individuales de manganita mediante micro-osciladores mecánicos. Los resultados se comparan con lo obtenido en muestras masivas (macroscópicas) del mismo material y polvos de nanotubos.

Parte II: Esta parte de la tesis presenta lo estudiado en los materiales superconductores. Primero, en el capítulo 4, se introduce brevemente el fenómeno de superconductividad y en particular se hace énfasis en el diagrama de fases campo vs. temperatura del BSCCO. En el capítulo 5 se presentan las técnicas de

microfabricación y se detalla el proceso utilizado para la fabricación de un disco superconductor mesoscópico. Las muestras fabricadas y estudiadas con detalle son tres discos de 13.5, 27 y 50 μm de diámetro y 1 μm de espesor, cuyos resultados se exponen y analizan en los capítulos 6 y 7. En el primero se presentan los casos particulares en los cuales el campo magnético se aplica en las direcciones principales de la muestra. La respuesta del sistema refleja el comportamiento de la susceptibilidad magnética o la magnetización, cuando el campo magnético es aplicado paralelo o perpendicular a los planos superconductores, respectivamente. Además se estudia la respuesta magnética cuando el campo se aplica a un ángulo ϕ de los planos superconductores. En el capítulo 7 se presenta el diagrama de fase obtenido para una muestra microscópica y se discuten los efectos de tamaño finito observados. Por último, en el capítulo 8 se desarrollan las conclusiones generales obtenidas en este trabajo.

Parte I

Capítulo 2

Micro Osciladores Mecánicos de Silicio

Uno de los principales objetivos de esta tesis es medir la respuesta magnética de muestras de tamaños micro y nanométricos. En particular, hemos estudiado nanotubos de manganita individuales (capítulo 3) y superconductores de alta temperatura crítica (capítulos 6 y 7). Para lograr este objetivo no solo se necesita poder fabricar este tipo de muestras, sino que también es igual de importante implementar instrumentos suficientemente sensibles que permitan medir las pequeñas señales que dichas muestras generan.

Los magnetómetros convencionales (VSM, SQUID, etc.) no están diseñados para medir y caracterizar muestras de tamaños micrométricos, presentan un ruido característico del orden (o incluso mayor) a estas señales. Algunos magnetómetros con sensibilidad suficiente para medir la respuesta magnética de estas muestras son los microSQUIDS (*micro Superconducting Quantum Interference Devices*) [18] y AGMs (*alternate gradient magnetometers*) [19]. Estos dispositivos poseen características que los hacen poco útiles para el tipo de mediciones que queremos realizar. Los primeros sólo son muy sensibles a bajos campos y temperaturas, lo cual es un problema en nuestro experimento ya que la temperatura crítica de los superconductores se encuentra en los 100 K, y la de los nanotubos en aproximadamente 260 K. En AGMs las mediciones cuantitativas son muy difíciles de obtener debido a que la señal medida depende fuertemente de la geometría de la muestra y de la posición exacta de esta con respecto al gradiente de campo [20]. Como veremos en el transcurso de esta tesis, la implementación de micro-osciladores mecánicos de silicio como dispositivos de medición es indispensable para cumplir con nuestros objetivos.

Estos micro-osciladores forman parte de lo que se conoce como *Micro Electro Mechanical Systems* (MEMS). En particular, los micro-osciladores poseen características únicas que los hacen particularmente aptos para la medición de muestras mesoscópicas, ya que tienen una alta sensibilidad y un tamaño reducido (de algunas centenas de micrones cuadrados). Además, es posible modificar el diseño de cada dispositivo para adecuarlo a cada experimento en particular [17, 21, 22].

Este capítulo está dedicado a presentar el diseño, fabricación y funcionamiento

de los micro-osciladores mecánicos de silicio. También describiremos brevemente la configuración experimental utilizada.

2.1. Funcionamiento de los micro-osciladores mecánicos

En la figura 2.1 se muestra una foto de un micro-oscilador (μO) obtenida mediante un microscopio óptico. En la figura 2.2 se muestra la ampliación de uno de los extremos del μO obtenida mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) en la cual pueden observarse las diferentes partes que lo componen. Ellos presentan una paleta central unida a dos resortes tipo serpentina los cuales se encuentran anclados al sustrato mediante pilares en sus extremos. Los resortes proveen una fuerza de restitución y la paleta provee la mayor parte del momento de masa inercial del oscilador mecánico. Las dimensiones típicas de la paleta son $100\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 1.5\ \mu\text{m}$ y por debajo de ella, a aproximadamente $2\ \mu\text{m}$ de distancia, se encuentran dos electrodos que son utilizados para detección y excitación del movimiento. Un modo torsional de oscilación puede excitarse mediante una tensión alterna aplicada en alguno de los dos electrodos, con valores de amplitud entre 80 mV y 150 mV. La paleta se encuentra conectada a tierra, por lo que el electrodo de excitación la atrae tanto en el ciclo negativo como positivo de la tensión alterna. El μO en esta configuración oscila a dos veces la frecuencia de excitación, lo que comúnmente llamamos a $2f$. El otro electrodo se usa para detectar el movimiento de la paleta, midiendo las variaciones de capacidad eléctrica. La capacidad entre la paleta y el electrodo es del orden de 10 fF, mientras que la variación de dicha capacidad es menor a 1 fF.

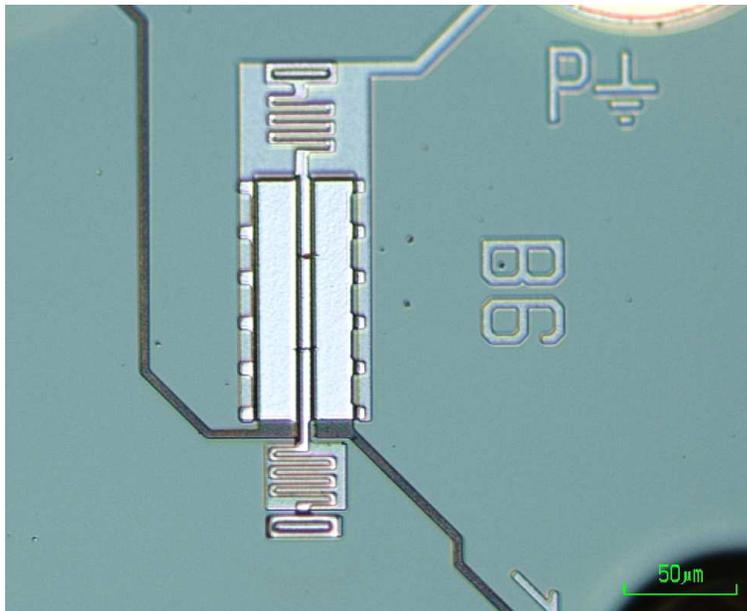


Figura 2.1: Foto de un micro-oscilador mecánico de silicio obtenida mediante un microscopio óptico.

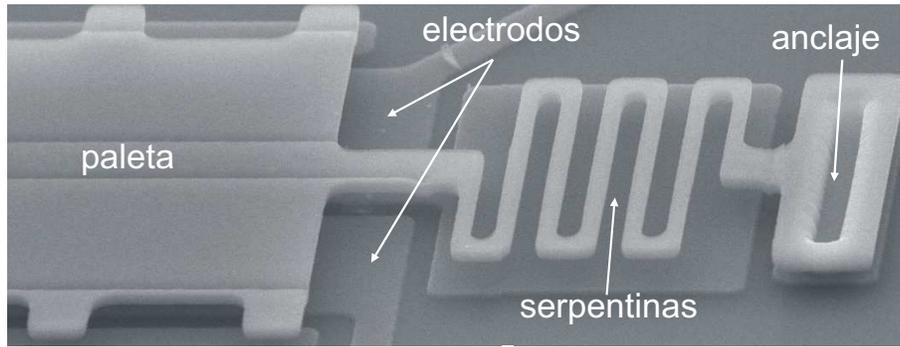


Figura 2.2: Foto de una parte del micro-oscilador mecánico de silicio obtenida mediante el SEM. Se detallan las diferentes partes que lo componen.

La frecuencia de resonancia, ν_r , de estos micro-osciladores varía entre 40 kHz y 70 kHz dependiendo de varios factores, entre ellos las dimensiones de la paleta y la longitud de la serpiente. El cuadrado de la frecuencia natural, ν_0 , de un oscilador torsional sin disipación es proporcional a la constante elástica de las serpentinillas, k_e , e inversamente proporcional al momento de inercia del sistema, I [23]:

$$\nu_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_e}{I}}. \quad (2.1)$$

Debido a que los μO poseen un factor de calidad muy grande (a bajas temperaturas es mayor a 10^5), la ec.(2.1) puede usarse para estimar la frecuencia de resonancia de estos dispositivos¹. Si colocamos una muestra sobre el oscilador, el momento de inercia en el denominador de la ec.(2.1) es la suma de I más el momento de inercia de la muestra, I_M . En la figura 2.3 se presentan las dos curvas de resonancia obtenidas antes y después de colocar una muestra superconductora sobre el oscilador. Puede observarse la disminución de la frecuencia de resonancia debido al aumento del momento de inercia. La muestra adherida es un disco de 13.5 micrones de diámetro y $1 \mu\text{m}$ de espesor. El centro de masa de la muestra no se encuentra sobre el eje de rotación del oscilador, sino a 13 micrones de distancia de él². Considerando la ec.(2.1) y su modificación al colocar una muestra, se obtiene:

$$I_M = I \left(\frac{\nu_r^2}{\nu_{r,M}^2} - 1 \right), \quad (2.2)$$

donde $\nu_{r,M}$ es la frecuencia de resonancia luego de colocar la muestra. Teniendo en cuenta el valor del momento de inercia del oscilador calculado considerando sus dimensiones, $I = 5.25 \times 10^{-14} \text{ g.cm}^2$, y las frecuencias de resonancia medidas, el valor del momento de inercia de la muestra es de $I_M = (2.35 \times 10^{-15} \pm 2 \times 10^{-16}) \text{ g.cm}^2$. Mientras que el calculado teniendo en cuenta sólo sus dimensiones y posición respecto al eje de rotación del oscilador es $I_M = (1.8 \times 10^{-15} \pm 8 \times 10^{-16}) \text{ g.cm}^2$. La disminución

¹ $\nu_0 \simeq \nu_r$ cuando el oscilador presenta $Q \gg 1$, debido a que altos valores de Q implican poca disipación.

²Distancia a tener en cuenta en el momento de calcular el momento de inercia de la muestra con respecto al eje de rotación del oscilador.

de la frecuencia de resonancia obtenida y calculada coinciden dentro de los errores experimentales. Como en las mediciones que presentaremos la muestra está fija al oscilador, de ahora en adelante I será igual al momento de inercia total del sistema (oscilador + muestra), salvo que se indique lo contrario.

Por otro lado, si esta muestra es magnética y aplicamos un campo externo, H_0 , la interacción entre el momento magnético de la muestra, m , y el campo produce un cambio en la constante elástica del sistema. La constante elástica total del sistema será k_e más la producida debido a la interacción con el campo, k_m . La frecuencia de resonancia del sistema al aplicar H_0 es entonces:

$$\nu_{r,H} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_e + k_m}{I}}. \quad (2.3)$$

Para comprender mejor porqué la interacción entre la muestra y el campo externo produce un cambio en la constante elástica total del sistema, veamos el siguiente ejemplo. Supongamos que la muestra que se encuentra sobre el μO es extremadamente anisotrópica, de tal forma que m es siempre solidaria a la muestra y constante. La interacción entre m y H_0 produce un torque [24]

$$\vec{\tau} = \vec{m} \times \vec{H}_0 = MH_0V \sin \theta, \quad (2.4)$$

donde M es la magnetización constante de la muestra, V es el volumen, θ el ángulo entre \vec{M} y \vec{H}_0 . Si θ es muy pequeño e igual al ángulo que se desplaza el μO con respecto a su posición de equilibrio³ entonces podemos reescribir la ec.(2.4) como:

$$\vec{\tau} \approx MH_0V\theta = k_m\theta. \quad (2.5)$$

Este torque es lineal con θ y sólo modifica a la constante restitutiva elástica en la ecuación de movimiento de un oscilador [ver en la próxima sección ec.(2.8)]. τ puede ser restitutivo o no restitutivo dependiendo de las características de cada muestra. Que sea no restitutivo, significa que cuando la magnetización intenta alinearse al campo externo para disminuir la energía del sistema, ejerce un torque opuesto al que ejercen los resortes del μO . Este ablandamiento del μO se traduce en una disminución de la ν_r . En cambio, si τ es restitutivo el μO se endurece provocando un aumento de ν_r . Hay que tener en cuenta que, si la muestra fuera isotrópica la magnetización se alinearía con la dirección del campo y no habría un torque extra en el sistema, por lo que no se produciría una variación en la frecuencia de resonancia. Combinando las ecs. (2.1) y (2.3) la expresión obtenida para k_m es:

$$k_m = 4\pi^2 I(\nu_{r,H}^2 - \nu_{r,0}^2) \simeq 8\pi^2 I\nu_{r,0}\Delta\nu_r. \quad (2.6)$$

donde $\nu_{r,0}$ y $\nu_{r,H}$ son la frecuencia de resonancia del sistema sin y con campo aplicado, y $\Delta\nu_r = \nu_{r,H} - \nu_{r,0}$ es la variación de la frecuencia de resonancia debido

³En los micro-osciladores utilizados en esta tesis el valor máximo de θ es de 1.5° . La deflexión máxima que puede tener un μO depende del ancho de la paleta y la distancia mínima entre la paleta y el electrodo sin que el fenómeno de *snap down* aparezca. Este fenómeno consiste en el colapso de la paleta con uno de los electrodos que se encuentran por debajo de ella. Esto sucede cuando la deflexión se aproxima a un tercio de la distancia de equilibrio entre ellos [25, 26] y siempre que la excitación sea electrostática por voltaje.

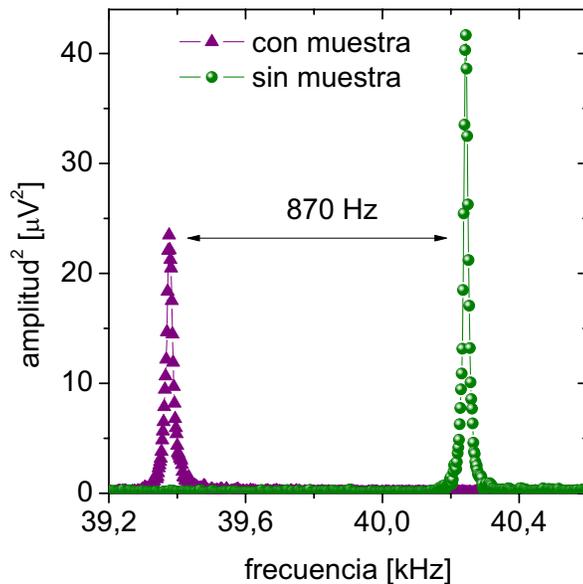


Figura 2.3: Curvas de resonancia para el mismo micro-oscilador, a la misma temperatura pero con y sin muestra adherida a él. Puede observarse la disminución de la frecuencia de resonancia debido al incremento del momento de inercia del sistema.

a la interacción magnética entre la muestra y el campo. La condición para que se cumpla la segunda igualdad es que el valor de la frecuencia de resonancia con campo aplicado sea similar al valor sin campo, es decir $\nu_{r,H} + \nu_{r,0} \simeq 2\nu_{r,0}$. La constante elástica magnética puede calcularse a partir de la segunda derivada de la energía respecto del ángulo de rotación:

$$k_m = \left. \frac{d^2 E}{d\theta^2} \right|_{\theta=0}, \quad (2.7)$$

donde, en este caso, E es la energía magnética del sistema. Combinando las ecs. (2.6) y (2.7) podemos relacionar los datos obtenidos en el laboratorio ($\nu_{r,0}$ y $\nu_{r,H}$) con las propiedades magnéticas de las muestras.

2.1.1. Ecuación de movimiento

Para que el análisis de los datos sea confiable es necesario que los μO funcionen en su rango lineal [27, 28]. El protocolo de medición se basa en hacer un barrido en frecuencias de excitación y obtener la curva de resonancia para campo y temperatura fijas. La ecuación diferencial de un oscilador armónico forzado y amortiguado es [23]:

$$I \frac{d^2 \theta}{dt^2} + b \frac{d\theta}{dt} + k_e \theta = T, \quad (2.8)$$

El primer término del lado izquierdo de la ec.(2.8) es el torque inercial, el segundo el torque correspondiente a la fuerza resistente o viscosa y el tercero el correspondiente al torque recuperador lineal. El término del lado derecho de dicha ecuación es $T = T_0 \cos(\omega t)$ el torque alterno externo aplicado. La ec.(2.8) puede escribirse como:

$$\frac{d^2 \theta}{dt^2} + 2\beta \frac{d\theta}{dt} + \omega_0^2 \theta = T_0 \cos(\omega t), \quad (2.9)$$

donde β es el factor de amortiguamiento, $\omega_0 = \sqrt{k_e/I}$ es la frecuencia angular propia sin amortiguamiento y ω la frecuencia angular del torque externo. La solución de esta ecuación diferencial es la suma de la solución general de la ecuación homogénea (sin torque externo aplicado) y la solución particular. La general representa los efectos transitorios que dependen de las condiciones iniciales, mientras que la particular los efectos estacionarios. Esta última es:

$$\theta_p(t) = \frac{T_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 - 4\omega^2\beta^2}} \cos(\omega t - \delta). \quad (2.10)$$

La amplitud de oscilación A es:

$$A = \frac{T_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 - 4\omega^2\beta^2}} \quad (2.11)$$

y

$$\delta = \arctan\left(\frac{2\beta\omega}{\omega_0^2 - \omega^2}\right) \quad (2.12)$$

es el defasaje o retraso entre la fuerza externa y la respuesta del sistema. Para un dado ω_0 , si $\omega = 0$ entonces $\delta = 0$, aumentando su valor hasta $\omega = \omega_0$ el defasaje es igual a $\pi/2$ y llega al valor $\delta = \pi$ cuando $\omega \rightarrow \infty$.

El factor de calidad define el grado de amortiguamiento de un sistema oscilatorio:

$$Q \equiv \frac{\omega_r}{2\beta} \quad (2.13)$$

donde $\omega_r = 2\pi\nu_r$. Cuando el amortiguamiento es pequeño, Q es muy grande. En el caso de un oscilador poco amortiguado:

$$Q \approx \frac{\omega_0}{\Delta\sigma} \quad (2.14)$$

donde $\Delta\sigma$ representa el ancho de resonancia, es decir, el intervalo de frecuencia que separa a los puntos de la curva de amplitud, para los cuales ésta es $\frac{1}{\sqrt{2}}$ del máximo valor.

El cuadrado de la amplitud de oscilación es una función *Lorentziana* centrada en la frecuencia de resonancia. En la práctica, a los datos obtenidos se les ajusta dicha función y se extrae $\nu_{r,H}$ y Q para cada campo y temperatura. Para que el ajuste de la *Lorentziana* sea confiable, la curva obtenida debe haber sido medida en el rango lineal y debe ser reversible. En el modo torsional de oscilación del μO la alinealidad puede presentarse ya que el torque electrostático deja de ser lineal⁴ con θ a amplitudes grandes de oscilación. En la figura 2.4 se muestra el esquema de una curva de resonancia teórica en el rango de trabajo no lineal de un oscilador. En la figura 2.5 se muestra una curva experimental obtenida en el rango de trabajo no lineal del μO a $T = 12$ K y con una amplitud de excitación aplicada de 300 mV. Debido a este fenómeno, antes de empezar con las mediciones, es necesario establecer cuáles son los voltajes de excitación y los tiempos de medición que hacen trabajar al μO en el rango lineal y estacionario.

⁴Y por lo tanto se debe tener en cuenta el término cúbico de esta fuerza con θ .

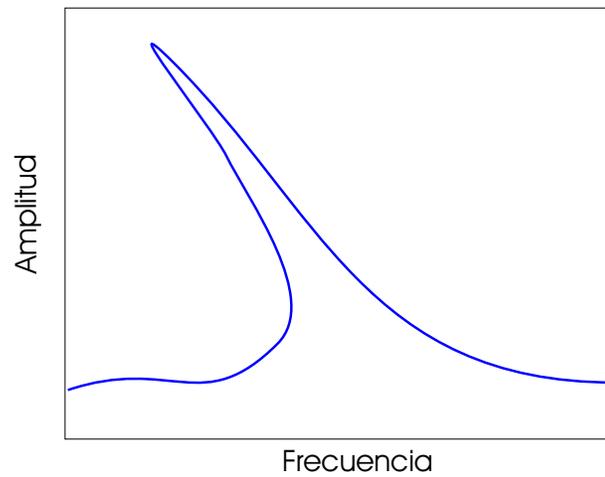


Figura 2.4: Curva esquemática de resonancia teórica para un oscilador no lineal.

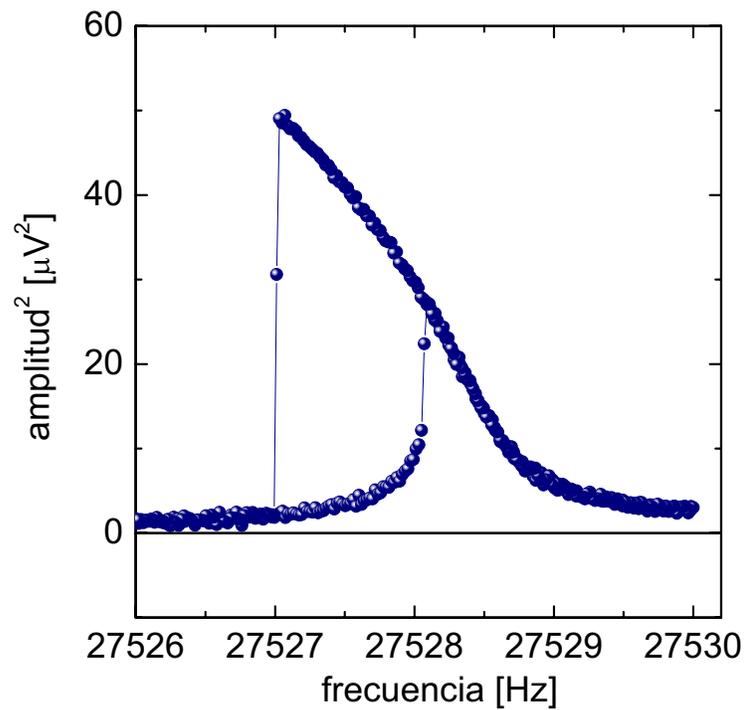


Figura 2.5: Curva de resonancia mostrando alinealidad de uno de nuestros micro-osciladores a $T = 12\text{ K}$ con 300 mV de voltaje de excitación.

2.1.2. Amplificador conversor corriente-tensión

El método de detección del modo torsional de los micro-osciladores utilizado en esta tesis es el capacitivo. Por debajo de la paleta (ver figura 2.2) se encuentran dos electrodos fijos, uno de excitación al cual se le aplica una tensión alterna y otro de detección. A medida que se produce el movimiento de la paleta se sensa la capacidad eléctrica entre el electrodo fijo de detección y el oscilador utilizando el sistema que se muestra en la figura 2.6.

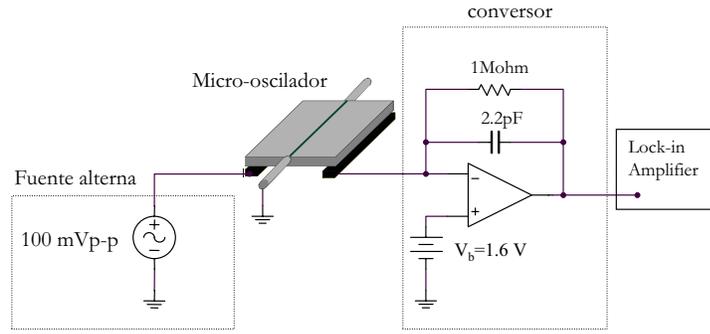


Figura 2.6: Esquema de nuestro sistema: fuente de tensión alterna, micro-oscilador, conversor corriente-tensión, amplificador *lock-in*.

Para sensar la variación de capacidad pueden utilizarse básicamente dos configuraciones [29], las cuales se muestran en la figura 2.7. Una variación ΔC_x en la capacitancia variable C_x produce una variación ΔV en el voltaje de salida V cuando la carga se mantiene fija o una variación Δq en la carga total q cuando el voltaje es constante. Considerando $V = q/C$ y que se mantiene constante q , como se esquematiza en la parte (a) de la figura, entonces la variación en el voltaje de salida es $\Delta V = -V_0(\Delta C_x/(C_p + C_x))$, donde C_p son las capacidades parásitas. En cambio, si lo que se mantiene constante es el voltaje de salida, como en la parte (b) de dicha figura, se producirá una variación en la carga $\Delta q = V\Delta C_x$. La ventaja del segundo esquema es que la salida no depende de las capacitancias parásitas.

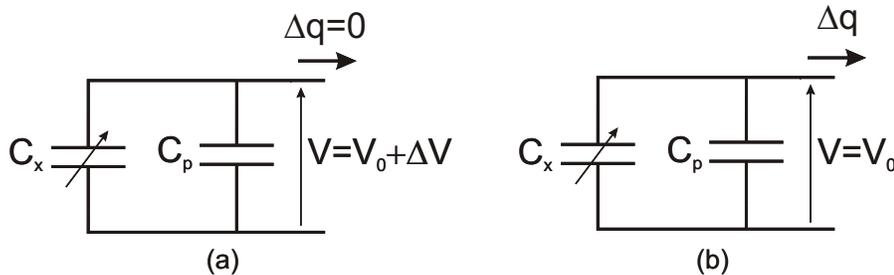


Figura 2.7: Esquemas de las diferentes configuraciones posibles para detección capacitiva extraídas de ref.[29].

Los dispositivos utilizados para la detección capacitiva son: el *conversor corriente-tensión* y un amplificador *lock-in*, como se muestra en el esquema de la figura 2.6.

La capacitancia variable en nuestro sistema es la formada por la paleta del oscilador y el electrodo de detección. La tensión constante de polarización V_b a la salida de dicho capacitor disminuye los efectos de capacitancias parásitas, ya que actúa como la tensión constante esquematizada en la figura 2.7(b). La señal a la salida del conversor es muy pequeña para todos los casos estudiados en esta tesis (no más de $100 \mu V$). Los amplificadores *lock-in* se utilizan para detectar y medir señales muy pequeñas de tensión alterna⁵. Con ellos es posible detectar fase y amplitud de señales a una frecuencia de referencia específica. Las señales de ruido con frecuencias que difieren de la frecuencia de referencia son rechazadas. En nuestro caso la frecuencia de referencia es el doble de la frecuencia de excitación.

Los componentes utilizados para fabricar el conversor son: una resistencia de $1 M\Omega$, una capacidad de $2.2 pF$ y un amplificador operacional TL062A.

2.1.3. Dependencia de la frecuencia de resonancia con la tensión de polarización

Para estimar cuánto modifica a la frecuencia de resonancia la tensión de polarización V_b , hay que tener en cuenta la fuerza de atracción entre las placas, la cual no fue introducida anteriormente en la ecuación diferencial (2.8). La fuerza entre la paleta y el electrodo de detección puede aproximarse suponiendo que estos dos planos conductores están siempre paralelos. De este modo tenemos:

$$F_c = qE \simeq C \frac{V_b^2}{(l_0 + r\theta)} = \varepsilon_0 a \frac{V_b^2}{(l_0 + \frac{r}{2}\theta)^2} \quad (2.15)$$

donde:

E , es el campo eléctrico

$C = \varepsilon_0 \frac{a}{(l_0 + r\theta)}$, es la capacidad

$q = CV_b$, es la carga

$r = 2.5 \times 10^{-5}$ m, es la distancia entre el eje de rotación y extremo de la paleta

$a = 2.5 \times 10^{-9}$ m², es el área del capacitor

$l_0 = 2.7 \times 10^{-6}$ m, es la separación entre los electrodos cuando $V_b = 0$

$\varepsilon_0 = \frac{10^{-9}}{36\pi}$ F/m, es la permitividad eléctrica en el vacío

$V_b = E \times (l_0 + r\theta) = 1.6$ V.

Para deducir la ec.(2.15) hemos supuesto que, en promedio, la distancia entre los electrodos es $(l_0 + r\theta)$ donde θ es negativo (positivo) para una rotación horaria (antihoraria), ver figura 2.8. De este modo, el torque capacitivo es igual a :

$$\tau_c \approx \varepsilon_0 a \frac{V_b^2}{(l_0 + \frac{r}{2}\theta)^2} \frac{r}{2}. \quad (2.16)$$

Haciendo la aproximación a primer orden, para θ pequeño, este torque es igual a:

$$\tau_c \approx \frac{\varepsilon_0 a V_b^2}{l_0^2} \frac{r}{2} - \varepsilon_0 a \frac{V_b^2}{l_0^3} \frac{r^2}{2} \theta \quad (2.17)$$

⁵Según el modelo del equipo es posible medir señales en el rango de nanovolts

Al considerar el torque anterior en la ecuación de movimiento (2.8), se produce un desplazamiento de la posición de equilibrio y, lo que es más importante, un cambio en la constante elástica efectiva del oscilador. De este modo podemos escribir:

$$(2\pi\nu_r)^2 = \frac{k_e}{I} - r^2\varepsilon_0a\frac{V_b^2}{2l_0^3I} \quad (2.18)$$

Vemos que el cuadrado de la frecuencia de resonancia en función de V_b^2 debe comportarse como una función lineal con ordenada al origen igual a $\frac{k_e}{I}$ y una pendiente igual a $-\frac{r^2\varepsilon_0a}{2l_0^3I}$. En la figura 2.9 se grafica $(2\pi\nu_r)^2$ vs V_b^2 . Del ajuste lineal se accede a los valores de la pendiente y ordenada al origen: -8.26×10^7 y 6.15×10^{10} , respectivamente. Utilizando la ec.(2.18) la constante elástica vale $k_e = 3.22 \times 10^{-3}$ dyn.cm, en muy buen acuerdo con el calculado [30] teniendo en cuenta el módulo de *Young* del material donde $k_e = 3.19 \times 10^{-3}$ dyn.cm. Con el valor de la pendiente obtenemos $I = (4.25 \pm 0.98) \times 10^{-14}$ g.cm². Todos los valores calculados y obtenidos son consistentes dentro de los errores experimentales. Vale aclarar que en nuestras mediciones realizadas a nanotubos y muestras superconductoras, el V_b se mantuvo fijo para todos los campos y temperaturas.

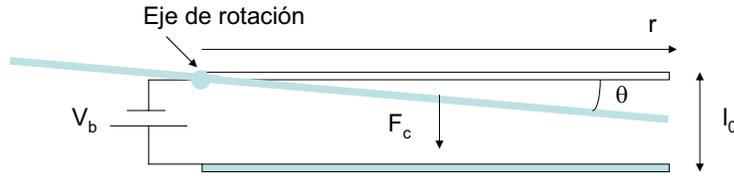


Figura 2.8: Esquema del desplazamiento del oscilador debido a la aplicación de una tensión constante V_b .

Finalmente, si la tensión de excitación es cero, la posición de equilibrio del oscilador será aquella en la cual el torque producido por la fuerza atractiva de las placas del capacitor (paleta y electrodo de detección) sea de la misma magnitud que el producido por fuerza elástica de restitución de los resortes. La posición de equilibrio, θ_e , se obtiene para:

$$k\theta_e = \frac{\varepsilon_0aV_b^2}{(l_0 + \frac{r}{2}\theta_e)^2} \frac{r}{2}. \quad (2.19)$$

Tomando la aproximación para θ pequeños (ec.(2.17)):

$$\theta_e = \left(\frac{2l_0^2k_e}{\varepsilon_0aV_b^2r} + \frac{r}{l_0} \right)^{-1} \quad (2.20)$$

Siendo $k_e \simeq 3.2 \times 10^{-3}$ dyn.cm, el valor de la variación del ángulo desde el equilibrio debido a la presencia de la tensión constante es aproximadamente igual a $\theta_e \simeq 0.03^\circ$. Los resultados anteriores muestran que si V_b es pequeño y constante a lo largo de todos los experimentos entonces el efecto producido por el electrodo de medida puede ser despreciable. El cambio de la constante elástica efectiva⁶ debido a la aplicación

⁶Obtenida a partir del segundo término de la ec.(2.17).

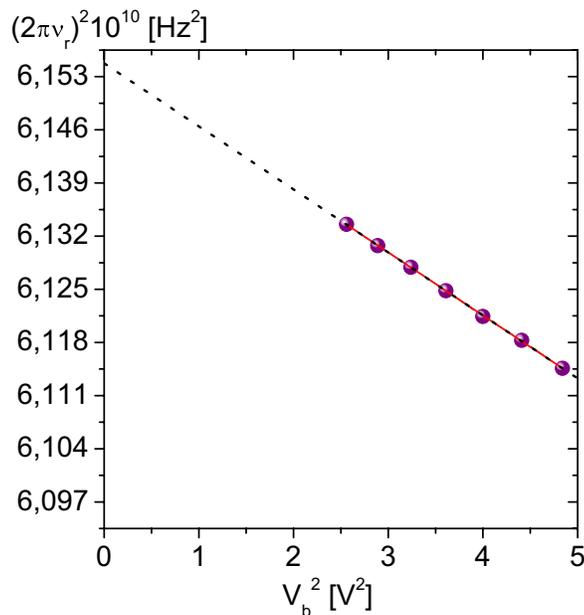


Figura 2.9: Variación del cuadrado de la frecuencia de resonancia en función del cuadrado del voltaje de polarización.

de V_b vale $\sim 9 \times 10^{-6}$ dyn.cm. En lo que sigue, hemos usado $V_b = 1.6$ V en todos los experimentos y hemos visto que su presencia no afecta el valor de la constante restitutiva efectiva, por lo que de aquí en adelante, no se lo tendrá en cuenta.

En este punto es oportuno aclarar que en el laboratorio se realizaron mediciones de frecuencia de resonancia y factor de calidad para un mismo oscilador mediante método capacitivo y óptico a temperatura ambiente [30]. El método óptico consiste en la detección de la intensidad de luz que refleja el oscilador hacia una posición determinada del espacio. Esta intensidad depende de la deflexión de la paleta. La luz es detectada en el ocular de un microscopio mediante un fotodiodo, y luego la señal es procesada por un amplificador *Lock-in*. Los valores de Q obtenidos con ambos métodos son similares, lo que es consistente con el hecho de que la tensión de polarización sólo ablanda ligeramente al oscilador disminuyendo muy poco su frecuencia de resonancia, y no altera los resultados obtenidos, siendo éstos por lo tanto, independientes de V_b .

2.1.4. Factor de Calidad y Energía

El factor de calidad de un micro-oscilador se define de la siguiente manera [23]:

$$Q = 2\pi \frac{E_a}{E_p}, \quad (2.21)$$

donde E_a es la máxima energía almacenada en un ciclo (máxima energía potencial) y E_p la energía total perdida o disipada por período. Sin campo magnético aplicado la energía potencial máxima almacenada es igual a $\frac{1}{2}kA_0^2$, mientras que la disipada en cada ciclo, W_d , es $\pi b\omega_0 A_{H0}^2$ (donde A_{H0} es la amplitud de oscilación a campo 0

y $b = 2\beta/I$). Este valor resulta de plantear el torque disipativo de amortiguamiento viscoso, τ_b e integrar en un ciclo el trabajo realizado:

$$\tau_b = b\dot{\theta} \quad (2.22)$$

$$dW_b = \tau_b d\theta = b\dot{\theta} d\theta = b\dot{\theta}^2 dt \quad (2.23)$$

Integrando en un ciclo:

$$W_b = \pi b\omega A^2 \quad (2.24)$$

Por lo tanto, el factor de calidad para campo cero⁷ es:

$$Q_0 = 2\pi \frac{\frac{1}{2}k_e A_{H0}^2}{\pi b\omega_0 A_{H0}^2} = \frac{k_e}{b\omega_0}. \quad (2.25)$$

Por otro lado, al aplicar un campo externo, el factor de calidad Q_H es igual a:

$$Q_H = 2\pi \frac{\frac{1}{2}(k_e + k_m)A_H^2}{\pi b\omega_0 A_H^2 + \epsilon} \quad (2.26)$$

Donde ϵ es la energía disipada por la muestra y A_H es la amplitud de oscilación con campo aplicado. Combinando las últimas dos ecuaciones, podemos obtener la energía disipada por la muestra en función de la energía total acumulada en un ciclo, $E_k = \frac{1}{2}(k_e + k_m)A_H^2$:

$$\frac{\epsilon}{E_k} = \frac{2b\pi}{I\omega} \left(\frac{\Delta\sigma_H}{\Delta\sigma_0} - 1 \right) \quad (2.27)$$

En la ecuación anterior $\Delta\sigma_H$ y $\Delta\sigma_0$ representan el ancho de resonancia con y sin campo aplicado.

2.2. Fabricación de micro-osciladores mecánicos

Los micro-osciladores mecánicos de silicio fueron diseñados originalmente por Lucent Technologies y luego optimizados en el Laboratorio de Bajas Temperaturas⁸. Los micro-osciladores son fabricados en MEMSCAP [31] con un proceso estándar llamado MUMPS (*Multi User MEMS Process*). Este proceso impone reglas para el diseño y emplea técnicas de la industria de los circuitos integrados. El proceso consta de 3 capas de poly-silicio, 2 de óxido de silicio, una de nitruro de silicio, y una metalización para los contactos. En la tabla 2.2 se detallan el espesor y las capas de materiales que se depositan en este proceso. La geometría y grados de libertad del producto final dependen de las litografías ópticas y los ataques (utilizando *Reactive Ion Etching*) que se realizan entre la deposición de cada capa de polisilicio y óxido. La descripción detallada de la técnica de litografía óptica se realizará en el capítulo 5, pero básicamente se trata de transferir patrones sobre el material a partir de una máscara, resina fotosensible y ataque químico o físico. Con esta técnica el material adquiere la geometría o forma de la imagen impresa en la máscara.

⁷Suponiendo sólo disipación viscosa.

⁸N. La Forgia realizó simulaciones de elementos finitos en el programa FEMLAB, y D. Antonio y H. Pastoriza diseñaron distintos tipos de micro-osciladores.

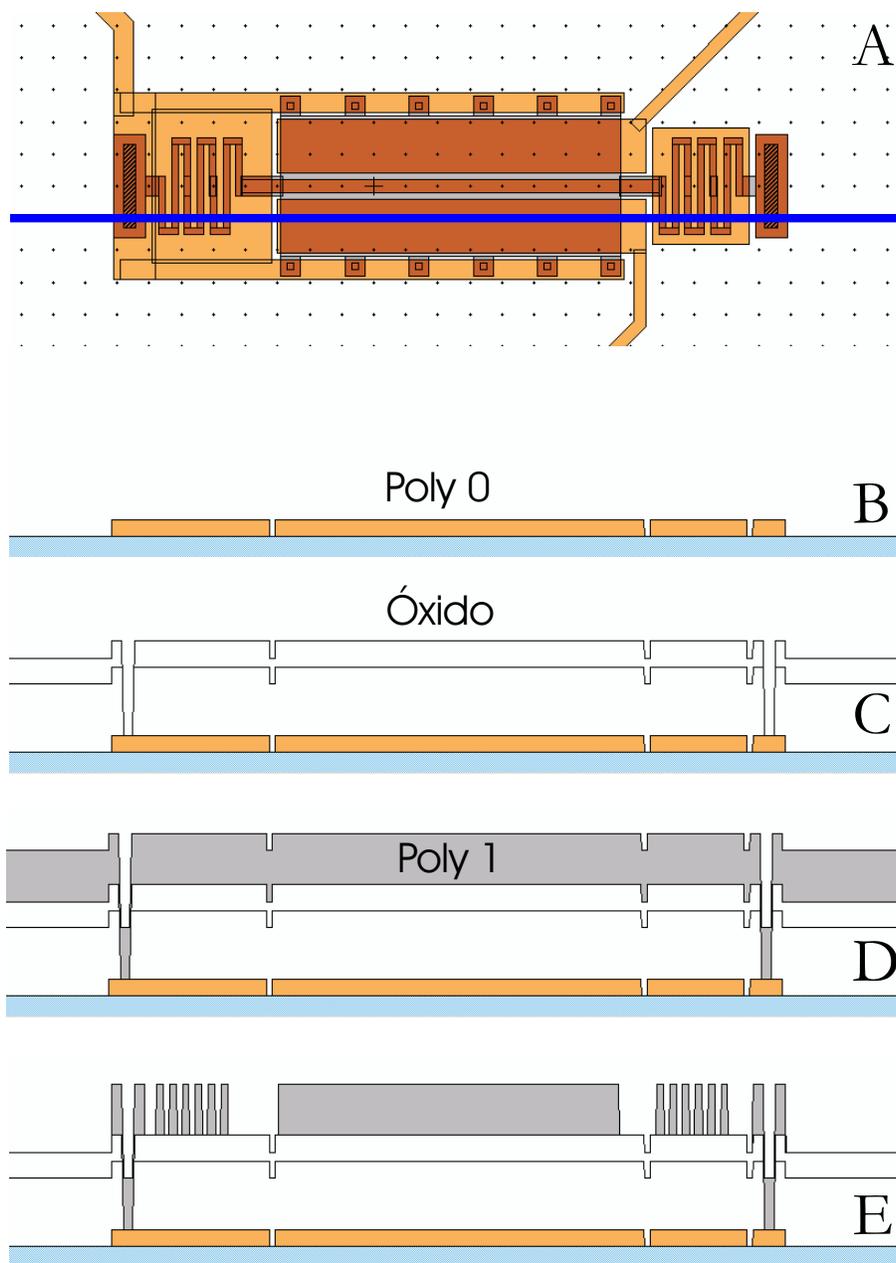


Figura 2.10: Diseño de un micro-oscilador enviado a fabricar a Cronos que cumple con las normas del proceso MUMPS.

Material	Nombre	Espesor [μm]
Nitruro de Silicio	Nitride	0.6
Silicio policristalino	Poly 0	0.5
Óxido	First Oxide	2.0
Silicio policristalino	Poly 1	2.0
Óxido	Second Oxide	0.75
Silicio policristalino	Poly 2	1.5
Metal (Au)	Metal	0.5

Cuadro 2.1: Nombres y espesores de los materiales utilizados en el proceso MUMPS, en el orden de deposición estándar.

En la figura 2.10 se muestra el diseño enviado a MEMSCAP de un μO . La parte *A* es el esquema del MEMS visto desde arriba, y en las partes *B* – *E* se muestran cortes transversales, representado por la línea azul en la primera figura, para diferentes etapas del proceso de fabricación. Se comienza con la deposición sobre Nitruro de Silicio de una capa de Silicio policristalino, Si, llamada *Poly0*. Se realiza una litografía óptica y se remueve material para que sólo quede sobre el nitruro el diseño de color naranja claro mostrado en la parte *A* y *B*, los cuales forman los electrodos de detección, excitación y base del anclaje. Este proceso de litografía y remoción de material se realiza luego de la deposición de cada capa de Si, óxidos y metal. En *C* se deposita una capa de óxido, el cual funciona como material de sacrificio. Luego, en *D* se deposita nuevamente Si, *Poly1*, que formará la paleta, resortes y anclaje. El proceso MUMPS da la posibilidad de fabricar MEMS con hasta 3 capas de Si (2 de ellas móviles) y por último una de metal. Como protección adicional se les adiciona una capa de resina fotosensible. Para que el μO empiece a funcionar como un objeto móvil es necesario limpiarlo y hacerle un *release*, es decir, eliminar el óxido que se encuentra entre la paleta y los electrodos. Los pasos que se siguieron para realizar el *release* son:

- 1) limpiar bien toda la superficie donde se encuentra el μO , colocarlo en acetona por 20 minutos para eliminar la resina fotosensible con la que viene protegido, y luego unos pocos minutos en alcohol isopropílico y agua desionizada, DIH_2O ,
- 2) liberar el μO colocándolo 5 minutos en ácido fluorhídrico al 49%, luego 10 minutos en DIH_2O y 5 minutos en alcohol isopropílico,
- 3) por último evaporar los solventes restantes 15 minutos en una plancha a 110° C.

El último paso hay que hacerlo con mucho cuidado y asegurándose que no quede ningún residuo de alcohol isopropílico. De esta forma el μO quedará bien liberado y despegado de los electrodos.

2.3. Configuración experimental

Las mediciones presentadas en esta tesis fueron realizadas en un criogenerador de ciclo cerrado. Este permite variar la temperatura desde 10 K hasta temperatura ambiente. La muestra se encuentra situada en el espacio libre que queda entre las dos bobinas del iman, como se muestra en la figura 2.11. El máximo campo magnético que generan estas bobinas es de aproximadamente 5 KOe.

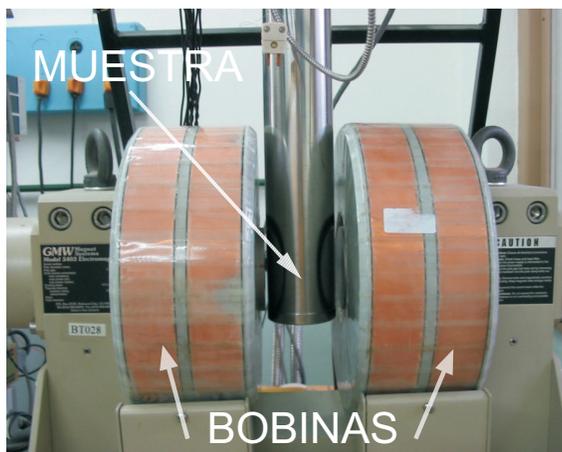


Figura 2.11: Criogenerador de ciclo cerrado. Entre las bobinas se encuentra la muestra (dentro del tubo no magnético).

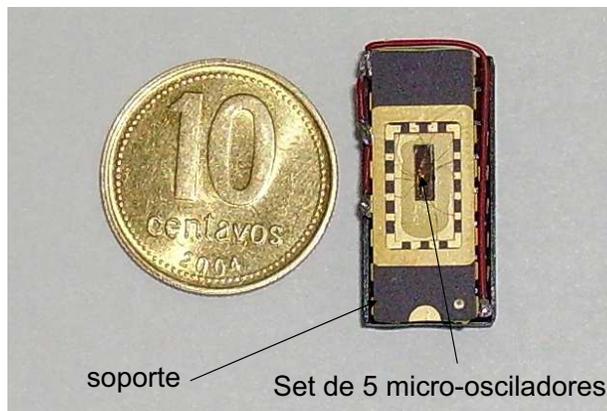


Figura 2.12: Soporte al cual se adhieren las muestras y desde el cual salen las conexiones macroscópicas. Se colocó al lado de una moneda de 10 centavos para visualizar el tamaño del sistema en el que estamos trabajando.

Las bobinas se encuentran sobre un soporte giratorio, de tal manera que el campo magnético puede aplicarse en diferentes ángulos con respecto a la muestra, con una precisión de 1° . Los protocolos de medición se definen y programan utilizando el lenguaje de programación *C*. Todos los equipos que detallaremos a continuación y que fueron utilizados para las mediciones de la presente tesis son controlados desde una computadora a través de una interfase *IEEE* – 488. Estos son:

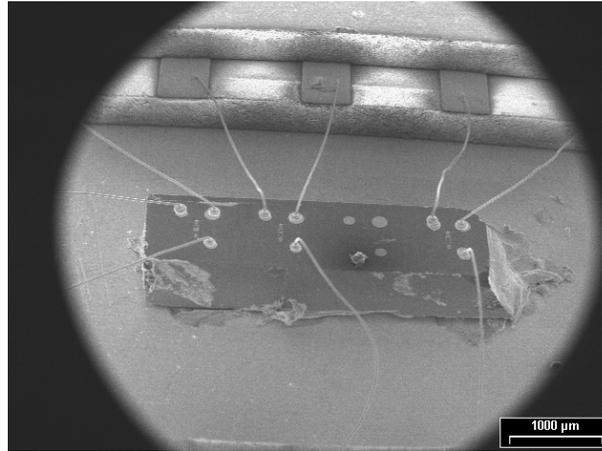


Figura 2.13: Foto obtenida mediante el SEM del soporte y de los micro-osciladores, en la cual pueden observarse las soldaduras de oro desde los diferentes electrodos del oscilador hacia contactos macroscópicos.

- controlador de temperatura *SI Scientific Instrument Inc.* Modelo 9650,
- generador de funciones *Hewlett Packard* Modelo 3324A,
- amplificador *lock-in EG&G* Modelo 5302 con pre-amplificador Modelo 5316A,
- sistema de bobinas *GMW*.

En resumen, las tareas previas que se realizaron antes de empezar a medir en un criogenerador de ciclo cerrado son las siguientes:

- a) liberar al micro-oscilador mediante *release*,
- d) soldar los contactos de los electrodos y la paleta del μO ,
- c) adherir la muestra sobre la paleta con una microgota de Apiezon © N.

La soldadura de los contactos se realiza en dos pasos. Un conjunto de 4 ó 5 μO se adhiere mediante pintura de plata a un soporte que posee 16 contactos macroscópicos como el que se muestra en la figura 2.12, en la que se compara con una moneda de 10 centavos para visualizar el tamaño de nuestro sistema. Desde los electrodos de detección, excitación y tierra hasta estos contactos macroscópicos se realizan contactos de oro, *Au*, mediante un soldador *wire bonding* HYBOND Model 522A. Este equipo es capaz de soldar con hilos de *Au* de 25 – 50 μm de diámetro utilizando un capilar cerámico. Para realizar una buena soldadura es necesario controlar la temperatura de la muestra, la fuerza con la que presiona al *Au* sobre el contacto y el tiempo de ultrasonido. Los contactos de *Au* desde el oscilador hacia los contactos del soporte pueden observarse en la figura 2.13, la cual fue obtenida mediante el SEM. Desde los contactos macroscópicos se sueldan cables de cobre, los cuales realizan la conexión con el equipo de medición.

En el próximo capítulo se presentará el estudio realizado a dos nanotubos de manganita utilizando los micro-osciladores mecánicos. Las ecuaciones (2.6) y (2.7) son indispensables para ello, ya que relacionan las propiedades magnéticas del sistema con la medición de las variaciones de frecuencia de resonancia.

Capítulo 3

Magnetometría de nanotubos individuales de manganita

En este capítulo estudiamos las propiedades magnéticas de dos nanotubos de $La_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$ utilizando micro-osciladores mecánicos de silicio como dispositivo de medición. Debido a que este sistema posee una anisotropía de forma uniaxial, es idóneo para validar las mediciones realizadas con MEMS. Como se verá en el transcurso del capítulo, no sólo se logró cuantificar la gran sensibilidad de los micro-osciladores sino que además se obtuvieron resultados físicos relevantes de los nanotubos de manganita.

Luego de una introducción a los nanotubos de manganita se presenta el comportamiento de dichos nanotubos cuando el campo es aplicado paralelo a su eje de anisotropía. Se encuentra que la magnetización de saturación y la constante de anisotropía de forma poseen una dependencia lineal con temperatura. Por último, mediante mediciones obtenidas en todo el rango de campo magnético y mediante un método numérico se obtiene el ciclo completo de magnetización para un nanotubo aislado. Los datos son comparados con aquellos obtenidos en un polvo de nanotubos y en una muestra masiva o *bulk* (macroscópica) de este material.

3.1. Nanotubos de manganita

Las manganitas son óxidos de manganeso con estructura tipo perovskita. Presentan características muy interesantes tales como transporte eléctrico polarizado en espín, magnetorresistencia colosal (CMR) y efectos de memoria no volátil [32–35]. La propiedad de CMR está asociada a la capacidad de un sistema de cambiar su resistencia eléctrica al aplicar un campo magnético externo. El descubrimiento de este fenómeno en *films* de manganitas [36] fue un gran avance en el campo de la espintrónica. El primer impacto tecnológico de este tipo de materiales fue su uso como electrodos en juntas magnéticas túnel [37], dando relaciones de CMR túnel un orden de magnitud mayores que las obtenidas con electrodos metálicos.

En los últimos años ha surgido un auge en la comunidad científica por el estudio de muestras de tamaño nanoscópico y de baja dimensionalidad, como por ejemplo de nanohilos y nanotubos. Las características más notables y las

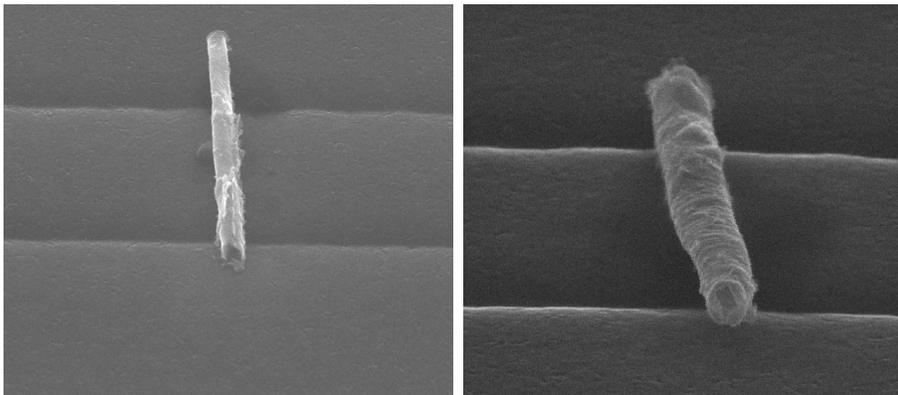


Figura 3.1: Imágenes de los dos nanotubos obtenidas utilizando el microscopio electrónico de barrido.

potenciales aplicaciones de las nanoestructuras tubulares de óxidos complejos han sido comunicadas recientemente [35, 38, 39]. Entre sus posibles y nuevas aplicaciones tecnológicas se encuentran su uso como componentes de futuros dispositivos nanoelectrónicos [10, 11], transductores o sensores de gases [38–40] y como cátodos en celdas de combustible de óxidos sólidos (*solid-oxide fuel cells*, SOFCs) [41]. En particular, los nanotubos metálicos de manganita podrían usarse como una fuente de electrones polarizados en spin [12]. Por otro lado, debido a que en estos materiales coexisten diferentes fases cuya cantidad relativa puede modificarse aplicando fuerzas externas pequeñas [34], es posible emplearlos para almacenar información y construir dispositivos de memoria no volátil [13, 14].

Los nanotubos de manganita que hemos estudiado en esta tesis tienen la composición $La_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$ (LCMO) y presentan un comportamiento ferromagnético [42, 43]. La capacidad de fabricar nanotubos de este material ha sido recientemente demostrada [16, 44]. La descripción exhaustiva y detallada de la síntesis de estas nanoestructuras se puede consultar en la tesis doctoral de A. G. Leyva [45]. A continuación expondremos brevemente este proceso. El método utilizado se denomina de llenado de poros (*pore-filling method*). Se comienza con una solución de nitratos que contenga los cationes necesarios en relación estequiométrica con la perovskita deseada, en nuestro caso $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ y $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$. Se introduce la solución en los poros de una membrana de policarbonato y se la somete a un tratamiento térmico en un horno de microondas comercial donde transcurre el proceso de deshidratación. En este último proceso los nitratos se precipitan sobre las paredes interiores de los poros de la membrana y luego, mediante otro tratamiento térmico, terminan de difundir los cationes. De esta manera se obtiene la estructura granular y tubular de estas manganitas, y se elimina el molde de policarbonato. Los nanotubos utilizados en esta tesis son los que se muestran en la fig. 3.1, los cuales fueron sintetizados en moldes de poros de 1000 nm de diámetro nominal.

Los nanotubos usados en nuestro experimento fueron seleccionados observando una muestra de polvo de estas nanoestructuras usando el SEM [46]. Este proceso

se realizó sobre un sustrato litografiado, el cual posteriormente permitió identificar bajo el microscopio óptico la posición de los nanotubos elegidos¹. Depositamos dos de ellos sobre un micro-oscilador utilizando micromanipuladores y micropipetas, y usando grasa Apiezon © N. La configuración final del sistema se muestra en la figura 3.2. Se puede observar que los nanotubos se encuentran paralelos al ancho de la paleta y por lo tanto perpendiculares al eje de rotación. Como se encuentran separados por una distancia de aproximadamente $40 \mu\text{m}$ la interacción magnética entre ellos puede ser despreciada. De hecho el campo magnético, \vec{B}_d , generado por un dipolo es [24]:

$$\begin{aligned}\vec{B}_d &= \frac{3\hat{r}(\vec{m} \cdot \hat{r}) - \vec{m}}{r^3} \\ &\simeq -\frac{\vec{m}}{r^3},\end{aligned}$$

donde \vec{m} es el momento magnético el cual está orientado a lo largo de su eje de simetría o eje fácil de magnetización, \vec{r} es el vector posición con origen en el centro del nanotubo, y $\hat{r} = \frac{\vec{r}}{r}$ es el vector unidad en la dirección de \vec{r} . El valor aproximado de magnetización de saturación a $T = 0$ es $M_s \simeq 590 \text{ emu/cm}^3$ y el volumen de cada nanotubo es $1.16 \times 10^{-12} \text{ cm}^3$ (estas cantidades serán determinadas en la siguiente sección). Por lo tanto, el campo dipolar magnético a una distancia de $40 \mu\text{m}$ es $B_d \simeq \frac{590 [\text{emu/cm}^3] 1.16 \times 10^{-12} [\text{cm}^3]}{(4 \times 10^{-3} [\text{cm}])^3} = 0.01 \text{ Oe}$. Este valor es un orden de magnitud menor que el campo magnético terrestre ($\simeq 0.25 \text{ Oe}$) y cuatro órdenes de magnitud menor al campo magnético necesario para invertir el sentido de la magnetización de los nanotubos (este campo de inversión de la magnetización es $\simeq 300 \text{ Oe}$, como se mostrará en la subsección 3.4.1).

En las siguientes secciones se detallarán los estudios realizados sobre estos dos nanotubos. Veremos que es posible obtener las propiedades magnéticas individuales de estas nanoestructuras a partir de las variaciones de frecuencia de resonancia del oscilador. Nuestros resultados serán comparados con los obtenidos previamente sobre muestras de polvo que contenían un gran número de nanotubos dispuestos en un patrón desordenado. Es importante destacar que en esos experimentos, se obtiene una respuesta global que no permite determinar las propiedades magnéticas individuales de este tipo de nanotubos.

3.2. Determinación de las propiedades magnéticas del sistema

En esta sección mostraremos la metodología usada para determinar las propiedades magnéticas de los nanotubos a partir de las variaciones de la frecuencia de resonancia del oscilador. Esto se realizará proponiendo una expresión para la energía magnética para el caso particular en el que el campo magnético externo esté orientado a lo largo del eje fácil de anisotropía. En las siguientes secciones estos resultados serán utilizados para analizar los datos obtenidos experimentalmente.

¹El microscopio óptico bajo el cual se los manipula no tiene la resolución necesaria para distinguir el aspecto de cada uno de ellos.

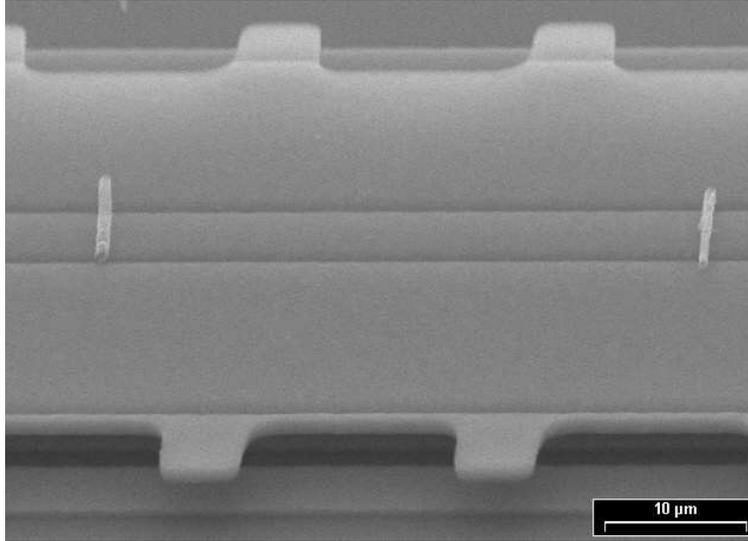


Figura 3.2: Foto obtenida mediante el SEM, de dos nanotubos de manganita adheridos a un micro-oscilador mecánico de silicio. Los ejes principales de los nanotubos son paralelos entre sí y perpendiculares al eje de rotación del micro-oscilador.

Existen distintos tipos de anisotropías magnéticas [47]. Las más comunes son la anisotropía magnetocristalina y la anisotropía de forma. En los nanotubos de manganita la anisotropía predominante es la de forma [48] y se debe al hecho de que estos poseen un único eje sobre el cual se alinea espontáneamente la magnetización efectiva, el eje fácil de magnetización. A continuación se presentan las energías involucradas en un sistema con anisotropía uniaxial.

En general, cualquier material magnetizable tiene asociado un campo desmagnetizante, \vec{H}_d , proporcional a su magnetización, \vec{M} :

$$\vec{H}_d = -N_d \cdot \vec{M}, \quad (3.1)$$

donde N_d es el factor desmagnetizante, el cual depende únicamente de la geometría de la muestra. N_d puede ser calculado analíticamente para un elipsoide de revolución, donde la suma de los factores desmagnetizantes² en las direcciones principales es $N_a + N_b + N_c = 4\pi$. La energía magnetostática o autoenergía asociada a este campo es [47]

$$E_{ms} = -\frac{1}{2} \vec{H}_d \cdot \vec{M}. \quad (3.2)$$

Para un elipsoide alargado con su semieje mayor c y sus semiejes menores $a = b$ (por lo que $N_a = N_b$), en el cual la magnetización forma un ángulo ϕ con respecto al eje c , puede demostrarse que la energía magnetostática es:

$$\begin{aligned} E_{ms} &= -\frac{1}{2} [(M \cos \phi)^2 \cdot N_c + (M \sin \phi)^2 \cdot N_a] \\ &= \frac{1}{2} M^2 N_c + \frac{1}{2} (N_a - N_c) M^2 \sin^2 \phi. \end{aligned} \quad (3.3)$$

²A lo largo de esta tesis hemos usado el sistema de unidades cgs.

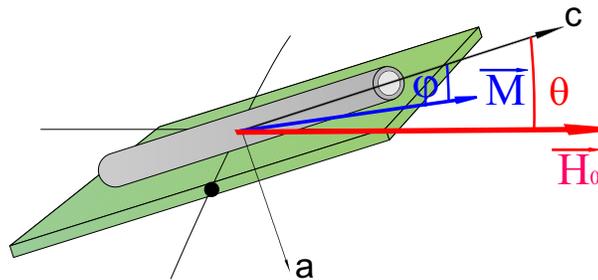


Figura 3.3: Esquema de los ángulos y variables involucradas en el planteo de la energía cuando el campo magnético es paralelo a los ejes de anisotropía de los nanotubos.

Notar que la energía es mínima cuando $\phi = 0$ y máxima para $\phi = \pi/2$. El segundo término de la ec.(3.3) representa la energía de anisotropía uniaxial [47] y puede escribirse como:

$$E_{ms} = K \sin^2 \phi, \quad (3.4)$$

donde

$$K = \frac{1}{2}(N_a - N_c)M^2, \quad (3.5)$$

es la densidad de energía de anisotropía de forma. Independientemente del origen físico de la anisotropía magnética, la energía siempre puede expresarse como en la ec.(3.4) cuando el sistema posee simetría uniaxial. Por último, el término de la energía potencial debido a la presencia de un campo externo, \vec{H}_0 , es:

$$E_p = -\vec{H}_0 \cdot \vec{M}. \quad (3.6)$$

Supongamos entonces que los nanotubos pueden ser modelados como elipsoides de revolución lo cual puede demostrarse que esta es una muy buena aproximación si la relación de aspecto de los nanotubos es muy grande [49]. Bajo esta suposición, la densidad total de energía magnética de nuestro sistema está dada por la suma de las ecs. (3.4) y (3.6). Teniendo en cuenta el esquema de la figura 3.3 obtenemos:

$$\frac{E}{V} = -MH_0 \cos(\theta - \phi) + K \sin^2 \phi \quad (3.7)$$

En la expresión anterior θ y ϕ representan los ángulos entre la dirección de anisotropía con \vec{H}_0 y \vec{M} , respectivamente [47], y V el volumen de la muestra.

En el capítulo 2 sección 2.1 vimos que para relacionar la variación de frecuencia de resonancia del oscilador, $\Delta\nu_r$, con las propiedades magnéticas del sistema bajo estudio, es necesario calcular la segunda derivada de la energía magnética respecto al ángulo de oscilación. De hecho, combinando las ecs. (2.6) y (2.7):

$$k_m = \left. \frac{d^2 E}{d\theta^2} \right|_{\theta=0} \approx 8\pi^2 I\nu_{r,0} \Delta\nu_r. \quad (3.8)$$

A partir de la ec.(3.7) y suponiendo que la magnetización está saturada en un valor M_s , obtenemos:

$$\begin{aligned} \frac{d^2 E}{d\theta^2} = & V \left[-M_s H_0 \sin(\theta - \phi) \frac{d^2 \phi}{d\theta^2} + M_s H_0 \cos(\theta - \phi) \left(1 - \frac{d\phi}{d\theta}\right) + \right. \\ & \left. -2K \cos(2\phi) \left(\frac{d\phi}{d\theta}\right)^2 + K \sin(2\phi) \frac{d^2 \phi}{d\theta^2} \right]. \end{aligned} \quad (3.9)$$

El ángulo de equilibrio de la magnetización de saturación para un dado θ constante, puede determinarse minimizando la energía con respecto a ϕ . Esto se realiza igualando $\frac{\partial E}{\partial \phi}$ a cero:

$$\frac{\partial E}{\partial \phi} = V[-M_s H_0 \sin(\theta - \phi) + 2K \sin \phi \cos \phi] = 0. \quad (3.10)$$

Suponiendo que θ y ϕ son pequeños la ec.(3.10) resulta en:

$$\phi = \frac{M_s H_0}{2K + M_s H_0} \theta. \quad (3.11)$$

Finalmente, a partir de las ecs.(3.8), (3.9) y (3.11), y tomando el límite de $\theta \rightarrow 0$ obtenemos:

$$\frac{1}{\Delta \nu_r} = \frac{4\pi^2 \frac{I}{V} \nu_{r,0}}{K} + \frac{8\pi^2 \frac{I}{V} \nu_{r,0}}{M_s H_0}. \quad (3.12)$$

Analizando con esta expresión los datos experimentales a campos magnéticos suficientemente altos, es posible determinar los valores de la magnetización de saturación y de la constante de anisotropía en función de temperatura. Esto se realizará en la siguiente sección mediante un simple ajuste lineal.

Por otro lado, las propiedades magnéticas de los nanotubos en todo el rango de magnitud del campo magnético aplicado pueden ser obtenidas siguiendo los mismos razonamientos anteriores. Sin embargo, debe tomarse en cuenta que la magnetización ahora es función del campo externo (la magnetización no se encuentra saturada a campos pequeños). Para simplificar los cálculos, escribimos la constante de anisotropía de forma (ec.(3.5)) como $K = \frac{1}{2} N M^2$, donde hemos supuesto que el factor desmagnetizante³ $N = N_a$ y $N_c = 0$. Por lo tanto la energía total del sistema ec.(3.7) es:

$$\frac{E}{V} = -M H_0 \cos(\theta - \phi) + \frac{1}{2} M^2 N \sin^2(\phi) \quad (3.13)$$

En este caso la segunda derivada de la energía con respecto a θ puede escribirse como:

$$\begin{aligned} \frac{1}{V} \frac{d^2 E}{d\theta^2} = & -H_0 \left[\frac{\partial^2 M}{\partial \theta^2} \cos(\theta - \phi) - 2 \frac{\partial M}{\partial \theta} \sin(\theta - \phi) \left(1 - \frac{\partial \phi}{\partial \theta}\right) + \right. \\ & \left. -M \cos(\theta - \phi) \left(1 - \frac{\partial \phi}{\partial \theta}\right)^2 - M \sin(\theta - \phi) \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} \right] + \\ & + \frac{1}{2} N \left[2 \left(\frac{\partial M}{\partial \theta}\right)^2 \sin^2 \phi + 2M \frac{\partial^2 M}{\partial \theta^2} \sin^2 \phi + \right. \\ & \left. + 4M \frac{\partial M}{\partial \theta} \sin 2\phi \frac{\partial \phi}{\partial \theta} + 2M^2 \cos 2\phi \frac{\partial \phi^2}{\partial \theta} + M^2 \sin^2 \phi \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} \right]. \end{aligned} \quad (3.14)$$

³En rigor esta suposición es válida para un hilo de longitud infinita.

Para obtener una expresión simple que relacione las variaciones de frecuencia de resonancia con las propiedades magnéticas de los nanotubos, es necesario realizar una aproximación. A pesar de que la magnetización no se encuentra saturada, supondremos que los cambios en su magnitud en un período de oscilación son suficientemente pequeños como para que siga siendo válida la ec.(3.11). De esta forma la relación entre ϕ y θ puede escribirse como:

$$\phi = \frac{H_0}{MN + H_0}\theta. \quad (3.15)$$

Consideremos ahora que $\frac{\partial M}{\partial \theta} = \frac{\partial M}{\partial H} \frac{\partial H}{\partial \theta}$, donde H es el campo total actuando sobre la muestra, $\vec{H} = \vec{H}_0 + \vec{H}_d = (H_0 \cos \theta)\hat{c} + (H_0 \sin \theta - NM \sin \phi)\hat{a}$, y su módulo es:

$$H = \sqrt{H_0^2 + N^2 M^2 \sin^2 \phi - 2NMH_0 \sin \theta \sin \phi}. \quad (3.16)$$

De esta forma, en el lím $\theta \rightarrow 0$ la primera y segunda derivadas de la magnetización con respecto a θ son:

$$\left. \frac{\partial M}{\partial \theta} \right|_{\theta=0} = 0, \quad (3.17)$$

$$\left. \frac{\partial^2 M}{\partial \theta^2} \right|_{\theta=0} = \left(- \frac{\partial M}{\partial H} \right) \frac{H_0 MN (2H_0 + MN)}{(H_0 + MN)^2}. \quad (3.18)$$

Por lo tanto, a partir de las ecs.(3.8), (3.14), (3.15), (3.17) y (3.18), y considerando nuevamente el límite de $\theta \rightarrow 0$, obtenemos:

$$\Delta\nu_r = \frac{1}{8\pi^2 I\nu_{r,0}} \left[\frac{H_0 M^2 N}{H_0 + MN} + \frac{\frac{\partial M}{\partial H} H_0^2 (M^2 N^2 + 2MNH_0)}{(H_0 + MN)^2} \right]. \quad (3.19)$$

Notar que el primer término del lado derecho de la última expresión se reduce a la expresión (3.12) para campos magnéticos altos (donde $M = M_s$ y $\frac{\partial M}{\partial H} = 0$).

Las propiedades magnéticas del sistema en todo el rango de magnitud de campo magnético, pueden obtenerse utilizando la ec.(3.19). Sin embargo, en este caso el análisis de los datos experimentales debe realizarse numéricamente, como se detallará en la sección 3.4.

3.3. Resultados experimentales y análisis a campos altos

En esta sección realizaremos el análisis de los datos experimentales en el caso de altos campos magnéticos aplicados. Obtendremos las curvas de magnetización de saturación y constante de anisotropía en función de temperatura para dos nanotubos individuales. Finalmente, compararemos estos resultados con lo obtenido en una muestra masiva de este material y con un polvo de nanotubos.

3.3.1. Magnetización de Saturación

Las variaciones en la frecuencia de resonancia del sistema cuando se aplica un campo magnético externo en la dirección del eje fácil de los nanotubos para diferentes temperaturas son mostradas en la figura 3.4. Por otro lado, la ec.(3.12) implica que si graficamos $\frac{1}{\Delta\nu_r}$ en función de $\frac{1}{H_0}$ y ajustamos una función lineal a esos datos entonces, a partir de los valores de la pendiente y de la ordenada al origen pueden obtenerse los valores de M_s y K para cada temperatura. Realizando el ajuste a campos altos en el rango de $\frac{1}{H_0} \rightarrow 0$ obtenemos que:

$$M_s = \frac{8\pi^2 \frac{I}{V} \nu_{r,0}}{B}, \quad (3.20)$$

$$K = \frac{4\pi^2 \frac{I}{V} \nu_{r,0}}{A}, \quad (3.21)$$

donde B y A son la pendiente y la ordenada al origen del fito lineal, respectivamente. Realizamos este proceso a diferentes temperaturas como se muestra en la figura 3.5, y construimos la curva de magnetización de saturación en función de temperatura. En la fig. 3.6 se grafica dicha curva para los dos nanotubos estudiados en este trabajo conjuntamente con la determinada para una muestra *bulk* de este material. El comportamiento del *bulk* presenta una dependencia con temperatura claramente diferente a la de los nanotubos individuales. Esta puede ser explicada teniendo en cuenta la estructura granular de estas nanoestructuras.

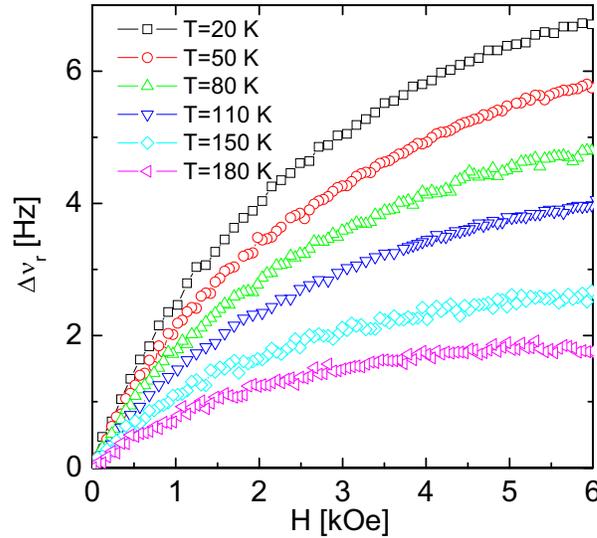


Figura 3.4: Variación de la frecuencia de resonancia en función del campo magnético externo paralelo al eje fácil de los nanotubos, para diferentes temperaturas como se detalla en la figura.

Mediante mediciones de magnetización realizadas en nanopartículas de este material [50] se sabe que la disminución de la magnetización de saturación y el cambio en su dependencia con temperatura se deben a la disminución de sus tamaños. La reducción del tamaño implica un incremento en la relación

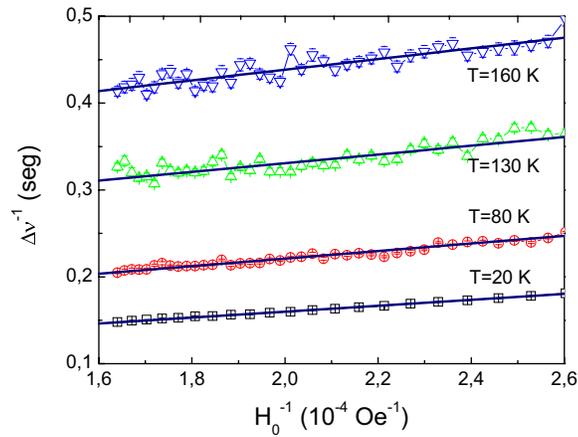


Figura 3.5: Ajuste de la inversa de la variación de frecuencia de resonancia en función de la inversa del campo, a partir del cual se obtienen los valores de magnetización de saturación y constante de anisotropía.

superficie-volumen, lo que aumenta la relevancia de los efectos de superficie al momento de describir el comportamiento físico de las muestras. En la superficie de granos cristalinos la coordinación atómica disminuye y el desorden atómico es mucho más importante que en el *bulk*. En perovskitas basadas en manganeso las propiedades magnéticas resultan de la interacción de muchos fenómenos complejos. El acoplamiento spin-spin ferromagnético de doble intercambio compite con un super-intercambio anti-ferromagnético. Ambos son muy sensibles a la distancia y el ángulo de los enlaces Mn-O-Mn. Esto implica que la magnetización superficial de estos componentes es altamente susceptible a las condiciones de dicha superficie. Usualmente estas variaciones magnéticas en la superficie son explicadas mediante la existencia de una capa magnética muerta (*magnetic dead layer*) [48].

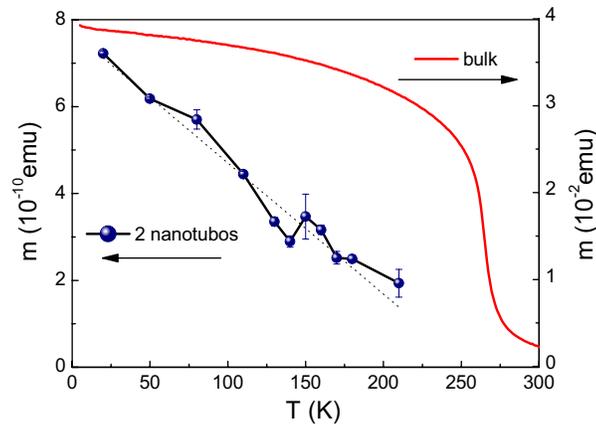


Figura 3.6: Curvas de magnetización de saturación en función de temperatura para nanotubos individuales y para muestras bulk.

La capa muerta es un fenómeno que se conoce hace tiempo y considera que sólo una parte de la muestra está aportando al valor de saturación tal cual lo hace el

bulk [51]. Una imagen simplificada de la capa muerta (ver figura 3.7) es pensar que cada grano que compone al nanotubo posee dos zonas. En la zona interior o corazón magnético (*magnetic core*) las propiedades son las mismas que las del compuesto en estado masivo y por lo tanto logra alcanzar el valor de magnetización de saturación. En cambio, en la zona o capa exterior las propiedades están afectadas por la cercanía al borde del grano. Esta capa está en un estado magnéticamente desordenado debido a la mayor cantidad de defectos cristalinos, vacancias de oxígeno, etc. El espesor de la capa muerta puede calcularse suponiendo por simplicidad que dicha capa tiene magnetización nula. El volumen total de cada grano de radio R es:

$$V = \frac{4}{3}\pi R^3, \quad (3.22)$$

mientras que el volumen, V_m , de la fracción que aporta a la magnetización total es:

$$V_m = \frac{4}{3}\pi r^3, \quad (3.23)$$

donde r es el radio del corazón magnético y puede expresarse como $r = R - d$, donde d es el espesor de la capa muerta. Por otro lado, $V_m = V(r/R)^3 = V(1 - d/R)^3$ y si suponemos un espesor constante de capa muerta puede observarse que el efecto de la superficie es más importante a medida que disminuye el radio de la partícula o grano (aumenta R entonces disminuye V_m).

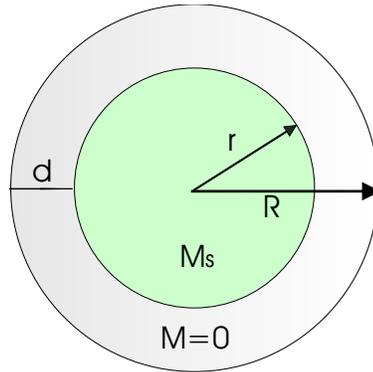


Figura 3.7: Imagen simplificada de la capa muerta, la cual suponemos posee $M = 0$, mientras que la magnetización del carozo llega a su valor de saturación.

La existencia de la capa muerta explica las características de la dependencia en temperatura del magnetismo en superficies. Sin embargo, un análisis más detallado muestra que esta dependencia está fuertemente ligada a las condiciones locales de superficie. En cálculos de campo medio se ha demostrado [52] que la magnetización de superficie tiene una dependencia lineal con temperatura. Mediciones de magnetización de superficie realizadas con *photo-emission* en otras perovskitas de manganeso⁴ [53] muestran esta dependencia lineal con temperatura, en acuerdo con lo obtenido en nuestro experimento. Teniendo en cuenta que nuestros nanotubos

⁴En particular miden la magnetización de superficie de un film de $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ utilizando SPS (spin-resolved photoemission spectroscopy).

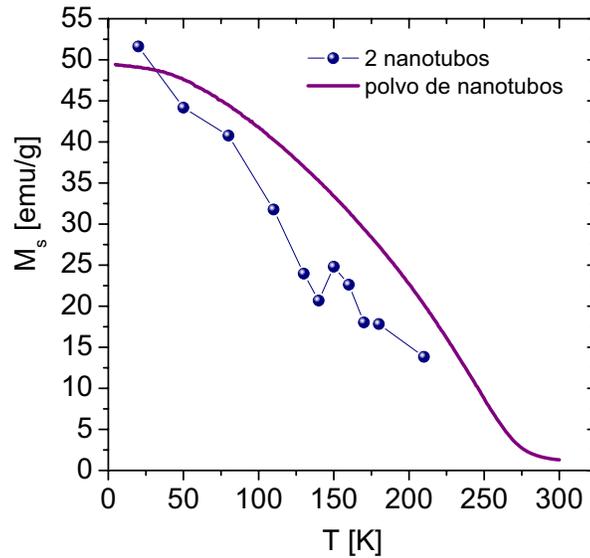


Figura 3.8: Magnetización en función de temperatura para dos nanotubos individuales y para un polvo de ellos.

son construidos a partir de granos de 26 nm de diámetro [54] y que el magnetismo de superficie puede extenderse hasta 2 nm de profundidad, aproximadamente el 50% de los momentos magnéticos están débilmente correlacionados en la superficie y dominan el comportamiento magnético global. Este resultado implica que la dependencia en temperatura de la magnetización de un polvo de nanotubos debe ser similar a la de nanotubos individuales. En la figura 3.8 se muestra esta similitud. El polvo fue medido con un campo aplicado de $H_0 = 5$ T.

Comparación cuantitativa

Para cuantificar y comparar los datos de dos nanotubos con aquellos obtenidos en un polvo de ellos y en una muestra *bulk*, es necesario realizar una estimación del volumen de cada nanotubo. Tomamos como valor de densidad el correspondiente al valor nominal de *bulk* de esta manganita, $\rho = 6.03$ g/cm³ [55]. Las dimensiones tales como longitud (~ 9.3 μ m) y diámetro exterior (~ 700 nm) de cada nanotubo fueron determinadas a partir de imágenes del SEM, mientras que el espesor⁵ de 60 nm es el estimado en ref. [54]. A partir de estos datos podemos aproximar el volumen de ambos nanotubos en 2.32×10^{-12} cm³ y su masa total en aproximadamente 14×10^{-12} g. Este valor de masa está sobreestimado ya que los nanotubos son granulares. El valor del momento de inercia del micro-oscilador calculado utilizando sus dimensiones determinadas en el SEM es de $I = 4 \times 10^{-14}$ g.cm². El momento de inercia de los nanotubos es de $\sim 10^{-18}$ g.cm² y por lo tanto despreciable frente al del oscilador.

Extrapolando la curva M_s vs. T (figura 3.6) a $T = 0$ correspondiente a los dos nanotubos, obtenemos un valor de $M_{s,T=0} = (7.66 \pm 0.35) \times 10^{-10}$ emu \rightarrow (55 ± 5) emu/g. Este valor es levemente mayor al obtenido en un polvo de estos

⁵Recordemos que estos nanotubos son cilindros huecos.

nanotubos (~ 50 emu/g) y menor al valor correspondiente a una muestra *bulk* de este material (98 emu/g) [48]. La diferencia de los valores de $M_{s,T=0}$ obtenidos en nanotubos individuales respecto a lo encontrado en una muestra *bulk*, puede entenderse por la existencia de la capa muerta presente en cada grano que constituye la pared del nanotubo. El espesor de esta capa magnéticamente muerta puede estimarse teniendo en cuenta que la relación entre los dos valores de magnetización de saturación obtenidos en nuestro experimento y en *bulk* ($\frac{55 \text{ emu/g}}{98 \text{ emu/g}} = 0.56$) debe ser igual a la relación que existe entre el corazón magnético y el volumen total del grano. Utilizando las ecuaciones (3.22) y (3.23) y considerando que el radio de cada grano es de $R = (12.5 \pm 4)$ nm [54] el valor estimado es de alrededor de 2.2 nm, en muy buena aproximación al obtenido en ref.[54] a partir de la magnetización de saturación para un polvo de nanotubos orientados al azar (2.3 ± 0.8 nm). Debido a la morfología granular de los nanotubos, el valor del espesor de la capa muerta obtenida a través de nuestras mediciones deben tomarse como un valor límite superior⁶ ya que el volumen sea probablemente menor al calculado y por lo tanto el valor de M_s obtenido sea un límite inferior.

3.3.2. Constante de Anisotropía

Al comienzo de esta subsección explicamos cómo es posible obtener valores de K en función de T (ver ec.(3.21)). Los datos obtenidos se observan en la figura 3.9. La constante de anisotropía disminuye linealmente con T y su valor extrapolado a $T = 0$ es de $K_{T=0} \sim 5.6 \times 10^5$ erg/cm³. En principio, los valores de K obtenidos son consistentes con los correspondientes al de un material ferromagnético con una anisotropía de forma dada por una geometría cilíndrica con $N = 2\pi$ ($K = \frac{1}{2}NM_s^2 = 3 \times 10^5$ erg/cm³).

Hasta aquí hemos logrado obtener con éxito valores de magnetización de saturación y constante de anisotropía. Sin embargo, los datos obtenidos de variación de frecuencia en función de campo abarcan todo el rango posible de este (de 0 a 6000 Oe). Por eso, utilizando todos los datos nos proponemos obtener la curva completa de magnetización de un nanotubo en función de campo aplicado.

3.4. Resultados experimentales y análisis a campos bajos

A continuación se presentarán los datos experimentales para bajos campos magnéticos. Comenzaremos analizando los valores de campo coercitivo y posteriormente obtendremos las curvas de magnetización como función de campo magnético aplicado. Al igual que en la sección anterior se compararán los resultados con lo obtenido en un polvo de nanotubos.

⁶Para calcular la masa de los nanotubos utilizamos la densidad nominal de *bulk* y las dimensiones de las muestras medidas utilizando el SEM.

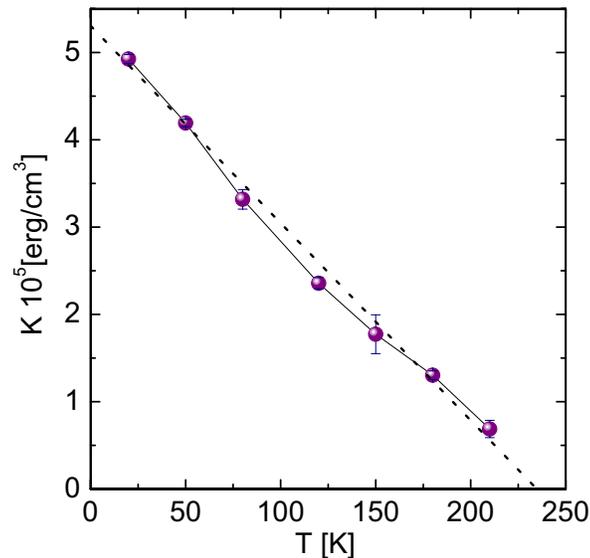


Figura 3.9: Constante de anisotropía de forma en función de temperatura.

3.4.1. Campo coercitivo

El campo coercitivo de un material, H_C es el campo necesario para invertir el sentido de la magnetización, \vec{M} . En la figura 3.10, se muestra el comportamiento a bajos campos magnéticos del ciclo a 14 K. Un ciclo es una medición a temperatura constante de la magnetización en función de campo aplicado. En general se llega a la temperatura deseada sin campo aplicado y una vez estabilizada se aplican campos hasta el máximo posible o requerido. Luego se disminuye el campo hasta cero y se invierte su dirección, donde el ciclo comienza nuevamente para campos negativos. En nuestro caso, el ciclo comienza desde $H_0 = 0$ y aumentamos su valor hasta 6000 Oe donde $\Delta\nu_r$ se aproxima a su valor de saturación. En la figura 3.4 se observa como disminuye la pendiente de $\Delta\nu_r$ en función del campo para altos valores de este. Esta parte de la curva, conocida como la curva virgen, presenta siempre $\Delta\nu_r > 0$. M y H_0 son ambos positivos, y la respuesta magnética se debe a que M quiere alinearse con H_0 , ejerciendo así un torque restitutivo extra al sistema. Si partimos desde la saturación y bajamos el campo hasta $H_0 = 0$ (curva azul) la respuesta sigue siendo positiva debido a que no se ha modificado el signo de ambas variables. En cambio, cuando pasamos por campo cero para ir a bajos valores de campos negativos la respuesta se hace negativa. Cuando $H_0 = 0$ la respuesta siempre es cero porque no aparece ningún torque extra, pero esto no significa necesariamente que $M = 0$. En el proceso de disminuir H_0 desde la saturación hasta cero, los nanotubos retienen una magnetización remanente positiva M_r . Esta magnetización se invierte y apunta en el mismo sentido del campo cuando este es igual o mayor a H_C . Mientras tanto ellos son antiparalelos y producen un torque no restitutivo. El loop de M vs. H_0 es simétrico y presenta una curva tipo mariposa (ver inset de la figura 3.10).

Si la muestra es un elipsoide (magnetización uniforme) y se aplica un campo magnético paralelo a su eje fácil de anisotropía, el valor de campo coercitivo

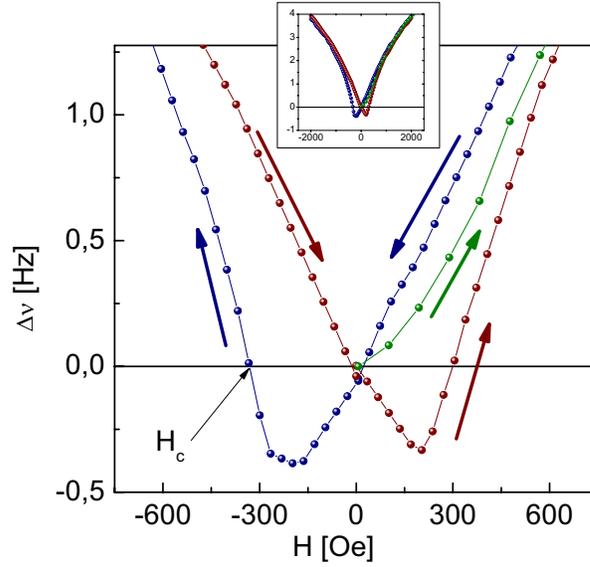


Figura 3.10: Ampliación del ciclo de variación de frecuencia de resonancia en función de campo magnético aplicado, para bajos valores de campo y a $T = 14$ K. En el inset se observa el ciclo completo hasta campos ≈ 2 KOe.

puede calcularse analíticamente. Consideremos que la energía de este sistema puede escribirse como $E = K \sin^2 \phi - MH_0 \cos(\theta - \phi)$ (ver figura 3.3). La posición de equilibrio de M_s tiene dos soluciones para $\theta = 0$: $\phi = 0, \pi/2$. Como se observa en la figura 3.11, bajando campo desde valores altos positivos, la solución $\phi = 0$ (magnetización paralela al campo) se mantiene siempre y cuando se cumpla $H_0 > -\frac{2K}{M_s}$. Análogamente, desde campos altos negativos la solución $\phi = \pi$ se mantiene si $H_0 < \frac{2K}{M_s}$. El ciclo de histéresis obtenido es cuadrado con valores de campo coercitivo $H_C = \pm \frac{2K}{M_s}$. Al bajar el campo desde la saturación, la magnetización permanece constante incluso a campo nulo. La M_s cambia de signo y se alinea con el campo cuando este llega al valor del coercitivo.

Utilizando la última expresión de H_C y los valores obtenidos de constante de anisotropía y magnetización de saturación para nanotubos individuales, el campo coercitivo calculado es $H_C = \frac{2K}{M_s} \approx 3300$ Oe. Los valores experimentales de H_C obtenidos para los 2 nanotubos desacoplados son un orden de magnitud más pequeños $H_C \approx 350$ Oe. Esta disminución de H_C también se observa en un polvo de nanotubos y se puede explicar a partir de la estructura granular que ellos poseen. Debido a la presencia de la capa muerta los granos interaccionan débilmente entre sí generando modos colectivos que favorecen la inversión de la magnetización, tales como *fanning*⁷ o *bucles* [48]. En ausencia de campo magnético los momentos magnéticos de cada grano se ordenan en alguna de estas configuraciones disminuyendo la energía de barrera involucrada en el proceso de inversión de la magnetización. Esta característica estructural de los nanotubos facilita energéticamente la manipulación de su magnetización, por lo que el campo magnético necesario para invertirla disminuye.

⁷Configuración tipo *zig-zag* de los momentos magnéticos.

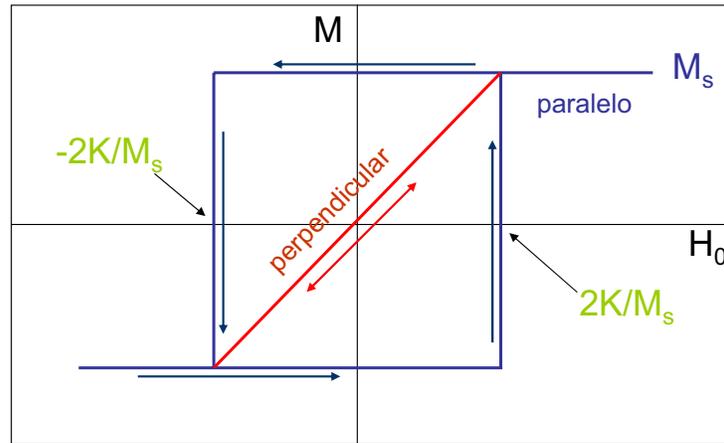


Figura 3.11: Ciclos de histéresis calculados para un elipsoide con magnetización de saturación M_s , cuando el campo se aplica paralelo al eje fácil de magnetización (curva azul) y cuando es perpendicular a él (curva roja).

3.4.2. Ciclo de histéresis

Como se detalló en la sección 3.2, las propiedades magnéticas para todo el rango de campo magnético aplicado pueden obtenerse resolviendo numéricamente la expresión (3.19). En líneas generales el algoritmo usado fue el siguiente. Para p puntos experimentales consecutivos (pares $\Delta\nu_r-H_0$) realizamos un ajuste con mínimos cuadrados de la expresión (3.19) tomando como parámetros de ajuste la magnetización M y su derivada $\frac{\partial M}{\partial H}$. Este valor de magnetización es asociado al valor promedio de H_0 para estos p puntos. Repitiendo este proceso para todos los conjuntos de p puntos posibles, se obtiene un ciclo completo de M vs. H_0 , como el que se muestra en la figura 3.12.

En esta figura se muestra el resultado para mediciones realizadas a 14 K y se las compara con mediciones obtenidas para un polvo de nanotubos (1.84 mg) realizadas en un magnetómetro SQUID a la misma temperatura. Puede observarse una muy buena correlación entre ambas mediciones (salvo por supuesto el orden de magnitud). En el caso de un polvo de nanotubos orientados al azar la medición presenta una curva tipo S , como era de esperarse, producida por la distribución aleatoria de ejes de anisotropía en el sistema. En cambio, en dos nanotubos aislados, las mediciones son más abruptas debido a una única orientación del eje fácil de anisotropía. Cualitativamente este resultado puede interpretarse considerando la respuesta magnética de un elipsoide de revolución. En la subsección 3.4.1 se calculó el valor del campo coercitivo en el caso en que el campo externo es aplicado paralelo al eje fácil, donde la magnetización presenta un ciclo de histéresis cuadrado. Cuando el campo es aplicado perpendicular a dicho eje el campo coercitivo es cero y el ciclo es reversible, como se muestra en la figura 3.11. En este caso donde $\theta = \frac{\pi}{2}$ la magnetización es $M = \frac{M_s^2 H_0}{2K}$ si $|H_0| < \frac{2K}{M_s}$ y $M = M_s$ si $|H_0| > \frac{2K}{M_s}$. Si el sistema posee entidades con ejes de anisotropía distribuidos al azar, el ciclo de histéresis será una combinación de los casos particulares de campo aplicado paralelo

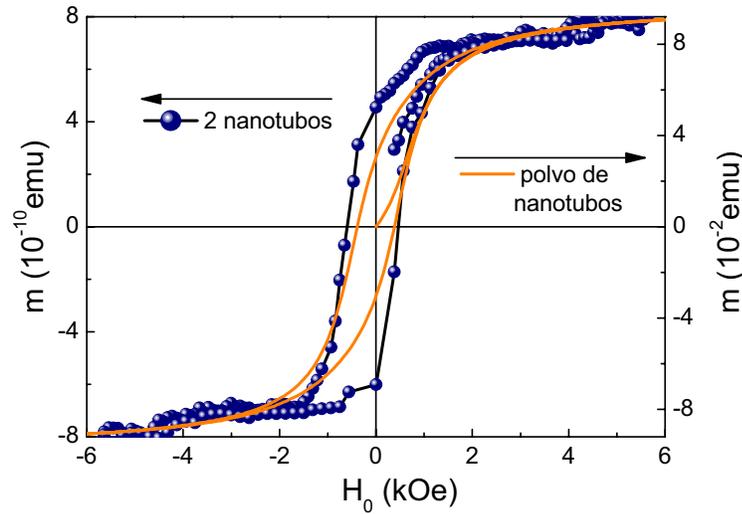


Figura 3.12: Ciclos completos de magnetización en función de campo magnético para nuestros nanotubos individuales y de un polvo de ellos.

y perpendicular al eje fácil. Debido a que los dos nanotubos no poseen sus ejes fáciles distribuidos al azar como en el polvo, el ciclo de magnetización es más abrupto.

3.5. Campo magnético perpendicular al eje fácil

En esta sección presentamos la respuesta del micro-oscilador cuando el campo es aplicado perpendicular al eje fácil de los nanotubos. Se realiza un análisis cualitativo del comportamiento encontrado, ya que para desarrollar el análisis cuantitativo es necesario hacer mediciones a campos mucho más altos que los disponibles en nuestro equipo.

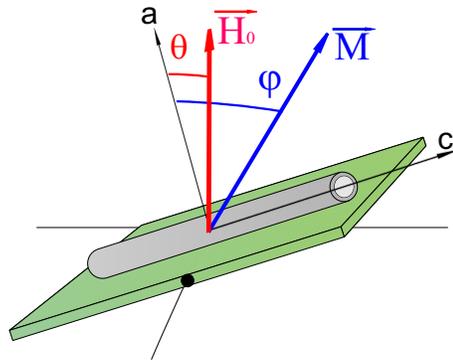


Figura 3.13: Esquema de las magnitudes relevantes del problema cuando el campo magnético es perpendicular a los ejes fáciles de magnetización de los nanotubos.

El sistema se esquematiza en la figura 3.13. La energía potencial desplaza a la magnetización en dirección del campo externo, mientras que la energía magnetostática en dirección paralela al eje fácil. Por lo que, a diferencia del caso

anterior, el ángulo ϕ no siempre es pequeño, y estará determinado por la competencia entre estas dos energías. La energía total del sistema es:

$$\frac{E}{V} = -MH_0 \cos(\phi - \theta) + K \sin^2\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right).$$

Las mediciones $\Delta\nu_r$ vs. H_0 realizadas a diferentes temperaturas se muestran en la figura 3.14. A bajos valores de campo magnético la curva presenta un comportamiento cuadrático. En este rango de campos la energía de anisotropía domina sobre la interacción magnética (la magnetización se orienta sobre el eje fácil de magnetización). Al aumentar campo la interacción magnética se hace más importante, dando lugar a valores intermedios de ϕ , entre 0 y $\pi/2$. Cualitativamente, el signo negativo de k_m está en acuerdo con el torque no restitutivo producido por la interacción entre M y H_0 , que tiende a separar la paleta de su posición de equilibrio, independientemente de la magnitud del campo aplicado. Se observa un cambio brusco de comportamiento en la región cercana a H_e , donde suponemos que la energía magnética empieza a ser más importante que la de anisotropía.

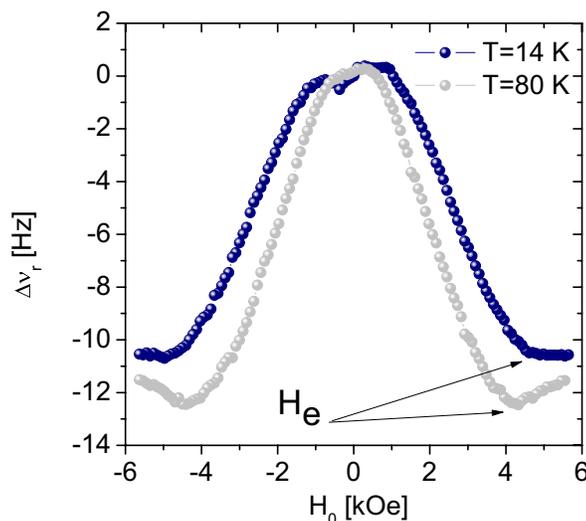


Figura 3.14: Variación de la frecuencia de resonancia en función del campo para dos temperaturas (detalladas en la figura).

Para desarrollar un análisis cuantitativo y cualitativo más profundo es necesario realizar mediciones a campos más altos, donde la magnetización alcance su valor de saturación. Este estudio también validará los resultados obtenidos previamente. El rango de campo magnético disponible en el imán del criogenerador es de 6 kOe. Este equipo no es el adecuado para enfrentar dichas mediciones. En el laboratorio, el doctorando Mg. Darío Antonio adecuó un equipo y realizó estas mediciones con campo magnéticos hasta 4 T. Los datos obtenidos se encuentran en proceso de análisis.

3.6. Conclusiones

La utilización de micro-osciladores mecánicos de silicio como magnetómetros de alta sensibilidad ha sido indispensable para la medición de dos nanotubos individuales de manganita [56]. Gracias al alto factor de calidad de estos osciladores pudimos obtener una sensibilidad mejor a 10^{-10} emu y ciclos de magnetización de los dos nanotubos de LCMO que poseen una masa de sólo 14 pg. El ciclo de histéresis es más cuadrado que el correspondiente a un polvo de ellos (curva tipo S) a la misma temperatura. Esto se debe a que en nuestro caso el eje fácil se encuentra paralelo al campo magnético externo, a diferencia del caso de un polvo de nanotubos en el cual los ejes de anisotropía están distribuidos al azar. Los valores de magnetización y su dependencia con temperatura indican que la alineación ferromagnética de los momentos magnéticos son afectados por la superficie de los granos que forman los nanotubos. Debido a la presencia de una capa muerta en la superficie de cada grano, el acoplamiento de spin entre ellos se reduce con respecto al producido entre los carozos. El valor de la capa muerta obtenido es de ~ 2.3 nm, en acuerdo con lo obtenido en ref.[48] para un polvo. Este valor debe tomarse como la cota máxima posible, ya que como estas muestras son granulares el volumen considerado está sobreestimado.

Los valores calculados de campos coercitivos (utilizando los valores de magnetización de saturación y constante de anisotropía experimentales) son un orden de magnitud mayor a los obtenidos experimentalmente. Este resultado sugiere la existencia de procesos de inversión de la magnetización que pueden superar la barrera de energía dada por su constante de anisotropía. El valor de K obtenido es consistente con el calculado para una muestra de geometría tubular. Por otro lado, en ref.[48], se concluye que la anisotropía de forma de estos nanotubos es un orden de magnitud menor a la que presenta cada grano que constituye el nanotubo, siendo estas últimas las que presentan las interacciones dominantes. A pesar de que nuestro valor de K coincide con el valor obtenido para la constante de anisotropía de cada grano en ref.[48], mediante nuestro experimento no es posible dilucidar si la constante de anisotropía medida se debe a la geometría tubular del nanotubo o a los granos que lo componen.

La respuesta obtenida con campo magnético aplicado perpendicular al eje fácil de magnetización, es muy diferente al caso paralelo. Esto se debe a que la dirección de la magnetización depende de cual es la energía dominante para un campo aplicado. Si el término de energía que domina es el de anisotropía de forma entonces M se encontrará en una dirección cercana al eje fácil. Caso contrario, paralela al campo. El análisis cuantitativo de este caso implica mediciones a valores de campo mucho más altos que los disponibles con nuestro equipo.

Parte II

Capítulo 4

Introducción a la Superconductividad

Macroscópicamente, los superconductores se caracterizan por no ofrecer resistencia al paso de una corriente eléctrica y por expulsar de su interior el flujo magnético. El fenómeno que implica transporte sin disipación fue descubierto por primera vez en 1911 por H. Kamerlingh Onnes [57] en Leiden, quien descubrió que la resistencia eléctrica del mercurio caía a cero abruptamente por debajo de 4.2K. Durante las siguientes décadas se encontró la misma propiedad en un gran número de metales (que luego se llamaron superconductores, como el estaño, plomo, niobio, etc.) pero al contrario de lo que se esperaba intuitivamente, no se encontró dicha propiedad en los mejores conductores (como metales nobles y alcalinos). Por otro lado, el fenómeno relacionado con la expulsión de campo magnético del interior del material fue descubierto en 1933 por Meissner [58]. Este efecto es el que distingue a un superconductor de un conductor perfecto y es la prueba de que el estado superconductor es un estado termodinámico. Mientras que el conductor perfecto (con resistencia eléctrica nula) induce corrientes que se oponen al cambio de flujo magnético, el superconductor induce corrientes para expulsar al campo magnético de su interior.

De estos y otros datos experimentales se deduce que el estado superconductor es un estado cuántico macroscópico de algunos materiales, que aparece en cierto rango de temperaturas y campos. Este estado está definido por el parámetro de orden del sistema, $\Psi(r)$. En el caso de los superconductores tipo BCS (los cuales responden a la teoría propuesta por Bardeen, Cooper y Schrieffer), los electrones experimentan una atracción efectiva mediada por las vibraciones de la red, generando pares de electrones conocidos como pares de Cooper.

La expulsión de la inducción magnética, B , del material puede ser total o parcial. El caso de la expulsión total lo presentan los superconductores tipo I cuyo diagrama de fases H vs. T es como el que se esquematiza en la figura 4.1. En este caso sólo se aprecian dos fases separadas por una transición de segundo orden a campo nulo, y de primer orden al campo crítico $H_c \neq 0$ (ya que se produce un cambio discontinuo en el estado termodinámico del sistema y tiene asociado un calor latente). Teniendo en cuenta las ecuaciones electrodinámicas de Maxwell [24], se encuentra que esta

fase está descrita por:

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi\vec{M} = 0 \quad (4.1)$$

$$\vec{M} = -\vec{H}/4\pi$$

$$\chi = -1/4\pi$$

Donde H es el campo aplicado y M la magnetización. Las propiedades magnéticas de esta fase superconductor (conductividad perfecta y diamagnetismo perfecto) fueron descritas por F. y H. London [59], quienes propusieron las siguientes dos ecuaciones que gobiernan los campos microscópicos eléctricos y magnéticos:

$$\vec{E} = \frac{m}{n_s q^2} \frac{\partial \vec{J}_s}{\partial t} \quad (4.2)$$

$$\nabla \times \vec{J}_s = \frac{n_s q^2}{mc} \vec{h} \quad (4.3)$$

donde \vec{E} es el campo eléctrico microscópico, \vec{h} el campo magnético microscópico, \vec{J} la densidad de corriente superconductor, n_s la densidad de partículas en el estado superconductor, q y m la carga y masa de un par de electrones y c la velocidad de la luz. La ec.(4.2) describe la conductividad perfecta. Cualquier campo eléctrico acelera a los electrones superconductores, a diferencia de un metal normal en el cual el campo eléctrico sólo mantiene la velocidad constante de los electrones. La ec.(4.3) combinada con la ecuación de Maxwell $\vec{h} = 4\pi\vec{J}/c$ conduce a:

$$\nabla^2 \vec{h} = \frac{\vec{h}}{\lambda^2} \quad \text{Ec. London} \quad (4.4)$$

lo que implica que el campo magnético es apantallado y decae exponencialmente desde la superficie de la muestra con una longitud de penetración $\lambda = \sqrt{\frac{mc^2}{4\pi q^2 n_s}}$. Esta es la distancia típica en la cual decaen las corrientes superconductoras, es decir, la distancia en que varía el campo dentro del material. Las ecuaciones de London no consideran las variaciones espaciales de la densidad de electrones superconductores, ni tampoco la posibilidad de destruir la superconductividad por corriente o campo magnético. Sólo son válidas en el límite donde las corrientes y los campos magnéticos son débiles y varían suavemente en el espacio.

En algunos superconductores, la energía del sistema disminuye al dejar pasar algunas líneas de flujo a través del material (estado mixto). Este estado es característico de los superconductores tipo II, los cuales poseen un diagrama de fase como el que se muestra en la figura 4.2. Por debajo de un campo crítico H_{c1} , este superconductor tiene una fase Meissner, donde todo el campo es expulsado de su interior. Mientras que por encima de H_{c1} el material es atravesado por líneas de flujo o vórtices, que son lazos de corrientes superconductoras que circulan alrededor de un carozo de material normal y poseen un cuanto de flujo magnético, $\Phi_0 = \frac{hc}{2e} \simeq 2 \times 10^{-7} \text{ Gcm}^2$. La interacción entre vórtices es repulsiva, por lo que estos se ordenan formando un arreglo triangular conocido como red de Abrikosov

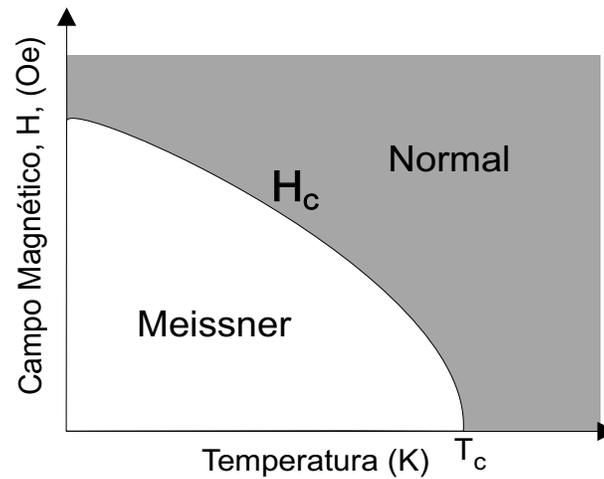


Figura 4.1: Diagrama de fases campo magnético vs. temperatura de superconductores tipo I, donde se observan la fase normal y superconductor (estado Meissner).

que minimiza la energía libre. Esta red puede observarse en la foto de la figura 4.3, la cual fue obtenida mediante la técnica de decoración de vórtices que será introducida en el próximo capítulo. En el campo crítico H_{c2} , el material recupera mediante una transición de segundo orden su estado normal metálico. Al atravesar dicho campo los carozos de los vórtices se tocan y el campo penetra en toda la muestra.

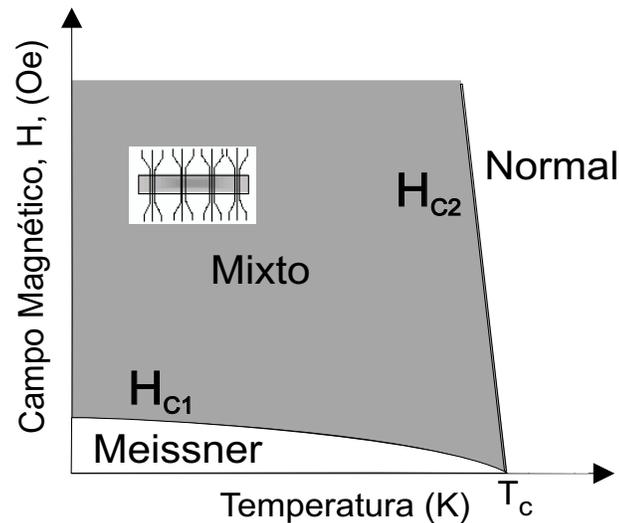


Figura 4.2: Diagrama de fases campo magnético vs. temperatura pictórico de superconductores tipo II.

La teoría fenomenológica de Ginzburg-Landau [60] resuelve las limitaciones de la teoría de London. Los autores de esta teoría propusieron un desarrollo en serie de la energía libre en función de un parámetro de orden complejo $\Psi(r)$, la función de onda para todos los electrones. Su significado físico es tal que representa la densidad de electrones en el material $n_s = |\Psi(r)|^2$. La variación espacial de la densidad de electrones superconductores la introdujeron incluyendo en su desarrollo en serie,

términos en el gradiente del parámetro de orden. Esta teoría introduce una nueva longitud característica, la longitud de coherencia ξ , que es la distancia típica en la cual se recupera el módulo del parámetro de orden, $\Psi(r)$, cuando se destruye la superconductividad en un punto. Por lo tanto ξ es el diámetro característico de los vórtices. Las dos longitudes características λ y ξ se esquematizan en la figura 4.4. Las longitudes características dependen de temperatura de la forma $\lambda(T) = \lambda(0)/(1-t^4)^{1/2}$ (ecuación empírica del modelo de dos fluidos) y $\xi(T) = \xi(0)/(1-t)^{1/2}$, donde $t = T/T_c$ es la temperatura reducida y T_c la temperatura crítica. Mientras que los campos críticos están dados por $H_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda(T)^2} \ln\left(\frac{\lambda(T)}{\xi(T)}\right)$ y $H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi(T)^2}$ [61].

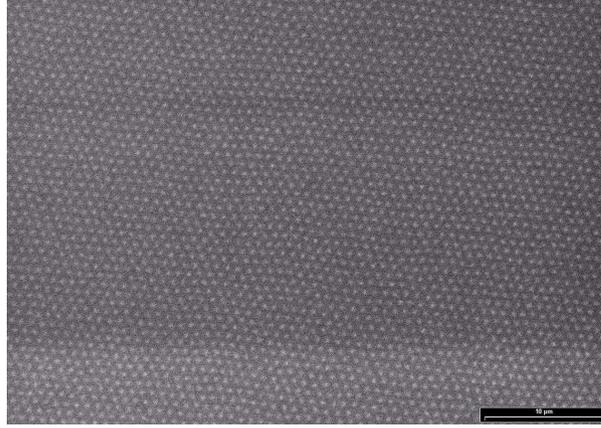


Figura 4.3: Foto de un monocristal de BSCCO al que se le realizó la técnica de decoración de Bitter. Los puntos claros representan la posición de los vórtices. Este monocristal pertenece a la misma familia de aquellos a partir de los cuales se fabricaron los discos superconductores mesoscópicos (ver capítulo 5).

El tipo de superconductividad (I o II) está definido por el parámetro $\kappa = \frac{\lambda}{\xi}$, asociado a una energía de interfase material superconductor-normal. Si $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ esta energía es positiva y por lo tanto el sistema evita formar interfases de este tipo, y el material es siempre superconductor o normal (Tipo I). Si $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ esta energía es negativa, y al sistema le conviene formar zonas normales (carozos de los vórtices) separadas por zonas superconductoras (Tipo II).

Los superconductores no siempre cumplen estrictamente la condición de resistencia nula. En el caso de los tipo II, cuando el material posee una inducción magnética \vec{B} y se aplica una densidad de corriente eléctrica externa \vec{J}_e los vórtices sufren una fuerza tipo Lorentz dada por $\vec{F}_L = \vec{J}_e \times \vec{B}$. El movimiento de los vórtices produce un voltaje en la dirección de la corriente y por lo tanto el material adquiere una resistividad finita. Los centros de anclaje (defectos) ejercen una fuerza \vec{F}_p opuesta al movimiento de la red de vórtices, por lo que ésta quedará inmóvil hasta que la corriente supere un cierto valor crítico J_c . El valor de esta corriente crítica es $J_c = F_p/B$. El sistema disminuye su energía ubicando a los vórtices en los defectos, ya que el costo en la energía de condensación es menor comparada con una zona

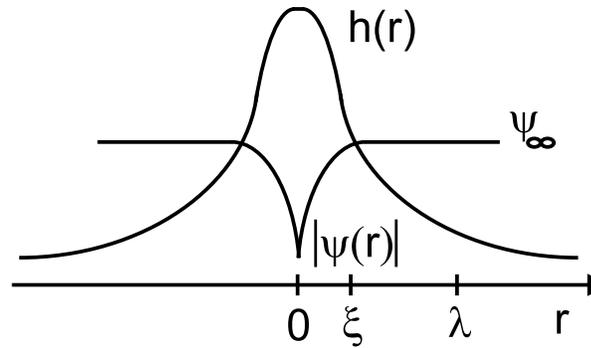


Figura 4.4: Esquema de la estructura de un vórtice donde se distinguen las longitudes características.

libre de defectos¹ por lo que funcionan como centros de anclaje.

Los superconductores que poseen más relevancia debido a sus posibles aplicaciones tecnológicas son los del tipo II. Esto se debe a que en general estas aplicaciones tecnológicas están relacionadas con la circulación de corrientes sin disipación y altos campos magnéticos. A estos superconductores podemos dividirlos en dos clases dependiendo de la temperatura a la cual pasan de un estado normal a uno superconductor, su temperatura crítica T_c . En general, los superconductores de baja temperatura crítica o convencionales poseen $T_c \leq 20$ K. Mientras que en los de alta temperatura crítica esta temperatura puede llegar a ser del orden de los 100 K.

4.1. Superconductores de alta temperatura crítica, SAT

Descubiertos en 1986 por Bednorz y Müller [1], los superconductores de alta temperatura crítica (SAT) tienen un valor de $\kappa \gg 1$. Esto implica que son extremadamente del tipo II y por lo tanto gran parte de su diagrama de fases es ocupado por el estado mixto. Dentro de los SAT, el $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ (BSCCO) es uno de los más anisotrópicos. Este posee una estructura laminar en la cual planos superconductores de CuO_2 y planos aislantes (los cuales funcionan como reservorios de carga) se encuentran intercalados como se puede observar en el esquema de la figura 4.5. En estos materiales los vórtices no son objetos rectilíneos continuos sino que están compuestos por vórtices panqueques [62] ubicados en los planos superconductores que se acoplan entre sí mediante vórtices *Josephson* e interacciones magnéticas [63–66]. En la figura 4.6 se esquematiza estos dos tipos de vórtices mencionados. Los primeros consisten en un núcleo central donde $|\Psi| = 0$ rodeado por corrientes superconductoras localizadas en los planos superconductores. En cambio, los vórtices Josephson son lazos de corrientes no disipativas entre dichos planos. Estas corrientes son generadas por desplazamientos relativos entre vórtices panqueques de planos consecutivos respecto de su posición de equilibrio.

¹Básicamente porque no tiene que destruir la superconductividad en ese punto.

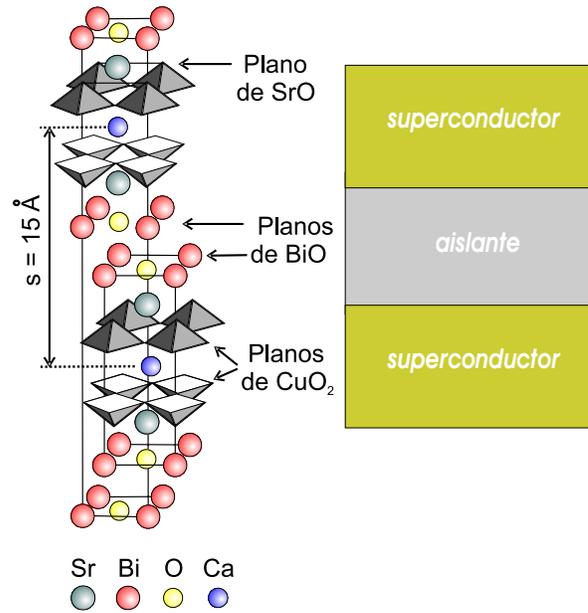


Figura 4.5: Composición del superconductor BSCCO.

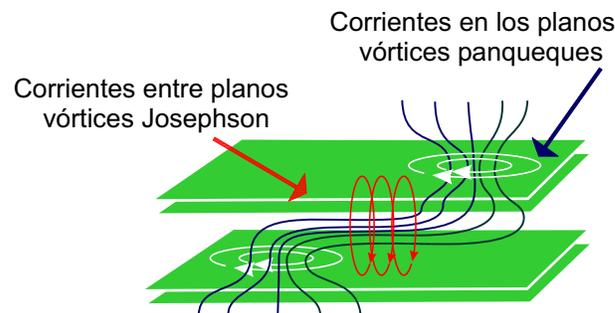


Figura 4.6: Diferentes clases de vórtices presentes en el superconductor BSCCO.

Los SAT presentan una gran variedad y riqueza en fases de vórtices debido a la presencia de cuatro escalas de energías:

- energía de interacción entre vórtices, que favorece la formación de la red cristalina de Abrikosov,
- energía de acoplamiento entre vórtices panqueques de diferentes planos superconductores, que determina la dimensionalidad del vórtice (línea tridimensional o panqueques cuasibidimensionales),
- energía de anclaje, debido a la presencia de defectos² distribuidos al azar que favorecen la formación de un sólido desordenado,
- energía térmica, que favorece la formación de la fase líquida de vórtices.

²Estos defectos pueden ser intrínsecos del material o generados artificialmente con el fin de aumentar la corriente crítica del material.

A continuación introduciremos cómo afecta cada una de estas energías al sistema de vórtices y luego presentaremos el respectivo diagrama de fases campo vs. temperatura para el BSCCO.

4.1.1. Interacción entre vórtices

La energía de interacción repulsiva entre dos vórtices por unidad de longitud está dada por $E_i = \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2\lambda^2} K_0(r/\lambda)$ [61], donde r es la distancia entre los vórtices y K_0 es la función de Hankel. Esta función disminuye exponencialmente a grandes distancias ($e^{-r/\lambda}$) y logarímicamente a distancias cortas ($\ln(r/\lambda)$).

4.1.2. Anisotropía

En los SAT, la anisotropía juega un rol fundamental en las propiedades superconductoras de estos materiales. Como vimos anteriormente el BSCCO es muy anisotrópico y los vórtices no son objetos rectilíneos, sino más bien, apilamientos de vórtices cuasibidimensionales en los planos superconductores acoplados entre planos por vórtices Josephson y/o acoplamiento electromagnético (ambos tienden a mantener al vórtice alineado en la dirección del campo). Si la anisotropía es baja el superconductor puede describirse mediante la teoría anisotrópica de Ginzburg-Landau [60] donde el parámetro de orden varía en forma continua en la dirección perpendicular a los planos superconductores. Como el BSCCO es áltamente anisotrópico y su longitud de coherencia en la dirección perpendicular a los planos superconductores es menor que el espaciado entre planos, la naturaleza de los vórtices no es continua [67], y por lo tanto debe ser descrito por el modelo discretizado de Lawrence-Doniach [68]. En este modelo el parámetro de orden es nulo entre láminas y las interacciones entre planos se describen por medio del acoplamiento Josephson [69].

En compuestos anisotrópicos, es necesario definir las longitudes características en las direcciones principales de la muestra, con las cuales se determina el parámetro de anisotropía como $\gamma = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}} = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c}$, el cual tiene valores entre 50 y 200 para el BSCCO, dependiendo del dopaje. Valores típicos para este compuesto son $\lambda_{ab} \sim 2000 \text{ \AA}$, y $\xi_{ab} \sim 30 \text{ \AA}$, y la distancia entre planos $d \sim 15 \text{ \AA}$.

4.1.3. Fluctuaciones Térmicas

La importancia de las fluctuaciones térmicas en el parámetro de orden se cuantifica mediante el número de Ginzburg [70], G_i , el cual se define como:

$$G_i = \left(\frac{\gamma k_B T_c}{\sqrt{2} \xi_{(0)}^3 H_{c,0}^2} \right)^2$$

El valor típico para el BSCCO es $G_i \sim 10^{-2}$, mientras que para los superconductores de baja temperatura $G_i \sim 10^{-7}$. Cuanto más grande sea este número más importantes son las fluctuaciones térmicas. En los SAT γ es grande, lo que contribuye a un alto valor de G_i .

Las fluctuaciones térmicas son las responsables de dividir el estado mixto en dos regiones. Una región a bajas temperaturas de un sólido de vórtices y una a altas temperaturas de un líquido de ellos. La temperatura provoca desplazamientos de los vórtices de su posición de equilibrio y puede además provocar la pérdida de coherencia a lo largo del eje c . Un criterio muy simple para encontrar la temperatura o campo a la cual ocurre este fenómeno, T_m o B_m , es el de Lindemann [61] el cual propone que ocurrirá cuando la amplitud de vibración sea igual a alguna fracción c_L del parámetro de red de vórtices ($c_L \sim 0.1 - 0.2$). En la aproximación de campo medio cerca de T_c , mediante el criterio de Lindemann se obtiene que [71]

$$B_m \propto H_{c2} \frac{(1 - \frac{T}{T_c})^2}{G_i}.$$

Este resultado implica que para valores de G_i muy pequeños $B_m > H_{c2}$. En los materiales que se cumple esta condición, el sistema de vórtices no presenta dicha transición de fusión de vórtices o melting.

4.1.4. Desorden y Anclaje colectivo

En los SAT los defectos puntuales más comunes son vacancias de oxígeno (anclaje *bulk*), aunque también pueden encontrarse dislocaciones cristalinas. La energía de anclaje debido a la presencia de defectos en el material distribuidos al azar, favorecen la formación de una estructura amorfa, ya que el carozo de los vórtices es del orden de las distancias interatómicas $\xi \sim 20 \text{ \AA}$. Los vórtices presentan cierta elasticidad y por lo tanto pueden doblarse y aprovechar mejor las fluctuaciones en la densidad y fuerza de los centros de anclaje. La ganancia de energía por situarse en un defecto se contraresta con energía elástica asociada a la deformación del vórtice. En este caso las características de la fase sólida de vórtices estarán determinadas por el tipo y la cantidad de desorden que presenta el sistema y la elasticidad de los vórtices.

La respuesta del sistema de vórtices frente al potencial de anclaje o perturbaciones externas puede describirse mediante una teoría elástica que considera módulos elásticos de cizalladura, c_{66} , compresión, c_{11} , y torcedura, c_{44} . Estos módulos dependen de temperatura e inducción magnética [67]. Si se tiene en cuenta una red de vórtices, desplazamientos de vórtices individuales producen distorsiones de dicha red. Como resultado, las fluctuaciones involucran un número de vórtices que ocupan algún volumen de correlación en la red (*vortex bundle*). El tamaño (volumen de correlación) del arreglo de vórtices, tal que las fluctuaciones dentro de él resulten en un desplazamiento medio u , puede encontrarse considerando la energía de distorsión elástica del sistema de vórtices. En general c_{11} es mucho más grande que los otros dos (esto implica que la estructura de vórtices es incompresible), y por lo tanto la distorsión en la red no dependerá de él (el sistema se deforma por donde le cuesta menos energía). La densidad de energía de la red de vórtices en el volumen de correlación $V = LR^2$ (con R en el plano perpendicular a los vórtices y L paralelo a ellos), considerando pequeños desplazamientos u , puede escribirse como [61]:

$$\delta E = \frac{1}{2}c_{66}\left(\frac{u_{\parallel}}{R}\right)^2 + \frac{1}{2}c_{44}\left(\frac{u_{\perp}}{L}\right)^2 - uF_p \quad (4.5)$$

donde u_{\parallel} y u_{\perp} son los desplazamientos del vórtice respecto de su posición de equilibrio producidos por una fuerza de cizalladura o torcedura respectivamente y F_p la fuerza de anclaje.

Las fuerzas de anclaje en el volumen de correlación que actúan sobre los vórtices se suman aleatoriamente, por lo que sólo las fluctuaciones alrededor del valor medio en la densidad de ellas contribuyen en la posición final de los vórtices. Suponiendo en V una densidad n de centros de anclaje, cada uno de los cuales ejerce una fuerza f sobre un vórtice y N_v el número de vórtices, la fuerza de pinning por unidad de volumen es³:

$$F_p = \frac{f}{V} \sqrt{n(N_v \xi^2 L)}, \quad (4.6)$$

siendo n_v la densidad de vórtices por unidad de área donde a_0 es el parámetro de red y por lo tanto $N_v = n_v R^2 = R^2/a_0^2$,

$$F_p = \frac{f\xi}{\sqrt{V}} \sqrt{nn_v}. \quad (4.7)$$

La raíz cuadrada es el resultado de que la suma de las fuerzas de anclaje son ejercidas por una distribución al azar de centros de pinning. Esto se estima mapeando el problema con el de la caminata al azar. Este término de energía de pinning es una variación de lo encontrado en la literatura, por ejemplo en el libro de superconductividad de *Tinkham* [61], ya que tiene en cuenta la densidad de vórtices presentes en el volumen de correlación⁴. Esto se debe a que la teoría fue desarrollada inicialmente para campos cercanos al H_{c2} , donde todo el volumen V está ocupado por los carozos normales de los vórtices. En publicaciones más recientes, como en ref.[72], ya tienen en cuenta esta variación de la energía de pinning incorporando una densidad de vórtices efectiva.

De acuerdo con la teoría de anclaje colectivo de Larkin y Ovchinnikov (LO) la fuerza de pinning actúa linealmente hasta una distancia ξ del vórtice (a distancias mayores a ésta el potencial de pinning deja de ser lineal con u) y no depende del desplazamiento. Consideremos entonces que la red de vórtices que se encuentra en un volumen de correlación de Larkin, con $L = L_c$ y $R = R_c$ siendo las longitudes de correlación de Larkin, tiene un desplazamiento $u_{\parallel} = u_{\perp} = u \sim \xi$. La expresión para dichas longitudes se obtiene minimizando la energía de la ec.(4.5) con respecto a ellas:

$$R_c \sim \frac{c_{66}^{3/2} c_{44}^{1/2} \xi^2 a_0^2}{n f^2}, \quad (4.8)$$

$$L_c \sim \left(\frac{c_{44}}{c_{66}}\right)^{1/2} R_c. \quad (4.9)$$

Si la red de vórtices se encuentra más distorsionada por la cantidad o magnitud de la fuerza de los centros de pinning, el volumen de correlación será menor. Esta aproximación es válida a distancias cortas, del orden de ξ , y describe el régimen de Larkin el cual cumple un rol fundamental en la teoría elástica.

³La cantidad de fuerzas de pinning es igual al volumen de cada vórtice multiplicado por la cantidad de ellos en dicho volumen V y por la densidad de centros de anclaje.

⁴Cuando hay una densidad de vórtices efectiva en el volumen de correlación, la fuerza de pinning ya no es $f\sqrt{N}$ donde N es la cantidad de fuerzas de pinning, sino que es $f\sqrt{N'}$, donde N' es el número de fuerzas en el volumen correlacionado ocupado por los vórtices.

4.2. Diagrama de fases del $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (BSCCO)

El diagrama de fases campo vs. temperatura, H vs. T , muestra una muy rica diversidad de estructuras de vórtices: ordenadas, desordenadas (estructura tipo vidrios) y líquido de vórtices. Estas fases son posibles gracias a la competencia de cuatro energías: térmica, de interacción entre vórtices, de anclaje debido a defectos del material y el débil acople entre planos. En la figura 4.7 se muestra un diagrama de fase cualitativo para el BSCCO [73]. La energía térmica tiende a llevar al sistema a un estado más desordenado, a un estado líquido de vórtices. Por eso, desde bajos H y T donde existe una estructura cuasi-ordenada de vórtices, al aumentar la temperatura esta estructura se sublima mediante una transición de fase de primer orden (*melting*) en un líquido de vórtices panqueques descorrelacionados en y entre los planos superconductores [74–78]. Esta transición, que se detecta por una discontinuidad en la magnetización de la muestra, fue detectada experimentalmente por primera vez en el Laboratorio de Bajas Temperaturas del Centro Atómico Bariloche por H. Pastoriza *et al* [76]. Hoy en día existe suficiente evidencia experimental demostrando que esta es una transición de primer orden. El primer experimento que detonó la idea de que la transición era una fusión de la red de vórtices fue realizado por Gammel *et al* [79]. Estos autores realizaron mediciones con osciladores mecánicos y mostraron picos de disipación asociados a un ablandamiento de la respuesta de la estructura de vórtices. Posteriormente, Safar *et al* [74], mediante mediciones de transporte mostraron una caída abrupta de la resistividad asignada a una temperatura de fusión. Este trabajo fue el indicador de que dicha transición era de primer orden. Pero, como dijimos anteriormente, la primer medición termodinámica de la fusión de la red de vórtices fue realizada por ref.[76], mediante experimentos de magnetización. En el estado líquido los vórtices fluctúan continuamente de manera que promedian a cero el potencial de anclaje, son altamente móviles, por lo que reaccionan a fuerzas externas dando lugar a resistividad eléctrica finita y presentan curvas de magnetización reversibles.

Por otro lado, la energía de interacción entre vórtices favorece la formación de un estado cristalino mientras que la de anclaje introduce desorden. El estado cuasi-ordenado a bajos campos y temperaturas en presencia de anclaje de *bulk* puntual, aleatorio y denso, es el Vidrio de Bragg (*Bragg Glass*) [80–82]. Esta fase presenta orden posicional de cuasi-largo alcance y por lo tanto los picos de difracción de la estructura divergen algebraicamente (picos de Bragg). Esta fase es muy ordenada, casi como una red de Abrikosov perfecta pero caracterizada por presentar tiempos de relajación largos, por lo que dinámicamente se comporta como un vidrio (estas dos características dan origen a su nombre). Que se comporte como un vidrio implica que presente muchos estados metaestables de igual energía separados del estado fundamental por barreras divergentes. Un incremento del campo magnético, o lo que es lo mismo, de desorden⁵ induce la desestabilización del vidrio de Bragg [83]. La proliferación de defectos topológicos produce que el Bragg Glass transicione a una fase de vidrio de vórtices (*vortex glass*) [75, 84, 85]. Esta transición se caracteriza

⁵Al aumentar la inducción magnética en el material aumenta la fuerza de pinning, como puede observarse en la ec.(4.6)

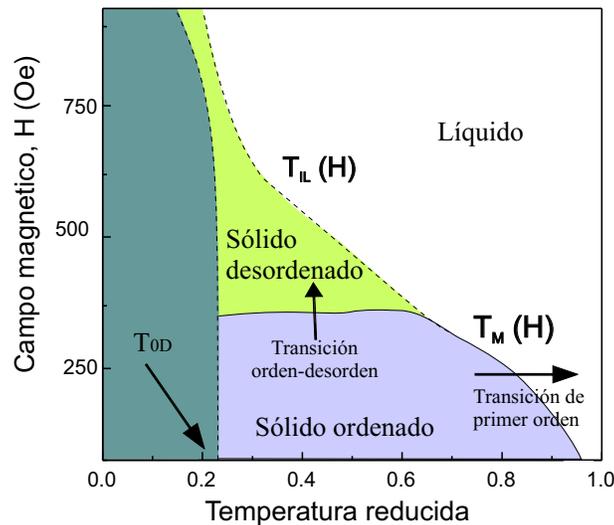


Figura 4.7: Diagrama de fases campo vs. temperatura pictórico del superconductor BSCCO para muestras macroscópicas.

por la presencia de un pico en la magnetización, conocido como efecto segundo pico [86].

El sólido amorfo de vórtices que existe a altos H , está separado del líquido de vórtices por la línea de irreversibilidad. A bajos H la línea de irreversibilidad y la transición de primer orden coinciden [79, 87, 88], salvo en casos especiales, como por ejemplo en muestras con geometrías particulares donde se anulan las barreras geométricas [89]. A bajas temperaturas la estructura de vórtices se congela en un estado que preserva el estado topológico que el sistema presentaba en el estado líquido [90]. Esta transición es interpretada como la T_{0D} , por debajo de la cual el anclaje es individual. Cada vórtice se encuentra anclado en forma independiente debido a que L_c es menor que el espaciado entre planos, por lo tanto la magnitud del anclaje es máxima.

Uno de los objetivos de la presente tesis es estudiar cómo varían la transición de fase de primer orden y la línea de irreversibilidad cuando se reduce el tamaño de las muestras.

4.2.1. Línea de Irreversibilidad

Esta línea divide una región del diagrama de fases donde el comportamiento es reversible, de otra a campos y temperaturas menores que es histerética, en la que el estado particular del superconductor dependerá de su historia previa. En la región reversible los vórtices se mueven⁶ como respuesta a una corriente aplicada, y el material adquiere una resistencia ohmica.

Las fuentes principales que provocan la aparición de la irreversibilidad son la interacción de los vórtices con los defectos puntuales y con la superficie y geometría particular de la muestra. La primera está asociada al anclaje de los vórtices al

⁶Cuando el desorden puntual deja de ser efectivo.

material (ver sección 4.1.4) y la segunda a las barreras de energía que los vórtices deben superar para entrar y/o salir del cristal. La reversibilidad aparece cuando todas las fuentes de irreversibilidad dejan de ser efectivas por el efecto de la temperatura.

Existen dos tipos de barreras, la de superficie o Bean-Livingston (BL) y la geométrica [91–94] (G). La primera se debe a la competencia entre la fuerza del vórtice imagen que atrae al vórtice a la superficie y la de Lorentz generada por la corriente de apantallamiento Meissner que empuja al vórtice hacia el centro de la muestra. Al aumentar el campo magnético aplicado paralelo a la superficie de la muestra, ésta es penetrada por el primer vórtice en el campo de penetración, H_p . Este campo es igual al campo crítico termodinámico (H_c) si la superficie es perfecta. Pero debido a las imperfecciones de la superficie el campo de penetración nunca alcanza al termodinámico y se encuentra en el rango $H_{c1} < H_p < H_c$. A $H = H_p$ el vórtice que penetró una distancia $\simeq \xi$ desde la superficie es empujado por la corriente de apantallamiento hacia el centro de la muestra [95]. La repulsión del vórtice desde la superficie domina a distancias mucho mayores a λ sobre la interacción atractiva de corto alcance con su imagen.

Un vórtice $3D$ vence la barrera de superficie por la formación de un núcleo (semilazo), el cual se propaga en el superconductor [96]. En superconductores altamente anisotrópicos los vórtices panqueques penetran en cada plano independientemente uno de otro. A partir de que un panqueque supera la barrera de superficie se produce la acumulación subsiguiente de otros vórtices panqueques en planos por encima y por debajo del primero. Clem [97] y Ternovski *et al.* [98] predicen que luego de que el vórtice se nuclea, se mueve hacia el centro de la muestra produciendo una región libre de vórtices a una distancia r_f desde la superficie, como se muestra en la figura 4.8. Cuando disminuye el campo magnético o la temperatura, los vórtices dentro del material quedan atrapados por las corrientes de apantallamiento Meissner provocando un proceso irreversible. Se alcanza un comportamiento reversible cuando r_f es del orden de cierta dimensión crítica para la penetración térmicamente activada del vórtice [97, 98]. Esta barrera es un efecto local, sensible al estado de la superficie, de tal forma que la penetración de vórtices se producirá por los lugares en los que hayan inhomogeneidades de la superficie y/o campo magnético.

Por otro lado, la barrera geométrica no es un efecto local, más bien es un efecto geométrico macroscópico. Esta se debe a la competencia entre el incremento de la energía de elongación del vórtice (o tensión de línea) penetrando en los bordes de la muestra y la fuerza de Lorentz producida por las corrientes de apantallamiento. Se anula sólo en el caso que la muestra posea sección transversal elipsoidal, en la cual la fuerza de Lorentz provocada por las corrientes Meissner, tienen exactamente la misma dependencia espacial que la fuerza de tensión de línea en toda la muestra. En una muestra de sección transversal cuadrada los vórtices $3D$ entran por las esquinas (figura 4.9). Debido al factor demagnetizante en estas geometrías, el campo magnético es mayor en esas regiones y por lo tanto sólo una parte de los vórtices penetran en el material. Zeldov *et al* [99] describen este problema considerando que cuando el vórtice está penetrando en la muestra su energía crece en forma gradual desde cero hasta el valor máximo $\varepsilon_0 d$ a una distancia $d/2$ del borde, donde ε_0 es la

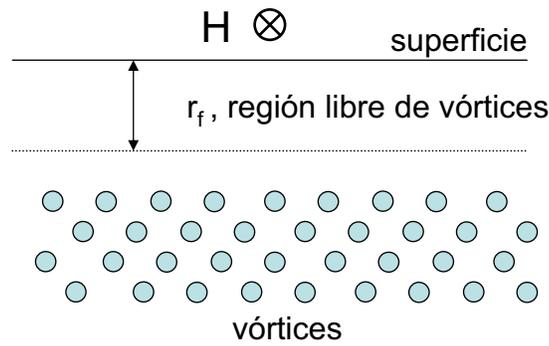


Figura 4.8: Esquema de la estructura de la red de vórtices cerca de la superficie de la muestra, y de la región libre de vórtices que se genera debido a las barreras *BG* y *BL*.

energía de línea de un vórtice y d el espesor de la muestra. La energía necesaria para que el vórtice penetre por completo en la muestra dependerá de la fuerza que ejerzan las corrientes Meissner. A diferencia de *BL*, la *BG* es robusta ya que se extiende a toda la muestra y no depende de la forma particular de la superficie. En ambos casos se genera una región en el borde de la muestra libre de vórtices y la magnetización es irreversible debido a que los vórtices quedan atrapados dentro del material.

En numerosos trabajos experimentales realizados en BSCCO (algunos de ellos presentados anteriormente) obtienen que la línea de irreversibilidad a bajos campos magnéticos coincide con la transición de primer orden. En esta transición la fase Bragg Glass se sublima en un líquido de panqueques desacoplados, anulándose de esta manera la barrera geométrica. En el capítulo 7 se discutirá si estas barreras son

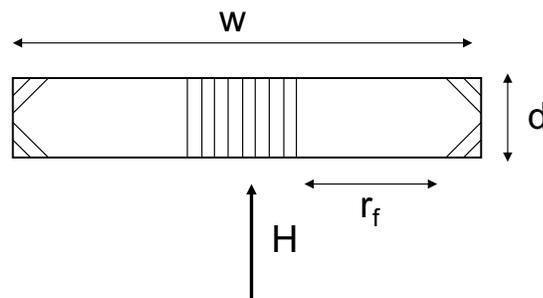


Figura 4.9: Esquema del perfil de una muestra de sección transversal cuadrada en la cual están penetrando vórtices venciendo la barrera geométrica, en la cual se observa la penetración por las esquinas del material y la región libre de vórtices.

las que dominan la línea de irreversibilidad en nuestro sistema. A continuación se presentan antecedentes de la medición de la línea de irreversibilidad y de la transición de primer orden mediante la técnica de osciladores mecánicos y de susceptibilidad alterna.

4.3. Susceptibilidad Magnética Alterna vs Osciladores Mecánicos

En esta sección se realizará una pequeña introducción a la técnica de susceptibilidad magnética alterna y sus diferencias con la técnica de osciladores mecánicos. Se expondrán algunos resultados de lo encontrado en cristales de BSCCO, con el objetivo de compararlos, en los próximos capítulos, con nuestros resultados.

La técnica de susceptibilidad magnética consiste básicamente en la aplicación de un campo magnético alterno superpuesto a uno continuo ($\vec{H} = \vec{H}_{dc} + \vec{h}_a \cos(\omega t)$). En un superconductor, las corrientes que apantallan el campo continuo generan un momento magnético \vec{m}_0 . Mientras que las corrientes que apantallan el campo alterno generan un momento magnético \vec{m} , asociado a una magnetización ($\vec{M} = \vec{m} \cdot V$, donde V es el volumen de la muestra) que es periódica y puede escribirse como una suma de Fourier:

$$M_z = h_a \sum_n (\chi'_n \cos(n\omega t) + \chi''_n \sin(n\omega t))$$

siendo M_z la magnetización en la dirección del campo alterno. Las componentes de Fourier definen la susceptibilidad magnética alterna en esa dirección como:

$$\chi'_n = \frac{1}{\pi h_a} \int_0^{2\pi} M_z \cos(n\omega t) d(\omega t)$$

$$\chi''_n = \frac{1}{\pi h_a} \int_0^{2\pi} M_z \sin(n\omega t) d(\omega t)$$

Esta susceptibilidad es una propiedad de la muestra, es decir que depende de las propiedades intrínsecas del material y también de su geometría. La magnetización se obtiene al resolver el problema específico, en el cual intervienen las condiciones de contorno del cuerpo. En el caso en que la respuesta sea lineal, debido a la linealidad de las ecuaciones de Maxwell, sólo las componentes de la primer armónica aparecerán. Con ellas se define la susceptibilidad compleja $\chi = \chi' + i\chi''$, tal que $M = \chi h_{ac}$. La componente real está relacionada con la componente en fase de la magnetización, esto implica que está asociada a la penetración del campo alterno al material (componente inductiva). La componente imaginaria es la disipativa ya que está relacionada con el campo eléctrico que se genera como consecuencia de las variaciones de flujo magnético en dicho material [100]. En los superconductores a altas temperaturas, cuando la longitud de penetración es mucho más grande que la dimensión característica de la muestra, no hay corrientes de apantallamiento y la magnetización es nula, y por lo tanto son nulas ambas componentes de la susceptibilidad. A bajas temperaturas cuando h_{ac} es completamente apantallado no hay disipación, por lo que χ'' es nuevamente nula, mientras que la magnetización llega a su valor máximo y $\chi' = -1$. Cuando la penetración del campo es del orden del tamaño de la muestra χ' se encuentra en algún valor entre 0 y 1 y χ'' presenta un pico (ver figura 4.10).

El campo alterno genera una corriente de apantallamiento superficial que fluye en una lámina de espesor igual a la longitud de penetración compleja λ_{ac} , la cual

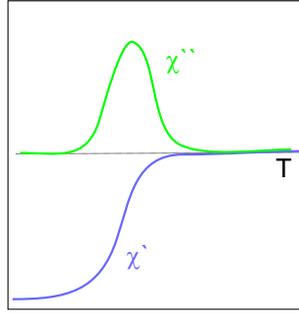


Figura 4.10: Esquema de la parte real e imaginaria de la susceptibilidad compleja de un superconductor.

determina la distribución de campo dentro del material [101]. La expresión de λ_{ac} depende, entre otros factores, de la estructura en la cual se encuentran los vórtices. En particular, cuando los vórtices se mueven libremente en respuesta al campo alterno (en ausencia de anclaje) y sólo sienten la fuerza de fricción la longitud de penetración es imaginaria pura e inversamente proporcional a la frecuencia [67]. Esto resulta en una resistividad debido al movimiento libre de los vórtices ρ_{FF} (FF=*flux flow*), y por lo tanto la respuesta al campo alterno es la de un material óhmico idéntica al efecto *skin* en los metales [24], con una longitud de penetración dada por $\delta = \sqrt{\rho_{FF}c^2/2\pi\omega}$. Cuando el anclaje por defectos puntuales se hace efectivo, también se observa un fenómeno difusivo debido a saltos de vórtices por activación térmica hacia otros estados metaestables. Este régimen es conocido como TAFF, *Thermally assisted flux flow*, y la respuesta es nuevamente similar a la obtenida en el efecto *skin*, donde $\rho_{TAF} \propto \exp\frac{-U_0}{k_B T}$ y U_0 es el potencial de anclaje de los vórtices. Si la fuerza de anclaje no es infinita pero domina sobre la viscosa la longitud de penetración es real e independiente de frecuencia, este régimen es conocido como régimen de *Campbell*. Por último, a bajas temperaturas, cuando los vórtices están perfectamente anclados o la frecuencia de excitación es muy grande la longitud de penetración es la de London.

Mediciones en cristales de BSCCO utilizando la técnica de osciladores mecánicos [102] mostraron que en el estado mixto existen dos picos disipativos. Estos picos muestran características muy diferentes entre sí, pero debido a que en este sistema de medición se inducen campos alternos en las dos direcciones principales de la muestra, es muy difícil conocer bien por dónde circulan las corrientes inducidas. En cambio, la técnica de susceptibilidad alterna, permite colocar campos de pruebas en direcciones bien definidas. Por eso, los mismos autores, realizaron mediciones con H_{dc} paralelo al eje c y con campo inductor en las dos direcciones principales de la muestra [103, 104]. Concluyeron que los dos picos disipativos, a campos altos, están asociados a distintos tipos de corrientes. El pico disipativo a menor temperatura está relacionado con corrientes circulantes entre los planos y el de más alta temperatura con corrientes que fluyen entre ellos. Por lo tanto, el de menor T corresponde a un desacople entre planos, y el otro a un desanclaje de los vórtices cuasi-bidimensionales. El origen de estos picos disipativos puede explicarse teniendo

en mente que la respuesta de un sistema de vórtices tridimensionales es equivalente al de un sistema de resistividad lineal, como se introdujo anteriormente. En esta imagen todo máximo en la componente disipativa de χ está asociado con una coincidencia entre el *skin depth* y alguna dimensión característica de la muestra [105].

Unos años después, nuevamente con la técnica de susceptibilidad magnética [73, 106] se estudió el progreso de estos picos al disminuir el campo magnético. Se observó que el pico disipativo asociado a una pérdida de coherencia en el eje c se corre a temperaturas más altas, disminuye la altura del pico y cambia de forma a campos magnéticos menores. Por debajo de 360 Oe el pico no depende de la frecuencia de excitación y coincide con la línea de irreversibilidad. Mediciones de magnetización muestran una discontinuidad en esta línea, siendo evidencia directa de una transición de fase de primer orden. A campos magnéticos altos el pico disipativo a más altas temperaturas está asociado a una pérdida de coherencia en los planos superconductores.

En resumen, mediante la técnica de susceptibilidad magnética es posible distinguir el origen de los picos disipativos, no así mediante la técnica de osciladores mecánicos, ya que en este se generan campos alternos en las dos direcciones principales de la muestra. Sin embargo, el estudio de muestras mesoscópicas, como explicamos en el capítulo 2, no se puede llevar a cabo en los equipos actuales en los que se utiliza la técnica de susceptibilidad. En los capítulos 6 y 7 se estudiará la respuesta de discos superconductores de tamaños micrométricos mediante el uso de micro-osciladores mecánicos, y parte de los resultados serán discutidos en base a lo expuesto en esta sección.

Capítulo 5

Fabricación de muestras superconductoras mesoscópicas

En este capítulo se describe el proceso utilizado para la fabricación de muestras superconductoras mesoscópicas. Como veremos, este proceso requiere mucho tiempo de trabajo de laboratorio y la implementación de varias técnicas de microfabricación. El objetivo de este capítulo es mostrar las técnicas de microfabricación disponibles en el laboratorio y el protocolo usado para fabricar, de la manera más eficaz y limpia, muestras mesoscópicas de diferentes geometrías a partir de un monocristal macroscópico. Primero se introduce el funcionamiento de cada equipo o técnica, y al final del capítulo se detalla el proceso de fabricación de un disco superconductor de tamaño micrométrico.

5.1. Litografía

La litografía es un procedimiento de impresión para transferir dibujos sobre papel o textil¹. Este nombre también se encuentra asociado a la técnica que consiste en transferir patrones sobre la superficie de un material sólido [107, 108], la cual es utilizada fundamentalmente en la industria microelectrónica. Primero se coloca sobre el sustrato o sobre el material que deseamos litografiar una capa delgada de una resina sensible a cierto tipo de radiación, luego se exponen algunas regiones de la muestra a dicha radiación usando una máscara o un haz guiado y por último se disuelve la parte expuesta². El diseño de la resina que queda depositada sobre el sustrato o material se utiliza como molde, ya sea para depositar un nuevo material o para eliminar material expuesto (donde no haya resina).

En el laboratorio disponemos de un microscopio electrónico de barrido (SEM) Phillips Mod. XL30 con filamento de hexaboruro de lantano (LaB_6) para realizar la técnica de litografía electrónica, y una alineadora KASPER Mod. 2001 para realizar litografía óptica. Para realizar litografía óptica se utiliza la línea I de $\lambda = 365$ nm en el rango UV de una lámpara de mercurio sin filtrar.

¹Etimológicamente esta palabra viene de los términos griegos *lithos* (piedra) y *graphe* (dibujo).

²O la no expuesta dependiendo de la resina.

5.1.1. Litografía óptica

Esta técnica permite resoluciones de hasta $1\ \mu\text{m}$ y, a diferencia de la electrónica, la litografía óptica permite exponer áreas relativamente grandes (de hasta 5 cm de lado) en unos pocos segundos. Se utiliza una resina que es sensible a la luz UV. Esta resina es un polímero, que al ser irradiado con luz, se descompone en monómeros cambiando su solubilidad en ciertos reveladores. Entre la muestra y la lámpara de luz UV se coloca una máscara, cuyo diseño es el patrón transferido a la muestra. En el cuadro 5.1 se muestran, para diferentes resinas fotosensibles, los tiempos característicos para cada paso a seguir en una litografía óptica. En la figura 5.1 se muestran esquemáticamente dichos pasos, los cuales son:

- a) depositar sobre un sustrato, generalmente silicio, primero el material al que se le quiere realizar la litografía y luego la resina. Esta resina es líquida, se deposita una gota de ella sobre la muestra y mediante un centrifugado se la esparce homogéneamente,
- b) colocar entre la muestra y la lámpara UV una máscara e iluminar,
- c) disolver con el revelador adecuado la parte de la muestra que fue expuesta,
- d) atacar física o químicamente la muestra, en este caso es un ataque físico mediante iones de argón, Ar^+ , el cual remueve material no deseado
- e) disolver con acetona el resto de resina.

Resina	Espesor [μm]	Tiempo Exposición [s]	Tiempo Revelado [s]
Shipley Microposit 1818	1.8	15-18	40
Shipley Microposit 1414	1.4	15-20	40
Microposit AZ4620	4.6	70	60

Cuadro 5.1: Distintos tipos de resinas fotosensibles, sus espesores y tiempos característicos de exposición y revelado.

Como puede observarse, el diseño final del material depositado es igual al de la máscara utilizada. La calidad de esta última es uno de los factores que limita la resolución en litografía óptica. Debido a esto, en vez de utilizar una máscara hecha en una imprenta la cual sólo permite dibujar objetos tan pequeños como el pixel de la impresora ($20\ \mu\text{m}$), fabricamos una mediante litografía electrónica. Esta posee una resolución 100 veces mejor que la anterior.

5.1.2. Litografía electrónica

El SEM disponible en nuestro laboratorio posee un detector de electrones secundarios y permite observar muestras y realizar litografías electrónicas con una resolución de algunas decenas de nm . En la presente tesis, esta técnica se utilizó para fabricar máscaras que luego se emplearon para realizar litografía óptica. Estas máscaras son redes de círculos de diámetros entre $10\ \mu\text{m}$ y $50\ \mu\text{m}$. A pesar de que el diseño no es muy complejo, el tiempo de preparación del SEM para la escritura lleva

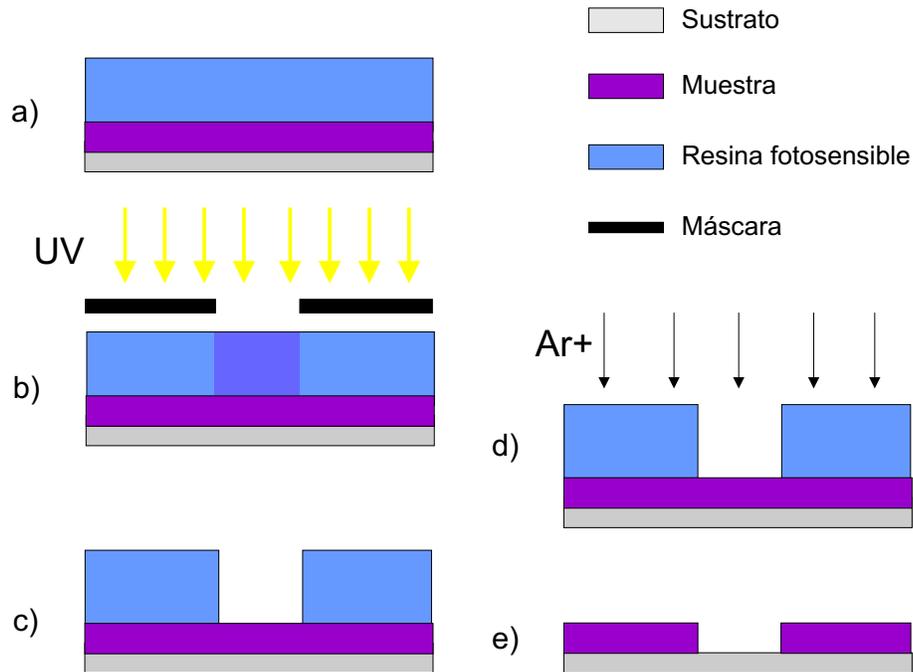


Figura 5.1: Pasos que deben seguirse al realizar una litografía óptica.

al menos 1 hora, mientras que la escritura lleva un par de horas más. Para realizar una buena litografía electrónica es necesario verificar la estabilización del haz de electrones la misma cantidad de tiempo que demora la escritura. De esta forma nos aseguramos que la corriente no varíe en todo el proceso litográfico.

El haz de electrones es controlado desde una computadora y escribe un patrón o dibujo sobre la resina, diseñado a través de un programa tipo CAD (*Computer Aided Design*). Las dosis del haz, el paso de escritura, y otras configuraciones importantes son generadas mediante este programa. El código que se utilizó para dibujar es el programa Nanometer Pattern Generation System (NPGS) [109]. Más detalles sobre el proceso de litografía electrónica pueden consultarse en tesis realizadas en el laboratorio de Bajas temperaturas [110–112]. Pero básicamente, los pasos a seguir para realizar una litografía electrónica son similares a los realizados en una litografía óptica: se coloca la resina en forma de una fina capa por centrifugado, se cocina para evaporar los restos de solventes, luego se realiza la escritura con el haz de electrones y por último se disuelve la resina expuesta o no expuesta dependiendo de la resina utilizada, con el revelador adecuado.

Como resina sensible a los electrones se utilizó MA-N 2403. Esta resina funciona en el sentido inverso de la que explicamos anteriormente en la litografía óptica. La parte no irradiada es la que posee mayor solubilidad en el revelador ma-D 532. Otra resina que generalmente se utiliza en litografía electrónica es el PMMA. La resina MA-N 2403 es la negativa del PMMA.

Como dijimos anteriormente, mediante litografía electrónica realizamos máscaras que luego fueron utilizadas para el proceso de litografía óptica. La máscara se realiza

a partir de un vidrio cromado³ con dimensiones de 25 cm². Sin embargo, el diseño en la máscara para realizar la litografía óptica de la red de círculos posee sólo un área de 9 mm². Las partes que quedan expuestas luego del proceso de litografía son las que dejarán pasar la luz UV. En el proceso de litografía óptica la alineación de la muestra con la red de círculos realizada con PMMA resultó muy difícil, ya que la máscara sólo es transparente en la región entre los discos. En cambio, en la máscara realizada con la resina MA-N 2403 toda la superficie, excepto los discos, es transparente. Por lo tanto, la elección de la resina MA-N 2403 en vez de PMMA se basó en la facilidad de realizar litografía óptica con la máscara obtenida.

Las resinas y tiempos requeridos para realizar los diferentes pasos de una litografía electrónica se detallan en el siguiente cuadro.

Resina	Revelador	Espesor [μm]	Centrifugado [seg] a [rpm]	Cocinado [seg] a [T °C]
PMMA	MIKB	0.5	90 a 4000	120 a 150
Ma-N 2403	ma-D332	0.3	60 a 2000	60 a 90

Cuadro 5.2: Resinas disponibles para realizar litografía electrónica: nombres de las resinas y sus correspondientes reveladores, espesores y tiempos característicos de los procesos a seguir.

5.2. Ataque químico y físico

En esta tesis se realizaron ataques, o *etchings*, físicos y químicos, los cuales se utilizan para remover material no deseado. Se utilizó un *etching* químico para fabricar la máscara de círculos de diferentes tamaños, entre 10 y 50 μm de diámetro. Luego de realizar la litografía electrónica, se revela y se disuelve el *Cr* que no está cubierto con resina. Para remover el *Cr* se realiza una solución de:

- 20 g $(NH_4)_2 Ce(NO_3)_6$,
- 3.5 ml ácido acético glacial,
- 96.5 ml DIH_2O (agua desionizada),

en la cual se sumerge la muestra y luego se corta el proceso con DIH_2O . La velocidad de comido del *Cr* en esta solución es de 1000 Å por minuto. Por último se seca la muestra utilizando aire comprimido y luego en la plancha a $T = 90^\circ$ por 2 minutos.

El ataque químico es rápido y sencillo pero tiene la dificultad de que no todos los ácidos son adecuados para disolver el material sin afectar la resina o el sustrato u otros materiales depositados. Esto impone muchas restricciones, y hace que el ataque químico sólo pueda utilizarse en algunas situaciones. Además, el comido es isotrópico, es decir que el ácido puede también disolver el material debajo de la resina perdiéndose parte de la resolución obtenida por la litografía.

³Cuarzo transparente a la luz UV cubierto por una capa de cromo, esta capa protege las zonas que no deben ser iluminadas.

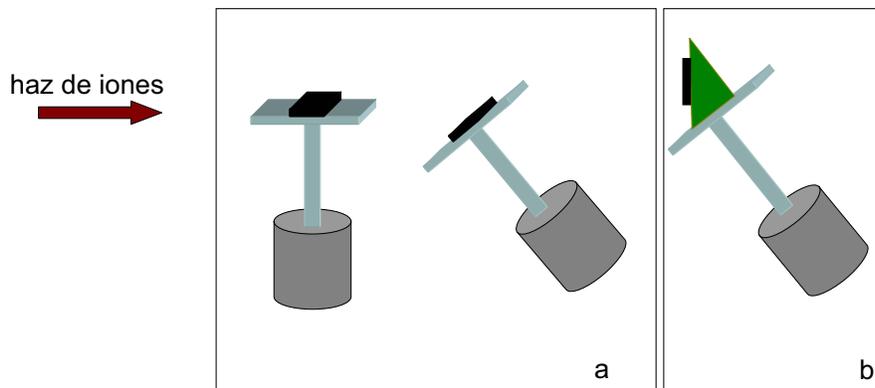


Figura 5.2: a) Esquema del portamuestra y soporte del equipo del cañón de iones tal cual se utiliza para adelgazar las muestras para el TEM. b) Esquema del portamuestra más el adaptador fabricado con el objetivo de que el haz de iones ataque perpendicular a la superficie de la muestra.

Por otro lado, se utilizó un *etching* físico para remover material superconductor. Los ataques físicos o iónicos consisten por ejemplo, en la producción de un haz de iones de Ar^+ que son acelerados hacia la muestra bombardeándola y eliminando las capas superficiales del material. En el proceso de fabricación de discos superconductores, luego de realizar la litografía óptica, se utilizó el cañón de iones *Auto 306 Vacuum coater + IBT 200 ion beam thinning accesory, Edwards, England*, que se encuentra disponible en el edificio de materiales del Centro Atómico Bariloche. Este cañón generalmente se utiliza para adelgazar muestras que son caracterizadas en un microscopio electrónico de transmisión, TEM. El portamuestra de este equipo es tal que puede variarse el ángulo de la muestra con respecto al haz de iones. Esta variación de ángulo puede realizarse desde la dirección paralela a la superficie de la muestra hasta un ángulo de $\sim 60^\circ$ con respecto a ella, como se esquematiza en la figura 5.2a. Para que el ataque sea perpendicular a dicha superficie se fabricó un adaptador⁴. La superficie de este adaptador posee un ángulo de 45° con respecto al portamuestra del TEM, con lo cual se puede alcanzar un ángulo de 90° entre la superficie de la muestra y el haz de iones. El diámetro del haz es de 1.2 cm y remueve aproximadamente $0.5 \mu\text{m}$ de BSCCO por hora. Esta velocidad de comido se logra mediante un voltaje de aceleración de los iones de 4 kV y una corriente de $60 \mu\text{A}$ sobre la muestra. Este método no es selectivo, ataca a todos los materiales prácticamente de la misma manera, es direccional y sólo la dureza del material modifica la velocidad de comido. Debido a esto, si uno quiere proteger parte de la muestra con alguna resina, hay que estar alerta en que el ataque no produzca la remoción total de la resina protectora y así dañar al material que se encuentra por debajo de ella.

⁴Diseñado y fabricado por técnicos del Laboratorio de Bajas Temperaturas.

5.3. Fabricación de un disco superconductor

En este punto del capítulo, con las herramientas de microfabricación ya introducidas, detallamos el proceso de fabricación de una muestra mesoscópica superconductor.

El proceso comienza con la selección de un monocristal de BSCCO. En nuestro caso hemos usado monocristales fabricados en el laboratorio de Bajas Temperaturas [113]. La selección del monocristal cuyas dimensiones son de mm^3 implica que, bajo un microscopio óptico, la cara externa refleje como un espejo. Esto asegura que la superficie es un plano de la muestra. Una vez elegido el monocristal se lo adhiere a un sustrato mediante pegamento cianocrilato (marca comercial: la gotita) y luego se le realiza una litografía óptica.

En este momento cabe preguntarse por qué no realizar una litografía electrónica directamente sobre la muestra, en vez de hacer la máscara y luego la litografía óptica. Hay dos razones importantes. Una es que durante el transcurso de la tesis y para futuros trabajos, necesitamos realizar muchas muestras con el mismo patrón, y mientras que la litografía electrónica requiere de por lo menos tres horas de trabajo y exposición, la litografía óptica se realiza en unos pocos minutos. La segunda, y la más importante, es que para remover el material excedente realizamos un etching físico. Este método ataca a todos los materiales, incluso a las resinas utilizadas en los procesos de litografía. Debido a esto, es necesario elegir una resina que posea un espesor lo suficientemente grueso como para que, al atacar la muestra con el haz de iones remueva más de $2\ \mu\text{m}$ de BSCCO pero no llegue a atravesar por completo la resina utilizada⁵. Mientras que el espesor de las resinas para litografía electrónica son del orden de $0.5\ \mu\text{m}$, los correspondientes a las resinas para litografía óptica son mayores a 1 micrón. La resina utilizada para fabricar los discos superconductores de $1\ \mu\text{m}$ de espesor fue la AZ4620, con un espesor de $\sim 5\ \mu\text{m}$.

A continuación se mostrarán fotos en escala de grises obtenidas en el SEM, correspondientes a las diferentes etapas del proceso de fabricación de discos microscópicos superconductores. En las figuras 5.3 y 5.4 se muestra el perfil y el frente de la muestra luego de realizarle litografía óptica, estas fotos corresponden al paso *c* de la figura 5.1. En la figura 5.4 la parte gris oscura del fondo es el sustrato (silicio), la parte más clara de forma triangular es el monocristal de BSSCO de aproximadamente 1.7 mm de largo y de 1.2 mm de ancho máximo. Los círculos son torres de resina fotosensible, resultado de realizar la litografía óptica con las máscara de una red de círculos, como puede observarse en la foto de perfil. El siguiente paso es el ataque iónico (paso *d*). En la figura 5.5 se muestra la red de discos luego del ataque. Puede observarse que las torres circulares poseen dos colores, la parte más oscura es la resina. La más clara que aparece como un anillo brillante por debajo de ella corresponde al material que no fue removido. Una ampliación del borde de una de estas torres se muestra en la figura 5.6. En la figura 5.7 se muestra la misma muestra luego del ataque físico y luego de limpiar la resina restante con acetona (equivalente al paso *e* de la figura 5.1).

El resultado de los procesos realizados hasta ahora es un monocristal de BSCCO

⁵Si el haz atraviesa la resina entonces daña la superficie de nuestro disco superconductor.

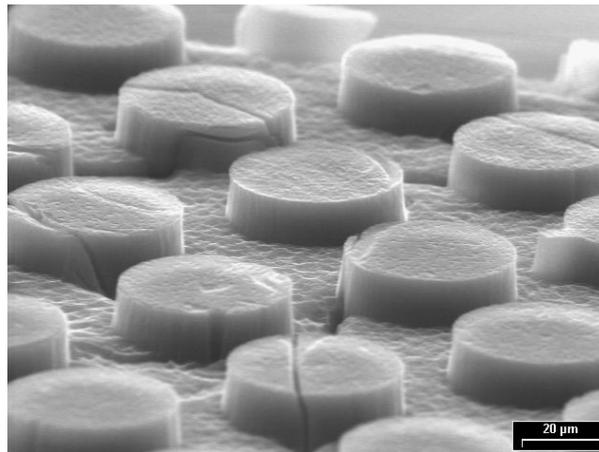


Figura 5.3: Foto de perfil de una litografía sobre un monocristal de BSCCO luego de haber expuesto y revelado la resina.

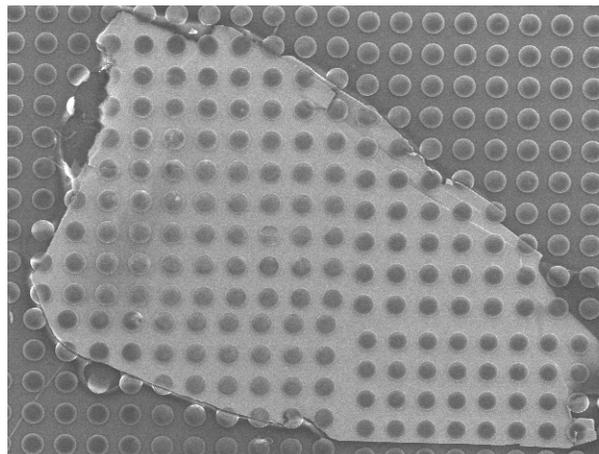


Figura 5.4: Foto de frente de una litografía sobre un monocristal de BSCCO luego de haber expuesto y revelado la resina (paso c). La parte más clara de forma triangular es el monocristal de BSCCO.

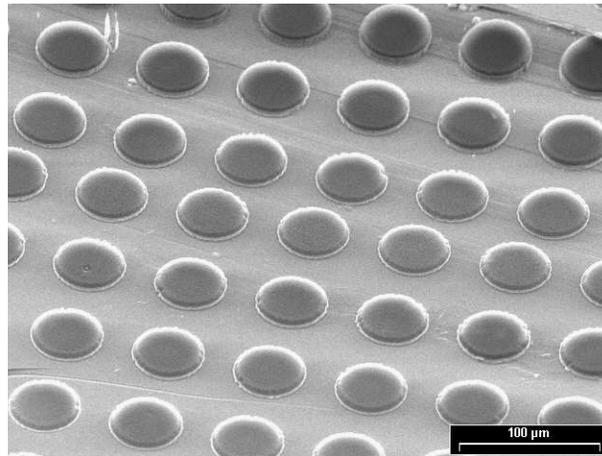


Figura 5.5: Foto correspondiente al paso (d) de una litografía. Puede apreciarse la base del monocristal, y las torres de material cubiertas por resina. La resina es la parte más oscura de los discos, mientras que los anillos brillantes que se observan por debajo de ellos son los bordes del material que no fue atacado.

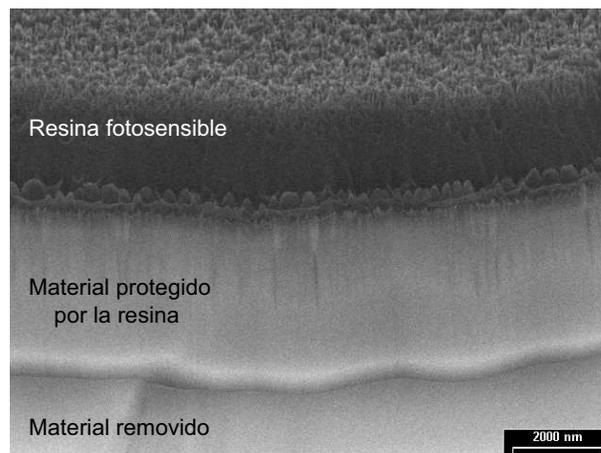


Figura 5.6: Ampliación del borde de una de las torres circulares de la foto anterior. Desde arriba hacia abajo puede observarse la resina fotosensible que protege a la torre de BSCCO. Esta torre sobresale del monocristal aproximadamente $3.5 \mu\text{m}$. El sustrato de Si no se muestra en la foto.

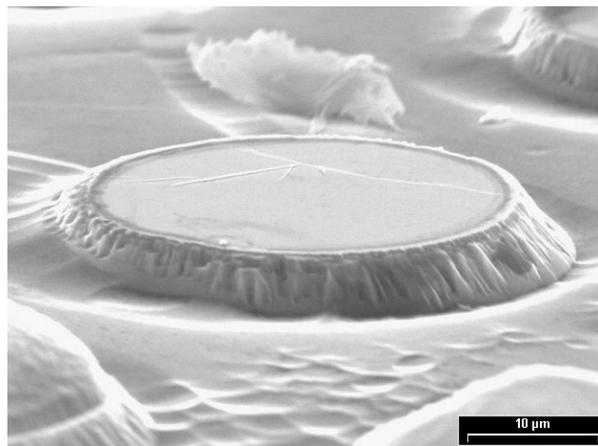


Figura 5.7: Foto de un monocristal de BSCCO luego de haberle realizado la litografía óptica de la red de círculos, de haber removido el material expuesto mediante un *etching* físico y de haber limpiado con acetona la resina restante. Como resultado se obtienen torres circulares microscópicas que sobresalen del monocristal.

del cual sobresalen torres cilíndricas equiespaciadas entre sí, de unos $3.5 \mu\text{m}$ de altura y de algunas decenas de micrones de diámetro (ver figuras 5.5 y 5.7). Para obtener los discos deseados, es necesario separar de alguna forma estas torres del resto del monocristal. Este proceso se denomina clivaje de la muestra y es muy artesanal. Primero se deposita resina fotosensible Microshipley 1414 sobre algún sustrato⁶, se centrifuga para esparcirla homogéneamente y antes de cocinarla para evaporar los solventes, colocamos la muestra boca abajo sobre ella, como se muestra en la figura 5.8. De esta manera las torres de BSCCO quedan sumergidas en la resina. A este sistema se lo coloca sobre una plancha a 90° por 2 minutos para endurecer la resina. Por lo tanto, obtenemos un sustrato con resina fotosensible en la cual se encuentra sumergidas las torres de BSCCO y que sobresale de ella el resto del monocristal.

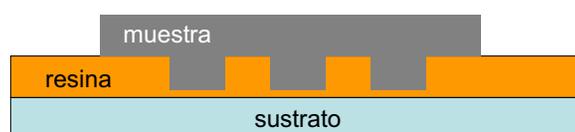


Figura 5.8: Esquema de las torres de BSCCO sumergidas en resina fotosensible.

El siguiente paso es ir removiendo material de la superficie hasta llegar a los discos sumergidos. Esto puede realizarse utilizando sustratos con resina fotosensible o cintas adhesivas. En esta tesis se aplicó la técnica de clivar la muestra con resina fotosensible. Nuevamente se elige un sustrato y se le deposita resina, la que llamaremos resina *B*, y se lo coloca boca abajo sobre el sistema como se muestra en la figura 5.9a. Una vez endurecida la resina *B* se separan los sustratos quedando material en ambas resinas (ver figura 5.9b). La elección de esta técnica se debe a que

⁶Este sustrato funciona como soporte mecánico, debe ser limpio y plano.

como el espesor de las torres es mayor al espesor de la resina fotosensible en la que se sumergen, se obtienen discos en el proceso de clivaje antes de llegar a las torres sumergidas. La separación de los discos de la resina se explica a continuación, pero vale aclarar en este punto que si el clivaje se efectúa mediante cintas adhesivas es casi imposible separar los discos del pegamento que ellas poseen.

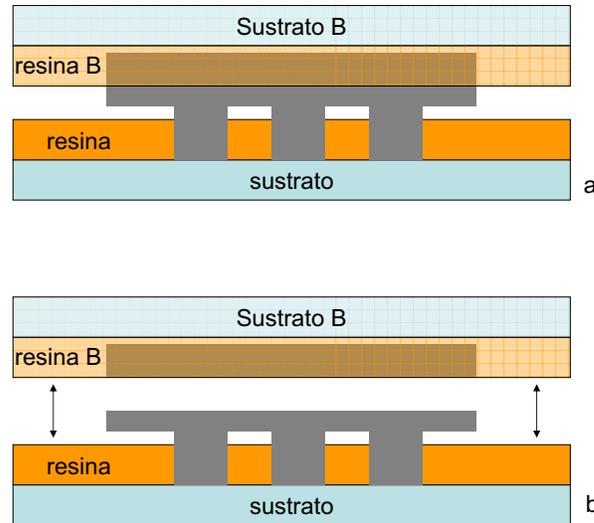


Figura 5.9: Esquema simplificado del proceso de clivado de las muestras. Una vez endurecidas las resinas se remueve material de la superficie, hasta llegar al nivel de los discos sumergidos. En la parte *a* se coloca un sustrato con resina sobre el sistema y se cocina. En la parte *b* se separan los sustratos, quedando material en ambas resinas.

Los últimos pasos consisten en separar los discos de la resina y elegir visualmente los más simétricos y limpios usando el SEM. Para separar los discos de la resina se los filtra en un papel común de 75 g/m^2 con acetona. Luego, mediante un microscopio óptico se los identifica y se los desplaza utilizando micromanipuladores y micropipetas. En la figura 5.10 se muestra una imagen de varios discos elegidos y colocados sobre un patrón. Este patrón sirve de referencia para que, una vez elegidas en el SEM aquellas muestras que serán utilizadas, puedan ser reconocidas bajo un microscopio óptico.

5.4. Decoración magnética

Debido a la manipulación que las muestras sufren en todo el proceso de fabricación, fue importante verificar que seguían siendo superconductoras. Como introdujimos anteriormente, debido al tamaño microscópico de estas muestras, sus señales son tan pequeñas que no pueden ser detectadas con los magnetómetros convencionales disponibles en el laboratorio. Por eso, utilizamos la técnica de decoración de Bitter [114]. Esta técnica permite observar a temperatura ambiente la posición que los vórtices tuvieron a bajas temperaturas. Consiste en la deposición de pequeñas partículas de un material magnético (hierro en nuestro caso) que son atraídas a la superficie de la muestra por el gradiente de campo magnético. Este

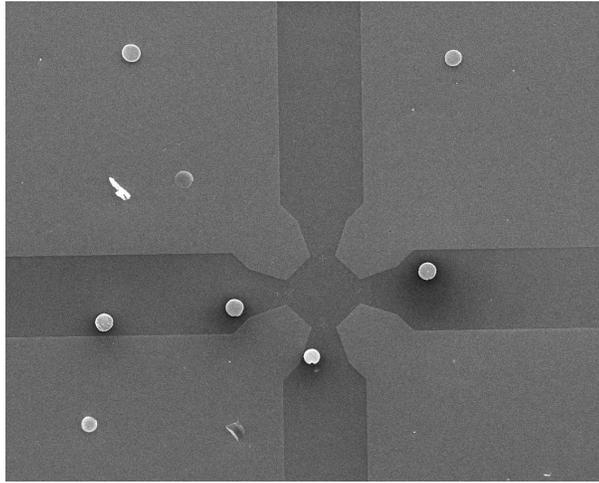


Figura 5.10: Foto obtenida mediante el SEM del patrón utilizado para reconocer a las muestras bajo un microscopio óptico, luego de seleccionarlas en el SEM.

gradiente es mayor en las inmediaciones de los vórtices, por lo que una mayor cantidad de partículas de hierro se adhiere en estas regiones, decorando así las posiciones de los vórtices. Estas partículas quedan adheridas a la superficie gracias a la fuerza de *van der Waals*, lo que permite llevar la muestra a temperatura ambiente sin perder el patrón que se formó (distribución de las partículas magnéticas) a bajas temperaturas.

En este experimento se coloca un campo magnético (de 36 Oe en nuestro caso) a temperaturas mayores a la temperatura crítica, para luego bajar la temperatura del sistema hasta 4.2 K donde se realiza la decoración. Esta consiste en evaporar hierro sobre la muestra manteniendo la presión constante en $P \simeq 100$ mTorr. Dicha evaporación se realiza calentando un filamento de tungsteno en forma de V con un enrollamiento de hierro en su punto medio, hasta temperaturas mayores a la de fusión del material magnético $T \sim 2000$ K. Entre el filamento y la muestra se coloca una pantalla que sólo cubre al filamento en una vista desde la muestra. Esta pantalla se coloca con el objetivo de disminuir los procesos de radiación de calor y así evitar que la muestra aumente su temperatura y se encuentre en una región del diagrama de fases donde el anclaje no es efectivo. Esto produciría una imagen no muy bien definida como consecuencia del movimiento de los vórtices. La deposición de las partículas magnéticas sobre la superficie de la muestra se realiza en aproximadamente 1 segundo, tiempo durante el cual es necesario que los vórtices permanezcan inmóviles. A la presión de decoración (en gas He) de $P \simeq 100$ mTorr el camino libre medio de las partículas de hierro es del orden de los micrones, en el proceso de difusión estas colisionan y termalizan a la temperatura del gas He. Estas colisiones producen cúmulos esféricos de hierro que cuando se encuentran a unos micrones de distancia de la muestra son atraídos a las posiciones de los vórtices [115]. Esta atracción es producida por la fuerza magnética $\vec{F}_m = |(\vec{L} \cdot \nabla) \vec{h}(r)|$, donde $\vec{h}(r)$ es el campo local en la dirección de los vórtices a una distancia \mathbf{r} del centro del vórtice y \vec{L} el momento magnético de los cúmulos de hierro. Más detalles de esta técnica

pueden encontrarse en tesis realizadas en el laboratorio de Bajas Temperaturas [116–118] en las cuales estudian propiedades de superconductores mediante esta técnica de decoración.

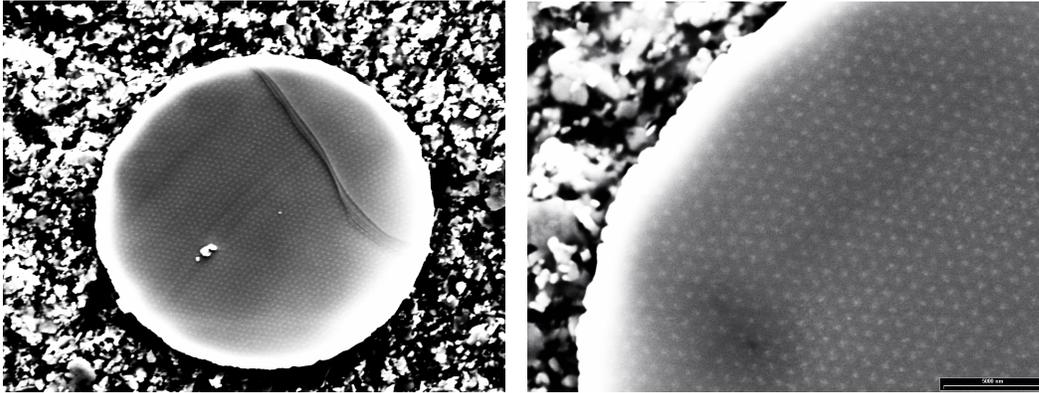


Figura 5.11: Izquierda: foto de un disco superconductor de $50\ \mu\text{m}$ de diámetro, al que se le realizó la técnica de decoración magnética. Se encuentra adherido al portamuestra mediante pintura de plata, que es la superficie rugosa que se observa. Derecha: ampliación de una porción de la muestra decorada donde se observan con mayor detalle a los vórtices (puntos claros).

En la figura 5.11 se muestra la decoración realizada sobre un disco de BSCCO de aproximadamente $50\ \mu\text{m}$ de diámetro y $2\ \mu\text{m}$ de espesor, fabricado mediante técnicas litográficas. Como dato adicional, cabe mencionar que al trabajar con muestras tan pequeñas, estas no deben adherirse al porta muestras con pegamento *epotek*, ya que posee solventes que ensucian la superficie y hacen imposible la decoración. La cantidad de vórtices en la muestra puede estimarse mediante el parámetro de red $a^2 = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\Phi_0}{B}$ y el área de la muestra. Para muestras de $50\ \mu\text{m}$, $27\ \mu\text{m}$ y $13.5\ \mu\text{m}$ de diámetro, considerando un parámetro de red de $a = 8000\ \text{Å}$, la cantidad de vórtices es de 3000, 900 y 250, respectivamente. Los valores del parámetro de red calculado y medido en las decoraciones son prácticamente los mismos. Con este experimento comprobamos que luego del proceso de microfabricación y manipulación, estas muestras siguen siendo superconductoras.

Capítulo 6

Mediciones de magnetización y susceptibilidad

En los capítulos anteriores presentamos cómo implementar micro-osciladores mecánicos de silicio (μO) como magnetómetros de alta sensibilidad y fabricar muestras microscópicas mediante técnicas litográficas. En este capítulo estudiamos la relación entre la respuesta del micro-oscilador con las propiedades magnéticas de superconductores de alta temperatura crítica. Primero presentamos los casos particulares de campos magnéticos aplicados paralelo y perpendicular a los planos superconductores. Luego estudiamos el caso general en que el campo es aplicado a un ángulo ϕ con respecto a los planos.

Antes de presentar estos casos es conveniente plantear un experimento análogo al nuestro y que es útil para comprender lo que ocurre en los superconductores. Suponemos que se aplica un campo magnético, H_0 , a un sistema de bobinas por donde circula una corriente, y que cada bobina se encuentra sobre un μO . En las bobinas circula una corriente que es la suma de la corriente original o de *bias* y las corrientes inducidas por el movimiento del oscilador. Por ejemplo, en el caso de que las bobinas sean de un metal normal, estas últimas serán generadas por la ley de Lenz. Vamos a considerar los casos donde la bobina en su posición de equilibrio esté paralela o perpendicular al campo aplicado (con el eje de simetría de la bobina siempre perpendicular al eje de rotación del oscilador). En la figura 6.1a se esquematiza el caso donde el campo y la bobina son perpendiculares a la paleta del μO . La corriente original o de *bias* en la bobina genera un momento magnético, m , que interactúa con H_0 produciendo un torque no restitutivo (restitutivo) adicional cuando m y H_0 son antiparalelos (paralelos). Que sea restitutivo significa, como ya hemos introducido anteriormente, que dicho torque se solidariza con aquel ejercido por el resorte del μO con lo cual al sistema le cuesta más energía desplazarse de su posición de equilibrio (endureciendo al oscilador y aumentando su frecuencia de resonancia). Por otro lado, la corriente inducida en las bobinas, producida por el movimiento del μO , genera un momento magnético m_i proporcional a $1 - \cos\theta$ (siendo θ del orden de 1.5°). Estas corrientes ejercen un torque restitutivo. Si en cambio, la bobina es paralela a la paleta y perpendicular al campo (ver figura 6.1b) la corriente de *bias* produce un cambio en el ángulo de equilibrio, θ_0 , dado por la

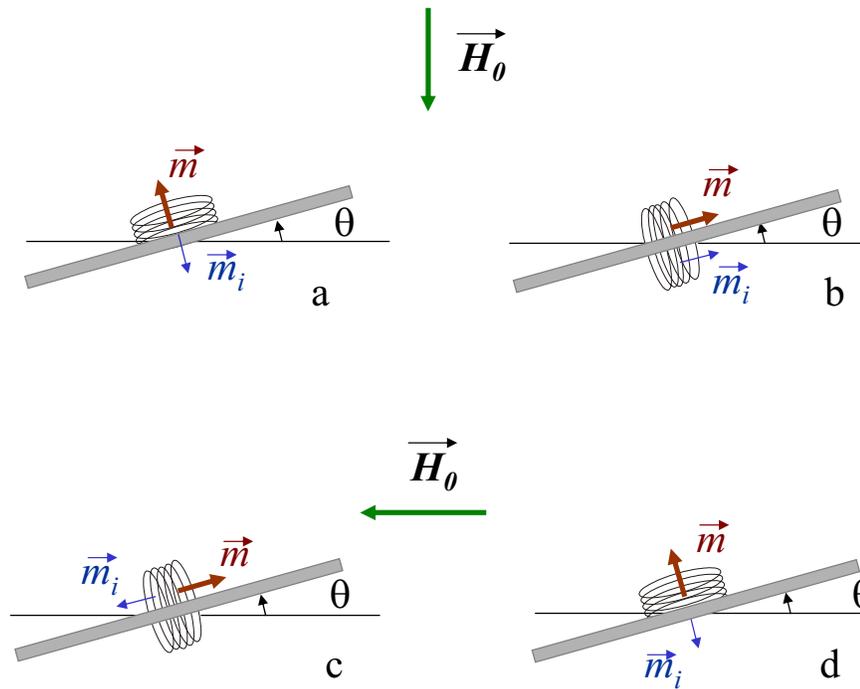


Figura 6.1: Esquema del ejemplo utilizado de bobinas paralelas y perpendiculares a la paleta del oscilador con campo magnético externo aplicado perpendicular y paralelo a la paleta. m es el momento magnético generado por las corrientes originales o de *bias* y m_i por las inducidas.

competencia entre el torque restitutivo de los resortes y el torque magnético. El valor de la constante elástica de los resortes, $k_e \sim 3.3 \times 10^{-3}$ dyn.cm, es tres ordenes de magnitud más grande que el producido por una interacción magnética típica $k_m \sim 3 \times 10^{-6}$ dyn.cm, como se mostrará más adelante. Por lo tanto, el cambio en el ángulo de equilibrio por esta componente es despreciable. La corriente inducida por el movimiento oscilatorio del μO produce un torque restitutivo proporcional a $\sin \theta$.

Si giramos el campo 90° tal que quede paralelo a la paleta, se obtienen casos análogos a los presentados previamente. En particular, en la próxima sección se hará referencia a los casos esquematizados en la figura 6.1c y d. Cabe recordar en este punto que un torque restitutivo se traduce en nuestro sistema de medición como $\Delta\nu_r > 0$ mientras que uno no restitutivo en $\Delta\nu_r < 0$.

Con este esquema de corrientes de *bias* e inducidas, y su comportamiento al aplicar un campo magnético externo, es más sencillo interpretar que sucede en los casos particulares abordados en este capítulo. Vale aclarar que este es sólo un modelo de corrientes para visualizar mejor nuestro problema y deducir el comportamiento y el peso de las corrientes superconductoras planares e interplanares en el comportamiento del sistema.

6.1. Protocolos de Medición

Los protocolos utilizados en las mediciones fueron el ZFC (zero field cooling) y el FC (field cooling):

- en ZFC se enfria la muestra desde temperaturas mayores a la crítica, sin campo magnético aplicado. Cuando la temperatura es menor que T_c se aplica el campo y se obtienen los datos subiendo temperatura. El estado inicial es con $B = 0$, al aplicar campo este intenta penetrar desde la periferia de la muestra generando un perfil de flujo magnético no homogéneo, debido al anclaje de los vórtices. Al aumentar temperatura la corriente crítica disminuye, permitiendo una mayor penetración de campo, hasta llegar a una penetración total de flujo (ver por ejemplo el modelo de Bean [61]).
- en FC se aplica H_0 por encima de T_c y se mide bajando temperatura. Inicialmente los vórtices ocupan totalmente el interior del material, el campo es constante y por lo tanto las corrientes nulas. Al disminuir temperatura aumenta el valor absoluto de la magnetización de equilibrio y la corriente crítica. En este caso los gradientes internos de campo magnético son más chicos, y en general la densidad de vórtices dentro de la muestra es más homogénea que en el caso anterior.

Es oportuno aclarar que a pesar de todos los esfuerzos experimentales involucrados en la fabricación y manipulación de las muestras, éstas no siempre quedan adheridas perfectamente paralelas a la paleta del oscilador. Las bobinas que generan el campo magnético se encuentran sobre un soporte giratorio con un vernier, cuya resolución es de un grado (ver figura 2.11). Para calibrar la dirección del campo con las direcciones principales de la muestra, se utiliza la propiedad de que la respuesta diamagnética en ZFC a bajas temperaturas (variación de frecuencia de resonancia) es más grande en módulo a mayor campo aplicado perpendicular a los planos superconductores. En este caso (ver sección 6.3) el signo de $\Delta\nu_r$ es negativo. En la figura 6.2 se muestra cómo varía la frecuencia de resonancia con el ángulo de aplicación de un campo constante. La línea punteada marca la frecuencia de resonancia sin campo aplicado. Cada uno de estos puntos se obtuvo bajando la temperatura a campo nulo, aplicando un campo de $H_0 = 100$ Oe a $T = 12$ K, y haciendo un barrido en frecuencia de excitación para obtener el valor de la frecuencia de resonancia. Con flechas que apuntan hacia abajo y hacia arriba se muestran los ángulos a los cuales los planos superconductores se encuentran perpendiculares y paralelos al campo externo, respectivamente. Este procedimiento se utilizó para centrar todas las muestras, incluso a los nanotubos estudiados en el capítulo 3. En este último caso se utilizó la propiedad de que la respuesta es mayor a medida que nos acercamos al eje fácil de magnetización para un mismo campo aplicado, ya que el factor desmagnetizante en esa dirección es mucho menor que en las otras dos.

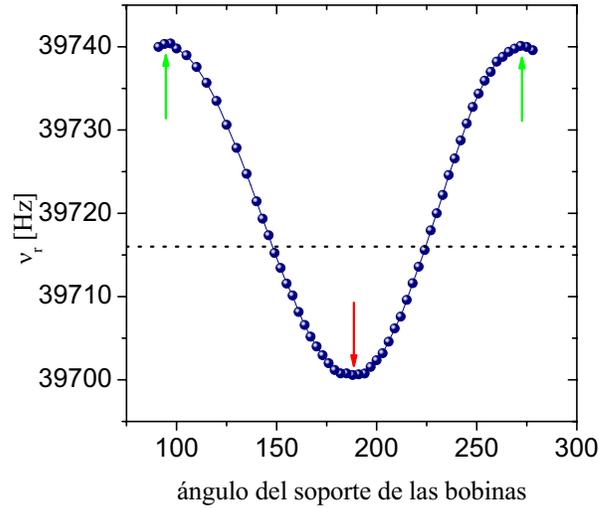


Figura 6.2: Mediciones realizadas para encontrar la dirección de campo perpendicular y paralela a los planos superconductores ab de la muestra. Las máximas variaciones de frecuencia de resonancia, $\Delta\nu_r$, corresponden a cuando la dirección de campo es perpendicular a los planos (mínimo negativo), y a cuando es paralela a ellos (máximo positivo). La línea punteada corresponde a la frecuencia de resonancia sin campo aplicado.

6.2. Campo magnético paralelo a los planos ab

En esta sección presentamos los resultados y el análisis de la respuesta magnética de los discos superconductores en el caso de campo magnético externo aplicado paralelo a los planos ab .

Las muestras son discos superconductores de BSCCO, cuyos planos superconductores de CuO_2 se encuentran paralelos a la paleta del oscilador, como se muestra en la figura 6.3. Puede observarse los tres discos estudiados en esta tesis, de diferentes diámetros (13.5, 27 y 50 μm .) y de igual espesor¹ (1 μm). Al aplicar un campo magnético externo, \vec{H}_0 , en dirección paralela a los planos la respuesta del oscilador es siempre positiva ($\Delta\nu_r > 0$). En la figura 6.4 se muestra la variación de frecuencia de resonancia en función de temperatura para el caso del disco de 27 μm de diámetro. Puede observarse que la curva es reversible en todo el rango de temperatura (misma respuesta para los dos experimentos ZFC-FC). Definimos² la temperatura crítica como aquella en la cual el sistema presenta por primera vez, a altas temperaturas, una variación de frecuencia de resonancia mayor al error cometido en las mediciones, $\Delta\nu_r > 0.2$ Hz. En este caso $T_c \simeq 85.3 \pm 0.5$ K. La transición está acompañada por un pico de disipación, como se muestra en el inset de la figura 6.4.

¹Este espesor corresponde a una cantidad de $\simeq 670$ planos superconductores.

²Esta definición de T_c se utiliza en todos los casos presentados en esta tesis.

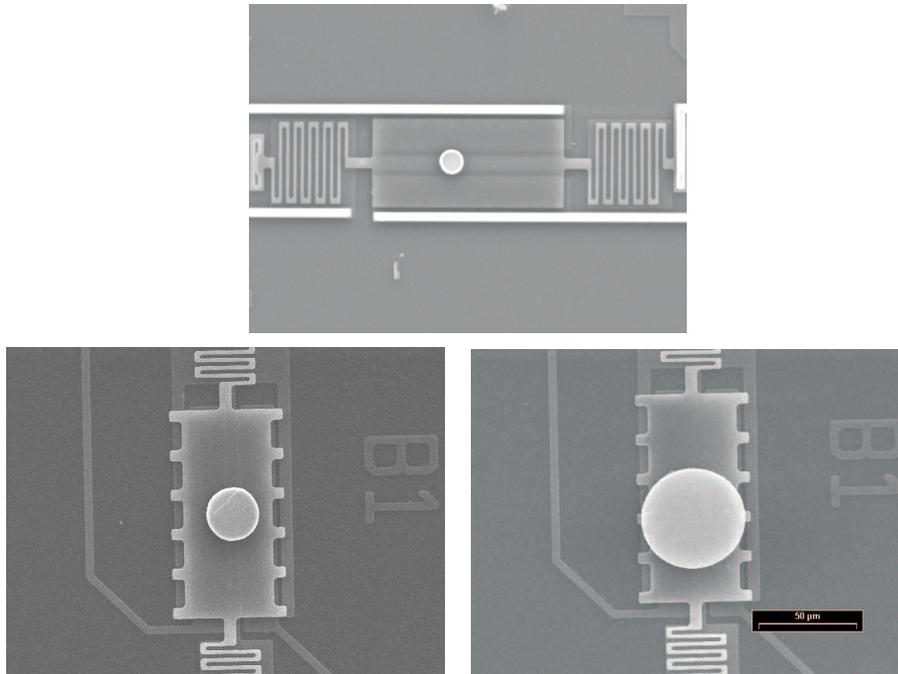


Figura 6.3: Fotos obtenidas mediante el SEM de los tres discos superconductores estudiados en esta tesis. Todos poseen un espesor de $\simeq 1 \mu\text{m}$ y diámetros de 13.5, 27 y $50 \mu\text{m}$. La escala es la misma para las tres fotos.

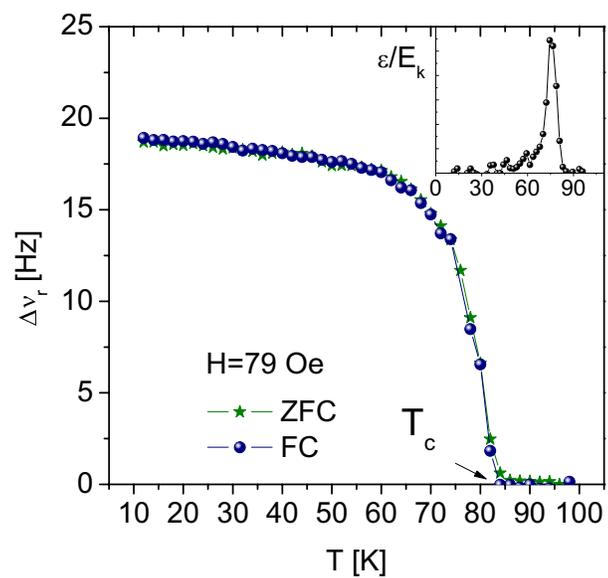


Figura 6.4: Mediciones ZFC-FC de la variación de frecuencia de resonancia con campo magnético aplicado paralelo a los planos superconductores en función de temperatura. Inset: Dependencia en temperatura de la energía disipada por la muestra.

6.2.1. Análisis de la respuesta del micro-oscilador

Debido a la alta anisotropía de los SAT y la geometría de las muestras, H_0 , B y M no son siempre colineales. El régimen anisotrópico de Ginzburg-Landau [61] describe cualitativamente muy bien lo que sucede en BSCCO cuando se aplica campo magnético en una dirección distinta a las principales. Si el campo es aplicado a un ángulo θ respecto a los planos superconductores (figura 6.5) se encuentra que el momento magnético es casi perpendicular³ a los planos ab [61]:

$$\tan \theta_M = \gamma^2 \tan \theta \quad (6.1)$$

donde θ_M es el ángulo del momento magnético con respecto a los planos, y el factor de anisotropía $\gamma^2 = (\frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}})^2$ se estima entre 500 y 20000 para BSCCO. La alta anisotropía favorece la circulación de corrientes en los planos ab generando un momento magnético perpendicular a los planos. La magnetización tiene componentes longitudinal y transversal al campo, y la relación entre ellas sólo depende de γ [119]. Experimentalmente Farrell [120] obtuvo un excelente acuerdo con la teoría realizando mediciones de torque estático. El torque desaparece cuando se aplica campo en las direcciones principales de la muestra. Sin embargo, el mínimo de la energía libre en materiales altamente anisotrópicos ocurre cuando el campo es paralelo a los planos ab [61], siendo esta configuración un punto de equilibrio estable. Este resultado también se obtiene analizando el esquema de las bobinas presentado al comienzo del capítulo (ver figura 6.1c y d), ya que el torque producido por la interacción magnética entre m_i y el campo es restitutivo. El mismo análisis se realiza para el caso con campo paralelo al eje c , dando como resultado que este es un punto de equilibrio inestable. Los resultados experimentales indican que la teoría de Ginzburg-Landau anisotrópica no es la adecuada para describir cuantitativamente este comportamiento, ya que se obtienen valores de anisotropía mucho menores a los reales. Un modelo más certero es el presentado por Lawrence-Doniach [68], que tiene en cuenta la discretización de los planos superconductores.

Utilizando este último modelo Feinberg *et al.* [121] predijeron un ángulo de *lock-in* cuando el campo se encuentra aplicado paralelo a los planos ab o muy próximo a ellos. Cuando H_0 es aplicado a un ángulo θ_H respecto a los planos superconductores, las líneas de flujo magnético son paralelas a dichos planos y permanecen en esa dirección hasta que se supera un ángulo crítico de *lock-in* $\theta_c > \theta_H$. Para valores menores a θ_c no se generan vórtices panqueques en los planos y la componente de B en la dirección paralela al eje c es igual a cero a pesar de que la componente de campo en esa dirección es distinta de cero. La penetración de campo en los planos ocurre cuando se cumple [122]:

$$H_0 \sin \theta_c = H_{c1\parallel c}. \quad (6.2)$$

Donde $H_{c1\parallel c}$ es el primer campo crítico en el eje c . Usando valores nominales de $\lambda_{ab}(0) = 1500 \text{ \AA}$, $\kappa = \frac{\lambda}{\xi} = 70$ y utilizando la expresión $H_{c1} \simeq \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda^2\gamma} \ln \kappa$, con $\gamma = 100$

³Este resultado es válido incluso para campos aplicados en direcciones casi paralelas a los planos superconductores.

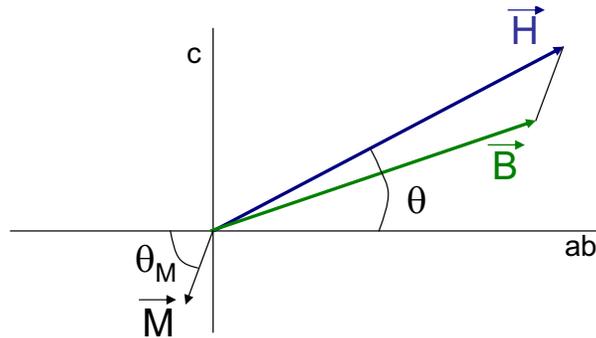


Figura 6.5: Esquema de la respuesta de un superconductor altamente anisotrópico. M , B y H son la magnetización, la inducción magnética y el campo aplicado, respectivamente. θ y θ_M son el ángulo entre el campo y la magnetización con respecto a los planos superconductores. El momento magnético es perpendicular a los planos superconductores incluso hasta valores cercanos de $\theta \simeq 0$.

y la dependencia en temperatura para λ de dos fluidos, se estima $H_{c1\parallel c}$ para BSCCO en $H_{c1} \simeq 3, 2, 0.2$ Oe para $T = 0, 25, 80$ K, respectivamente.

En nuestro caso el campo magnético aplicado es paralelo a los planos superconductores pero, debido al movimiento del oscilador, se inducen campos alternos perpendiculares a los planos ab . Teniendo en cuenta que el ángulo de oscilación θ es menor a 1.5° y que el campo máximo utilizado en esta configuración no supera los 150 Oe, el campo perpendicular inducido es siempre menor a 6 Oe. Este resultado se obtiene sin tener en cuenta los efectos desmagnetizantes. El campo real es el campo externo más el desmagnetizante, que podemos estimar aproximando las muestras como elipsoides de revolución. Calculando (como se verá más adelante) el factor desmagnetizante para esta muestra, el máximo valor de campo aplicado perpendicular a los planos es ≤ 34 Oe. Esto implica que el sistema puede encontrarse o no en el estado Meissner dependiendo de la temperatura y campo aplicado.

Analicemos el problema mediante el esquema de bobinas con corrientes de *bias* e inducidas presentado al comienzo de este capítulo. El momento magnético producido por las corrientes de *bias* que consideramos es el de la figura 6.1c, ya que el sistema es diamagnético. Recordemos que este momento magnético m produce un torque no restitutivo y que m_i produce un torque restitutivo muy pequeño. Las corrientes inducidas en las bobinas perpendiculares al campo (como las mostradas en la figura 6.1d) siempre producen un torque restitutivo y son análogas a las corrientes de apantallamiento que se generan en los planos. Que la respuesta del sistema sea siempre positiva significa que el torque producido por m es despreciable frente al producido por las corrientes inducidas en los planos. Este resultado concuerda con las teorías presentadas previamente, en donde la magnetización es perpendicular a los planos independientemente del ángulo de aplicación del campo. Las corrientes inducidas en la muestra se encuentran en los planos y apantallan el campo perpendicular alterno.

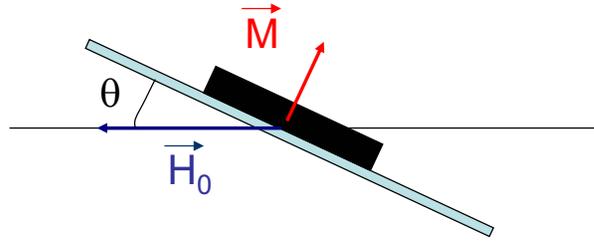


Figura 6.6: Esquema del sistema cuando se aplica un campo externo paralelo a los planos superconductores. Suponemos que la muestra se comporta como un dipolo magnético.

6.2.2. Determinación de las propiedades magnéticas del sistema

Como vimos en el capítulo 3, el factor desmagnetizante en un sistema sólo puede ser calculado analíticamente para un elipsoide de revolución. Se pueden realizar estimaciones aproximando los discos con sección rectangular por elipsoides con semiejes r y e y se obtiene que $N = 4\pi(1 - \frac{\pi e}{2r}) = 4\pi n$ cuando $e \ll r$ [123], donde e y r son ahora el espesor y el radio del disco, respectivamente y $n = 1 - \frac{\pi e}{2r}$. La corrección a un campo magnético aplicado perpendicular al disco debido al factor desmagnetizante es [47, 61]:

$$H_i = H_0 - 4\pi n M. \quad (6.3)$$

Por lo tanto, el campo magnético perpendicular a los planos ab generado por el movimiento del μO es:

$$h_{ac} = H_0 \sin \theta - 4\pi n M \quad (6.4)$$

Consideramos, para calcular la energía magnética del sistema, que la muestra se encuentra en el estado Meissner y suponemos que se comporta como un dipolo magnético en un campo externo H_0 (ver figura 6.6). La magnetización es, utilizando ecs. (4.1) y (6.4), igual a:

$$M = -\frac{H_0 \sin \theta}{4\pi(1-n)}, \quad (6.5)$$

si llamamos V al volumen de la muestra, la energía magnética puede escribirse como:

$$\begin{aligned} E &= -V \vec{M} \cdot \vec{H}_0 \\ &= -V H_0 \frac{H_0 \sin \theta}{4\pi(1-n)} \cos\left(\frac{\pi}{2} + \theta\right) \\ &= V \frac{H_0^2}{4\pi(1-n)} \sin^2 \theta. \end{aligned}$$

Procedemos de la misma manera que en el capítulo 3 para obtener las propiedades magnéticas de la muestra. Una vez planteada la energía magnética de la muestra se la deriva dos veces,

$$\frac{d^2 E}{d\theta^2} = \frac{2V H_0^2}{4\pi(1-n)} \cos 2\theta. \quad (6.6)$$

Desarrollando para θ pequeño, tomando el límite para $\theta \rightarrow 0$ en la ecuación anterior, y utilizando las ecs. (2.6) y (2.7), se obtiene:

$$\frac{8\pi^2 I\nu_{r,0}\Delta\nu_r}{V} \simeq \frac{k_m}{V} = \frac{2H_0^2}{4\pi(1-n)}. \quad (6.7)$$

En el capítulo 4 vimos que en el caso de respuesta lineal $M = \chi h_{ac}$ donde en nuestro caso χ es la susceptibilidad compleja transversal. Utilizando la ec.(6.5) vemos que en el estado Meissner $\chi = -\frac{1}{4\pi(1-n)}$ es la componente real de la susceptibilidad ya que apantalla por completo al campo externo y no presenta disipación (salvo justo en la transición de fase, donde la longitud de penetración es igual al tamaño de la muestra). La susceptibilidad en el estado Meissner de un material masivo sin efectos desmagnetizantes, χ_{bulk} es igual a $-\frac{1}{4\pi}$, por lo que podemos reescribir la ec.(6.7) de la siguiente forma:

$$\chi = \frac{\chi_{bulk}}{(1-n)} = -\frac{k_m}{2VH_0^2}. \quad (6.8)$$

Donde $\frac{\chi_{bulk}}{(1-n)}$ es la susceptibilidad de la muestra.

6.2.3. Resultados experimentales

En la figura 6.7 se grafican las curvas obtenidas de k_m para diferentes campos aplicados (donde se puede observar el orden de magnitud de k_m utilizado al comienzo del capítulo). El resultado de normalizar estos datos por el valor de campo al cuadrado y por su volumen (ec.(6.8)) se muestra en la figura 6.8. Se observa un muy buen colapso de todas las curvas a bajas temperaturas. A medida que T aumenta, en las proximidades de T_c , las curvas correspondientes a campos más altos presentan un valor de $|\chi|$ menor. La componente de campo perpendicular a los planos pueden ser del orden o incluso superar el campo crítico⁴ y producir la entrada de algunos vórtices, disminuyendo así el apantallamiento efectivo. La entrada de los vórtices se produce cuando el campo total alcanza al campo de penetración y los vórtices pueden superar las barreras de superficie y geométrica (ver capítulo 4).

Valores de χ para muestras con diferentes factores desmagnetizantes, deben colapsar en una única función χ_{bulk} (de ec.(6.8), $\chi_{bulk} = \chi(1-n)$). Curvas representativas de χ para cada disco se muestran en la figura 6.9. Normalizando cada una de estas curvas por su factor desmagnetizante, obtenemos el colapso que se muestra en la figura 6.10. El valor de χ_{bulk} obtenido es menor a $\frac{1}{4\pi}$. Esta diferencia puede deberse a la aproximación del factor desmagnetizante en esta geometría y a los valores utilizados del momento de inercia de los osciladores y las muestras. Teniendo en cuenta los errores cometidos en las mediciones de volumen y de momento de inercia, $\chi_{bulk} \simeq 0.053 \pm 0.03$.

Longitud de penetración

Esta configuración de campo dc aplicado paralelo a los planos superconductores es la configuración idónea para obtener valores de λ_{ab} , debido a que las corrientes

⁴ $H_{c1\parallel c}$ depende de temperatura a través de λ y su valor es menor a medida que nos acercamos a T_c .

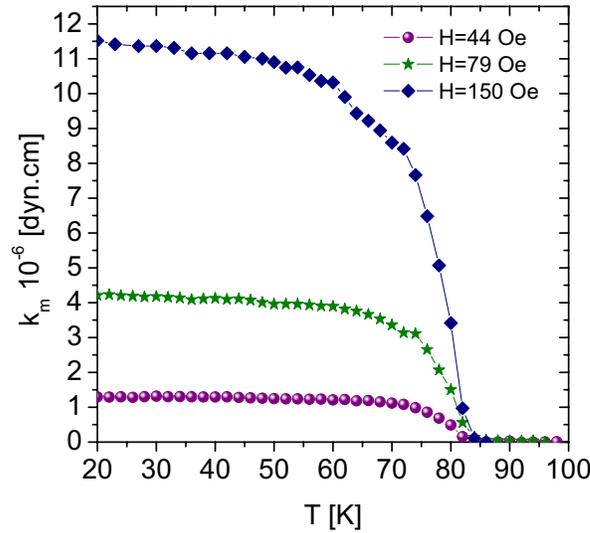


Figura 6.7: Constante elástica magnética en función de temperatura para diferentes valores de campo aplicado paralelo a los planos superconductores.

apantallan sólo el campo magnético alterno perpendicular a dichos planos. Sin embargo, las ecuaciones de London en geometrías como la estudiada en esta tesis para campos transversales, no pueden resolverse analíticamente. Sólo se conocen las soluciones exactas para una barra infinita y un cilindro en campos longitudinales, y para una esfera y films delgados [124]. Prozorov *et al.* [125], resolvieron las ecuaciones de London numéricamente para el caso bidimensional y extienden el resultado analíticamente para el caso tridimensional. Más adelante utilizaremos el resultado encontrado en este trabajo, pero antes, sin entrar en detalles, explicaremos brevemente cuál es su procedimiento. Primero se plantea el problema para un superconductor isotrópico de ancho $2w$ en la dirección x , espesor $2d$ en la dirección y , infinito en la dirección z y campo magnético aplicado en la dirección y . El campo magnético sólo posee componentes en x e y , $H_x = \frac{\partial A}{\partial y}$ y $H_y = \frac{\partial A}{\partial x}$, donde $\vec{A} = \{0, 0, A\}$ es el vector potencial. Se resuelve numéricamente la ecuación de London usando métodos de elemento finito. Luego, utilizando el *gauge* de London $4\pi\lambda^2 J = -cA$, y la definición del momento magnético se calcula numéricamente la susceptibilidad por unidad de volumen en el caso bidimensional. A continuación se tiene en cuenta la geometría finita y por lo tanto la contribución a la susceptibilidad de las corrientes fluyendo en la superficie de arriba y abajo de la muestra, que apantallan la componente de campo en los planos. Por último, se encuentra una aproximación analítica simple de los resultados numéricos exactos calculando la porción del volumen total de la muestra que fue penetrada por el campo, lo cual ya tiene en cuenta la distribución no uniforme y los efectos desmagnetizantes del campo. La solución propuesta es:

$$4\pi\chi = -\frac{1}{1-N'}\left[1 - \frac{\lambda}{R} \tanh\left(\frac{R}{\lambda}\right)\right], \quad (6.9)$$

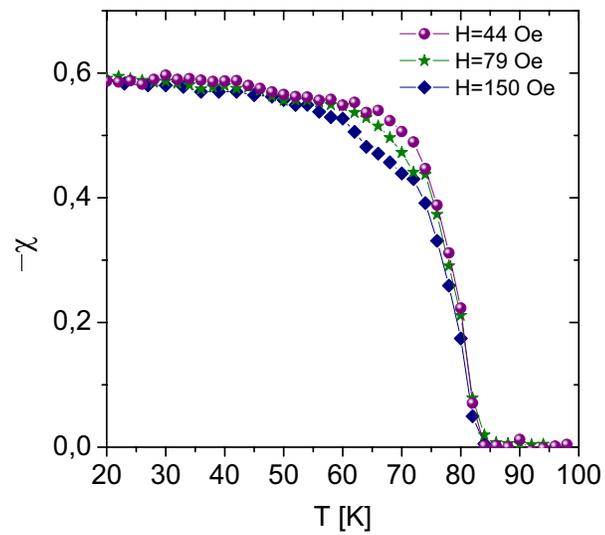


Figura 6.8: Colapso de la susceptibilidad transversal en función de temperatura para diferentes campos aplicados de un disco superconductor de 27 micrones de diámetro y 1 micrón de espesor.

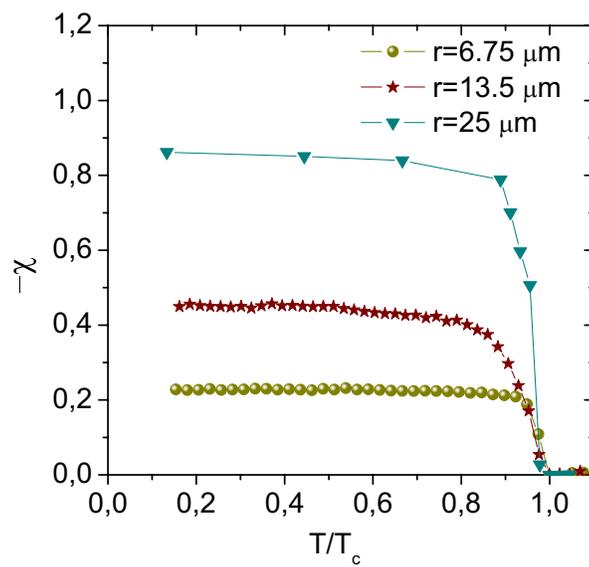


Figura 6.9: Curvas de susceptibilidad para muestras de diferentes tamaños.

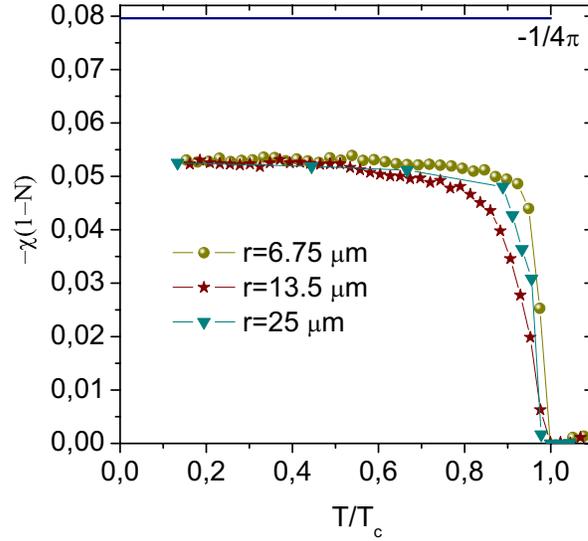


Figura 6.10: Colapso de las curvas de susceptibilidad para diferentes tamaños de muestra teniendo en cuenta sus respectivos factores desmagnetizantes. La susceptibilidad de bulk medida en la muestra de $50\ \mu\text{m}$ de diámetro, cerca de la T_c , es mayor a la de la muestra de $27\ \mu\text{m}$. Esto puede deberse a una desalineación de esta última con el campo.

Donde N' es el factor desmagnetizante, y R una dimensión efectiva, que para un disco $3D$ de radio r y espesor e , es igual a:

$$R = \frac{r}{2[1 + [1 + (\frac{e}{r})^2] \arctan(\frac{r}{e}) - \frac{e}{r}]}. \quad (6.10)$$

Este resultado es validado, con muy buen acuerdo, mediante mediciones de susceptibilidad en cilindros de niobio en función de la relación de aspecto. En cambio, mediciones mediante un resonador rf en muestras de BSCCO, presentan una desviación de R del 20% con respecto al predicho. El valor de N' que utilizan es tal que para el caso de un disco $3D$ cumpla $\frac{1}{1-N'} \simeq 1 + r/e$.

En principio, para obtener el valor de la longitud de penetración podemos graficar la ec.(6.9) en función de λ y ver que valor de ella corresponde a la susceptibilidad medida en nuestro experimento. Pero este método no tiene en cuenta los errores de las aproximaciones de los factores desmagnetizantes, los errores cometidos en los valores de las dimensiones de la muestra y su respectivo momento de inercia, los cuales actúan como un error sistemático en el valor de χ . Debido a esto, no es posible comparar valores absolutos de la susceptibilidad medida y calculada (esta última mediante ecs.(6.9) y (6.10)). Por lo tanto, se pueden seguir dos caminos para encontrar el valor de la longitud de penetración. El proceso estándar es ajustar mediante mínimos cuadrados la susceptibilidad medida y calculada en función del radio, con λ y B como parámetros de libres de ajuste, siendo B una constante que multiplica el lado derecho de la ec.(6.9) que corrige los errores sistemáticos. Esta técnica, que se muestra en la figura 6.11 da valores de $\lambda = (2330 \pm 346)\ \text{\AA}$, y de $B = 0.44 \pm 0.01$.

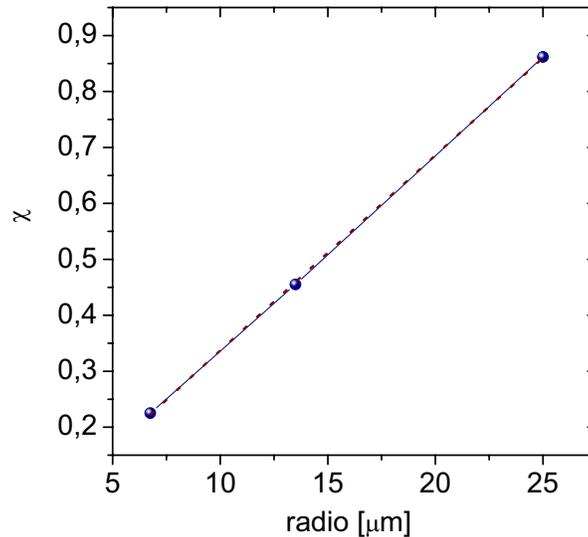


Figura 6.11: Susceptibilidad medida (esferas) y calculada (línea punteada) en función del radio. El ajuste da valores de $\lambda = (2330 \pm 346) \text{ \AA}$, y de $B \sim 0.44$.

Un segundo procedimiento para obtener el valor de λ es el siguiente: teniendo en cuenta que $B = \frac{-4\pi\chi(1-N)}{[1 - \frac{\lambda}{R} \tanh(\frac{R}{\lambda})]}$, y utilizando el valor experimental de χ , obtenemos B en función de λ para cada muestra. Este valor de B debe ser el mismo para todas las muestras a un dado λ . Sin embargo, los tres valores obtenidos (de las tres muestras estudiadas) no son exactamente iguales y sus valores presentan una desviación con respecto al promedio entre ellos. El valor de λ es aquel donde esta desviación es mínima. Para aplicar mínimos cuadrados consideramos a B_i como el valor de la constante obtenida para cada muestra i y $\langle B \rangle$ el valor medio de ellas. La figura 6.12 presenta $\sum_{i=1}^3 (B_i - \langle B \rangle)^2$ en función de λ . El mínimo se encuentra en $\lambda = (2110 \pm 94) \text{ \AA}$. Este valor es consistente con el obtenido por el primer método y ambos concuerdan con los obtenidos anteriormente en muestras fabricadas en el laboratorio [90].

Susceptibilidad transversal vs. Temperatura

Utilizando este último valor de la longitud de penetración a $T = 0$, la ecuación empírica de dos fluidos para la dependencia en temperatura $\lambda(T) = \lambda(0)/(1 - t^4)^{1/2}$, y la expresión de susceptibilidad propuesta por Prozorov *et al.* [125], comparamos las curvas de susceptibilidad medida y calculada. Estas se grafican en la figura 6.13. Se observa que para la muestra más pequeña hay un muy buen acuerdo entre los datos y los cálculos, mientras que para la muestra de tamaño intermedio el acuerdo sólo llega hasta valores de temperatura reducida de $\simeq 0.52$ K. Este valor coincide con la temperatura a partir de la cual la susceptibilidad χ depende del campo magnético aplicado (ver figura 6.8). Concluimos que a partir de allí se produce la entrada de vórtices y el sistema ya no se encuentra en el estado Meissner. El comportamiento de la muestra más grande es similar a la intermedia. Los valores calculados se han multiplicado por factores que van entre $\simeq 0.435 - 0.448$ para poder compararlos con

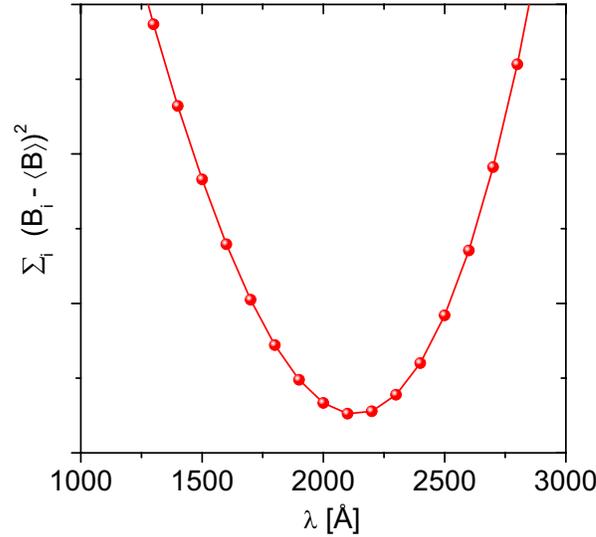


Figura 6.12: $\sum_{i=1}^3 (B_i - \langle B \rangle)^2$ en función de la longitud de penetración. El mínimo se encuentra en $\lambda = (2110 \pm 94) \text{ \AA}$.

los medidos. Estos factores concuerdan con el valor de B obtenido con la primera técnica.

6.3. Campo magnético perpendicular a los planos ab

A continuación se presenta el caso estudiado donde el campo se aplica perpendicular a los planos ab , es decir, rotado 90° con respecto a la configuración anterior.

Como resultado de los efectos desmagnetizantes y los valores de campo aplicado el sistema siempre se encuentra en el estado mixto. Las corrientes de apantallamiento en los planos generan un torque no restitutivo, análogo al que genera la corriente de *bias* en la figura 6.1a más uno restitutivo muy pequeño generado por las corrientes inducidas (ver análisis al comienzo del capítulo). Las corrientes interplanares inducidas (figuras 6.1b) siempre producen un torque restitutivo.

En la figura 6.14 se grafica $\Delta\nu_r$ vs. T al aplicar $H_0 = 176 \text{ Oe}$ perpendicular a la muestra de $27 \mu\text{m}$ de diámetro. Puede observarse que $\Delta\nu_r$ es siempre negativa, por lo que la respuesta del sistema en esta configuración es como la que se presenta en la figura 6.1a. Es decir que la componente dominante es la generada por las corrientes de apantallamiento Meissner o de *bias* en los planos. Esta configuración es de equilibrio inestable. Supongamos que los planos superconductores del disco se encuentran perfectamente perpendiculares al campo aplicado, cuando se desplaza la muestra un ángulo pequeño, la interacción magnética entre la magnetización y el campo ejerce un torque no restitutivo, desplazando al oscilador de su posición de equilibrio. Experimentalmente, en este caso no se observa ningún pico disipativo en todo el rango de temperaturas.

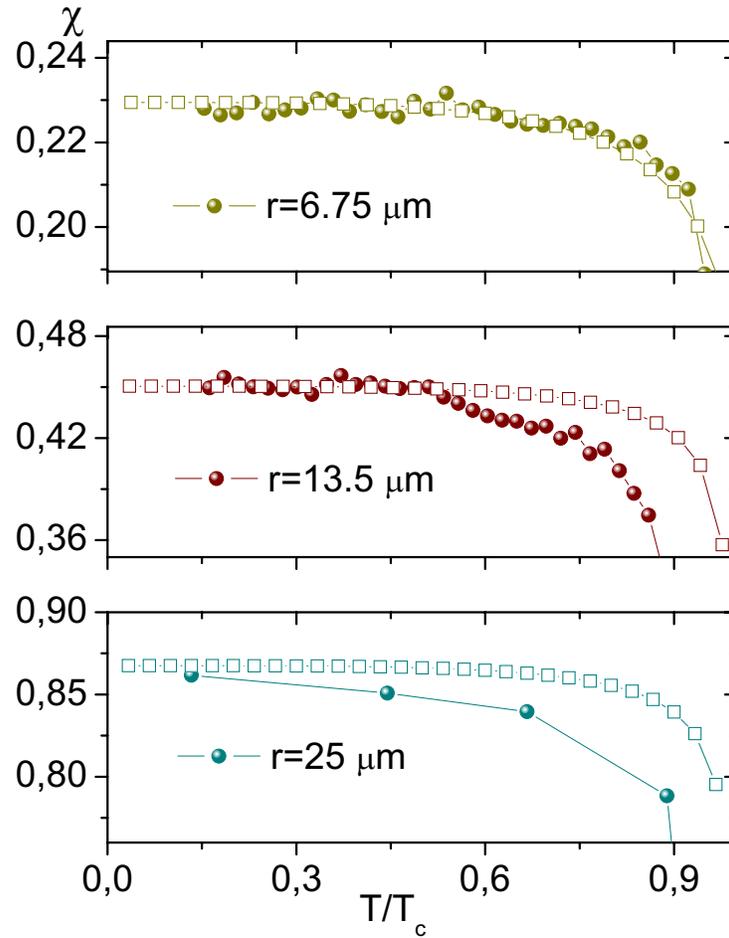


Figura 6.13: Comparación entre la susceptibilidad medida y calculada para diferentes tamaños de muestra. Las esferas representan los datos experimentales, mientras que los cuadrados los datos obtenidos a través de la expresión de la susceptibilidad propuesta por Prozorov *et al.* [125].

6.3.1. Determinación de las propiedades magnéticas del sistema

A continuación hacemos la misma suposición que en el caso anterior: el sistema puede representarse por un dipolo magnético en un campo magnético externo. En este caso la magnetización no es la respuesta al campo magnético inducido por el movimiento del oscilador⁵, sino que es generada por las corrientes que apantallan el campo magnético *dc* perpendicular a los planos. Nos referimos a esta magnetización como magnetización estática, la cual se considera constante y solidaria a la muestra. La energía del sistema puede escribirse como (ver figura 6.15):

$$\begin{aligned}
 E &= -V\vec{M} \cdot \vec{H}_0 \\
 &= -VH_0M \cos(\pi - \theta) \\
 &= VH_0M \cos \theta,
 \end{aligned}$$

⁵La variación de estas corrientes son proporcionales a θ^2 y por lo tanto las despreciamos.

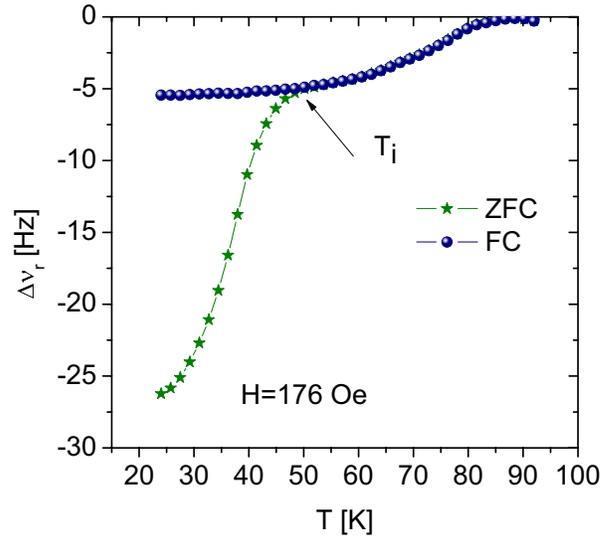


Figura 6.14: Dependencia en temperatura de la variación de frecuencia de resonancia con campo magnético aplicado perpendicular a los planos superconductores. Mediciones ZFC-FC.

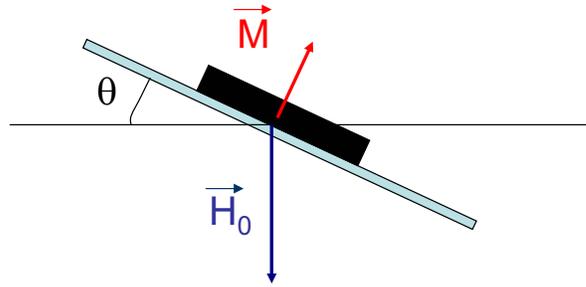


Figura 6.15: Esquema de la respuesta de la muestra cuando se aplica un campo externo paralelo al eje c . Suponemos que la muestra se comporta como un dipolo magnético.

Utilizando el mismo procedimiento: derivando dos veces la energía y evaluándola en $\theta = 0$ obtenemos que

$$k_m = -VMH_0,$$

y por lo tanto:

$$M = -\frac{k_m}{VH_0}. \quad (6.11)$$

6.3.2. Resultados experimentales

La ec.(6.11) implica que $\Delta\nu_r$ es directamente proporcional a M . El valor de magnetización en el experimento ZFC a $T = 20$ K es $M \simeq 60$ emu/cm³. Si estimamos la magnetización en el estado Meissner considerando en la ec.(6.5) $\theta = \pi/2$, entonces $M = \frac{H_0}{4\pi(1-n)} \simeq 120$ emu/cm³. El valor de magnetización obtenido a bajas temperaturas es $\frac{1}{2}$ de la correspondiente a la del estado Meissner.

Al aplicar campo una vez estabilizado el sistema a bajas temperaturas (ZFC), aparecen las corrientes de apantallamiento Meissner que expulsan el campo magnético de su interior. Si el campo es mayor al campo de penetración también se producirá la entrada de algunos vórtices. Estas corrientes Meissner, como dijimos anteriormente, generan un torque no restitutivo y el cambio en la frecuencia de resonancia del oscilador es negativa. Aumentando la temperatura los vórtices penetran al sistema y este se vuelve menos diamagnético ($|M|$ disminuye) entonces $\Delta\nu_r$ también disminuye hasta hacerse cero en T_c . Bajando temperatura con campo aplicado (FC), vemos que el sistema responde igual que en las mediciones ZFC hasta una temperatura característica. Esta temperatura es la de irreversibilidad, T_i . Como vimos en el capítulo 4, los mecanismos típicos que generan irreversibilidad son básicamente los centros de anclajes o pinning y las barreras geométricas y de superficie. Cuando estos mecanismos adquieren importancia por sobre las fluctuaciones térmicas, los vórtices dentro del material se encuentran anclados y no pueden entrar y/o salir fácilmente del superconductor debido a la presencia de las corrientes de apantallamiento en su superficie que los empuja hacia el centro de la muestra. Por lo tanto, la respuesta FC por debajo de la temperatura de irreversibilidad es menos diamagnética que en el caso ZFC.

A la temperatura de irreversibilidad (ver capítulo 4), o cerca de ella, ocurre la transición de primer orden que se detecta experimentalmente mediante una discontinuidad en la magnetización [76]. En nuestros experimentos esperábamos encontrar esta temperatura, en la cual el sistema sólido de vórtices se sublima a un líquido de panqueques desacoplados. Sin embargo, no observamos ninguna anomalía en la respuesta magnética. Esto se debe a la sensibilidad del equipo de medición, que es menor al salto característico de la magnetización a esta temperatura, como se detalla a continuación.

6.3.3. Sensibilidad del sistema de medición

Para estimar el cambio en la variación de frecuencia de resonancia que tiene que ocurrir en la transición de primer orden, primero se utiliza la expresión completa de la magnetización. Combinando ecs. (6.11) y (2.6), encontramos que para una dada temperatura la magnetización es igual a:

$$M_T = -\frac{8\pi^2 I \nu_{(r,0,T)} \Delta\nu_{(r,H,T)}}{V H_0} \quad (6.12)$$

donde, $\nu_{(r,0,T)}$ es la frecuencia de resonancia a campo nulo a la temperatura T y $\Delta\nu_{(r,H,T)}$ es la variación de dicha frecuencia medida a un dado campo a esa T . Consideramos que la variación de temperatura, $\Delta T = T_1 - T$, en la transición es muy chica y suponemos, para simplificar los cálculos, que la frecuencia de resonancia a campo nulo es la misma para dos temperaturas muy próximas entre sí: $\nu_{r,0,T} = \nu_{r,0,T+\Delta T}$. El cambio en la magnetización debido a esta variación de temperatura es:

$$\Delta M = M_{T_1} - M_T \simeq \frac{8\pi^2 I \nu_{r,0,T}}{V H_0} (\Delta\nu_{r,H,T} - \Delta\nu_{r,H,T_1}). \quad (6.13)$$

El cambio típico de la inducción magnética en la transición de primer orden es ~ 0.4 Oe [77]. Utilizando este valor y despejando el término de las variaciones de

$\Delta\nu$, se obtiene que el cambio esperado en las variaciones de frecuencia de resonancia es del orden o menor que el error experimental:

$$\Delta\nu_{r,H,T} - \Delta\nu_{r,H,T_1} \simeq 0.05 - 0.3 \text{ Hz}.$$

Este resultado implica que no es posible localizar la temperatura de la transición de primer orden en esta configuración, con este sistema de detección.

6.4. Campo magnético aplicado a un ángulo ϕ de los planos ab

Cuando el campo H_0 se aplica a un ángulo ϕ con respecto a la dirección paralela a los planos ab , la respuesta del μO y su correlación con las propiedades magnéticas del sistema es más compleja. La respuesta es una combinación de los dos casos presentados previamente. La variación de frecuencia de resonancia puede ser positiva o negativa según la fase en la que se encuentra el sistema de vórtices.

En la fig 6.16 se muestra los datos obtenidos de la variación de frecuencia de resonancia y valores proporcionales a la disipación de la muestra por ciclo en función de T . Los datos se obtuvieron mediante una medición ZFC-FC con $\phi = 30^\circ$ y $H_0 \simeq 273 \text{ Oe}$ para la muestra de $13.5 \mu\text{m}$ de diámetro y $1 \mu\text{m}$ de alto. Pueden detectarse cuatro temperaturas características:

- La temperatura crítica, T_c .
- A altas temperaturas, en T_d , se produce un cambio brusco de comportamiento y a veces de signo en la variación de frecuencia de resonancia. En el transcurso de esta sección veremos que esta temperatura separa un líquido de vórtices de un sólido reversible.
- La temperatura de irreversibilidad, T_i , que separa un régimen reversible donde la magnetización del sistema es la de equilibrio, de otro a campos y temperaturas menores donde el tiempo de decaimiento de las corrientes superconductoras es mucho más largo que el tiempo típico de medición.
- A bajas temperaturas, por debajo de la T_i , la respuesta presenta otro comportamiento particular de variación de frecuencia de resonancia en T_p .

Tanto T_d como T_p tienen asociados picos disipativos, como puede observarse en la figura.

En los casos estudiados anteriormente vimos que la variación de frecuencia asociada a la medición de susceptibilidad es positiva y reversible en todo el rango de temperatura. La transición al estado superconductor presenta un pico disipativo debido al comienzo del apantallamiento del campo alterno. En el caso de las mediciones de magnetización la respuesta es siempre negativa y presenta irreversibilidad a bajas temperaturas, donde la respuesta FC es menos diamagnética que en el caso ZFC. En mediciones con campos aplicados a ángulos arbitrarios la contribución positiva a la respuesta del sistema estará relacionada a la susceptibilidad mientras que la negativa a la magnetización estática. Esta última es la responsable de la irreversibilidad observada.

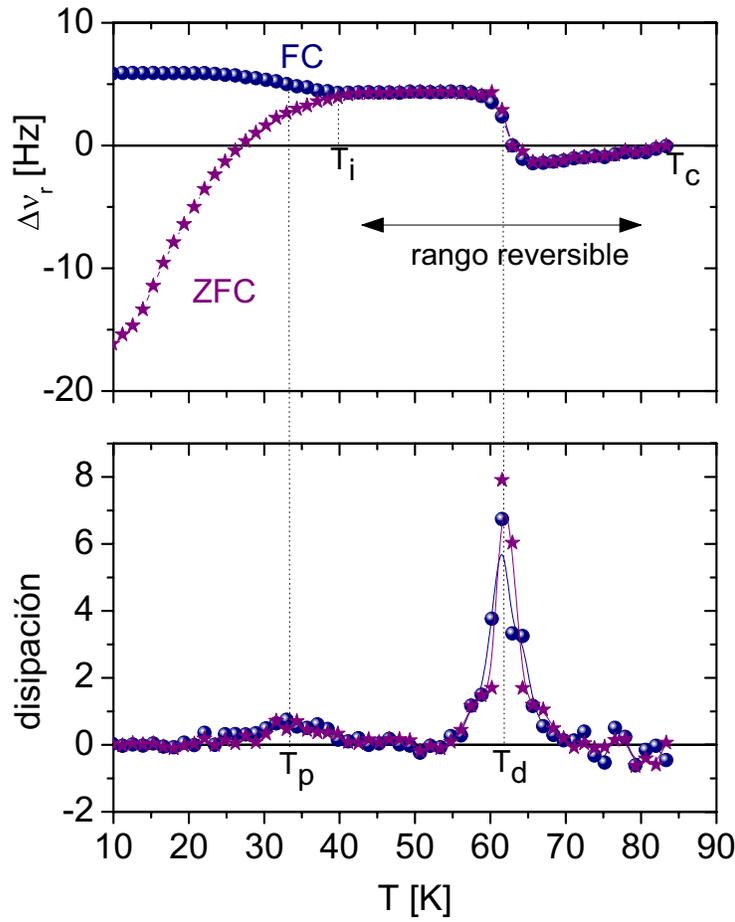


Figura 6.16: Mediciones ZFC-FC con campo magnético aplicado $H_0 = 273$ Oe a 30° con respecto a la perpendicular de los planos ab . Se detectan las temperaturas T_c , T_i , T_d y T_p . Arriba: variaciones de la frecuencia de resonancia. Abajo: valores proporcionales a la disipación de la muestra en un ciclo, en unidades arbitrarias.

Teniendo en mente el diagrama de fases del BSCCO de una muestra macroscópica (ver por ejemplo la figura 4.7) y lo expuesto en el capítulo 4 sobre mediciones de susceptibilidad alterna y osciladores mecánicos, analizamos los datos obtenidos. La muestra transiciona desde su estado normal al líquido de vórtices a altas temperaturas en T_c , donde la variación de frecuencia de resonancia del oscilador empieza a tener un valor no nulo y negativo (ver fig. 6.16). El sistema de vórtices en estado líquido tiene una respuesta óhmica con resistividad finita, el campo alterno penetra totalmente en la muestra y por lo tanto la respuesta en esta región está dominada por la magnetización estática. A temperaturas cercanas a T_d la variación de la frecuencia de resonancia presenta un incremento brusco. Esto se produce por la contribución de una componente positiva a la respuesta, asociada a la susceptibilidad, que a su vez presenta un pico disipativo. Considerando que todo pico disipativo está asociado con la coincidencia entre el *skin depth* y alguna dimensión característica de la muestra [105], esta temperatura representa un aumento del apantallamiento y una disminución en la resistividad.

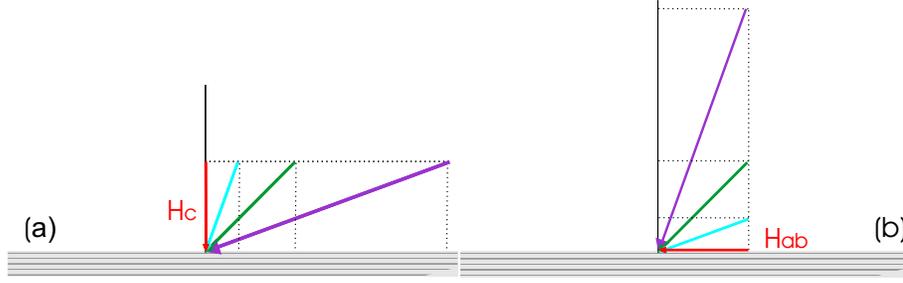


Figura 6.17: Esquema de los campos aplicados en los dos experimentos realizados para estudiar las características de T_d , a) manteniendo la componente perpendicular a los planos constante y variando la paralela, b) manteniendo constante la paralela.

En mediciones con osciladores se inducen corrientes alternas en las dos direcciones principales de la muestra. Por lo que, con este experimento, no es posible conocer si la caída en la resistividad se debe a la correlación de vórtices en los planos, con lo cual la resistividad en los planos cae a cero; a un acoplamiento en el eje c de panqueques de diferentes planos, donde la resistividad entre planos cae a cero; o ambas simultáneamente. De todas formas, este comportamiento de χ indica que por debajo de T_d los vórtices se han correlacionado en alguna dirección, dando lugar a una caída en la resistividad y un aumento en el apantallamiento. Esta fase es reversible hasta T_i , por debajo de la cual la respuesta FC se separa de la ZFC como consecuencia de la efectividad del pinning. La temperatura de irreversibilidad será estudiada con detalle en el próximo capítulo, mientras que el estudio realizado de T_d y T_p se presenta a continuación.

6.4.1. Pico disipativo a altas temperaturas.

Algunas de las características de T_d se pueden obtener realizando mediciones ZFC-FC en dos tipos experimentos, para campos aplicados a diferentes ángulos. El primer experimento consiste en mantener constante la componente perpendicular a los planos superconductores H_c y variar la componente paralela a ellos, H_{ab} (como se muestra en el esquema de la figura 6.17(a)). Los datos obtenidos de la variación de frecuencia de resonancia en las mediciones FC para tres valores de campo se muestran en la figura 6.18. La energía disipada por la muestra por ciclo se muestra en el inset de esta figura. Definimos la temperatura T_d como aquella a la cual se encuentra el punto de inflexión de $\Delta\nu_r$ y que coincide con la temperatura a la cual se observa el máximo en la disipación⁶. En la figura 6.19 se grafica las temperaturas obtenidas de T_d normalizadas por T_c en función de H_{ab} . Se observa que T_d aumenta con el campo aplicado paralelo a los planos superconductores.

Para la transición de primer orden en BSCCO se ha encontrado un comportamiento similar en numerosos trabajos experimentales [126–131]. El campo de melting en el eje c disminuye linealmente con la aplicación de un campo magnético

⁶Para obtener T_d a los datos de la frecuencia de resonancia se les restó la función lineal de altas temperaturas que asignamos a la magnetización, así sólo analizamos la componente de la susceptibilidad.

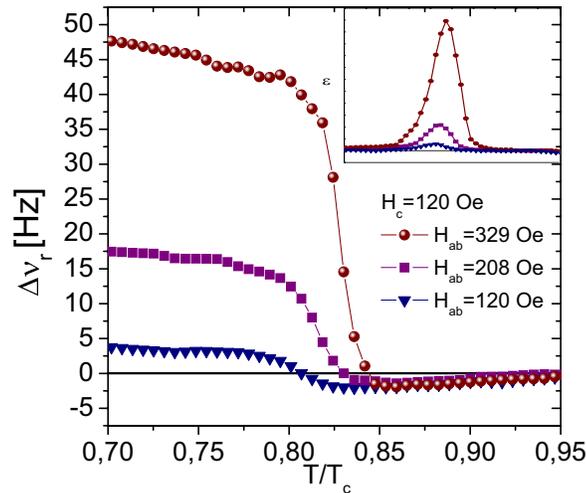


Figura 6.18: Mediciones FC para diferentes direcciones y magnitudes de campo magnético, manteniendo la componente perpendicular a los planos constante. El valor de campo perpendicular a los planos es de $H_c = 120$ Oe, mientras que los valores de campo paralelo se especifican en la gráfica. Inset: energía disipada por la muestra en unidades arbitrarias.

en los planos ab hasta un cierto valor de campo, a partir del cual la disminución se hace mucho más suave. La dependencia lineal ha sido interpretada por Koshelev [132], quien propuso que el estado fundamental en superconductores altamente anisotrópicos en campos magnéticos aplicados a un ángulo arbitrario, está dado por redes cruzadas de vórtices Josephson y vórtices panqueques.

En superconductores moderadamente anisotrópicos un campo magnético aplicado paralelo a los planos superconductores sólo inclina la red de vórtices. En cambio, en el caso de acoplamientos Josephson débiles y con acoplamientos magnéticos predominantes se generan redes cruzadas, debido a que al sistema le cuesta energía magnética inclinarse desde su posición de equilibrio. Teniendo en cuenta que la interacción entre vórtices panqueques y Josephson es atractiva, el estado fundamental está dado por una red diluida de vórtices Josephson coexistiendo con una red de panqueques. Los panqueques se acumulan y forman cadenas sobre los vórtices Josephson, entre estas últimas la red de panqueques es triangular. En este estado de redes cruzadas la energía libre depende linealmente del campo paralelo. Como consecuencia la temperatura y campo de melting de la red de panqueques también dependen linealmente de dicho campo. A altos valores de campo magnético paralelo a los planos, los vórtices Josephson empiezan a solaparse fuertemente. En el régimen de un alto solapamiento el campo sólo produce débiles deformaciones tipo *zig-zag* de la red de panqueques. En nuestro caso, el aumento de T_d con campo magnético paralelo a los planos implica que por debajo de esta temperatura existe correlación entre planos (la muestra no es transparente a esta componente de campo).

Realizamos también el experimento complementario, manteniendo constante la componente de campo paralela a los planos y variando la perpendicular, como se

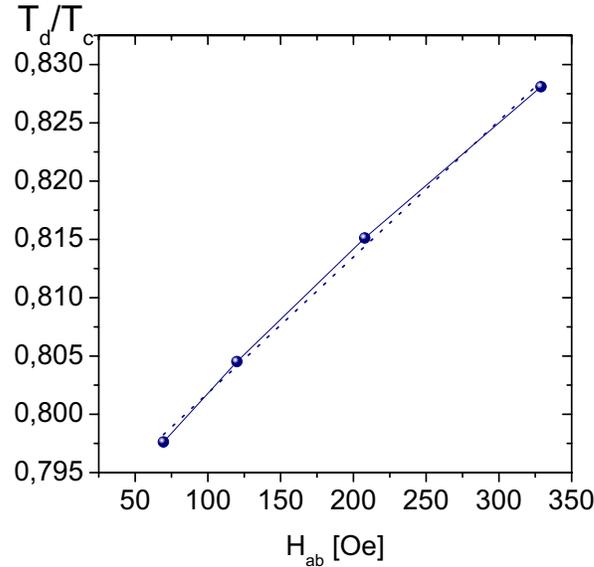


Figura 6.19: T_d en función del campo paralelo a los planos, H_{ab} .

muestra en el esquema de la figura 6.17(b). La energía disipada por la muestra para diferentes campos aplicados se muestra en la figura 6.20. A medida que aumenta la componente de campo perpendicular T_d disminuye. El comportamiento de T_d con campo H_c se analizará en el próximo capítulo.

A continuación estudiamos las curvas obtenidas de la energía disipada por la muestra (inset de la figura 6.18 y figura 6.20) para diferentes campos aplicados, con el objetivo de obtener información sobre cuales son las corrientes alternas circulando en la muestra que producen dicha disipación. En la figura 6.21 se muestra la disipación obtenida en ambos experimentos, a modo de comparación⁷. Experimentos de susceptibilidad [73] demostraron que al aplicar un campo magnético *dc* perpendicular a los planos superconductores y un campo alterno en la misma dirección, el pico en la disipación está asociado a la caída de la resistividad en los planos. En el caso de campo alterno paralelo a los planos el pico de disipación está asociado a la caída de resistividad entre ellos. El pico disipativo del segundo caso posee una altura un orden de magnitud menor que el del primer caso. En experimentos mediante osciladores mecánicos no es posible identificar *a priori* si la corriente que produce la disipación se encuentra en los planos o entre ellos. Si la pérdida de coherencia entre planos se produce a temperaturas cercanas a la pérdida de coherencia en ellos, la disipación producida por corrientes entre planos se vería opacada por la otra.

El comportamiento cualitativo puede observarse en la figura 6.21. En el primer experimento donde se mantiene constante H_c , la energía disipada depende de la componente H_{ab} , ya que para campos más grandes el valor del pico disipativo aumenta. En cambio, en el segundo experimento el aumento de la componente H_c no produce cambios apreciables en la forma y altura del pico de disipación. Se observa

⁷No se muestran todas las curvas obtenidas, solo las necesarias para comparar sus dependencias.

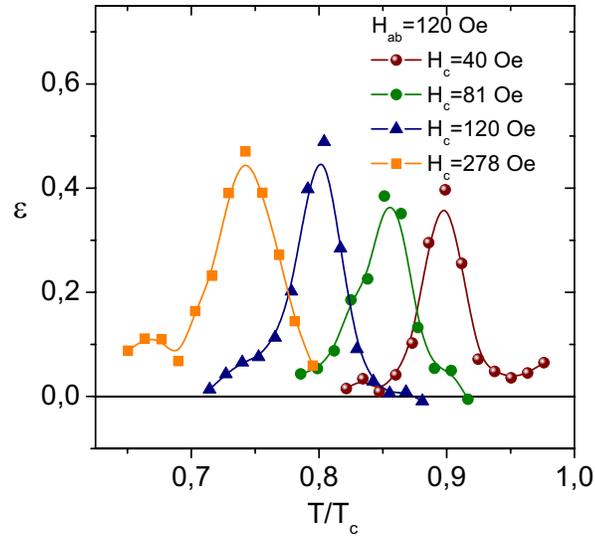


Figura 6.20: Energía disipada por la muestra en función de temperatura reducida para diferentes direcciones y magnitudes de campo magnético, manteniendo la componente paralela a los planos constante.

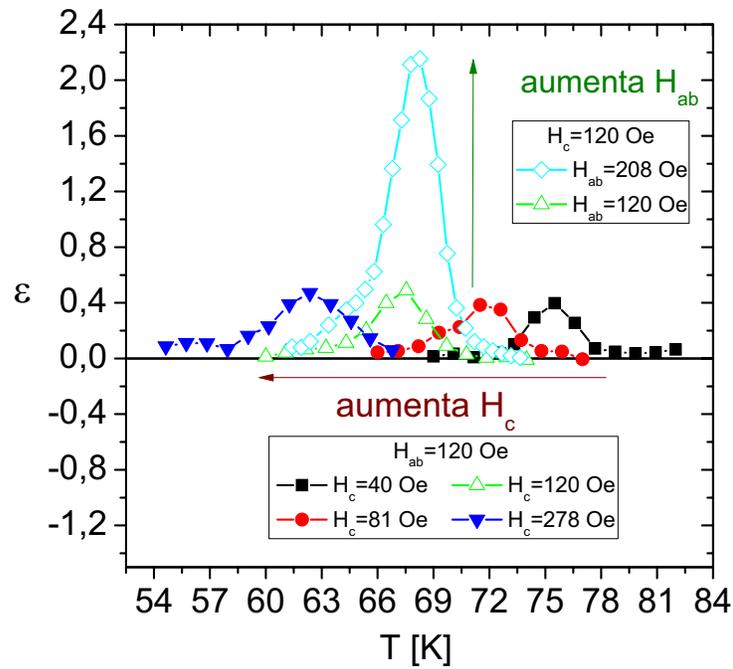


Figura 6.21: Picos de disipación para los dos experimentos realizados.

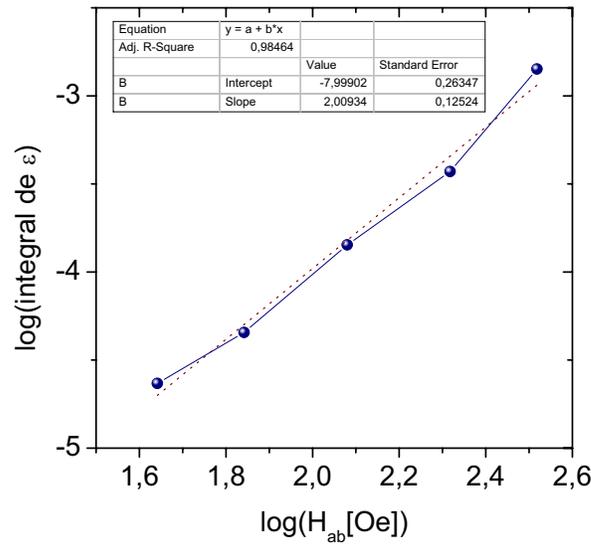


Figura 6.22: Integral de la disipación en el rango de temperaturas donde se produce la caída de la resistividad y el aumento del apantallamiento en función de H_{ab} .

que la disipación principalmente depende de la componente de campo paralela a los planos. Evidentemente la altura del pico disipativo no depende de H_c .

La integral de ϵ sobre el rango de temperaturas donde se presenta la transición es una función cuadrática de H_{ab} , como puede observarse en la figura 6.22. En la aproximación lineal, el término de energía relacionado con las corrientes alternas que apantallan el campo inducido perpendicular a los planos superconductores, es una función cuadrática de H_{ab} . Por lo tanto, la disipación involucrada en la caída de resistividad a altas temperaturas está controlada principalmente por corrientes alternas circulando en los planos.

Resumiendo, en T_d ocurre una caída en la resistividad de la muestra y aumenta el apantallamiento del campo alterno. Esta temperatura aumenta con la aplicación de un campo paralelo a los planos superconductores lo que implica que, por debajo de ella, los vórtices poseen correlación a lo largo del eje c . El estudio de la disipación demuestra que ésta está controlada por las corrientes de apantallamiento en los planos superconductores, es decir que por debajo de T_d , el sistema de vórtices está correlacionado en los planos. A partir de estos resultados podemos concluir que T_d separa un sistema de líquido de vórtices de un sólido de ellos a más bajas temperaturas correlacionado en el eje c y en los planos ab .

6.4.2. Pico disipativo a bajas temperaturas.

La variación de frecuencia de resonancia a bajas temperaturas en T_p (ver figura 6.16), asociada al segundo pico disipativo, en principio podría estar relacionada con la transición T_{0D} [73, 90]. Por debajo de esta temperatura T_{0D} la red de vórtices se encuentra congelada en un estado que topológicamente presenta las características del estado líquido de altas temperaturas. En esta región de bajas temperaturas, la longitud de Larkin longitudinal, L_c , puede llegar a ser del orden del espesor

de los planos superconductores [133]. En este caso el anclaje es individual y la interacción vórtice-defecto domina sobre la interacción vórtice-vórtice. El anclaje individual implica que la corriente crítica, la constante de *Labush* y la energía de anclaje colectivo son independientes de la densidad de vórtices [90]. En este rango de temperaturas el anclaje es más efectivo y por lo tanto se observa un aumento en el apantallamiento (o en nuestro caso, en la variación de frecuencia de resonancia) asociado al pico disipativo.

La predicción de la temperatura T_{0D} es que es independiente del campo magnético aplicado y del tamaño de la muestra. Estudios realizados en muestras de BSCCO con diferentes dopajes⁸ muestran que esta temperatura es cercana a 20 K. Los valores de temperatura obtenidos de los picos disipativos con un campo aplicado de ~ 350 Oe son: $T_p = (33.8 \pm 2)$ K, $T_p = (38.5 \pm 2)$ K y $T_p = (45.5 \pm 2)$ K para las diferentes muestras en orden creciente de tamaño, respectivamente. Sólo se realizaron mediciones de esta temperatura a dos campos aplicados en cada muestra. Estas temperaturas difieren notablemente de los 20 K encontrados en la literatura. Además, T_p aumenta con el tamaño del sistema.

En consecuencia, no podemos asegurar que este pico disipativo esté asociado a dicha transición. En el capítulo 7 se discutirá brevemente otros posibles orígenes de T_p .

6.5. Conclusiones

En el transcurso de este capítulo vimos que en los casos en que el campo magnético es aplicado en las direcciones principales de la muestra, obtenemos información de la susceptibilidad transversal o de la magnetización. En la configuración de campo aplicado paralelo a los planos superconductores se verificó que la susceptibilidad magnética es independiente de campo en el estado Meissner y que colapsa a un valor constante considerando los factores desmagnetizantes de las distintas muestras. Mediante la expresión de la susceptibilidad compleja obtenida por ref. [125] es posible obtener el valor de la longitud de penetración $\lambda_{ab} \simeq (2110 \pm 94)$ Å. En el caso de campo perpendicular a los planos *ab* se detectó la temperatura de irreversibilidad pero no así la correspondiente a la transición de primer orden, debido a que el error experimental es del orden del cambio esperado en dicha transición. Las temperaturas críticas obtenidas para las distintas muestras de radios $6.75 \mu\text{m}$, $13.5 \mu\text{m}$ y $25 \mu\text{m}$ fueron de (84.2 ± 0.7) K, (85.3 ± 0.5) K y (89.6 ± 0.6) K.

La respuesta magnética del sistema al aplicar campo magnético a un ángulo ϕ respecto a los planos superconductores, es una combinación de los casos anteriores. Los datos presentan nuevos comportamientos característicos que determinan la estructura en la que se encuentra el sistema de vórtices. A altas temperaturas por debajo de T_c , en T_d , se encuentra que el sistema líquido de vórtices transiciona a una fase sólida de vórtices, donde la respuesta del sistema sigue siendo reversible hasta una temperatura de irreversibilidad T_i . A la temperatura T_d se produce un incremento de la variación de frecuencia de resonancia y un pico de disipación.

⁸Comunicación de Dr. V. Correa.

El incremento en la variación de frecuencia de resonancia se debe al comienzo del apantallamiento del campo alterno. Por debajo de T_i , en T_p , se produce otro cambio característico en $\Delta\nu_r$ que también tiene asociado un pico disipativo. Esta temperatura en principio puede estar relacionada a la transición T_{0D} .

En el próximo capítulo presentamos el diagrama de fase H vs. T para muestras superconductoras mesoscópicas, obtenido a partir de mediciones de T_d y T_i . También se estudia el efecto de tamaño en estas dos líneas características.

Capítulo 7

Efecto de Tamaño en el diagrama de fase H vs. T del BSCCO

En este capítulo se presenta el diagrama de fases construido para una muestra mesoscópica de BSCCO y se discute el origen de las diferencias encontradas con el caso correspondiente a una muestra macroscópica. La diferencia más importante es la separación y disminución de la línea de irreversibilidad con respecto a la transición líquido-sólido de vórtices. Este comportamiento no puede ser explicado mediante barreras de superficie, geométrica ni efectos de *shaking*. Se analiza la dependencia de la línea de irreversibilidad con el tamaño de la muestra utilizando la teoría elástica de Larkin-Ovchinnikov, y se obtiene un muy buen acuerdo entre los experimentos y la teoría.

7.1. Diagrama de fases del BSCCO para una muestra mesoscópica

En esta sección se presenta el diagrama de fases construido a partir de mediciones ZFC-FC y ciclos en campo magnético. Con estos protocolos de medición es posible detectar la temperatura T_i .

La línea de irreversibilidad puede determinarse mediante dos tipos de experimentos: mediciones ZFC-FC a diferentes campos magnéticos o ciclos de H_0 a temperatura fija. En el primer caso, para un campo aplicado fijo, se define T_i como la temperatura a la cual la diferencia entre la respuesta ZFC y la FC es del orden del error de medición (0.2 Hz). El tiempo de medición necesario para obtener una curva completa ZFC-FC es ~ 24 horas¹. A raíz de ello se optó por la segunda técnica, realizando ciclos de campo magnético a temperatura fija². El campo magnético siempre se aplicó perpendicular a los planos superconductores, como consecuencia la

¹Este tiempo depende de la muestra que se esté midiendo y del campo aplicado, ya que a mayores tamaños de muestra y a mayores campos aplicados, la variación de frecuencia de resonancia es mayor, y por lo tanto el barrido en frecuencias que hay que efectuar aumenta.

²Los ciclos demoran entre 4 y 8 horas cada uno.

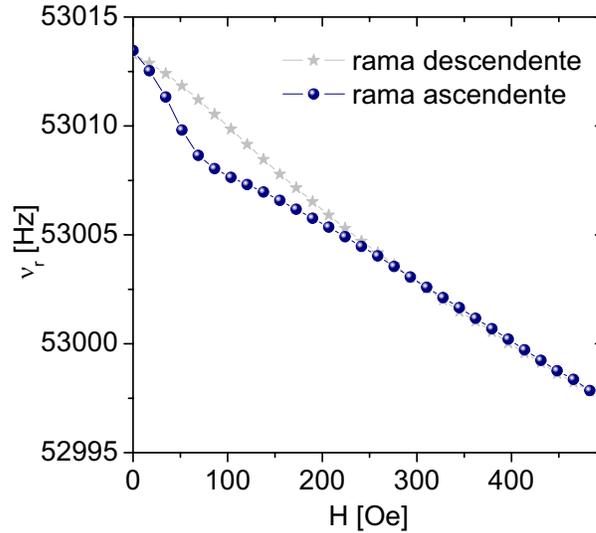


Figura 7.1: Ciclo de variación de frecuencia de resonancia en función de campo magnético perpendicular a los planos superconductores a $T = 44$ K.

variación de frecuencia de resonancia disminuye con campo. Este comportamiento de la respuesta magnética se muestra en la figura 7.1. La sustracción de la rama ascendente de campo respecto a la descendente para diferentes temperaturas se muestra en la figura 7.2. De la misma forma que antes, el campo de irreversibilidad, H_i , es aquel al cual la diferencia entre las dos ramas es del orden del error de medición.

Una vez obtenidos el campo y/o la temperatura de irreversibilidad y T_d (como se mostró en el capítulo anterior), podemos construir el diagrama de fases de un disco superconductor mesoscópico de BSCCO. En la figura 7.3 se muestra el diagrama de fases tentativo para el disco de $27 \mu\text{m}$ de diámetro y $1 \mu\text{m}$ de espesor. Comparando este diagrama con el esquema del que se conoce en muestras macroscópicas (ver esquema de la figura 4.7) la primera diferencia importante que encontramos es que la línea de irreversibilidad se encuentra a temperaturas mucho menores que T_d . Este resultado implica la posible existencia de una fase sólida de vórtices reversible. Las fuentes de este comportamiento pueden ser varias, y serán discutidas a continuación. Obtuvimos diagramas de fases cualitativamente similares en todos los casos estudiados en esta tesis.

7.1.1. Irreversibilidad: barreras geométricas, de superficie ó shak-ing?

La interpretación estándar de la línea de irreversibilidad es que por debajo de ella los vórtices se encuentran anclados al material por efectos de pinning y por lo tanto la corriente crítica es no nula. En cambio, por encima de ella los vórtices están desanclados y pueden moverse libre y reversiblemente [67]. Independientemente de la presencia de centros de anclaje, el mecanismo generador de irreversibilidad más común (y uno de los más discutidos en la literatura) está relacionado con

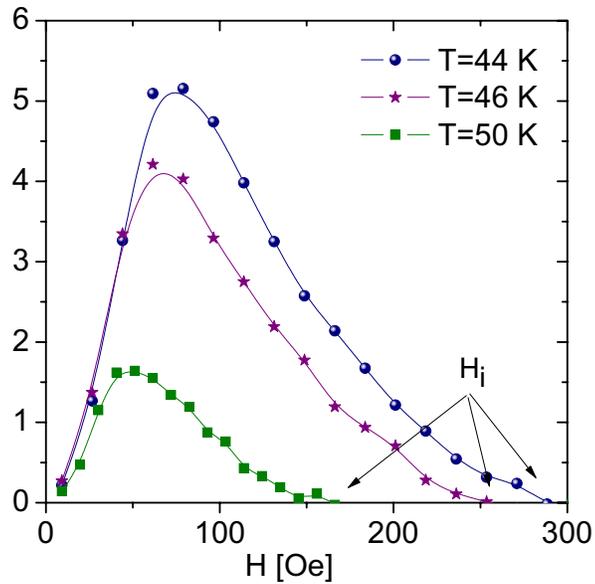


Figura 7.2: Diferencia entre la variación de frecuencia de resonancia obtenida de la rama descendente de campo con respecto a la ascendente, realizadas a temperaturas fijas (que se detallan en la figura). Mediante este mecanismo podemos encontrar el campo de irreversibilidad para cada temperatura.

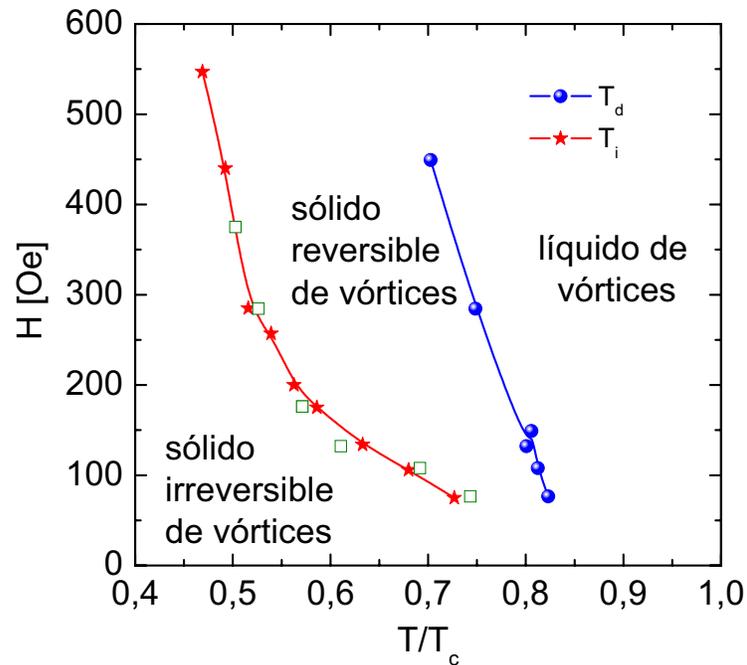


Figura 7.3: Diagrama de fases tentativo para un disco superconductor de BSCCO de $27\ \mu\text{m}$ de diámetro y $1\ \mu\text{m}$ de espesor (símbolos cuadrados representan mediciones de T_i obtenidas mediante experimentos ZFC-FC).

las barreras geométricas y de superficie introducidas en el capítulo 4. En cristales limpios de BSCCO, se ha demostrado que el pinning es despreciable (salvo a muy bajas temperaturas) y por lo tanto, estas barreras son las fuentes dominantes de irreversibilidad [86, 99, 134, 135]. En general esta línea coincide con el comienzo del apantallamiento del campo alterno, donde el líquido de vórtices se solidifica. En nuestros experimentos la línea de irreversibilidad se desplaza hacia temperaturas menores que la predicha por dicho efecto. Muy pocos trabajos experimentales muestran este mismo comportamiento. A continuación, para cada posible fuente de irreversibilidad, se presentarán brevemente los antecedentes encontrados en la literatura. Luego se discutirá si el efecto obtenido en nuestras mediciones puede relacionarse a algunos de estos mecanismos.

Barreras Geométricas

Antecedentes: Majer *et al* [89] demostraron que la línea de irreversibilidad, IL, debida a la barrera geométrica y la transición de primer orden se generaba por diferentes (y no relacionados) mecanismos físicos. A un cristal de sección transversal rectangular lo pulieron hasta obtener una geometría piramidal. Mediante mediciones magnéticas utilizando un arreglo de sensores *Hall*, observaron que en el caso de la muestra sin pulir ambas líneas (melting e irreversibilidad) coincidían, mientras que para la muestra pulida la línea de irreversibilidad se movía hacia temperaturas menores. Este corrimiento se atribuye a que los vórtices en la muestra piramidal tienen que sufrir menos deformaciones y gastar menos energía elástica para penetrar la muestra que en el caso de una muestra de sección transversal cuadrada. En otras palabras, modificando el perfil de la muestra lograron reducir la barrera geométrica. No obstante, no pudieron anularla, ya que esto sólo se logra en el caso de una muestra de sección elíptica, donde la fuerza de Lorentz producida por las corrientes de apantallamiento se compensa con la tensión de deformación a lo largo de toda la muestra. Este trabajo demostró que en muestras limpias de BSCCO la IL no da información del estado de los vórtices ni tampoco refleja una transición de fase.

Zeldov *et al* [99] realizaron una descripción teórica de la dinámica de vórtices en muestras delgadas con campo aplicado perpendicular a los planos superconductores y compararon sus resultados con los obtenidos experimentalmente. De esta forma, calcularon los perfiles de campo y corrientes en estas geometrías. En ausencia de pinning la barrera geométrica resulta en magnetización histerética y la línea de irreversibilidad sigue la dependencia de temperatura de H_{c1} . Este último resultado fue obtenido también por Brandt [136, 137], quien mediante métodos numéricos obtuvo que tanto el campo de penetración³, H_p , como el campo de irreversibilidad debidos a barreras geométricas dependen de H_{c1} y son proporcionales a la relación de aspecto de las muestras $\frac{e}{2R_s}$, donde e es el espesor y R_s el radio de las muestras:

$$H_p = H_{c1}(T) \tanh \sqrt{0.67e/2R_s}, \quad (7.1)$$

$$H_i = H_{c1}(T)(0.75 + 0.15 \ln(e/2R_s)), \quad (7.2)$$

³Este campo es aquel en el cual ocurre la entrada del primer vórtice en la muestra.

Aquí H_{c1} es el campo crítico del material masivo. Las ecs. (7.1) y (7.2) implican que si la irreversibilidad está dominada por barreras geométricas, las líneas de campo de penetración y de irreversibilidad deben tener la misma dependencia en temperatura (dada por H_{c1}). Además, el campo de irreversibilidad para una dada temperatura y un dado espesor de muestra debe ser menor para muestras de diámetros mayores.

Análisis: Nuestros resultados muestran que la irreversibilidad observada en las muestras microscópicas, no está dominada por la presencia de barreras geométricas. Arribamos a esta conclusión luego de analizar diferentes evidencias. En primer lugar consideremos que, si durante la fabricación de nuestros discos el monocristal se encuentra desalineado con el haz de iones durante el ataque físico, esto puede provocar perfiles tipo cuña en dichos discos (ver figura 5.7). Por otro lado, debido al movimiento del oscilador la sección transversal de la muestra vista por el campo posee forma de cuña, más pronunciada mientras mayor sea la amplitud de oscilación. Si la disminución de la IL en nuestros discos se debe a alguno de estos efectos, dicha disminución debería ser menor que la que presenta la muestra piramidal, ya que en los discos la barrera se ve disminuida sólo cerca de la superficie. Sin embargo, nuestros datos están a temperaturas mucho menores que los que presenta Majer [89] de la muestra piramidal.

En el capítulo anterior vimos que al aplicar campo perpendicular a los planos superconductores la respuesta del sistema está asociada a la magnetización mediante la ec.(6.11). Aplicando dicha ecuación a nuestros datos (como los presentados en la figura 7.1) se obtienen ciclos de magnetización en función de campo como el que se muestra en la figura 7.4. El campo correspondiente al mínimo en la rama ascendente de H_0 es el campo de penetración, por encima del cual el módulo de la magnetización disminuye evidenciando la penetración de vórtices. En la figura 7.5 se muestra la línea de irreversibilidad y la de penetración de campo para la muestra de $27\ \mu\text{m}$ de diámetro (la línea de penetración se multiplicó por un factor 4 para poder realizar la comparación de la funcionalidad con temperatura de ambas líneas). Se observa claramente que dichas líneas no poseen la misma dependencia en temperatura.

Por otro lado, considerando nuevamente los datos obtenidos por Majer *et al* [89], la muestra de sección transversal cuadrada (antes de pulirla) posee una relación de aspecto ($\frac{c}{2R_s}$) que se encuentra en un valor intermedio a las correspondientes a nuestros discos. La línea de irreversibilidad que obtienen coincide con la línea de melting termodinámica y por lo tanto se encuentra a temperaturas mayores que la correspondiente a nuestros datos.

Podemos concluir que la irreversibilidad no está dominada por la presencia de barreras geométricas debido a que la línea de irreversibilidad y la de penetración no poseen la misma dependencia con temperatura. Además, la IL obtenida en muestras de igual relación de aspecto que las nuestras coinciden con la transición melting⁴. Por otro lado, la prueba más sólida de que la línea de irreversibilidad no está dominada por barreras geométricas es considerando la ec.(7.2). Esta implica que el campo de irreversibilidad debe disminuir con el aumento de los diámetros de los discos. Sin

⁴Recordemos que las barreras geométricas sólo dependen de la relación de aspecto de las muestras.

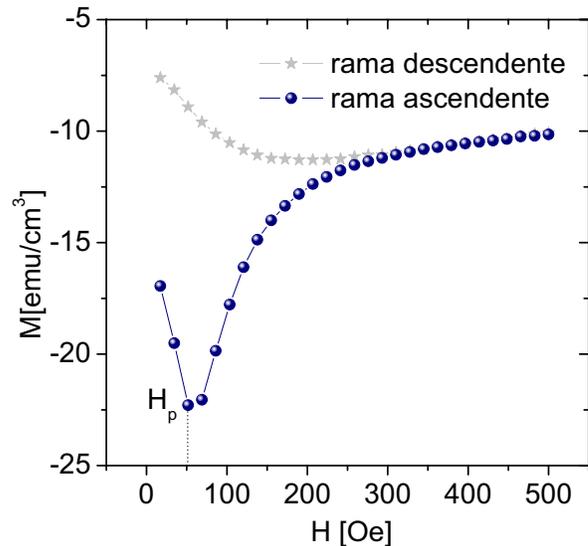


Figura 7.4: Ciclo de magnetización en función del campo.

embargo, en la figura 7.6 se observan las IL de las muestras estudiadas en esta tesis, las cuales presentan un comportamiento inverso al predicho.

Barreras de Superficie

Antecedentes: La propiedad que caracteriza a la barrera de superficie BL, su huella digital, es que la rama descendente en los ciclos de histéresis la magnetización debe ser casi nula [138]. Como ejemplo se muestra en la figura 7.7 un ciclo de histéresis dominado por barreras de superficie obtenido en ref. [139]. Estos ciclos corresponden a una muestra de BSCCO medida mediante un arreglo de sensores *Hall*. Las corrientes de apantallamiento son proporcionales a la magnetización, por lo tanto, cuando la rama descendente del ciclo llega al valor de magnetización nulo la barrera BL desaparece⁵. En estas condiciones y disminuyendo aún más el campo, los vórtices son capaces de salir de la muestra libremente ya que no hay corrientes de apantallamiento en la superficie de la muestra.

Análisis: El último argumento en el análisis de la barrera geométrica también puede utilizarse para demostrar que las barreras de superficie tampoco dominan la IL, ya el campo de penetración y por lo tanto el de irreversibilidad son menores cuando el diámetro de la muestra aumenta [7]. Sin embargo, la evidencia más fuerte la presentan los ciclos de magnetización obtenidos en nuestro experimento. Uno de ellos se mostró en la figura 7.4. Este claramente presenta una magnetización distinta de cero en la rama descendente y por lo tanto la barrera BL no domina la línea de irreversibilidad en nuestro experimento.

⁵Recordemos que la barrera BL es la competencia entre el vórtice imagen que atrae al vórtice hacia la superficie y las corrientes de apantallamiento que empujan al vórtice hacia el centro de la muestra.

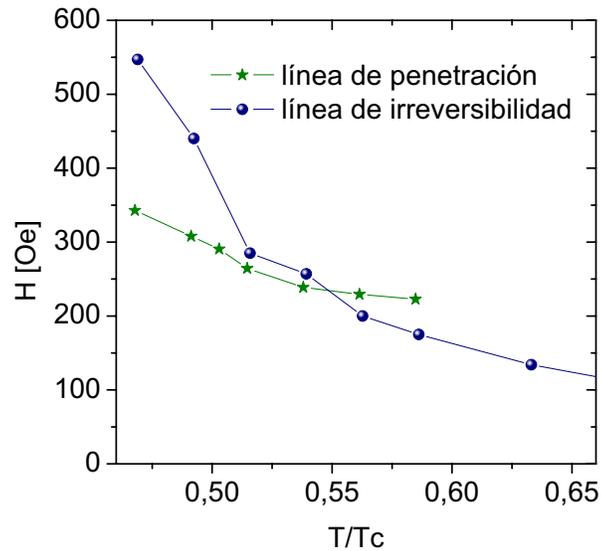


Figura 7.5: Comparación entre la funcionalidad de la línea de irreversibilidad y la de penetración en función de la temperatura reducida.

Shaking

Antecedentes: Otro mecanismo conocido en la literatura que puede producir este efecto de disminuir la temperatura de la línea de irreversibilidad es el *shaking* [140–142]. La aplicación de un campo magnético continuo perpendicular a los planos superconductores y un campo alterno paralelo h_{ac} a ellos conduce a un rápido decaimiento de las corrientes irreversibles estableciendo un estado de equilibrio en el superconductor. Si la red de vórtices se encuentra en equilibrio y se aplica un h_{ac} perpendicular a ella los vórtices se inclinan periódicamente un ángulo pequeño. Por otro lado, si el superconductor se encuentra en estado crítico, las corrientes fluyendo en este estado generan una distribución no uniforme de $B_z(x)$, donde z corresponde al eje c de la muestra y por lo tanto a la dirección del campo continuo aplicado. En cada punto donde la corriente⁶ es distinta de cero la inclinación debida a h_{ac} no es simétrica con respecto al plano central de la muestra, por lo que en cada ciclo esta asimetría empuja a los vórtices hacia el centro de la muestra hasta equilibrar B (distribución homogénea). Este proceso genera un campo eléctrico dc el cual disminuye la corriente hasta hacerla cero, momento en el cual la asimetría desaparece. Una visión más elemental de este efecto es que la agitación debida al h_{ac} provoca que los centros de anclaje sean menos efectivos para los vórtices y pasen a un estado de equilibrio reversible.

Beidenkopf *et al.* [143, 144] realizaron mediciones en BSCCO sobredopado mediante un arreglo de sensores *Hall* aplicando la técnica de *shaking*. La muestra que midieron fue la misma que utilizó Majer, un prisma triangular de base $660 \times 270 \mu\text{m}^2$ y $70 \mu\text{m}$ de altura. Ellos encuentran que la fase sólida de vórtices a bajos campos y temperaturas es un Bragg Glass que, al aumentar temperatura, transiciona a un

⁶Densidad de corriente integrada en el espesor de la muestra, que en los cálculos se considera independiente del valor de la inducción magnética (modelo de Bean).

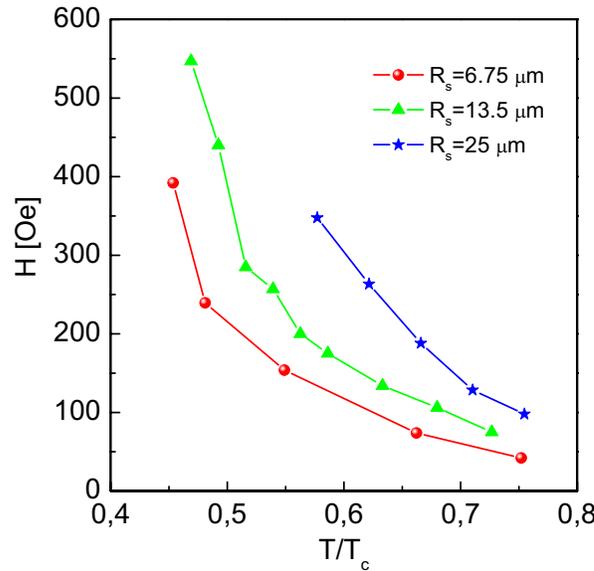


Figura 7.6: Líneas de irreversibilidad para muestras de diferentes tamaños de radio R_s y mismo espesor.

crystal en el cual el desorden es irrelevante. Debido a esto la respuesta en esta región es reversible. Los autores proponen que esta transición es de segundo orden, pero observan una pequeña irreversibilidad que la asocian a la barrera de superficie ya que los vórtices en el *bulk* tienen que estar equilibrados por el *shaking*. El campo alterno que aplican paralelo a los planos es de aproximadamente 350 Oe, casi del mismo orden que el H_{dc} .

Análisis: En nuestro caso, al aplicar un $H_{dc} = 350$ Oe, el campo alterno generado por el movimiento del oscilador es muy pequeño $h_{ac} = H_{dc} \sin \theta \sim 9$ Oe. Para comprobar si el efecto de shaking (efecto dinámico) está presente en nuestras mediciones realizamos ciclos de H_{dc} cambiando la amplitud de excitación a temperatura fija y midiendo el campo de irreversibilidad. En la figura 7.8 se muestran dos de los ciclos obtenidos a diferente amplitud de excitación. La máxima amplitud que se utilizó ($\simeq 140$ mV) fue aquella a partir de la cual el oscilador deja de funcionar en su rango lineal⁷. En la figura 7.9 se muestra la diferencia entre la rama descendente y ascendente de los ciclos obtenidos a $T = 44$ K para diferentes amplitudes de excitación. Teniendo en cuenta que el error cometido en las mediciones es de $\simeq 0.2$ Hz, se observa que H_i es independiente de la excitación y por lo tanto de las variaciones de la amplitud del campo alterno. Podemos concluir que el corrimiento de la línea de irreversibilidad hacia temperaturas menores no es debido a un efecto de shaking.

⁷La variación en la magnitud del campo alterno considerando estas tensiones de excitación, es hasta de un 30%.

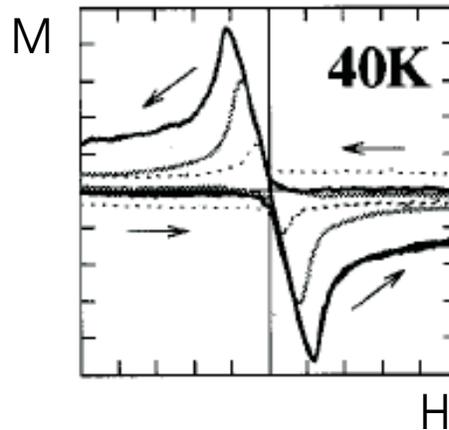


Figura 7.7: Ciclos de histéresis para una muestra de BSCCO extraída de ref. [139], para $T = 40$ K (ver línea continua más gruesa). Se observa que la rama descendente de la magnetización es casi nula, evidenciando la presencia de barreras de superficie.

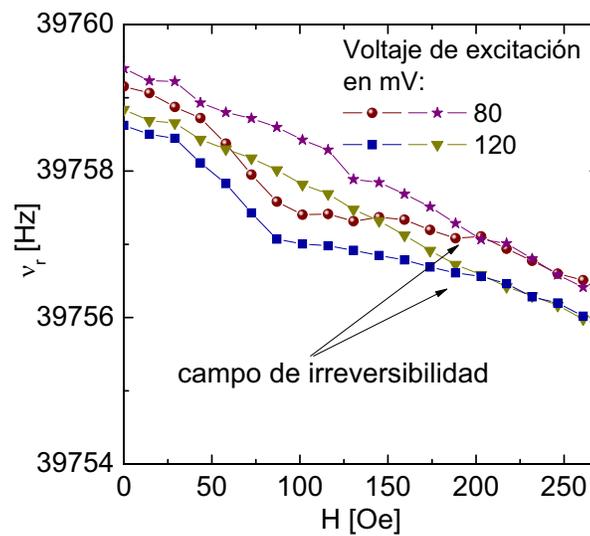


Figura 7.8: Ciclos de variación de frecuencia de resonancia en función de campo magnético para $T = 44$ K y diferentes amplitudes de excitación detalladas en la figura.

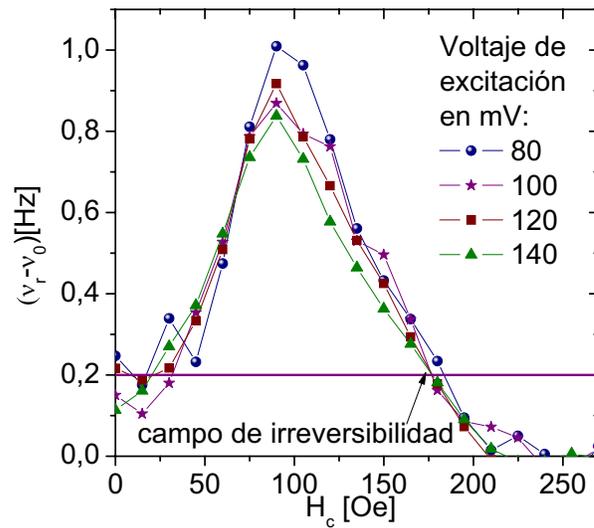


Figura 7.9: Sustracción de la parte del ciclo (mostrado en la figura anterior) bajando campo menos subiendo campo para diferentes amplitudes de excitación detalladas en la figura. El campo de irreversibilidad es aquel en el cual esta diferencia es igual al error cometido en las mediciones.

Resumen

La separación y disminución de la línea de irreversibilidad con respecto a la línea que separa la fase líquida de la fase sólida de vórtices, puede deberse a varios mecanismos. Hasta aquí estudiamos los mecanismos más comunes y concluimos que ninguno de ellos es el responsable de este comportamiento. Esta afirmación surge del análisis hecho anteriormente, el cual describiremos en forma breve a continuación.

La línea de irreversibilidad no está relacionado con **barreras geométricas** debido a que:

- En nuestro experimento esta línea se encuentra a temperaturas menores que las correspondientes a una muestra macroscópica de sección transversal cuadrada con la misma relación de aspecto que los discos, y que aquella obtenida en una muestra de geometría piramidal.
- La línea de irreversibilidad y la línea de penetración no poseen la misma dependencia con temperatura.
- A temperatura constante, el campo de irreversibilidad incrementa su valor con el aumento de los diámetros de los discos.

La IL tampoco está relacionada con la **barrera de superficie** ya que:

- La rama descendente de los ciclos de magnetización en función de campo es distinta de cero.
- El campo de irreversibilidad incrementa su valor con el tamaño de los discos a temperatura fija.

Por último, comprobamos que el efecto de **shaking** no está presente en nuestras mediciones:

- El campo de irreversibilidad es independiente de la amplitud de excitación del oscilador, y por lo tanto de la amplitud del campo alterno.

Analizadas las fuentes típicas que producen irreversibilidad se concluye que ninguna de ellas produce el comportamiento encontrado en los discos superconductores estudiados en esta tesis. A raíz de ello, consideramos que la disminución de la IL es causada por efectos de tamaño finito. El tamaño de la muestra puede ser del orden de las longitudes de correlación de Larkin (introducidas en el capítulo 4) provocando un estado sólido de vórtices reversible. Este análisis se presenta en la siguiente sección.

7.2. Efecto de Tamaño Finito en BSCCO

En esta sección mostraremos que las líneas de irreversibilidad dependientes del tamaño de la muestra escanean con el tamaño y la densidad de vórtices como predice el crossover desde el régimen de Larkin al Random Manifold. Además que el desplazamiento de las líneas correspondientes a la transición de altas temperaturas desde un líquido a un sólido de vórtices con respecto a la transición termodinámica pueden interpretarse mediante el efecto *skin*.

7.2.1. Irreversibilidad: crossover al régimen de Larkin

En el límite termodinámico, la fase Bragg-Glass es el estado fundamental de un sistema de vórtices levemente distorsionados por la presencia de anclaje débil [81]. Su estructura puede caracterizarse a través del desplazamiento u_r de los vórtices (debido al desorden) con respecto a su posición en la red perfecta de Abrikosov. La función de correlación de desplazamientos relativos, W_r , entre dos vórtices a una distancia r , puede ser descripta cuantitativamente por el desplazamiento cuadrático medio:

$$W_r = \overline{\langle [u_r - u_{r=0}]^2 \rangle}, \quad (7.3)$$

donde $\langle \dots \rangle$ es el promedio de las fluctuaciones térmicas y $\overline{\dots}$ es el promedio sobre el desorden. Giamarchi y Le Doussal [81, 82] proponen tres regímenes de la evolución con la distancia r de la función de correlación, los cuales se muestran en la figura 7.10. Para puntos de observación menores a la longitud transversal de Larkin, R_c (ver capítulo 4), el sistema responde a un régimen de Larkin, donde los desplazamientos crecen como $r^{(4-d)/2}$ (donde d es la dimensión del sistema). Este comportamiento es válido hasta que el desplazamiento relativo acumulado de los vórtices es igual a $W_r = \xi^2$. En este régimen el desplazamiento es más pequeño que el tamaño típico de los defectos, y la elasticidad domina sobre el desorden. Esto resulta en que en el volumen de Larkin la red de vórtices se distorsiona muy poco y por lo tanto presenta comportamientos reversibles. Entre R_c y R_a cada vórtice se encuentra próximo a su posición de equilibrio, con desplazamientos entre ξ y el parámetro de red, $a_0 = (\phi_0/B)^{1/2}$, y se comporta como una línea elástica en un medio desordenado, lo que se conoce como régimen *Random Manifold*. Para distancias mayores a R_a el sistema se encuentra en el régimen de Bragg Glass, y $W_r \sim \log(r)$. En los últimos dos

regímenes se espera irreversibilidad debido a la efectividad de los centros de anclaje. Como consecuencia, si el radio de una muestra superconductora es menor que R_c para un cierto rango de campos y temperaturas, la red de vórtices se encontrará en un estado sólido reversible.

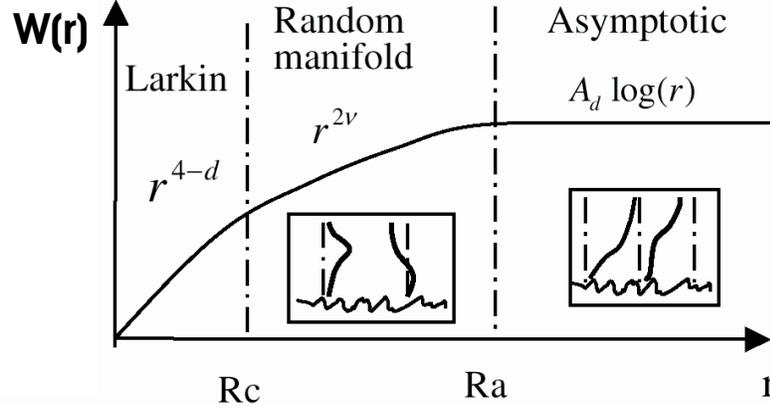


Figura 7.10: Función de correlación de desplazamientos relativos W_r en función de la distancia de observación r (extraída de ref.[83]).

Las longitudes de Larkin pueden ser definidas como lo hicimos en el capítulo 4 (ecs.(4.8) y (4.9)) o a partir de la función de correlación de desplazamientos relativos $W(\mathbf{r})$, tal que: $W(R = 0, L_c) = W(R_c, L = 0) = r_p^2$ donde r_p es el rango del pinning efectivo y crece con temperatura. La temperatura renormaliza el desorden y el desplazamiento de los vórtices en el régimen de Larkin es mayor a ξ y menor a a_0 ($\xi < r_p < a_0$). Para campos aplicados perpendiculares a los planos superconductores el resultado de Larkin-Ovchinnikov es [67]:

$$W(\mathbf{r}) \approx r_p^2 \epsilon^4 \left[\frac{a_0}{l_c} \right]^3 \left[\frac{R^2}{\lambda^2} + \frac{a_0^2 L^2}{\lambda^4} \right]^{1/2}, \quad (7.4)$$

donde l_c es la longitud transversal de Larkin de un vórtice con pinning colectivo, $\epsilon = \frac{1}{\gamma}$, R y L son las longitudes de observación. La ec.(7.4) es válida cuando se satisface $L_c \geq L > \lambda^2/\epsilon a_0$ y $R_c \geq R > \lambda/\epsilon$, tal que puede despreciarse la dispersividad en el módulo de inclinación, C_{44} . Al tener en cuenta la parte dispersiva del C_{44} se agrega a la última expresión un término proporcional al $\ln((R/a_0)^2)$, lo cual dificulta la obtención analítica de R_c . Si bien las desigualdades anteriores no siempre se satisfacen, los resultados obtenidos son consistentes con la ec.(7.4). En esta aproximación se obtiene:

$$R_c \approx \frac{\lambda}{\epsilon^4} \left[\frac{l_c}{a_0} \right]^3, \quad (7.5)$$

$$L_c \approx \frac{\lambda}{a_0} R_c, \quad (7.6)$$

Estas expresiones son análogas a las obtenidas previamente en el capítulo 4 (ver ref.[67]). Para distancias mayores de R_c y/o L_c el sistema adquiere las propiedades

características del régimen Random Manifold y Bragg Glass, mientras que por debajo de ellas la elasticidad domina sobre el desorden. Si los discos superconductores poseen un espesor L_s y radios R_s , tal que $R_s < R_c$ y $L_s < L_c$, presentarán un comportamiento reversible en el estado sólido de vórtices.

Análisis con el tamaño de las muestras

Consideramos que nuestras muestras cumplen con estos requisitos y que la línea de irreversibilidad obtenida es el crossover desde el régimen de Larkin al régimen Random Manifold. Entonces, con $R_s = R_c(B_i, T)$ en la ec.(7.5), asumiendo que $L_c > L_s$ y considerando la dependencia con campo de a_0 , la línea de irreversibilidad $B_i(T, R_s)$ adquiere la siguiente expresión:

$$B_i(T, R_s) \approx \frac{\phi_0}{l_c(T)^2} \left[\frac{\epsilon^4}{\lambda(T)} \right]^{2/3} R_s^{2/3}, \quad (7.7)$$

Si nuestra aproximación es correcta, los datos experimentales deben escalear como:

$$B_i \sim R_s^{2/3}. \quad (7.8)$$

A partir de las líneas de irreversibilidad para diferentes tamaño de muestra (presentadas en la figura 7.6) se grafica $\ln(B_i/R_s^{2/3})$ en función de la temperatura reducida en la figura 7.11. Se observa un muy buen colapso de las tres curvas con el tamaño y la densidad de vórtices como predice la teoría para el crossover entre el régimen de Larkin y Random Manifold.

Por otro lado, en el rango de validez de la ec.(7.5), la línea de irreversibilidad puede utilizarse para obtener una estimación empírica de $R_c(B, T)$:

$$R_c(H, T) = R_s \left[\frac{B}{B_i(R_s, T)} \right]^{3/2}. \quad (7.9)$$

Esta es una estimación directa de la longitud transversal de Larkin, libre de efectos de memoria o de metaestabilidad, ya que es determinada directamente a partir de la línea de irreversibilidad. Esta línea sólo está limitada por la sensibilidad experimental para el pinning. Este resultado provee una validación directa del modelo de Larkin, el cual da lugar a la primera teoría elástica del pinning. La determinación de la longitud transversal de Larkin es muy importante, ya que es la longitud de correlación más corta inducida por pinning y, el resto de las cantidades involucradas en el modelo y longitudes características están relacionadas con ella.

Análisis con temperatura

También realizamos el análisis de la dependencia en temperatura de nuestros resultados. En la ec.(7.7) despreciamos la dependencia con T de $\lambda(T)$ y sólo analizamos el comportamiento de l_c . La dependencia de esta cantidad es más difícil de calcular, pero en términos generales se espera que crezca rápidamente con T para suficientemente altas temperaturas debido a la renormalización del rango de pinning r_p . Desde el punto de vista teórico, cálculos de grupos de renormalización predicen

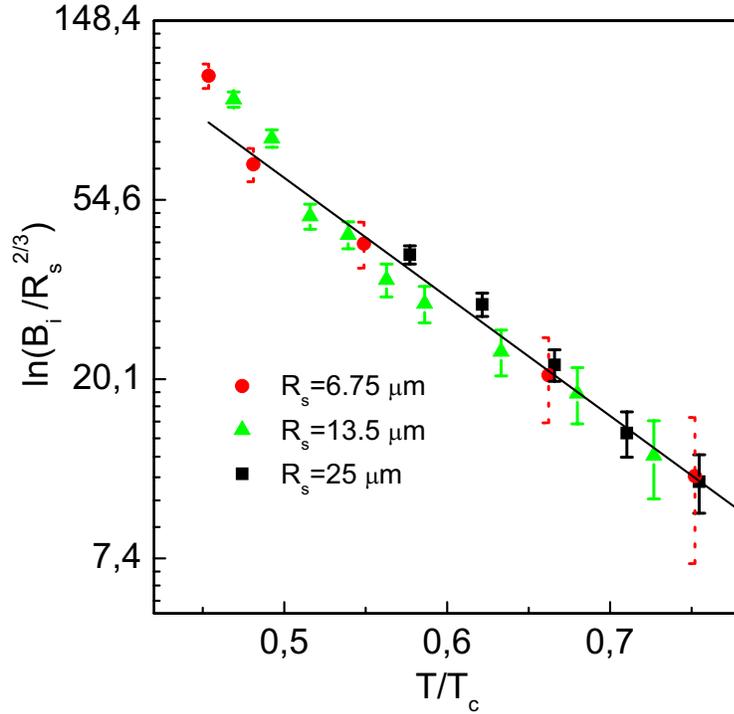


Figura 7.11: Colapso de las líneas de irreversibilidad para los discos de diferentes diámetros. Para ello se utilizó la dependencia con el tamaño de las muestras de la ec.(7.7).

que [145], para desplazamientos de vórtices entre $\xi < u < \lambda$, la dependencia en temperatura es:

$$l_c(T) \sim l_c(0) \exp(T/T_0), \quad (7.10)$$

siendo T_0 alguna temperatura característica. Notar que la condición $\xi < u < \lambda$ se cumple en nuestro caso, ya que estamos interesados en desplazamientos del orden de $r_p(T) \simeq \xi$. Por lo tanto, utilizando la última ecuación en la ec.(7.7) obtenemos,

$$B_i(R_s, T) \sim R_s^{2/3} \exp(-T/T_1), \quad (7.11)$$

con $T_1 = T_0/2$. En la figura 7.11 se muestra el ajuste (línea continua) teniendo en cuenta los datos de las tres muestras. Obtenemos el valor $T_1 = 12.5$ K y por lo tanto $T_0 = 25$ K.

Comparación de los resultados con la literatura

Recientemente se han encontrado otros efectos de tamaño en BSCCO. Por ejemplo, Wang *et al* [9] realizan mediciones mediante puntas *Hall* de discos con diámetros entre 25 y 110 μm , con un espesor de 10 μm . Encuentran que, dependiendo de la temperatura, por debajo de un cierto radio de muestra la transición segundo pico (SMP) desaparece. Esta transición implica un incremento en el pinning de *bulk* y por lo tanto un aumento en la corriente crítica cuando la estructura de la red de vórtices cambia de un régimen $3D$ a uno $2D$. Proponen que para ciertas

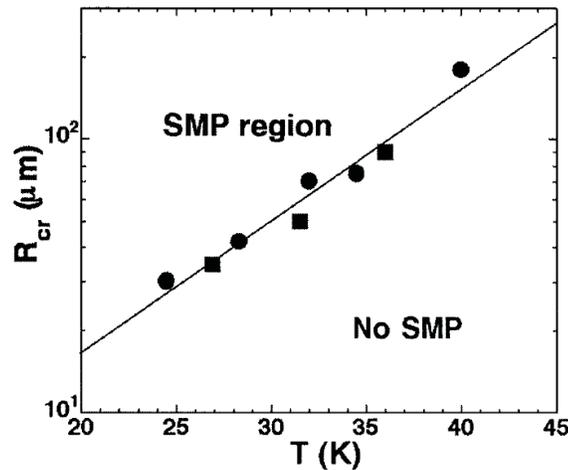


Figura 7.12: Tamaño crítico de la muestra en función de temperatura obtenida de ref.[9]. R_{cr} representa el diámetro de los discos y el ancho en muestras cuadradas. Cuadrados y círculos corresponden a mediciones sobre muestras de geometría cuadrada y discos, respectivamente.

temperaturas la dimensión lateral de las muestras es menor a R_c^{2D} (esta es la longitud transversal de Larkin en el régimen $2D$), y por lo tanto la red de vórtices se encuentra correlacionada en toda la muestra. La capacidad de la red para acomodarse al potencial de pinning se ve disminuida y entonces el estado $2D$ es energéticamente menos favorable. La medición de la longitud de Larkin en este experimento es indirecta.

En la figura 7.12 se muestra el diagrama radio crítico en función de temperatura extraído de ref.[9]. Este resultado implica que para el tamaño de muestras utilizadas en esta tesis, el efecto segundo pico no aparece en todo rango de temperatura para la muestra más pequeña y, para las muestras más grandes, aparece recién por debajo de $T \simeq 25$ K. Además, obtienen un valor de $T_0 = 22.5$, en acuerdo con nuestros datos⁸. A diferencia de los resultados obtenidos en esta tesis, las mediciones de este trabajo presentan irreversibilidad en todo rango de temperatura por debajo del melting.

Pico disipativo a bajas temperaturas

En el capítulo anterior vimos que se encuentra un pico disipativo en el rango irreversible de la magnetización, a bajas temperaturas. El valor de la temperatura T_p en la que se encuentra este pico es más grande, incluso el doble, que el correspondiente a $T_{0D} \simeq 20$ K reportado en la literatura. Además, T_p depende del tamaño del sistema. Teniendo en cuenta el efecto de tamaño encontrado en nuestras muestras, este pico disipativo puede suponerse como el crossover del régimen Random Manifold al Bragg Glass. A continuación se estudiará la funcionalidad de

⁸En este trabajo utilizan otra notación para estas temperaturas. T_0 en nuestra notación es 5 veces el T_0 obtenido en ref.[9].

T_p con el tamaño de la muestra. Las longitudes r_p y a_0 cumplen con [72]:

$$a_0 \simeq r_p \left(\frac{R_a}{R_c} \right)^{\zeta_{rm}}, \quad (7.12)$$

donde $\zeta_{rm} \simeq 0.2$ es el exponente de rugosidad en el régimen Random Manifold [72]. Utilizando esta última ecuación y suponiendo que $R_a = R_s$:

$$R_a = R_s = R_c \left(\frac{a_0}{r_p} \right)^{1/\zeta_{rm}}. \quad (7.13)$$

Considerando la expresión (7.10) para l_c , la correspondiente a R_c (ec.(7.9)) y que $r_p \sim l_c^{1/2}$, obtenemos:

$$R_s \sim \frac{\exp(T_p/2T_0)}{B}, \quad (7.14)$$

$$\ln(R_s B) \sim T_p. \quad (7.15)$$

Esta última ecuación implica que los datos de T_p obtenidos a un mismo campo magnético deben colapsar a una misma temperatura con el $\ln(R_s)$. Sin embargo, nuestras mediciones no colapsan de esta manera. Esto puede deberse a que en esta región de temperaturas la corrección dispersiva es importante, y hay que utilizar la expresión de R_c completa. Por lo tanto, la última ecuación no es la adecuada para verificar que el pico disipativo se debe al crossover del régimen de Random Manifold al Bragg Glass.

Sin embargo, a partir de la ec.(7.12) podemos estimar el valor de R_a en el rango de temperaturas y campos donde es válida la ec.(7.9):

$$R_a \simeq R_c \left(\frac{a_0}{r_p} \right)^{1/\zeta}. \quad (7.16)$$

Para corroborar que T_p está asociada al crossover hacia el régimen Bragg Glass se deben realizar mediciones de esta temperatura en un amplio rango de campos y temperaturas, y si es necesario, utilizar la ecuación completa de R_c teniendo en cuenta el régimen dispersivo. También sería oportuno contrarrestar estos resultados mediante otro tipo de evidencia experimental, como por ejemplo con decoraciones magnéticas.

7.2.2. Temperatura T_d

En esta subsección se presentan y se analizan los resultados obtenidos de T_d . En la figura 7.13 se muestran los campos correspondientes a T_d en función de la temperatura reducida para los tres discos superconductores. También se graficó la línea obtenida para la transición de primer orden y la línea de irreversibilidad extraídas de ref.[73] para comparación.

Se observa que para un dado campo, T_d se desplaza hacia temperaturas mayores. Este desplazamiento aumenta con el tamaño de la muestra y puede ser interpretado considerando que todo pico disipativo se encuentra asociado con una coincidencia entre el *skin depth* y alguna dimensión característica de la muestra. El *skin depth*

es proporcional a la resistividad ρ e inversamente proporcional a la frecuencia del campo alterno ν ,

$$\delta_s = \sqrt{\frac{\rho c^2}{\nu}}, \quad (7.17)$$

Para un material macroscópico de BSCCO las curvas de resistividad en función de temperatura para diferentes campos aplicados son como las que se muestran en la figura 7.14. El pico disipativo⁹ ocurre cuando $\delta_s \simeq R_s$ y por lo tanto la resistividad a esa temperatura posee un valor $\rho_{pico} \sim R_s^2$. Este resultado implica que el pico disipativo se encuentra a temperaturas mayores mientras más grande es la muestra, como ocurre en nuestro experimento. Disminuir el radio de la muestra es equivalente a disminuir la frecuencia del campo alterno aplicado. Debido a esto, nuestros datos no deben estar a temperaturas y campos menores que la curva termodinámica, la cual corresponde a mediciones con $\nu \rightarrow 0$. Además, al disminuir el radio de la muestra las líneas de T_d se aproximan. Esto puede deberse a que se encuentran en el régimen donde la resistividad disminuye abruptamente.

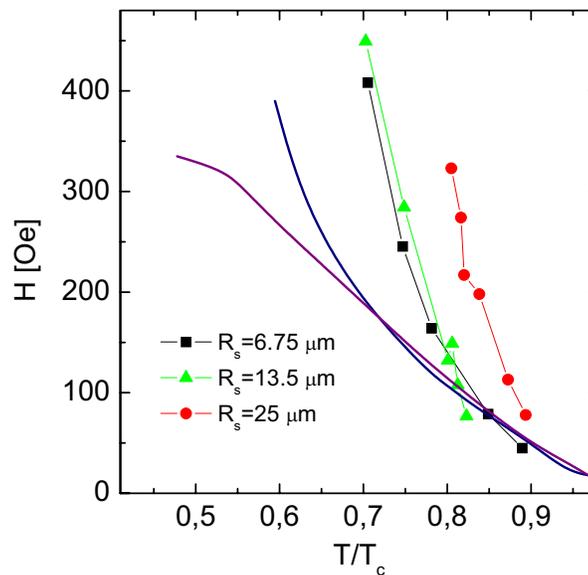


Figura 7.13: Comparación entre las curvas de melting termodinámica y de irreversibilidad (líneas) extraídas de ref.[73], con las líneas T_d de nuestras muestras (símbolos).

7.3. Conclusiones

En este capítulo presentamos el diagrama de fases construido para una muestra superconductora mesoscópica. Observamos que la línea de irreversibilidad se separa de la línea correspondiente a la fusión de vórtices T_d , y se encuentra a temperaturas mucho menores que ella y que la correspondiente a la transición de primer orden termodinámica (melting). Mostramos que este comportamiento no se debe

⁹En nuestro caso este pico se debe principalmente a las corrientes en los planos superconductores.

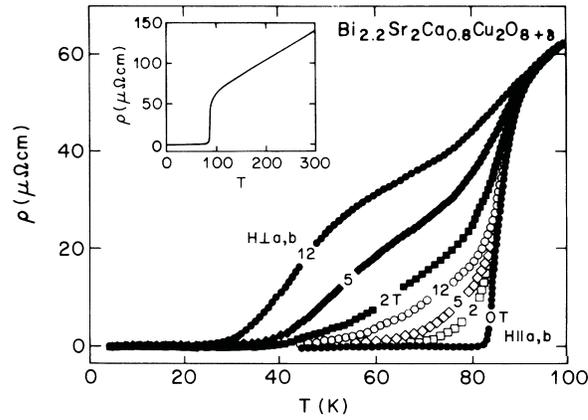


Figura 7.14: Resistividad en función de temperatura para diferentes valores y direcciones de campos aplicados, extraída de ref.[146]. Los símbolos vacíos (llenos) corresponden a campo aplicado paralelo (perpendicular) a los planos superconductores.

a la presencia de barreras geométricas, de superficie, ó efecto de *shaking*. Este comportamiento se debe a que el tamaño de la muestra es del orden o menor que las longitudes de Larkin en un rango de temperaturas y campos. La línea de irreversibilidad representa el crossover entre el régimen de Larkin y Random Manifold de la fase Bragg Glass. Esta línea escala con el tamaño de las muestras y con la densidad de vórtices como predice dicho crossover. Los resultados proveen una validación directa de la teoría elástica. Además, se obtuvo de manera empírica el valor de la longitud de Larkin transversal en función de campo (ver ec.(7.9)). A partir de ella también puede estimarse el valor de R_a en ese rango de temperaturas y campos. Se encontró que la línea de irreversibilidad decae exponencialmente de acuerdo con lo obtenido mediante teoría de grupos de renormalización.

Por otro lado, la línea de T_d se encuentra a temperaturas mayores que la transición de primer orden termodinámica. El comportamiento de esta temperatura puede explicarse mediante el efecto *skin*, ya que T_d aumenta su valor con el tamaño de las muestras.

Capítulo 8

Conclusiones Generales

En esta tesis se estudiaron las propiedades magnéticas de muestras mesoscópicas superconductoras de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (BSCCO) y de dos nanotubos individuales de manganita, usando micro-osciladores mecánicos como instrumentos de medición. Los resultados obtenidos más relevantes son resumidos a continuación.

Nanotubos de Manganita

Se realizaron mediciones de variación de frecuencia de resonancia en función de campo y temperatura al sistema compuesto por un micro-oscilador con dos nanotubos de manganita adheridos en su superficie. El campo magnético externo fue aplicado paralelo al eje fácil de magnetización de los nanotubos y perpendicular al eje de rotación de los micro-osciladores. Los nanotubos son ferromagnéticos y poseen una estructura granular. Mediante ajustes lineales de los datos obtenidos a altos campos magnéticos obtuvimos la magnetización de saturación y la constante de anisotropía en función de temperatura. Encontramos que las propiedades magnéticas de superficie de los granos que forman los nanotubos dominan el comportamiento magnético del sistema, ya que se obtiene una dependencia lineal de la magnetización de saturación con temperatura. La existencia de una capa magnéticamente muerta en la superficie de los granos resulta en una débil interacción magnética entre ellos. Debido a esto se generan modos incoherentes que favorecen la inversión de la magnetización, reduciendo de esta forma el valor del campo coercitivo. La funcionalidad lineal de la magnetización de saturación con temperatura y la disminución de los campos coercitivos también se observan en una muestra de polvo, ya que ambas características dependen de la presencia de la capa muerta. Además, se obtuvo por primera vez ciclos completos de magnetización en función de campo magnético para dos nanotubos aislados, que poseen un valor de masa de sólo 14 pg. Este ciclo de magnetización presenta un comportamiento más abrupto que el correspondiente a una muestra de polvo, debido a que en nuestro experimento el campo siempre está alineado con el eje fácil de magnetización. Por último, el valor de la constante de anisotropía de forma es consistente con el calculado para una muestra de geometría tubular.

Superconductores mesoscópicos

Se fabricaron muestras mesoscópicas de BSCCO a partir de técnicas litográficas y ataque iónico. En particular, las presentadas en esta tesis son tres discos con radios de $6.75\ \mu\text{m}$, $13.5\ \mu\text{m}$ y $25\ \mu\text{m}$ y $1\ \mu\text{m}$ de espesor. Una vez fabricadas las muestras mesoscópicas de BSCCO y caracterizados los micro-osciladores mecánicos de silicio, realizamos mediciones de variación de frecuencia de resonancia en función de temperatura y campo magnético. Los planos superconductores de los discos se encuentran paralelos a la paleta del oscilador y por lo tanto la respuesta magnética del sistema depende de la dirección del campo magnético dc aplicado con respecto a dichos planos. Debido al movimiento oscilatorio se inducen campos alternos en las dos direcciones principales de la muestra.

Aplicando campo magnético paralelo a los planos superconductores de CuO_2 , se obtiene información de la susceptibilidad transversal, la cual siempre es reversible. El sistema se encuentra en el estado Meissner en un amplio rango de temperaturas y, utilizando la expresión de la susceptibilidad compleja obtenida en la ref.[125], obtuvimos el valor de la longitud de penetración en los planos: $\lambda_{ab} \simeq (2110 \pm 94)\text{\AA}$. En cambio, si el campo magnético es perpendicular a los planos obtenemos información de la magnetización estática. La respuesta en esta configuración es reversible desde altas temperaturas hasta una temperatura característica de irreversibilidad T_i . La temperatura correspondiente a la transición de primer orden no pudo detectarse debido a que el error experimental es del orden del cambio esperado en dicha transición. Las temperaturas críticas obtenidas para las distintas muestras con radios de $6.75\ \mu\text{m}$, $13.5\ \mu\text{m}$ y $25\ \mu\text{m}$ fueron de $(84.2 \pm 0.7)\text{ K}$, $(85.3 \pm 0.5)\text{ K}$ y $(89.6 \pm 0.6)\text{ K}$, respectivamente.

La respuesta magnética del sistema al aplicar campo magnético en una dirección distinta a la de los ejes principales de la muestra, es una combinación de los casos anteriores. La relación analítica entre nuestras mediciones (variación de frecuencia de resonancia) y las magnitudes físicas es compleja. Sin embargo, los datos presentan comportamientos característicos que determinan la estructura en la que se encuentra el sistema de vórtices. A una temperatura alta T_d , se produce un cambio de signo (y de comportamiento) en la variación de frecuencia de resonancia que tiene asociado un pico disipativo. Este cambio de signo o salto es el único comportamiento singular que presentan los datos a altas temperaturas. Esta temperatura está relacionada con el comienzo del apantallamiento del campo alterno generado por el movimiento oscilatorio. Manteniendo una de las componentes del campo externo constante (en una de las direcciones principales de la muestra) y variando la otra, se determinó que T_d aumenta con el campo paralelo a los planos (H_{ab}) y que la disipación es una función cuadrática de H_{ab} . Esto demuestra que la disipación está controlada principalmente por las corrientes alternas que circulan en los planos superconductores. Se concluyó que a esta temperatura T_d existe un cambio de fase de un líquido a un sólido de vórtices. Mediante mediciones de T_d y T_i se construyeron los diagramas de fase H vs. T para cada una de las muestras superconductoras mesoscópicas. Obtuvimos que la línea de T_d se encuentra a temperaturas mayores que la transición termodinámica de primer orden (*melting*) publicada en la literatura.

El comportamiento de esta temperatura puede explicarse mediante el efecto *skin*, ya que la temperatura T_d aumenta con el valor del radio de las muestras.

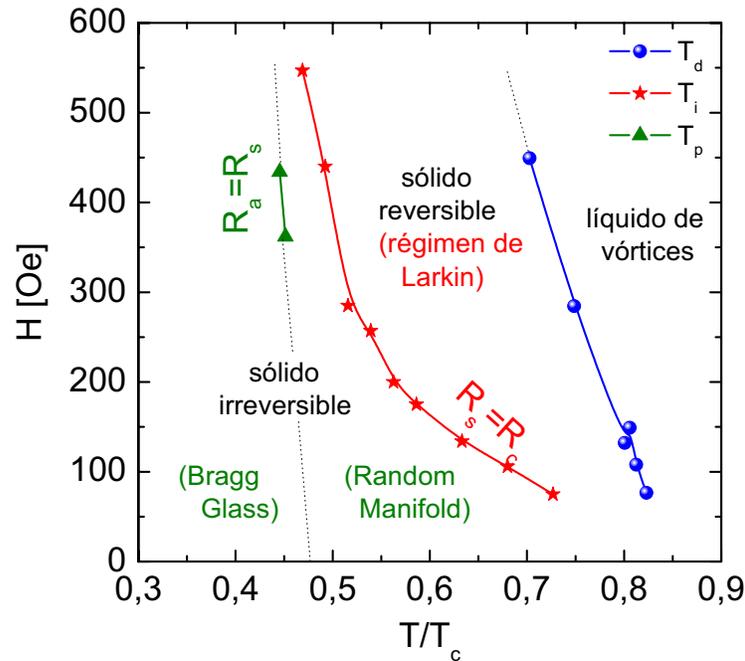


Figura 8.1: Diagrama de fases propuesto para una muestra mesoscópica de BSCCO. Se observa los diferentes regímenes de la fase sólida de vórtices: Larkin, Random Manifold y Bragg Glass; y el líquido de vórtices a altas temperaturas.

La principal diferencia entre nuestros resultados y lo publicado previamente en la literatura para muestras macroscópicas, es que la línea de irreversibilidad a bajos campos y temperaturas no coincide con la transición melting. La temperatura de irreversibilidad se encuentra a temperaturas mucho menores que T_d y que la correspondiente a la transición melting termodinámica. Las causas posibles de este fenómeno son la presencia de barreras geométricas, de superficie ó efecto de *shaking*. Demostramos que ninguno de estos fenómenos causa la irreversibilidad obtenida en nuestros experimentos. La influencia de las barreras geométricas y de superficie fue descartada principalmente porque el comportamiento con el tamaño de las muestras que observamos es opuesto al que predicen los trabajos teóricos y los experimentales (en muestras de mayor tamaño que las nuestras). En particular observamos que para un campo dado, la temperatura de irreversibilidad aumenta con el diámetro de la muestra. Por otro lado, para comprobar que el efecto de *shaking* no estaba presente en nuestro sistema se realizaron mediciones de campo de irreversibilidad a temperaturas fijas variando la amplitud de excitación del oscilador. Debido a que no observamos diferencias apreciables en el campo de irreversibilidad (variando hasta un 30 % la amplitud del campo alterno), se concluyó que esta línea de irreversibilidad no está gobernada por barreras geométricas, de superficie, ó *shaking*.

Concluimos que la diferencia entre la línea de irreversibilidad y T_d se debe a otro efecto de tamaño finito. Nuestra propuesta es que la línea de irreversibilidad

representa el crossover entre el régimen de Larkin y Random Manifold de la fase Bragg Glass. Para campos aplicados perpendiculares a los planos superconductores, utilizando el resultado de Larkin-Ovchinnikov (LO) en el régimen no dispersivo, y considerando que el radio de la muestra R_s es igual a la longitud transversa de Larkin R_c en la línea de irreversibilidad B_i , se obtiene que $B_i \sim R_s^{2/3}$. La evidencia más fuerte de que la línea de irreversibilidad medida representa el crossover al régimen Random Manifold es que ésta escala con el tamaño de las muestras como predice el resultado de LO. Además esta línea presenta una dependencia exponencial con temperatura, de acuerdo con lo obtenido mediante teoría de grupos de renormalización. A partir de nuestros resultados es posible estimar directamente de forma empírica el valor de la longitud de Larkin transversal en función de campo. Los resultados proveen una validación directa de la teoría elástica.

A bajas temperaturas, en T_p , se encuentra un segundo pico disipativo. Los valores obtenidos de esta temperatura pueden interpretarse como el crossover desde el régimen Random Manifold al Bragg Glass. Sin embargo, esta interpretación necesita más evidencia experimental para ser confirmada. En la figura 8.1 se muestra el diagrama de fases construido para una muestra superconductora mesoscópica de BSCCO (en particular se utilizan los datos obtenidos para la muestra de $27 \mu\text{m}$ de diámetro), donde puede observarse los diferentes regímenes propuestos de la fase Bragg Glass, y la fase líquida de vórtices.

Por último, cabe mencionar, que la fabricación de muestras mesoscópicas requirió un apreciable tiempo de trabajo y ensayos. A partir de monocristales macroscópicos de BSCCO, y mediante técnicas litográficas y ataque direccional (mediante iones de Ar^+) se construyeron los discos superconductores mesoscópicos. Las muestras se desplazaron mediante micropipetas y micromanipuladores y las mediciones magnéticas se realizaron utilizando los micro-osciladores mecánicos de silicio en el modo torsional de trabajo. Es importante destacar que tanto la fabricación de este tipo de muestras, como el uso de micro-osciladores como magnetómetros de alta sensibilidad, no se habían realizado ni utilizado previamente en nuestro laboratorio. Por lo tanto, con respecto a estos puntos, logramos fabricar y manipular muestras mesoscópicas del superconductor de alta temperatura BSCCO, e implementar y caracterizar micro-osciladores mecánicos de silicio.

Bibliografía

- [1] G. Bednorz y K. A. Müller, *Phys. B* **64**, 189 (1986).
- [2] A. Schweigert, F. M. Peeters, y P. S. Deo, *Phys. Rev. Lett.* **81**, 2783 (1998).
- [3] A. I. Buzdin y J. P. Brison, *Phys. Lett. A* **196**, 267 (1994).
- [4] J. J. Palacios, *Phys. Rev. B* **58**, R5948 (1998).
- [5] B. J. Baelus y F. M. Peeters, *Phys. Rev. B* **65**, 104515 (2002).
- [6] B. J. Baelus, L. R. E. Cabral, y F. M. Peeters, *Phys. Rev. B* **69**, 064506 (2004).
- [7] Y. M. Wang, A. Zettl, S. Ooi, y T. Tamegai, *Phys. Rev. B* **65**, 184506 (2002).
- [8] Y. Kopelevich y P. Esquinazi, *J. Low. Temp. Phys.* **113**, 113 (1998).
- [9] Y. M. Wang, M. S. Fuhrer, y A. Zettl, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 3626 (2001).
- [10] H. W. C. Postma, T. Teepen, Z. Yao, M. Grifoni, y C. Dekker, *Science* **293**, 76 (2001).
- [11] A. Bachtold, P. Hadley, T. Nakanishi, y C. Dekker, *Science* **294**, 1317 (2001).
- [12] M. Bowen, M. Bibes, A. Barthélémy, J. P. Contour, A. Anane, y Y. Lemaitre, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 233 (2003).
- [13] P. Levy, F. Parisi, L. Granja, E. Indelicato, y G. Polla, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 137001 (2002).
- [14] P. Levy, F. Parisi, M. Quintero, L. Granja, J. Curiale, J. Sacanell, G. Leyva, G. Polla, y R. S. Freitas, *Phys. Rev. B* **65**, 140401 (2002).
- [15] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnar, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, y D. M. Treger, *Science* **294**, 1488 (2001).
- [16] A. G. Leyva, P. Stoliar, M. Rosenbusch, V. Lorenzo, P. Levy, C. Albonetti, M. Cavallini, F. Biscarini, H. Troiani, J. Curiale, y R. D. Sánchez, *J. Solid State Chem.* **177**, 3949 (2004).
- [17] C. A. Bolle, V. Aksyuk, F. Pardo, P. L. Gammel, E. Zeldov, E. Bucher, R. Boie, D. J. Bishop, y D. R. Nelson, *Nature* **399**, 43 (1999).

- [18] W. Wernsdorfet, B. Doudin, D. Mailly, K. Hasselbach, A. Benoit, J. Meier, J. P. Ansermet, y F. Barbara, *Phys. Rev. Lett.* **77**, 1873 (1996).
- [19] H. Zijlstra, *Rev. Sci. Instrum.* **41**, 1241 (1970).
- [20] M. Barbic, *Rev. Sci. Instrum.* **75**, 5016 (2004).
- [21] V. Aksyuk, *Science* **280**, 720 (1998).
- [22] H. B. Chan, *Science* **291**, 1941 (2001).
- [23] J. B. Marion, *Dinámica Clásica de las Partículas y Sistemas*, 2 ed. (Reverté, S. A., Barcelona, España, 1975).
- [24] J. D. Jackson, *Classical Electrodynamics* (John Wiley and Sons, Inc., New York, USA, 1975).
- [25] S. D. Senturia, *Microsystem Design* (Kluwer Academic Publishers, New York, 2001).
- [26] H. C. Nathanson, W. E. Nevel, R. A. Wickstrom, y J. R. D. Jr., *IEEE Trans. Electron Devices* **14**, 117 (1967).
- [27] M. Palaniapan y L. Khine, *Sensors and Actuators A* **142**, 203 (2008).
- [28] R. M. C. Mestrom, R. Fey, J. T. M. van Beek, K. L. Phan, y H. Nijmeijer, *Sensors and Actuators A* **142**, 306 (2008).
- [29] D. Antonio, H. Pastoriza, P. Julián, y P. Mandolesi, *Rev. Sci. Inst.* **79**, 084703 (2008).
- [30] N. La Forgia, Desarrollo de sensores micro-maquinados, Tesis de Maestría en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2006.
- [31] MEMSCAP Inc. ,Durham, NC 27703, USA. <http://www.memscap.com>.
- [32] E. Dagotto, T. Hotta, y A. Moreo, *Phys. Rep.* **344**, 1 (2001).
- [33] J. M. D. Coey, M. Viret, y S. von Molnar, *Adv. Phys.* **48**, 167 (1999).
- [34] N. Mathur y P. Littlewood, *Phys. Today* **56**, 25 (2003).
- [35] C. Israel, M. J. Calderón, y N. D. Mathur, *Materials Today* **10**, 24 (2007).
- [36] S. Jin, T. H. Tiefel, M. McCormack, R. A. Fastnacht, R. Ramesh, y L. H. Chen, *Science* **264**, 413 (1994).
- [37] Y. Lu, W. Li, G. Gong, G. Xiao, A. Gupta, P. Lecoeur, J. Sun, Y. Wang, y V. Dravid, *Phys. Rev. B* **54**, (1996).
- [38] M. Bibes y A. Barthélémy, *IEEE Transactions on Electron Devices* **54**, 1003 (2007).
- [39] L. Hueso y N. Mathur, *Nature* **427**, 303 (2004).

-
- [40] E. Comini, G. Faglia, G. Sberveglieri, Z. Pan, y Z. L. Wang, *Appl. Phys. Lett.* **81**, 1869 (2002).
- [41] A. G. Leyva, J. Curiale, H. Troiani, M. Rosenbusch, P. Levy, y R. D. Sánchez, *Adv. Sci. Technol. (Faenza, Italy)* **51**, 54 (2006).
- [42] Y. Tokura, *Colossal Magnetoresistive Oxides, Capítulo 1: Fundamental Features of Colossal Magnetoresistive Manganese Oxides* (Advances in Condensed Matter Science, Vol.2 (Gordon and Breach Science Publishers), ISBN 90-5699-231-7., New York, 2000).
- [43] S.-W. Cheong y H. Y. Hwang, *Colossal Magnetoresistive Oxides, Capítulo 7: Ferromagnetism vs. Charge/Orbital Ordering in Mixed-Valent Manganites* (Advances in Condensed Matter Science, Vol.2 (Gordon and Breach Science Publishers), ISBN 90-5699-231-7., New York, 2000).
- [44] P. Levy, A. G. L. H. Troiani, y R. D. Sánchez, *Appl. Phys. Lett.* **83**, 5247 (2003).
- [45] A. G. Leyva, Síntesis y caracterización de nano-estructuras de óxidos de metales de transición, Tesis Doctoral en ciencia y tecnología, mención física, Instituto de Tecnología J. Sabato, Universidad Nacional de General San Martín - Comisión Nacional de Energía Atómica, 2007.
- [46] W. Bast, Tesina de Licenciatura, Universidad Nacional del Sur, Bahía Blanca, Argentina, 2007.
- [47] B. D. Cullity, *Introduction to magnetic materials* (Addison-Wesley Publishing Company, Inc., United States of America, 1972).
- [48] C. J. Curiale, Nanohilos y nanotubos magnéticos, Tesis Doctoral, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2008.
- [49] M. Kobayashi, Y. Ishikawa, y S. Kato, *IEEE Transactions on Magnetics* **32**, 254 (1996).
- [50] R. D. Sánchez, J. Rivas, C. Vázquez-Vázquez, A. López-Quintela, M. T. Causa, M. Tovar, y S. Oseroff, *Appl. Phys. Lett.* **68**, 134 (1996).
- [51] R. D. Zysler, H. Romero, C. A. Ramos, E. D. Biasi, y D. Fiorani, *J. Magn. Magn. Mater.* **266**, 233 (2003).
- [52] T. Kaneyoshi, *Introduction to Surface Magnetism* (CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida, USA, 1990).
- [53] J.-H. Park, E. Vescovo, H.-J. Kim, C. Kwon, R. Ramesh, y T. Venkatesan, *Phys. Rev. Lett.* **81**, 1953 (1998).
- [54] J. Curiale, R. D. Sánchez, H. E. Troiani, C. Ramos, H. Pastoriza, A. G. Leyva, y P. Levy, *Phys. Rev. B* **75**, 224410 (2007).

- [55] M. C. Sánchez, J. Blasco, J. Garca, J. Stankiewicz, J. M. D. Teresa, y M. R. Ibarra, *J. Solid State Chem.* **138**, 226 (1998).
- [56] M. I. Dolz, W. Bast, D. Antonio, H. Pastoriza, J. Curiale, R. D. Sánchez, y A. G. Leyva, *J. Appl. Phys.* **103**, 083909 (2008).
- [57] H. K. Onnes, *Leiden Comm.* 120b,122b,124c (1911).
- [58] W. Meissner y R. Ochsenfeld, *Naturwissenschaften* **21**, 787 (1933).
- [59] F. London y H. London, *Proc. Roy. Soc. (London)* **71** (1935).
- [60] V. L. Ginzburg y L. D. Landau, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* **20**, 1064 (1950).
- [61] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity, 2da edición* (McGraw-Hill, New York, New York, 1996).
- [62] J. R. Clem, *Phys. Rev. B* **43**, 7837 (1991).
- [63] L. I. Glazman y A. E. Koshelev, *Phys. Rev. B* **43**, 2835 (1991).
- [64] A. E. Koshelev y V. M. Vinokur, *Phys. Rev. B* **57**, 8026 (1998).
- [65] A. E. Koshelev, L. I. Glazman, y A. I. Larkin, *Phys. Rev. B* **53**, 2786 (1996).
- [66] G. Blatter, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, y H. Nordborg, *Phys. Rev. B* **54**, 72 (1996).
- [67] G. Blatter, M. V. Feilgelman, V. B. Geishkeinben, y A. I. L. V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66**, 1125 (1994).
- [68] W. E. Lawrence y S. Doniach, *Proc. 12th Int. Conf. on Low Temperature Physics* **1**, 361 (1971).
- [69] B. D. Josephson, *Phys. Lett.* **1**, 251 (1962).
- [70] V. L. Ginzburg, *Sov. Phys., Solid State* **2**, 1824 (1960).
- [71] G. P. Mikitik y E. H. Brandt, *Phys. Rev. B* **68**, 054509 (2004).
- [72] T. Nattermann y S. Scheidl, *Advances in Physics* **49**, 607 (2000).
- [73] M. F. Goffman, *Vórtices en Superconductores Laminares de Alta Temperatura Crítica*, Tesis Doctoral en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 1997.
- [74] H. Safar, P. L. Gammel, D. A. Huse, D. J. Bishop, J. P. Rice, y D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. Lett.* **69**, 824 (1992).
- [75] R. Cubitt, E. M. Forgan, G. Yang, S. L. Lee, D. M. Paul, H. A. Mook, M. Yethiraj, H. Kes, T. W. Li, A. Menovsky, Z. Tarnawski, y K. Mortensen, *Nature* **365**, 407 (1993).

-
- [76] H. Pastoriza, M. F. Goffman, A. Arribére, y F. de la Cruz, Phys. Rev. Lett. **72**, 2951 (1994).
- [77] E. Zeldov, D. Majer, M. Konczykowski, V. B. Geshkenbein, V. M. Vinokur, y H. Shtrikman, Nature **375**, 373 (1995).
- [78] A. Schilling, R. A. Fisher, N. E. Phillips, U. Welp, D. Dasgupta, W. K. Kwok, y G. W. Crabtree, Nature **382**, 791 (1996).
- [79] P. L. Gammel, L. F. Schneemeyer, J. V. Waszczak, y D. J. Bishop, Phys. Rev. Lett. **61**, 1666 (1988).
- [80] T. Nattermann, Phys. Rev. Lett. **64**, 2454 (1990).
- [81] T. Giamarchi y P. L. Doussal, Phys. Rev. Lett. **72**, 1530 (1994).
- [82] T. Giamarchi y P. L. Doussal, Phys. Rev. B **52**, 1242 (1995).
- [83] T. Giamarchi y S. Bhattacharya, *Vortex Phases, High Magnetic Fields Applications in Condensed Matter Physics and Spectroscopy* (Springer-Verlag, Berlin, 2002).
- [84] B. Khaykovich, E. Zeldov, D. T. Majer, W. Li, P. H. Kes, y M. Konczykowski, Phys. Rev. Lett. **76**, 2555 (1996).
- [85] N. Avraham, B. Khaykevich, Y. Myasoedov, M. Rappaport, H. Shtrikman, D. Feldman, T. Tamegai, P. Kes, L. Ming, M. Konczykowski, K. vander Beek, y E. Zeldov, Nature **411**, 451 (2001).
- [86] E. Zeldov, D. Majer, y M. Konczykowski, Europhys. Lett. **30**, 367 (1995).
- [87] A. Houghton, R. A. Pelcovits, y A. Sudbo, Phys. Rev. B **40**, 6763 (1989).
- [88] A. Schilling, R. Jin, J. D. Guo, y H. R. Ott, Phys. Rev. Lett. **71**, 1899 (1993).
- [89] D. Majer, E. Zeldov, y M. Konezykowski, Phys. Rev. Lett. **75**, 1166 (1995).
- [90] V. F. Correa, Tesis Doctoral en Física: Propiedades de la estructura de vórtices en el superconductor BSCCO a bajos campos y temperaturas. Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2002.
- [91] J. Provost, E. Paumier, y A. Fortini, J. Phys. F: Metal. Phys. **4**, 439 (1974).
- [92] A. Fortini, A. Hairie, y J. P. Girard, J. Math. Phys **20**, 2139 (1979).
- [93] A. Fortini, A. Hairie, y E. Paumier, Phys. Rev. B **21**, 5065 (1980).
- [94] E. Paumier y J. P. Girard, Phys. B **108**, 933 (1981).
- [95] A. E. Koshelev, Physica C **223**, 276 (1994).
- [96] L. Burlachkov, V. B. Geshkenbein, A. E. Koshelev, A. I. Larkin, y V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **50**, 16770 (1994).

- [97] J. R. Clem, *Proceedings of Low Temperature Physics-LT 13*, edited by K. D. Timmehaus, W. J. OSullivan y E. F. Hammel (Plenum, New York, 1974).
- [98] F. F. Ternovski y L. N. Shekhata, *Sov. Phys. JETP* **35**, 1202 (1972).
- [99] E. Zeldov, D. Majer, M. Konczykowski, A. I. Larkin, V. M. Vinokur, V. B. Geshkenbein, N. Chikumoto, y H. Shtrikman, *Phys. Rev. Lett.* **73**, 1428 (1994).
- [100] R. A. Hein, T. L. Francavilla, y D. H. Liebenberg, *Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems* (Plenum Press., New York, USA, 1992).
- [101] M. W. Coffey y J. R. Clem, *Phys. Rev. B* **45**, 10527 (1992).
- [102] C. Durán, Anisotropía estructural y su rol en el diagrama de fases de los óxidos superconductores, Tesis Doctoral, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 1992.
- [103] A. Arribére, Tesis de Licenciatura, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 1991.
- [104] J. Yazzi, A. Arribére, C. Durán, F. de la Cruz, D. B. Mitzi, y A. Kapitulnic, *Physica C* **184**, 254 (1991).
- [105] P. H. Kes, J. Aarts, J. V. D. Berg, C. J. V. D. Beek, y J. A. Mydosh, *Supercond. Sci. Technol.* **1**, 242 (1989).
- [106] H. Pastoriza, Diagrama de Fases de Superconductores Laminares, Tesis Doctoral en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 1994.
- [107] G. T. Kovacs, *Micromachined Transducers Sourcebook*, 1 ed. (McGraw-Hill, New York, 1998).
- [108] M. Madou, *Fundamentals of microfabrication*, 1 ed. (CRC Press, Boca Raton, 1997).
- [109] NPGS, JC Nability Lithography Systems, <http://www.jcnability.com/>.
- [110] J. S. Repáraz, Transiciones de fase en estructuras mesoscópicas superconductoras, Tesis de Maestría en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2003.
- [111] C. E. Chialvo, Tesis de Maestría en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2004.
- [112] D. E. Shalóm, Dinámica de vórtices en redes de junturas Josephson, Tesis Doctoral, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2005.
- [113] E. Kaul y G. Nieva, *Physica C* **341**, 1343 (2000).

-
- [114] F. Bitter, Phys. Rev. **38**, 1903 (1931).
- [115] F. Weiss, J. P. Sénatueur, A. Rouault, M. Audier, Y. Bréchet, S. Blais, y R. Blum, Cryogenics **33**, 50 (1993).
- [116] Y. Fasano, Observación microscópica de transformaciones estructurales en la materia de vórtices, Tesis Doctoral en Física, Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo, 2003.
- [117] M. Menghini, Tesis Doctoral en Física, Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo, 2003.
- [118] R. F. Luccas, Tesis de Maestría en Física, Instituto Balseiro, C.N.E.A. y U.N.Cuyo, Bariloche, Argentina, 2005.
- [119] M. Tuominen, A. M. Goldman, Y. Z. Chang, y P. Z. Jiang, Phys. Rev. B **42**, 412 (1990).
- [120] D. E. Farrell, S. Bonham, J. Foster, Y. C. Chang, P. Z. Jiang, K. G. Vandervoort, D. J. Lam, y V. G. Kogan, Phys. Rev. Lett. **63**, 782 (1989).
- [121] D. Feinberg y C. Villard, Phys. Rev. Lett. **65**, 919 (1990).
- [122] L. N. Bulaevskii, M. Ledvij, y V. G. Kogan, Phys. Rev. B **46**, 366 (1992).
- [123] E. H. Brandt, Phys. Rev. B **49**, 9024 (1994).
- [124] D. Shoenberg, *Superconductivity* (Cambridge University Press, England, 1952).
- [125] R. Prozorov, R. W. Giannetta, A. Carrington, y F. M. Araujo-Moreira, Phys. Rev. B **62**, 115 (2000).
- [126] M. Konczykowski, C. J. van der Beek, A. E. Koshelev, V. Mosser, M. Dogson, y P. H. Kes, Phys. Rev. Lett. **97**, 237005 (2006).
- [127] J. Mirkovic, S. Savelev, S. Hayama, E. Sugahara, y K. Kadowaki, Physica C **388**, 757 (2003).
- [128] M. Tokunaga, M. Kameda, K. Itaka, y T. Tamegai, Phys. Rev. B **66**, 220501 (2002).
- [129] J. Mirkovic, S. Savelev, E. Sugahara, y K. Kadowaki, Physica C **341**, 1181 (2000).
- [130] S. Ooi, T. Shibauchi, N. Okuda, y T. Tamegai, Phys. Rev. Lett. **82**, 4308 (1999).
- [131] A. Schilling, M. Konczykowski, N. Morozov, y E. Zeldov, Phys. Rev. B **55**, 8705 (1997).
- [132] A. E. Koshelev, Phys. Rev. Lett. **83**, 187 (1999).

- [133] M. Niderost, A. Suter, P. Visani, A. C. Mota, y G. Blatter, *Phys. Rev. B* **53**, 9286 (1996).
- [134] M. V. Indenbom, *Proc. 7th Int. Workshop on Critical Currents in Supercond.* 327 (1994).
- [135] D. Majer, E. Zeldov, M. Konczykowski, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, L. Burlachkov, V. M. Vinokur, y N. Chikumoto, *Physica C* **2765**, 235 (1994).
- [136] E. H. Brandt, *Phys. Rev. B* **59**, 3369 (1994).
- [137] E. H. Brandt, *Phys. Rev. B* **60**, 11939 (1999).
- [138] A. M. Campbell y J. E. Evetts, *Critical Currents in Superconductors* 142 (1972).
- [139] J. K. Gregory, M. S. James, S. J. Bending, C. J. van der Beek, y M. Konczykowski, *Phys. Rev. B* **64**, 134517 (2001).
- [140] E. H. Brandt y G. P. Mikitik, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 027002 (2002).
- [141] G. P. Mikitik y E. H. Brandt, *Phys. Rev. B* **69**, 134521 (2004).
- [142] G. P. Mikitik y E. H. Brandt, *J. Low Temp. Phys.* **139**, 221 (2005).
- [143] H. Beidenkopf, N. Avraham, Y. Myasoedov, H. Shtrikman, E. Zeldov, B. Rosenstein, E. H. Brandt, y T. Tamegai, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 257004 (2005).
- [144] H. Beidenkopf, T. Verdene, Y. Myasoedov, H. Shtrikman, E. Zeldov, B. Rosenstein, D. Li, y T. Tamegai, *Phys. Rev. Lett.* **98**, 167004 (2007).
- [145] M. Muller, D. A. Gorokhov, y G. Blatter, *Phys. Rev. B* **64**, 134523 (2001).
- [146] T. T. M. Palstra, B. Batlogg, L. F. Schneemeyer, y J. V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett* **61**, 1663 (1988).

Agradecimientos

A la gente del Laboratorio y del CAB...

Quisiera comenzar agradeciendo a Hernán, su buena predisposición permanente hacia los demás, por mantener su sonrisa incluso cuando escucha: *Hernán, rompi...* y por contestar hasta las preguntas más absurdas (potenciadas estos últimos meses). Por la confianza depositada en sus estudiantes y sus ganas de trabajar. Pero principalmente debo agradecer su integridad humana y generosidad.

A Darío, por ser un gran compañero de trabajo con el que siempre puedo contar, pero sobretodo por ser un gran amigo. Por compartir a Vero, Zaira y Nina en los almuerzos que pretendían ser solitarios y por esos cafecitos que inducen a chusmear y ponernos al día. A Juan, porque siempre da una mano y hace del laboratorio un lugar más feliz. A Mariano, Victor, Ana Emilia y Paco por sus buenos consejos y predisposición a ayudar o contestar preguntas. A Javier, por corregir la tesis y por irradiar paz y tranquilidad por los pasillos del labo. A Gladys por donarnos sus monocristales. A Karim, Néstor, Titi, Osqui, Tano, Julio, Enrique, María Elena, Pablo, Yanina e Ignacio por los buenos momentos y charlas compartidas. A Pablito, Gerardo y Rodo porque en todo momento estuvieron dispuestos a resolver rápidamente cualquier problema y porque siempre me hicieron sentir bienvenida. A Sergio por sus inigualables asados y por ponerle color al jardín. A Eduardo Calfín, por mantener al laboratorio y al jardín en condiciones impecables.

A Carlos y al Tucu por su amistad, complicidad y los buenos asados compartidos. A Diego Shalom por enseñarme las técnicas de litografía y a perderle el miedo a las transferencias de helio. A Roberto Luccas y Nico La Forgia, por el buen humor que los caracteriza y la amistad que nos une. A Germán Serrano por su buena onda y por compartir ese viaje a Río, que sin su excelente portugués no hubiéramos llegado a ningún lado. A Valeria Fuster y María José Santillán, por las charlas sobre la vida y los mates compartidos. A Claudia, Romina, Mariana, Aureliano y Juan por la convivencia de un año de pabellón y hacer de él un lugar más agradable.

A Ale Koltón por ser tan entusiasta y por su indispensable colaboración este último tiempo. A Seba Bustingorry por su ayuda en los cálculos de la barrera geométrica, que prometo alguna vez utilizar y profundizar. A Javier Curiale, por las discusiones sobre nanotubos y a Walter Bast por tener la paciencia de colocarlos sobre el micro-oscilador. A Daniel López, por proveernos de resinas y MEMS, las cuales fueron indispensables para llevar a cabo esta tesis.

A la familia y amigos...

Un gracias infinito a Fede. Por su entusiasmo contagioso, pasión y dedicación con la física, por su entrega para ayudar ante cualquier problema. Por empujarme hacia Bariloche y acompañarme. Y un gracias aún más grande por compartir su vida, su invaluable calidad humana y proyectos conmigo. A Inti por dejarnos tantos recuerdos lindos. A Margarita y Clementina, por formar parte de nuestra familia.

A mis viejos, Cristina y Alejandro, por ser dos personas maravillosas, por ser ejemplos de vida. A mis hermanos. A Sebastián porque siempre logra hacer sonreír al que lo rodea. A Jimena por su transparencia y por compartir esos e-mates domingueros que acortan distancias. A Alejo por su generosidad y sus demostraciones de cariño. A Lautaro, por seguir sus sueños y hacerme emocionar con cada pirueta.

A mis abuelos, Martha y Carlos. Por su amor y complicidad. Gracias por darme ese lugar especial en sus vidas, y por ocupar uno tan importante en la mía. A mis nonos, Haydeé y Carlos porque siguen intactos en mi corazón.

A mis cuñados. A Martín, por su buen humor y tolerancia. A Natalia, por tener la valentía (junto a Alejo) de traer a nuestras vidas a Malena y Guillermina, esas dos personitas que son fuente de energía para toda la familia. A Celeste y Tomás, por su presencia permanente.

A mis tíos Carmen, Martita, Ale, y al resto de la familia porque siempre están presentes a pesar de la distancia. A mi familia política. A Antonia, Carlos, Yiya y Fede por la constante demostración de afecto. A Rocío, Lucía, Eve y Pepe con los que siempre podemos contar. A Pepe por su apoyo incondicional y por hacer lo imposible para que funcione el proyecto del laboratorio en San Luis, de lo cual estaré eternamente agradecida. A los Vernet, que siempre tienen un lugarcito para nosotros.

A los amigos de siempre. A Paula, Guille, Gaby, Vero, Nati, Silvia, Andrea y Rosita por hacer que el tiempo no pase. A Florencia, Ariel y Tomás, por su entrega y cariño. A Pipi y Paola, por su amistad incondicional y por hacerle frente a la vida. A Mauricio, por aguantar y sacar a pasear a tres amigas por Barcelona. A Valeria y Marcelo por compartir, entre muchas cosas, unas vacaciones en Bariloche y darnos la oportunidad de enamorarnos de Francesca. A Ana y Lalo, Félix y Silvia por su amistad. A Tere, por ser mi hermana del alma.

La estadía en Bariloche nos dió la oportunidad de conocer a dos familias muy especiales: Risau-Achon y Gleiser-Segui. Sol y Silvina han sido un sostén emocional muy importante (alimentado por las caminatas-terapia de grupo) y han llegado a ser mis grandes amigas. Gracias Sil, Pablo, Elo y Vero, Sol, Seba, Mile e Iri por compartir tantos momentos lindos y hacernos sentir de la familia.

Para finalizar, quisiera agradecerle a las instituciones que financiaron mi doctorado: CONICET y CNEA, y al Instituto Balseiro por la educación recibida. Estas instituciones hicieron posible el sueño de hacer física experimental, la cual me convenció de que no importa el esfuerzo que hay que hacer para que salgan las cosas,

siempre vale la pena hacerlo.

Moira

Trabajos Publicados

Direct determination of the Larkin length using micron sized High- T_c superconductors.

M. I. Dolz, H. Pastoriza y A. B. Kolton. *En redacción, para ser enviado a Phys. Rev. Lett.*

Dependence of vortex phase transitions in mesoscopic $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ superconductor at tilted magnetic fields.

M. I. Dolz y H. Pastoriza, *Journal of Physics: Conference Series* 150 (2009) 052044.

Magnetic behavior of single $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$ nanotubes: Surface and shape effects.

M. I. Dolz, W. Bast, D. Antonio, H. Pastoriza, J. Curiale, R. D. Sánchez y A. G. Leyva. *Journal of Applied Physics* 103, 083909 (2008).

Measurement of mesoscopic High- T_c superconductors using Si mechanical micro-oscillators.

M. I. Dolz, D. Antonio y H. Pastoriza. *Physica B* 398, 329 (2007).

Micromagnetómetros MEMs.

W. Bast, H. Pastoriza y M. I. Dolz. *Proceeding en Actas de la Escuela Argentina de Microelectrónica, Tecnología y Aplicaciones: Trabajos Regulares, Vol. 1, No. 1, pp. 07 – 10, (2007).*

