

Estudio de la dinámica de vórtices en superconductores a base de hierro

Oscar Alejandro Rodríguez León

Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ciencias, Departamento de Química Bogotá, Colombia 2013

Estudio de la dinámica de vórtices en superconductores a base de hierro

Oscar Alejandro Rodríguez León

Tesis de grado presentada como requisito parcial para optar al título de: Doctor en Ciencias Química

> Director(a): Dr. rer. nat. Álvaro Mariño Camargo

Línea de Investigación: Ciencia de Materiales - Superconductividad Grupo de Investigación: Grupo de Superconductividad y Nuevos Materiales

Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ciencias, Departamento de Química Bogotá, Colombia 2013

Esta es la maravilla y aventura de la exploración, una parte de lo que ustedes llaman ciencia: discernir y descubrir lo que nosotros hemos ocultado para que lo encuentren.

La Cabaña - W. Paul Young

A Dios, el Dador de Sueños, por poner en mi cabeza la idea de emprender este viaje.

Gracias.

Agradecimientos

Agradezco a mis padres Marta y Marco por haberme formado como persona. A mi mami por su completa dedicación y amor, sin ti habría sido difícil logrado. A Vivi, por su acompañamiento y apoyo.

A Anny, por su amor, paciencia y soporte. A tu lado, grandes cosas están por venir.

Al Profesor Álvaro Mariño Camargo por la dirección de este trabajo. Sus consejos, enseñanzas y experiencias ayudaron en mi formación personal. Gracias a los integrantes del Grupo de Superconductividad y Nuevos Materiales. Al profesor Hernán Sánchez por los divertidos momentos durante la realización de este trabajo.

Agradezco enormemente a Colciencias por el apoyo económico brindado a través del programa "Apoyo a Doctorados Nacionales 2009". A la Universidad Nacional de Colombia y al Departamento de Química por el soporte brindado.

Al Profesor Bernhard Holzapfel del Leibniz Institute for Solid State and Materials Research (Dresden, Alemania) y a todos los miembros del Grupo de Superconductividad por la acogida y sincera colaboración en el desarrollo experimental de este trabajo.

A todas las personas que contribuyeron a la realización de este trabajo.

"Al final, sus pensamientos se volvieron al dador de Sueños. Este siempre cumplió sus promesas. Siempre fue bueno con Ordinario, aun cuando no se veía por ninguna parte y nada parecía tener sentido" (El Dador de Sueños - Bruce Wilkinson)

Resumen

Se produjeron películas delgadas superconductoras de las familias a base de hierro 122 $(Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2)$ y 11 $(FeSe_{0.5}Te_{0.5})$, por el método de deposición por laser pulsado (PLD). Se estudio el efecto de la temperatura, composición y uso de capas buffer en las propiedades superconductoras y texturales de las películas producidas. La variación de estas características, produce películas tanto monocristalinas como policristalinas. Se estudio la dinámica de vortices en estos dos tipos de películas, evaluando la dependencia de la corriente critica de transporte J_c con el campo magnético aplicado, obtenida a partir de mediciones de Voltaje-Corriente (V - I). Las películas policristalinas presentan una mayor disminución de J_c (~ un orden de magnitud) con el campo magnético aplicado comparadas con las monocristalinas. Dicha dependencia se atribuye a un debilitamiento del anclaje de los vortices ubicados en las fronteras de grano, hecho que se relaciona con la disminución de la energía potencial de anclaje U_0 observada ($U_{0mon} \approx 5U_{0pol}$) y por otros mecanismos de desanclaje determinados de las curvas V - I. En ambas familias superconductoras el mecanismo de anclaje de vortices puede ser descrito por el modelo de Kramer. Mediciones de la dependencia angular de la corriente critica $J_c(\theta)$, muestran un anclaje anisotrópico de los vortices $(J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c))$ y un anclaje intrínseco similar al observado en los superconductores de alta temperatura critica (HTSC). Los diagramas de fases magnéticos obtenidos revelan que la familia 11 presenta una linea de irreversibilidad ($\mu_0 H_{irr}$) mas cercana a la linea de campo critico mas alto $\mu_0 H_{c2}$, haciendo que la region de liquido de vortices sea menor comparada con la familia 122.

Se presentan tambien las propiedades texturales y superconductoras de multicapas de la familia 11 con la estructura $Sustrato/Fe_{Buffer}/11/Fe_{Buffer}/11$, depositadas utilizando el método de deposición por laser pulsado. Las multicapas presentan un crecimiento texturizado a lo largo del eje c sin la presencia de desorientaciones dentro del plano. Se observa un reducción de la temperatura critica comparada con las bicapa $Sustrato/Fe_{Buffer}/11$, relacionada con los parámetros de deposición.

Palabras clave: Superconductividad, Superconductores a Base de Hierro, Películas Delgadas, Dinámica de Vórtices.

Abstract

Superconducting thin films of iron based families $122-Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ and $11-FeSe_{0.5}Te_{0.5}$, was made by pulsed laser deposition (PLD). It was carried out a study of the effect of temperature, composition and use of buffer layers on superconducting and textural properties of thin films produced. The variation of these characteristics, produces both monocrystalline and polycrystalline films. They study of vortex dynamics comparing these two types of thin films, evaluating the dependence of transport critical current J_c with the magnetic field, obtained from measurements of voltage-current (V-I) was carried out. The polycrystalline films have a greater diminution of J_c (~ one order of magnitude) with the applied magnetic field compared to monocrystalline films. That dependence is due to a weakening pinning of the vortex located at the grain boundaries, a fact confirmed by the decrease of the pinning potential energy U_0 ($U_{0mon} \approx 5U_{0pol}$) and the mechanisms found in V - I curves. In both superconducting families the vortex pinning mechanism can be described by the Kramer's model. Measurements of the angular dependence of the critical current $J_c(\theta)$, show an anisotropic vortex pinning $(J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c))$ and an intrinsic pinning similar to that observed in high critical temperature superconductors (HTSC). The obtained magnetic phase diagrams, reveal that the 11 family has an irreversibility line $(\mu_0 H_{irr})$ nearest to the line of the highest critical field $\mu_0 H_{c2}$, producing a smaller vortex liquid region, compared to the 122 family.

Finally, the textural and superconducting properties of 11 family multilayers with structure $Substrate/Fe_{Buffer}/11/Fe_{Buffer}/11$, is presented. Although the deposition process used reduces the critical temperature (T_c) compared to the bilayer $Substrate/Fe_{Buffer}/11$, this work contributes to the study beginning of such structures of 11 superconducting family.

Keywords: Superconductivity, Iron Based Superconductors, Thin Films, Vortex Dynamics.

Contenido

	Agradecimientos		
	Resumen	IX	
	Lista de símbolos	xıv	
1.	Introducción	1	
2. Conceptos básicos de la Superconductividad		3	
	2.1. Transición al estado superconductor	3	
	2.2. Efecto Meissner	3	
	2.3. Superconductores tipo I y tipo II	4	
	2.4. Superconductores tipo II, Estado Mixto y Vórtices	5	
	2.5. Corriente crítica	6	
	2.5.1. Corriente crítica en el estado mixto $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	7	
	2.6. Dinámica de las líneas de flujo magnetico, efectos térmicos y desanclaje $\ .\ .$	8	
	2.6.1. Flux Flow	8	
	2.6.2. Movimiento asistido térmicamente: $TAFF$ y flux creep \ldots \ldots	9	
	2.6.2.1. $Flux \ creep(FC)$	9	
	2.6.2.2. Movimiento de vórtices asistido térmicamente: TAFF	10	
	2.7. Mecanismos de anclaje de vórtices	11	
	2.8. Diagrama de fases magnético en los HTSC	14	
3.	Superconductores a base de hierro	16	
	3.1. Propiedades estructurales y superconductoras	16	
	3.2. Películas delgadas superconductoras a base de hierro	19	
	3.2.1. Familia 122	19	
	3.2.1.1. Fronteras de Grano	22	
	3.2.1.2. Familia 11	23	
	3.3. Observaciones finales	25	
4.	Desarrollo Experimental	26	
	4.1. Producción de películas delgadas de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 \ x = 0,1$ (familia 122)	26	
	4.2. Producción de películas delgadas de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ (Familia 11)	28	

	4.3.	Caracterización		29	
5.	5. Resultados y Discusión			31	
5.1. Películas delgadas superconductoras de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 x = 0, 1$ (Familia					
$122) \ldots $			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	31	
		5.1.1. Determinación	de la temperatura de deposición	31	
5.1.1.1. Determinación del espesor de la capa buffer				34	
	5.1.2. Efecto del precalentamiento del sustrato y de la concentración de co				
		balto en la cap	ba buffer	36	
		5.1.3. Dinámica de V	Vortices en películas delgadas de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 x =$		
		0,1		41	
		5.1.3.1. Poter	ncial de anclaje y dependencia con el campo magnético	41	
		5.1.3.2. Mode	elo de vidrio de vortices y transición vítrea	46	
		5.1.3.3. Cara	cterísticas de Voltaje-Corriente	49	
		5.1.3.4. Corri	iente crítica y Propiedades de anclaje de vortices	51	
		5.1.3.5. Depe	endencia angular de la corriente critica	57	
		5.1.3.6. Diag	rama de fases magnético	59	
		5.1.4. Conclusiones		63	
	5.2.	Películas delgadas sup	perconductoras de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ (Familia 11)	65	
		5.2.1. Propiedades es	structurales y superconductoras	65	
		5.2.2. Dinámica de V	Vortices en películas delgadas de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$	67	
		5.2.2.1. Poter	ncial de anclaje y dependencia con el campo magnético	67	
		5.2.2.2. Mode	elo de vidrio de vortices y transición vítrea	69	
		5.2.2.3. Cara	cterísticas de Voltaje-Corriente	70	
		5.2.2.4. Corri	iente critica y propiedades de anclaje de vórtices	71	
		5.2.2.5. Depe	endencia angular de la corriente critica	79	
		5.2.2.6. Diag	rama de fases magnético	80	
		5.2.3. Conclusiones		84	
	5.3.	Comparación de las pr	opiedades de anclaje de las familias 11 y 122 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ -		
		$Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2)$		87	
		5.3.1. Conclusiones		91	
	5.4.	Multicapas de Fe- <i>FeS</i>	$Se_{0,5}Te_{0,5}$: Propiedades texturales y Superconductoras .	92	
Α.	Resu	Iltados Anexos		97	
	A.1.	Variación del potencia	al de anclaje U_0 con la temperatura (sección 5.2.2.4)	97	
	A.2.	A.2. Extrapolación de Kramer (sección 5.2.2.4)			
	A.3.	. Creep Rate (S), familia 11 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$)(sección 5.2.2.4)			
	A.4.	Campo critico $\mu_0 H_{c2}$	de las muestras $SpFe11$ y $M11 - 11$ (sección 5.4)	100	
В.	Crea	imiento de películas	delgadas	101	
	B.1.	Deposición por laser p	pulsado (Pulsed Laser Deposition PLD)	101	

С.	C. Técnicas de caracterización		
	C.1.	Espectroscopía de electrones Auger (AES)	103
	C.2.	Difracción de electrones de alta energía (Reflection High-Energy Electron Dif-	
		fraction RHEED)	104
	C.3.	Difracción, Reflectividad de rayos X y figuras polares para la determinación	
		de textura (XRD,XRR,PF)	105
		C.3.1. Análisis $\theta/2\theta$	105
		C.3.2. Textura, Figuras Polares y análisis acimutal	106
		C.3.3. Reflectividad de Rayos X	108
	C.4.	Caracterización Eléctrica: Resistencia y Corriente Critica en función de la	
		temperatura y el campo magnético	109
		C.4.1. Determinación de corriente critica	109
			
	Bibli	iografia	111

Lista de símbolos

Abreviaturas

Abreviatura	Término
11	Familia a base de hierro 11
122	Familia a base de hierro 122
AFM	Microscopía de Fuerza Atómica
EN	Estado Normal
FWHM	Ancho a Media Altura
h	Campo Crítico Reducido
$\mu_0 H$	Campo Magnético
$\mu_0 H_{c2}$	Campo Crítico mas alto
$\mu_0 H_{crj}$	Campo Crítico de Cambio de Dependencia Magnética
$\mu_0 H_{irr}$	Campo Magnético de Irreversibilidad
Ι	Corriente
J_c	Corriente Crítica
J_{c0}	Corriente Crítica a $\mu_0 H = 0$ T
$J_c(heta)$	Dependnecia Angular de la Corriente Crítica
LV	Líquido de Vórtices
RHEED	Difracción de electrones de alta energía
RMS	Rugosidad (Root Mean Square Roughness)
T	Temperatura
t	temperatura reducida
TAFF	Regimen Termicamente Asistido (Thermally Assisted Flux Flow)
T_c	Temperatura Crítica
T_g	Temperatura de Transición Vítrea
T_{irr}	Temperatura de Irreversibilidad
T_x	Temperatura de Transición TAFF
U_0	Energía Potencial de Anclaje
V	Voltaje
VV	Vídrio de Vórtices
WHH	Werthamer-Helfand-Hohenber
γ	Factor de Anisotropía

Abreviatura Término

ξ	Longitud de Coherencia
ρ	Resistividad
$ ho_0$	Resistividad en el Estado Normal

1. Introducción

La superconductividad es un fenómeno que aparece a bajas temperaturas y que se caracteriza principalmente por la pérdida total de resistencia a la conducción eléctrica por debajo de cierta temperatura critica, T_c . Además, viene acompañada por la expulsión del campo magnético de su interior cuando este se encuentra expuesto a campos magnéticos relativamente pequeños, presentando un diamagnetismo perfecto.

Han transcurrido un poco mas de cien años desde que Onnes [1] descubrió la superconductividad en 1911 y un poco más de cincuenta desde que se planteo la teoría BCS por parte de Bardeen, Cooper y Schrieffer [2], que explicaba muy bien el fenómeno para superconductores convencionales (tipo I y tipo II). Esta teoría predecía una temperatura limite de 30K a la cual la interacción electrón-fonón dejaba de ser efectiva. Pero cuando en 1986 Bernodz y Müller [3] dieron a conocer a la comunidad científica el descubrimiento de los que ahora se conocen como los superconductores de alta temperatura crítica (HTSC), la superconductividad dejo de ser un fenómeno a muy bajas temperaturas (temperatura del helio líquido) y las aplicaciones practicas se hicieron mas tangibles. Sin embargo, en la actualidad la máxima temperatura crítica superconductora la presenta un cuprato dopado con mercurio (T_c 135 K), sintetizado en 1993 [4] y que puede alcanzar una T_c 155K cuando es sintetizado en condiciones de alta presión. Desde ese momento, han sido infructuosos los intentos por encontrar superconductores con temperaturas críticas más elevadas y aun el mecanismo responsable de la superconductividad en estos materiales no se conoce completamente.

En 2008, el descubrimiento de una nueva familia superconductora a base de hierro, por parte de Hideo Hosono [5], trajo como consecuencia un exhaustivo estudio de estos nuevos materiales debido a diversas características: a) la inesperada presencia de hierro, un elemento de coordinación al igual que el cobre pero con carácter magnético, b) poseen una estructura cristalina laminar, donde la superconductividad se da en las laminas de hierro, mostrado un comportamiento cuasibidimensional similar a los cupratos y c) el estado superconductor se alcanza después de cierto nivel de dopaje tanto con huecos como con electrones. Estas diferencias y similitudes son las bases para el estudio de estos nuevos materiales, ya que un buen entendimiento de sus propiedades fisicoquímicas, podría dar pistas más claras del mecanismo responsable de la superconductividad en los HTSC. En la actualidad [6] la T_c máxima encontrada en estos materiales esta alrededor de 55K y su estudio ha conllevado a la síntesis de diferentes compuestos, clasificados en al menos cuatro subfamilias principales (1111, 111, 122 y 11). Aunque hoy en día se conocen bastante bien algunas de las propiedades de esta nueva familia superconductora, aun quedan grandes retos en el estudio de la misma. Entre estos se encuentran la producción de películas delgadas, esenciales para la realización del estudio de las propiedades fundamentales como la dinámica de vórtices y el papel de los mecanismos de anclaje presentes. Todo esto con el fin de obtener mayores valores de corriente critica, siendo quizás este el hecho más importante para posibles aplicaciones tecnológicas.

El presente trabajo muestra los resultados obtenidos de la producción y caracterización de películas delgadas superconductoras a base de hierro de las familias 122 y 11. En primer lugar, se analizan las diferentes variables utilizadas en el proceso de crecimiento (tipo y composición de capas buffer, tipos de sustratos y temperaturas de deposición). Seguidamente, se realiza un análisis del comportamiento de la corriente critica de transporte en función del campo magnético aplicado con el fin de elucidar el mecanismo de anclaje de vortices presente en estos materiales. Los datos obtenidos son sometidos a diferentes modelos con el fin de determinar el diagrama de fases magnético, herramienta indispensable en el desarrollo de futuras aplicaciones tecnológicas. Al final se comparan las propiedades de anclaje de vortices entre las familias estudiadas y se presentan los resultados obtenidos de la producción de multicapas de la familia 11.

2. Conceptos básicos de la Superconductividad

2.1. Transición al estado superconductor

Dos importantes propiedades fundamentales están asociadas con la superconductividad:

- O La transición desde una resistividad finita ρ_n , en el estado normal por encima de una temperatura de transición al estado superconductor con a una resistividad $\rho = 0$; es decir, hacia una perfecta conductividad DC por debajo de la temperatura crítica T_c .
- O El cambio simultaneo de susceptibilidad magnética χ desde un valor positivo paramagnético por encima de T_c , a un valor $\chi = -1$; es decir, hacia un diamagnetismo perfecto por debajo de T_c . Estos aspectos se ilustran mejor en la figura 2-1.



Figura 2-1.: Cambio en la resistividad y susceptibilidad magnética para un material superconductor por debajo de T_c [7].

2.2. Efecto Meissner

Como se menciono anteriormente, la superconductividad no solo es un fenómeno que implica la pérdida de resistencia al transporte de corriente. En 1933 [8], Meissner y Ochsenfeld descubrieron que la superconductividad posee una segunda característica: El diamagnetismo perfecto. Cuando un material superconductor es expuesto a campos magnéticos relativamente débiles, una corriente de apantallamiento aparece en la superficie del mismo. Estas corrientes crean un campo magnético tanto en el interior como en el exterior del material, que se opone al campo magnético aplicado, haciendo que la inducción magnética en el interior del mismo sea igual a cero. Mientras que en el estado normal las líneas de campo magnético pasan a través de todo el material, en el estado Meissner las líneas son forzadas a pasar por la parte externa.

2.3. Superconductores tipo I y tipo II

Los superconductores poseen la característica de poder existir en el estado normal o en el estado superconductor dependiendo de la magnitud del campo magnético al cual estén expuestos. Estos pasan al estado normal si el campo magnético aplicado supera cierto valor crítico B_c o B_{c1} , el cual varia para diferentes materiales y por encima del cual se pierde el estado Meissner y las líneas de campo magnético penetran el sólido.

En la Figura **2-2a** se muestra el comportamiento de un material en presencia de un campo magnético ascendente desde el estado superconductor. A campos bajos el material se encuentra en el estado Meissner, debido a las corrientes de apantallamiento inducidas. A medida que el campo magnético crece y supera el valor de B_{c1} dos fenómenos diferentes ocurren. Este hecho hace posible la división de los superconductores en dos categorías:

Tipo I: El superconductor pasa del estado Meissner (M) al estado normal (N) inmediatamente después de superado el valor de B_{c1} , presentándose una penetración total de las líneas de campo en el interior del material. Algunos ejemplos de estos materiales son Hg, Al, In.

Tipo II: El superconductor pasa del estado Meissner a un estado de penetración parcial del flujo magnético por encima de B_{c1} , estado conocido como estado mixto (EM). Luego, a medida que el valor de campo magnético aumenta, la superconductividad se pierde totalmente una vez superado el valor de campo critico 2 o B_{c2} , alcanzándose el estado normal. Algunos ejemplos de estos materiales son Nb_3Sn , NbTi y todos los superconductores de alta temperatura crítica HTSC. Además de existir un valor de campo magnético crítico, existe también una densidad de corriente de transporte crítica que inducirá un campo magnético sobre la superficie del material con un valor proporcional a B_c . Se puede definir ahora, una superficie critica para el estado superconductor en tres dimensiones formada por el campo magnético, la densidad de corriente de transporte y la temperatura aplicada y delimitada por los valores críticos de cada una como se aprecia en la Figura **2-2b**.



Figura 2-2.: a. Comportamiento típico de un superconductor tipo I y tipo II en presencia de un campo magnético. b. Superficie critica del estado superconductor [7].

2.4. Superconductores tipo II, Estado Mixto y Vórtices

El parámetro de Ginzburg-Landau

Para hablar de este parámetro, es necesario introducir dos conceptos muy importantes en el estudio de superconductores. El valor ξ , conocido como la longitud de coherencia, es la distancia máxima entre electrones de un par de Cooper en el espacio real y el valor λ , llamado longitud de penetración de London, en honor a estos hermanos, que demostraron que las líneas de campo magnético no son expulsadas completamente del interior del superconductor sino que alcanzan a penetrar cierta distancia λ , decayendo exponencialmente en el interior del material. Para los superconductores tipo I la longitud de coherencia es mucho mayor que la longitud de penetración, así que esta se mantiene sobre distancias relativamente grandes en el interior del superconductor. En los superconductores de tipo II, la longitud de penetración es mucho mayor que la longitud de coherencia, así que los campos magnéticos pueden penetrar en distancias mayores a la longitud de coherencia dentro del material (Figura 2-3a). Así, cerca de la superficie fuertes campos magnéticos coexisten con una alta concentración de superelectrones. La relación entre estas dos longitudes características se conoce como el parámetro de Ginzburg-Landau:

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \tag{2-1}$$

Como se menciono anteriormente cuando el campo magnético excede el valor del campo critico más bajo B_{c1} , el flujo magnético es capaz de penetrar en forma de unidades cilíndricas cuantizadas llamadas vórtices. Para campos magnéticos apenas por encima de B_{c1} , el campo magnético en el interior de los superconductores de tipo II es fuerte en los núcleos de los



Figura 2-3.: a.Incremento del número de superelectrones, decaimiento del campo aplicado en el interior del superconductor y variación de los parámetros ξ y λ para cada tipo de superconductor. b. Representación de un vórtice aislado. c. Representación del campo magnético en el interior de un superconductor tipo II con el aumento de la concentración de vórtices. [9]

vórtices, disminuyendo y volviéndose muy pequeño fuera de estos. Los vórtices poseen un radio igual a ξ y estan rodeado por una región de radio λ , donde el campo magnético decrece exponencialmente y donde se presentan supercorrientes circulares J_s (Figura 2-3b). Cuando la intensidad de campo magnético aumenta los vórtices se sobreponen y el campo magnético se vuelve fuerte casi en todo el interior del superconductor (Figura 2-3c). Eventualmente, cuando el campo magnético excede el valor de B_{c2} , el material pasa al estado normal. Este tipo de superconductores también muestran resistencia cero al paso de corriente eléctrica, pero su estado de perfecto diamagnetismo o Meissner solo ocurre por debajo del campo critico más bajo, B_{c1} . Los superconductores tipo II son muy importantes para aplicaciones tecnológicas debido a que pueden transportar grandes cantidades de corriente y pueden trabajar en presencia de campos magnéticos relativamente altos.

2.5. Corriente crítica

Como se mostró en la construcción de una superficie critica de un superconductor, existe además del campo magnético critico un densidad de corriente crítica J_c . Esta es la máxima corriente que un superconductor puede sostener antes de que se desarrolle un voltaje. Si se considera un alambre superconductor conectado a una fuente externa, este transportará cierta cantidad de corriente llamada corriente de transporte, J_i . Si además, el superconductor se encuentra en un campo magnético, corrientes de apantallamiento aparecerán en la superficie del mismo, J_H , cancelando el flujo magnético en el interior del material. La corriente total será:

$$J_T = J_i + J_H \tag{2-2}$$

La superconductividad se pierde si el valor de J_T supera el valor de densidad de corriente crítica J_c .

2.5.1. Corriente crítica en el estado mixto

Cuando un superconductor tipo II se encuentra en presencia de un campo magnético con valor igual a B_{app} , donde $B_{c1} < B_{app} < B_{c2}$ y por el cual circula una corriente J perpendicular a los vórtices presentes, aparece una fuerza con un valor proporcional a

$$F_L = \vec{B} \times \vec{J} \tag{2-3}$$

 F_L es conocida como la fuerza de Lorentz. Esta fuerza genera un movimiento de los vortices como se aprecia en la Figura **2-4a**. Si las líneas de flujo magnetico se mueven con una velocidad v el campo eléctrico inducido es:

$$E = \vec{B} \times \vec{v} \tag{2-4}$$

Como el núcleo de cada vórtice esta practicamente en el estado normal (Figura 2-3b), los electrones en esta region generaran una resistencia eléctrica en presencia de este campo eléctrico y por ende una disipación de energía. Para evitar la aparición de esta resistencia eléctrica es necesario detener el movimiento de las líneas de flujo magnetico. Esto se puede lograr con el anclaje de los vortices. Algunas inhomogeneidades y defectos en el material pueden actuar como centros de anclaje fijando los vortices en su posición. Dicha interacción es parecida a una fuerza de fricción que previene el movimiento de los vortices hasta que la fuerza de Lorentz excede cierto valor. La fuerza total de anclaje de todas estos centros en una unidad de volumen de la linea de flujo magnetico se comoce como densidad de fuerza de flujo experimentan dependiendo de su posición con respecto al centro de anclaje. Cuando esta fuerza iguala a la fuerza de Lorentz 2-3 el sistema se encuentra en el estado crítico y se puede obtener la siguiente relación:

$$J_c = \frac{F_p}{B} \tag{2-5}$$

La introducción de inhomogeneidades y defectos en el material contribuyen con el aumento de la densidad de corriente que el material puede transportar sin perdidas (Figura **2-4b**), por lo tanto esta depende del tipo, densidad y arreglos de los centros de anclaje.



Figura 2-4.: a.Movimiento de los vortices debido a la fuerza de Lorentz en un superconductor que transporta una corriente en presencia de un campo magnetico. b. Curva de corriente-voltaje en presencia (linea solida) y ausencia (linea discontinua) de centros de anclaje. [10]

2.6. Dinámica de las líneas de flujo magnetico, efectos térmicos y desanclaje

Al determinar la corriente critica de transporte de un superconductor que se encuentra en el estado mixto, se pueden apreciar diferentes comportamientos en las curvas I-V. Un movimiento de las los vortices asistido térmicamente (*TAFF* por sus siglas en inglés: *Thermally Assisted Flux Flow*) a bajos valores de corriente, un movimiento libre de los mismos a corrientes altas (*FF*:Flux Flow) y un estado intermedio entre las dos (*Flux Creep:FC*). Estos tres tipo de comportamiento se ilustran mejor en la Figura . El criterio de 1 μV es usado para determinar experimentalmente el valor de corriente critica, J_c .

2.6.1. Flux Flow

Si la fuerza de anclaje en un superconductor es débil o si la fuerza de Lorentz es muy grande (altos valores de corriente) excediendo la primera, todo el conjunto de vortices se moverá lateralmente a cierta velocidad. Este fenómeno se conoce como *flux flow*(FF). La teoría mas aceptada para describir este estado fue propuesta por Bardeen y Stephen [11]. Considerando un vórtice de radio ξ en movimiento, este generara un campo eléctrico en su interior y en los alrededores. Este produce una perdida igual a $W = \rho_{ff}J^2$ y por tanto una resistividad característica. El resultado es:

$$\rho_{ff} = \rho_n \frac{B}{B_{c2}} \tag{2-6}$$

donde ρ_n es la resistividad en el estado normal. En la ecuación 2-6 cuando B es igual a B_{c2} ,



Figura 2-5.: Energía de los vortices vs. su posición en los centros de anclaje a.Estado donde $J_t \ll J_C$, U es la energía de activación para el desanclaje de los vortices. b. Estado critico $J_t = J_C$. c. $J_t > J_C$ (flux flow) [10]

 ρ_{ff} se convierte en ρ_n como es de esperarse y cuando B es cero ρ_{ff} también lo es ya que no habrían vortices presentes en el superconductor.

2.6.2. Movimiento asistido térmicamente: TAFF y flux creep

2.6.2.1. Flux creep(FC)

Cuando un vórtice es anclado por un centro de anclaje, este encuentra un mínimo de energía potencial. Este estado metaestable puede ser perturbado fácilmente por la temperatura induciendo a los vortices a moverse (flux creep) hasta encontrar un nuevo punto de pseudo-equilibrio. Anderson y Kim [12] propusieron que la velocidad de escape de los vortices de los centros de anclaje viene dada por la expresión:

$$\nu = \nu_0 e^{-U/kT} \tag{2-7}$$

donde U es la energía de activación, k es la constante de Boltzman y ν_0 es una frecuencia de movimiento del vórtice alrededor del punto de minima energía local. Este fenómeno se hace importante en los superconductores de alta temperatura critica donde las velocidades de escape y el flux creep representan un desafió para posibles aplicaciones. Sin embargo la altura de dicha barrera energética U también depende de la corriente transportada por el superconductor. En la Figura **2-5a** se puede observar que a valores de corriente muy pequeños el salto de los vortices puede darse tanto a la izquierda como a la derecha, donde esta ultima representa la dirección de la fuerza de Lorentz. El punto A representa el punto de minima energía local donde el vórtice se encuentra anclado. Para poder ser desanclado la fuerza de Lorentz debe realizar un trabajo para sobrepasar la energía de la barrera en el punto B. Al alcanzar el estado critico la corriente transportada iguala a la corriente critica y el valor de U iguala el mínimo de energía local (Figura **2-5b**). A mayores densidades de corriente los vortices se moverán libremente (flux flow) como se parecía en la Figura **2-5c**. La reducción de la energía de activación con el aumento de la corriente puede ser modelada por:

$$U = U_0 \left(1 - \frac{J}{J_0} \right) \tag{2-8}$$

donde U_0 es la energía potencial de anclaje cuando $J \rightarrow 0$. El decaimiento en la magnetización así como la de su corriente asociada es proporcional a R y para saltos en la dirección de Lorentz se tiene:

$$\frac{dJ}{dt} \propto e^{-\frac{U_0}{kT}(1-J/J_c)} \tag{2-9}$$

Combinando las ecuaciones 2-8 y 2-7 se obtiene la conocida relación de Kim-Anderson para el *flux creep*:

$$J(T) = J_c [1 - (kT/U_0) ln(\nu/\nu_0)]$$
(2-10)

donde la velocidad de arrastre (creep rate) $S(T) \equiv \left[-(\partial ln J/\partial ln t)_{B,T}\right]$ esta dada por:

$$S(T) = -T/[U_0 - Tln(\nu/\nu_0)]$$
(2-11)

La ecuación 2-10 muestra que J_c se reduce drásticamente debido al *flux creep* cuando U_0 es pequeño y la temperatura es alta. Así, en un periodo de tiempo grande la corriente de magnetización al igual que el momento magnetico decaerán proporcional a *lnt*. En medidas de transporte el campo eléctrico esperado combinando las ecuaciones 2-4 y 2-9 es:

$$E = B l \nu_0 e^{-\frac{U_0}{kT}(1 - J/J_c)} \tag{2-12}$$

donde l es la distancia de salto efectiva. Esta ecuación no lineal representa adecuadamente la region de flux creep en la curva I - V halladas experimentalmente.

2.6.2.2. Movimiento de vórtices asistido térmicamente: TAFF

Las fluctuaciones termicas ademas de afectar el potencial de anclaje afecta de manera importante la dinamica de estos en el sistema. De acuerdo con Anderson y Anderson-Kim estas flucucaiones inducen saltos entre valles de potencial de segmentos de las lineas de vortices o de agrupaciones (racimos) de estas a una velocidad $v \cong 2v_0 exp(-U_0/T)sinh[(U_0/T)(j/j_0)]$ en la presencia de una corriente $j < j_c$. A corriente muy bajas $j \to 0$ el sistema muestra un comportamiento Ohmico con una resistencia:

$$\rho(T) \propto \rho_n exp(-Uo/T) \tag{2-13}$$



Figura 2-6.: a.Fuerzas de anclaje elementales distribuidas aleatoriamente. b. Variación de la energía cuando un vortices se mueve alrededor de un centro de anclaje y c. variación en la fuerza elemental de anclaje. [10]

Esto trae como consecuencia la aparicion de varios limites: Si el potencial de anclaje U_0 es pequeño comparado con la temperatura T, es decir $U_0 \ll T$ el movimiento de los vortices no se ve afectado por la presencia de centros de anclaje y pueden moverse libremente bajo la accion de la fuerza de Lorentz (Flux Flow). La resistencia en este caso esta dada por la ecuacion 2-6 y las lineas de flujo entran en el regimen de *liquido de vortices desanclado*. Cuando el potencial de anclaje es grande; $U_0 \gg T$ la resistividad se vuelve pequeña de manera exponencial:

$$\rho(T) \cong (\rho_0) exp(-U_0/k_B T)$$
(2-14)

presentando un comportamiento del tipo Arrhenius. En este regimen los vortices se encuntran como un *liquido anclado de vortices* y ocurre a altas temperaturas cerca de la linea de fusion $B_m(T)$. Este estado ahora se conoce como TAFF por sus siglas en ingles (Thermally Assited Flux Flow) [13]. Dentro de este regimen el sistema de vortices se comporta com un liquido muy viscoso donde las fluctuaciones termicas se hacen importantes y la transicion al estado de libre movimiento FF se puede alcanzar facilmente.

2.7. Mecanismos de anclaje de vórtices

Como se menciono anteriormente la fuerza de anclaje detiene el movimiento de los vortices oponiéndose a la fuerza de Lorentz en la presencia de una corriente de transporte. Esta fuerza es un valor macroscópico promedio de las fuerzas de anclaje elementales hechas por cada centro de anclaje (Figura **2-6a**). La densidad de la fuerza de anclaje puede determinarse teniendo en cuenta la suma de todas estas fuerzas individuales:

$$F_p = \sum_{i=1}^{N_p} f_i(B, T)$$
(2-15)

donde f_i es la fuerza elemental de anclaje del i-ésimo centro y N_p es la densidad de centros de anclaje. LA fuerza elemental de anclaje puede tomar valores negativos o positivos $(-f_p, f_p)$ dependiendo de la posición relativa de la linea de flujo con respecto a la posición de equilibrio del centro de anclaje. Para un centro de anclaje dado interactuando con un vórtice la fuerza elemental de anclaje esta definida por el máximo valor de esta fuerza de interacción:

$$f_p = \left(-\frac{\partial U}{\partial x}\right)_{max} \tag{2-16}$$

Cuando se presenta una variación en la energía de la barrera de desanclaje U como se muestra en la Figura **2-6b** durante el desplazamiento de la linea de flujo magnetico a través del centro de anclaje, la fuerza de interacción también varia (Figura **2-6c**).

De manera similar, la fuerza de anclaje por unidad de volumen se puede considerar como:

$$f_p = -\eta L \Delta W / x \tag{2-17}$$

 ΔW es el trabajo realizado para mover el vórtice una unidad de distancia hasta una posición donde se encuentra desanclado, divido por x, el rango efectivo de interacción de anclaje; L es la longitud de la linea de flujo que esta directamente anclada y η es un factor de eficiencia que depende de cada material. Todas estas cantidades están influenciadas por varios factores:

- 1. La naturaleza superconductora de los centros de anclaje.Las líneas de flujo interactúan con los centros de anclaje debido a que las propiedades superconductoras de estos difieren de la del superconductor. La interacción entre ambos es una función de la magnitud de esta diferencia. Estas diferencias pueden ser causadas por (a) pequeñas diferencias en κ , debidas a fluctuaciones en la composición, es decir a la presencia de impurezas con menor T_c o a distribuciones no homogéneas de dislocaciones y (b) debido a la presencia de partículas no superconductoras, las cuales pueden ser metales en estado normal o aislantes. Cuando el diámetro de las partículas metálicas es menor o igual a ξ el efecto de proximidad puede inducir superconductividad sobre estos lo que produciría cambios en κ . Estos dos tipo de anclaje se conocen como anclaje $\Delta \kappa$ y anclaje *normal*.
- 2. El tamaño y espaciado de la microestructura de anclaje. Cuando el tamaño a y espaciado l de los centros de anclaje son mayores que la longitud de penetración de London λ la inducción magnética encontrara una posición de equilibrio en todo el centro de anclaje mientras que si ambos parámetros son menores a λ la inducción magnética no se podrá ajustar completamente a un valor de equilibrio local sino a un promedio entre el centro de anclaje y la region superconductora. La primera se conoce como *interacción magnética* y la segunda como *interacción de núcleo*.

- 3. El tamaño de los centros de anclaje comparados el espaciado de la red de vortices. Los centros de anclaje pueden ser clasificados de acuerdo con tu dimensiones comparadas el espaciado de las líneas de flujo magnetico d (d = 1,07(φ₀/B)^{1/2}. Los centros puntuales tienen todas sus dimensiones menores a d y solo pueden interactuar con un vórtice a la vez. Los centros lineales tienen una dimensión mayor a d. Si este se encuentra ubicado paralelo al campo magnetico aplicado podrá interactuar con un vórtice en toda su extension. Los anclaje de superficie tienen dos dimensiones mayores a d. Estos pueden ser dislocaciones, precipitados con forma laminares o fronteras de grano. Los centos de anclaje con todas las dimensiones mayores a d son centros de volumen y pueden ser precipitados de gran tamaño.
- 4. La rigidez de las líneas de flujo. Esta determina si el desplazamiento de las líneas de flujo magnetico es puramente elástico debida a centros de anclaje débiles o si la fuerza de anclaje es lo suficientemente fuerte como para distorsionar la red de vortices haciéndolos actuar individualmente.

Las funciones de anclaje para las diferentes situaciones de anclaje, magnética o nuclear, normal o $\Delta \kappa$, puntual, superficial o de volumen se pueden determinar con los valores apropiados de L, ΔW y x en la ecuación 2-17. La tabla **2-1** muestra como se afecta dicha función dependiendo de cada mecanismo de anclaje según Dew-Hughes [14].

Tipo de interacción	Geometría de anclaje	Tipo de anclaje	Función de Anclaje $F_p(h)$
Magnético	Volumen	Normal	$rac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 h^{1/2} (1-h)}{\kappa^3}$
Magnetico		$\Delta \kappa$	$\frac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 h^{1/2} (1-2h) \Delta \kappa}{\kappa^4}$
	Volumen	Normal	$\frac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 (1-h)^2}{5{,}34\kappa^2}$
		$\Delta \kappa$	$\frac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 h(1-h) \Delta \kappa}{2,67 \kappa^3}$
Nuclear	Superficial	Normal	$rac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 h^{1/2} (1-h)^2}{4\kappa^2}$
		$\Delta \kappa$	$rac{\mu_0 S_v H_{c2}^2 h^{3/2} (1-h) \Delta \kappa}{2\kappa^3}$
	Puntual	Normal	$rac{\mu_0 V H_{c2}^2 h (1-h)^2}{4,64 lpha \kappa^2}$
	i untuai	$\Delta \kappa$	$\frac{\mu_0 V H_{c2}^2 h^2 (1-h) \Delta \kappa}{2,32 \alpha \kappa^3}$

Tabla 2-1.: Funciones de anclaje F_p para las diferentes situaciones de anclaje, magnética o nuclear, normal o $\Delta \kappa$, puntual, superficial o de volumen [14].

Si se gráfica F_p en función del campo magnetico reducido $h = H/H_{c2}$ se encuentra que generalmente esta esta descrita por una curva maestra a diferentes temperaturas. Así, teniendo en cuenta que la fuerza de anclaje puede ser representada por:

$$F_p(h) \propto H_{c2}^n(T) f_n(h) \tag{2-18}$$

los valores de n y la forma de $f_n(h)$ (comportamiento del campo critico reducido) pueden dar cuenta de las características del mecanismo de anclaje en el superconductor (tabla **2-1**).

2.8. Diagrama de fases magnético en los HTSC

La fenomenologia de los superconductores convencionales tipo II esta dominada por la presencia de vortices en una amplia region del diagrama de fases magnetico. Este diagrama, esta compuesto por una fase Meissner caracteriyada por la expulsion completa del flujo magnetico a campos magneticos debiles $H < H_{c1}$ y una fase mixta a campos altos $H > H_{c1}$, donde el flujo magnetico penetra al supercoducutor en forma de lineas, tambien conocidas como vortices (en esta fase las lineas de flujo magnetico se ordenan en forma triangular con un ordenamiento de largo alcance; *red de vortices*). A medida que el campo magnetico aumenta la densidad de lineas de flujo dentro del superconductor aumenta, solapandosen hasta alcanzar el estado normal una vez se sobrepasa el valor de campo critico H_{c2} .

El descubrimiento de los superconductores de alta temperatura critica trajo consigo el descubrimiento de nuevas caracteristicas en los diagramas de fases magneticos [15]. Uno de estos fue que en una amplia region por debajo de la temperatura critica las propiedades eran reversibles y en la cual $J_c = 0$. Ademas solamente por debajo de una temperatura $T_{irr}(H)$, el comportamiento se vovlia irreversible y $J_c \neq 0$. Estas dos zonas estan divididas por lo que ahora se conoce como *linea de irrevesribilidad*. Esta linea actua como la frontera entre un arreglo ordenado de los vortices (red de vortices, $J_c \neq 0$) y un estado de vortices desanclados y con libre movimiento (liquido de vortices, $J_c \neq 0$) por lo que tambien sule conocerse como linea de fusion de vortices $T_m(H)oB_m(T)$.

Enfoquemonos ahora en un superconductor que se encuentra en el estado mixto. Al aplicar una corriente, los vortices empezaran a moverse bajo la accion de la fuerza de Lorentz (ecuacion 2-3) generando una resistencia electrica (ecuacion 2-4). Sin embargo cualquier desorden estatico (impurezas por dopaje, fases no supercodnuctoras, defectos estructurales) contribuira con una fuerza de anclaje F_p haciendo que el potencial tecnologico de estos superconductores no se pierda. Sin embargo, este no es el unico efecto producido. El desorden juega un papel importante en la red de vortices (fase de Abrikosov) de un supercodnuctor tipo II. Este destruye el orden de largo alcance de las lineas de flujo magnetico conservandose solo a muy cortas distancias. Esta es una caracteristica de lo que se conoce como *Estado* Vítreo, por lo que a esta fase es llamada *Vidrio de Vortices* [16–18]. El siguiente dirgrama muestra la relacion entre el desorden y el estado de lo vortices:



Figura 2-7.: Diagrama de fases magnético para un superconductor tipo II convencional (A), HTSC con red de vortices (B) y un HTSC con impurezas presentando la fase de vidrio de vortices (C). EM: Estado Meissner, SV: Solido de Vortices, LV: Liquido de vortices, VV: Vidrio de vortices, LAV: Liquido anclado de vortices (regimen TAFF), LDV: Liquido desanclado de vortices. B_{c1} y B_{c2} son los campos críticos. No dibujado a escala

Red de Vortices $\xrightarrow{desorden}$ Vidrio de Vortices Liquido de Vortices $\xrightarrow{desorden}$ Liquido de Vortices

Des esta forma, el desorden perturba de forma relevante la red de vortices convirtiéndola en un vidrio de vortices mientras que es completamente irrelevante en la fase de liquido de vortices.

En la figura 2-7A se muestra el diagrama de fases magnetico para un superconductor tipo II convencional. Los diagramas mostrados en 2-7B,C representan un diagrama de fases magnetico para un superconductor de alta temperatura critica donde el desorden introducido convierte la red de vortices en una fase vitrea. La separacion entre el estado liquido z solido esta demarcada por la linea de irrevesribilidad o de fusion. La figura 2-7C ademas muestra el regimen del movimiento asistido termicamente de las lineas de flujo (TAFF) donde los vortices se comportan como un liquido viscoso anclado y donde las fluctuaciones termicas perturban con facilidad el estado de los mismos haciendo que se comporten como un liquido con libre movimiento [19].

3. Superconductores a base de hierro

En febrero de 2008 [5]se anunció el descubrimiento de un nuevo material superconductor con una $T_c = 26K$ en un compuesto dopado con flúor y a base de hierro $LaO_{1-x}F_xFeAs$. Al ser esta una nueva familia superconductora muy diferente a las ya existentes como los cupratos [3], fuleruros [20] o MgB_2 [21], su descubrimiento ha atraído la atención de muchos investigadores y ha impulsado un exhaustivo estudio desde dicha publicación. Un hecho distintivo de este tipo de materiales es su estructura laminar formada por láminas de LaO y FeAs y la presencia de hierro en su estructura (un metal de carácter magnético) (Figura **3-1A**). El fenómeno superconductor aparece cuando se varían las concentraciones de portadores de carga como resultado del dopado con flúor en las láminas de LaO las cuales se encuentran espacialmente separadas de las láminas de FeAs. Los valores de T_c son sensibles a la concentración y al tipo de elementos dopantes. El estudio de este nuevo tipo de materiales superconductores ha dado como resultado la obtención de diferentes familias relacionadas y que en la literatura se conocen como la tipo 1111, 122, 111 y 11. En la primera familia (1111) se encuentran los compuestos del tipo $LnOFeP_n$ donde L_n = Tierras raras (Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, y Dy) y $P_n = P$, As, Bi.La segunda familia superconductora o tipo 122 está conformada por arseniuros ternarios y metales maladministered del tipo AFe_2As_2 donde A= Ca, Sr, Ba.

Al igual que en la familia 1111 los superconductores del tipo 122 están compuestos por laminas de FeAs formadas por tetraedros conjugados de $FeAs_4$ y redes de metales alcalinoterreos (Figura 3-1B). En contraste con la familia 1111, los de tipo 122 no contienen oxígeno ni tierras raras. La familia 111 está representada por el compuesto LiFeAs y la familia 11 por el compuesto $FeSe_{1-x}$. Ya que el proceso de síntesis de las familias 122 y 11 es menos complicado el estudio de las propiedades superconductoras se ha centrado en estos dos tipos de compuestos.

3.1. Propiedades estructurales y superconductoras

Todos los superconductores pnicógenos de hierro incluyen una capa bidimensional (2D) de FePn (Pn:elemento del grupo del nitrógeno) con una estructura tetragonal a temperatura ambiente. Es por esto que sus propiedades físicas son consideradas bidimensionales, similar a los superconductores de alta temperatura critica (HTSC).



Figura 3-1.: Estructuras cristalinas de los compuestos **A.** $LnOMP_n$ familia 1111 y **B.** AFe_2As_2 familia 122. **C.** Diagrama de fases del sistema AFe_2As_2 para K, $Co \ y \ P$ como elementos sutituyentes. PM:estado paramagnético, AFM: estado antiferromagnético, T: Tetragonal, O: Ortorrombico, SC: superconductor [22].

Bajo condiciones normales la fase AFe_2As_2 posee una estructura tetragonal (tipo $ThCr_2Si$, grupo espacial I4/mmm) formada por láminas alternas de $FeAs_4$ y redes atómicas de metales alcalinoterreos A=Ca, Sr, Ba. Para este tipo de compuestos el estado superconductor se puede alcanzar por dopado con huecos, reemplazando los iones divalentes de $A^{2+} = (Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+})$ por iones monovalentes de metales alcalinos como K, Na, Cs. Hasta la fechas se han reportado T_c entre 37-38 K para los compuestos $Ba_{1-x}K_xFe_2As_2$ [23] y $Sr_{1-x}(K, Cs)_x Fe_2 As_2$ [24] y 20 K para el compuesto $CaFe_2 As_2$ dopado con sodio [25]. Al igual que en los compuestos 1111, se ha estudiado el efecto de la presión externa en la superconductividad en los materiales de partida no dopados. Mientras que para el material superconductor $Ba_{1-x}K_xFe_2As_2$ la T_c decrece linealmente con el aumento de presión [26] los compuestos no dopados muestran un incremento en la T_c con el aumento de la presión externa llegando a un máximo donde dicha presión distorsiona la estructura cristalina del sólido y la T_c comienza a disminuir [27]. Por otro lado, el primer reporte de dopaje con electrones en los sitios del hierro fue reportado por Sefat et. al. [28], usando cobalto en el compuesto $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$. La superconductividad ocurre a niveles bajos de dopaje (x $T_c = 0.06-0.08$) con una máxima $T_c de 22$ K. Este hecho es interesante, ya que a comparación de los cupratos donde la sustitución de cobre por otros metales hace que se pierda el fenómeno superconductor, los compuestos de hierro muestran ser sistemas más robustos.

Al igual que la familia 1111 lo materiales de partida no son superconductores (compuestos no dopados con metales alcalinos) y presentan anomalías bien pronunciadas en la región



Figura 3-2.: A. Estructura cristalina de la familia 11 (Tetragonal). B. Diagrama de fases donde se muestran los diferentes estado en función del contenido de Te y la presión aplicada [33].

de bajas temperaturas. $BaFe_2As_2$ muestra anomalías [25, 29–31] en la resistencia eléctrica, conductividad térmica y susceptibilidad magnética alrededor de 140K, que de acuerdo con resultados de difracción de rayos X [30] corresponden a una transición de fase estructural de segundo orden donde la estructura tetragonal (I4/mmm) cambia a una estructura ortorrómbica (Fmmm). Por otra parte, experimentos con difracción de neutrones [32] revelaron que dicha transición de fase estructural, en contraste con la familia 1111, está acompañada por una transición casi simultánea a un estado antiferromagnético. Ninguna de estas dos transiciones se observa para los arseniuros superconductores (dopados con metales alcalinos) con el descenso de la temperatura.

El diagrama de fases de los superconductores a base de hierro puede ser obtenido por la manipulación química o de las propiedades estructurales, usando sustitución química o aplicando una presión externa. En la familia 122 la sustitución sistemática del elemento alcalinoterreo (Ba), el metal de transición (Fe) o el pnicógeno (As) con diferentes elementos produce un diagrama de fases casi universal. Este es presentado en la figura **3-1C**. Este esta compuesto por transiciones antiferromagnético (AFM) y estructurales, las cuales son suprimidas via sustitución y una region superconductora que se encuentra prácticamente centrada a la concentración critica donde el orden AFM es destruido. La similitud en entre los diagramas de fases producidos por los diferentes tipos de sustitución (K^+ por Ba^{2+} ; $Co-3d^7$ por $Fe-3d^8$ y $P-3p^3$ por $As-4p^3$) dan cuenta de la versatilidad química y de las posibilidades para el estudio de esta familia [22]. El fenómeno superconductor también ha sido reportado en un compuesto de $\alpha - FeSe$ $(T_c = 8K)$ con una estructura del tipo $\alpha - PbO$ (Figura 3-2A). Esta familia concocida como 11, posee una estructura laminar similar a formada por FeAs de la familia 122. Se ha encontrado que la fase superconductora existe únicamente en muestras preparadas con deficiencias de Se. Además, se ha reportado que la aplicación de presión aumenta la temperatura critica hasta aproximadamente 37K a 1,5GPa [34]. También se ha encontrado que la sustitución de Se por Te aumenta el valor de T_c hasta ~15K en el compuesto $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$, donde FeTeno es superconductor [35]. Esta familia superconductora ha atraído la atención por poseer la estructura mas simple de todas las familias conocidas hasta el momento.

El diagrama de fases de esta familia superconductora en función de la presión y composición se muestra en la figura **3-2B** [33]. Se pueden apreciar dos hechos remarcables (i) un fuerte incremento en la T_c hasta ~37K en el compuesto $Fe_{1+\delta}Se$ cuando es sometido a presión y (ii) el ordenamiento magnético (AFM solo ocurre en la region cercana a la composición $Fe_{1+\delta}Te$, diferente a lo encontrado en la familias 1111 y 122. La distorsión tetragonal a ortorrómbica en la region rica en selenio es diferente a la observada para $Fe_{1+\delta}Te$ (tetragonal a monoclínico) . La transición estructural de $Fe_{1+\delta}Se$ es suprimida por la sustitución con Te y por presión, incrementandose en ambos casos los valores de T_c [33].

3.2. Películas delgadas superconductoras a base de hierro

3.2.1. Familia 122

Katase y su grupo fueron los primeros en producir películas epitaxiales de $BaFe_2As_2$ dopadas con cobalto (Ba122:Co) [36]. Ellos encontraron que las películas con Ba son químicamente mas estables que las de Sr. Las películas de esta familia (Ba122:Co) son mucho mas fáciles de producir que las películas de la familia 1111, lo cual ha conllevado a un intenso estudio de este sistema.

Por otra parte Lee e Iida [37,38], han reportado la producción de películas epitaxiales de Ba122: Co de alta calidad. Lee ha logrado producir películas en cuatro tipos de bicristales de $SrTiO_3$ (STO) con corrientes criticas del orden de $3MA/cm^2$ a 4K donde se estudiaron las características de las fronteras de grano, importantes para la aplicación en cintas y cables superconductores. Se ha estudiado el efecto de las tensiones en la T_c usando diferentes sustratos monocristalinos. Iida ha concluido que el STO es el mejor sustrato debido a que no se presentan fluctuaciones en la composición química y las propiedades superconductoras son mejores que los otros sustratos utilizados ($T_c024,5K; \Delta T_c \simeq 1K$)(Figuras 3-3A,B) [38].

En la búsqueda de películas epitaxiales con alta calidad, Lee [39] reporto el uso de capas delgadas de STO o $BaTiO_3$ usadas como plantillas, crecidas sobre perovskita, conforma-



Figura 3-3.: A. Dependencia de la resistencia con la temperatura normalizada para películas epitaxiales de Ba122: Co crecidas sobre diferentes sustratos. B. T_c vs. c/a(parámetros de red) [38].

das por 50-100 celdas unitarias (Figura **3-4A**). Estas capas buffer podrían establecer un ordenamiento de los enlaces químicos entre las capa 122 y los sustratos que poseen metales trivalentes como LSAT y LAO, debido a que estas capas buffer poseen iones alcalinoterreos divalentes como la fase 122. Estas películas mostraron un pico pronunciado de J_c lo largo de c, lo cual es opuesto a lo esperado debido a $\mu_0 H_{c2} \parallel C$ es menor que $\mu_0 H_{c2} \perp C$ [40]. Las imágenes obtenidas por TEM muestran claramente un fuerte anclaje paralelo al eje c, debido a la presencia de defectos nanometricos alineados verticalmente [41]. Mas recientemente se ha encontrado que el anclaje de vortices responsable del aumento de J_c es debido a la presencia de nanopilares de $BaFeO_2$ (4-5nm) [42].

El grupo liderado por Holzapfel et. al. [43–45], ha propuesto otro tipo de capa buffer compuesta por hierro (Fe) con una estructura bcc. Esta capa es efectiva debido a que la distancia de enlace Fe - Fe a lo largo de la dirección [110] es muy cercana a la distancia Fe - Fe en la dirección [100] de Ba122 : Co. Este hecho hace que incluso en sustratos con un desajuste (mismatch) relativamente alto entre los parámetros de red como LSAT (-2%) y MgO(+6%) la capa buffer presente una relación epitaxial (001[110] $Fe \parallel$ (001)[100]LSAT/MgO), la cual contribuye a un crecimiento coherente en la interface Fe/Ba122 (Figura 3-4B). Optimizando el espesor de esta capa buffer (~15nm) [43], se han obtenido valore de J_c de 0,45 MA/cm^2 a 12K. Además, la dependencia angular de J_c usando capas buffer muestra únicamente picos cuando $\mu_0H \perp C$, lo cual difiere de las películas con nanopilares de $BaFeO_2$. Finalmente concluyen que dicha observación es debida al anclaje intrínseco debido a los planos ab, es decir un anclaje tridimensional [46]. Sin embargo, análisis por espectroscopía



Figura 3-4.: A. Esquema de la arquitectura usada para el crecimiento de películas epitaxiales de Ba122 : Co sobre capas buffer de STO y perovskita como sustrato [39].
B. Desajuste (mismatch) presente en el plano entre la capa buffer de hierro y la capa 122 [44]. C. Dependencia angular de J_c a 12T y temperaturas de 4K y 9K para películas crecidas sobre LSAT [48].

auger mostraron que el cobalto de la capa superconductora puede difundirse hacia la capa buffer (figura **3-5A**), especialmente a altas temperaturas, creando regiones con compasión y T_c diferentes de acuerdo con el diagrama de fases electrónico determinado (Figura **3-4B**) [47].

Otros estudios detallados de la dependencia angular de J_c [48], han mostrado que al igual que las películas crecidas sobre STO, J_c muestra un pico a lo largo del eje c (θ =0, Figura **3-4C**), lo cual implica que los defectos correlacionados (defectos columnares) pueden ser introducidos si los parámetros de red a entre el sustrato y la capa buffer difieren mucho. En este caso, a campos magnéticos alto $\mu_0 H > 12T$ se observa la aparición de un nuevo pico el cual corresponde a la orientación ab. La presencia de este pico es atribuida a defectos puntuales aleatorios. Sin embargo estudios detallados de microtextura son necesarios para clarificar el origen de estos centros de anclaje.

Por otra parte, Katase et. al. [49], han producido películas epitaxiales de Ba122: Co con altos valores de J_c sobre sustratos de LSAT (001) sin emplear ninguna capa buffer. Estos resultados son atribuidos a un mejoramiento de las condiciones de síntesis de los blancos superconductores (blancos de mayor pureza) y al mejoramiento de las condiciones de ca-


Figura 3-5.: **A.** Perfil de profundidad auger de Fe y Co a diferentes temperaturas de películas de Ba122 : Co crecidas sobre capas buffer. **B.** Diagrama de fases electrónico mostrando la dependencia de T_c con la concentración de cobalto [47].

lentamiento del sustrato. Este método conllevo a la fabricación de las primeras junturas Josephson [50] y dispositivos superconductores de interferencia cuántica (SQUID) [51], usando películas epitaxiales superconductoras a base de hierro.

3.2.1.1. Fronteras de Grano

Una característica que se debe tener en cuenta a la hora de fabricar cintas o cables de los superconductores de alta temperatura critica (HTSC), son las fronteras de grano (FG). En estas aplicaciones, los granos de los HTSC deben estar altamente trxturizados con el fin de prevenir la reducción de J_c a lo largo de las FG desorientadas, ya que J_c depende fuertemente del ángulo de desorientación de estas regiones (θ_{FG}).

El primer estudio realizado para examinar las propiedades de transporte a través de bicristales (FG) fue llevado a cabo por Lee et. al. [52]. Las películas de Ba122 : Co fueron crecidas sobre sustratos de bicristales de STO inclinados a lo largo de [001], con $\theta_{FG}=3,6,9 \text{ y } 24^{\circ}$. La figura **3-6A** muestra que J_c decrece un orden de magnitud cuando θ_{FG} incremente de 3° a 24° y el ángulo critico θ_c , definido donde se da una transición de union fuerte a union débil es estimado entre 3-6°. Este comportamiento de las fronteras de grano actuando como uniones débiles es similar al observado para cintas superconductoras de YBCO. Sin embargo, el decaimiento de J_c con el ángulo de desorientación es mucho mas suave al observado en YBCO (Figura **3-6B**).



Figura 3-6.: A. Dependencia de J_c con el ángulo de desorientación de la frontera de grano en bicristales de STO a 12K y un campo magnético de 0,5T. B. Dependencia de J_c con el ángulo de desorientación de la frontera de grano y comparación con YBCO [52].

En particular, el avance en la producían de películas delgadas superconductoras de la familia 122 ha sido relevante y los valores de J_c han alcanzado valores incluso mayores a los obtenidos en monocristales del mismo material ($\sim 0.1 MA/cm^2$ para monocristales y $\sim 1 MA/cm^2$ para películas delgadas).

3.2.1.2. Familia 11

El primer resultado de la producción de películas superconductoras de la familia 11 fue reportado por Wu et. al. [53]. Ellos reportaron que la orientación preferencial y la T_c de películas de 11 crecidas por ablación laser sobre sustratos de MgO (001) dependen de la temperatura de crecimiento y del espesor de la película (Figura **3-7A**). Las películas de $FeSe_{1-x}$ presentaron orientaciones preferenciales (001) y (101) cuando fueron crecidas a 320°C (LT) y 500°C (HT) respectivamente. la T_c depende fuertemente del espesor en las películas producidas a bajas temperaturas (LT), caso contrario a las películas HT las cuales no mostraron dicha dependencia. La película HT presento un máximo de T_c a 10K. Paralelamente, se reporto la producción de películas de $FeSe_x$ (x=0,80-0,92) crecidas sobre STO, LSAT y LAO (001) por ablación laser. Las películas obtenidas mostraron una orientación cristalográfica a lo largo de c. Para la película depositada sobre LAO con un espesor de 200 nm y x=0,88, la T_{cmax} fue 11,8K.



Figura 3-7.: A. Dependencia de la resistividad con la temperatura para películas 11 crecidas a baja temperatura (320°C-LT) y alta temperatura (500°C-HT) con diferentes espesores [53]. B. Dependencia de la T_c y el parámetro a con el espesor de películas superconductoras de $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ [54].



Figura 3-8.: A. Esquema de la altura del anion en la capa de hierro. B. Dependencia de la T_c con la altura de Se/Te en películas de crecidas sobre MgO [55].
C. Dependencia de la T_c con la altura del anion en diferentes compuestos superconductores a base de hierro [56].

Poco después, Si [57] y Belligneri [54] reportaron valore de $T_c \sim 17$ K en películas de la familia 11 sustituyendo Te por Se ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$). En 2010, Bellignri reporto la mas alta T_c obtenida hasta el momento para películas 11 (21K) [58]. Esta temperatura critica es mayor que la del compuesto policristalino (bulk) ~14K y es comparable con las obtenidas en las películas de la familia 122. Estas películas fueron producidas por ablación laser usando un blanco de composición $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$. El crecimiento de películas 11 sobre sustratos de LAO, STO e YSZ mostró que la longitud del parámetro de red c no cambia significativamente con el espesor de la película. Sin embargo, a decrece a medida que el espesor aumenta y alcanza un mínimo a 200nm, alcanzando la T_c mas alta: 21K (Figura **3-7B**).

Diversos estudios se han llevado a cabo analizando el efecto de las tensiones en la T_c . Huang [55], estudiando la estructura local en películas epitaxiales de 11, encontró que la geometría del tetraedro $Fe(Se, Te)_4$, representada por la altura del anion (Figura **3-8A**), es un factor critico para inducir superconductividad (Figuras **3-8B,C**).

3.3. Observaciones finales

A pesar de conocersen 5 familias superconductoras a base de hierro, la producción de películas delgadas se ha centrado en las familias 1111, 122 y 11, en especial en estas dos ultimas familias debido a su relativa facilidad de crecimiento.

Las películas de Ba122: Co con $T_c \approx 20$ K han sido ampliamente investigadas, obteniéndose valores de J_c del orden de $1MA/cm^2$.

El ángulo critico θ_c de transición desde una union fuerte a una union débil para las películas de la familia 122 es de 9° el cual es casi el doble al hallado en los cupratos ($\theta_c \sim 5$).

Excepto para las películas de FeSe, las cuales presentan un valor de T_c similar a su forma en *bulk* (~8K), las películas de la familia 11 presentan mayores valores de T_c comparadas con su forma en *bulk*.

Las películas de $FeTe_{0,5}Se_{0,5}$ presentan campo críticos 2 del orden de 50T, el cual es elevado para compuestos con una T_c relativamente baja. En consecuencia, este tipo de películas podría servir para aplicaciones que requieran campos entre 20-50T y bajas temperaturas (2-10K).

Los valores de corriente critica obtenidos para las películas 11 están entre 0,5-0,6 MA/cm^2 a 4,2K y 0T. La dependencia de J_c con el campo magnético es débil lo cual también representa una ventaja para futuras aplicaciones. Además, ya que la longitud de coherencia es del orden de unos pocos nanómetros la introducción de centros de anclaje de manera artificial podrían aumentar la corriente transportada.

4. Desarrollo Experimental

4.1. Producción de películas delgadas de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 \ x = 0,1$ (familia 122)

Las películas delgadas superconductoras de la familia 122 fueron producidas por el método de deposición por laser pulsado (PLD), en condiciones de ultra alto vacío (presión base de $10^{-8} - 10^{-9}$ mbar), usando un laser exciplex de KrF (λ =248 nm, duración del pulso= 25 ns) para el proceso de ablación. La figura **4-1A** muestra un esquema experimental del sistema de crecimiento usado (B.1)).El crecimiento de las películas fue monitoreado *in situ* (Figura **4-1B**) por difracción de electrones de alta energía (RHEED, C.2).

Las películas fueron producidas sobre sustratos de MgO (100) (CrysTec 10x10 mm^2 , 1 mm de espesor, a=0,4212 nm). Estos fueron sometidos a un proceso de limpieza sumergiéndolos en acetona durante 5 minutos en un baño ultrasónico . Una vez puestos en la cámara, fueron calentados a 480 °C por 30 minutos y posteriormente enfriados a temperatura ambiente.



Figura 4-1.: A. Esquema experimental del sistema de crecimiento de películas delgadas por PLD. B.Monitoreo in situ del crecimiento epitaxial de las películas superconductoras por difracción de electrones de alta energía RHEED [59].

Los blancos utilizados para la producción de la capa buffer fueron hierro (Fe 100 %, Fe_{100}) y



Figura 4-2.: A.Diagrama del proceso de crecimiento de las películas $Co_{10}122$ B. Arquitectura de las películas de $Co_{10}122$.

una aleación de hierro/cobalto ($Fe_{90}Co_{10}$). Para la capa superconductora se uso un blanco sinterizado de $Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2$ (Ba122) (IFW-Dresden, [47]).

Antes de iniciar el deposito de cada película, las superficies de los blancos fueron limpiadas por ablación, usando 2000 pulsos laser en el blanco de hierro y 1000 pulsos laser en el blanco de Ba122 (frecuencia de repetición del pulso=10Hz).

Las películas superconductoras de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ fueron producidas de acuerdo con el método previamente reportado [44,47]:

- 1. Deposición de una capa buffer de hierro a temperatura ambiente (frecuencia de repetición del pulso=5Hz).
- 2. Calentamiento del substrato hasta la temperatura de crecimiento.
- 3. Deposición de la capa de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ a la temperatura de crecimiento (frecuencia de repetición del pulso=5Hz). Para determinar la temperatura de deposicion se trabajo a 480°C, 550°C y 600°C (seccion **5.1.1**).
- 4. Una vez finalizado el proceso, la fuente de calentamiento es apagada y las muestras enfriadas hasta temperatura ambiente.

Los pasos 1 y 2 fueron realizados para asegurar una superficie lisa según el método reportado previamente [60]; de lo contrario, esta capa crecerá en forma de islas favoreciendo la formación de granos desorientados (110) del compuesto Ba122 [44].(La figura 4-2A muestra un diagrama del proceso de crecimiento y 4-2B la configuración utilizada en las películas: MgO/Capa Buffer (Fe/FeCo)/Capa Ba122).

Muestra	Numero de Pulsos		
	Fe_{100}	$Fe_{90}Co_{10}$	
Fe_{100}	15000	0	
$Fe_{97,5}Co_{2,5}$	11250	3750	
$Fe_{95}Co_5$	7500	7500	
$Fe_{90}Co_{10}$	0	15000	

 Tabla 4-1.: Condiciones de crecimiento de la capa buffer con diferentes concentraciones de cobalto

Con el fin de estudiar el efecto del contenido de cobalto en la capa buffer en las propiedades superconductoras (T_c , difusión de cobalto y propiedades de anclaje), se produjeron diferentes peliculas variando dicha concentración. Esta capa fue crecida a partir de blancos de hierro (Fe_{100}) y una aleación de hierro/cobalto ($Fe_{90}Co_{10}$), variando el numero de pulsos laser en el proceso de ablación. La tabla **4-1** muestra un resumen de las condiciones de crecimiento.

4.2. Producción de películas delgadas de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ (Familia 11)

Las películas delgadas superconductoras de la familia Fe11 fueron producidas de manera similar a las películas de la familia 122. El montaje experimental se muestra en la figura **4-1A** y el diagrama del proceso de crecimiento se muestra en la figura **4-3**.

Diferentes sustratos (MgO y $MgAl_2O_4$), temperaturas de crecimiento y capas buffer (hierro o una capa no superconductora (NSC) de Fe11 crecida a 400° C) fueron utilizadas con el fin de estudiar la dinámica de vortices en estos materiales. La tabla **4-2** muestra un resumen de

Muestra	Substrato	Capa Buffer	T. Deposición (°C)
$M260^{1}$	MgO	Ninguna	260
$M300^1$	MgO	Ninguna	300
$M11 - 11^{1}$	MgO	$11(400^{\circ}C)$	300
SpFe11	$MgAl_2O_4$	Fe	300

 Tabla 4-2.: Condiciones de crecimiento de diferentes películas superconductoras de la familia Te11



Figura 4-3.: A.Diagrama del proceso de crecimiento de las películas Fe11.

las condiciones de crecimiento utilizadas.¹

4.3. Caracterización

El crecimiento epitaxial de las películas producidas fue verificado mediante el barrido fuera de plano con rayos X en una geometría Bragg-Bretano (radiación CoK_{α} ; $\lambda = 1,7889$ Å, Brucker D8 advanced). Las orientaciones dentro del plano del MgO, hierro, Ba122 y Te11fueron investigadas usando los planos (220), (110),(103) y (101) respectivamente en un difractómetro de alta resolución (Phillips-Expert $CuK_{\alpha} - \lambda = 1,5405$ Å).

La morfología de la superficie de la películas fue determinada por microscopía de fuerza atómica, AFM (Dimension 3000/Digital Instruments NanoScope).

El perfil de profundidad de composicion de hierro y cobalto se realizo por espectroscopia Auger en un sistema JEOL JAMP 9500, con una presion base de 3×10^{-7} Pa y un haz de electrones con energia de 10keV. Para el proceso de sputtering se uso un haz de iones de Ar^+ con energia de 1keV.

La Temperatura critica de las muestras fue determinada por el método de Van der Pauw en un sistema PPMS (Physical Property Measurement System) a una rata de calentamiento de 1K/min y una corriente constante de $100\mu A$. La temperatura critica se definió como la temperatura al 90% de la resistencia en el estado normal.

Para evaluar J_c , micropuentes de $250\mu m$ y 1mm de longitud fueron producidos por ion beam etching. Usando el método de las cuatro puntas y contactos con pintura de plata J_c fue determinada usando el criterio de $1\mu V/cm$ a partir de medidas de corriente-voltaje.

Para la dependencia angular de J_c con el campo magnético, $\mu 0H$ fue aplicado en la configuración de maxima fuerza de Lorentz (H perpendicular a J) a un ángulo θ medido desde c ($\theta = 0$ cuando H || c y $\theta = 90$ cuando H || ab).

5. Resultados y Discusión

5.1. Películas delgadas superconductoras de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 \ x = 0,1$ (Familia 122)

En esta sección se presentan los resultados obtenidos del crecimiento de las películas delgadas superconductoras de Ba122. En la primera parte se muestran los resultados de la optimización del proceso de crecimiento. En esta optimización, se evaluó el efecto de la temperatura de deposición y del calentamiento del sustrato previo al inicio del proceso. Además, se muestra el efecto del dopaje de la capa buffer con cobalto en las características de textura y en las propiedades superconductoras de las películas. En la segunda sección se presenta el efecto de este dopaje y de la presencia de granos desorientados en las propiedades de anclaje y la dinámica de vortices. Por ultimo, se presenta una comparación entre las películas crecidas epitaxialmente y con desorientaciones, teniendo en cuenta las características de voltaje-corriente y la densidad de corriente de transporte.

5.1.1. Determinación de la temperatura de deposición

Siguiendo el procedimiento descrito en la figura 4-2 (sin calentamiento previo del sustrato, linea punteada), se produjeron películas a diferentes temperaturas de deposición, usando como capa buffer Fe_{100} y $Fe_{90}Co_{10}$. La figura 5-1A muestra los diferentes patrones de difracción RHEED obtenidos durante el proceso de crecimiento. Este se inicia con la verificación del sustrato, el cual muestra un patron característico de un material monocristalino. Seguidamente, se produce la deposición a temperatura ambiente de la capa buffer. Una vez finalizado dicho proceso, se aprecia un patron RHEED característico de una superficie rugosa (Anexo C.2). Sin embargo, cuando esta se calienta hasta la temperatura de deposición, el patron de difracción cambia hasta la obtención de uno característico de una superficie lisa. Esta etapa es de gran importancia ya que de lo contrario la película superconductora crecería de manera desorientada. El proceso finaliza con la deposición de la capa superconductora de Ba122.

Observando los patrones de difracción RHEED obtenidos al final del proceso(figura 5-1B-C), se aprecia que a medida que la temperatura de deposición aumenta, la rugosidad de la superficie de las películas también lo hace (Anexo C.2). De este resultado se puede inferir que el crecimiento de las películas a bajas temperaturas ($480^{\circ}C$) se da capa por capa mientras



Figura 5-1.: A. Esquema del crecimiento de las películas de Ba122 y los patrones de difracción obtenidos durante el proceso. B. Patrones RHEED obtenidos a diferentes temperaturas de deposición paras las películas crecidas sobre las capas buffer Fe_{100} y $Fe_{90}Co_{10}$

que a altas temperaturas el crecimiento se da en forma de islas o en un proceso mixto (Anexo B.1). Por otra parte, se aprecia que el uso de una capa buffer de $Fe_{90}Co_{10}$ comparada con la de Fe_{100} genera una superficie mas rugosa de la capa superconductora comparándolas a la misma temperatura de 480°C.

La figura **5-2** muestra los patrones de difracción de rayos X de las películas crecidas a diferentes temperaturas. A medida que la temperatura de deposición aumenta, la relación entre las intensidades I_{110}/I_{400} (tabla **5-1**) también lo hace, yendo en detrimento del crecimiento texturizado de las mismas (crecimiento en la dirección del eje c). Este efecto se aprecia en

Buffer	T. Dep. (° C)	I_{110}/I_{400}
$Fe_{90}Co_{10}$	600	0,477
$Fe_{90}Co_{10}$	550	$0,\!017$
$Fe_{90}Co_{10}$	480	0,006
Fe_{100}	480	0,006
Fe_{100}	600	0,714

Tabla 5-1.: Relación de intensidades I_{110}/I_{400} a diferentes temperaturas de deposición y capas buffer



Figura 5-2.: Difractográmas de rayos X obtenidos a diferentes temperaturas de deposición

ambos tipos de capa buffer.

Las medidas de resistencia en función de la temperatura de las diferentes películas se muestran en la figura 5-3A. Las temperaturas criticas obtenidas (figura 5-3B), presentan un incremento cuando la temperatura de deposición aumenta. Dicho comportamiento puede deberse a que a altas temperaturas, se presenta una perdida de arsénico debido a la cercanía con la temperatura de sublimación ($614^{\circ}C$, [61]). Como resultado de este proceso, se podrían generar vacancias no magnéticas capaces de suprimir el estado antiferromagnético que compite con el estado superconductor y producir un aumento en la temperatura critica [62]. Este efecto, sumado al de la difusión de cobalto hacia la capa buffer (favorecido a altas temperaturas [47]), podría generar regiones de composición cercana a la optima con altas temperaturas criticas, tal como se aprecia en el diagrama de fases electrónico de este material [47]. Además, a altas temperaturas de deposición ($600^{\circ}C$), la curva de resistencia para la película con capa buffer Fe_{100} , muestra un ensanchamiento característico al observado cuando se presentan inhomogeneidades en la composición de las películas [9], reforzando la idea expuesta anteriormente. Para el caso de la capa buffer de $Fe_{90}Co_{10}$, no se aprecia una transición completa al estado superconductor a 2K. La variación de la temperatura critica, muestra un comportamiento similar al descrito antes, es decir, mayores temperaturas criticas con el aumento de la temperatura de deposición.

Teniendo en cuenta que a $480^{\circ}C$, se obtuvieron las mejores características texturales (crecimiento a lo largo del eje c), superficies lisas y transiciones agudas al estado superconductor, esta temperatura fue escogida como la temperatura de crecimiento de las películas super-



Figura 5-3.: A. Curvas logarítmicas de resistencia eléctrica vs. temperatura y B. temperaturas criticas para diferentes temperaturas de deposición de las películas crecidas sobre capas buffer de Fe_{100} y $Fe_{90}Co_{10}$.

conductoras de Ba122.

5.1.1.1. Determinación del espesor de la capa buffer

Estudios anteriores han demostrado la importancia del espesor de la capa buffer de hierro [63]. Las propiedades cristalinas y superconductoras se ven influenciadas por este. Cuando el espesor de la capa buffer es alrededor de 4nm, se presenta la formación de islas y una baja coalescencia de estas, lo que produce la aparición de difracciones 110 de la capa superconductora [63]. Este hecho genera la aparición de fronteras de grano que reducen la densidad de corriente de transporte. A mayores espesores, este efecto se elimina generando películas con propiedades cristalinas superiores y corrientes criticas mayores.

El espesor de la capa buffer se determino usando la difracción 002 del hierro obtenida en los difractográmas de rayos X y aplicando la ecuación de Scherrer [64]:

$$t = \frac{0,94*\lambda}{\beta cos\theta} \tag{5-1}$$

donde t es el espesor de la película, β el ancho del pico a media altura (FWHM) y θ el grado donde se presenta la difracción. La figura **5-4A** muestra los valores obtenidos para varias películas usando este método. Dado que el numero de pulsos laser sobre los blancos de hierro o hirro/cobalto se mantuvo constante (15000 pulsos), todas las películas muestran valores similares entre 7 y 8 nm. Sin embargo, dado que el ancho de los picos de difracción no solo esta influenciado por el espesor de la película sino además por las tensiones presentes debidas



Figura 5-4.: A. Espesor de la capa buffer determinado por el método de Scherrer. B. Curva de reflectividad de rayos X de la capa buffer ($CuK_{\alpha} - \lambda = 1,5405\mathring{A}$). C. Determinación del espesor de la capa buffer a partir de los resultados de reflectividad. D. Imagen AFM-3D ($1,5\mu m \times 1,6\mu m$) de la capa buffer de hierro. El valor RMS = 0,38nm, confirma que esta presenta una superficie lisa.

a las diferencias en los parámetros de red (mismatch), se uso la técnica de reflectividad de rayos X para verificar dicho espesor (anexo C.3.3).

En la figura **5-4B** se aprecia claramente la formación de las franjas de Kiessig [65], características del fenómeno de reflectividad para una película producida únicamente con la capa buffer. Usando la ecuación:

$$\theta^2 - \alpha_c^2 = m^2 \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 \tag{5-2}$$

donde θ es el ángulo de incidencia al cual aparece la franja de Kiessig, α es el ángulo critico de reflexión, m el índice de cada reflexión (1,2,3,etc.), λ la longitud de onda de la fuente de radiación usada y t el espesor de la película. Graficando m^2 vs. θ^2 es posible determinar dicho espesor (Figura 5-4C). El espesor obtenido es de 7,5nm resultado similar al obtenido usando la ecuación de Scherrer 5-1.

Por otra parte, se analizo la rugosidad de la superficie de la capa buffer una vez calentado hasta la temperatura de deposición. La rugosidad (RMS: Root Mean Square Roughness) determinada por AFM es igual a RMS = 0, 38, indicando que la superficie obtenida es una superficie lisa (Figura 5-4D), corroborando lo visto en los patrones de difracción RHEED durante el proceso de crecimiento.

5.1.2. Efecto del precalentamiento del sustrato y de la concentración de cobalto en la capa buffer

Se prepararon dos tipos de películas delgadas: con y sin calentamiento previo del sustrato. El calentamiento del MgO se realizó a $480^{\circ}C$ durante 30 minutos con posterior enfriamiento hasta temperatura ambiente. Además, se estudio de forma paralela el efecto de la concentración de cobalto en la capa buffer. Para esto se produjeron diferentes capas buffer partiendo de los blancos de Fe_{100} y $Fe_{90}Co_{10}$ variando el numero de pulsos sobre estos como se mostró en la tabla **4-1**.

Los difractográmas de rayos X (Figura 5-5A), revelan la presencia únicamente de difracciones 00*l* de la capa de *Ba*122 conjuntamente con la difracción 002 del hierro de la capa buffer y las difracciones 002 y 004 provenientes del *MgO*. Estos resultados, indican que el crecimiento de las películas esta orientado a lo largo del eje *c* y que estas presentan una alta pureza de la fase superconductora debido a la ausencia de otros picos (presencia de otras fases). Sin embargo, las películas delgadas crecidas sin el calentamiento previo del sustrato muestran además difracciones 110 (Figura 5-5B). Este hecho puede deberse a la presencia de especies hidroxiladas en la superficie del *MgO* como consecuencia de la quemisorción de agua [66, 67], generando desorientaciones en la capa buffer y posteriormente en la capa superconductora.

Comparando las curvas rocking del pico de difracción 004 de las películas crecidas sobre Fe_{100} y $Fe_{90}Co_{10}$, se aprecia un leve incremento en el valor del ancho a media altura de los picos (FWHM/ $\Delta\omega$) cuando la concentración de cobalto en la capa buffer aumenta (Figura **5-5C-D**). Lo mismo ocurre cuando se comparan los valores de las películas crecidas con y sin calentamiento previo del sustrato. Es bien sabido que valores pequeños de FWHM son característicos de un excelente crecimiento texturizado, por lo que el uso de cobalto en la capa buffer y la falta de un precalentamiento previo del MgO contribuyen a un detrimento de esta característica.

Las figuras polares de la difracción (103) de la capa de Ba122 (Figura **5-6A**), presentan picos fuertes y definidos cada 90°. En todos los casos la capa buffer crece con una rotación de 45° con respecto al sustrato de forma similar al reportado anteriormente [44,68](Figura **5-6A**). La relación epitaxial encontrada es (001)[100]Ba122||(001)[110]Fe||(001)[100]MgO.

Los valores promedio del ancho a media altura (FWHM/ $\Delta \phi$) del barrido en *phi*, presentan un



Figura 5-5.: Difractográmas de rayos X de las películas crecidas con y sin calentamiento del sustrato previo al inicio del proceso de deposición (A Y B respectivamente). Curvas rocking de la difracción 004 (con calentamiento C, sin calentamiento D). Los valores de $\Delta \omega$ aumentan con el incremento de la concentración de cobalto en la capa buffer y cuando el MgO no es precalentado.

incremento con el aumento de la concentración de cobalto en la capa buffer (Figura 5-6B). Esto puede deberse a pequeños desórdenes introducidos desde la capa buffer (tensiones, inhomogeneidades de concentración). Sin embargo, a partir de estos resultados se observa una buena cristalinidad de las muestras sin la presencia de fronteras de grano. Dicho incremento de $\Delta \phi$, también se presenta en las películas crecidas sobre el sustrato sin calentamiento previo.



Figura 5-6.: A. Figuras polares de las diffacciones (220), (110) y (103) del MgO, Hierro y Ba122 respectivamente. El hierro crece epitaxialmente sobre el MgO con una rotación de 45°. $\phi - scan$ de las películas Fe_{100} (**B**) y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ (**C**). Figuras polares de las películas crecidas sobre capas buffer con diferente concentración de cobalto con y sin precalentamiento del sustrato (**D** y **E** respectivamente). Los valores de $\Delta\phi$ corresponden al promedio obtenido de los picos observados en el $\phi - scan$



Figura 5-7.: Perfil de profundidad para el hierro y cobalto obtenidos por espectroscopía Auger para las películas $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ (azul) y $Fe_{90}Co_{10}$ (verde). Se pueden apreciar diferentes regiones: superficie, zona de composición homogénea, interface y capa buffer. Las fotografías SEM muestran las regiones antes y después de realizado el análisis.

Con el fin de determinar el efecto del dopaje con cobalto de la capa buffer, se analizaron los perfiles de profundidad para Fe y Co obtenidos por espectroscopía Auger para las películas $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y $Fe_{90}Co_{10}$. La figura 5-7 muestra los resultados obtenidos de la relación de porcentajes atómicos (Co/Fe=%Co/%Fe) con el fin de realizar una comparación de los dos niveles de dopaje. La película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ muestra un gradiente de concentración de cobalto el cual produce una difusión de este elemento hacia la capa buffer de hierro. Este comportamiento es similar al encontrado anteriormente sin la presencia de cobalto en la capa buffer [47], lo cual indicaría que este nivel de dopaje no es suficiente para prevenir dicha difusión.

Por el contrario, en la película $Fe_{90}Co_{10}$, se aprecia una drástica reducción del gradiente de concentración, presentándose la desaparición de la region de interface *Supercodncutor/Buffer*. Sin embargo, el valor promedio de la relación Co/Fe en la region de la capa buffer (0,157) es mayor al de la region mas homogéneas (0,148), lo cual podría generar un sobredopaje de la capa superconductora y por ende una disminución de la T_c . Para ver dicho efecto en los valores de temperatura critica, se realizaron las medidas de R vs. T para las diferentes películas.



Figura 5-8.: Curvas de resistencia en función de la temperatura de las películas crecidas sin y con precalentamiento del sustrato previo al proceso de deposición (A y B respectivamente. C. (T_{c90}) obtenidas en ambos procesos.

Las figuras 5-8A-B muestran el comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura para las películas crecidas con y sin calentamiento previo del MgO respectivamente. Cuando la concentración es de 10 % ($Fe_{90}Co_{10}$) no se aprecia una transición completa al estado superconductor a 2K. El precalentamiento del sustrato da como resultado transiciones mas agudas indicando una mayor homogeneidad en las películas crecidas por este método 5-8B. Además, las temperaturas criticas obtenidas con el sustrato precalentado son mayores comparadas con las películas que no fueron sometidas a este proceso (Fig.5-8C, Tabla 5-2)

Proceso	Muestra	T_c (K)
	Fe_{100}	19,8
Precalentamiento	$Fe_{97,5}Co_{2,5}$	18,9
	$Fe_{90}Co_{10}$	10,1
	Fe_{100}	17,6
Sin Precalentamiento	$Fe_{97,5}Co_{2,5}$	17,7
	$Fe_{95}Co_5$	15,4
	$Fe_{90}Co_{10}$	8,1

Tabla 5-2.: Temperaturas criticas T_c , para las diferentes películas.

A medida que la concentración de cobalto en la capa buffer incrementa, la temperatura critica disminuye. Esta tendencia se observa en ambos tipos de películas (con y sin precalen-

tamiento del sustrato). Este efecto puede ser debido a una difusión de cobalto desde la capa buffer hacia la capa superconductora, generando un sobredopaje y por ende una reducción en la temperatura critica. Este comportamiento es similar al hallado en el diagrama de fases electrónico, donde después de cierta concentración de cobalto la fase superconductora entra en una region de sobredopaje y reducción de la T_c .

5.1.3. Dinámica de Vortices en películas delgadas de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 \ x = 0, 1$

5.1.3.1. Potencial de anclaje y dependencia con el campo magnético

El estudio de la variación del potencial de anclaje U_0 bajo la influencia del campo magnético aplicado, puede proveer valiosa información de la naturaleza del anclaje de los vortices [69]. U_0 es un factor importante que puede afectar tanto el comportamiento de J_c como el de H_{irr} . Es por esto, que se hace necesario realizar un estudio sistemático de esta dependencia. Para tal fin, se decidió comparar el efecto de la presencia de cobalto en la capa buffer tomando las películas de Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ cuyas T_c son comparables (Tabla **5-2**). Además, se incluyó en esta comparación la película crecida a $600^{\circ}C$ cuya $T_c = 26, 5K$. Sin embargo, esta película (Fe_{600}) , presenta desorientaciones (110) a $\phi = 0^{\circ}$ y $\phi = 45^{\circ}$ lo cual genera fronteras de grano. Este hecho, permite también comparar el efecto de estos defectos superficiales (2D), en las propiedades de anclaje de vortices. La figura **5-9** muestra las figuras polares (3D) de las películas comparadas, así como sus temperaturas criticas.

La figura 5-12A,B,C muestra el comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura a diferentes campos magnéticos de las muestras estudiadas. Tomando T_c como el valor de la temperatura al 90 % de la resistencia normalizada a 30K para cada campo magnético, se construyeron las curvas de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ (Figura 5-11A,B,C. También, se pueden observar los criterios de 50% y 10% de la resistencia normalizada). El valor de la pendiente (dH_{c2}/dT) (tabla **5-10**), es mayor para Fe_{100} comparado con $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} revelan que la dependencia de la temperatura critica con el campo magnético es mucho mayor en las películas $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} comparada con la película Fe_{100} . Usando la aproximación de Werthamer-Helfand-Hohenber (WHH) [70], se pudo determinar el valor de $\mu_0 H_{c2}(0)$ usando la ecuación $\mu_0 H_{c2}^{orb}(0) = -0,693(dH_{c2}/dT)T_c$. Los valores obtenidos por este método son comparables al limite paramagnético de Pauli, $\mu_0 H_{c2}^P(0) = 1,84T_c$ [71] (Tabla 5-10). Este hecho sumado a las características multibanda de los superconductores a base de hierro [72], incrementan la complejidad en el análisis del mecanismos de ruptura de los pares de Cooper y del comportamiento del campo critico mas alto. Sin embargo, resultados anteriores [72–74] revelan que dicho rompimiento puede deberse al efecto orbital (modelo WHM) del campo magnético aplicado (con $H \parallel c$).



Figura 5-9.: Temperaturas criticas y figuras polares de las muestras estudiadas. La muestra crecida a $600^{\circ}C$ presenta desorientaciones (110) a 0° y 45° con respecto a la orientación (103) (flechas azules), generando fronteras de grano. Se comparan además la películas con diferente concentración de cobalto en la capa buffer.

Por otra parte, es bien sabido que el ensanchamiento de las curvas de resistencia en presencia de campos magnéticos para los superconductores a base de cobre y MgB_2 , es debido a la disipación de energía causada por el movimiento de los vortices (modelo TAFF) [75–77]. La resistencia $\rho(T)$ en la region de ensanchamiento (justo antes de la desaparición de resistencia eléctrica) es térmicamente activada y puede ser descrita por la ecuación: $\rho(T) \cong (\rho_0) exp(-U_0/k_B T)$, donde U_0 es la energía de activación del movimiento de los vortices y puede ser obtenida a partir de las curvas de $ln(\rho/\rho_0)$ versus T^{-1} 2-14. Para obtener dicho valor, se realizaron mediciones de la resistencia eléctrica en función de la temperatura a diferentes campos magnéticos (con $H \parallel c$) con una corriente constante de $100\mu A$.

Muestra	$\frac{dH_{c2}}{90\%}$	$\frac{/dT (T)}{50\%}$	$\frac{V/K}{10\%}$ - Criterio	$\mu_0 H_{c2}^{orb}(\mathbf{T})$	$\mu_0 H_{c2}^P$ (T)
Fe_{100}	-3,04	-2,14	-1,90	41,7	36,4
$Fe_{97,5}Co_{2,5}$	-2,44	-1,83	-1,65	31,9	34,7
Fe_{600}	-2,23	-1,80	-1,64	40,9	48,8

Figura 5-10.: Comparación de los parámetros de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ para las diferentes películas superconductoras



Figura 5-11.: Campos críticos $\mu_0 H_{c2}$, determinados usando los criterios de 10%, 50% y 90% de la resistencia normalizada a 30K para las muestras **A**. Fe_{100} , **B**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$, y **C**. Fe_{600} .

Todas las películas presentan un ensanchamiento de las curvas típico de la disipación generada por el movimiento de los vortices. La magnitud de este efecto puede ser descrito de la siguiente manera: $Fe_{100} < Fe_{97,5}Co_{2,5} < Fe_{600}$ (Ver figura **5-12A,B,C**). Sin embargo, dicho ensanchamiento es mucho mas pronunciado en la película con desorientaciones (fronteras de grano) Fe_{600} , lo cual puede ser atribuido a un deficiente anclaje de los vortices debido a la presencia de dichos defectos (uniones débiles, weak links). En este caso, los vortices débilmente anclados ubicados en las fronteras de grano se mueven fácilmente debido al campo magnético aplicado, gobernando la resistencia eléctrica medida. Por otro lado, la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ muestra un ensanchamiento un poco mayor al ser comparada con la película Fe_{100} , lo cual podría estar influenciado por la presencia de cobalto en la capa buffer.

La figuras 5-12D,E,F muestran las curvas tipo Arrhenius de los datos experimentales mostrados en las figuras 5-12A,B,C. La dependencia de U_0 con el campo magnético puede ser deducida del ajuste lineal de cada curva. Dicha dependencia es resumida en la figura 5-13. Se aprecia que los valores de U_0 disminuyen cuando la capa buffer es dopada con cobalto. Esta disminución es mucho mas importante cuando se presentan fronteras de grano, dando como resultado una fácil activación térmica de los vortices lo cual genera los ensanchamiento pronunciados en las curvas de resistividad vistos en la figura 5-12C.

La regresión lineal de $U_0(H)$ en la gráfica logarítmica sugiere una dependencia potencial, donde $U_0 \propto H^{-\alpha}$. Los resultados muestran claramente la existencia de dos regímenes diferentes a campos bajos y altos. Para la película $Fe_{100} \alpha \approx 0,28$ para $\mu_0 H < 4,5T$ y $\alpha \approx 0,90$ para $\mu_0 H > 4,5T$, mientras que para la película $Fe_{97,5}Co_{2,5} \alpha \approx 0,30$ para $\mu_0 H < 4,5T$ y $\alpha \approx 0,94$ para $\mu_0 H > 4,5T$. Este resultado indica que el dopaje de la capa buffer en principio



Figura 5-12.: Curvas de resistencia en función de la temperatura en presencia de diferentes campos magnéticos $(H \parallel c)$ de las muestras **A**. Fe_{100} , **B**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y **C**. Fe_{600} . Gráficas tipo Arrhenius de las curvas de resistencia para las muestras **D**. Fe_{100} , **E**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y **F**. Fe_{600} en el rango de 0-9T. El ajuste lienal en la region de baja resistividad se uso para determinar la energía de activación U_0 a diferentes campos magnéticos.



Figura 5-13.: Dependencia de U_0 con el campo magnético aplicado para las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} . El ajuste lineal corresponde a la dependencia potencial $U_0 \propto H^{-\alpha}$.

no cambia la dependencia de U_0 con el campo magnético, únicamente se presenta una disminución de este (Figura 5-13). En ambos casos, los valores de α a bajos campos magnéticos indican que U_0 depende muy poco de este, atribuido a la baja densidad de vortices, los cuales son anclados de manera individual [78–80]. A campos magnéticos altos, $\mu_0 H > 4, 5T$, las interacciones entre vortices se hacen importantes y los valores de $\alpha \sim 1$, estarían indicando un anclaje débil de racimos de vortices, haciendo que la dependencia magnética de U_0 sea determinado por el comportamiento colectivo de estos [78–80].

Por ultimo, para $Fe_{600} \alpha \approx 0, 10$ cuando $\mu_0 H < 4, 5T$ y $\alpha \approx 0, 49$ cuando $\mu_0 H > 4, 5T$, mostrando además una reducción importante en los valores de la energía potencial de anclaje comparados con Fe_{100} . Aunque la dependencia de U_0 con el campo magnético no es muy pronunciada, los valores reducidos de la energía de activación hacen que este tipo de películas (con desorientaciones) no sean de interés tecnológico.

La dependencia de la energía de activación con la temperatura puede ser obtenida graficando $-T(ln(\rho/\rho_0))$ versus T [81]. La figura 5-14 muestra esta dependencia para las tres muestras. La energía de activación esta representada por una función no lienal de la temperatura. Sin embargo, cuando $T < T_c$, U_0 muestra una dependencia lineal. Esta region corresponde al



Figura 5-14.: Dependencia de U_0 con la temperatura de las muestras **A**. Fe_{100} , **B**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y **C**. Fe_{600} . El ajuste lineal se uso para determinar los valores de T_x a diferentes campos magnéticos

regimen donde el movimiento de los vortices es térmicamente asistido. El incremento de la energía de activación a bajas temperaturas ha sido reportado anteriormente en los HTSC [81–83]. La region lineal fue ajustada de acuerdo con la dependencia $U_0 \propto a(H)(1-t)^{\beta(H)}$, donde $t = T/T_x(H)$, siendo T_x la temperatura que divide la region térmicamente asistida (TAFF) de la del liquido de vortices (FF). En todos los casos los valores de β son muy cercanos a 1 para todos los campos, lo que confirma la dependencia lineal en esta region. Estos valores fueron graficados para determinar el diagrama de fases magnético de las muestras Figura 5-26 (Sección 5.1.3.6).

5.1.3.2. Modelo de vidrio de vortices y transición vítrea

Como se menciono anteriormente el ensanchamiento en las curvas de resistencia en presencia de campos magnéticos es una consecuencia de las fluctuaciones térmicas del sistema de vortices, entre otros. Dichas mediciones permiten estudiar las transiciones de fases en los materiales superconductores [84–88]. En los HTSC se ha aplicado la teoría de vidrio de vortices para entender estas transiciones [85]. En el estado de vidrio de vortices y muy

5.1 Películas delgadas superconductoras de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 x = 0, 1$ (Familia 122) 47



Figura 5-15.: Determinación de la temperatura de transición vítrea a partir de la relación Vogel-Fulcher a diferentes campos magnéticos (0-9T) para las muestras A. Fe_{100} , B. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C. Fe_{600} .

cerca a la transición vítrea (vidrio a liquido de vortices) T_g , la resistividad decrece de forma potencial de acuerdo con:

$$\rho = \rho_0 \left| \frac{T}{T_g} - 1 \right|^s \tag{5-3}$$

Aquí s es una constante relacionada con el tipo de defectos que generan el arreglo tipo vidrio de vortices (vacancias, impurezas, defectos columnares, etc) y ρ_0 es la resistencia en el estado normal. De acuerdo con este modelo, la resistencia se hace igual a cero cuando desde el liquido de vortices la temperatura se acerca a T_g . Esta temperatura puede ser determinada de las curvas R(B,T), aplicando la relación de Vogel-Fulcher (VF) [89]:

$$\left(\frac{\partial ln\rho}{\partial T}\right)^{-1} = \frac{T - T_g}{s}A\tag{5-4}$$

Así graficando $(\partial ln\rho\partial T^{-1})$ versus T es posible obtener los valores de T_g a diferentes campos magnéticos (A es un factor de corrección cercano a 1 cuando la temperatura es cercana a T_g). Como se aprecia en las figuras **5-15**, la region lineal corresponde al modelo VF, encontrándose una desviación por encima de T^* (En los HTSC esta temperatura corresponde a un cambio de regimen 2D a 3D de la estructura de los vortices [90]). Los valores de sobtenidos del inverso de las pendientes de estas gráficas, se encuentran entre 1,5-2,3 para la película Fe_{100} y 2,5-3,0 para la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$. Estos valores son menores comparados con los obtenidos anteriormente para monocristales de la familia 122 ($s \sim 5$). Para la película Fe_{600} no fue posible determinar estos valores con presición debido a la dispersion mostrada por los datos (Figura **5-15C**).

La fase de vidrio de vortices con un mismo escalamiento de la resistividad ha sido observado



Figura 5-16.: Escalamiento de la resistencia de acuerdo con la ecuación 5-5 para las muestras A. Fe_{100} y B. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$. Determinación del potencial de anclaje U_B a partir del ajuste lineal y su dependencia con el campo magnético aplicado C,E. Fe_{100} y D,F. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$.

en diferentes superconductores de alta temperatura critica [86,91]. Este comportamiento esta dado por [89]:

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left| \frac{T(T_c - T_g)}{T_g(T_c - t)} - 1 \right|^s \tag{5-5}$$

donde $T_{sc} = [T(T_c - T_g)/T_g(T_c - T)] - 1$ es la temperatura de escalamiento. Las figuras **5-16A,B** muestran que todos los datos pueden ser descritos por una sola curva, confirmado la validez del modelo aplicado. Esto significa, que el estado de vortices a bajas temperaturas

y campos magnéticos es descrito por un vidrio de vortices y no una red ordenada de los mismos (vortex lattice), pasando al estado liquido por encima de la transición vítrea T_q .

Por otra parte, el potencial de anclaje puede ser calculado usando la expresión:

$$U(B,T) = k_B T \left[1 + \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^{1/s} \right]^{-1}$$
(5-6)

Graficando U_0 en función de la temperatura se obtuvieron las figuras **5-16C,D**. En estas, la region de baja resistividad eléctrica (justo por encima de la transición vítrea, T_g), esta bien descrita por la expresión lineal:

$$U(B,T) = U_B \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \tag{5-7}$$

Donde U_B es una energía de anclaje encontrada en este modelo [87]. Las figuras **5-16E,F**, muestran la dependencia de dichos valores con el campo magnético aplicado. La relación entre U_B y U_0 (obtenida aplicando el modelo TAFF), esta dada por la expresión:

$$U = \frac{s[1 + (\rho/\rho_0)^{1/s}]^2}{(\rho/\rho_0)^{1/s}} U_B = CU_B$$
(5-8)

En ambas películas analizadas, el valor de C se encuentra entre 22-34, estando en concordancia con resultados previamente encontrados [89]. A pesar de que los valores de U_B son menores a U_0 , los valores de α son similares en ambos regímenes ($\alpha \sim 0, 3$ a campos bajos y $\alpha \sim 1$ a campos altos), indicando que la dependencia con el campo magnético y la presencia de dos regímenes, se asimilan a los encontrados por el modelo TAFF.

Los valores de T_g hallados, fueron graficados para determinar el diagrama de fases magnético de las muestras como se aprecia en la figura Figura **5-26** (Sección **5.1.3.6**).

5.1.3.3. Características de Voltaje-Corriente

Para las medidas de voltaje-corriente (V - I) se fabricaron micropuentes de ~ $250\mu m$ de ancho y ~ $800\mu m$ de longitud por la técnica de litografía de haz de iones (*ion beam etching*). Las figuras **5-17A,B,C** muestran las fotografías SEM obtenidas después de dicho proceso. Además, la figura **5-17B** muestra el arreglo utilizado para la medición de V - I y la posterior determinación de la corriente critica, J_c .

La figura 5-17D muestra las curvas V - I obtenidas a 4K y con un campo magnético aplicado de 2,3T ($H \parallel c$). Las curvas de las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ muestran una relación de potencias ($V \propto I^n$), indicativas de una limitación de la corriente debida al desanclaje de las líneas de flujo magnético [63]. El dopaje con cobalto de la capa buffer no presenta incidencia



Figura 5-17.: Micropuentes fabricados por ion beam etching de las películas A. Fe_{100} , B. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C. Fe_{600} . Se muestra la configuración usada para la determinación de J_c . Curvas logarítmicas (D) y lineales (E) de V - I a 4K y 2,3T.

en la forma de las curvas.

Por el contrario, la muestra Fe_{600} , presenta un comportamiento intermedio entre esta dependencia potencial y un comportamiento diferencial lineal no ohmico (NOLD) [92–94]; característico de la presencia de fronteras de grano con ángulos de desorientación pequeños. En este caso, algunos modelos proponen un anclaje débil de los vortices en las fronteras de grano comparado con el anclaje de estos en los granos [94]. Gurevich et al. han reportado que en estas fronteras, los núcleos de los vortices se convierten en vortices tipo Abrikosov-Josephson (AJ), donde sus dimensiones son anisotrópicas con una dimension mayor que la otra en la dirección de la frontera de grano [95–97]. Esto implica, que a lo largo de la frontera los vortices AJ se encuentran débilmente anclados. Es por esto, que cuando una corriente J aplicada perpendicular a la frontera es lo suficientemente grande, los vortices anclados a lo largo de esta se moverán libremente (viscous flux flow, FF), mientras que los vortices en los granos permanecerán anclados [98]. Por otra parte, observando mas de cerca la figura 5-17E se aprecia que la película Fe_{600} presenta distintos segmentos con diferentes pendientes dV/dI. Este comportamiento se conoce como canalización de vortices (Flux Channeling) y es debido a la presencia de varios arreglos lineales de estos a lo largo de la frontera de grano [99]. Este comportamiento encontrado en esta película es muy similar a los reportados para bicristales superconductores de alta temperatura critica a base de cobre [94,99].

Comparando el efecto de la presencia de fronteras de grano en las curvas V - I a diferen-



5.1 Películas delgadas superconductoras de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2 x = 0, 1$ (Familia 122) 51

Figura 5-18.: Dependencia de las curvas de V - I con el campo magnético a 10K para de las películas Fe_{600} (**A**,**B**,**C**) y Fe_{100} (**D**,**E**,**F**).

tes temperaturas, se puede apreciar que para la película Fe_{100} existe un leve cambio en la curvatura entre valores bajos y altos de campos magnéticos y voltaje (Figura 5-18D,E,F). Este comportamiento es similar al reportado por Koch [100], quien lo ha identificado como la transición vidrio-liquido de vortices. El mismo comportamiento se aprecia en la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$, indicando que el dopaje de la capa buffer con cobalto no incide sobre este.. Sin embargo, la película Fe_{600} (con desorientaciones), presenta a bajas temperaturas (4K) un comportamiento NOLD en todo el rango de campos magnéticos, como resultado del flujo de los vortices a lo largo de la frontera de grano [98]. A medida que la temperatura incrementa (10-12K), se presenta un cambio en la curvatura de las curvas V - J (Figura 5-18A,B,C). Este cambio, indica la transición entre la corriente limitada por las fronteras de grano J_{FG} (campos magnéticos bajos) y la corriente limitada por el flux creep de los vortices en los granos J_G (campos magnéticos altos).

5.1.3.4. Corriente crítica y Propiedades de anclaje de vortices

A partir de las curvas de V - I y aplicando el criterio de $1\mu Vcm^{-1}$, se construyeron las gráficas de corriente critica en función del campo magnético $(H \parallel c)$ a diferentes temperaturas (Figuras 5-19A,C,E). Las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ muestran valores máximos de J_c entre $10^5 - 10^6 Acm^{-2}$ entre 2-6K y bajos campos magnéticos, valores similares a los reportados anteriormente [63, 101], mientras que la película Fe_{600} muestra una importante reducción de J_c ($J_c < 10^4 Acm^{-2}$) a las mismas condiciones. Este hecho coincide con la re-



Figura 5-19.: **A,C,E**. Dependencia de J_c con el campo magnético $(H \parallel c)$ a diferentes temperaturas. **B,D,E**. Extrapolación de Kramer para la determinación de H_{irr} .

ducción de la corriente critica debida la presencia de fronteras de grano o uniones débiles encontrado en los HTSC.

Con los valores hallados de J vs. $\mu_0 H$ y usando la ecuación de Kramer [10, 102]:



Figura 5-20.: Escalamiento de J_c/J_0 con el campo reducido $h = H/H_{irr}$ y determinación de H_{crj} para las películas Fe_{100} A, $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ B y Fe_{600} C.

$$J_c^{1/2} \mu_0 H^{1/4} = K_s^{1/2} (\mu_0 H_{irr})^{-1/4} \left(1 - \frac{\mu_0 H}{\mu_0 H_{irr}} \right)$$
(5-9)

se determinaron los valores del campo de irreversibilidad $\mu_0 H_{irr}$. Para esto, se gráfico $J_c^{1/2} H^{1/4}$ en función del campo magnético aplicado (Figura **5-19C,D,F**). La extrapolación de la parte lineal al eje x, corresponde al valor de $\mu_0 H_{irr}$. Los valores obtenidos se muestran en la figura **5-26** y se analizan mas adelante (sección 5.1.3.6).

Al graficar J_c/J_{co} en función de H/H_{irr} , los datos de corriente critica pueden ser escalados en una única curva para todos los casos, sugiriendo que el mecanismo de anclaje es el mismo en todo el rango de temperatura trabajado (Figuras 5-20A, B, C). Sin embargo, la película Fe_{600} presenta pequeñas desviaciones a campos altos debido probablemente a la influencia de las fronteras de grano presentes en la película (Figuras 5-19C). A campos muy bajos la corriente critica es independiente del campo magnético. A medida que este aumenta, se encuentra una region en la que $J_c \propto H^{-\alpha}$. Determinando α a partir del ajuste lineal de los datos en las curvas logarítmicas de J_c/J_{co} vs. H/H_{irr} , se encontró que para la película Fe_{100} $\alpha = 0,37$, mientras que para las películas $Fe_{97.5}Co_{2.5}$ y Fe_{600} ; $\alpha = 0,39$ y $\alpha = 0,40$ respectivamente. Este resultado indicaría que los posibles defectos introducidos por el dopaje de la capa buffer y la presencia de fronteras de grano genera un aumento en el decaimiento de J_c con el campo aplicado $(J \propto H^{-\alpha})$. Una vez que el campo magnético sigue aumentando la corriente disminuye rápidamente de la forma $J_c \propto e^{-H}$, haciéndose tan pequeña que resulta no ser interesante para aplicaciones practicas [103]. La separación entre estas dos regiones se da a un campo de transición H_{crj} . Los valores de H_{crj} son $0, 15H_{irr}, 0, 11H_{irr} \ge 0, 10H_{irr}$ para la películas Fe_{100} , $Fe_{97.5}Co_{2.5}$ y Fe_{600} mostrando que estas dos ultimas películas presentan una menor region de aplicabilidad tecnológica comparadas con Fe_{100} . La dependencia del campo H_{crj} con la temperatura puede apreciarse mejor en el diagrama de fases magnético

(Figura **5-26**).

La densidad de la fuerza de anclaje F_p , donde $F_p = J \times B$, en función del campo magnético aplicado, es mostrada en la figura **5-21A,B,C** para las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} respectivamente. La película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ presenta una leve reducción en la fuerza de anclaje maxima en todo el rango de temperaturas comparada con la película Fe_{100} . Por otro lado, comparando esta ultima con la película Fe_{600} se aprecia que la presencia de fronteras de grano (defectos superficiales), disminuye en dos ordenes de magnitud la densidad de fuerza de anclaje maxima debida al débil anclaje de los vortices en estas regiones.

Para determinar el mecanismo de anclaje de los vortices en las películas estudiadas, se realizo el escalamiento de la fuerza de anclaje normalizada F_p/F_{pmax} en función del campo reducido h, siendo este $h = H/H_{irr}$ (Figuras 5-21D,E,F). Todos los datos de la fuerza de anclaje normalizada, F_p/F_{pmax} , se encuentran sobre una única curva lo cual significa que para todas las temperaturas el mecanismo de anclaje es el mismo. Esta curva, puede ser descrita por una expresión del tipo $h^p(1-h)^q$ con exponentes p=0.69, q=2.4 para la película Fe_{100} y p=0.67, q=2,4 para la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ (Figura 5-21D, E respectivamente). Este comportamiento puede ser descrito por el modelo de Kramer con p=0.5, q=2. En dicho modelo, la principal razón para el desanclaje es debido al cizallamiento sobre la red de vortices ejercida por la fuerza de Lorentz [102]. Aunque las películas presentan pequeñas desviaciones en los valores de p y q con respecto al modelo de Kramer, en la figura 5-21D se aprecia que otros modelos como el de anclaje por defectos puntuales no superconductores (normal point pinning NPP, con p = 1 y q = 2) o el de anclaje por defectos puntuales con menor T_c ($\Delta \kappa$ point pinning κPP , con p = 2 y q = 1) no se ajustan bien a los datos [14]. La película Fe_{600} presenta mayores diferencias en los valores de $p \neq q$ (0.87 y 2,77 respectivamente) con respecto al modelo de Kramer, mostrando además desviaciones a la linea de ajuste a altas temperaturas, sugiriendo que el mecanismo de anclaje puede ser distinto cuando se esta cerca a la linea de irreversibilidad.

Las curvas V - I obtenidas muestran una clara dependencia potencial del tipo $V \propto I^n$ o $E \propto J^n$, donde *n* es la pendiente de estas curvas. El estudio de las propiedades de transporte de corriente de los materiales superconductores brinda información complementaria que puede ser comparada con experimentos de decaimiento de la corriente en función del tiempo. En este caso, el valor de *n* obtenido de las curvas logarítmicas de *E* vs. *J* y la velocidad de desanclaje (*creep rate*) *S*, están relacionadas como [104, 105]:

$$S = \frac{1}{n-1} = -\frac{dln(J)}{dln(t)}$$
(5-10)

Los valores de S obtenidos por este método suelen ser por lo general mas grandes que los obtenidos por experimentos de relajación magnética [104,105], pero pueden servir para com-



Figura 5-21.: A,B,C. Densidad de la fuerza de anclaje en función del campo magnético a diferentes temperaturas. D,E,F. Escalamiento de F_p/F_{max} con el campo reducido h. Las curvas en rojo representan el mejor ajuste a los datos y las curvas en azul el modelo de Kramer para las películas. En la figura D se muestra la comparación entre los datos obtenidos y los modelos de Kramer (MK), normal point pinning (NPP) y $\Delta \kappa$ point pinning (κPP) .



Figura 5-22.: Creep rate; S, determinado a partir de las pendientes de las curvas de V - I de las películas **A**. Fe_{100} , **B**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y **C**. Fe_{600} , y su dependencia con el campo magnético y la temperatura. **D**. Comparación del comportamiento de S a 0,4T y 2T para los tres tipos de películas.

parar la dinámica de vortices en las diferentes películas. La figuras **5-22A,B,C** muestran el comportamiento de S en función de la temperatura a diferentes campos magnéticos. En todos los casos S incrementa lentamente a bajas temperaturas, sin embargo, esta velocidad se hace muy grande a temperaturas mayores debido a la cercanía a la linea de irreversibilidad. Comparando el comportamiento de S en las tres películas se gráfico este valor en función de la temperatura reducida T/T_c a dos campos magnéticos (0,4T y 2T). Las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ presentan un comportamiento muy similar en el *creep rate* con la temperatura mientras que por el contrario la película Fe_{600} presenta un rápido aumento de S con la temperatura debido a la presencia de fronteras de grano responsables del fácil desanclaje de las líneas de flujo magnético (Figura **5-22D**).

5.1.3.5. Dependencia angular de la corriente critica

El estudio de la anisotropía del anclaje de los vortices se realizo midiendo J_c en función de Θ a diferentes campos magnéticos y temperaturas. En la figuras **5-23A,B,C** se muestra el comportamiento de $J_c(\Theta)$ con diferentes campos magnéticos a 6K para las muestras estudiadas. $J_c(\Theta)$ muestra un máximo ubicado a 90° ($H \perp c$) debido al anclaje intrínseco del plano *ab* [106]. En estos materiales las laminas de *FeAs* son las responsables de la superconductividad. Cuando H es paralelo al plano *ab*, las líneas de flujo magnético ocupan principalmente el espacio entre estas, el cual puede actuar como una region normal o de baja T_c incrementando el anclaje de los vortices y produciendo un aumento en la corriente critica. Este efecto también ha sido observado en los HTSC [107, 108].

Por otra parte, se presenta una reducción de J_c cuando $H \parallel c$, confirmando que el anclaje de vortices es anisotrópico ($J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c)$) [45]. Dicha reducción se acentúa a medida que el campo magnético aplicado aumenta debido probablemente a la baja densidad de defectos lineales hallados a lo largo del eje c. En estas curvas, no se presentan picos de J_c cuando $\Theta = 180^{\circ}(H \parallel c)$ en todo el rango de temperaturas y campos magnéticos, lo que significa que no existen defectos columnares a lo largo de este eje (*correlated defects*) [45]. Dicho efecto se aprecia también en la película Fe_{600} , lo que indicaría que las fronteras en estas películas no producen este tipo de defectos.

 $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ presenta valores de J_c mayores a los observados en la película Fe_{100} cuando $H \parallel ab$ (Figuras **5-24A,B**). Dicho fenómeno se aprecia en todas las temperaturas y campos magnéticos estudiados. Comparando la densidad de fuerza de anclaje F_p , en las dos configuraciones de campo magnético aplicado (Figura **5-24C**), se aprecia que cuando $H \parallel ab$,



Figura 5-23.: Dependencia angular de J_c a 6K en presencia de diferentes campos magnéticos aplicados **A**. Fe_{100} , **B**. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y **C**. Fe_{600} .


Figura 5-24.: Comparación de la dependencia angular de J_c a 6K (**A**) y 9K (**B** en las películas estudiadas. **C**) Densidad de fuerza desanclaje a 6K y 9K con diferentes configuraciones de campo magnético aplicado.

 F_p es mayor en $Fe_{97,5}Co_{2,5}$. Sin embargo, esta diferencia se hace cada vez menor a medida que el campo magnético aumenta (Figuras **5-24A,B**). Este hecho puede deberse a que el dopaje con cobalto de la capa buffer puede introducir cierto desorden en el crecimiento de la película generando fallas de apilamiento, dando lugar a defectos en el plano *ab*, responsables del aumento de la fuerza de anclaje en esta dirección [109]. Sin embargo, estudios detallados de TEM de alta resolución son necesarios para confirmarlo. Por el contrario, cuando $H \parallel c$, F_p es mayor en Fe_{100} . Al no existir defectos columnares (defectos correlacionados) en esta region, los únicos responsables del anclaje de los vortices son los defectos puntuales. Al existir una mayor difusión de cobalto desde la capa superconductora hacia la capa buffer en la película Fe_{100} , se estarían produciendo un mayor numero de vacancias que podrían estar actuando en el anclaje de los vortices de manera mas efectiva que en el caso de la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ con menor difusión de cobalto.



Figura 5-25.: A. Escalamiento de Ginzburg-Landau para la película Fe_{100} a varias temperaturas. La figura insertada corresponde a los valores encontrados del factor de anisotropía y su dependencia con la temperatura. B. Comparación de este escalamiento a 6K y 9K para las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$.

Para distinguir entre los defectos correlacionados (defectos lineales o de superficie) y no correlacionados (defectos puntuales) se aplico el escalamiento de Ginzburg-Landau. En este, $J_c(\Theta)$ es graficada en función del campo magnético efectivo H_{eff} , donde $H_{eff} = H\epsilon(\Theta)$; $\epsilon(\Theta) = [cos^2(\Theta) + \gamma^{-2}sen^2(\Theta)]^{0.5}$ y γ es el factor de anisotopía [19]. Tomando γ como el único parámetro variable para Fe_{100} , se observa que todos los valores de J_c , excepto los que se encuentran cercanos a la configuración $H \perp c$ pueden ser descritos por una sola curva, lo cual significa que los defectos puntuales o aleatorios son dominantes en esta region angular [19,103] (Figura 5-25A). Los valores de γ presentan un incremento monotónico con la temperatura lo cual confirma resultados previamente reportados [45,110] y donde dicho comportamiento es evidencia de una superconductividad multibanda en estos materiales. Por otra parte, el comportamiento de $J_c(\Theta)$ en función de H_{eff} a 6K y 9K se muestra en la figura 5-24B para las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$. Ambas muestran un comportamiento similar pero con un leve incremento de γ para la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ posiblemente como resultado del dopaje con cobalto en la capa buffer.

5.1.3.6. Diagrama de fases magnético

Una vez determinados los valores de campo critico $\mu 0H_{c2}$ (sección **5.1.3.1**), temperatura de transición TAFF-LV T_x (sección **5.1.3.1**), transición vítrea T_g (sección **5.1.3.2**), campo de irreversibilidad $\mu 0H_{irr}$ y campo H_{crj} (sección **5.1.3.4**), se graficaron para construir el diagrama de fases magnéticos de las películas estudiadas (Figura **5-26**). En este se ilustra la dependencia de las diferentes características magnéticas de estos materiales en función de la temperatura reducida $t = T/T_c$.



Figura 5-26.: Diagrama de fases magnético donde se ilustran $\mu_0 H$ (círculos solidos), Linea de transición TAFF (linea punteada), Linea de irreversibilidad (círculos semillenos) y H_{crj} (rombos) de las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} .

Como se aprecia, la película Fe_{100} presenta una linea de irreversibilidad ubicada hacia temperaturas mas altas, haciendo que la region del liquido de vortices sea menor. Además, la region en la cual $J \propto e^{-H}$ es menor comparada con las demás películas. Estos factores serían resultado de la presencia de centros de anclaje mas efectivos conllevando a un mejor anclaje de las líneas de flujo magnético. Estas características son factores importante a la hora de pensar en aplicaciones tecnológicas.

La linea de irreversibilidad puede ser descrita por la relación:

$$H_{irr} = H_{irr}(0) \left[1 - \frac{T}{T_c} \right]^n \tag{5-11}$$

donde *n* dependen del mecanismo de transición entre el solido y el liquido de vortices [111]. Los valores de *n* obtenidos son 1,33 y 1,39 para las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ respectivamente (Figura 5-27A). Estos resultados son cercanos a los valores del modelo de vidrio de vortices con n = 3/2 [112], lo cual una vez mas corrobora el estado de los vortices por



Figura 5-27.: Diagrama de fases magnético donde se comparan las líneas de irreversibilidad obtenidas por el método de Kramer y las líneas de transición vítrea obtenidas por el modelo de vidrio de vortices de las películas Fe_{100} , $Fe_{97.5}Co_{2.5}$ y Fe_600

debajo de esta linea. La linea de irreversibilidad obtenida de las mediciones de transporte conjuntamente con los valores de U_0 , muestran que la película $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ presenta un leve aumento de la region de liquido de vortices. Este hecho podría deberse a que la difusión de

cobalto hacia la capa buffer genera vacancias que pueden actuar efectivamente como centros de anclaje. Al desaparecer dichas vacancias nivelando el gradiente químico de cobalto entre la capa superconductora y la capa buffer, lo vortices pueden desanclarse con mayor facilidad. Este hecho puede compararse al efecto que generan las vacancias de oxígeno en el YBCO, las cuales generan regiones con temperaturas criticas mas bajas que actúan como centros de anclaje [113].

Por otra parte, la presencia de fronteras de grano genera claramente una amplia region de vortices desanclados (liquido de vortices), lo cual trae como consecuencia que la corriente critica de transporte sea pequeña, comparada con las películas crecidas orientadamente. Estas fronteras que actuarían como uniones débiles, dan como resultado una disminución notable en los valores de la energía de activación de los vortices, U_0 . Como ya se menciono anteriormente, este parámetro influye en gran medida en la cantidad de corriente que estos materiales pueden transportar. Es importante recalcar que este comportamiento es similar a los hallados en los HTSC en donde pequeñas desorientaciones producen un rápido descenso de J_c [114].

La figura **5-27B** muestra una comparación entre las líneas de irreversibilidad determinadas por el método de Kramer y las líneas de transición vítrea obtenidas por el modelo de vidrio de vortices. Claramente ambas líneas se encuentran muy cercanas entre si, lo que confirma que el paso de solido a liquido de vortices se da des un estado vítreo de los mismos.

5.1.4. Conclusiones

- La temperatura de deposición afecta las propiedades estructurales y superconductoras de las películas producidas. Cuando la temperatura de deposición aumenta ($T_{dep} >$ 480°C), se incrementa la rugosidad de la superficie de las películas sumado a un incremento de granos desorientados (aumento de la relación I_{110}/I_{400}). A medida que T_{dep} aumenta, la temperatura critica también lo hace debido posiblemente a la generación de regiones con composición cercana a la T_{cmax} .
- El precalentamiento del sustrato de MgO previo al inicio del proceso de deposición, produce películas con mejores propiedades texturales (películas monocristalinas) y superconductoras (valores de $T_c \sim 13\%$ mayores) comparadas con las películas que no fueron sometidas a este proceso.
- O Las películas superconductoras de la familia 122, presentan una dependencia de U_0 con el campo magnético que puede ser descrita por la relación $U_0 \propto \mu_0 H^{-\alpha}$. Dicha dependencia, muestra dos regímenes a campos magnéticos bajos y altos con diferentes valores de α, indicando que cuando $\mu_0 H < 4,5$ T el anclaje de los vortices se da de manera individual y por encima de este valor se presenta la formación de racimos de vortices actuando de forma colectiva.
- O El dopaje de la capa buffer con cobalto genera una reducción de la energía potencial de anclaje (U_0) comparada con la película sin dopar, manteniendo prácticamente la misma dependencia con $\mu_0 H$ (valores similares de α). Por otra parte la presencia de fronteras de grano produce una drástica reducción de los valores de U_0 por lo que los vortices ubicados en estas regiones pueden desanclarse mas fácilmente.
- O En la region de baja resistencia eléctrica los datos de R vs. T pueden ser descritos por el modelo de Vogel-Fulcher, indicando que en el estado de solido de vortices estos se encuentran formando un vidrio que pasa al estado liquido por encima de la temperatura de transición vítrea T_g .
- De las curvas de V-I, se puede concluir que en las películas monocristalinas los valores de J_c son limitados principalmente por el desanclaje de los vortices en la regiones intragano, mientras que en las películas policristalinas es debido al desanclaje de los vortices que se encuentran en las fronteras de grano. Las desorientaciones producen curvas de V-I características de un comportamiento diferencial lineal no ohmico (NOLD). La forma de estas cambia con el aumento de temperatura el cual indica la transición entre la corriente limitada por las fronteras de grano J_{FG} (campos magnéticos bajos) y la corriente limitada por el flux creep de los vortices en los granos J_G (campos magnéticos altos). Sumado a esto, se presenta distintos segmentos con diferentes pendientes dV/dIindicando la presencia del fenómeno de canalización de vortices (Flux Channeling).

- La densidad de la fuerza de anclaje F_p puede ser escalada con el campo magnético en una única curva del tipo $h^p(1-h)^q$ indicando que el anclaje de vortices es el mismo en todo el rango de temperaturas estudiado. Esta curva puede ser descrita por el modelo de Kramer con p=0,5 y q=2. En dicho modelo, la principal razón para el desanclaje es atribuido al cizallamiento sobre la red de vortices ejercida por la fuerza de Lorentz.
- O La presencia de fronteras de grano aumentan considerablemente los valores de creep rate (S) comparados con las películas monocristalinas favoreciendo el desanclaje de los vórtices y la disminución en los valores obtenidos de J_c .
- O La dependencia angular de la corriente muestra que $J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c)$ indicando que el anclaje de vortices es anisotrópico. La presencia de un máximo ubicado a 90° $(H \perp c)$ en las curvas $J_c(\Theta)$ revela un anclaje intrínseco en el plano ab, similar al hallado en los HTSC. La ausencia de picos de J_c cuando $\Theta = 180^{\circ}(H \parallel c)$ en todo el rango de temperaturas y campos magnéticos, esta relacionado con la ausencia de defectos columnares a lo largo de este eje.
- O El escalamiento de los datos en una única curva puede ser descrito por el modelo de Ginzburg-Landau indicando que el anclaje de vortices en esta region angular $(H \parallel c)$ es producido por los defectos puntuales aleatorios. Los valores de γ presentan un incremento monotónico con la temperatura, evidencia de una superconductividad tipo multibanda.
- En el diagrama de fases magnético se pueden identificar deferentes zonas: el estado de solido de vortices el cual corresponde a un vidrio de vortices. Por encima de la temperatura de transición vítrea T_g , los vortices forman un liquido viscoso el cual puede moverse libremente por activación térmica. Por encima de la temperatura T_x (transición TAFF-LV), los vortices se mueven libremente produciendo una mayor resistencia eléctrica. Cuando el campo magnético y/o la temperatura aumentan se llega al estado normal.
- O La presencia de fronteras de grano y el dopaje con cobalto de la capa buffer hacen que la linea de irreversibilidad se mueva hacia temperaturas mas bajas aumentando la region de liquido de vortices y limitando la capacidad de transportar corriente. Además, reducen lealmente la region de potencial tecnológico donde la corriente muestra una relación del tipo $J_c \propto H^{-\alpha}$.
- O La linea de irreversibilidad puede ser descrita por $H_{irr} = H_{irr}(0)(1 T/T_c)^n$, con valores de *n* cercanos a 3/2 confirmando una vez mas que en el estado solidos los vortices corresponde a un vidrio de vortices.

5.2. Películas delgadas superconductoras de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ (Familia 11)

En esta sección se comparan diferentes películas delgadas superconductoras de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ (*Fe*11), producidas con diferentes condiciones de crecimiento (Ver tabla **4-2**). Se estudio el efecto de la temperatura de deposición, el uso de una capa buffer y diferentes sustratos en la dinámica de vortices de estos materiales. En la primera parte se presentan los resultados de la caracterización textural por rayos X y su influencia en la temperatura critica de estas películas. Seguidamente, se muestran las propiedades de anclaje obtenidas a partir de medidas de corriente critica de transporte y resistencia eléctrica en función de la temperatura y campo magnético aplicado. Por ultimo, se presenta una aproximación a la producción de multicapas de estos materiales.

5.2.1. Propiedades estructurales y superconductoras

En las figuras **5-28A,B** se muestran los barridos en el plano con rayos X (ϕ -scan) y el efecto de las diferentes condiciones de crecimiento en las propiedades texturales de las películas producidas. Los resultados muestran que la ausencia de una capa buffer entre el sustrato (MgO) y la capa superconductora (películas M260 y M300), produce un crecimiento texturizado a lo largo del eje c apareciendo además desorientaciones dentro del plano, generando granos rotados 45° (crecimiento fibrilar). Este efecto, puede deberse en gran medida a la diferencia entre los valores del parámetro a, dándose un mismatch mayor a 10% ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$; a = 0,380nm, MgO; a = 0,421nm). Este resultado se da a ambas temperatura de deposición (260° y 300°), sin embargo, observando las relaciones de intensidades $I90^{\circ}/I45^{\circ}$, se obtuvieron los valores promedio 0,30 para M260 y 0,20 para M300, lo cual podría estar asociado a un incremento en la cantidad de granos que crecen en forma biaxial para el primer caso. Sumado a esto, el ancho a media altura de los picos es menor en M260 ($\Delta\phi_{45^{\circ}} = 4, 1$; $\Delta\phi_{90^{\circ}} = 7, 5$) que en M300 ($\Delta\phi_{45^{\circ}} = 6, 3$; $\Delta\phi_{90^{\circ}} = 10, 9$).

Este resultado contrasta enormemente con las películas crecidas sobre una capa buffer; M11 - 11 y SpFe11. Ambas películas presentan un crecimiento biaxial sin la presencia de desorientaciones dentro y fuera del plano (ver figura **5-28A,B**). Las relaciones epitaxiales son $(001)[100]FeSe_{0,5}Te_{0,5}||FeSe_{0,5}Te_{0,5}NSC(001)[100]||(001)[100]MgO$ para M11 - 11 y $(001)[100]FeSe_{0,5}Te_{0,5}||(001)[110]Fe||(001)[100]MgAl_2O_4$ para SpFe11. Del barrido en ϕ , se aprecia que la película crecida sobre una capa buffer de hierro (SpFe11), presenta una ancho a media altura promedio $\Delta \phi = 0,97^{\circ}$; mientras que en la película crecida sobre una capa buffer del mismo material (M11-11), este valor es $\Delta \phi = 1,40^{\circ}$, lo cual indicaría un mejor acoplamiento de las constantes de red *a* entre la capa superconductora y la capa buffer de hierro en el primer caso.



Figura 5-28.: A. Barrido en el plano $(\phi - scan)$ de las películas crecidas con diferentes condiciones de crecimiento. Se muestra el ancho a media altura de los picos $(\Delta \phi)$ y las relaciones I_{90}/I_{45} de las películas M260 y M300. B.Figuras polares (3D) de la reflexión 101 de $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ para cada película producida.

Por otra parte, se analizo el comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura para las diferentes películas (figura 5-29A). M260 y M300 presentan una mayor proporción de granos rotados 45° con respecto a los crecidos de forma biaxial 0°, produciendo una reducción drástica de la temperatura critica (T_{c90}) comparadas con las películas crecidas sobre una capa buffer (figura 5-29C). Esta reducción podría deberse a que en las fronteras de grano se hallan regiones de baja T_c producidas por gradientes de composición [52]. Además, dado que la T_c es sensible al ángulo formado entre Fe - Se - Fe de los tetraedros de las capas de Fe - Se [58], otra posible causa podría ser la deformación por tensiones de estos tetraedros alejándolos de la configuración optima [52], sin embargo mediciones detalladas por difracción de rayos X de alta resolución son necesarias para confirmarlo.

Dado que el comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura en el estado normal para M11 - 11 es diferente al de SpFe11 debido a la presencia de una capa buffer de hierro, la temperatura critica de la película M11 - 11 fue determinada por método de tangentes (Figura 5-29B). La diferencia en la temperatura critica entre estas dos películas es de tan solo 1K y ~ 7K con respecto a las películas con desorientaciones, lo cual confirma que el uso de una capa buffer no solo trae como consecuencia la obtención de excelentes



Figura 5-29.: A. Resistencia eléctrica en función de la temperatura de las películas producidas. B. Determinación gráfica de la temperatura critica para la película M11 - 11. C. Temperaturas criticas T_{c90} de las muestras estudiadas.

propiedades texturales (absorbente de tensiones), sino también superconductoras.

5.2.2. Dinámica de Vortices en películas delgadas de $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$

5.2.2.1. Potencial de anclaje y dependencia con el campo magnético

Como se menciono anteriormente (sección 5.1.3.1), el estudio del comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura y del campo magnético aplicado, puede proveer información valiosa sobre el potencial de anclaje U_0 de los vortices. En este caso, dichas medidas fueron realizadas con el fin de comparar el efecto de las desorientaciones y del tipo de capa buffer utilizada. Las figuras **5-30A,C,E,G**, muestran el comportamiento de la resistencia en presencia de campo magnéticos (0-9 T), con $\mu_0 H \parallel c$. Estas curvas presentan un mayor ensanchamiento en las películas M260 y M300 comparadas con SpFe11, lo cual puede deberse en gran medida a la presencia de uniones débiles producidas por las fronteras de grano. Para comparar dicho efecto, se graficaron los valores de $\Delta T_c = T_{c90} - T_{c10}$, en función del campo magnético (figura **5-31A**). Como se aprecia, estos valores son mayores comparados con la película crecida en forma biaxial (SpFe11).

A partir de las curvas de $R(\mu_0 H,T)$ (Figuras **5-30B,D,F,H** y usando el modelo TAFF (sección 2.6.2.2), se determino el valor del potencial de anclaje. La Figura **5-30B**, muestra que U_0 presenta un comportamiento similar a la familia 122 presentando dos regímenes: uno a campo bajos ($\mu_0 H < 5T$) y otro a campos altos ($\mu_0 H > 5T$). Las películas M11 - 11 y



Figura 5-30.: Resistencia en función de la temperatura a diferentes campos magnéticos de las muestras A. SpFe11, C. M11 - 11, E. M260 y G. M300. Curvas tipo Arrhenius para la determinación de U_0 B. SpFe11, D. M11 - 11, F. M260 y H. M300.



Figura 5-31.: A. Comparación de $\Delta T_c = T_{c90} - T_{c10}$ para las películas con y sin desorientaciones. B. Dependencia de U_0 con $\mu_0 H$ en las diferentes películas estudiadas.

SpFe11 presentan un comportamiento similar de $U_0 \propto H^{-\alpha}$, con $\alpha \approx 0,3$ a campos bajos y $\alpha \approx 0,8$ a campos altos. La presencia de dos regímenes indicaría que los valores de U_0 no son lo suficientemente grandes para evitar las interacciones entre vortices y la posterior formación de racimos a campos altos [115]. Por otro lado, las películas con granos desorientados M260 y M300, presentan una reducción de $\sim 80\%$ en el valor de la energía potencial de anclaje. A campos bajos estas dos películas muestran valores similares de α (entre 3-0,4) a las películas crecidas sobre capas buffer, mostrando que la dependencia de U_0 con el campo magnético es igual cuando la interacción entre vortices es pequeña. Sin embargo, cuando $\mu_0 H > 5T$, las películas con desorientaciones presentan un incremento de α entre 0,9-1,8 y una disminución notable de U_0 . La relación entre la cantidad de granos orientados y desorientados en estas películas (I_{90}/I_{45}) con el comportamiento de U_0 , solo se hace notable a campos altos, en donde M300 con una mayor proporción de granos rotados presenta una rápida reducción del potencial de anclaje (Figura **5-30B**).

La transición entre la region térmicamente activada y el liquido de vortices (T_x) , se determinó a partir de las curvas de $-T(ln(\rho/\rho_0))$ [81]. La region lineal fue ajustada de acuerdo con la dependencia $U_0 \propto a(H)(1-t)^{\beta(H)}$, donde $t = T/T_x(H)$ (Figuras A-1, Anexo A.1). Estos valores fueron graficados para determinar el diagrama de fases magnético de las muestras y su comportamiento con el campo magnético se analiza mas adelante (Figura 5-43A,B,C,D sección 5.4).

5.2.2.2. Modelo de vidrio de vortices y transición vítrea

Con el fin de determinar el estado de los vortices anclados (red o vidrio) en esta familia superconductora, se aplico el modelo de vidrio de vortices (sección 5.1.3.2). A partir de



Figura 5-32.: A. Determinación de la temperatura de transición vítrea T_g para la película SpFe11 y B. escalamiento de la resistencia en función de T_{sc} usando el modelo de vidrio de vortices.

las curvas de resistencia en función de la temperatura y del campo magnético aplicado (figuras 5-29A,C,E,G), se gráfico $(dlnR/dT)^{-1}$ vs. T para la película SpFe11. La figura 5-32A muestra la aparición de una region lineal característica de la relación de Vogel-Fulcher (ecuación 5-4). La temperatura de transición vítrea determinada como el punto de corte en el eje x (T_g) , se utilizo para determinar el diagrama de fases magnético de estos materiales (Figura 5-43A sección 5.4). El escalamiento de la resistencia con la temperatura T_{sc} (ecuación 5-5), muestra que todos los datos pueden ser prácticamente descritos por una sola curva confirmando la validez del modelo en esta familia (Figura 5-32B). Esto significa, que en el estado solido de vortices las líneas de flujo magnético no presentan un orden de largo alcance y que dicha estructura depende en gran medida de las impurezas (defectos puntuales o superficiales) presentes en el material.

5.2.2.3. Características de Voltaje-Corriente

La figura 5-33A muestra las curvas V - I obtenidas a 4K y en presencia de un campo magnético de 1*T*. En las curvas logarítmicas se aprecia que las películas M11 - 11 y SpFe11presentan una relación de potencias donde $V \propto I^n$, hecho característico de la limitación de la corriente critica de transporte debida al desanclaje de los vortices. Por el contrario, las películas M260 y M300 muestran un comportamiento tipo NOLD [116], característico de la limitación de la corriente critica debida a la presencia de fronteras de grano. Sin embargo, comparando este comportamiento con la película Fe_{600} de la familia 122, se aprecia que en la gráfica lineal (figura 5-33B) no se presentan segmentos con diferentes pendientes de dV/dI(*Flux Channeling*) lo cual implicaría un mecanismo mas sencillo que describiría el desanclaje de los vortices en las fronteras de grano.



Figura 5-33.: A. Curvas logarítmicas y B. lineales de Voltaje-Corriente para las diferentes películas de la familia 11 a 4K y un campo magnético de 1T

En la figura 5-34A,B,C se comparan las curvas V - I de las películas M260, M300 y M11 - 11 a 4K y diferentes campos magnéticos. La película M11 - 11 en todo el rango de campos magnéticos presenta una clara relación $V \propto I^n$. Sin embrago las películas con desorientaciones muestran un comportamiento NOLD a campos bajos, indicando que la limitación es debida al desanclaje de los vórtice ubicados en la frontera de grano (J_{FG}) . A campos altos, la limitación de J_c se da gracias al desanclaje de los vortices ubicados en los granos (J_G) [98]. Dicho comportamiento es similar al encontrado en la familia 122 (Fe_{600}) , aunque en esta ultima familia el comportamiento NOLD es mas pronunciado 5-18.



Figura 5-34.: Dependencia de las curvas V - I con el campo magnético a 4K para las películas $\mathbf{A}.M11 - 11$, $\mathbf{B}.M260$ y $\mathbf{C}.M300$.

5.2.2.4. Corriente critica y propiedades de anclaje de vórtices

La corriente critica de las películas fue determinada usando el criterio de $1\mu V cm^{-1}$. Las figuras 5-35A,B,C,D muestran el comportamiento de J_c en función del campo magnéti-



Figura 5-35.: Dependencia de la corriente critica J_c con el campo magnético aplicado para las películas SpFe11 **A.**, M11 - 11 **B.** M260 **C.** y M300 **D.** Comparación de J_c vs. H a 4K, 6k Y 8K para las películas SpFe11 y M11 - 11 **E.** Comparación de J_c vs. H para las películas M260 y M300 **F.** La linea punteada representa el cambio de $J_{cM260} > J_{cM300}$ a $J_{cM260} < J_{cM300}$

co aplicado $(H \parallel c)$ a diferentes temperaturas. Las películas crecidas sobre capas buffer M11-11 y SpFe11, presentan valores máximos de $J_c(\mu_0 H = 0)$ entre $10^5 - 10^6 A cm^{-2}$ para T entre 4K y 10K.Dicho valores son similares a los reportados anteriormente [117, 118]. Las películas con desorientaciones M260 y M300, presentan una reducción de $J_c(\mu_0 H = 0)$ en aproximadamente un orden de magnitud comparadas con las películas M11 - 11 y SpFe11. Esta reducción atribuida a la presencia de fronteras de grano, es un resultado similar al hallado en los HTSC. En bicristales de estos materiales las mediciones de J_c con diferentes ángulos de desorientación muestran una disminución hasta de cuatro ordenes de magnitud cuando $\theta_{des} = 40^{\circ}$ [114]. Este mismo tipo de mediciones realizadas en la familia 122, muestran que J_c se reduce en aproximadamente un orden de magnitud cuando $\theta_{des} = 24^{\circ}$ [52]. En los superconductores a base de hierro aun no es completamente claro el mecanismo por el cual la corriente critica disminuye cuando el ángulo de desviación de la frontera de grano aumenta. Sin embargo, se ha propuesto que la posible existencia de tensiones presentes en estas regiones podrían distorsionar los tetraedros de Fe - As (Fe - Se en este caso) apartándolos de la configuración optima y de la maxima T_c , sumado además, a posibles variaciones locales en la composición [52].

Comparando la variación de J_c en las películas M11 - 11 y SpFe11, se aprecia que la primera muestra una reducción mas pronunciada de la corriente cuando la temperatura es mayor a 8K (Figura 5-35B) y SpFe11 solo presenta igual comportamiento a $T \ge 12K$ (Figura 5-35A). Haciendo una inspección mas detalla, la figura 5-35E muestra la dependencia de J_c con H para estas dos películas a 4K, 6K y 8K. A campos magnéticos bajos (H < 2T), la corriente critica siempre es mayor en el caso de SpFe11. Cuando a 4K y 6K se incrementa el campo magnético (H > 2T), J_c es mayor para M11 - 11. Sin embargo, cuando $T \ge 8K$ la corriente critica de la película SpFe11 en todo el rango de campo magnético excede los valores de M11 - 11. Teniendo en cuenta que solo para SpFe11 fue posible determinar J_c a 14K (Figura 5-35A), indicaría que a esta temperatura y hasta un campo aproximado a 4T, los vortices permanecen anclados en esta película. Estos resultados estarían indicando que el efecto de la capa buffer de hierro combinado con el sustrato espinela permiten un mejor anclaje de los vortices.

Por otro lado, la película con mayor grado de granos crecidos biaxialmente M260, presenta mayores valores de J_c comparada con M300 (figura **5-35F**); sin embargo dicho comportamiento no se mantiene cuando el campo magnético aumenta, siendo J_c mayor para M300. Este cambio se representa por una linea punteada en la figura **5-35F**.

A partir de los datos de J_c vs. $\mu_0 H$, se determino la densidad de la fuerza de anclaje $F_p = J \times \mu_0 H$. Las películas con granos desorientados M260 y M300 (figuras **5-36C,D** respectivamente), muestran una reducción de mas de un orden de magnitud en la fuerza de anclaje maxima comparadas con SpFe11 y M11 - 11 (figuras **5-36A,B** respectivamente)



Figura 5-36.: Dependencia de la densidad de la fuerza de anclaje (F_p) con el campo magnético para las películas SpFe11 A., M11 - 11 B., M260 C. y M300 D. Curvas comparativas logarítmicas de F_p vs. H a 4K para las películas estudiadas, E.

te). La figura **5-36E** muestra una comparación de F_p a 4K de las muestras estudiadas. Se puede apreciar que el máximo de la fuerza de anclaje se da a campos magnéticos mas bajos (~ 1T) en las películas con FG, debido al débil anclaje de los vortices en estas regiones.

La figura **5-37A** muestra la variación de F_p con el campo magnético para las películas crecidas sobre diferentes capas buffer. La película depositada sobre una capa no superconductora del mismo material M11-11, comparada con SpFe11, presenta valores de F_p mayores cuando la temperatura es 4K y 6K y el campo magnético es mayor a 2T. Por encima de estas



Figura 5-37.: Comparación de la dependencia de F_p con el campo magnético entre las películas SpFe11 y M11 - 11 **A.** y M260 y M300 **B.**

temperaturas, F_p siempre es mayor en todo el rango de campos magnéticos para SpFe11. La fuerza de anclaje para SpFe11 permanece aproximadamente constante a campos $\mu_0 H > 2T$, contrario a lo observado para M11 - 11 lo cual se interpreta como una mayor robustez frente al campo magnético aplicado. En cuanto a las películas con FG, se observa que en la de una mayor proporción de granos crecidos biaxialmente M260, los valores de F_{pmax} son casi el doble comparados con los obtenidos para M300 (Figura**5-37B**). Sin embargo, se observa que los máximos se presentan a campos magnéticos bajos ($\mu_0 H \leq 2T$) y después de este valor el decaimiento con $\mu_0 H$ es mas rápido comparado con el mostrado por la película M300, llegando inclusive a valores menores cuando el campo magnético es muy alto.

Con el fin determinar el mecanismo de anclaje actuando sobre los vortices, se realizo el escalamiento de F_p/F_{max} vs. h donde $h = H/H_{irr}$ es el campo reducido. Los valores de H_{irr} fueron determinados usando la extrapolación de Kramer (ecuación 5-9, Figuras **A-2A,B,C,D**, Anexo A.2). Las curvas obtenidas se muestran en las figuras **5-38A,B,C,D**. En todos los casos, los datos pueden ser descritos por una única curva del tipo $h^p(1-h)^q$. Los valores obtenidos de p y q se resumen en la siguiente tabla:

Muestra	p	q
M260	$0,\!56$	$2,\!12$
M300	$0,\!59$	$2,\!19$
<i>M11-11</i>	$0,\!58$	$2,\!29$
SpFe11	$0,\!55$	2,28

Tabla 5-3.: Valores de $p \ge q$ obtenidos en el escalamiento de F_p/F_{pmax} vs. h.

Este comportamiento puede ser descrito por el modelo de Kramer con p=0,5, q=2. En di-



Figura 5-38.: Escalamiento de F_p/F_{max} con el campo reducido h. Las líneas solidas representan el mejor ajuste a los datos y las para las películas SpFe11 A., M11-11 B., M260 C. y M300 D. En la figura B se muestra la comparación entre los datos obtenidos y los modelos de Kramer (MK), normal point pinning (NPP) y Δκ point pinning(κPP).

cho modelo, la principal razón para el desanclaje es debido al cizallamiento sobre la red de vortices ejercida por la fuerza de Lorentz [102]. La figura **5-38B** muestra una comparación con otros mecanismos de anclaje (*normal point pinning NPP*, con p = 1 y q = 2 y $\Delta \kappa$ point pinning κPP , con p = 2 y q = 1), indicando que el modelo de Kramer es el que mejor se ajusta a los datos [14]. La aparición de una única curva describiendo los datos obtenidos indica que el mecanismo de anclaje es el mismo en todo el rango de temperaturas estudiado. Además, a pesar de la presencia de granos desorientados en el plano, las películas M260 y M300 se ajustan bien a dicho modelo.

Realizando el escalamiento de J_c/J_{c0} con el campo reducido h, se encontró que todas las películas pueden ser descritas por una sola curva para todas las temperaturas, confirmando que un solo mecanismo (Modelo de Kramer) opera en todo el rango trabajado (Figuras 5-39A,B,C,D). Los valores de H_{crj} para las películas M11-11 y SpFe11 son $H_{crj} = 0, 12H_{irr}$ mientras que para $M260, H_{crj} = 0, 11H_{irr}$. Sin embargo, la película con mayor proporción



Figura 5-39.: Escalamiento de J_c/J_{c0} vs. h para las películas SpFe11 A., M11 - 11 B., M260 C. y M300 D. Se muestran las tres regiones con diferente dependencia de la corriente con el campo magnético y la determinación de H_{crj} , el cual marca el cambio entre la relación de la corriente de la forma $J \propto H^{-\alpha}$ a $J \propto e^{-H}$.

de granos rotados 45° (M300), muestra una disminución notable de H_{crj} (0,02 H_{irr}). La dependencia de H_{crj} con la temperatura se aprecia en las figuras **5-43A,B,C,D**(sección 5.4).

Por otro lado, en la region donde $J \propto H^{-\alpha}$, la película M11 - 11 muestra la menor de pendencia de J_c con el campo magnético presentando un valor de $\alpha = 0, 25$. Este valor es menor comparado con el de las películas SpFe11 donde $\alpha = 0, 25$ y M260 donde $\alpha = 0, 65$, mostrando esta ultima un aumento debido a la presencia de fronteras de grano. Aunque para M300 se obtuvo un menor valor de α ($\alpha = 0, 15$) su bajo valor de H_{crj} hace que esta característica no sea relevante debido a la amplia region donde $J \propto e^{-H}$ (Figura 5-43D).

A partir de la pendiente de las curvas logarítmicas de V - I y teniendo en cuenta la relación $V \propto I^n$ y aplicando la ecuación 5-10 (S = 1/n - 1) [104,105], se determino la dependencia de S (creep rate) con la temperatura a diferentes campos magnéticos (Figura **A-3**, Anexo A.3). En la figura **5-40A** se aprecia una comparación de S vs. T para las películas M260 y M300.



Figura 5-40.: **A.** Creep Rate; S vs. T (H = 0, 4T) para las películas M260 y X. **B.** S vs. T (H = 3, 1T) para las películas M11 – 11 y Z. **C.** Comparación de S vs. T para las películas estudiadas con H = 1, 0T.

A 0,4T ambas películas muestran una dependencia similar de S con la temperatura. Sin embargo, la película con la mayor proporción de granos biaxiales (con respecto al sustrato) muestra una leve disminución de los valores de S. A 3,1T y bajas temperaturas (< 8K), la película M11 - 11 presenta un *creep rate* menor que SpFe11 (figura **5-40B**). Sin embargo cuando la temperatura aumenta (> 8K) esta tendencia se invierte siendo $S_{Sp} < S_{M11}$. Este resultado concuerda con lo observado en la dependencia de F_p con el campo magnético, en donde a bajas temperaturas se presenta que $F_{pSp} < F_{pM11}$, invirtiéndose dicha tendencia cuando T > 8K. Esto indicaría que los fuertes centros de anclaje presentes a bajas temperaturas y campos magnéticos en la película M11 - 11 se debilitan cuando T y H aumentan. En la figura 5-40C se presenta para comparación los valores de S vs. T a 1T. Las muestras con desorientaciones presentan un rápido aumento de S con la temperatura y el campo magnético, comparadas con las películas crecidas sobre capas buffer, confirmando el efecto de las fronteras de grano en el desanclaje de los vortices y limitando la capacidad de transportar corriente.

5.2.2.5. Dependencia angular de la corriente critica

La dependencia angular de J_c a 8K para SpFe11 y M11 - 11 y a 2K para M300 se muestra en la figura **5-41A,B,C** respectivamente. Las películas estudiadas no muestran picos cuando $\mu_0 H \parallel c$ indicando que no existen defectos lineales a lo largo del eje c, inclusive en las película con granos rotados M300. En esta region el anclaje de los vortices es atribuida a la presencia de defectos puntuales aleatorios [110]. Además, $J_c(\Theta)$ muestra un máximo ubicado a 90° ($H \perp c$) debido al anclaje intrínseco del plano ab [106]. $J_c(\theta)$ disminuye a medida que la configuración de campo magnético aplicado se acerca a $H \parallel c$, confirmando que el anclaje de vortices es anisotrópico ($J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c)$) [45].



Figura 5-41.: Dependencia angular de J_c a diferentes campos magnéticos para las películas SpFe11~(T=8K)A.~M11 - 11~(T=8K)B.~y~M300~(T=2K)C.



Figura 5-42.: Dependencia angular de J_c a 3T y 9T para las películas SpFe11 y M11 - 11 a T=4K A. y T=8K B.

Comparando la dependencia de $J_c(\theta)$ a 4K y 8K (Figura **5-42A,B**), se observa que la película SpFe11 presenta una corriente critica mayor a M11 - 11 cuando $\mu_0 H \parallel ab$. Este hecho podría deberse al aumento del anclaje de los vortices en dicho plano debida a la presencia de algunas fallas de apilamiento que actuarían como centros de anclaje [109], sin embargo en este caso estudios detallados de microtextura son necesarios para confirmar esta hipótesis. A 4K y 3T (con $\mu_0 H \parallel c$), $J_{cSp} < J_{cM11}$; mientras que a 8K y 3T $J_{cSp} \approx J_{cM11}$. Estos dos resultados coinciden con los reportados anteriormente (Figura **5-35E**) y donde se aprecia un debilitamiento de los centros de anclaje en la película M11 - 11 a medida que aumenta la temperatura. Dicho efecto se aprecia mejor en la figura **5-42B** donde a 8K y 9T en la configuración $\mu_0 H \parallel c$, la reducción de J_c es mas pronunciada comparada con SpFe11.

Por otra parte, M300 presenta un ensanchamiento del pico ubicado a $\theta = 90^{\circ} (\mu_0 H \parallel ab)$, comparado con la película SpFe11(Figura **5-41C**), debido posiblemente a un debilitamiento del anclaje de los vortices en esta dirección y donde la presencia de granos desorientados estaría influyendo en dicho comportamiento.

5.2.2.6. Diagrama de fases magnético

En las figuras **5-43A,B,C,D** se muestran los diagramas de fases magnéticos de las películas SpFe11, M11 - 11, M260 y M300 respectivamente. En estos se encuentran resumidos los valores de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ obtenidos en la sección **A-4**, transición TAFF T_x (sección 5.2.2.1), linea de irreversibilidad $\mu_0 H_{irr}$ (sección 5.2.2.4), transición vítrea T_g (sección 5.2.2.2) y $\mu_0 H_{crj}$ obtenida del escalamiento de la corriente critica con el campo magnético (sección 5.2.2.4). Por debajo de la linea de irreversibilidad los vortices se encuentran en un estado solido sin un ordenamiento a largo alcance (estado vítreo). Al sobrepasar dicha linea los vor-



Figura 5-43.: Diagramas de fases magnéticos para las películas SpFe11 **A.** M11 - 11 **B.** M260 **C.** y M300 **D.** Se muestran las líneas de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ (verde), transición TAFF (negro), irreversibilidad (rojo), transición vítrea (azul,**A.**) y campo $\mu_0 H_{cri}$ (circulo-cruz).

tices se encuentran en un estado de liquido viscoso de vortices donde el movimiento de los vortices se da por activación térmica (TAFF). Cuando la temperatura aumenta los vortices pueden ser desanclados formándose el liquido de vortices donde pueden moverse con mayor facilidad (*Flux Flow*) generando una mayor resistencia eléctrica. Al seguir aumentando la temperatura (o el campo magnético) se traspasa el campo critico mas alto $\mu_0 H_{c2}$, llegando al estado normal.

En la figura **5-43A** se puede observar que la líneas de fundición de los vortices determinada por el método de Kramer [102] y el modelo de vidrio de vortices [90] coinciden muy bien indicando que dicha transición se realiza desde un estado vítreo de las líneas de flujo magnético.

Las películas con granos rotados 45°, en especial M300 con una mayor proporción de granos de este tipo, poseen una menor area donde $J \propto H^{-\alpha}$, indicando que la formación de raci-



Figura 5-44.: Comparación del campo crítico $\mu_0 H_{c2}$ y de la linea de irreversibilidad a la temperatura reducida $t = T/T_c$ de las películas estudias. La linea solida de $\mu_0 H_{irr}$ corresponde al ajuste de $\mu_0 H_{irr} = \mu_0 H_{irr}(0)(1 - T/T_c)^n$.

mos de vortices se ve favorecido a menores campos magnéticos comparadas con las películas crecidas de forma completamente biaxial (SpFe11 y M11 - 11) [19].

Realizando una comparación entre las películas producidas se graficaron las líneas de irreversibilidad y de campo critico mas alto en función de la temperatura reducida $t = T/T_c$ (Figura **5-44**). A $T \sim T_c$ las líneas de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ pueden ser ajustadas a una recta donde la pendiente muestra la variación del campo con la temperatura $(d\mu_0 H/dt)$. Usando la aproximación de Werthamer-Helfand-Hohenber (WHH) [70], se tiene que $d\mu_0 H/dt \propto \mu_0 H_{c2}(0)$. La película SpFe11 presenta el mayor valor de $\mu_0 H_{c2}$ (-144,9 $\mu_0 H$) comparada con las demás películas ($M11 - 11 = -87, 2\mu_0 H$; $M260 = -57, 1\mu_0 H$ y $M300 = -41, 9\mu_0 H$), lo que podría indicar que la presencia de defectos extendidos (fronteras de grano, M260 y M300) o un posible aumento de defectos aleatorios (M260) influirían en el rompimiento de los electrones acoplados responsables del fenómeno superconductor. Dado que el valor de $\mu_0 H_{c2}$ fue determinado de

Por otra parte en las películas con desorientaciones, las líneas de irreversibilidad muestran un corrimiento hacia bajas temperaturas aumentando de forma considerable la region de liquido de vortices. Dicha region es menor en las películas SpFe11 y M11 - 11. Este hecho puede deberse a la presencia de uniones débiles producidas por las fronteras de grano. Dichas fronteras generan una notable disminución de U_0 (Figura **5-31B**), por lo que pequeñas fluctuaciones en la temperatura producen un fácil desanclaje de los vortices.

Las película crecida sobre espinela y una capa buffer de hierro presenta una linea de irreversibilidad a mayores temperaturas comparada con la película crecida sobre MgO y una fase no superconductora de Fe11 como capa buffer (SpFe11 y M11-11 respectivamente) lo cual indicaría que los centros de anclaje presentes en la primera película actúan de manera mas efectiva.

El ajuste de los datos de la linea de irreversibilidad se realizo usando la expresión 5-11. Los valores de n obtenidos fueron 1,36 para M260, 1,32 para M300, 1,49 para M11 - 11 y 1,53 para SpFe11. Estos resultados de n son cercanos a 3/2 el cual corresponde a una transición a la fase liquida desde un estado de vidrio de vortices [112].

5.2.3. Conclusiones

- O El crecimiento de las capas superconductoras 11 directamente sobre el sustrato produce un crecimiento fibrilar con granos rotados 45° con respecto al sustrato. El crecimiento sobre una capa buffer (hierro o 11 no superconductor) produce películas monocristalinas con un crecimiento biaxial. Este efecto puede deberse al desajuste (*mismatch*) presentado entre los valores del parámetro *a* del sustrato y la capa superconductora.
- O Las películas con granos rotados 45° presentan una reducción en la T_c respecto a las películas crecidas sobre capas buffer. Este hecho podría deberse a la generación de regiones de baja T_c producidas por gradientes de concentración ubicadas en las fronteras de grano o a la deformación de los tetraedros de Fe - Se(Te) lejos de la configuración optima producida por tensiones.
- \bigcirc La presencia de fronteras de grano actuando como uniones débiles produce un ensanchamiento de la transición al estado superconductor en las curvas de R vs.T, característico de un mayor movimiento de los vortices por activación térmica. Dicho ensanchamiento es menor en las películas crecidas biaxialmente.
- Las películas crecidas sobre capas buffer presentan mayores valores de energía potencial de anclaje (5 veces mayores) comparadas con las que poseen fronteras de grano, dando cuenta del debilitamiento del anclaje de vortices en estas regiones. Las dos capas buffer utilizadas (hierro o 11 no superconductora) muestran una dependencia similar de U_0 con el campo magnético. Por otro lado las películas con mayor proporción de granos crecidos en forma biaxial muestran una menor dependencia de U_0 con $\mu_0 H$ a campos altos ($\mu_0 H > 5$ T).
- O Los datos en la region de baja resistencia eléctrica pueden ser escalados usando el modelo de vidrio de vortices, pasando al estado de liquido de vortices una vez sobrepasada la temperatura de transición vítrea, T_q .
- O Las películas crecidas sobre capas buffer muestran una clara relación $V \propto I^n$ indicando que la limitación de la corriente es debida al desanclaje de los vortices en las regiones intragrano. Las películas con desorientaciones presentan un comportamiento diferencial lineal no ohmico (NODL) característico del desanclaje de vortices ubicados en las fronteras de grano.
- O La presencia de granos rotados 45° produce una reducción de aproximadamente un orden de magnitud con respecto a las películas crecidas sobre capas buffer. Este hecho es similar al hallado en los HTSC con la diferencia de que en estos últimos la reducción de J_c es mucho mayor (cuatro ordenes de magnitud) a ángulos de desorientación menores $(\theta_{des} \sim 40^{\circ})$.

- O Las películas con fronteras de grano muestran una reducción de mas de dos ordenes de magnitud en la densidad de la fuerza de anclaje maxima F_{pmax} , en todo el rango de temperaturas estudiado, dando cuenta del debilitamiento del anclaje en estas regiones.
- O La densidad de la fuerza de anclaje F_p puede ser escalada con el campo magnético en una única curva del tipo $h^p(1-h)^q$ indicando que el anclaje de vortices en todo el rango de temperaturas estudiado es el mismo. Esta curva puede ser descrita por el modelo de Kramer con p=0,5 y q=2. En dicho modelo, la principal razón para el desanclaje es debido al cizallamiento sobre la red de vortices ejercida por la fuerza de Lorentz.
- O La presencia de fronteras de grano aumentan considerablemente los valores de *creep* rate (S) comparados con las películas monocristalinas favoreciendo el desanclaje de los vórtice y la disminución en los valores de J_c obtenidos.
- O La dependencia angular de la corriente en las películas monocristalinas muestra que $J_c(H \parallel ab) > J_c(H \parallel c)$ indicando que el anclaje de vortices es anisotrópico. La presencia de un máximo ubicado a 90° $(H \perp c)$ en las curvas $J_c(\Theta)$ revela un anclaje intrínseco en el plano ab, similar al efecto hallado en los HTSC. La ausencia de picos de J_c cuando $\Theta = 180^{\circ}(H \parallel c)$ en todo el rango de temperaturas y campos magnéticos, significa que no existen defectos columnares a lo largo de este eje, incluso en las películas con fronteras de grano.
- O El escalamiento de los datos en una única curva puede ser descrito por el modelo de Ginzburg-Landau indicando que el anclaje de vortices en esta region angular $(H \parallel c)$ es producido por los defectos puntuales aleatorios.
- O El diagrama de fases magnético de esta familia superconductora esta compuesto por una region de vidrio de vortices, donde estos se encuentran anclados. Por encima de la temperatura de transición vítrea (T_g) los vortices pasan a un estado liquido viscoso donde pueden moverse por activación térmica. Una vez sobrepasada la region TAFF, los vortices entran en un regimen de libre movimiento (liquido de vortices) generando una mayor resistencia eléctrica. A campos magnéticos y temperaturas elevadas (mayores a $\mu_0 H_{c2}$ y T_c) el material se encuentra en el estado normal.
- O Las películas con fronteras de grano presentan una linea de irreversibilidad corrida hacia temperaturas mas bajas haciendo que la region de liquido de vortices sea mas grande, comparadas con las películas monocristalinas. Además, presentan regiones pequeñas donde $J \propto H^{-\alpha}$ haciendo que sean de poco interés para aplicaciones tecnológicas.
- O La película crecida sobre espinela y una capa buffer de hierro presenta las mejores propiedades superconductoras: mayor valor de T_c (17,2K), mayores valores de F_p y una

linea de irreversibilidad ubicada hacia temperaturas mas altas. Este hecho podría deberse a que existe un mejor acoplamiento entre la capa buffer y la capa superconductora que favorecen un a mejor configuración de los tetraedros de Fe - Se(te).

O Los procesos de calentamiento-enfriamiento en la producción de multicapas de Fe-11 estan relacionados con los valores de T_c observados.

5.3 Comparación de las propiedades de anclaje de las familias 11 y 122 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ - $Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2$) 87

5.3. Comparación de las propiedades de anclaje de las familias 11 y 122 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ - $Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2$)

Con el fin de comparar las propiedades de anclaje de las dos familias superconductoras a base de hierro (11 y 122), se tomaron como referencia las películas SpFe11 y Fe_{100} respectivamente, las cuales mostraron las mejores propiedades de anclaje de vortices. Para realizar dicha comparación se graficaron los valores de J_c en función del campo magnético $\mu_0 H$, obtenidos a partir de las curvas de la dependencia angular de la corriente (figuras **5-41A** y **5-23B**). Dado que las dos películas estudiadas presentan diferentes valores de T_c (11=17,2K y 122=19,8K), el análisis se llevo a cabo teniendo en cuenta la temperatura reducida $t = T/T_c$. Así, las temperaturas estudiadas para la familia 11 fueron 4K y 8K; mientras que para la familia 122 estas fueron 4K y 9K, obteniéndose valores de t aproximadamente iguales (0,22 y 0,45).

Las figuras 5-45A,B muestran la dependencia de J_c vs. $\mu_0 H$ para las configuraciones $\mu_0 H \parallel c$ y $\mu_0 H \perp c$ respectivamente. Cuando $\mu_0 H \parallel c$, la corriente critica de la película SpFe11 presenta una menor dependencia con el campo magnético comparada con Fe_{100} ; además de mayores valores tanto a t = 0, 22 como a t = 0, 45. A esta ultima temperatura reducida, Fe_{100} presenta un mayor decaimiento de J_c con el campo. Dado que SpFe11 como Fe_{100} en las curvas de $J_c(\theta)$ no presentan picos cuando $\mu_0 H \parallel c$ (figuras 5-41A y 5-23B), indicando que no existen defectos extendidos a lo largo de este eje. Los mayores valores de J_c y su menor dependencia con el campo mostrados por SpFe11 podría deberse a una mayor efectividad de anclaje de los defectos puntuales aleatorios presentes en esta region angular [103].



Figura 5-45.: Dependencia de la corriente critica en función del campo magnético aplicado en la configuración $\mu_0 H \parallel c \mathbf{A}$. y $\mu_0 H \perp \mathbf{B}$.



Figura 5-46.: Densidad de la fuerza de anclaje para las películas SpFe11 y Fe_{100} en función del campo magnético en escala lineal **A**. y logarítmica **B**.

Por otra parte, cuando $\mu_0 H \perp c$ la dependencia de la corriente critica con el campo magnético es menor comparada a la configuración $\mu_0 H \parallel c$, debido al anclaje intrínseco del espacio interlaminar a lo largo del plano ab [119]. Sin embargo, la película SpFe11 presenta mayores valores de J_c y un menor decaimiento con $\mu_0 H$. Esto podría deberse a que en el caso de SpFe11, el valor de la longitud de coherencia ($\xi_c = 0, 35$ nm) es similar al espacio interlaminar (distancia entre Se(Te)-Se(Te)) d = 0, 25nm, mientras que para Fe_{100} , la longitud de coherencia es $\xi_c = 1, 2$ nm, un valor muy grande comparado con la distancia As - As $(d_{As-As}=0,3$ nm), lo que podría afectar en mayor medida la superconductividad que se da en las laminas de FeAs [117].

Las figuras 5-46A,B, presentan una comparación entre los valores de densidad de la fuerza de anclaje para las películas estudiadas. A bajas temperaturas (T = 4K), el valor de F_{pmax} para la película SpFe11 es aproximadamente el doble comparado al de Fe_{100} . Cuando la temperatura aumenta (T > 10K), esta diferencia es hasta cinco veces mayor. Estos resultados muestran que los centros de anclaje presentes en SpFe11 son mas efectivos que los de

5.3 Comparación de las propiedades de anclaje de las familias 11 y 122 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ - $Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2$) 89



Figura 5-47.: A. Diagrama de fases magnético de las películas SpFe11 y Fe_{100} . La linea de irreversibilidad fue a ajustada a la expresión $\mu_0 H_{irr} = \mu_0 H_{irr}(0)(1-t)^n$. B. Δt_{lv} en función del campo magnético.

la película Fe_{100} en todo el rango de temperaturas y campos magnéticos estudiados. Dicha efectividad depende de la magnitud de la energía potencial de anclaje U_0 y su dependencia con el campo magnético para ambas películas se muestra en la figura **5-46C**. La película de la familia 122 (Fe_{100}), presenta una leve reducción U_0 comparada con SpFe11. Sin embargo, ambas familias superconductoras presentan dos regímenes, uno a bajos y otro a altos campos magnéticos con diferente dependencia de U_0 con el campo magnético ($U_0 \propto \mu_0 H^{-\alpha}$). Dicha transición ocurre a un mayor campo magnético ($\mu_0 H \approx 5$ T) en SpFe11. A bajos campos ($\mu_0 H < 5$ T), ambas familias presentan valores similares de α ($\alpha \approx 0, 30$), lo cual indicaría que la dependencia de U_0 con $\mu_0 H$ es igual en ambos casos cuando el anclaje es de manera individual y la interacción entre vortices es pequeña. A campos altos SpFe11 presenta un menor valor de α ($\alpha \approx 0,75$) comparado con el de Fe_{100} ($\alpha \approx 0,90$), lo cual podría indicar que la formación de racimos de vortices es mayor en esta ultima, limitando en mayor medida la corriente critica de transporte.

La dependencia del campo critico $\mu_0 H_{c2}$ y de la linea de irreversibilidad $\mu_0 H_{irr}$ con la temperatura para ambas películas se muestra en la figura **5-47A**. Ya que $d\mu_0 H/dT \propto \mu_0 H_{c2}(0)$ [70], es posible hacer una estimación del valor de $\mu_0 H_{c2}$ a T = 0. $d\mu_0 H/dT = -8, 42$ para SpFe11y $d\mu_0 H/dT = -3, 04$ para Fe_{100} , indicando que la primera película puede soportar campos magnéticos mas altos antes de pasar al estado normal, comparada con Fe_{100} . La linea de irreversibilidad de la película de la familia 122, presenta un corrimiento hacia mas bajas temperaturas comparada con la linea de irreversibilidad de SpFe11, produciendo una mayor region de liquido de vortices. El ancho de esta region calculado como $\Delta t_{lv} = t_{c2} - t_{irr}$ y es mayor para Fe_{100} , confirmando lo expuesto anteriormente (Figura **5-47B**). Ajustando las líneas de irreversibilidad a una expresión del tipo $\mu_0 H_{irr} = \mu_0 H_{irr}(0)(1-t)^n$ [111], se obtuvo que $\mu_0 H_{irr}(0)=44,0$ T y $\mu_0 H_{irr}(0)=28,9$ T para SpFe11 y Fe_{100} respectivamente. Este resultado significa que SpFe11 es capaz de mantener anclados los vortices a mayores campos magnéticos, además estos permanecen en el estado de vidrio de vortices a temperaturas cercanas a T_c , explicando las grandes diferencias de F_{pmax} encontradas anteriormente (figuras **5-46A,B**).

A pesar de las diferencias encontradas, ambos tipos de familias superconductoras poseen gran potencial tecnológico. Este hecho es debido a la presencia de altos valores de campo critico $\mu_0 H_{c2}$, baja anisotropía y mecanismos de anclaje intrínsecos que permiten transportar grandes corrientes. A continuación se muestra una comparación entre estos valores y el YBCO, principal representante de los HTSC [120]:

Propiedad	Ba-122	Fe-11	YBCO
T_c	$\sim 22 K (x=0.08)$	$\sim 17 {\rm K}$	$\sim 90 \mathrm{K}$
$\mu_0 H_{c2}$	$\sim 60 \mathrm{T}$	$\sim 70 \mathrm{T}$	$\sim 120 \mathrm{T}$
γ_H	$\sim 1, 9 - 1, 5$	$\sim 1, 9 - 1, 1$	~ 5

Tabla 5-4.: Comparación de las principales propiedades del estado superconductor.

5.3 Comparación de las propiedades de anclaje de las familias 11 y 122 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ - $Ba(Fe_{0,9}Co_{0,1})_2As_2$) 91

5.3.1. Conclusiones

- O Tanto las películas delgadas superconductoras de la familia 122 como las de la familia 11 no presentan picos en la configuración $\mu_0 H \parallel c$ indicando que no existen defectos columnares a lo largo de este eje.
- O La película SpFe11 (11) presenta mayores valores de J_c y una menor dependencia con el campo magnético cuando $\mu_0 H \parallel ab$, comparada con la película Fe_{100} (122) debido posiblemente a un mayor anclaje de los vortices en el espacio interlaminar producto de menores diferencias entre la distancia $Fe_Se(Te)$ (d = 0, 25nm) y la longitud de coherencia a lo largo del eje c ($\xi_c = 0, 35$ nm).
- O Las películas de la familias 11 presentan mayores valores de J_c y una menor dependencia con el campo magnético cuando $\mu_0 H \parallel c$, debido posiblemente a una mayor efectividad de los centros de anclaje puntuales presentes a lo largo del eje c.
- O La película SpFe11 presenta mayores valores de fuerza de anclaje maxima F_{pmax} en todo el rango de temperaturas, indicando un mayor anclaje intrínseco presente en la familia 11. Dicho comportamiento podría deberse entre otras cosas, a una disminución de la energía potencial de anclaje y a una mayor dependencia de U_0 a campo altos para la película Fe_{100} (familia 122).
- O En el estado de solido de vortices, ambas familias superconductoras presentan un estado de vidrio de vortices cuyo comportamiento puede ser descrito por los modelos de Vogel-Fulcher y a partir del ajuste de la linea de irreversibilidad con $n \approx 3/2$.
- O SpFe11 muestra una linea de irreversibilidad ubicada a mayores temperaturas comparada con Fe_{100} (122) lo cual genera una menor region de liquido de vortices. El valor de $\mu_0 H_{irr}(0)$ en este caso es de 44T, casi el doble al hallado para la película de la familia 122 (Fe_{100}).
- O Ambas familias superconductoras presentan características de altos campos críticos $\mu_0 H_{c2}$ ($\mu_0 H_{c2}(0) > 60T$), anclaje intrínseco de vortices y elevados valores de corriente crítica (~ $10^5 A cm^{-2}$) lo cual las hace promisorias para futuras aplicaciones tecnológicas.

5.4. Multicapas de Fe- $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$: Propiedades texturales y Superconductoras

Han sido diversos y exitosos los intentos por producir multicapas superconductoras de los HTSC [121–123]. Estas estructuras han permitido obtener mayores corrientes críticas y densidades de fuerza de anclaje comparadas con películas crecidas en forma de monocapa [124–126]. Estas características son debidas en su gran mayoría a la presencia de defectos columnares o planares, y/o regiones de baja T_c , los cuales actúan como centros de anclaje mas efectivos. La fabricación de estructuras tipo multicapa, ha logrado producir películas superconductoras con líneas de irreversibilidad mas cercanas a la linea de campo crítico mas alto y disminuir el anclaje anisotrópico de vortices, aumentando los valores de J_c en la configuración $\mu_0 H \parallel c$ [109]. Dado que estas propiedades son importantes para futuras aplicaciones tecnológicas como la producción de junturas Josephson, se hace necesario iniciar el estudio de las condiciones adecuadas de crecimiento de este tipo de estructuras.

Teniendo en cuenta las propiedades texturales y superconductoras que ofrece el uso de una capa buffer se produjeron multicapas de la familia 11 teniendo en cuenta la siguiente estructura: $Sustrato/Fe_{Buffer}/11/Fe_{Buffer}/11$. Los sustratos utilizados fueron MgO y $MgAl_2O_4$. El procedimiento utilizado es el mismo reportado en la sección 4.2. El proceso de fabricación de las multicapas se muestra en la figura 5-48A y 5-48B para las películas crecidas sobre MgO (MgO/Fe/11/Fe/11) y $MgAl_2O_4$ (Sp/Fe/11/Fe/11) respectivamente. Este se inicia con la deposición de una capa de hierro a temperatura ambiente (TA). Posteriormente, el sustrato es calentado hasta $480^{\circ}C$ donde la superficie de la capa buffer de hierro se vuelve lisa. Esta es enfriada hasta $300^{\circ}C$, temperatura a la cual se deposita la capa de Fe11. Hasta este punto, los patrones RHEED muestran que tanto la capa buffer como la de Fe11presentan una superficie lisa (Figura 5-48A(3,4) y 5-48B(3,4)). El proceso se vuelve a iniciar enfriando la película hasta temperatura ambiente para la deposición de la segunda capa buffer. Sin embargo, el segundo calentamiento de esta capa, no se llevo a cabo a la misma temperatura de la primera bicapa con el fin de no perjudicar las propiedades texturales y/o superconductoras de la capa Fe11 (300°C es la temperatura optima decrecimiento de esta capa). Los patrones de difracción RHEED para ambas multicapas obtenidos al final del proceso son característicos de superficies lisas. Un análisis superficial de las películas fue realizado por AFM (figuras 5-49). Los resultados obtenidos revelan que cuando se reduce la temperatura de calentamiento de la segunda capa buffer se presenta la formación de islas. Estas reducen su altura a medida que la temperatura aumenta y se acerca a la usada en el primer proceso (480°C)(figuras 5-49A,B). Los valores de RMS obtenidos fueron 0,81nm y 3,54 nm cuando las temperaturas fueron 350°C y 300°C respectivamente. Este hecho, podría deberse a que la segunda capa buffer no alcanza a formar una superficie totalmente lisa debida a la falta de una completa coalescencia de las islas formadas en el proceso de deposición a temperatura ambiente, afectando la segunda capa superconductora depositada.



Figura 5-48.: Procesos de crecimiento para la producción de multicapas de MgO/Fe/11/Fe/11 **A.** y Sp/Fe/11/Fe/11 **B.** Se muestran los patrones de difracción RHEED obtenidos en cada etapa del proceso.


Figura 5-49.: Micrografías AFM y perfiles de islas de las superficies obtenidas al final del proceso de deposición para las multicapas MgO/Fe/11/Fe/11 A. y Sp/Fe/11/Fe/11 B.

Los patrones RHEED obtenidos en el primer calentamiento (figura **5-48-3**) están formados por líneas bien definidas mientras que los del segundo calentamiento (figura **5-48-6**), están conformados por líneas y puntos, lo que confirmaría la hipótesis expuesta anteriormente.

Los difractográmas de rayos X obtenidos para las películas producidas se muestran en la figura **5-50A**. Además de la difracciones de los sustratos y de la capa buffer, solo se observan picos 00l de la capa superconductora de Fe11, indicando un crecimiento texturizado a lo largo del eje c en ambas películas producidas. Los barridos ϕ (ϕ scan) de las difracciones (110) y (101) de la capa buffer de hierro y la capa de Fe11 respectivamente, se muestran en la figura **5-50B**. Los resultados obtenidos revelan un crecimiento rotado 45° de la capa buffer con respecto a los sustratos y un crecimiento biaxial de la capa superconductora. Los valores promedio del ancho a media altura para el hierro fueron $\Delta \phi = 0,95^{\circ}$ para Sp/Fe/11/Fe/11 y $\Delta \phi = 2,64^{\circ}$ para MgO/Fe/11/Fe/11, mientras que estos mismos valores para la capa superconductora fueron 1,67° y 1,71° para MgO/Fe/11/Fe/11 y Sp/Fe/11/Fe/11 respectivamente. Estos últimos valores son similares entre si confirmando las bondades del uso de una capa buffer actuando como absorbente de tensiones.



Figura 5-50.: **A.** Difractográmas de rayos X, **B.** Barrido ϕ para las difracciones (110) de la capa buffer de hierro y (101) de la capa de Fe11. **C.** Resistencia eléctrica en función de la temperatura para las multicapas producidas. Se presenta la curva de la bicapa Sp/Fe/11 para comparación.

Las medidas de resistencia eléctrica en función de la temperatura para las muestras producidas se presentan en la figura **5-50C**. Los valores de T_c obtenidos fueron 11,1K y 13,1K para MgO/Fe/11/Fe/11 y Sp/Fe/11/Fe/11 respectivamente. Aunque se presenta una transición definida al estado superconductor, las multicapas producidas presentan una reducción de la temperatura critica comparada con la bicapa Sp/Fe/11 (17,2K). Este hecho podría deberse al efecto de los diferentes ciclos de calentamiento-enfriamiento que podrían afectar las propiedades de la capa superconductora. Entre ellos podría estar la creación de regiones con diferente composición y baja T_c o la modificación geométrica de los tetraedros de Fe - Se, por lo que se hace necesario un estudio detallado de rayos X de alta resolución y una optimización del proceso de crecimiento. Este trabajo permite iniciar el estudio de multicapas del tipo $(Fe/11)_n$ y contribuye al conocimiento para futuros intentos de producir este tipo de estructuras. El mayor reto es la introducción de centros de anclaje sin una disminución relevante de los valores de T_c , por lo que las condiciones óptimas de crecimiento jugaran un papel importante en esta tarea.

A. Resultados Anexos

A.1. Variación del potencial de anclaje U_0 con la temperatura (sección 5.2.2.4)



Figura A-1.: Variación de U_0 con la temperatura para las películas, para las películas SpFe11 **A.**, M11 - 11 **B.**, M260 **C.** y M300 **D.**. Las líneas corresponden al ajuste de $U_0 \propto a(H)(1-t)^{\beta(H)}$ para la determinación de T_x (transición TAFF a liquido de vortices).

A.2. Extrapolación de Kramer (sección 5.2.2.4)



Figura A-2.: Extrapolación de Kramer para la determinación de H_{irr} A. SpFe11, B. M11-11, C. M260, D. M300.

A.3. Creep Rate (S), familia 11 ($FeSe_{0,5}Te_{0,5}$)(sección 5.2.2.4)



Figura A-3.: Dependencia de Creep Rate; S con la temperatura a diferentes campos magnéticos aplicados para las películas SpFe11 A., M11 – 11 B., M260 C. y M300 D.

A.4. Campo critico $\mu_0 H_{c2}$ de las muestras SpFe11 y M11 - 11(sección 5.4)



Figura A-4.: Dependencia del campo critico $\mu_0 H_{c2}$ con la temperatura reducida T/T_c de las películas SpFe11 y M11 - 11, determinado por el método de la derivada.

B. Crecimiento de películas delgadas

B.1. Deposición por laser pulsado (Pulsed Laser Deposition PLD)

El principio de la deposición por lase pulsado es un fenómeno físico complejo (figura **B-**1Anexo A). La formación de películas delgadas por este método puede dividirse en 4 etapas [59]:

- 1. Interacción del laser con el blanco: Inicialmente el laser es enfocado sobre la superficie del blanco. Cuando el laser tiene la energía suficiente, todos los elementos de este son calentados hasta su temperatura de evaporación. En este proceso los fragmentos del material evaporado mantienen la estequiometria inicial del blanco.
- 2. Dinámica de la ablación del material: En esta etapa, el material evaporado tiende a moverse hacia el sustrato de acuerdo con las leyes de la dinámica de gases. La distancia entre el blanco y el sustrato, el diámetro del haz incidente y la temperatura del plasma tienen efectos significativos en la uniformidad de la película depositada.
- 3. Deposición del material evaporado sobre el sustrato: El material evaporado altamente energético chocando con la superficie del sustrato puede generar daños a su superficie. Estas especies pueden evaporar átomos de esta hasta que se alcance la formación de una region térmicamente estable. Una vez el equilibrio es alcanzado y la velocidad de deposición supera a la de evaporación se da el crecimiento de la película.
- 4. Nucleación y crecimiento de la película delgada sobre la superficie del sustrato: Estos dos factores dependen de varios factores como densidad, energía, grado de ionizacion, temperatura y propiedades fisicoquimicas del sustrato. El crecimiento cristalino de la película depende de la movilidad de los adatomos, el cual normalmente se mueve varias posiciones atómicas antes de alcanzar una posición estable en la nueva capa formada. Las etapas iniciales de crecimiento han recibido bastante atención, ya que se cree que el crecimiento epitaxial es determinado por estas.

Dependiendo de las condiciones experimentales se pueden dar diferentes mecanismos de nucleación y crecimiento de las películas. El primero de ello se conoce como el modo Frankvan der Merwe (2D), donde la películas crece monocapa por monocapa (figura **B-1B**). El



Figura B-1.: A. Esquema de la deposición por laser pulsado B. Modo Frank-van der Merwe (2D)C. Modo Stranski-KrastanovD. Modo Volmer-Weber (3D)

segundo modo, modo Volmer-Weber (3D), involucra la formación de núcleos o islas separadamente los cuales se fusionan una vez la deposición continua (figura **B-1C**). El tercer modo o modo Stranski-Krastanov es una combinación de los dos primeros donde después de unas cuantas monocapas la película continua creciendo de acuerdo con el mecanismo 3D (figura **B-1B.**) [127].

C. Técnicas de caracterización

C.1. Espectroscopía de electrones Auger (AES)

La espectroscopía de electrones Auger es el nombre usado para describir una técnica en la cual se crea un mapa elemental usando la información del espectro de los electrones Auger excitados por un haz de electrones. Este haz de electrones incidente con la suficiente energía puede ionizar un átomo expulsando un electron de una capa interna. El átomo excitado se relaja con la transición de un electron de un nivel de mayor energía a la vacancia creada por ele electrón expulsado. El exceso de energía de esta transición es liberada en forma de rayos X. Sin embargo otro electron del mismo átomo puede absorber esta energía y ser expulsado de este. Este electron se conoce como electron Auger (figura C-1). La energía cinética de los electrones Auger es independiente de la energía del haz de electrones incidente pero es característica del átomo y de las transiciones de los orbitales involucrados en esta.



Figura C-1.: Transición Auger y esquema experimental del análisis elemental con perfil de profundidad [127, 128].

Un uso importante de la espectroscopía Auger es el análisis elemental en un perfil de profundidad. Este se puede obtener con la combinación de un haz de iones de un gas inerte (usualmente Argón) con una energía entre 0.5 keV a 5 keV, que erosiona la muestra a un ritmo aproximadamente constante y el análisis de las intensidades relativas de las transiciones Auger correspondientes a los elementos de interés (figura C-1).

C.2. Difracción de electrones de alta energía (Reflection High-Energy Electron Diffraction RHEED)

La difracción de electrones de alta energía es una técnica ampliamente usada para el monitoreo del crecimiento epitaxial de películas delgadas. El uso de un haz rasante de electrones hace que esta técnica sea muy sensible a las características de la superficie. Esta puede revelar casi instantáneamente cambios en el cubrimiento superficial de adsorbatos o en la estructura superficial de la película delgada (orientación cristalográfica y morfología) [129].

En esta técnica, un haz de electrones con una energía entre 10-30 keV incide de manera rasante (~ 1°) sobre la superficie de la muestra y es reflejado a una pantalla fosforescente (Figura C-2A). Cuando la superficie es muy ordenada los electrones reflejados forman un patron de difracción formado por puntos y/o líneas brillantes en la pantalla. Además, cuando la muestra es de tipo monocristalino se presenta otro fenómeno de difracción. Este consiste en la aparición de pares de líneas oscuras y brillantes, conocidas como líneas Kikuchi. Estas son producidas debido a que los electrones no solo sufren una difracción según la ley de Brag sino que una porción de estos son dispersados inelástica e incoherentemente. Dentro del cristal, estos electrones dispersados al azar pueden ser difractados por los planos cristalinos y dar una subsecuente difracción tipo Bragg [127].



Figura C-2.: A. Esquema experimental de la difracción de electrones de alta energía para el monitoreo del crecimiento epitaxial in situ de películas delgadas. B. Patron de difracción obtenido según la superficie de la muestra [130, 131].

En la figura C-2B se muestra como el patron de difracción de electrones puede dar infor-

mación del tipo de superficie de la muestra y controlar así el crecimiento epitaxial in situ. Una superficie lisa dará un patron de difracción con puntos brillantes en el caso ideal. Sin embargo, debido al ensanchamiento experimental del haz de electrones este aparece como líneas en forma de anillos, los anillos de Laue. Estos anillos en forma continua indican que la superficie es de tipo policristalino. Cuando la superficie es rugosa el patron de difracción cambia drásticamente debido a la interferencia creada por los diferentes puntos de difracción.

C.3. Difracción, Reflectividad de rayos X y figuras polares para la determinación de textura (XRD,XRR,PF)

C.3.1. Análisis $\theta/2\theta$

Cualquier radiación incidente sobre un material es absorbida y dispersada. El fenómeno de dispersion puede verse fácilmente cuando la onda incidente es una onda plana. Cuando estas ondas inciden sobre un arreglo tridimensional, cada punto de dispersion (electrones o núcleos atómicos) actúan como una fuente de ondas esféricas. La suma de las amplitudes de todas estas ondas dan un valor prácticamente nulo en casi todas las direcciones, excepto en la dirección en la cual la longitud de onda es comparable con el espaciado de los centros de dispersion. Este es el fenómeno de difracción. La descripción mas simple y mas frecuentemente usada para la difracción de un cristal es la obtenida por Bragg. Una difracción fuerte ocurre cuando las ondas se encuentran en fase. Considerando un plano cristalino como el responsable de la dispersion, en lugar de cada electron, es fácil ver en la figura C-3A que la fuerte difracción resulta cuando

$$n\lambda = 2dsen\theta \tag{C-1}$$

donde n es un entero representando el orden de difracción, λ es la longitud de onda, d el espaciado interplanar de los planos involucrados en el proceso de difracción y θ es el ángulo de incidencia y difracción de la radiación relativa al plano reflectante [132].

El principio de un análisis $\theta/2\theta$ puede visualizarse en la figura **C-3B**. La muestra es ubicada en el centro del instrumento y el haz de rayos X es direccionado hacia la superficie de la muestra a un ángulo θ . Al mismo ángulo se encuentra el monitor recibiendo la radiación dispersada. Los vectores de coordenadas de la muestra s_1 y s_2 se encuentran en el plano de dispersion formado por K y K_0 los vectores de onda incidente y reflejados respectivamente. Durante el análisis los ángulos de entrada y salida del haz son variados continuamente, pero entre ellos permanecen iguales a lo largo del barrido $\theta_{in} = \theta_{out}$. La cantidad medida es la intensidad del haz dispersado hacia el detector a lo largo del análisis. El resultado obtenido es presentado como una función de $I(2\theta)$ [133].



Figura C-3.: A.Difraccion de una onda plana por planos cristalográficos sucesivos. Una difracción fuerte resulta cuando los ángulos de incidencia y difracción son iguales y la diferencia de caminos recorrida entre las ondas AOB es igual n veces la longitud de onda. B. Representación esquemática de un análisis θ/2θ.
C. Representación esquemática para la determinación de una curva Rocking. [132, 133].

C.3.2. Textura, Figuras Polares y análisis acimutal

La distribución de las orientaciones de los cristalitos o granos en una película delgada policristalina rara vez es isotrópica. Sin embrago en muchos estudios cierta dirección cristalográfica [hkl] se encuentra favorecida con respecto a las coordenadas de la muestra. Esta orientación cristalina favorecida es conocida como textura. Este efecto puede ser visto muy fácilmente en una patron de difracción $\theta/2\theta$, debido a un aumento de ciertas reflexiones I_{hkl} y a la reducción de otras cuando se compara con el patron de difracción de una muestra policristalina. Existen dos tipos importantes de textura. La primera de ellas se conoce como textura fibrosa, en la cual hay una dirección que es funcionalmente diferente de las demás. Un vector cristalino $\langle uvw \rangle$ tiende a alinearse a lo largo de una única dirección en el material pero todas las direcciones acimutales alrededor del vector son probables. El segundo tipo se conoce como textura biaxial, en la cual la orientación de los cristalitos se encuentra fija en dos direcciones en el plano de coordenadas de la muestra.

En un difractográma convencional los planos que contribuyen a la intensidad I_h se encuentran paralelos a la superficie de la película. Si se desea determinar la distribución de las orientaciones se deben evaluar todas las intensidades I_h de todos los granos en la muestra. Esto se puede lograr analizando las reflexión a diferentes orientaciones, lo cual se logra variando el ángulo acimutal ϕ y el ángulo de inclinación ψ . La variación del ángulo ϕ aporta información sobre la rotación de la muestra alrededor del vector normal a la superficie. El ángulo ψ cuantifica la inclinación del vector normal s_3 con respecto al vector de dispersion C.3 Difracción, Reflectividad de rayos X y figuras polares para la determinación de textura (XRD,XRR,PF)



Figura C-4.: A. Geometría del esquema experimental para el análisis de textura y la determinación de figuras polares. B. Tipos de textura y resultados obtenidos en las proyecciones 2D de las figuras polares [133, 134]

Q o al plano de dispersion (Figura C-4A). Las figuras polares son obtenidas midiendo la intensidad de una reflexión (hkl) para todos lo valores de ϕ y ψ , con ayuda de una cuna de Euler la cual permite realizar la rotación e inclinación de la muestra.

Un análisis típico inicia con la selección de la reflexión (hkl) a estudiar, seguida de la variación de ψ y posterior medición de dicha intensidad barriendo el ángulo ϕ . Las figuras polares brindan información sobre el tipo de crecimiento de las películas delgadas. En al figura C-4B se puede ver el resultado obtenido en la proyección 2D de los crecimientos biaxiales, fibrosos y policristalinos. Una técnica para diferenciar el crecimiento biaxial del fibroso consiste en la medición de la intensidad de una reflexión h0l con ψ constante y un barrido del ángulo acimutal ϕ . Para un crecimiento biaxial se obtendrán intensidades bien definidas mientras que la estructura fibrosa mostrara un anillo formado por las intensidades casi constantes para todos los valores de ϕ (Figura C-4B). Este análisis se conoce como análisis acimutal.

Para el análisis de textura y para un patron de difracción con pocas reflexiones independientes se puede aplicar el análisis omega ω también conocido como curvas *rocking*. La ventaja de este método es que no se necesita una cuna de euler ya que puede ser realizado en cualquier difractómetro que pueda operar con θ y 2θ desacoplados. Sin embrago la información de textura no es tan completa como un análisis con figuras polares. La medición de una curva *rocking* es realizada de tal forma que el detector es fijado en el centro de la posición $2\theta_0$ de la reflexión de Bragg analizada, mientras que la muestra es inclinada en el circulo θ en la vecindad del ángulo θ_0 . Una vez hecho esto θ y 2θ son desacoplados convirtiéndose el primero en ω para este caso. Un esquema experimental de esta técnica se muestra en la figura **C-3C**. El resultado de una curva *rocking* es un conjunto de intensidades $I(\omega)$ medidas aun ángulo de dispersion 2θ constante con la variación de ω [132, 133].

C.3.3. Reflectividad de Rayos X

Las medidas de reflectividad de rayos x pueden ser utilizadas para la determinación de características físicas de capas paralelas en películas delgadas, en las que se encuentra el espesor de dichas capas. En este método el difractómetro es operado en una configuración simétrica $\theta/2\theta$, pero con valores de θ mucho mas pequeños que las de un análisis $\theta/2\theta$ convencional. La figura **C-5A** muestra el esquema experimental de un análisis de reflectividad [133].

En esta técnica la interacción del haz con la muestra es entendida en términos de una onda permeando toda la estructura. Es posible esquematizar la interacción del haz dentro de las capas que conforman la película en términos de un rebote de este dentro de las fronteras para construir una interferencia constructiva y destructiva, efecto el cual regula la intensidad del haz saliente (figura C-5C). Esta característica se aprecia en las gráficas $I(2\theta)$ debido a la presencia de oscilaciones en la intensidad, llamadas franjas de Kiessig [65](figura C-5B). El resultado de estas interferencias depende del índice de refracción del medio y del espesor de las capas. De esta forma si las variables experimentales como la longitud de onda son fijas, la reflectividad total puede ser relacionada directamente con el espesor y el índice de refracción.

Una gráfica de la posición de cada franja θ en función del orden de cada una m dará como resultado una linea recta de cuya pendiente se podrá extraer el espesor de la capa de interés (ecuación C-2).

$$\theta_m^2 = \theta_c^2 + \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 m^2 \tag{C-2}$$



Figura C-5.: **A**. Representación esquemática de un análisis de reflectividad de rayos x . **B**. $I(2\theta)$ y franjas de Kiessig obtenidas en un análisis de reflectividad de rayos x. **C**. Representación esquemática de un haz reflejado y refractado [133, 135]

C.4. Caracterización Eléctrica: Resistencia y Corriente Critica en función de la temperatura y el campo magnético

La determinación de la densidad de corriente en los superconductores de alta temperatura crítica tiene una importancia fundamental para el entendimiento de la superconductividad y es el principal parámetro a tener en cuenta para el desarrollo de aplicaciones tecnológicas. Tanto en los materiales masivos como en las películas delgadas la densidad de corriente y su dependencia con la temperatura y el campo magnético, limitan el potencial para posibles aplicaciones, sin embargo, las densidades de corriente halladas hasta el momento en los HTSC son lo suficientemente grandes como para que esto lo sea. Otra cosa clara, es la sensibilidad de la densidad de corriente crítica a los mecanismos de anclaje de vórtices que están relacionados con la química, estructura y procesamiento de los materiales.

C.4.1. Determinación de corriente critica

La densidad de corriente crítica ha sido determinada por varias técnicas. La técnica indirecta, obtiene la densidad de corriente con la respuesta a la magnetización. En las medidas directas o de transporte, se usa el método de las cuatro puntas. La densidad de corriente crítica varía en función de la temperatura y del campo magnético y la obtención de estos datos ayuda a clarificar la funcionalidad entre estos, además de proporcionar las herramientas para un posible uso tecnológico. La densidad de corriente crítica de transporte es medida usando el método de las cuatro puntas donde la caída de voltaje V es medida en función de la corriente transportada I. La densidad de corriente crítica esta dada por $J_c = I_c/S$ donde I_c es corriente a la cual un voltaje se hace claramente visible y S es el area transversal.



Figura C-6.: Representación esquemática del método de las cuatro puntas y curva de corriente-voltaje con los diferentes métodos para la determinación de corriente critica [10].

Existen diferentes formas de determinar el valor de corriente critica (Figura C-6).

- 1. Campo eléctrico: La corriente critica es definida como la corriente a la cual el campo eléctrico alcanza cierto valor, siendo $100\mu Vm^{-1}$ o $10\mu Vm^{-1}$ los mas usados.
- 2. Resistividad: La corriente critica es definida como la corriente a la cual la resistividad alcanza cierto valor, siendo $10^{-13}\Omega cm \ 10^{-14}\Omega cm$ los mas
- 3. Extrapolación: La corriente critica es determinada por la corriente a la cual la linea tangencial de la parte de la curva corriente-voltaje corta el eje x en voltaje igual a cero.

Lista de Figuras

2-1 .	Cambio en la resistividad y susceptibilidad magnética para un material su-	
	perconductor por debajo de T_c [7]	3
2-2.	a. Comportamiento típico de un superconductor tipo I y tipo II en presencia	
	de un campo magnético. b. Superficie critica del estado superconductor [7].	5
2-3 .	a.Incremento del número de superelectrones, decaimiento del campo aplicado	
	en el interior del superconductor y variación de los parámetros ξ y λ para	
	cada tipo de superconductor. b. Representación de un vórtice aislado. c. Re-	
	presentación del campo magnético en el interior de un superconductor tipo II	
	con el aumento de la concentración de vórtices. [9]	6
2-4 .	a.Movimiento de los vortices debido a la fuerza de Lorentz en un supercon-	
	ductor que transporta una corriente en presencia de un campo magnetico. b.	
	Curva de corriente-voltaje en presencia (linea solida) y ausencia (linea discon-	
	tinua) de centros de anclaje. $[10]$	8
2-5 .	Energía de los vortices vs. su posición en los centros de anclaje a.Estado donde	
	$J_t \ll J_C$, U es la energía de activación para el desanclaje de los vortices. b.	
	Estado critico $J_t = J_C$. c. $J_t > J_C$ (flux flow) [10]	9
2-6 .	a. Fuerzas de anclaje elementales distribuidas aleatoriamente. b. Variación de	
	la energía cuando un vortices se mueve alrededor de un centro de anclaje y c.	
	variación en la fuerza elemental de anclaje. $[10]$	11
2-7 .	Diagrama de fases magnético para un superconductor tipo II convencional	
	(A), HTSC con red de vortices (B) y un HTSC con impurezas presentando la	
	fase de vidrio de vortices (C). EM: Estado Meissner, SV: Solido de Vortices,	
	LV: Liquido de vortices, VV: Vidrio de vortices, LAV: Liquido anclado de	
	vortices (regimen TAFF), LDV: Liquido desanclado de vortices. B_{c1} y B_{c2} son	
	los campos críticos. No dibujado a escala	15
3-1	Estructuras cristalinas de los compuestos A . $LnOMP_{r}$ familia 1111 y B .	
0 1.	AFe_2As_2 familia 122 C . Diagrama de fases del sistema AFe_2As_2 para K Co	
	v P como elementos sutituventes PM:estado paramagnético AFM: estado	
	antiferromagnético T: Tetragonal O: Ortorrombico SC: superconductor [22]	17
3-2	A. Estructura cristalina de la familia 11 (Tetragonal). B. Diagrama de fases	- '
5 1.	donde se muestran los diferentes estado en función del contenido de Te y la	
	presión aplicada [33].	18
	i i manifedi i i i i i i i i i i i i i i i i i i	

3-3 .	A. Dependencia de la resistencia con la temperatura normalizada para películas epitaxiales de $Ba122$: Co crecidas sobre diferentes sustratos. B. T_c vs. c/a (parámetros de red) [38]	20
3-4 .	A. Esquema de la arquitectura usada para el crecimiento de películas epitaxia- les de $Ba122 : Co$ sobre capas buffer de STO y perovskita como sustrato [39]. B. Desajuste (<i>mismatch</i>) presente en el plano entre la capa buffer de hierro y la capa 122 [44]. C. Dependencia angular de J_c a 12T y temperaturas de 4K y 9K para películas crecidas sobre LSAT [48]	91
3-5.	A. Perfil de profundidad auger de Fe y Co a diferentes temperaturas de películas de $Ba122$: Co crecidas sobre capas buffer. B. Diagrama de fases electrónico mostrando la dependencia de T_c con la concentración de cobalto [47].	21
3-6.	A. Dependencia de J_c con el ángulo de desorientación de la frontera de grano en bicristales de STO a 12K y un campo magnético de 0,5T. B. Dependencia de J_c con el ángulo de desorientación de la frontera de grano y comparación con YBCO [52]	23
3-7.	A. Dependencia de la resistividad con la temperatura para películas 11 cre- cidas a baja temperatura (320°C-LT) y alta temperatura (500°C-HT) con diferentes espesores [53]. B. Dependencia de la T_c y el parámetro a con el espesor de películas superconductoras de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ [54]	24
3-8.	A. Esquema de la altura del anion en la capa de hierro. B. Dependencia de la T_c con la altura de Se/Te en películas de crecidas sobre MgO [55]. C. Dependencia de la T_c con la altura del anion en diferentes compuestos superconductores a base de hierro [56]	24
4-1 .	A . Esquema experimental del sistema de crecimiento de películas delgadas por PLD. B .Monitoreo <i>in situ</i> del crecimiento epitaxial de las películas superconductoras por difracción de electrones de alta energía RHEED [59]	26
4-2 .	A .Diagrama del proceso de crecimiento de las películas $Co_{10}122$ B . Arquitec- tura de las películas de $Co_{10}122$.	27
4-3 .	A.Diagrama del proceso de crecimiento de las penculas Feili.	29
5-1.	A. Esquema del crecimiento de las películas de $Ba122$ y los patrones de difrac- ción obtenidos durante el proceso. B. Patrones RHEED obtenidos a diferentes temperaturas de deposición paras las películas crecidas sobre las capas buffer $Ee_{100} \propto Ee_{00}Ca_{10}$	32
5-2.	Difractográmas de ravos X obtenidos a diferentes temperaturas de deposición	33
5 -3 .	A. Curvas logarítmicas de resistencia eléctrica vs. temperatura y B. temperaturas criticas para diferentes temperaturas de deposición de las películas	
	crecidas sobre capas buffer de $F'e_{100}$ y $F'e_{90}Co_{10}$	34

5-4 .	A. Espesor de la capa buffer determinado por el método de Scherrer. B. Curva	
	de reflectividad de rayos X de la capa buffer $(CuK_{\alpha} - \lambda = 1, 5405 \text{\AA})$. C.	
	Determinación del espesor de la capa buffer a partir de los resultados de	
	reflectividad. D. Imagen AFM-3D $(1,5\mu m \times 1,6\mu m)$ de la capa buffer de	
	hierro. El valor $RMS=0,38nm,$ confirma que esta presenta una superficie lisa.	35
5-5 .	Difractográmas de rayos X de las películas crecidas con y sin calentamiento del	
	sustrato previo al inicio del proceso de deposición ($\mathbf{A} \ge \mathbf{B}$ respectivamente).	
	Curvas rocking de la difracción 004 (con calentamiento ${\bf C},$ sin calentamiento	
	D). Los valores de $\Delta \omega$ aumentan con el incremento de la concentración de	
	cobalto en la capa buffer y cuando el MgO no es precalentado	37
5-6 .	A. Figuras polares de las difracciones (220), (110) y (103) del MgO , Hierro y	
	Ba122 respectivamente. El hierro crece epitaxialmente sobre el MgO con una	
	rotación de 45°. ϕ – <i>scan</i> de las películas Fe_{100} (B) y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ (C). Figuras	
	polares de las películas crecidas sobre capas buffer con diferente concentración	
	de cobalto con y sin precalentamiento del sustrato (\mathbf{D} y \mathbf{E} respectivamente).	
	Los valores de $\Delta \phi$ corresponden al promedio obtenido de los picos observados	
	en el ϕ – scan	38
5-7.	Perfil de profundidad para el hierro y cobalto obtenidos por espectroscopía	
	Auger para las películas $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ (azul) y $Fe_{90}Co_{10}$ (verde). Se pueden	
	apreciar diferentes regiones: superficie, zona de composicion homogenea, inter-	
	face y capa buffer. Las fotografias SEM muestran las regiones antes y despues	20
50	Currende registencia en función de la temperatura de las polículas encidas	39
J-0 .	Curvas de resistencia en función de la temperatura de las penculas crecidas $\sin y$ con procedentamiento del sustrato provio el proceso de deposición (Λ y	
	Sin y con precalentamiento del sustrato previo al proceso de deposición (\mathbf{A} y B respectivamento \mathbf{C}_{i} (T_{i}) obtenidas en ambes procesos	40
5_0	D respectivamente. C . (T_{c90}) obtemuas en ambos procesos	40
0 - 0 .	crecida a $600^{\circ}C$ presenta desorientaciones (110) a 0° y 45° con respecto a la	
	orientación (103) (flechas azules) generando fronteras de grano. Se comparan	
	además la películas con diferente concentración de cobalto en la capa buffer.	42
5-10	Comparación de los parámetros de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ para las diferentes	
	películas superconductoras	42
5-11	.Campos críticos $\mu_0 H_{c^2}$, determinados usando los criterios de 10%, 50% y	
	90% de la resistencia normalizada a 30K para las muestras A . Fe_{100} , B .	
	$Fe_{97,5}Co_{2,5}$, y C. Fe_{600} .	43
5-12	Curvas de resistencia en función de la temperatura en presencia de diferentes	
	campos magnéticos $(H \parallel c)$ de las muestras A . Fe_{100} , B . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C .	
	Fe_{600} . Gráficas tipo Arrhenius de las curvas de resistencia para las muestras	
	D . Fe_{100} , E . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y F . Fe_{600} en el rango de 0-9T. El ajuste lienal en	
	la region de baja resistividad se uso para determinar la energía de activación	
	U_0 a diferentes campos magnéticos.	44

5-13.Dependencia de U_0 con el campo magnético aplicado para las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600} . El ajuste lineal corresponde a la dependencia potencial $U_0 \propto H^{-\alpha}$.	45
5-14 .Dependencia de U_0 con la temperatura de las muestras A . Fe_{100} , B . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C . Fe_{600} . El ajuste lineal se uso para determinar los valores de T_x a diferentes campos magnéticos	46
5-15 .Determinación de la temperatura de transición vítrea a partir de la relación Vogel-Fulcher a diferentes campos magnéticos (0-9T) para las muestras A . Fe_{100} , B . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C . Fe_{600} .	47
5-16 .Escalamiento de la resistencia de acuerdo con la ecuación 5-5 para las muestras A . Fe_{100} y B . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$. Determinación del potencial de anclaje U_B a partir del ajuste lineal y su dependencia con el campo magnético aplicado C , E . Fe_{100} y D , F . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$	48
5-17 .Micropuentes fabricados por ion beam etching de las películas A. Fe_{100} , B. $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C. Fe_{600} . Se muestra la configuración usada para la determinación de J_c . Curvas logarítmicas (D) y lineales (E) de $V - I$ a 4K y 2,3T	50
5-18 .Dependencia de las curvas de $V - I$ con el campo magnético a 10 K para de las películas Fe_{600} (A , B , C) y Fe_{100} (D , E , F)	51
5-19.A,C,E . Dependencia de J_c con el campo magnético $(H \parallel c)$ a diferentes temperaturas. B,D,E . Extrapolación de Kramer para la determinación de H_{irr} .	52
5-20 .Escalamiento de J_c/J_0 con el campo reducido $h = H/H_{irr}$ y determinación de H_{crj} para las películas Fe_{100} A , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ B y Fe_{600} C	53
5-21.A,B,C. Densidad de la fuerza de anclaje en función del campo magnético a diferentes temperaturas. D,E,F. Escalamiento de F_p/F_{max} con el campo reducido h. Las curvas en rojo representan el mejor ajuste a los datos y las curvas en azul el modelo de Kramer para las películas. En la figura D se muestra la comparación entre los datos obtenidos y los modelos de Kramer (MK) , normal point pinning (NPP) y $\Delta \kappa$ point pinning (κPP)	55
5-22 . <i>Creep rate</i> ; <i>S</i> , determinado a partir de las pendientes de las curvas de $V - I$ de las películas A . <i>Fe</i> ₁₀₀ , B . <i>Fe</i> _{97,5} <i>Co</i> _{2,5} y C . <i>Fe</i> ₆₀₀ , y su dependencia con el campo magnético y la temperatura. D . Comparación del comportamiento de <i>S</i> a 0,4T y 2T para los tres tipos de películas	56
5-23 .Dependencia angular de J_c a 6K en presencia de diferentes campos magnéticos aplicados A . Fe_{100} , B . $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y C . Fe_{600} .	57
5-24 .Comparación de la dependencia angular de J_c a 6K (A) y 9K (B en las películas estudiadas. C) Densidad de fuerza desanclaje a 6K y 9K con diferentes	FO
comiguraciones de campo magnetico aplicado.	98

5-25.A . Escalamiento de Ginzburg-Landau para la película Fe_{100} a varias tempe-	
raturas. La figura insertada corresponde a los valores encontrados del factor	
de anisotropía y su dependencia con la temperatura. B . Comparación de este	
escalamiento a 6K y 9K para las películas Fe_{100} y $Fe_{97,5}Co_{2,5}$.	59
5-26 . Diagrama de fases magnético donde se ilustra n $\mu_0 H$ (círculos solidos), Li-	
nea de transición TAFF (linea punteada), Linea de irreversibilidad (círculos	
semillenos) y H_{crj} (rombos) de las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_{600}	60
5-27.Diagrama de fases magnético donde se comparan las líneas de irreversibilidad obtenidas por el método de Kramer y las líneas de transición vítrea obtenidas	
por el modelo de vidrio de vortices de las películas Fe_{100} , $Fe_{97,5}Co_{2,5}$ y Fe_600	61
5-28.A. Barrido en el plano $(\phi - scan)$ de las películas crecidas con diferentes	
condiciones de crecimiento. Se muestra el ancho a media altura de los picos	
$(\Delta \phi)$ y las relaciones I_{90}/I_{45} de las películas M260 y M300. B. Figuras polares	
(3D) de la reflexión 101 de $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ para cada película producida	66
5-29.A. Resistencia eléctrica en función de la temperatura de las películas pro-	
ducidas. B. Determinación gráfica de la temperatura critica para la película	
$M11 - 11$. C. Temperaturas criticas T_{c90} de las muestras estudiadas	67
$\mathbf{5-30}$. Resistencia en función de la temperatura a diferentes campos magnéticos de	
las muestras A. $SpFe11$, C. $M11 - 11$, E. $M260$ y G. $M300$. Curvas tipo	
Arrhenius para la determinación de U_0 B. $SpFe11$, D. $M11 - 11$, F. $M260$	
y H. $M300$	68
5-31.A. Comparación de $\Delta T_c = T_{c90} - T_{c10}$ para las películas con y sin desorienta-	
ciones. B. Dependencia de U_0 con $\mu_0 H$ en las diferentes películas estudiadas.	69
5-32. A. Determinación de la temperatura de transición vítre a T_g para la película	
$SpFe11$ y B. escalamiento de la resistencia en función de T_{sc} usando el modelo	
de vidrio de vortices.	70
5-33.A. Curvas logarítmicas y B. lineales de Voltaje-Corriente para las diferentes	
películas de la familia 11 a 4 K y un campo magnético de 1T \ldots	71
5-34 . Dependencia de las curvas $V - I$ con el campo magnético a 4K para las	
películas $A.M11 - 11$, $B.M260$ y $C.M300$	71
5-35 . Dependencia de la corriente critica J_c con el campo magnético aplicado para	
las películas $SpFe11$ A., $M11 - 11$ B. $M260$ C. y $M300$ D. Comparación de	
J_c vs. H a 4K, 6k Y 8K para las películas $SpFe11$ y $M11-11$ E. Comparación	
de J_c vs. H para las películas $M260$ y $M300$ F. La linea punteada representa	
el cambio de $J_{cM260} > J_{cM300}$ a $J_{cM260} < J_{cM300}$	72
5-36 . Dependencia de la densidad de la fuerza de anclaj e $({\cal F}_p)$ con el campo magnéti-	
co para las películas $SpFe11$ A., $M11 - 11$ B., $M260$ C. y $M300$ D. Curvas	
comparativas logarít micas de F_p vs. H a 4K para las películas estudiadas, ${\bf E}.$	74
5-37 . Comparación de la dependencia de F_p con el campo magnético entre las pelícu-	
las $SpFe11$ y $M11 - 11$ A. y $M260$ y $M300$ B.	75

5-38 .Escalamiento de F_p/F_{max} con el campo reducido h . Las líneas solidas representan el mejor ajuste a los datos y las para las películas $SpFe11$ A. , $M11-11$ B. , $M260$ C. y $M300$ D. En la figura B se muestra la comparación entre los datos obtenidos y los modelos de Kramer (MK), normal point pinning (NPP) y $\Delta \kappa$ point pinning(κ PP)	76
5-39.Escalamiento de J_c/J_{c0} vs. h para las películas $SpFe11$ A., $M11 - 11$ B., M260 C. y M300 D. Se muestran las tres regiones con diferente dependencia de la corriente con el campo magnético y la determinación de H_{crj} , el cual marca el cambio entre la relación de la corriente de la forma $J \propto H^{-\alpha}$ a $J \propto e^{-H}$	77
5-40.A. Creep Rate; S vs. T ($H = 0, 4$ T) para las películas $M260$ y X. B. S vs. T ($H = 3, 1$ T) para las películas $M11 - 11$ y Z. C. Comparación de S vs. T para las películas estudiadas con $H = 1, 0$ T	78
5-41 .Dependencia angular de J_c a diferentes campos magnéticos para las películas $SpFe11 \ (T=8K)$ A. $M11 - 11 \ (T=8K)$ B. y $M300 \ (T=2K)$ C.	79
5-42 . Dependencia angular de J_c a 3T y 9T para las películas $SpFe11$ y $M11 - 11$ a $T=4$ K A. y $T=8$ K B.	80
5-43 .Diagramas de fases magnéticos para las películas $SpFe11$ A. $M11 - 11$ B. $M260$ C. y $M300$ D. Se muestran las líneas de campo critico $\mu_0 H_{c2}$ (verde), transición TAFF (negro), irreversibilidad (rojo), transición vítrea (azul, A.) y campo $\mu_0 H_{crj}$ (circulo-cruz).	81
5-44 .Comparación del campo crítico $\mu_0 H_{c2}$ y de la linea de irreversibilidad a la temperatura reducida $t = T/T_c$ de las películas estudias. La linea solida de $\mu_0 H_{irr}$ corresponde al ajuste de $\mu_0 H_{irr} = \mu_0 H_{irr}(0)(1 - T/T_c)^n$.	82
5-45 .Dependencia de la corriente critica en función del campo magnético aplicado en la configuración $\mu_0 H \parallel c \mathbf{A} \cdot \mathbf{y} \ \mu_0 H \perp \mathbf{B} \cdot \cdot$	87
5-46 .Densidad de la fuerza de anclaje para las películas $SpFe11$ y Fe_{100} en función del campo magnético en escala lineal A. y logarítmica B.	88
5-47.A. Diagrama de fases magnético de las películas $SpFe11$ y Fe_{100} . La linea de irreversibilidad fue a ajustada a la expresión $\mu_0 H_{irr} = \mu_0 H_{irr}(0)(1-t)^n$. B. Δt_{lv} en función del campo magnético	89
5-48 . Procesos de crecimiento para la producción de multicapas de $MgO/Fe/11/Fe/11$ A. y $Sp/Fe/11/Fe/11$ B. Se muestran los patrones de difracción RHEED ob- tenidos en cada etapa del proceso	93
5-49 . Micrografías AFM y perfiles de islas de las superficies obtenidas al final del proceso de deposición para las multicapas $MgO/Fe/11/Fe/11$ A. y $Sp/Fe/11/F$ B.	Fe/11 94

1	1	7
-	-	•

5-50.A. Difractográmas de rayos X, B. Barrido ϕ para las difracciones (110) de la capa buffer de hierro y (101) de la capa de <i>Fe</i> 11. C. Resistencia eléctrica en función de la temperatura para las multicapas producidas. Se presenta la curva de la bicapa $Sp/Fe/11$ para comparación	95
A-1. Variación de U_0 con la temperatura para las películas, para las películas $SpFe11$ A. , $M11 - 11$ B. , $M260$ C. y $M300$ D. . Las líneas corresponden al ajuste de $U_0 \propto a(H)(1-t)^{\beta(H)}$ para la determinación de T_x (transición TAFF a liquido de vortices).	97
A-2 . Extrapolación de Kramer para la determinación de H_{irr} A. $SpFe11$, B. $M11-$	0.
 11, C. M260, D. M300. A-3. Dependencia de Creep Rate; S con la temperatura a diferentes campos magnéticos aplicados para las películas SpFe11 A., M11 – 11 B., M260 C. y M300 	98
D.	99
las películas $SpFe11$ y $M11 - 11$, determinado por el método de la derivada.	100
 B-1. A. Esquema de la deposición por laser pulsado B. Modo Frank-van der Merwe (2D)C. Modo Stranski-KrastanovD. Modo Volmer-Weber (3D) 	102
 C-1. Transición Auger y esquema experimental del análisis elemental con perfil de profundidad [127, 128]	103
 el monitoreo del crecimiento epitaxial in situ de películas delgadas. B. Patron de difracción obtenido según la superficie de la muestra [130, 131]. C-3. A.Difraccion de una onda plana por planos cristalográficos sucesivos. Una difracción fuerte resulta cuando los ángulos de incidencia y difracción son iguales y la diferencia de caminos recorrida entre las ondas AOB es igual n veces la longitud de onda. B. Representación esquemática de un análisis θ/2θ. C. Representación esquemática para la determinación de una curva 	104
Rocking. [132, 133]	106
terminación de figuras polares. B . Tipos de textura y resultados obtenidos en las proyecciones 2D de las figuras polares [133,134]	107
 C-5. A. Representación esquemática de un análisis de reflectividad de rayos x . B. I(2θ) y franjas de Kiessig obtenidas en un análisis de reflectividad de rayos x. C. Bepresentación esquemática de un haz refleciado y refrectado [122, 125] 	108
 C. Representación esquemática de un naz renejado y refractado [133, 135]. C-6. Representación esquemática del método de las cuatro puntas y curva de corriente-voltaje con los diferentes métodos para la determinación de corriente 	108
critica [10]. \ldots	109

Lista de Tablas

2-1.	Funciones de anclaje F_p para las diferentes situaciones de anclaje, magnética o nuclear, normal o $\Delta \kappa$, puntual, superficial o de volumen [14]	13
4-1 .	Condiciones de crecimiento de la capa buffer con diferentes concentraciones	
	de cobalto	28
4-2 .	Condiciones de crecimiento de diferentes películas superconductoras de la fa-	
	milia Te11	28
5-1 .	Relación de intensidades I_{110}/I_{400} a diferentes temperaturas de deposición y	
	capas buffer	32
5-2 .	Temperaturas criticas T_c , para las diferentes películas	40
5-3 .	Valores de p y q obtenidos en el escalamiento de F_p/F_{pmax} vs. $h. \ldots \ldots$	75
5-4 .	Comparación de las principales propiedades del estado superconductor. $\ . \ .$	90

Bibliografía

- [1] H. K. Onnes. Further experiments with liquid helium. C. On the change of electric resistance of pure metals at very low temperatures etc. IV. The resistance of pure mercury at helium temperatures (Reprinted from Proceedings of the Koninklijke Nederlandse Akademie van Wetenschappen, vol 13, pg 1274-1276, 1911). Proceedings of the Koninklijke Nederlandse Akademie Van Wetenschappen, 100(3-4):153-155, 1997.
- [2] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer. Theory of Superconductivity. *Phys. Rev.*, 108:1175–1204, Dec 1957.
- [3] J. G. Bednorz and K. A. Muller. Possible High- T_c Superconductivity in the Ba La Cu O system. Zeitschrift Fur Physik B-Condensed Matter, 64(2):189–193, 1986.
- [4] P. Dai, B.C. Chakoumakos, G.F. Sun, K.W. Wong, Y. Xin, and D.F. Lu. Synthesis and neutron powder diffraction study of the superconductor $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$ by *Tl* substitution. *Physica C: Superconductivity*, 243(3–4):201 – 206, 1995.
- [5] Y. Kamihara, T. Watanabe, M. Hirano, and H. Hosono. Iron-based layered superconductor $LaO_{1-x}F_xFeAs$ (x=0.05-0.12) with T_c =26 K. J. Am. Chem. Soc., 130(11):3296, 2008.
- [6] L. J. Li, Y. K. Li, Z. Ren, Y. K. Luo, X. Lin, M. He, Q. Tao, Z. W. Zhu, G. H. Cao, and Z. A. Xu. Superconductivity above 50 K in $Tb_{1-x}Th_xFeAsO$. *Phys. Rev. B.*, 78(13):132506, 2008.
- [7] K. Fossheim and A. Sudbø. Superconductivity Physics and Applications. John Wiley & Sons, 2004.
- [8] W. Meissner and R. Ochsenfeld. Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfahigkeit. Naturwissenschaften, 21:787–788, 1933.
- [9] Farach H. Creswick R. Prozorov R. Poole, C. Superconductivity. Elsevier, 2 edition, 2007.
- [10] T. Matsushita. Flux Pinning in Superconductors. Springer, 2007.
- [11] John Bardeen and M. J. Stephen. Theory of the motion of vortices in superconductors. *Phys. Rev.*, 140:A1197–A1207, Nov 1965.

- [12] P. W. Anderson. Theory of flux creep in hard superconductors. Phys. Rev. Lett., 9:309–311, Oct 1962.
- [13] P H Kes, J Aarts, J van den Berg, C J van der Beek, and J A Mydosh. Thermally assisted flux flow at small driving forces. Superconductor Science and Technology, 1(5):242, 1989.
- [14] D. Dew-Hughes. Flux pinning mechanisms in type ii superconductors. *Philosophical Magazine*, 30(2):293–305, 1974.
- [15] K. A. Müller, M. Takashige, and J. G. Bednorz. Flux trapping and superconductive glass state in La₂CuO₄Ba. Phys. Rev. Lett., 58:1143–1146, Mar 1987.
- [16] A. I. Larkin. Effect of Inhomogeneities on the Structure of the Mixed State of Superconductors. Sov. Phys. JETP, 31(4):784, 1970.
- [17] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta, and M. P. A. Fisher. Experimental evidence for vortex-glass superconductivity in Y – Ba – Cu – O. Phys. Rev. Lett., 63:1511–1514, Oct 1989.
- [18] Matthew P. A. Fisher. Vortex-glass superconductivity: A possible new phase in bulk high-T_c oxides. *Phys. Rev. Lett.*, 62:1415–1418, Mar 1989.
- [19] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, and V. M. Vinokur. Vortices in high-temperature superconductors. *Rev. Mod. Phys.*, 66:1125–1388, Oct 1994.
- [20] A. F. Hebard, M. J. Rosseinsky, R. C. Haddon, D. W. Murphy, S. H. Glarum, T. T. M. Palstra, A. P. Ramirez, and A. R. Kortan. Superconductivity at 18-K In Potassium-doped C 60. Nature, 350(6319):600-601, 1991.
- [21] J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, and J. Akimitsu. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410(6824):63–64, 2001.
- [22] L. Greene. High-temperature superconductivity in iron-based materials. Nat. Phys., 6:645–658, 2010.
- [23] J. Dong G. Li W. Z. Hu X. D. Zhang X. H. Song P. Zheng N. L. Wang J. L. Luo G. F. Chen, Z. Li. Transport and anisotropy in single-crystalline $SrFe_2As_2$ and $A_{0,6}K_{0,4}Fe_2As_2$ (A = Sr, Ba) superconductors. Technical Report 0806.2648v3, arXiv, 2008.
- [24] Z. A. Ren, J. Yang, W. Lu, W. Yi, X. L. Shen, Z. C. Li, G. C. Che, X. L. Dong, L. L. Sun, F. Zhou, and Z. X. Zhao. Superconductivity in the iron-based F-doped layered quaternary compound NdO_{1-x}F_xFeAs. Euro. Phys. Lett., 82(5):57002, 2008.

- [25] G. Wu, R. H. Liu, H. Chen, Y. J. Yan, T. Wu, Y. L. Xie, J. J. Ying, X. F. Wang, D. F. Fang, and X. H. Chen. Transport properties and superconductivity in Ba_{1-x}M_xFe₂As₂ (M=La and K) with double FeAs layers. Euro. Phys. Lett., 84(2):27010, 2008.
- [26] S. L. Bud'ko P. C. Canfield M. S. Torikachvili, N. Ni. Effect of pressure on the structural phase transition and superconductivity in $(Ba_{1-x}K_x)Fe_2As_2$ (x = 0 and 0.45) single crystals. Technical Report 0807.1089v1, arXiv, 2008.
- [27] Jack Gillett Chiara M. Petrone Jacqueline M. Cole Suchitra E. Sebastian Gilbert G. Lonzarich Patricia L. Alireza, Y. T. Chris Ko. Superconductivity up to 29 K in SrFe₂As₂ and BaFe₂As₂ at high pressures. Technical Report 0807.1896v2, arXiv, 2008.
- [28] A. S. Sefat, R. Y. Jin, M. A. McGuire, B. C. Sales, D. J. Singh, and D. Mandrus. Superconductivity at 22 K in Co-doped BaFe₂As₂ crystals. Phys. Rev. Lett., 101(11):117004, 2008.
- [29] M. Rotter, M. Tegel, and D. Johrendt. Superconductivity at 38 K in the iron arsenide $Ba_{1-x}K_xFe_2As_2$. *Phys. Rev. Lett.*, 101(10):107006, 2008.
- [30] N. Ni, S. L. Bud'ko, A. Kreyssig, S. Nandi, G. E. Rustan, A. I. Goldman, S. Gupta, J. D. Corbett, A. Kracher, and P. C. Canfield. Anisotropic thermodynamic and transport properties of single-crystalline Ba_{1-x}K_xFe₂As₂ (x=0 and 0.45). Phys. Rev. B., 78(1):014507, 2008.
- [31] G. F. Chen, Z. Li, G. Li, W. Z. Hu, J. Dong, J. Zhou, X. D. Zhang, P. Zheng, N. L. Wang, and J. L. Luo. Superconductivity in hole-doped Sr_{1-x}K_xFe₂As₂. Chinese Phys. Lett., 25(9):3403–3405, 2008.
- [32] Tao Xiang Fengjie Ma, Zhong-Yi Lu. Antiferromagnetic superexchange interactions in LaOFeAs. Technical Report 0804.3370v3, arXiv, 2008.
- [33] Yoshikazu Mizuguchi and Yoshihiko Takano. Review of fe chalcogenides as the simplest fe-based superconductor. *Journal of the Physical Society of Japan*, 79(10):102001, 2010.
- [34] Yoshikazu Mizuguchi, Fumiaki Tomioka, Shunsuke Tsuda, Takahide Yamaguchi, and Yoshihiko Takano. Superconductivity at 27 k in tetragonal fese under high pressure. *Applied Physics Letters*, 93(15):152505, 2008.
- [35] Kuo-Wei Yeh, Tzu-Wen Huang, Yi lin Huang, Ta-Kun Chen, Fong-Chi Hsu, Phillip M. Wu, Yong-Chi Lee, Yan-Yi Chu, Chi-Lian Chen, Jiu-Yong Luo, Der-Chung Yan, and Maw-Kuen Wu. Tellurium substitution effect on superconductivity of the a-phase iron selenide. *EPL (Europhysics Letters)*, 84(3):37002, 2008.

- [36] Takayoshi Katase, Hidenori Hiramatsu, Hiroshi Yanagi, Toshio Kamiya, Masahiro Hirano, and Hideo Hosono. Atomically-flat, chemically-stable, superconducting epitaxial thin film of iron-based superconductor, cobalt-doped. *Solid State Communications*, 149(48):2121 – 2124, 2009.
- [37] J. D. Weiss C. M. Folkman C. W. Bark C. Tarantini A. Xu D. Abraimov A. Polyanskii C. T. Nelson Y. Zhang S. H. Baek H. W. Jang A. Yamamoto F. Kametani X. Q. Pan E. E. Hellstrom A. Gurevich C. B. Eom D. C. Larbalestier S. Lee, J. Jiang. Weaklink behavior of grain boundaries in superconducting Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ bicrystals. Technical Report 0907.3741v3, arXiv, 2009.
- [38] K. Iida, J. Hänisch, R. Hühne, F. Kurth, M. Kidszun, S. Haindl, J. Werner, L. Schultz, and B. Holzapfel. Strong T_c dependence for strained epitaxial $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ thin films. *Applied Physics Letters*, 95(19):192501, 2009.
- [39] J. Lee, S. ; Jiang. Template engineering of Co-doped BaFe₂As₂ single-crystal thin films. Nature, 9:397–402, 2010.
- [40] S. A. Baily, Y. Kohama, H. Hiramatsu, B. Maiorov, F. F. Balakirev, M. Hirano, and H. Hosono. Pseudoisotropic upper critical field in cobalt-doped SrFe₂As₂ epitaxial films. *Phys. Rev. Lett.*, 102:117004, Mar 2009.
- [41] C. Tarantini, S. Lee, Y. Zhang, J. Jiang, C. W. Bark, J. D. Weiss, A. Polyanskii, C. T. Nelson, H. W. Jang, C. M. Folkman, S. H. Baek, X. Q. Pan, A. Gurevich, E. E. Hellstrom, C. B. Eom, and D. C. Larbalestier. Strong vortex pinning in co-doped bafe[sub 2]as[sub 2] single crystal thin films. *Applied Physics Letters*, 96(14):142510, 2010.
- [42] Yi Zhang, Christopher T. Nelson, Sanghan Lee, Jianyi Jiang, Chung Wung Bark, Jeremy D. Weiss, Chiara Tarantini, Chad M. Folkman, Seung-Hyub Baek, Eric E. Hellstrom, David C. Larbalestier, Chang-Beom Eom, and Xiaoqing Pan. Self-assembled oxide nanopillars in epitaxial BaFe₂As₂ thin films for vortex pinning. Applied Physics Letters, 98(4):042509, 2011.
- [43] K. Iida, S. Haindl, T. Thersleff, J. Hanisch, F. Kurth, M. Kidszun, R. Huhne, I. Monch, L. Schultz, B. Holzapfel, and R. Heller. Influence of fe buffer thickness on the crystalline quality and the transport properties of Fe/Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ bilayers. Applied Physics Letters, 97(17):172507–172507–3, 2010.
- [44] S. Haindl M. Kidszun D. Pohl A. Hartmann F. Kurth J. Hanisch R. Huhne B. Rellinghaus L. Schultz T. Thersleff, K. Iida and B. Holzapfel. Coherent interfacial bonding on the feas tetrahedron in Fe/Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ bilayers. Applied Physics Letters, 97(2):022506, 2010.

- [45] K. Iida, J. Hänisch, T. Thersleff, F. Kurth, M. Kidszun, S. Haindl, R. Hühne, L. Schultz, and B. Holzapfel. Scaling behavior of the critical current in clean epitaxial Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ thin films. Phys. Rev. B, 81:100507, Mar 2010.
- [46] Xiao-Lin Wang, S. R. Ghorbani, Sung-Ik Lee, S. X. Dou, C. T. Lin, T. H. Johansen, K.-H. Müller, Z. X. Cheng, G. Peleckis, M. Shabazi, A. J. Qviller, V. V. Yurchenko, G. L. Sun, and D. L. Sun. Very strong intrinsic flux pinning and vortex avalanches in (Ba, K)fe₂as₂ superconducting single crystals. *Phys. Rev. B*, 82:024525, Jul 2010.
- [47] Iida K. Kurth, F., S. Trommler, J. Hänisch, K. Nenkov, J. Engelmann, S. Oswald, J. Werner, L. Schultz, B. Holzapfel, and S. Haindl. Electronic phase diagram of disordered Co doped BaFe₂As₂. ArXiv e-prints, online:7, May 2012.
- [48] B Maiorov, T Katase, S A Baily, H Hiramatsu, T G Holesinger, H Hosono, and L Civale. Liquid vortex phase and strong c -axis pinning in low anisotropy $BaCo_xFe_{2-x}As_2$ pnictide films. Superconductor Science and Technology, 24(5):055007, 2011.
- [49] Takayoshi Katase, Hidenori Hiramatsu, Toshio Kamiya, and Hideo Hosono. High critical current density $4MA/cm^{-2}$ in Co-doped $BaFe_2As_2$ epitaxial films grown on $(La, Sr)(Al, Ta)O_3$ substrates without buffer layers. Applied Physics Express, 3(6):063101, 2010.
- [50] Takayoshi Katase, Yoshihiro Ishimaru, Akira Tsukamoto, Hidenori Hiramatsu, Toshio Kamiya, Keiichi Tanabe, and Hideo Hosono. Josephson junction in cobalt-doped BaFe₂As₂ epitaxial thin films on (la,sr)(al,ta)o3 bicrystal substrates. Applied Physics Letters, 96(14):142507, 2010.
- [51] Takayoshi Katase, Yoshihiro Ishimaru, Akira Tsukamoto, Hidenori Hiramatsu, Toshio Kamiya, Keiichi Tanabe, and Hideo Hosono. Dc superconducting quantum interference devices fabricated using bicrystal grain boundary junctions in co-doped BaFe₂As₂ epitaxial films. Superconductor Science and Technology, 23(8):082001, 2010.
- [52] S. Lee, J. Jiang, J. D. Weiss, C. M. Folkman, C. W. Bark, C. Tarantini, A. Xu, D. Abraimov, A. Polyanskii, C. T. Nelson, Y. Zhang, S. H. Baek, H. W. Jang, A. Yamamoto, F. Kametani, X. Q. Pan, E. E. Hellstrom, A. Gurevich, C. B. Eom, and D. C. Larbalestier. Weak-link behavior of grain boundaries in superconducting Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ bicrystals. Applied Physics Letters, 95(21):212505, 2009.
- [53] M. J. Wang, J. Y. Luo, T. W. Huang, H. H. Chang, T. K. Chen, F. C. Hsu, C. T. Wu, P. M. Wu, A. M. Chang, and M. K. Wu. Crystal orientation and thickness dependence of the superconducting transition temperature of tetragonal FeSe_{1-x} thin films. *Phys. Rev. Lett.*, 103:117002, Sep 2009.

- [54] E Bellingeri, R Buzio, A Gerbi, D Marra, S Congiu, M R Cimberle, M Tropeano, A S Siri, A Palenzona, and C Ferdeghini. High quality epitaxial FeSe_{0,5}Te_{0,5} thin films grown on SrTiO₃ substrates by pulsed laser deposition. Superconductor Science and Technology, 22(10):105007, 2009.
- [55] S. X. Huang, C. L. Chien, V. Thampy, and C. Broholm. Control of tetrahedral coordination and superconductivity in FeSe_{0,5}Te_{0,5} thin films. Phys. Rev. Lett., 104:217002, May 2010.
- [56] Yoshikazu Mizuguchi and Yoshihiko Takano. Review of fe chalcogenides as the simplest fe-based superconductor. *Journal of the Physical Society of Japan*, 79(10):102001, 2010.
- [57] Weidong Si, Zhi-Wei Lin, Qing Jie, Wei-Guo Yin, Juan Zhou, Genda Gu, P. D. Johnson, and Qiang Li. Enhanced superconducting transition temperature in FeSe_{0,5}Te_{0,5} thin films. Applied Physics Letters, 95(5):052504, 2009.
- [58] E. Bellingeri, I. Pallecchi, R. Buzio, A. Gerbi, D. Marrè, M. R. Cimberle, M. Tropeano, M. Putti, A. Palenzona, and C. Ferdeghini. t_c=21 k in epitaxial FeSe_{0,5}Te_{0,5} thin films with biaxial compressive strain. Applied Physics Letters, 96(10):102512, 2010.
- [59] R. Eason. Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, Inc., 2007.
- [60] S. M. Jordan, J. F. Lawler, R. Schad, and H. van Kempen. Growth temperature dependence of the magnetic and structural properties of epitaxial fe layers on MgO(001). *Journal of Applied Physics*, 84(3):1499–1503, 1998.
- [61] N.A. Gokcen. The as (arsenic) system. Bulletin of Alloy Phase Diagrams, 10(1):11–22, 1989.
- [62] R. M. Fernandes, M. G. Vavilov, and A. V. Chubukov. Enhancement of T_c by disorder in underdoped iron pnictide superconductors. *Phys. Rev. B*, 85:140512, Apr 2012.
- [63] Kazumasa Iida, Jens Haenisch, Sascha Trommler, Silvia Haindl, Fritz Kurth, Ruben Huhne, Ludwig Schultz, and Bernhard Holzapfel. Thickness dependence of structural and transport properties of co-doped $BaFe_2As_2$ on Fe buffered MgO substrates. Superconductor Science and Technology, 24(12):125009, 2011.
- [64] A. L. Patterson. The scherrer formula for x-ray particle size determination. Phys. Rev., 56:978–982, Nov 1939.
- [65] H. Kiessig. Untersuchungen zur totalref lektion von röntgenstrahlen, and interferenzen von röntgenstrahlen an dünnen schichten. Ann. Phys., 10:715, 1931.

- [66] Michael A. Johnson, Eugene V. Stefanovich, Thanh N. Truong, Jens GA¹/₄nster, and D. W. Goodman. Dissociation of water at the MgO(100)-water interface:comparison of theory with experiment. *The Journal of Physical Chemistry B*, 103(17):3391–3398, 1999.
- [67] Ian D. Gay and N.M. Harrison. A density functional study of water and methanol chemisorption on Mgo(100). Surface Science, 591(13):13 – 22, 2005.
- [68] Kazumasa Iida, Jens Hänisch, Michael Schulze, Saicharan Aswartham, Sabine Wurmehl, Bernd Büchner, Ludwig Schultz, and Bernhard Holzapfel. Generic fe buffer layers for fe-based superconductors: Epitaxial $FeSe_{1-x}Te_x$ thin films. *Applied Physics Letters*, 99(20):202503, 2011.
- [69] Yanwei Ma. Progress in wire fabrication of iron-based superconductors. Superconductor Science and Technology, 25(11):113001, 2012.
- [70] N. R. Werthamer, E. Helfand, and P. C. Hohenberg. Temperature and purity dependence of the superconducting critical field, H_{c2}. iii. electron spin and spin-orbit effects. *Phys. Rev.*, 147:295–302, Jul 1966.
- [71] A. M. Clogston. Upper limit for the critical field in hard superconductors. Phys. Rev. Lett., 9:266–267, Sep 1962.
- [72] D. L. Sun C. T. Lin S. L. Bud'ko P. C. Canfield F. Wolff-Fabris J. Wosnitza V. A. Gasparov, A. Audouard. Upper critical magnetic field in a Ba_{0,68}K_{0,32}Fe₂As₂ and Ba(Fe_{0,93}Co_{0,07})₂As₂. JETP, 93:746–751, 2011.
- [73] A. Gurevich. Enhancement of the upper critical field by nonmagnetic impurities in dirty two-gap superconductors. *Phys. Rev. B*, 67:184515, May 2003.
- [74] Mika Kano, Yoshimitsu Kohama, David Graf, Fedor Balakirev, Athena S. Sefat, Michael A. Mcguire, Brian C. Sales, David Mandrus, and Stanley W. Tozer. Anisotropy of the upper critical field in a co-doped BaFe₂As₂ single crystal. Journal of the Physical Society of Japan, 78(8):084719, 2009.
- [75] T. T. M. Palstra, B. Batlogg, R. B. van Dover, L. F. Schneemeyer, and J. V. Waszczak. Dissipative flux motion in high-temperature superconductors. *Phys. Rev. B*, 41:6621– 6632, Apr 1990.
- [76] A. Sidorenko, V. Zdravkov, V. Ryazanov, S. Horn, S. Klimm, R. Tidecks, A. Wixforth, Th. Koch, and Th. Schimmel. Thermally assisted flux flow in MgB₂: strong magnetic field dependence of the activation energy. *Philosophical Magazine*, 85(16):1783–1790, 2005.

- [77] X. L. Wang, A. H. Li, S. Yu, S. Ooi, K. Hirata, C. T. Lin, E. W. Collings, M. D. Sumption, M. Bhatia, S. Y. Ding, and S. X. Dou. Thermally assisted flux flow and individual vortex pinning in Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁0 single crystals grown by the traveling solvent floating zone technique. Journal of Applied Physics, 97(10):10B114, 2005.
- [78] M. Tinkham. Resistive transition of high-temperature superconductors. Phys. Rev. Lett., 61:1658–1661, Oct 1988.
- [79] Y. Yeshurun and A. P. Malozemoff. Giant flux creep and irreversibility in an Y Ba Cu – O crystal: An alternative to the superconducting-glass model. Phys. Rev. Lett., 60:2202–2205, May 1988.
- [80] K. Vinod, S. Sharma, A.T. Satya, C.S. Sundar, and A. Bharathi. High intrinsic flux pinning strength of $BaFe_{2-x}Co_xAs_2$ superconductor. ArXiv e-prints, 1:1, 2011.
- [81] Devina Sharma, Ranjan Kumar, and V.P.S. Awana. Temperature and field dependence of thermally activated flux flow resistance in Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ superconductor. Solid State Communications, 152(11):941 – 946, 2012.
- [82] J. T. Kucera, T. P. Orlando, G. Virshup, and J. N. Eckstein. Magnetic-field and temperature dependence of the thermally activated dissipation in thin films of Bi₂Sr₂CaCu₂O₈. Phys. Rev. B, 46:11004–11013, Nov 1992.
- [83] H. Safar, P. L. Gammel, D. J. Bishop, D. B. Mitzi, and A. Kapitulnik. Squid picovoltometry of single crystal Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ observation of the crossover from hightemperature arrhenius to low-temperature vortex-glass behavior. Phys. Rev. Lett., 68:2672–2675, Apr 1992.
- [84] J. Deak, M. McElfresh, D. W. Face, and W. L. Holstein. Evidence for two vortex phase transitions in Tl₂Ba₂CaCu₂O₈ thin films. Phys. Rev. B, 52:R3880–R3883, Aug 1995.
- [85] Daniel S. Fisher, Matthew P. A. Fisher, and David A. Huse. Thermal fluctuations, quenched disorder, phase transitions, and transport in type-ii superconductors. *Phys. Rev. B*, 43:130–159, Jan 1991.
- [86] B. Espinosa-Arronte and M. Andersson. Scaling of vortex-liquid resistivity in high- T_c superconductors. *Phys. Rev. B*, 71:024507, Jan 2005.
- [87] Hai-hu Wen, H. A. Radovan, F.-M. Kamm, P. Ziemann, S. L. Yan, L. Fang, and M. S. Si. 2d vortex-glass transition with T_{g0}=0 k in Tl₂Ba₂CaCu₂O₈ thin films due to high magnetic fields. *Phys. Rev. Lett.*, 80:3859–3862, Apr 1998.
- [88] Hyeong-Jin Kim, W. N. Kang, Eun-Mi Choi, Mun-Seog Kim, Kijoon H. P. Kim, and Sung-Ik Lee. High current-carrying capability in c-axis-oriented superconducting *MgB*₂ thin films. *Phys. Rev. Lett.*, 87:087002, Aug 2001.

- [89] S. R. Ghorbani, X. L. Wang, M. Shabazi, S. X. Dou, K. Y. Choi, and C. T. Lin. Flux pinning and vortex transitions in doped BaFe₂As₂ single crystals. Applied Physics Letters, 100(7):072603, 2012.
- [90] H. Safar, P. L. Gammel, D. J. Bishop, D. B. Mitzi, and A. Kapitulnik. Squid picovoltometry of single crystal Bi₂Sr₂CaCu₂O₈: Observation of the crossover from hightemperature arrhenius to low-temperature vortex-glass behavior. Phys. Rev. Lett., 68:2672–2675, Apr 1992.
- [91] M. Andersson, A. Rydh, and O. Rapp. Scaling of the vortex-liquid resistivity in optimally doped and oxygen-deficient YBaCu₃O₇ single crystals. Phys. Rev. B, 63:184511, Apr 2001.
- [92] B. Holzapfel, L. Fernandez, F. Schindler, B. de Boer, N. Reger, J. Eickemeyer, P. Berberich, and W. Prusseit. Grain boundary networks in Y123 coated conductors: Formation, properties and simulation. *Applied Superconductivity, IEEE Transactions on*, 11(1):3872–3875, 2001.
- [93] D. T. Verebelyi, D. K. Christen, R. Feenstra, C. Cantoni, A. Goyal, D. F. Lee, M. Paranthaman, P. N. Arendt, R. F. DePaula, J. R. Groves, and C. Prouteau. Low angle grain boundary transport in YBa₂Cu₃O₇ coated conductors. Applied Physics Letters, 76(13):1755–1757, 2000.
- [94] J E Evetts, M J Hogg, B A Glowacki, N A Rutter, and V N Tsaneva. Current percolation and the v i transition in $YBa_2Cu_3O_7$ bicrystals and granular coated conductors. Superconductor Science and Technology, 12(12):1050, 1999.
- [95] A. Gurevich and L. D. Cooley. Anisotropic flux pinning in a network of planar defects. *Phys. Rev. B*, 50:13563–13576, Nov 1994.
- [96] A. Gurevich and E. A. Pashitskii. Current transport through low-angle grain boundaries in high-temperature superconductors. *Phys. Rev. B*, 57:13878–13893, Jun 1998.
- [97] A. Gurevich, M. S. Rzchowski, G. Daniels, S. Patnaik, B. M. Hinaus, F. Carillo, F. Tafuri, and D. C. Larbalestier. Flux flow of abrikosov-josephson vortices along grain boundaries in high-temperature superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 88:097001, Feb 2002.
- [98] A. Diaz, L. Mechin, P. Berghuis, and J. E. Evetts. Observation of viscous flux flow in YBa₂Cu₃O₇ low-angle grain boundaries. Phys. Rev. B, 58:R2960–R2963, Aug 1998.
- [99] M. J. Hogg, F. Kahlmann, E. J. Tarte, Z. H. Barber, and J. E. Evetts. Vortex channeling and the voltage-current characteristics of YBa₂Cu₃O₇ low-angle grain boundaries. *Applied Physics Letters*, 78(10):1433–1435, 2001.

- [100] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta, and M. P. A. Fisher. Experimental evidence for vortex-glass superconductivity in Y – Ba – Cu – O. Phys. Rev. Lett., 63:1511–1514, Oct 1989.
- [101] T. Thersle F. Kurth M. Kidszun S. Haindl R. Huhne L. Schultz K. Iida, J. Hanisch and B. Holzapfel. Scaling behavior of the critical current in clean epitaxial $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ thin films. Technical Report 1001.2505v3, arXiv, 2010.
- [102] Edward J. Kramer. Scaling laws for flux pinning in hard superconductors. Journal of Applied Physics, 44(3):1360–1370, 1973.
- [103] L. Civale, B. Maiorov, A. Serquis, J.O. Willis, J.Y. Coulter, H. Wang, Q.X. Jia, P.N. Arendt, M. Jaime, J.L. MacManus-Driscoll, M.P. Maley, and S.R. Foltyn. Understanding high critical currents in YBa₂Cu₃O₇ thin films and coated conductors. Journal of Low Temperature Physics, 135(1-2):87–98, 2004.
- [104] J R Thompson, K D Sorge, C Cantoni, H R Kerchner, D K Christen, and M Paranthaman. Vortex pinning and slow creep in high- J_c MgB₂ thin films: a magnetic and transport study. Superconductor Science and Technology, 18(7):970, 2005.
- [105] H Yamasaki and Y Mawatari. Current-voltage characteristics and flux creep in melttextured $YBa_2Cu_3O_7$. Superconductor Science and Technology, 13(2):202, 2000.
- [106] B. Roas, L. Schultz, and G. Saemann-Ischenko. Anisotropy of the critical current density in epitaxial $YBa_2Cu_3O_x$ films. *Phys. Rev. Lett.*, 64:479–482, Jan 1990.
- [107] D. Dew-Hughes. The critical current of superconductors: an historical review. Low Temperature Physics, 27(9):713–722, 2001.
- [108] M. Tachiki and S. Takahashi. Strong vortex pinning intrinsic in high-tc oxide superconductors. Solid State Communications, 70(3):291 – 295, 1989.
- [109] C. Tarantini, S. Lee, F. Kametani, J. Jiang, J. D. Weiss, J. Jaroszynski, C. M. Folkman, E. E. Hellstrom, C. B. Eom, and D. C. Larbalestier. Artificial and self-assembled vortex-pinning centers in superconducting Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ thin films as a route to obtaining very high critical-current densities. Phys. Rev. B, 86:214504, Dec 2012.
- [110] M. Kidszun, S. Haindl, T. Thersleff, J. Hanisch, A. Kauffmann, K. Iida, J. Freudenberger, L. Schultz, and B. Holzapfel. Critical current scaling and anisotropy in oxypnictide superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 106:137001, Mar 2011.
- [111] M. F. TaiM. and M. W. Lee. Irreversibility lines of Rb_3C_{60} fullerene. *Chinese Journal of Physics*, 34:661, 1996.

- [112] Z. J. Huang, Y. Y. Xue, R. L. Meng, and C. W. Chu. Irreversibility line of the $HgBa_2CaCu_2O_{6+\delta}$ high-temperature superconductors. *Phys. Rev. B*, 49:4218–4221, Feb 1994.
- [113] T Matsushita. Flux pinning in superconducting 123 materials. Superconductor Science and Technology, 13(6):730, 2000.
- [114] H. Hilgenkamp and J. Mannhart. Grain boundaries in high- T_c superconductors. *Rev.* Mod. Phys., 74:485–549, May 2002.
- [115] E. Bellingeri, S. Kawale, I. Pallecchi, A. Gerbi, R. Buzio, V. Braccini, A. Palenzona, M. Putti, M. Adamo, E. Sarnelli, and C. Ferdeghini. Strong vortex pinning in *FeSe*_{0,5}*Te*_{0,5} epitaxial thin film. *Applied Physics Letters*, 100(8):082601, 2012.
- [116] D. T. Verebelyi, D. K. Christen, R. Feenstra, C. Cantoni, A. Goyal, D. F. Lee, M. Paranthaman, P. N. Arendt, R. F. DePaula, J. R. Groves, and C. Prouteau. Low angle grain boundary transport in YBa₂Cu₃O₇ coated conductors. Applied Physics Letters, 76(13):1755–1757, 2000.
- [117] Kazumasa Iida, Jens Hänisch, Michael Schulze, Saicharan Aswartham, Sabine Wurmehl, Bernd Büchner, Ludwig Schultz, and Bernhard Holzapfel. Generic fe buffer layers for fe-based superconductors: Epitaxial $FeSe_{1-x}Te_x$ thin films. *Applied Physics Letters*, 99(20):202503, 2011.
- [118] Weidong Si, Juan Zhou, Qing Jie, Ivo Dimitrov, V. Solovyov, P. D. Johnson, J. Jaroszynski, V. Matias, C. Sheehan, and Qiang Li. Iron-chalcogenide FeSe_{0,5}Te_{0,5} coated superconducting tapes for high field applications. Applied Physics Letters, 98(26):262509, 2011.
- [119] M. Tachiki and S. Takahashi. Strong vortex pinning intrinsic in high-tc oxide superconductors. Solid State Communications, 70(3):291 – 295, 1989.
- [120] M Putti, I Pallecchi, E Bellingeri, M R Cimberle, M Tropeano, C Ferdeghini, A Palenzona, C Tarantini, A Yamamoto, J Jiang, J Jaroszynski, F Kametani, D Abraimov, A Polyanskii, J D Weiss, E E Hellstrom, A Gurevich, D C Larbalestier, R Jin, B C Sales, A S Sefat, M A McGuire, D Mandrus, P Cheng, Y Jia, H H Wen, S Lee, and C B Eom. New fe-based superconductors: properties relevant for applications. *Superconductor Science and Technology*, 23(3):034003, 2010.
- [121] C.L. Pettiette-Hall, J. Murduck, J.F. Burch, M. Sergant, R. Hu, J. Cordrump, M. Luong, and R.K. Ellis. Characterization and improvement of a YBCO multilayer film process for hts circuit applications. Applied Superconductivity, IEEE Transactions on, 7(2):2057–2062, 1997.
- [122] C.L. Pettiette-Hall, J. Murduck, J.F. Burch, M. Sergant, R. Hu, J. Cordromp, and H. Aquilino. Electrical and materials characterization of a robust YBCO multilayer film process for hts circuit applications. Applied Superconductivity, IEEE Transactions on, 9(2):1998–2001, 1999.
- [123] R. Szymczak J. Igalson P. Przysupski, A. Wisniewski. Preparation and superconducting properties of YBCO/LaCaMnO multilayers. Czechoslovak Journal of Physics, 46(3):1355–1356, 1996.
- [124] Ken ichiro Takahashi, Hitoshi Kitaguchi, and Toshiya Doi. Artificial pinning enhancement by multilayer nanostructures in MgB_2/Ni thin films. Applied Physics Letters, 92(10):102510, 2008.
- [125] D. B. Jan, J. Y. Coulter, M. E. Hawley, L. N. Bulaevskii, M. P. Maley, Q. X. Jia, B. B. Maranville, F. Hellman, and X. Q. Pan. Flux pinning enhancement in ferromagnetic and superconducting thin-film multilayers. *Applied Physics Letters*, 82(5):778–780, 2003.
- [126] P. Gao J. Jiang J. D. Weiss F. Kametani C. M. Folkman Y. Zhang X. Q. Pan E. E. Hellstrom D. C. Larbalestier & C. B. Eom S. Lee, C. Tarantini. Artificially engineered superlattices of pnictide superconductors. *Nature Materials*, 12:392–396, 2013.
- [127] E. J. Kramer R. W. Cahn, P. Haasen. Materials Science and Technology : A Comprehensive Treatment. WILEY-VCH, 2000.
- [128] UHV. Auger electron spectroscopy. www.uhv.essitesmilkadocposter_aes.pdf, 24 noviembre 2012.
- [129] G. Robinson J. Mahan, K. Geib and R. Long. A review of the geometrical fundamentals of reflection highenergy electron diffraction with application to silicon surfaces. J. Vac. Sci. Technol. A, 8:3692, 1990.
- [130] Laboratório Associado de Sensores e Materiais. Rheed. file:///J:/New%20folder/ tecnicas/Rheed2.htm, 24 noviembre 2012.
- [131] Walter Meissner Institute. Rheed. http://www.wmi.badw.de/methods/leed_rheed. htm, 24 noviembre 2012.
- [132] D. Bowen and B.Tanner. *High Resolution X-ray Diffractometry and Topography*. Taylor and Francis, 2005.
- [133] P. Fewster M. Birkholz and C. Genzel. Thin Film Analysis by X-Ray Scattering. Wiley-VCH, 2006.

- [134] Rigaku Corporation. X-ray diffraction techniques for thin films. http://homepage. ntu.edu.tw/~kcyuan/form/For-Rigaku-Upload_thinfilm.pdf, 24 noviembre 2012.
- [135] Northeastern University. Basic principles of x-ray reflectivity in thin films. http://www.northeastern.edu/nanomagnetism/downloads/Basic% 20Principles%20of%20X-ray%20Reflectivity%20in%20Thin%20Films%20-% 20Felix%20Jimenez-Villacorta%20[Compatibility%20Mode].pdf, 24 noviembre 2012.