

**MICROSCOPIA DE SONDA DE BARRIDO HALL  
DE VORTICES MAGNETICOS EN  
OXIDO DE ITRIO-BARIO-COBRE INFRADOPADO**

UNA DISERTACION  
PRESENTADA AL DEPARTAMENTO DE FISICA  
Y AL COMITE DE ESTUDIOS DE POSGRADO  
DE LA UNIVERSIDAD DE STANFORD  
EN EL CUMPLIMIENTO PARCIAL DE LOS REQUISITOS  
PARA EL GRADO DE  
DOCTOR EN FILOSOFIA

Janice Wynn Guikema

Marzo de 2004

© Copyright por Janice Wynn Guikema 2004

Todos los derechos reservados

Certifico que leí esta disertación y que, en mi opinión, es plenamente válida en cuanto a su alcance y calidad como disertación para el grado de Doctor en Filosofía.

Kathryn A. Moler  
(Asesora Principal)

Certifico que leí esta disertación y que, en mi opinión, es plenamente válida en cuanto a su alcance y calidad como disertación para el grado de Doctor en Filosofía.

Malcolm R. Beasley

Certifico que leí esta disertación y que, en mi opinión, es plenamente válida en cuanto a su alcance y calidad como disertación para el grado de Doctor en Filosofía.

David Goldhaber-Gordon

Aprobado para el Comité Universitario de Estudios de Posgrado.



# Abstracto

A partir de su descubrimiento por Bednorz y Muller (1986), los superconductores de cuprato de alta temperatura han sido objeto de intensas investigaciones experimentales y trabajos teóricos. No obstante este esfuerzo a gran escala no se ha llegado a un acuerdo sobre el mecanismo de alta  $T_c$ . Muchas teorías apuntan sus predicciones más sólidas a los superconductores infradopados de muy baja densidad de superfluido  $n_s/m^*$ . Para esta disertación utilicé un microscopio de sonda de barrido de efecto Hall y lo usé para estudiar los vórtices magnéticos en monocristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado de disponibilidad reciente (Liang et al. 1998, 2002). Estos estudios han refutado una prometedora teoría de separación de espín-carga, han calculado el tamaño aparente del vórtice (un límite superior en la profundidad de penetración  $\lambda_{ab}$ ) y han revelado un intrigante fenómeno de vórtices “divididos”.

La microscopía de sonda de barrido de efecto Hall es un método directo y no invasivo para la obtención de imágenes de campo magnético. Es una de las pocas técnicas capaces de una resolución espacial submicrónica acoplada con una sensibilidad sub- $\Phi_0$  (cuanto de flujo magnético) y opera en un amplio rango de temperaturas. El Capítulo 2 introduce el microscopio de barrido de temperatura variable y discute el montaje de la sonda de barrido Hall y las caracterizaciones del barrido. El Capítulo 3 detalla mi fabricación de sondas Hall de GaAs/AlGaAs submicrónicas y discute los estudios de ruido para un rango de dimensiones de sondas, lo que sugiere la posibilidad de fabricar sondas inferiores a 100 nm sin comprometer la sensibilidad de flujo.

Los Capítulos sucesivos detallan los estudios de microscopía con sonda Hall de barrido (y SQUID) de cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopados con  $T_c \leq 15$  K. En el Capítulo 4 se describen dos pruebas experimentales para *visones*, excitaciones esenciales de una teoría de separación de espín-carga propuesta por Senthil y Fisher (2000, 2001b). Buscamos vórtices  $hc/e$  predichos (Wynn et al. 2001) y un efecto memoria de vórtice (Bonn et al. 2001) con resultados nulos, estableciendo límites superiores en la energía *vison* inconsistente con la teoría.

El Capítulo 5 discute la obtención de imágenes de vórtices aislados como una función de  $T_c$ . Las imágenes de los vórtices se adaptaron a los perfiles de campo magnético teóricos con la finalidad de extraer el tamaño aparente del vórtice. Los datos correspondientes a las  $T_c$  más bajas (5 y 6,5 K) muestran cierta heterogeneidad y apuntan a que  $\lambda_{ab}$  podría ser más grande de lo previsto por la relación  $T_c \propto n_s(0)/m^*$  sugerida inicialmente en los resultados de Uemura et al. (1989) para cupratos infradopados. Para finalizar, el Capítulo 6 examina las observaciones de aparentes "vórtices parciales" en los cristales. Mis estudios de estas características indican que probablemente son pilas de vórtices *pancake* divididos. Cualitativamente, estas pilas divididas revelan información sobre la sujeción y la anisotropía de las muestras. En conjunto, estos estudios de imágenes magnéticas profundizan nuestro conocimiento de la superconductividad del cuprato, especialmente en el importante régimen de baja densidad de superfluidos.

# Agradecimientos

Antes que nada quisiera agradecer a mi asesora Kathryn (Kam) Moler. Ha sido un honor ser su primera estudiante de doctorado. Ella me ha enseñado, tanto consciente como inconscientemente, cómo hacer buena física experimental. Aprecio todas sus contribuciones de tiempo, ideas y financiamiento para que mi experiencia de doctorado pudiese ser productiva y estimulante. La alegría y el entusiasmo que tiene por su investigación fueron contagiosos y motivadores para mí, incluso durante los momentos difíciles en la obtención del doctorado. También estoy agradecida por el excelente ejemplo que me ha dado como profesora y mujer Física exitosa.

Los miembros del grupo Moler contribuyeron enormemente a mi tiempo personal y profesional en Stanford. El grupo ha sido una fuente de amistades así como de buenos consejos y colaboración. Estoy especialmente agradecida por el divertido grupo de los miembros originales del grupo Moler que resistieron conmigo el doctorado: Brian Gardner, Per Bjornsson, y Eric Straver. Me gustaría agradecer al miembro honorario del grupo, Doug Bonn, que estuvo aquí en un sabático hace un par de años. Trabajamos juntos (de la mano de Brian) en los experimentos de separación de espín-carga y aprecié muchísimo su entusiasmo, su intensidad, su disposición para hacer frecuentes transferencias de helio y su asombrosa habilidad para dividir y manipular los cristales de  $\sim 50$  nm.

Otros miembros previos y actuales del grupo con los que he tenido el placer de trabajar son los estudiantes de postgrado Hendrik Bluhm, Clifford Hicks, Yu-Ju Lin, Zhifeng Deng y Rafael Dinner, los postdoctorandos Mark Topinka y Jenny Hoffman, y los numerosos estudiantes de verano y de rotación que han pasado por el laboratorio. En relación a las sondas Hall, agradezco a David Kisker (anteriormente en IBM), y a Hadas Shtrikman en Weizmann, por cultivar las obleas de GaAs/AlGaAs 2DEG en las que se hicieron las sondas. El grupo Marcus me aconsejó sobre los procesos de GaAs desde el inicio.

Yu-Ju compartió conmigo algunos tips que obtuvo durante su fabricación de la sonda Hall, y Cliff pasó un verano en Weizmann fabricando nuestras sondas Hall de tercera generación. David Goldhaber-Gordon y Mark intercambiaron conmigo algunos de sus expertos conocimientos en 2DEG. Para los estudios de ruido, Mark escribió un programa analizador de espectro y Per, Brian y Rafael tomaron algunas de las medidas de ruido.

También me gustaría agradecer a la Stanford Nanofabrication Facility y al laboratorio de microfabricación estudiantil de Ginzton donde hice las sondas y a Tom Carver, que hizo las evaporaciones de metal.

Los estudios sobre vórtices discutidos en esta disertación no habrían sido posibles sin los cristales de alta pureza de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  infradopados del grupo de Doug Bonn y Walter Hardy de la Universidad de British Columbia. He estimado su colaboración y las impresionantes habilidades de cultivo de cristales de Ruixing Liang, que cultivó los cristales utilizados.

Para las pruebas de separación de espín-carga Doug y Brian contribuyeron significativamente a los experimentos con Doug a la cabeza del experimento de memoria de vórtice. También agradezco a Matthew Fisher, Senthil Todadri, Subir Sachdev, Steve Kivelson, Patrick Lee, Bob Laughlin y Phil Anderson por las discusiones inspiradoras que sostuvimos en relación a estos experimentos.

En mi posterior trabajo de adaptación de vórtices y estudio de vórtices parciales estoy particularmente en deuda con Hendrik. Escribió el código inicial para generar numéricamente el modelo del campo magnético del vórtice y estableció el esquema para ajustar el modelo a las imágenes de la sonda Hall. Hendrik también realizó relevantes simulaciones Monte Carlo del movimiento térmico de los vórtices *pancake* y elaboró las ecuaciones que describen los perfiles de campo de las pilas divididas de vórtices *pancake*.

En mi intento de medir la profundidad de penetración de las imágenes de los vórtices, agradezco a las siguientes personas por las útiles discusiones que sostuvimos: Steve Kivelson, John Kirtley, Eli Zeldov, Aharon Kapitulnik, y Doug Bonn. Por el trabajo con los vórtices parciales, estoy especialmente agradecida por las conversaciones con Vladimir Kogan y también con David Santiago mientras nos esforzábamos por determinar la causa de los vórtices parciales aparentes.

Me gustaría agradecer por esta disertación a los miembros de mi comité de lectura: Kam, Mac Beasley y David Goldhaber-Gordon por su tiempo, interés y sus útiles comentarios. También me gustaría agradecer a los otros dos miembros de mi comité de defensa oral, Shoucheng Zhang y Mark Brongersma, por su tiempo y sus preguntas perspicaces.

He valorado la camaradería y la pericia local de los grupos Goldhaber-Gordon y KGB en el sótano de McCullough, así como del grupo Marcus desde el comienzo. Estoy agradecida a la asistente administrativa de nuestro grupo, Judy Clark, que nos mantuvo organizados y estuvo siempre dispuesta a ayudar.

Reconozco con gratitud las fuentes de financiamiento que hicieron posible mi trabajo de doctorado. Fui financiada por la beca NDSEG del Departamento de Defensa de EE.UU. durante mis primeros 3 años y tuve el honor de ser becaria de doctorado Gabilan

Stanford durante los años 4 y 5. Mi trabajo también fue apoyado por la Fundación Nacional de Ciencias y el Departamento de Energía de los Estados Unidos.

Mi tiempo en Stanford se volvió agradable en gran parte debido a los muchos amigos y grupos que se convirtieron en una parte de mi vida. Estoy agradecida por el tiempo que pasé con mis compañeros de cuarto y amigos, por mis compañeros de excursión y nuestros memorables viajes a las montañas, por la hospitalidad de Dick y Mary Anne Bube mientras terminaba mi grado, y por muchas otras personas y recuerdos. Mi tiempo en Stanford también se vio enriquecido por el grupo de graduados de la InterVarsity, la Iglesia Presbiteriana de Menlo Park, la Iglesia Cristiana Reformada de Palo Alto, y el equipo de ciclismo de Stanford.

Por último, me gustaría agradecer a mi familia por todo su amor y aliento. A mis padres que me criaron con amor a la ciencia y me apoyaron en todas mis búsquedas. A la presencia de mi hermano Dave aquí en Stanford durante dos de los años que pasé aquí. Y, sobre todo, a mi amoroso, alentador y paciente marido Seth, cuyo fiel apoyo durante las etapas finales de este doctorado es sumamente apreciado. Gracias.

Janice Wynn Guikema  
Universidad de Stanford  
Marzo 2004

# Contenido

<b>Abstracto</b> .....	<b>5</b>
<b>Agradecimientos</b> .....	<b>7</b>
<b>1 Introducción</b> .....	<b>1</b>
1.1 Microscopía magnética de barrido .....	2
1.1.1 Sensores magnéticos mesoscópicos .....	2
1.1.2 Captura de imágenes magnéticas y resolución espacial.....	8
1.2 Captura de imágenes de vórtices .....	12
1.2.1 Aspectos básicos .....	12
1.2.2 Experimentos con YBCO considerablemente infradopado .....	15
1.3 Cristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ considerablemente infradopados .....	17
<b>2 El microscopio de sonda de barrido</b> .....	<b>23</b>
2.1 Criostato de flujo de temperatura variable .....	23
2.2 Cabezal SXM.....	29
2.3 Escáner de gran área .....	31
2.3.1 Resonancias piezo y ruido vibracional.....	32
2.3.2 Calibración piezoeléctrica .....	34
2.4 Montaje de sonda y muestra .....	38
2.5 Hardware y software de barrido .....	40
<b>3 Sondas Hall de barrido submicrónico</b> .....	<b>41</b>
3.1 El efecto Hall .....	42
3.2 Motivación para las sondas Hall de segunda generación.....	44
3.3 GaAs/AlGaAs 2DEG .....	47
3.4 Fabricación de la sonda Hall .....	50
3.4.1 Definición del área activa.....	51
3.4.2 Contactos óhmicos .....	53
3.4.3 Grabado profundo de mesa .....	55
3.4.4 Compuerta de escaneo.....	56
3.4.5 Fabricaciones posteriores .....	58
3.5 Sensibilidad de la sonda Hall.....	59
3.5.1 Fuentes de ruido en sondas Hall 2DEG.....	60

3.5.2	Medidas de los espectros de ruido de la sonda Hall.....	62
3.6	Electrónica de la sonda Hall para el barrido.....	74
<b>4</b>	<b>Pruebas para la separación espín-carga .....</b>	<b>76</b>
4.1	Separación de espín-carga y visones .....	76
4.2	La búsqueda de hc/e.....	77
4.2.1	Muestras de YBCO .....	80
4.2.2	Datos y ajustes de los SQUID .....	80
4.2.3	Datos y ajustes de la sonda Hall.....	82
4.2.4	Discusión.....	86
4.3	El experimento de la memoria de vórtice .....	87
4.3.1	Propuesta de experimento .....	87
4.3.2	Datos y resultados .....	90
4.3.3	Discusión.....	87
5.4	Resumen y futuro de SCS.....	89
<b>5</b>	<b>Medidas de profundidad de penetración .....</b>	<b>91</b>
5.1	Introducción .....	
5.1.1	Métodos para medir $\lambda$ .....	9292
5.1.2	La relación Uemura.....	95
5.2	medidas del tamaño del vórtice en $YBa_2Cu_3O_{6.375}$ .....	96
5.2.1	La muestra de YBCO .....	98
5.2.2	Captura de imágenes de vórtices.....	102
5.2.3	Ajustes de vórtices .....	103
5.2.4	Resultados .....	106
5.2.5	Discusion e implicaciones .....	111
5.3	Conclusiones.....	112
<b>6</b>	<b>Vortices parciales .....</b>	<b>115</b>
6.1	Revisión de la cuantificación de flujo .....	116
6.2	Observaciones de vórtices parciales .....	117
6.2.1	Propiedades .....	122
6.2.2	Estadísticas.....	129
6.3	Reflexiones y discusión .....	132
6.4	Vórtices parciales como pilas de vórtices pancake divididas .....	135
6.4.1	Introducción a los vórtices pancake .....	135
6.4.2	Pilas de pancake divididas .....	137
6.4.3	Ajuste de datos.....	142
6.4.4	Discusión.....	149
6.5	Resumen.....	152
<b>7</b>	<b>Conclusiones .....</b>	<b>15</b>
<b>A</b>	<b>Detalles del modelo para el ajuste de vórtices .....</b>	<b>161</b>
A.1	El modelo de monopolo .....	
A.2	El modelo entero.....	165

**Lista de referencias..... 169**

# Lista de Tablas

1.1	Comparación de los sensores magnéticos mesoscópicos en el Laboratorio Moler.....	3
3.1	Propiedades de las heteroestructuras de GaAs/AlGaAs.....	49
3.2	Sumario de las pruebas de ruido de la sonda Hall .....	63
5.1	Tamaño del vórtice versus. $T_c$ para $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ .....	100
6.1	Número de vórtices parciales y completos en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ .....	130

# Lista de Figuras

- 1.1 Diagrama esquemático de fases de los superconductores de cuprato
  - 1.2 Sensibilidad de flujo versus tamaño del sensor para SQUID y sondas Hall
  - 1.3 Respuesta de la sonda Hall al campo aplicado para una sonda de  $0.5 \mu\text{m}$
  - 1.4 Imágenes de bits magnéticos obtenidas con una sonda Hall de  $2 \mu\text{m}$
  - 1.5 Imágenes de dominios en  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$
  - 1.6 Imágenes de múltiples vórtices tomadas por la sonda Hall y SQUID
  - 1.7 Efecto del tamaño de la sonda en la detección de un dipolo magnético
  - 1.8 Croquis de microscopio de barrido
  - 1.9 Ilustración de un vórtice en un superconductor estratificado
  - 1.10 Imágenes de vórtices en el YBCO de dopaje casi óptimo
  - 1.11 Celda unitaria de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$
  - 1.12 Valores de  $T_c$  y transiciones de susceptibilidad de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$
  - 1.13  $T_c$  versus tiempo de recocido para un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$
- 
- 2.1 La temperatura variable del SXM 4He criostato de flujo
  - 2.2 Electroimanes SXM
  - 2.3 Los dos escáneres separados del cabezal del microscopio
  - 2.4 Escáner de gran área construido con un diseño S-bender
  - 2.5 Resonancias de LAS
  - 2.6 Espectros de frecuencia de la amplitud de la vibración piezoeléctrica
  - 2.7 Imagen STM y FFT de una cuadrícula de calibración de oro
  - 2.8 Datos de calibración de baja temperatura para el LAS
  - 2.9 El montaje de la sonda Hall
  - 2.10 Curva de capacitancia para el posicionamiento de la sonda de muestra z
  - 2.11 Escalones de ruido en las imágenes debido a la electrónica TOPS
- 
- 3.1 La cruz de Hall
  - 3.2 Primera generación de sondas Hall de  $2 \mu\text{m}$
  - 3.3 Patrón de carga eléctrica cuádruple
  - 3.4 Imagen de un anillo YBCO oscurecido por cargas eléctricas
  - 3.5 Estructura 2DEG cultivada en el IBM
  - 3.6 Estructura 2DEG cultivada en el WIS y cálculo de bandas
  - 3.7 Sondas Hall de segunda generación
  - 3.8 Patrón de grabado superficial de la sonda Hall

- 3.9 Efecto esquemático de la anchura del agotamiento
  - 3.10 Esquema del grabado profundo
  - 3.11 Fuga de la compuerta a 2DEG en  $T = 4 \text{ K}$
  - 3.12 Tercera generación de la sonda Hall
  - 3.13 Ruido de telégrafo
  - 3.14 Esquema de los conmutadores versus el tamaño de la sonda Hall
  - 3.15 Espectros de ruido  $V_{xy}$  y  $R_{xy}$  para la sonda Hall de  $1 \mu\text{m}$
  - 3.16 Espectros de ruido  $V_{xy}$  para la sonda Hall de  $0,5 \mu\text{m}$
  - 3.17 Dependencia actual de la HR en la sonda con compuerta
  - 3.18 Los mejores espectros de ruido para cinco sondas Hall
  - 3.19 Ruido de flujo versus tamaño de la sonda Hall
  - 3.20 Diagrama de la electrónica de la sonda Hall
- 
- 4.1 Diagrama de fases para cupratos y  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$
  - 4.2 Microscopía SQUID de vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  y pruebas
  - 4.3 Imágenes de la sonda Hall de barrido de los vórtices de  $hc/2e$
  - 4.4 Imágenes de la sonda Hall de un vórtice mientras se enfría
  - 4.5 El experimento del anillo de Senthil-Fisher para probar para los visones
  - 4.6 Memoria del vórtice en el diagrama de fase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$
  - 4.7 Flujo magnético atrapado en un anillo superconductor
  - 4.8 Cuantos de flujo atrapados en un anillo con  $T_c = 6.0 \text{ K}$
- 
- 5.1 Vórtices individuales en un cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $T_c$  variable
  - 5.2 Posibles configuraciones de los vórtices de pancake 2D
  - 5.3 Transiciones superconductoras en el cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$
  - 5.4 Imágenes de vórtice y ajustes
  - 5.5 Dependencia de la temperatura del tamaño aparente del vórtice
  - 5.6 Tamaño aparente del vórtice  $\text{sab}(T_c)$  para un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$
- 
- 6.1 Imágenes de SQUID de vórtices parciales en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.354}$
  - 6.2 Vórtices parciales y completos en el YBCO considerablemente infradopado
  - 6.3 Imágenes de la sonda Hall que contienen vórtices parciales para un rango de  $T_c$
  - 6.4 Los vórtices parciales prefieren determinados lugares
  - 6.5 Efecto de un campo en plano en la formación de un vórtice parcial
  - 6.6 Comparación del movimiento térmico de los vórtices parciales y completos
  - 6.7 Los vórtices parciales se fusionaron después del movimiento brusco de la muestra
  - 6.8 Movimiento de un vórtice parcial inducido por un movimiento brusco  $xy$
  - 6.9 Histograma del campo de pico del vórtice parcial
  - 6.10 La pila del vórtice de pancake y la pila dividida
  - 6.11  $B_z(x, y)$  calculado a partir de una pila de vórtices de pancake dividida
  - 6.12 Secciones cruzadas a través de vórtices fraccionados calculados
  - 6.13 Un par de vórtices parciales en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$
  - 6.14 Los vórtices parciales se suman a un vórtice completo
  - 6.15 La profundidad de penetración encaja
  - 6.16 Ajustes de una pila de vórtices de pancake dividida
- 
- A.1 Saltos en la solución del modelo de monopolo integrado
  - A.2 Geometría para la inserción sobre una sonda Hall circular



# Capítulo I

## Introducción

El trabajo realizado en esta tesis tiene dos vertientes. En primer lugar utilicé un microscopio de sonda de barrido de efecto Hall (SHPM) para el que fabriqué y caractericé sensores de sonda Hall de barrido submicrónico. El SHPM puede tomar imágenes de campos magnéticos con una sensibilidad de campo de mili-Gauss y una resolución espacial de hasta 1/2 micrón. También utilicé los sensores del Dispositivo de Interferencia Cuántica Superconductor (SQUID) como sonda de barrido. Para la segunda parte de la tesis, usé este microscopio para estudiar los superconductores de cuprato infradopados mediante imágenes de flujo.

El mecanismo de la superconductividad de alta temperatura sigue siendo elusivo aún después de 18 años de intensos estudios. La temperatura versus el diagrama de fases de dopaje de los cupratos de alta  $T_c$  exhibe numerosas fases, evidenciadas en la figura 1.1. Las teorías sobre la superconductividad de los cupratos hacen algunas de sus apuestas más sólidas en relación a la región considerablemente infradopada donde la densidad del superfluido es baja, la muestra está a un nivel profundo en el *pseudogap* en su estado "normal" y el nivel de dopaje se aproxima a la fase de aislamiento antiferromagnético. Es importante, por este motivo, el estudio de los cupratos considerablemente infradopados con la finalidad de contribuir a iluminar el mecanismo de la superconductividad.

Nuestros estudios de microscopía magnética de barrido del superconductor de cuprato considerablemente infradopado  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO), con  $x \sim 6.35$ , han refutado una prometedora teoría de la separación de espín-carga (Wynn et al. 2001; Bonn et al. 2001), han dado información sobre las fuerzas de sujeción del vórtice (Gardner et al. 2002), han permitido realizar mediciones de la profundidad de penetración en el plano y han revelado sorprendentes "vórtices parciales" en las muestras de  $T_c$  más bajas.

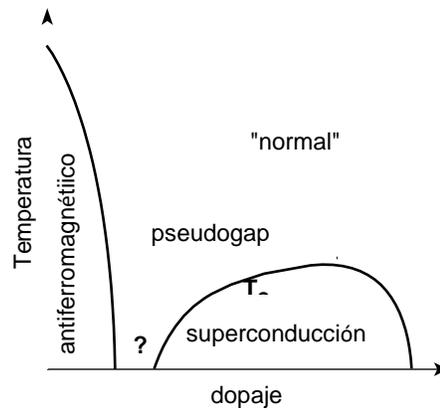


Figura 1.1: Diagrama esquemático de fase para los superconductores de cuprato. La fase pseudogap no es superconductora, sin embargo ostenta algunas características de superconductividad. El signo de interrogación señala una región escasamente comprendida.

Los cristales de YBCO de alta calidad considerablemente infradopados fueron cruciales para estos estudios y son el resultado de las recientes mejoras en relación al cultivo de cristales (Liang et al. 1998, 2002) de Ruixing Liang, Walter Hardy y Doug Bonn en la Universidad de British Columbia. Este Capítulo introduce las herramientas y los conceptos de la microscopía magnética de barrido, hace una introducción a la obtención de imágenes de vórtices y a los estudios del YBCO considerablemente infradopado y, para concluir, recapitula la preparación de los cristales de YBCO.

## 1.1 Microscopía magnética de barrido

En esta sección discuto y comparo los tres tipos de sensores magnéticos de barrido utilizados en el Laboratorio Moler. Posteriormente introduzco los conceptos básicos de la microscopía de barrido y discuto la aspiración a una buena resolución espacial.

### 1.1.1 Sensores magnéticos mesoscópicos

La microscopía magnética de barrido permite el estudio de una amplia gama de materiales y fenómenos magnéticos. Bending (1999) ofrece una visión exhaustiva de las técnicas de obtención de imágenes magnéticas de superconductores.

Tabla 1.1: Comparación de los sensores magnéticos mesoscópicos en el laboratorio Moler.

sensor:	MFM	SQUID	Sonda Hall
medidas:	$F$ o $\nabla F$	$\Phi$ $\sqrt{\text{Hz}}$	$B_z$ $\sqrt{\text{Hz}}$
sensibilidad:	$1 \mu\text{N/m}$ (100 Hz BW)	pocos $\mu\text{G}/\sqrt{\text{Hz}}$ $\leq 1 \mu\Phi_0/\text{Hz}$	$1-100 \mu\text{mG}/\sqrt{\text{Hz}}$ $16 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ (>1 kHz) $1 \text{m}\Phi_0/\text{Hz}$ (0.1 Hz)
resolución espacial:	30–50 nm <sup>†</sup>	4 $\mu\text{m}$	0.5 $\mu\text{m}$
objetivo de resolución:	10 nm	0.5 $\mu\text{m}$	100 nm
rango de campo:	amplio	< 100 G	amplio
rango de temperatura:	amplio	< 10 K	amplio

<sup>†</sup>De la literatura.

En el Laboratorio Moler nos hemos enfocado en las técnicas de tres sensores y las hemos aplicado principalmente al estudio de los superconductores: microscopía de fuerza magnética (MFM), magnetometría y susceptometría de los dispositivos superconductores de interferencia cuántica (SQUID) y microscopía de sonda Hall. Estos sensores son capaces de una resolución espacial submicrónica o micrónica y son detectores de alta sensibilidad de flujo o campo magnético que pueden medir fácilmente con sensibilidad  $\text{sub}\Phi_0$ , donde  $\text{sub}\Phi_0$  es el superconductor cuanto de flujo magnético  $hc/2e$ . A diferencia de otras técnicas, la obtención de imágenes con estos sensores no requiere una preparación especial de la muestra, convirtiéndolos así en herramientas aplicables en el estudio de numerosas muestras. Cada tipo de sensor tiene sus propias ventajas y desventajas. La Tabla 1.1 enumera las características principales de nuestros sensores, que serán tratadas a continuación.

El MFM mide la fuerza o el gradiente de fuerza entre una punta magnética de magnetización  $\mathbf{M}$  y el campo magnético de muestra  $\mathbf{B}$ , donde  $\mathbf{F} = \int \text{tip} \nabla(\mathbf{M} \cdot \mathbf{B}) dV$ . En consecuencia, no resulta sencillo obtener directamente el campo magnético partiendo de una imagen MFM, ya que el campo se convoluciona con  $\mathbf{M}$ , que es difícil de caracterizar. Por el mismo motivo la sensibilidad de flujo de MFM es difícil de cuantificar, pero por lo general no resulta suficientemente buena como para los SQUIDs y las sondas Hall. Una de las ventajas del MFM es la capacidad de lograr una alta resolución espacial. Según mi conocimiento, la mejor resolución espacial de MFM demostrada hasta la fecha es de 30-42 nm (Skidmore y Dahlberg 1997; Phillips et al. 2002; Champagne et al. 2003).

Otro problema con el MFM es que la punta magnética ejerce una fuerza sobre la muestra interrumpiendo potencialmente los rasgos de interés. Hug et al. (1994) fueron los primeros en observar vórtices individuales con un MFM y notaron que la punta disturbaba los vórtices. Si bien esta fuerza de la punta es por lo general una desventaja, podría ser utilizada para estudiar las fuerzas de fijación de los vórtices en los superconductores. Eric Straver ha construido y utiliza un MFM de baja temperatura en el Laboratorio Moler. El MFM puede operar en amplios rangos de temperatura y campo.

Los SQUIDS son en la actualidad los detectores de flujo magnético de mayor sensibilidad. Los SQUIDS de barrido miden el flujo magnético a través de un pequeño bucle de captación,  $\Phi = B da$ , con sensibilidad hasta  $\sim 1 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ . Nuestros SQUIDS están específicamente diseñados con un bucle adicional concéntrico al bucle de captación que permite la aplicación de un campo local a la muestra. Esto le permite al SQUID operar a su vez como susceptómetro de barrido midiendo la respuesta de una muestra a un campo aplicado localmente (Gardner et al. 2001).

Las limitaciones de los SQUIDS se encuentran en su resolución espacial, rango de campo y temperatura operativa. El ancho de línea de los hilos superconductores es el factor limitante para el tamaño del bucle de captación de los SQUIDS, puesto que el ancho del hilo no puede ser menor que la profundidad de penetración del material superconductor. Nuestros SQUIDS de barrido más pequeños fueron diseñados y fabricados por Martin Huber (CU-Denver) con bucles de captación de  $4 \mu\text{m}$  de diámetro. Los SQUIDS utilizados en esta disertación tenían bucles de captación cuadrados de  $8 \mu\text{m}$  y fueron fabricados por la fundición comercial HYPRES<sup>1</sup>. Los SQUIDS operan en campos bajos y a bajas temperaturas ( $< 9 \text{ K}$  para Nb).

Los SQUIDS de barrido han sido desarrollados e implementados por una serie de grupos, como por ejemplo Dale van Harlingen en Illinois, John Kirtley en IBM, John Clarke en UC Berkeley, Fred Wellstood en Maryland, y nuestro grupo en Stanford. El artículo de síntesis de Kirtley (2002) da una visión general de los avances y usos recientes de los SQUIDS de barrido mesoscópico. La mejor sensibilidad de flujo reportada por los SQUIDS de barrido es ligeramente superior a  $10^{-6} \Phi / \sqrt{\text{Hz}}$  para los SQUIDS Nb con bucles de captación de  $4\text{-}10 \mu\text{m}$  (Vu et al. 1993; Kirtley et al. 1995b; Gardner et al. 2001).

---

<sup>1</sup> <http://www.hypres.com/>

Los SQUIDs de  $T_c$  alta también se utilizan en el barrido, pero su sensibilidad es de aproximadamente un orden de magnitud inferior a la de los SQUIDs de  $T_c$  baja con una resolución espacial equivalente (Wellstood et al. 1997). Los SQUIDs más pequeños reportados hasta la fecha fueron fabricados por Hasselbach et al. (2000) a partir de Al y Nb con bucles de captación de 1  $\mu\text{m}$ .

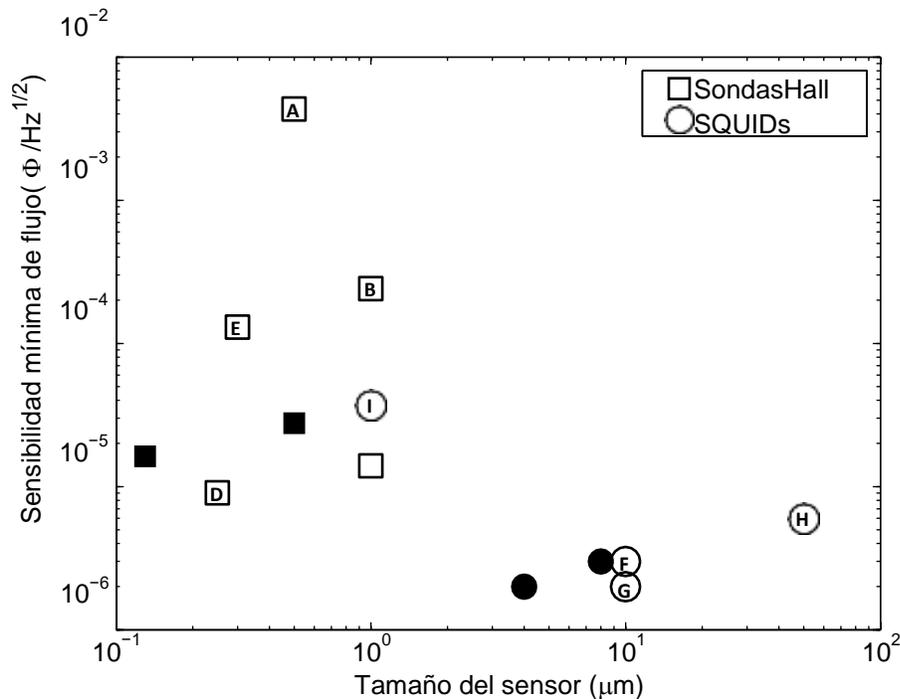


Figura 1.2: Sensibilidad de flujo (ruido blanco de fondo) versus el tamaño del sensor litográfico para los SQUIDs y las sondas Hall de la literatura (indicadores abiertos) y del Laboratorio Moler (indicadores sólidos). Sondas Hall: (A) Chang et al. (1992), (B) Davidović et al. (1996), (C) Oral et al. (1996a) [77 K], (D) Oral et al. (1998) [77 K], y (E) Grigorenko et al. (2001) [77 K; GaAs/InAs/GaSb]. SQUIDs: (F) Vu et al. (1993), (G) Kirtley et al. (1995b), (H) Stawiasz et al. (1995) y (I) Hasselbach et al. (2000) [Al]. Salvo que se indique lo contrario:  $T \leq 5$  K, las sondas Hall eran GaAs/AlGaAs, y los SQUIDs eran Nb. Para las sondas Hall (D) y (E), se utilizó el tamaño efectivo ya que el tamaño litográfico no fue especificado.

El límite de sensibilidad de estas sondas era inferior,  $3,7 \times 10^{-5} \Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  para Al y mayor para Nb, y también tenían una histéresis indeseable. La Figura 1.2 (círculos) muestra la sensibilidad de flujo versus el tamaño del bucle de captación para una serie de SQUIDs. Las sondas Hall tienen la ventaja de ser sensores directos de campo magnético, ya que el voltaje Hall calculado es directamente proporcional al campo magnético perpendicular promediado sobre la cruz de Hall. La Figura 1.3 muestra la respuesta de una sonda Hall a un campo magnético aplicado. Las sondas Hall no son invasivas, ya que tienen un autocampo de sólo  $\sim 0.4$  mG en corrientes operativas típicas y distancias de sonda y muestra, por lo que es posible fabricarlas mucho más pequeñas que los SQUIDs.

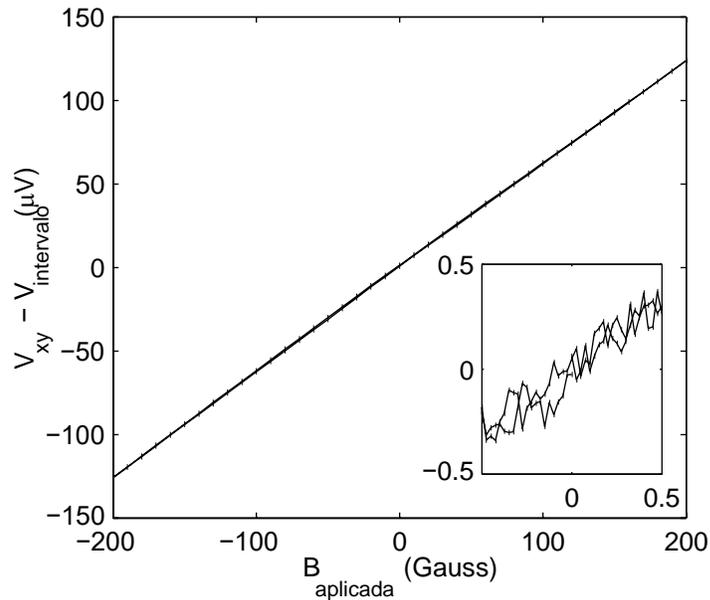


Figura 1.3: Respuesta de la sonda Hall al campo aplicado para una sonda de  $0,5 \mu\text{m}$ . La pendiente da el coeficiente Hall  $R_H = 0,114 \Omega/\text{G}$ . La medición se hizo a  $T = 4,8 \text{ K}$  e  $I_{bias} = 5,5 \mu\text{A}$  con  $f = 1 \text{ kHz}$  usando detección de bloqueo con  $\tau = 0,1 \text{ s}$ . Inset: Un barrido de campo más pequeño proporcionando  $B_{noise} \approx 100 \text{ mG}$ .

Fabriqué y utilicé sondas Hall con un tamaño litográfico de  $0,5 \mu\text{m}$  para el barrido, y posteriormente Clifford Hicks fabricó sondas con un tamaño litográfico tan reducido como  $130 \text{ nm}$ . Estas sondas se fabricaron a partir de heteroestructuras de gas de electrones bidimensionales (2DEG) de GaAs/AlGaAs (Sección 3.3) que han demostrado ser los materiales de menor ruido para las sondas Hall de baja temperatura. La sensibilidad de campo de nuestras sondas a  $4 \text{ K}$  oscila entre  $0,1\text{-}20 \text{ mG}/\sqrt{\text{Hz}}$  para  $f \geq f \geq 10^4 \text{ Hz}$  y entre  $0,005\text{-}1 \text{ G}/\sqrt{\text{Hz}}$  para  $0,1 \text{ Hz}$ , para los tamaños de sonda de  $10 \mu\text{m}$  hasta  $130 \text{ nm}$  (generalmente se obtiene una mayor sensibilidad de *campo* en las sondas más grandes). La mejor sensibilidad de flujo demostrada fue la de la sonda de  $130 \text{ nm}$  con  $16 \mu\Phi / \sqrt{\text{Hz}}$  para  $>1 \text{ kHz}$  y  $1 \text{ m}\Phi / \sqrt{\text{Hz}}$  para  $0,1 \text{ Hz}$ . Las sondas Hall, al igual que MFM, operan en amplios rangos de campo y temperatura.

Chang et al. (1992) fueron pioneros en el SHPM submicrónico de alta sensibilidad con una sonda Hall fabricada a partir de GaAs/AlGaAs. La sonda tenía un tamaño litográfico de  $0,5 \mu\text{m}$  (tamaño geométrico efectivo de  $0,35 \mu\text{m}$  debido a un ancho de agotamiento 2DEG) y una densidad de ruido de campo mínima de  $0,36 \text{ G}/\sqrt{\text{Hz}}$  a  $T = 4 \text{ K}$ .

Posteriormente el grupo de Simon Bending fabricó sondas de GaAs/AlGaAs con una mayor sensibilidad: una sonda de  $1 \mu\text{m}$  de dimensión litográfica ( $0,85 \mu\text{m}$  de tamaño efectivo) con un nivel de ruido de  $0,3 \text{ mG}/\sqrt{\text{Hz}}$  (Oral et al. 1996a) y una sonda de  $0,25 \mu\text{m}$  de tamaño efectivo con un ruido de  $3 \text{ mG}/\sqrt{\text{Hz}}$  (Oral et al. 1998) a  $T = 77 \text{ K}$ . Otros trabajos incluyendo a Davidović et al. (1996) y Fukumura et al. (1999) también han

reportado sondas de barrido de Hall de GaAs/AlGaAs.

Nuestra sonda de 130 nm es más pequeña que cualquier sonda 2DEG reportada en la literatura. La figura 1.2 muestra la sensibilidad de flujo de baja temperatura versus el tamaño de las sondas Hall y SQUID. Se han registrado sondas Hall para uso a temperatura ambiente hechas de láminas de Bi de apenas 120 nm (Chong et al. 2001; Sandhu et al. 2001a) pero sus niveles de ruido considerablemente más altos,  $7,2 \text{ G}/\sqrt{\text{Hz}}$  a temperatura ambiente (Sandhu et al. 2001a), los hacen poco deseables para la obtención de imágenes a baja temperatura. Hasta el momento, los GaAs/AlGaAs han demostrado ser el mejor material para las sondas Hall de baja temperatura debido a la muy baja densidad de portadores de carga y la alta movilidad. La baja densidad de portadores de carga proporciona un alto coeficiente Hall y la alta movilidad se traduce en una baja resistencia de los cables, minimizando así el ruido de Johnson. Se están explorando nuevos materiales para las sondas Hall, como el InAs (Mark Topinka; Gusiatnikov et al. 2001) y el InSb (Oral et al. 2002). InAs es una superficie 2DEG y, por lo consiguiente, puede lograrse con mayor facilidad una menor resolución espacial, aunque a expensas de una menor sensibilidad porque la densidad de portadores de carga es mayor. InSb es una lámina superficial que a temperatura ambiente tiene mejores características sonoras que GaAs/AlGaAs (Oral et al. 2002).

Para la microscopía de barrido en esta disertación utilicé principalmente los sensores de la sonda Hall por su facilidad de interpretación, su resolución espacial submicrónica y su rango de temperatura sin restricciones. Un SQUID de barrido fue utilizado para una parte de los experimentos de separación de espín-carga cuando las temperaturas por debajo de  $\sim 7 \text{ K}$  eran suficientes y la medición absoluta del flujo era el objetivo primordial. Ambas sondas Hall y SQUID operan en nuestro microscopio de barrido de temperatura variable 4He (1.5-300 K). Se trata de un *Oxford Instruments SXM* con criostato de flujo OptistatSXM. Tiene un movimiento brusco *xyz* y también un "explorador de gran área" diseñado basándose en un diseño de Siegel et al. (1995) capaz de  $60 \times 60 \mu\text{m}^2$  de áreas de barrido a 4 K. Los detalles del microscopio y la electrónica de barrido se encuentran en el Capítulo 2.

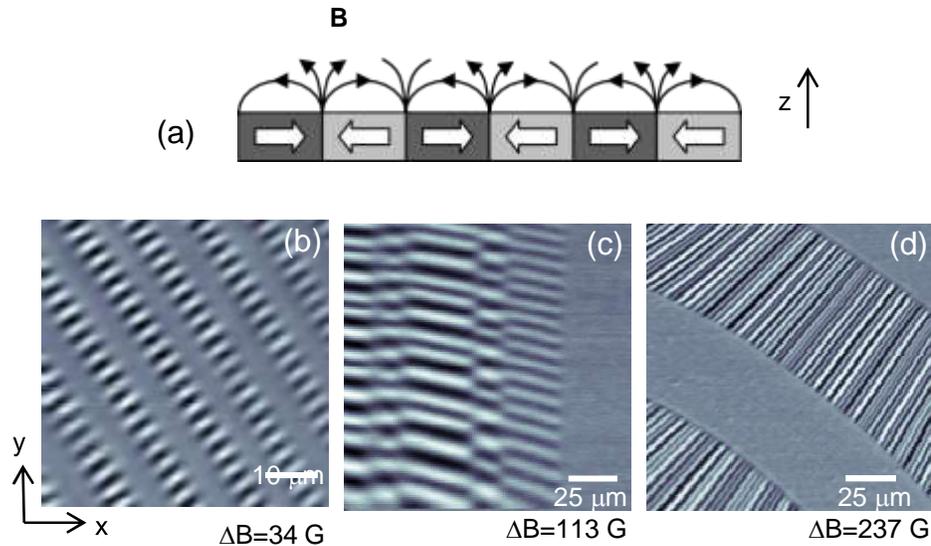


Figura 1.4: Imágenes de bits magnéticos tomadas con una sonda Hall de 2  $\mu\text{m}$ . a) Diagrama de la magnetización de los bits y las líneas de campo resultantes. (b) Imagen de bits espaciados a 1,69  $\mu\text{m}$  (muestra cortesía de Shan Wang) a  $T = 4 \text{ K}$ . c) Imagen de un antiguo disco duro a temperatura ambiente. d) Imagen de un disquete a temperatura ambiente. La histéresis en el escáner a temperatura ambiente provocó que las trayectorias aparecieran curvadas. (Para cada imagen " $\Delta B$ " da la escala completa del mapa de color).

### 1.1.2 Captura de imágenes magnéticas y resolución espacial

Una imagen magnética se obtiene mediante el barrido de un sensor sobre la muestra de interés y el registro del output del sensor para una cuadrícula de puntos en el plano  $xy$ .

Tanto las sondas Hall como los SQUID son sensibles exclusivamente al campo  $B$  perpendicular al sensor (y a la muestra, ya que la sonda y la superficie de la muestra son prácticamente paralelas en el microscopio). La figura 1.4 muestra imágenes de bits magnéticos que capturé con una sonda Hall de barrido de 2  $\mu\text{m}$ . En el caso de los bits con magnetización en el plano  $xy$  de la muestra, la sonda detecta el  $B_z$  en los extremos de los bits, proporcionando regiones brillantes y oscuras.

La resolución espacial de una sonda puede ser un factor determinante en su uso en el estudio de los fenómenos magnéticos. La Figura 1.5 muestra imágenes de dominios antiferromagnéticos cantedos en el óxido de manganeso  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  (muestra cortesía de Bernhard Keimer y Diego Casa) que tomé con una sonda Hall de 2  $\mu\text{m}$ . Sin embargo, las características magnéticas en las imágenes parecen similares en tamaño a la sonda de 2  $\mu\text{m}$  y por lo tanto es probable que estas imágenes realmente muestren promedios de dominios múltiples con respecto a la sonda Hall de tamaño limitado.

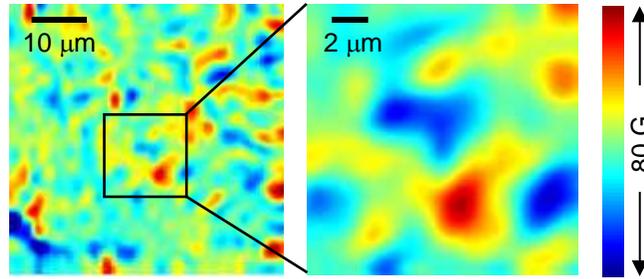


Figura 1.5: Imágenes de los dominios antiferromagnéticos canteados en  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  tomadas con una sonda Hall de  $2 \mu\text{m}$ . Las imágenes tienen una resolución espacial limitada y los dominios individuales no están resueltos.  $T = 10 \text{ K}$ .

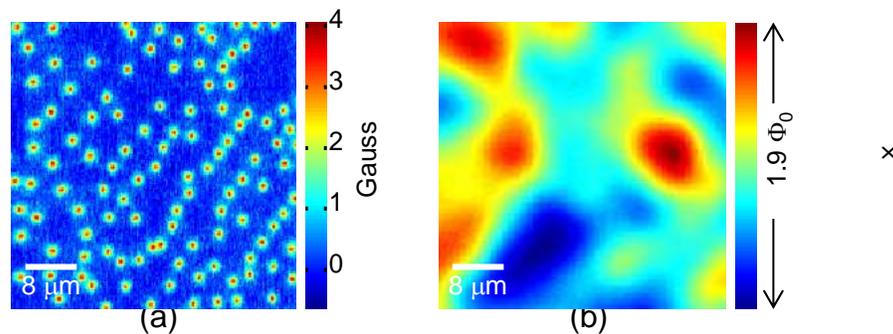


Figura 1.6: Sonda Hall e imágenes de SQUID de múltiples vórtices ( $T = 4 \text{ K}$ ). Ambas imágenes son de  $45 \times 45 \mu\text{m}^2$ . (a) 112 vórtices captados con una sonda Hall de  $0,5 \mu\text{m}$  en un YBCO casi óptimamente dopado. (b) Una imagen de resolución espacial limitada de aproximadamente 45 vórtices en el YBCO obtenida con un SQUID de  $8 \mu\text{m}$ .

Se requeriría una mejor resolución espacial para el estudio de estos dominios. Partiendo de estas imágenes es imposible determinar el verdadero tamaño y la magnetización de los dominios. Otra forma de apreciar la importancia de la resolución espacial es comparar las imágenes de la Figura 1.6 de varios vórtices en un superconductor tomadas con una sonda Hall de  $0,5 \mu\text{m}$  y un SQUID de  $8 \mu\text{m}$ . En la imagen de la sonda Hall, los 112 vórtices individuales en el área de  $45 \times 45 \mu\text{m}^2$  están claramente resueltos. La imagen SQUID del mismo tamaño de área fue tomada para una muestra enfriada en campo en  $B_{\text{applied}} = 0.46 \text{ G}$  y debería contener  $\sim 45$  vórtices. De cualquier manera, esta imagen muestra claramente las limitaciones de la resolución espacial del SQUID de barrido para esta densidad de vórtice. El SQUID puede ser una herramienta muy útil para la obtención de imágenes de vórtices cuando los vórtices están más alejados o cuando el flujo total es el interés principal.

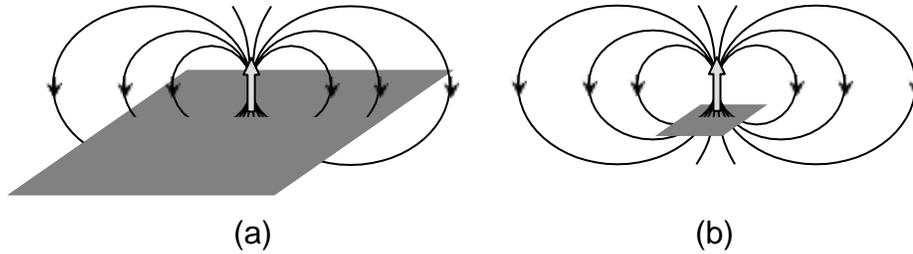


Figura 1.7: Efecto del tamaño de la sonda en la detección de un dipolo magnético. En (a) la mayoría de las líneas de flujo se anulan. En (b) el sensor más pequeño captura más flujo, convirtiéndolo en un detector de dipolo magnético más sensible. (El tamaño más pequeño sólo es ventajoso cuando la muestra y la sonda están cerca).

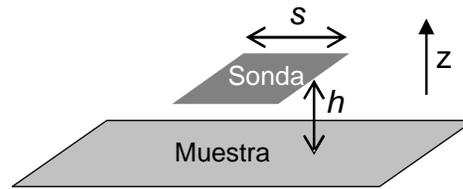


Figura 1.8: Esquema de la microscopía de barrido. La sonda es escaneada en el plano  $xy$  a una altura constante  $h$  sobre la muestra. La resolución espacial  $xy$  escala aproximadamente a  $s^2 + h^2$ .

Otra ventaja de las sondas más pequeñas es la detección de un dipolo magnético pequeño. Si una sonda grande es centrada en el dipolo como en la figura 1.7(a), la mayoría de las líneas de flujo regresarán al área de la sonda y escapan de la detección. Con una sonda más pequeña, sin embargo, se puede capturar mucho más flujo, como se muestra en la Figura 1.7 (b). Así pues, las sondas más pequeñas son mejores detectoras de dipolo cuando la sonda se coloca cerca del dipolo. (En el caso de separaciones de sonda-dipolo más amplias, existiría un tamaño óptimo para una mejor sensibilidad en función a la separación). Hay dos aportes a la resolución espacial absoluta para las sondas Hall y los SQUID: el tamaño de la sonda  $s$  y la altura  $h$  de la sonda sobre la muestra.

(Véase la figura 1.8). La resolución espacial  $xy$  escala alrededor de  $\sqrt{s^2 + h^2}$ . Por lo consiguiente, para obtener una buena resolución espacial no solo es necesario tener un sensor pequeño, sino que el sensor también debería estar cerca de la muestra. Para los SQUIDs de barrido que utilicé,  $s = 8 \mu\text{m}$  y  $h \sim 1.5 \mu\text{m}$ , así que el tamaño de la sonda fue el factor limitante en la resolución espacial. En contraste, para las sondas Hall más pequeñas que utilicé para el escaneo,  $s \approx h \approx 0.5 \mu\text{m}$ . Las mejoras futuras en la resolución espacial de nuestra sonda Hall deberán reducir tanto la  $s$  como la  $h$ . Es importante destacar que no hay razón para tener una sonda con  $s \ll h$ , ya que tener la  $s$  más pequeña en ese límite no mejoraría la resolución espacial, pero disminuiría la sensibilidad.

Un límite fundamental del tamaño y la altura de la sonda Hall sobre la muestra es la profundidad del 2DEG por debajo de la superficie de la heteroestructura. El ancho de

agotamiento del 2DEG escala aproximadamente con la profundidad, limitando el tamaño mínimo de la sonda a alrededor del doble de la profundidad. Al igual que la altura, una muestra no puede estar más cerca de la sonda Hall 2DEG que la profundidad del 2DEG. Mis sondas de  $0,5 \mu\text{m}$  fueron fabricadas con 2DEG de  $140 \text{ nm}$  de profundidad (cultivado por David Kisker, IBM) y Cliff hizo sus sondas con 2DEG de  $40 \text{ nm}$  (cultivado por Hadas Shtrikman, Weizmann). En la literatura, las sondas se han realizado típicamente con 2DEG de  $\sim 100 \text{ nm}$  de profundidad (Chang et al. 1992; Sandhu et al. 2001b). Ha sido posible cultivar 2DEG tan superficial como  $20 \text{ nm}$  (Goldhaber-Gordon et al. 1998), y podría ser posible hacer sondas Hall a partir de un material con una superficie 2DEG (por ejemplo, InAs). Evidentemente las láminas metálicas finas no tendrían estas preocupaciones de profundidad, pero sus propiedades de ruido no rivalizan con las del 2DEG debido a sus densidades portadoras considerablemente más elevadas.

La profundidad del 2DEG es el límite inferior definitivo de la altura de la sonda de barrido Hall, pero la alineación es también un factor, y en la práctica es mucho más amplia. La sonda fue fabricada a poca distancia de una punta que toca la muestra, con un ángulo entre la muestra y el chip de la sonda tan superficial como  $\sim 1^\circ$ . Por consiguiente, la distancia desde el área activa de la sonda Hall hasta la punta, así como el ángulo de alineación, contribuyen a la altura de la sonda. Chang et al. (1992) reportaron una de las distancias más reducidas de la punta de la sonda en  $4 \mu\text{m}$  otorgando a su sonda una altura total mínima de  $\sim 0.2 \mu\text{m}$ . La distancia entre la sonda y la punta no puede ser arbitrariamente pequeña porque la sonda Hall debe tener cuatro cables de corriente/voltaje que entren en ángulo recto. En el tercer Capítulo de esta disertación, presento más detalles sobre las sondas Hall y discuto mi proceso de fabricación de la segunda generación de sondas Hall de menor tamaño  $0,5 \mu\text{m}$  (litográfico). La primera generación de sondas fue de  $2 \mu\text{m}$ . A su vez discuto los estudios de ruido de una de mis sondas de  $0,5 \mu\text{m}$  y de las sondas de tercera generación que van de  $0,13 \mu\text{m}$  a  $10 \mu\text{m}$ . Los estudios de ruido muestran que mientras la sensibilidad de campo empeora a medida que el tamaño de la sonda Hall disminuye, la sensibilidad del flujo mejora. Esto garantiza que se puedan fabricar sondas de menos de  $100 \text{ nm}$  sin comprometer la sensibilidad del flujo.

## 1.2 Captura de imágenes de vórtices

En esta sección proporcionaré una breve revisión de los vórtices en los superconductores, la motivación de por qué deberíamos fotografiarlos y, por último, una introducción a los experimentos de obtención de imágenes de vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ , considerablemente infradopado descritos en los Capítulos 4-6.

### 1.2.1 Aspectos básicos

Mi uso principal del microscopio de sonda Hall de barrido (y el SQUID) ha sido la obtención de imágenes de vórtices magnéticos en superconductores, principalmente en YBCO considerablemente infradopado. Las características distintivas de la superconductividad son una resistencia DC nula y la expulsión del campo magnético (el efecto Meissner. En los superconductores de tipo II, en lugar de una completa expulsión de campo, para un rango de campos es energéticamente favorable para el flujo magnético entrar en el superconductor en haces, lo cual puede ser también concebido como vórtices de supercorriente alrededor de un núcleo normal.

Esto ocurre en los superconductores de tipo II porque  $\lambda$  es más grande que  $\xi$ , ocasionando que la energía de una interfaz superconductora-normal sea negativa, por lo que el superconductor disminuye su energía al permitir regiones normales (los haces de flujo). La profundidad de penetración,  $\lambda$ , es la escala de longitud de la penetración del campo magnético en un superconductor, mientras que la longitud de coherencia,  $\xi$ , es la escala de longitud en la que el parámetro de orden superconductor puede cambiar. La fase del parámetro de orden superconductor debe ser de valor único y esto conduce a la cuantificación del flujo:  $\oint \mathbf{v}_s \cdot d\mathbf{s} = n\Phi_0$  (ver Tinkham 1996, p. 127), donde  $\Phi_0 = hc/e^*$  y  $e^* = 2e$  para pares de Cooper. Para un vórtice aislado en una muestra grande en comparación a la profundidad de penetración hay una línea integral donde  $v_s = 0$ , de modo que el flujo del vórtice  $\Phi$  se cuantifique. La energía superfluida de un vórtice escala como flujo al cuadrado y, como mencionado anteriormente, la energía de interfaz del núcleo normal es negativa, así que para minimizar la energía libre el flujo se divide en tantos vórtices como sea posible, cada uno llevando el flujo mínimo permitido de  $\Phi_0$ .

La profundidad de penetración y la longitud de coherencia son escalas de longitud fundamentales en un superconductor. En términos de vórtices,  $\xi$  es el tamaño del núcleo del vórtice y  $\lambda$  es la extensión del campo magnético del vórtice. La longitud de coherencia en el YBCO es reducida y no puede ser medida con nuestras sondas magnéticas de barrido. La profundidad de penetración, en cambio, afecta el perfil de campo del vórtice que es captado por la sonda de barrido. (La longitud de coherencia también afecta al perfil de campo al cortar la singularidad en el centro del vórtice).  $\lambda$  está relacionado con la densidad del superfluido,  $ns/m^*$ , según la relación  $4\pi\lambda^2/c^2 = m^*/nse^2$ . La profundidad de penetración, si es medida experimentalmente, puede dar información directa sobre el estado superconductor. En cuanto a los superconductores de alta temperatura, cuyos mecanismos deben aún ser comprendidos, las mediciones de la densidad del superfluido tienen una enorme importancia teórica.

El campo de un vórtice dentro de un superconductor se despliega en la escala de longitud  $\lambda$ . Próximo a la superficie del superconductor el flujo se extiende ulteriormente partiendo de una profundidad aproximada de  $\lambda$ . El perfil exacto de campo dentro y fuera del superconductor puede ser resuelto partiendo de la teoría de London. Situado por encima del superconductor a gran distancia en comparación con  $\lambda$ , el perfil del vórtice se asemeja al de un monopolo magnético situado a una distancia  $\lambda$  bajo la superficie (Pearl 1966). El microscopio magnético de barrido capta el perfil de campo del vórtice inmediatamente superior a la superficie del superconductor. Los cupratos son superconductores anisótropos y la profundidad de penetración relevante para los vórtices perpendiculares a los planos (vórtices del eje c) es la profundidad de penetración en el plano  $\lambda_{ab}$  (Chang et al. 1992; Kogan et al. 1993). Consúltese la Figura 1.9 para observar una ilustración de un vórtice y la Figura 1.10 para observar las imágenes tomadas por la sonda Hall de los vórtices en un cristal de YBCO casi óptimamente dopado. Otros experimentos han medido  $\lambda_{ab} \sim 0,16 \mu\text{m}$  para  $T \rightarrow 0$  en un YBCO óptimamente dopado (Basov et al. 1995), por lo que estas imágenes tienen una resolución limitada. La microscopía de sonda de barrido Hall de vórtices individuales y la determinación de  $\lambda$  a partir de las imágenes fue demostrada por primera vez por Chang et al. (1992) para una lámina delgada superconductora. Oral et al. (1996b) y Davidović et al. (1996) también lograron la microscopía de sonda de barrido Hall de vórtices individuales varios años después.

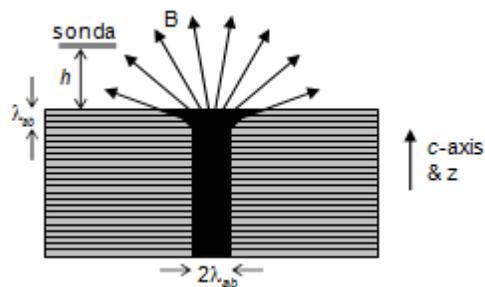


Figura 1.9: Ilustración de un vórtice en un superconductor estratificado visto en sección transversal desde el lateral.  $\lambda_{ab}$  es la profundidad de penetración en el plano. (El espaciado de la capa no está a escala. En realidad es  $\lambda$  en los cupratos.) La sonda toma imágenes del campo magnético del vórtice al escanear justo por encima de la superficie del superconductor.

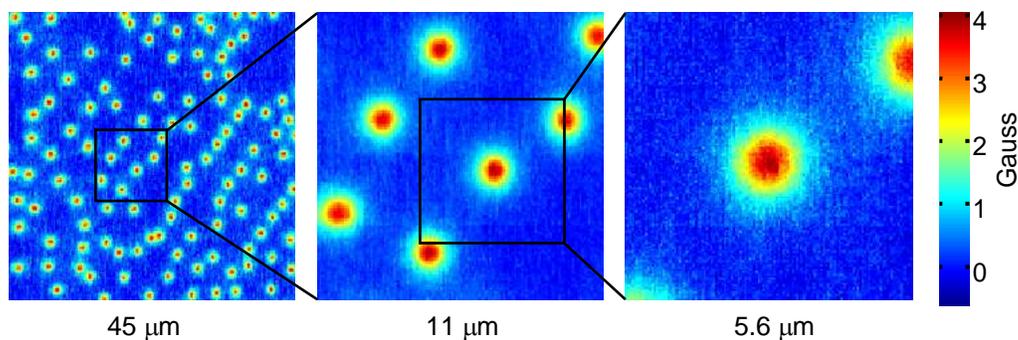


Figura 1.10: Imágenes de vórtices en el YBCO casi idealmente dopado ( $T_c$  90 K) tomadas con una sonda Hall de  $0,5 \mu\text{m}$  a  $T = 4 \text{ K}$ .

### 1.2.2 Experimentos con YBCO considerablemente infradopado

La obtención de imágenes de vórtices individuales es una herramienta poderosa para el estudio de la superconductividad de tipo II. Esto es particularmente cierto para superconductores no convencionales como los cupratos, cuyo mecanismo de superconductividad es, hasta ahora, incomprendido. La microscopía magnética de barrido permite la medición de varias propiedades de los vórtices: su flujo total, localizaciones, perfiles de campo magnético (la cantidad de dispersión está determinada por  $\lambda$ ), homogeneidad o inhomogeneidad, fuerza de sujeción (con MFM, ver Gardner et al. (2002)), movimiento y potencial comportamiento exótico.

En esta disertación discuto tres grupos de experimentos sobre  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  realizados mediante la obtención de imágenes de vórtice con una sonda Hall y también SQUID. El primer experimento buscó la presencia de una excitación adicional requerida por una teoría de superconductividad de cuprato que implicaba la separación de espín-carga. En otro experimento tomé imágenes de perfiles de vórtices individuales y a partir de los ajustes intenté medir la profundidad de penetración en el plano como una función de la temperatura de transición ( $T_c$ ), aunque hay advertencias para esta medición. Por último, observé sorprendentes características de flujo que parecían ser más pequeñas que un cuanto de flujo. A continuación expondré cada uno de estos experimentos con mayor detalle.

En el Capítulo 4 de esta disertación se detallan nuestros experimentos con cristales de YBCO considerablemente infradopados para poner a prueba las predicciones de un escenario de separación de espín-carga presentadas por Senthil y Fisher (2000, 2001a,b). En la superconductividad de separación espín-carga, el electrón (o agujero) se fraccionaría en un fermión de carga cero con espín- $1/2$  y un bosón de carga- $e$  con espín-0. La separación de espín-carga ha sido observada únicamente en los sistemas 1D, pero ha sido propuesta para los superconductores de cuprato cuasi-2D (Anderson 1987; Kivelson et al. 1987; Nagaosa y Lee 1992).

Los bosones con carga- $e$  se condensarían directamente en un estado superconductor sin necesidad de formar pares de Cooper como sucede en la superconductividad convencional. La separación de espín-carga resulta un marco teórico atractivo para la alta  $T_c$  porque es simple y a su vez explica algunos rasgos del pseudogap observado con la espectroscopia de fotoemisión con resolución de ángulo (Senthil y Fisher 1999). La teoría de Senthil y Fisher predijo una excitación llamada vison, la cual mediaba la vinculación del espín y la carga, y el vison tendría que acompañar a todos los vórtices de  $hc/2e$ .

Su teoría predijo la presencia de vórtices de  $hc/e$  ( $2\Phi_0$ ) para una baja densidad de superfluidos y también predijo un efecto memoria de vórtice para un anillo superconductor infradopado. Buscamos estos dobles vórtices y el efecto memoria en el YBCO considerablemente infradopado usando SQUIDs de barrido y sondas Hall, sin embargo, no encontramos ninguno. Estos experimentos (Wynn et al., 2001; Bonn et al., 2001) establecieron un límite superior estricto en la energía del vison incompatible con la teoría, descartando así como mecanismo de superconductividad de cupratos todos los escenarios de separación de espín-carga que requieren visones.

Mi siguiente experimento fue motivado por las imágenes del vórtice provenientes de los experimentos de separación de espín-carga que sugerían que la extensión del campo del vórtice era de al menos  $1 \mu\text{m}$  en un YBCO considerablemente infradopado. Si los vórtices son descritos según la teoría de London, la profundidad de penetración en el plano  $\lambda_{ab}$  es la extensión del vórtice. Esto infirió que  $\lambda_{ab} \approx 1 \mu\text{m}$  sería mayor que lo predicho por la relación de Uemura  $T_c \propto ns(0)/m^*$  para los cupratos infradopados. Uemura et al. (1989, 1991) realizaron mediciones de resonancia de espín de muón de la profundidad de penetración en numerosas muestras de alta  $T_c$  y otros superconductores no convencionales. Encontraron una relación lineal universal entre la temperatura de transición y la densidad de superfluidos de temperatura cero para las muestras considerablemente infradopadas. Emery y Kivelson (1995a) explicaron este comportamiento lineal como fluctuaciones de fase térmica que destruyen la superconductividad en muestras infradopadas. Sin embargo, en las muestras sobredopadas domina la rotura de pares (como en la teoría BCS) y la  $T_c$  se suprime muy por debajo de la temperatura de ordenamiento de fase. Esta relación lineal ha sido ampliamente aceptada como una regla fenomenológica, pero no ha sido probada en cupratos extremadamente infradopados (con  $T_c \leq 0.1 T_{c,\text{max}}$ ).

Debido a la importancia teórica de la relación Uemura, es deseable hacer pruebas con muestras considerablemente infradopadas. Usando una sonda Hall de barrido submicrónico capturé muchos vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con  $T_c$  que van de 5-15 K y luego ajusté estas imágenes a los perfiles teóricos del campo de vórtice en una tentativa de medir  $\lambda_{ab}$ . Este trabajo es descrito en el Capítulo 5. No obstante, como discutido en el Capítulo 5, la sujeción de los vórtices *pancake* en 2D que constituyen el vórtice podría ampliar la extensión aparente del campo del vórtice, por esta razón mis resultados sólo deben ser estrictamente interpretados como un límite superior en  $\lambda_{ab}$ . Si la fijación no es un problema, los resultados proporcionan mayores profundidades de penetración (menor densidad de superfluidos) en las  $T_c$  más bajas que las predichas por la relación de Uemura. Si este es el caso, la teoría tendría que ser modificada.

Por último, algunas imágenes de las muestras de YBCO más infradopadas revelaron un flujo distinto que parecía ser más pequeño que los vórtices  $\Phi_0$ . Estos "vórtices parciales" aparecían típicamente en grupos y eran más móviles que los vórtices enteros. Estudié estos vórtices parciales y determiné que una posible explicación son los desplazamientos laterales parciales de un vórtice entero. Esto sólo puede ocurrir en superconductores en capas con una gran anisotropía donde el acoplamiento de Josephson entre las capas es insignificante. En estos casos, un vórtice tridimensional del eje  $c$  puede ser concebido como una pila de vórtices *pancake*, uno en cada capa (Clem 1991).

Las interacciones magnéticas y cualquier acoplamiento de Josephson favorecen la alineación vertical de los *pancake*, aunque con un paisaje de sujeción adecuado una pila recta podría tener una "división" o "curvatura" en la que una sección de la pila se desplaza lateralmente (Benkraouda y Clem 1996; Grigorenko et al. 2002). Desde arriba, el campo de las pilas parciales se asemeja a haces de flujo aislados  $\text{sub}\Phi_0$  (es decir, vórtices parciales). Mis datos muestran desplazamientos fraccionados de hasta decenas de micrones. Mis observaciones de estos vórtices parciales y el modelo de una pila de vórtices *pancake* dividida se discuten detalladamente en el Capítulo 6. Este trabajo revela un nuevo comportamiento del vórtice que es dominante en el YBCO de menor dopaje, demostrando así que el material es, efectivamente, muy anisotrópico. El comportamiento del vórtice dividido sería indeseable en aplicaciones tecnológicas porque los vórtices serían menos susceptibles a la fijación, lo que suprimiría la corriente crítica.

### 1.3 Cristales de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ considerablemente infradopados

Los experimentos de obtención de imágenes de vórtices descritos en los Capítulos 4-6 de esta disertación no habrían sido posibles sin los monocristales de alta pureza de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado cultivados por Ruixing Liang en el grupo de Doug Bonn y Walter Hardy en la Universidad de British Columbia.

Tres de los cupratos más estudiados son  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$  (BSCCO),  $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$  (LSCO)<sup>1</sup> y  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO). El valor de  $x$  en cada caso ajusta el dopaje de los agujeros en los planos bidimensionales de  $\text{CuO}_2$  donde se produce la superconductividad. El dopaje aumenta con  $x$ . El dopaje óptimo (el que proporciona la  $T_c$  máxima) tiene lugar en  $x \approx 0,16$  y  $T_c \approx 92$  K para el BSCCO,  $x = 0,16$  y  $T_c = 39$  K para el LSCO, y  $x = 0,91$  y  $T_c = 94$  K para el YBCO (Liang et al. 1998).

---

<sup>1</sup> Un compuesto similar al  $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$  es el  $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$  que fue el primer superconductor de alta temperatura descubierto (Bednorz y Muller 1986). El Sr y el Ba juegan papeles similares, aunque el compuesto Sr proporciona una  $T_c$  algo superior.

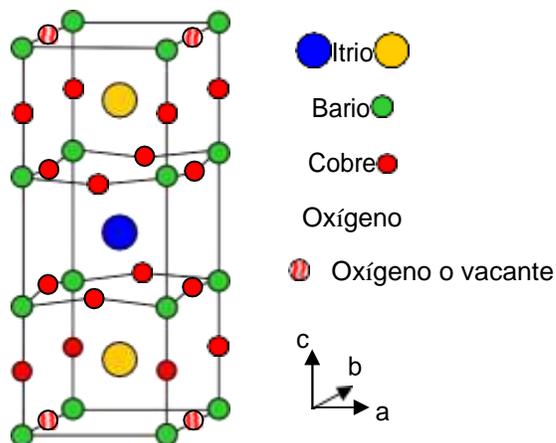


Figura 1.11: Célula unitaria  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ . Las capas de  $\text{CuO}_2$  por encima y por debajo de los átomos Y son donde se produce la superconductividad. Los círculos rojos rayados son los puntos de oxígeno en las cadenas de  $\text{CuO}$ . Todos los puntos O están llenos cuando  $x = 1$ . Las dimensiones de la célula unitaria son  $a = 3.8 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.9 \text{ \AA}$ , y  $c = 11.7 \text{ \AA}$ .

El dopaje del BSCCO aumenta al añadir oxígeno intercalado. Para el LSCO el dopaje aumenta sustituyendo los átomos Sr divalentes por átomos La trivalentes, mientras que para el YBCO el dopaje aumenta al añadir oxígeno a las cadenas de  $\text{CuO}$  (Figura 1.11).

La dificultad de hacer conductores de cuprato considerablemente infradopados de calidad ha sido demostrada. Es decir, fabricar muestras de cristales altamente puras de un dopaje considerablemente bajo que tengan temperaturas de transición considerablemente inferiores de la  $T_c$  de óptimo dopaje. Los estudios de este tipo de muestras son cruciales para un entendimiento pleno de la superconductividad de cupratos. El BSCCO infradopado se hace a través del recocido posterior al cultivo con la finalidad de eliminar oxígeno, pero no se han obtenido transiciones ni muy bajas ni agudas. Por ejemplo, una lámina de BSCCO cultivada para un experimento de Kirtley et al. (2003) tuvo una transición resistiva de 10-90% de 46-79 K (un ancho  $\Delta T_c > 30 \text{ K}$ ).

Asimismo, cuando se hace BSCCO puro considerablemente infradopado no resulta estructuralmente estable y tiende a desintegrarse. También resulta difícil hacer LSCO considerablemente infradopado homogéneo porque los átomos Sr que controlan el dopaje no son particularmente móviles. Por el contrario, en el YBCO el dopaje es controlado por átomos de oxígeno con mayor movilidad en las cadenas de  $\text{CuO}$  (Figura 1.11), haciendo posible la obtención de un grado de homogeneidad mayor, incluso con un dopaje bajo.

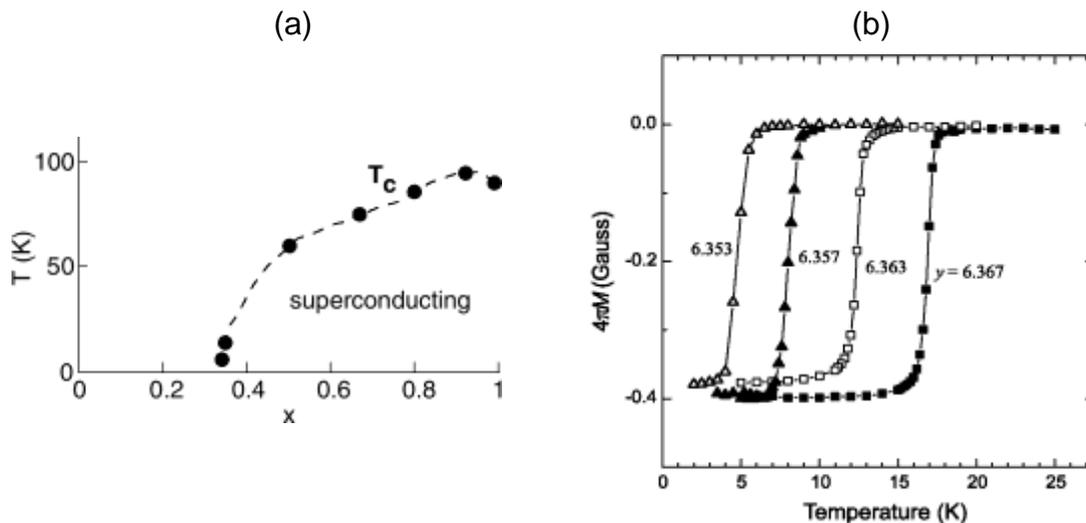


Figura 1.12: Valores de  $T_c$  y transiciones de susceptibilidad de los monocristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  de la UBC. (a) Diagrama de fase para los monocristales de UBC. (b) Susceptibilidad correspondiente a las muestras considerablemente infradopadas de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  que muestran anchos de transición agudos de 1,0-1,6 K medidos en un campo de 1 G (Liang et al. 2002).

Liang et al. (2002) han tenido éxito con la fabricación de cristales superconductores infradopados de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  con  $x$  tan baja como 0,345 y  $T_c$  entre 4 y 20 K. En la figura 1.12 a) se muestra  $T_c$  como una función del contenido de oxígeno de los cristales UBC. Estos cristales se fueron fabricados con anchos de transición muy agudos  $< 2$  K (Figura 1.12(b)).

Como descrito por Liang et al. (1998), el cultivo de cristales de YBCO de alta pureza con una cristalinidad casi perfecta fue posible gracias a los crisoles de  $\text{BaZrO}_3$  de producción casera. Los cristales se cultivan mediante un método de autoflujo de un fundido de  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-BaO-CuO}$  contenido en un crisol. Previamente utilizaron crisoles comerciales de YSZ ( $\text{Y}_2\text{O}_3$  estabilizado  $\text{ZrO}_2$ ), pero las reacciones con y las impurezas en esos crisoles interfirieron con el crecimiento de los cristales y limitaron su pureza al 99,9%. Con el desarrollo de los crisoles inertes de  $\text{BaZrO}_3$ , se han cultivado monocristales de YBCO de alta pureza (99,995%) y un alto grado de perfeccionamiento cristalino.

Después del crecimiento obtenido por el método de autoflujo en los crisoles de BaZrO<sub>3</sub>, el bajo contenido de oxígeno se establece mediante el recocido de los cristales junto con los gránulos de cerámica de YBCO en flujo de oxígeno puro a 900-930°C durante una semana en un horno de tubo. La estabilidad de la temperatura es 0.5°C y la configuración de la temperatura ajusta el contenido exacto de oxígeno entre 6.340 y 6.370. Después de este recocido, las inhomogeneidades de oxígeno se eliminan durante un recocido de 1 a 2 semanas a 570°C de los cristales mientras están sellados en un pequeño tubo con cerámica YBCO del mismo contenido de oxígeno. Después el tubo es enfriado en agua helada. (Liang et al. 2002). Los cristales se encuentran inicialmente entrelazados y pueden ser de varios milímetros en el plano *ab* con un espesor típico de 10-100 μm en la dirección del eje *c*.

Inicialmente tras el enfriamiento los cristales no son superconductores, pero el recocido a temperatura ambiente permite que la cadena de átomos de oxígeno se ordene, aumentando el dopaje en el plano y la  $T_c$  hasta alcanzar la saturación a  $T_c = 4-20$  K en función del contenido de oxígeno. Durante este recocido a baja temperatura, la cadena de átomos de oxígeno forma fragmentos de cadena en la fase de Ortho-II cuyas longitudes crecientes proporcionan el portador de dopaje en los planos de CuO<sub>2</sub>. La fase Ortho-II tiene cadenas llenas y vacías alternadas y es estable para el contenido de oxígeno 6,30-6,60. Los estudios de difracción de rayos X verificaron que estos cristales infradopados solamente tenían una ordenación Ortho-II y las longitudes de correlación de ordenación se midieron en 1,14(5), 3,6(3) y 1,05(7) nm a lo largo de los ejes *a*, *b* y *c*, respectivamente, en cristales de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>6.362</sub>. (Liang et al. 2002).

El dopaje del plano de CuO<sub>2</sub> y por lo tanto la dependencia de  $T_c$  del recocido a temperatura ambiente permite estudiar un solo cristal con múltiples valores de  $T_c$ . Para los experimentos de los Capítulos 5 y 6, estudié uno de estos cristales de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>6.375</sub> para ocho valores de  $T_c$  desde 5 a 15 K. La figura 1.13 muestra la dependencia de  $T_c$  en el tiempo de recocido. Las transiciones superconductoras se midieron con la sonda Hall in situ en el microscopio de barrido. Las barras de error verticales indican el ancho total calculado de la transición superconductora, limitado por la resolución de la técnica de medición al ~10% de la susceptibilidad.

El ancho de la transición es casi 3 K para la  $T_c$  más baja  $\approx 5$  K, pero es más agudo que 1,5 K para todas las  $T_c$  subsecuentes. Un ancho de transición estrecho sugiere una alta homogeneidad, y la imagen del vórtice que se examina en el Capítulo 5 proporciona mayor información sobre el grado de homogeneidad local.

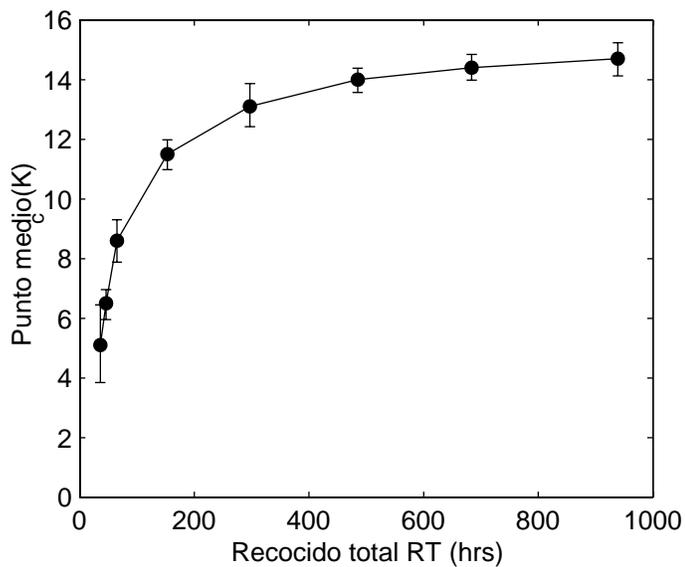


Figura 1.13:  $T_c$  versus tiempo de recocido para un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . Después del cultivo y el recocido a alta temperatura, la  $T_c$  de un cristal de YBCO considerablemente infradopado aumenta con el ordenamiento de la cadena de oxígeno a temperatura ambiente. Las transiciones fueron medidas por la susceptibilidad magnética con una sonda Hall en un campo aplicado cuasi-DC (8 mHz) de 0,20-0,25 G. Las barras verticales indican el ancho total de las transiciones con resolución limitada.



## Capítulo 2

# El microscopio de sonda de barrido

Toda la microscopia de barrido discutida en esta disertación fue hecha en un microscopio de sonda de barrido Oxford Instruments SXM<sup>1</sup> con mejoras adicionales para la sonda Hall de barrido y la microscopía de barrido SQUID. El siguiente Capítulo introduce el criostato y el cabezal del microscopio, seguido del escáner de gran área especialmente diseñado y sus caracterizaciones. Para finalizar discutiremos la sonda y la preparación de la muestra, seguido por las tecnologías de escaneo.

### 2.1 Criostato de flujo de temperatura variable

El microscopio de exploración está alojado en un pequeño criostato de flujo de temperatura variable 4He, el Oxford Instruments OptistatSXM, mostrado en la figura 2.1. El criostato consiste en dos cámaras concéntricas aisladas al vacío. El cabezal del microscopio se encuentra en el extremo de una varilla que se introduce en la cámara interior, mientras que la cámara exterior tiene capacidad para contener hasta 4 L de helio líquido. El espacio de la muestra está conectado al baño de He por un tubo capilar en la base de la cámara exterior y la apertura está controlada por una válvula de aguja. El enfriamiento de la muestra se logra bombeando a través de un puerto conectado al espacio de la muestra y extrayendo gas He frío del baño líquido a través de la válvula de aguja y a través de la muestra.

---

<sup>1</sup> Oxford vendió su división de microscopios de exploración a Omicron NanoTechnology.

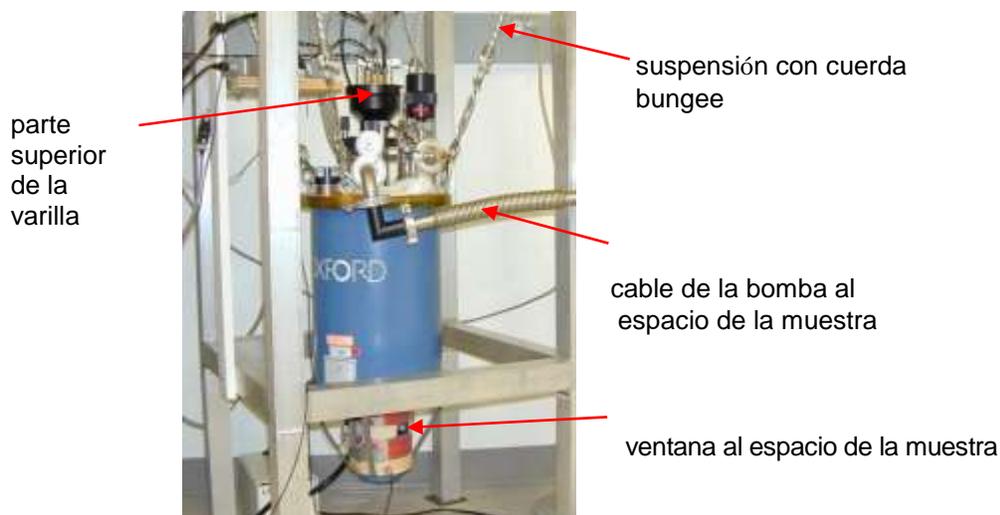


Figura 2.1: El criostato de flujo de temperatura variable SXM 4He.

El control de la temperatura se logra con la válvula de aguja y un calefactor resistivo en la base de la cámara de muestras. El calefactor es controlado por un controlador de temperatura Oxford Instruments ITC-503. El ITC lee la temperatura de dos termómetros: un resistor RhFe situado en el fondo de la cámara de muestras y un resistor Cernox situado en el cabezal del microscopio aproximadamente a 1,5 cm de la muestra. El ITC retroalimenta el termómetro RhFe al ajustar la potencia del calefactor para mantener una temperatura establecida. La válvula de aguja no es controlada por el ITC y debe ser ajustada manualmente para lograr suficiente flujo de He.

Hay dos bombas que pueden ser usadas para refrescar el espacio de la muestra. Una es una pequeña bomba de diafragma sin aceite que suelo utilizar para enfriar a partir de la temperatura ambiente hasta aproximarse a la temperatura de funcionamiento deseada. La segunda bomba es un compresor de paletas rotativas SOGEVAC Leybold de mayor tamaño, que puede sostener un flujo de alta presión y permite el enfriamiento hasta una temperatura base de 1,7 K. La estabilidad de la temperatura se logra más fácilmente con la bomba de mayor tamaño, por lo que bombeé con la SOGEVAC cuando tomaba datos incluso cuando no estaba cerca de la temperatura base. La SOGEVAC está alojada en una sala de bombas adyacente y está conectada al criostato a través de mangueras flexibles en un diseño en T para minimizar las fuerzas y vibraciones en el criostato. (Utilicé la bomba de diafragma para el enfriamiento principalmente porque funcionaba de forma más silenciosa).

El criostato puede ser montado en una mesa óptica o suspendido. Suspenderlo de un marco de aluminio con cuerdas elásticas fue suficiente para obtener el aislamiento de vibraciones necesario para la sonda Hall o el barrido SQUID. El esquema de suspensión también permite una fácil inserción o remoción del blindaje magnético de triple capa de mu-metal. El campo magnético residual dentro del blindaje es como máximo de unas pocas decenas de mG, como se determina por las observaciones de la densidad del vórtice en las muestras superconductoras enfriadas en el campo aplicado nulo. Este campo residual puede deberse a algo magnético dentro del blindaje.

La cámara de muestras se extiende 7" por debajo de la base de la cámara de helio líquido y tiene 5 puertos para el acceso óptico al espacio de muestras. Hay dos ventanas de cuarzo Spectrosil B para vistas laterales separadas 180°. Los otros 3 puertos (dos puertos laterales en 90° desde las ventanas y uno en la parte inferior) tienen espacios opacos. El acceso óptico ha sido principalmente una conveniencia más que una necesidad para mis mediciones. Cuando el criostato no estaba dentro del blindaje magnético, podía ajustar la separación de la sonda de muestra a primera vista durante el enfriamiento. La resolución de problemas es también más fácil con el acceso óptico en los casos en los que la alineación de la sonda de muestra esté apagada o si una protuberancia en la muestra interfiere con el escaneo. Las ventanas también permiten estimar visualmente el ángulo entre el chip de la sonda y la muestra, lo que contribuye a la altura de la sonda. Ahora bien, por razones no tan claras, esto no siempre ha permitido obtener mediciones precisas de la altura.

Otra de las ventajas de las ventanas es la capacidad de exponer la sonda Hall a la luz in situ. La sonda Hall se vuelve más ruidosa si recibe una descarga eléctrica o es presionada excesivamente dentro la muestra, pero se recupera en su totalidad con el ciclo térmico. Exponer la sonda a fotones ópticos a veces parecía mejorar el ruido, presumiblemente fotoinduciendo la liberación de portadores atrapados. Durante la toma de datos con la sonda Hall, las ventanas fueron típicamente cubiertas. Una desventaja de las ventanas es que se filtran lentamente desde la cámara hacia la cámara de vacío exterior (OVC) que aísla el baño de He. Limpiar las ventanas y volver a engrasar las juntas tóricas no detuvo las filtraciones. Por lo tanto, ha sido importante bombear la OVC con una bomba turbo durante un día antes de cada enfriamiento. Esto afectó especialmente el tiempo de retención del nitrógeno líquido durante el pre enfriamiento. El vacío deficiente en la OVC tuvo menos efecto en el tiempo de retención del baño de He, presumiblemente debido al criobombeo.

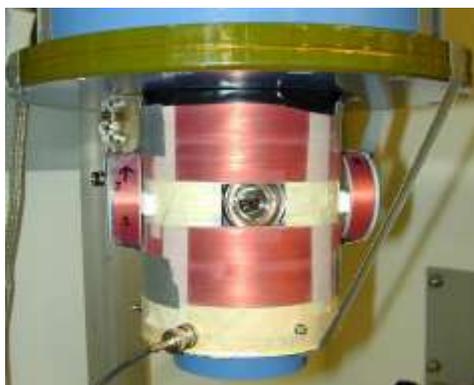


Figura 2.2: Los electroimanes bobinados de elaboración casera montados fuera del criostato SXM proporcionan 62 G/A en vertical y 4,7 G/A en horizontal.

El criostato no está equipado con un imán integrado. Para mis estudios del vórtice sólo se necesitaban campos de a lo sumo unos pocos Gauss. Enrollé dos electroimanes de alambre de cobre y los monté fuera del criostato centrándose en la muestra. Véase la figura 2.2. El primero proporciona 62 G/A a lo largo del eje z (vertical y perpendicular a la muestra y la sonda). Tiene una resistencia 122  $\Omega$  y una inductancia  $<0,2$  H. Recientemente he añadido otro electroimán para proporcionar un pequeño campo horizontal para los estudios de vórtices parciales descritos en el Capítulo 6. Este imán consiste en dos bobinas de 6 cm de diámetro montadas a  $90^\circ$  de las ventanas que juntas proporcionan 4,7 G/A y tienen una resistencia total de 25  $\Omega$ .

## 2.2 Cabezal SXM

El cabezal del microscopio consiste en dos escáneres piezoeléctricos separados. Se encuentran uno frente al otro como ilustra la figura 2.3 y cualquiera de ellos puede ser usado para el barrido. El escáner superior es un escáner de tubo convencional, proporciona un movimiento tosco *xyz*, y es estándar en el SXM. El escáner inferior es un diseño S-bender (Siegel et al. 1995) con un rango de escaneo mayor y es discutido en la Sección 2.3.

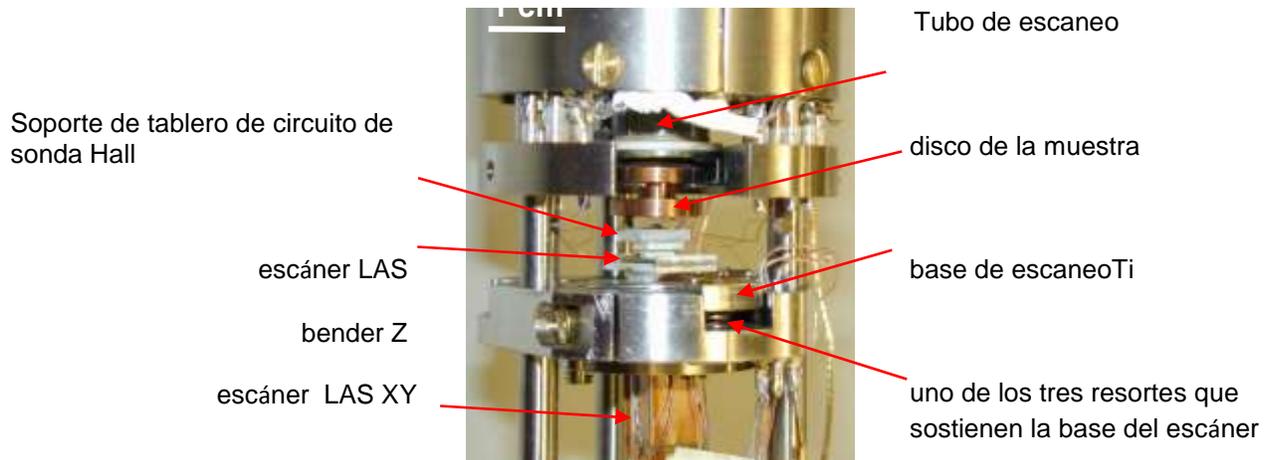


Figura 2.3: Los dos escáneres separados del cabezal del microscopio. En la parte superior hay un escáner de tubo, que se utiliza sólo para los movimientos bruscos. Sostiene un disco en el que se monta la muestra. En la parte inferior hay un escáner de mayor área que escanea la sonda a través de la muestra.

Un escáner de tubo se utiliza típicamente en la microscopía de barrido de túneles (STM) debido a su rigidez, simplicidad y tamaño compacto. El tubo piezoeléctrico SXM tiene 2" de largo y 0.5" de diámetro con una pared de 0.02". El electrodo exterior está seccionado en cuatro cuadrantes iguales: +X, +Y, -X, y -Y, que son dirigidos por amplificadores de alto voltaje separados de máxima salida  $\pm 225$  V. Adicionalmente, un quinto voltaje que no exceda los 75 V puede aplicarse simultáneamente al electrodo interno continuo (no segmentado) para lograr el movimiento en la dirección z. El rango máximo de exploración xy con el escáner de tubo es de 19,5  $\mu\text{m}$  a 4 K (según la calibración de Oxford). Los rangos de escaneo más grandes son a menudo convenientes en la microscopía magnética de barrido, así que utilicé el escáner de área grande para la obtención de todas las imágenes. El escáner de tubo sólo se utilizó para el movimiento brusco.

El movimiento brusco es un stick-slip inercial. Un disco de bronce fosforoso con un resorte de cobre y berilio se mantiene en ligera compresión en una ranura en la base del tubo piezoeléctrico como podemos observar en la figura 2.3. La muestra (o sonda) se monta en este disco. Para el movimiento brusco  $xy$ , se aplica una forma de onda de tensión asimétrica a los cuadrantes X o Y del tubo piezoeléctrico. La onda es tal que el tubo se mueve lentamente en la dirección del movimiento brusco deseado llevando consigo el disco, entonces el tubo se desplaza rápidamente de vuelta dejando el disco atrás. La ranura que sujeta el disco permite un movimiento  $xy$  brusco de aproximadamente 3 mm. El resorte debe estar adecuadamente ajustado para que el movimiento brusco funcione correctamente, de lo contrario el disco no se moverá o tenderá a la rotación.

En un momento dado, el movimiento de stick-slip  $xy$  comenzó a fallar en una y luego dos de las cuatro direcciones ( $\pm X$  &  $\pm Y$ ). La inspección del tubo piezoeléctrico reveló que los electrodos se desprendían de los cuadrantes piezoeléctricos. Los electrodos habían sido recubiertos con aislante Kapton<sup>®</sup> y parece que los ciclos térmicos repetidos agrietaron el barniz, que luego se desprendió junto con el electrodo. Los cambios térmicos rápidos  $>5$  K/min son malos para los piezos, sin embargo el calentamiento y enfriamiento del SXM no fue típicamente más rápido que 3 K/min. Reemplacé el escáner de tubos por un nuevo ensamblaje de Oxford que intencionalmente tenía barniz sólo en lugares esenciales, y no tuve más problemas con el movimiento brusco de  $xy$ .

Para el movimiento brusco de  $z$ , el escáner de tubo completo se desplaza arriba y abajo en tres cilindros de cuarzo huecos, cada uno conectado a una pila piezoeléctrica. La onda de voltaje asimétrica se aplica a estas pilas piezoeléctricas para lograr un movimiento inercial de stick-slip de todo el ensamblaje del tubo de escaneo en el que está montada la muestra (o la sonda). El rango completo de  $z$  es cercano a 1 cm, sin embargo a baja temperatura descubrí que el movimiento brusco de  $z$  funcionaba de manera confiable sólo en un rango restringido. Por esta razón fue necesario acercar inicialmente la muestra a la sonda a unos 90 K antes de enfriarla a temperaturas más bajas para asegurar que la sonda estuviese dentro del rango.

Cerca del disco de la muestra hay tomas para hacer conexiones eléctricas a la muestra y a la sonda. Estas tomas están unidas a 4 pares trenzados blindados (8 cables en total) y 2 coaxiales que se extienden hasta la parte superior de la varilla. Estas conexiones, así como las conexiones de voltaje piezoeléctrico y los cables al termómetro Cernox, abandonan la cámara de muestras a través de conectores herméticos al vacío en la parte superior de la varilla. También conecté la varilla para 6 conexiones adicionales de

muestra/sonda. Estos cables están en pares trenzados sin blindaje en la parte superior de la varilla donde salen a través del conector del termómetro y utilizan cables adicionales en el cable de control de temperatura. Los cables no están bien blindados o en pares trenzados fuera del espacio de la muestra, pero son adecuados para algunas aplicaciones cuando son necesarias conexiones adicionales.

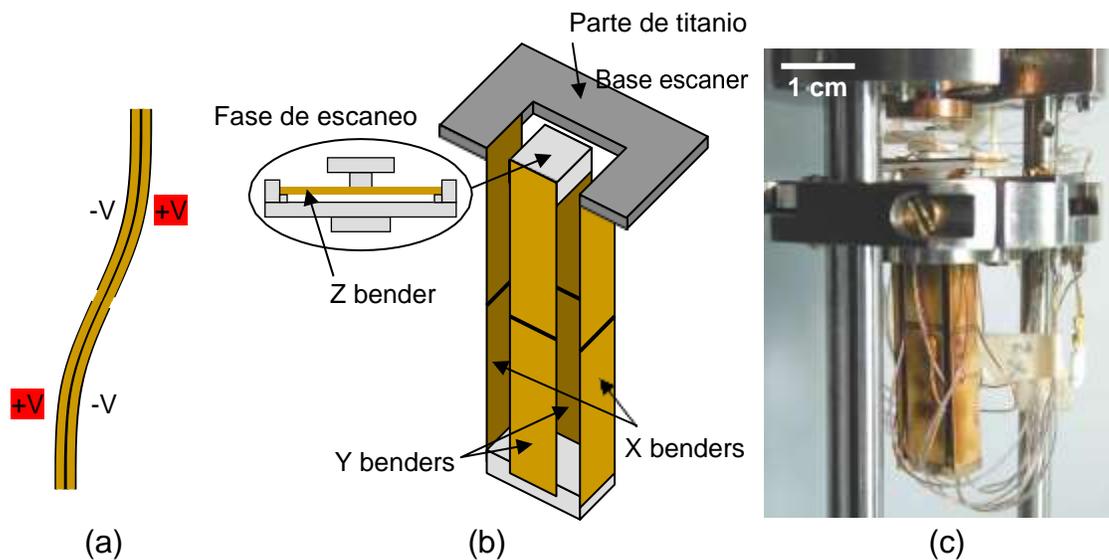


Figura 2.4: Escáner de gran área construido en un diseño S-bender como demostrado originalmente por Siegel et al. (1995). a) Vista lateral de una de los benders XY. Los voltajes opuestos en los 4 electrodos lo doblan en forma de "S". (b) Dibujo del escáner de área grande (no a escala). El conjunto de la etapa de escaneo que se muestra por separado se adjunta a la pieza superior de Macor<sup>®</sup>. (c) Foto del escáner de área grande SXM.

## 2.3 Escáner de gran área

La sonda fue explorada con un escáner de gran área (LAS) diseñado especialmente para alcanzar un rango de exploración mayor que el posible con el escáner de tubo. Este escáner consiste en cuatro benders piezoeléctricos 1.5" para X e Y y una 0.75" para Z. Los benders tienen una cuña central de latón con piezocerámica a ambos lados. Cada bender XY tiene cuatro electrodos de manera que cuando se aplican voltajes opuestos el bender hace una forma de "S" como se muestra en la figura 2.4(a). El escáner está configurado en un esquema de diseño demostrado originalmente por Siegel et al. (1995). Véase la figura 2.4(b&c).

La parte inferior de los cuatro benders XY están unidos a una pieza de Macor $\otimes$ r. La parte superior de los benders X están fijados a una base de titanio del escáner, que está conectada al cuerpo principal del microscopio.

La parte superior de los benders Y está pegada a otra pieza de Macor $\otimes$ r a la cual el bender Z y la platina de escaneo están conectados. La sonda (o muestra) se monta en esta etapa. De esta forma se consiguen movimientos X e Y independientes aplicando voltajes + y - equivalentes a los benders X o Y. El bender Z tiene dos electrodos y está montado horizontalmente con ambos extremos fijos. Un lado está conectado a tierra mientras que el otro se suministra con un máximo de  $\pm 150$  V. Esto permite un movimiento Z independiente. Una etapa  $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$  Macor $\otimes$ r es montada en el bender Z y la configuración de la sonda está pegada a esta etapa.

La placa de titanio a la que se fijan los benders X está unida al cuerpo principal del microscopio por tres resortes. Esta placa se puede inclinar mediante tres tornillos de fijación que controlan las extensiones de los resortes con el fin de ajustar la alineación sonda-muestra. A temperatura ambiente el LAS se mueve  $\sim 0.6\ \mu\text{m}/\text{V}$  en X e Y, donde el voltaje es la diferencia de voltaje entre los electrodos + y -. A 4 K el movimiento disminuye a  $\sim 0.11\ \mu\text{m}/\text{V}$ . El rango de barrido a 4 K es limitado por la diferencia de voltaje a la que los piezos comienzan a arquearse. Descubrí que esto sucede en escaneos mayores de  $60\ \mu\text{m} \times 60\ \mu\text{m}$ , o una diferencia de voltaje  $> 270$  V ( $\pm 135$  V en los electrodos opuestos). Al bombear He a través del espacio de muestra con el compresor SOGEVAC, la presión medida por un calibrador cerca de la bomba es de varios Torr, lo cual me han dicho que es una mala presión de helio para el arqueado. Se podría lograr un mayor rango de escaneo cambiando a benders más largos.

### **2.3.1 Resonancias piezo y ruido vibracional**

Estudí las frecuencias de resonancia y el ruido vibratorio del LAS a temperatura ambiente al comienzo de mi investigación. Estas mediciones se hicieron con el microscopio en el criostato y el criostato suspendido por cuerdas elásticas como durante el barrido, pero la bomba no estaba conectada. La modalidad más baja del escáner es de  $\sim 40$  Hz.

Las resonancias fueron estudiadas mediante el montaje de trozos de oblea de silicio en la platina de escaneo paralela a los benders piezoeléctricos X e Y. Se utilizó un vibrómetro Polytec Serie 3000 para hacer rebotar un láser en el Si y así medir su velocidad. Los electrodos + de los benders X e Y fueron conducidos, una dirección a la

vez, con un pequeño voltaje sinusoidal de 10 mV a la frecuencia  $f$ , y se registró la respuesta de velocidad a  $f$ . Esta medición se hizo para un rastreo de  $f$  para dar la respuesta del escáner como una función de la frecuencia. La respuesta de velocidad medida por el vibrómetro fue convertida en amplitud dividiéndola entre  $2\pi f$ . La respuesta del LAS en  $\mu\text{m}/\text{V}$  se muestra en la figura 2.5 en función de la frecuencia de accionamiento.

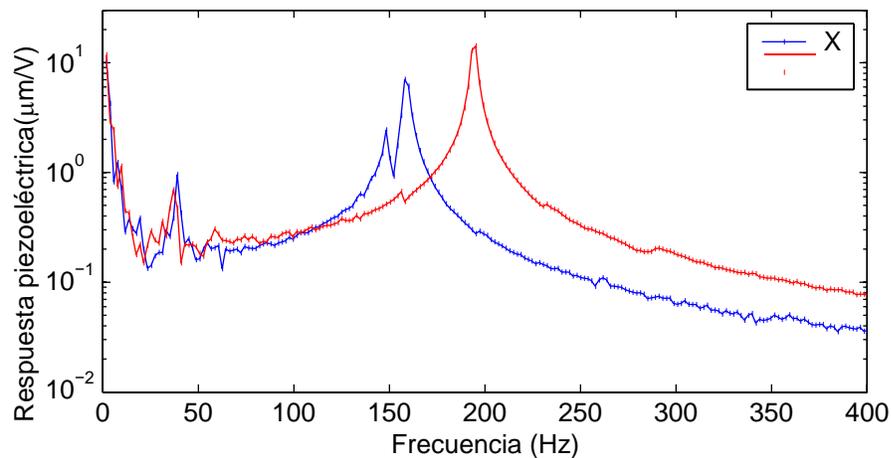


Figura 2.5: Resonancias del LAS. El movimiento del LAS en X (Y) se midió con un vibrómetro mientras se aplicaba un voltaje sinusoidal de 10 mV a los electrodos + de los benders X (Y) para un barrido de frecuencias.

El primer modo está justo por debajo de 40 Hz tanto para X como para Y, y también aparece un gran pico de resonancia a 158 y 195 Hz para X e Y respectivamente. Los datos de baja frecuencia ( $<75$  Hz) de la figura 2.5 no son claros. Otros datos con un voltaje de accionamiento más alto sugieren que todo, excepto el pico cerca de 40 Hz, es sólo ruido a estas frecuencias más bajas.

La frecuencia a 40 Hz de resonancia es una limitación en la velocidad de exploración. No obstante, por lo general no tomé escaneos con la sonda Hall más rápidos de 1 Hz (por línea) para buenas imágenes y 3 Hz para imágenes de prueba, según lo limitado por el esquema de medición de la sonda Hall (detallado en la sección 3.6). El voltaje de accionamiento piezoeléctrico es una onda triangular, lo que significa que hay frecuencias más altas al principio y al final de una línea de exploración. Si se deseara un escaneo más rápido, podría ser necesario implementar una función de voltaje de escaneo piezoeléctrico diferente que desacelere cerca de los extremos y, por lo tanto, gire más gradualmente para minimizar las frecuencias más altas. Sin embargo, en nuestros escaneos de baja frecuencia esto no ha sido un problema.

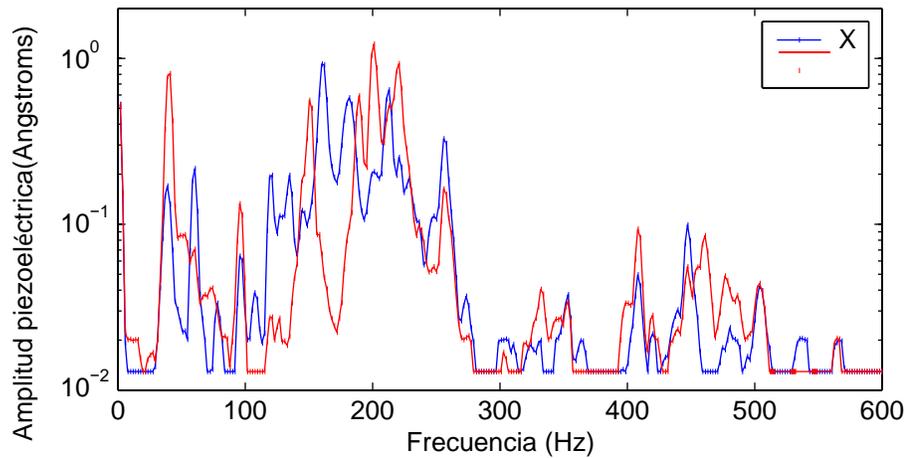


Figura 2.6: Espectro de frecuencia de la amplitud de la vibración piezoeléctrica para los benders X e Y del LAS. La amplitud se obtuvo de la diferencia de voltaje producida por los benders. Los datos son planos en  $0.013 \text{ \AA}$  debido a una configuración de sensibilidad insuficiente en el analizador de espectro.

También hice mediciones del espectro vibratorio de los benders X e Y del LAS. Cuando se le aplica un voltaje a un material piezoeléctrico este se expande o se contrae. En el caso de un bender, este se dobla cuando un lado se expande y el otro se contrae. Por el contrario, si un bender es doblado mecánicamente se producirá un voltaje. Sin voltaje de accionamiento, realicé una medición de los espectros de frecuencia del voltaje entre los electrodos + y - en los benders X e Y y los convertí en unidades de distancia usando la calibración piezoeléctrica a temperatura ambiente de  $0,67 \mu\text{m/V}$ .

Los espectros de los benders X e Y son mostrados en la figura 2.6. Las amplitudes son sorprendentemente reducidas, solo unos pocos picos están por encima o cerca de una amplitud de pico  $1 \text{ \AA}$ . Este método de medición sólo considera los modos relacionados con la curvatura piezoeléctrica. No es de extrañar que haya más picos en los datos de vibración que en los de resonancia. Nótese que los picos de resonancia aparecen claramente también en los datos de vibración.

### 2.3.2 Calibración piezoeléctrica

Es importante conocer la calibración de un escaner piezoeléctrico para poder convertir voltios en distancias dentro del rango de temperatura de interés. Los piezoeléctricos pueden despolarizarse con el tiempo, lo que reduce su movimiento por aplicación de voltaje. El arco eléctrico también puede causar despolarización y disminución del coeficiente piezoeléctrico. Por esto es importante poseer una forma conveniente para calibrar periódicamente el escáner.

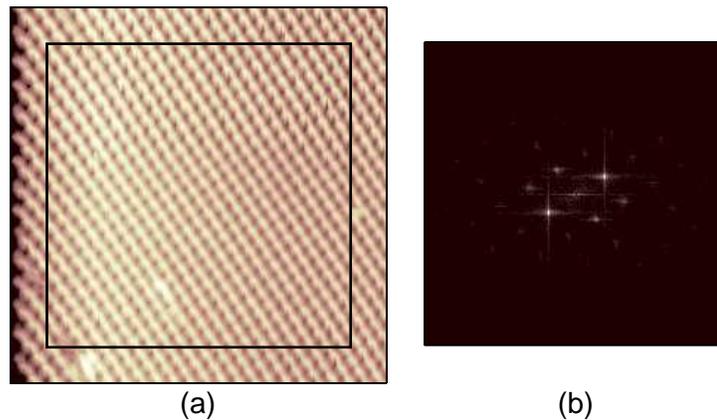


Figura 2.7: Imagen STM y FFT de una cuadrícula de calibración de oro. a) Imagen STM en  $T = 10,3$  K de una cuadrícula dorada con un espacio de  $1 \mu\text{m}$ . Las diferencias de voltaje aplicadas a los benders X e Y fueron de  $112,5$  V a  $+112,5$  V para el escaneo. b) FFT de la porción de la imagen (a) dentro de la caja de cultivo.

Lo ideal sería utilizar una muestra magnética para calibrar un escáner de microscopio magnético de forma que no sea necesario cambiar la sonda. No he encontrado una muestra magnética adecuada para la calibración XY y en cambio utilicé el SXM como un STM para obtener imágenes de una cuadrícula de oro calibrada. El bender Z fue calibrado a partir de imágenes de un vórtice en un superconductor con una pequeña profundidad de penetración en las que el vórtice parecía un monopolo.

## Calibración XY

Para la calibración XY utilicé inicialmente una muestra con bits magnéticos alternos de espaciado conocido (mostrados en la figura 1.4(b)). Esta muestra era un buen punto de partida, pero no permitía una calibración independiente de las direcciones X e Y en simultáneo. No hay ninguna razón a priori para que las calibraciones sean exactamente iguales para las dos direcciones.

Las calibraciones simultáneas de los piezos X e Y se lograron mediante la imagen STM de una cuadrícula de oro de  $1 \mu\text{m}$ . En la figura 2.7 se muestra una imagen STM de baja temperatura de la cuadrícula y una Transformada discreta de Fourier (FFT) 2D. La imagen está ligeramente distorsionada en los bordes del escaneo, particularmente en el borde izquierdo. Esta imagen fue tomada de izquierda a derecha con escaneos de línea vertical de abajo a arriba. La FFT se tomó para una región recortada de la imagen como se muestra, dejando afuera los bordes distorsionados. De esta manera, las calibraciones obtenidas son más precisas para los rasgos alejados de los bordes de una imagen.

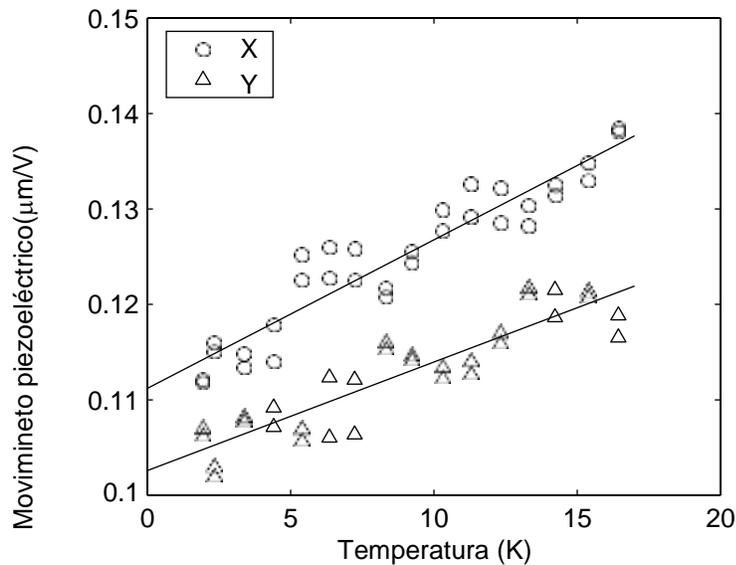


Figura 2.8: Datos de calibración de baja temperatura para el escáner de gran área (LAS) obtenidos a partir de imágenes STM de una cuadrícula de oro. Los dos puntos de datos por temperatura son de imágenes de líneas de escaneo delanteras y posteriores. Los ajustes lineales dan las funciones de calibración utilizadas para convertir el tamaño de la imagen de la sonda de escaneo a micrones para  $T < 20$  K.

Las imágenes STM de la cuadrícula de oro fueron tomadas a una gama de temperaturas. Los vectores base de la cuadrícula Fourier-espacio pueden obtenerse a ojo a partir de la FFT 2D a ojo a partir de la FFT 2D o usando un guión de ajuste escrito por Hendrik Bluhm que ajusta a los gaussianos a los picos en Fourier-espacio incluyendo los armónicos. Las calibraciones X e Y son fácilmente obtenidas en  $\mu\text{m}/\text{V}$  a partir de los vectores base. La figura 2.8 muestra la calibración a baja temperatura más reciente realizada con este método. La calibración parece escalonada en temperatura debido al número limitado de píxeles en el Fourier-espacio discreto. Sin embargo, las imágenes fueron tomadas a múltiples temperaturas, por lo que los ajustes a estos datos no deberían verse significativamente sesgados por la falta de resolución en el Fourier-espacio. Para este rango de baja temperatura  $< 20$  K, la calibración parecía de temperatura lineal, por lo que utilicé ajustes lineales como los mostrados en las calibraciones X e Y. Obsérvese que las calibraciones no son las mismas para X e Y.

Lo ideal sería tener una cuadrícula magnética que se pudiera fotografiar fácilmente con la sonda Hall, de modo que sólo se tuviera que cambiar la muestra y no la sonda para realizar la calibración.

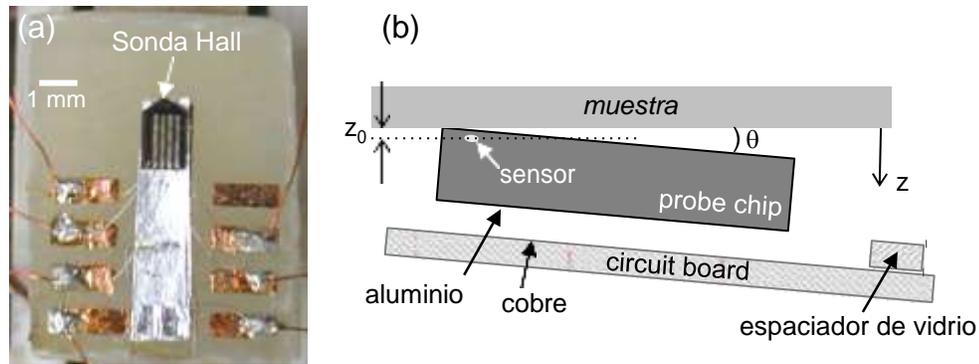


Figura 2.9: El montaje de la sonda Hall. (a) La sonda se monta en papel de aluminio que forma un condensador de placa paralela con una almohadilla de Cu subyacente para el control de la altura. Las uniones de cables de Al hacen la conexión eléctrica a la sonda. (b) Esquema de la vista lateral del montaje de la sonda de Hall, no a escala. El ángulo de alineación  $\theta$  afecta a la altura mínima  $z_0$  del área activa de la sonda sobre la muestra.

Hendrik Bluhm y yo experimentamos con una calibración usando la sonda Hall para obtener una imagen del campo magnético de la corriente en un meandro de alambre diseñado con bucles de  $5 \mu\text{m}$  de espaciado. No fuimos capaces de ver nada en las imágenes de esta muestra, debido tal vez a rupturas en el meandro o a una mala alineación. Una muestra ideal sería una cuadrícula de rasgos pequeños y fuertemente magnetizados.

## Calibración Z

El bender Z del LAS fue calibrado a partir de imágenes de la sonda Hall de un vórtice aislado en un superconductor con profundidad de penetración  $\lambda \sim 70 \text{ nm}$ . Hendrik Bluhm tomó estas imágenes para un rango de alturas de la sonda cambiando el voltaje aplicado al bender Z. Ajusté las imágenes del vórtice al modelo de monopolo (ver Apéndice A.1) y extraje el parámetro  $(z + \lambda)$ , donde  $z$  es la altura de la muestra sobre la superficie. Los datos resultantes del voltaje de  $z$  versus bender Z fueron bastante lineales y dieron  $6,8 \text{ nm/V}$ , o  $2,0 \mu\text{m}$  para el rango completo de Vz de  $-150$  a  $+150 \text{ V}$  a  $4,4 \text{ K}$ .

## 2.4 Montaje de sonda y muestra

Se muestra la sonda Hall montada en un tablero de circuito pequeño en la figura 2.9(a).

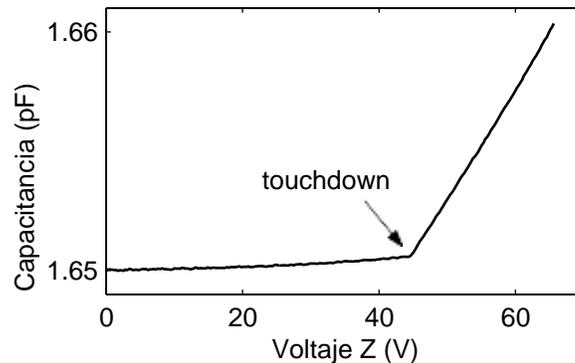


Figura 2.10: Curva de capacitancia para el posicionamiento  $z$  de la sonda y de muestra. Capacitancia de la placa paralela versus voltaje aplicado a los piezos Z del LAS y del escáner de tubo a temperatura ambiente.

Este tablero de circuito está montado en la fase LAS. La sonda Hall está encolada con barniz GE en el extremo de un trampolín de papel de aluminio. El papel de aluminio está unido a un espaciador de vidrio de  $160\ \mu\text{m}$  de grosor que está montado en una almohadilla de cobre que se extiende a lo largo del papel de aluminio. Esto crea un condensador de láminas paralelas de  $\sim 1\ \text{pF}$  (ver Figura 2.9(b)). Las láminas de cobre y aluminio del condensador están conectadas por medio de coaxiales blindados separados a un puente de capacitancia analógica de General Radio 1615-A. El puente se ejecuta con un bloqueo SR530. La desviación de la sonda Hall y por lo tanto también de la lámina se muestra como un cambio en la capacidad eléctrica. De este modo, la ubicación de la superficie de la muestra en la dirección  $z$  puede determinarse a partir de la capacidad eléctrica versus el barrido de tensión  $Z$ . El punto en el que la capacidad eléctrica comienza a aumentar abruptamente indica la posición  $z$  en la que la sonda toca la muestra. Véase la figura 2.10 para un ejemplo de la curva  $C$  versus la curva  $V_z$ . A baja temperatura el punto de contacto puede determinarse con una precisión de  $<10\ \text{nm}$ . Sin embargo, si la muestra o la sonda están cargadas, puede haber una fuerza de atracción que haga que la sonda se encaje o una fuerza de repulsión que retrase el contacto. Estas situaciones disminuyen la precisión en la medición de  $z$  de la posición de la muestra.

La señal de capacitancia eléctrica también puede utilizarse para obtener un mapa topográfico crudo operando con la sonda ligeramente presionada contra la muestra. Esto puede ser útil para determinar si hay puntos desiguales en la superficie. Lo ideal es que la

superficie de la muestra sea lisa y plana. La sonda y la muestra rara vez están perfectamente alineadas, por lo que hay un ángulo entre el plano de barrido de la sonda y el plano de la superficie de la muestra. Esto se compensa con una caja de circuitos analógicos de fabricación casera que proporciona una tensión Z correspondiente a un plano como una función de las tensiones piezoeléctricas X e Y. Las pendientes  $m_x$  y  $m_y$  del plano son controladas por perillas de potenciómetro y los valores se obtienen comprobando los puntos de contacto en la superficie para 3 o más lugares dentro del área de la imagen.

Un inconveniente sobre el modo en que la sonda y la muestra están montadas es que no es posible ajustar con precisión tanto el ángulo de la sonda como el ángulo del plano de escaneo del LAS a la superficie de la muestra. Esto se debe a que la sonda y no la muestra está conectada al escáner, y el ángulo entre la sonda y el plano de escaneo no se puede ajustar con precisión (está determinado por el ángulo de la lámina de aluminio). Los tres tornillos de inclinación del LAS permiten ajustes finos del plano de escaneo, pero si se ajusta en paralelo a la superficie de la muestra, a menudo el ángulo de la sonda Hall con respecto a la muestra es demasiado grande o demasiado pequeño. Una solución sería montar la sonda en el disco de la muestra que es sostenido por el escáner de tubo y mantenido inmóvil, y montar la muestra en la platina del LAS. Esto tiene dos grandes inconvenientes que exceden el problema de la alineación. En primer lugar, no es tan fácil cambiar de muestra como cuando la muestra está montada en el disco. En segundo lugar y más fundamental es que este dispositivo escanearía la muestra en lugar de la sonda. Para muchas muestras esto no sería un problema, pero los vórtices observados en los estudios del YBCO considerablemente infradopado eran a veces bastante móviles, especialmente los "parciales" tratados en el Capítulo 6, y el movimiento de los vórtices podría ser inducido por el escaneo de la muestra.

La conexión eléctrica a la sonda Hall se realiza con la unión de cables de aluminio de las almohadillas de cobre del tablero de circuito (Figura 2.9(a)) hasta el extremo de las almohadillas de contacto de la sonda Hall más alejadas de la punta de la misma. En el caso de muestras grandes es importante unir los cables tan lejos de la punta como sea posible, ya que el ancho de cable de 0,001" es el factor limitante del ángulo entre la sonda y la muestra. Muchos de los cristales de  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$  eran más pequeños que la sonda de Hall y, por lo tanto, las uniones de los cables podían colgar del borde de la muestra y no representaban un problema. Por lo general, pulí el papel de aluminio en el que estaba montada la sonda para hacerlo más delgado y reducir así su constante de resorte y minimizar la fuerza entre la sonda y la muestra al tocarla. De todas formas, resultó evidente que las uniones de alambre a la sonda Hall fueron la contribución más significativa a la constante del resorte. Se soldaron finos cables de cobre a las

almohadillas de los tableros de circuitos y se conectaron en el otro extremo a los enchufes del microscopio. El cable elegido era el más delgado posible con el que trabajar para asegurar que los cables no obstaculizaran el escaneo de la sonda.

## 2.5 Hardware y software de barrido

El escaneo y movimiento brusco se hizo con el sistema comercial TOPS 3 de Oxford Instruments<sup>2</sup>. Inicialmente también utilicé el hardware y el software de TOPS y la computadora incorporada para la adquisición de datos. Más tarde pasé a tomar datos en una computadora separada porque TOPS causaba problemas de ruido a la sonda Hall.

El sistema TOPS tiene 5 amplificadores de alto voltaje: +X, -X, +Y, -Y, y Z. Los cuatro amplificadores XY tienen un rango completo de  $\pm 225$  V y el amplificador Z está configurado para  $\pm 150$  V pero la amplitud máxima puede ser ajustada. (Recientemente aumenté esta amplitud Z a partir de  $\pm 75$  V para permitir escaneos de áreas más grandes sin maximizar el plano de entrada.) Las formas de onda de movimiento brusco también son producidas y controladas por el sistema TOPS. . TOPS tiene 8 entradas diferenciales analógico-digitales para registrar la señal del sensor. Brian Gardner escribió un buen programa para introducir imágenes del formato de datos de TOPS a MABLAB<sup>®</sup>.

Dejé de adquirir datos con el sistema TOPS después de notar el ruido relacionado con el escaneo en Imágenes de la sonda Hall en 2002. Véase la figura 2.11. El ruido era sistemático, ya que aparecía en intervalos de la señal a fracciones del tamaño de la exploración, el más prominente a  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$  y  $\frac{3}{4}$  de la línea de escaneo. Para eliminar el ruido intrínseco de  $1/f$  de la sonda Hall, las imágenes se toman rápidamente y se promedian juntas. Sin embargo, el promedio simplemente sacó a relucir este ruido de paso de la exploración TOPS.

El ruido también se encontraba sutilmente presente en las primeras imágenes tomadas con una sonda Hall de 2  $\mu\text{m}$ , pero en aquel entonces la toma de datos aún no estaba optimizada y dominaba otro ruido. Nunca fui capaz de señalar la causa de este ruido de paso, aunque parecía que había un problema significativo de conexión a tierra con las entradas A/D del sistema TOPS.

---

<sup>2</sup> El sistema TOPS ya no es producido.

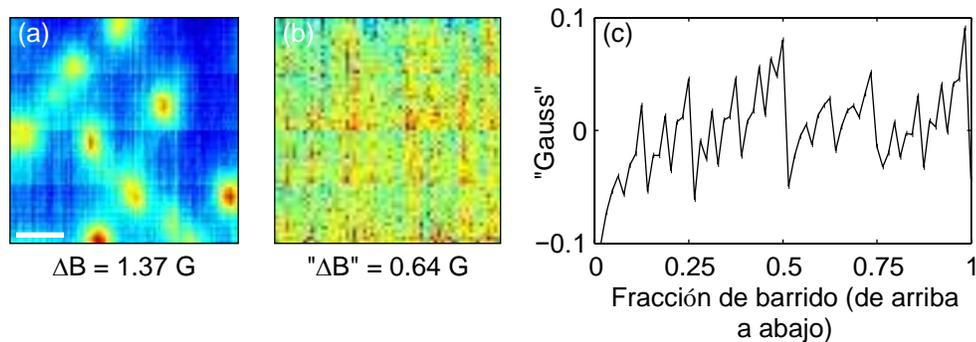


Figura 2.11: Escalones de ruido en las imágenes debido a la electrónica TOPS. a) Imagen de los vórtices en un cristal de  $T_c = 8,3 \text{ K}$  YBCO a  $T = 2,2 \text{ K}$ . Los saltos horizontales son causados por la electrónica de adquisición de datos. La imagen fue tomada con líneas de escaneo verticales y es un promedio de 20 imágenes. b) Imagen de nada para examinar los saltos de ruido. Promedio de 10 imágenes. (c) Gráfico de la media de cada fila de la imagen (b), mostrando claramente los escalones de ruido. Nota: La raya vertical en las imágenes se debe al ruido de baja frecuencia intrínseco a la sonda Hall.

La modificación de la amplificación no cambió la relación señal-ruido, y la colocación de un amplificador de aislamiento entre la salida de la sonda Hall (desde un lock-in) y las entradas A/D no solucionó el problema. Superé este problema evitando el sistema TOPS completamente para la entrada de datos. Escribí un programa MABLAB $\otimes$  para tomar los datos usando una computadora separada con una tarjeta A/D mientras TOPS controlaba el movimiento de escaneo. Mi programa registra los voltajes aplicados por TOPS a los piezos X, Y, y Z y se activa en cada nueva línea de escaneo y registra la señal de la sonda Hall. Cuando el bloqueo de la sonda Hall no está conectado en absoluto a TOPS el ruido de paso no está presente.

El esquema de toma de datos anterior, aunque exitoso, es engorroso y requiere entradas de parámetros de escaneo redundantes por parte del usuario. Otro problema de ruido con TOPS ocurrió cuando se usó un SQUID de escaneo. El resultado del SQUID se volvió mucho más ruidoso cuando el sistema TOPS estaba encendido. Por estas dos razones sería aconsejable para un futuro usuario implementar un nuevo sistema de escaneo, tal vez completamente casero.



## Capítulo 3

### Sondas Hall de barrido submicrónico

Además de la implementación del microscopio de sonda de barrido Hall (Capítulo 2) y su utilización para estudios de obtención de imágenes de vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado (Capítulos 4-6), también fabriqué sondas Hall de barrido submicrónico a partir de gas de electrones bidimensional (2DEG) de GaAs/AlGaAs. Las sondas más pequeñas de dicha fabricación eran litográficamente de  $0,5 \mu\text{m}$ , un factor de cuatro más pequeño que las sondas precedentes utilizadas, y permitieron medir el tamaño aparente del vórtice (Capítulo 5) y la obtención de imágenes parciales del vórtice (Capítulo 6) en el YBCO.

Hay numerosas cualidades a considerar cuando se selecciona y desarrolla un sensor magnético de barrido: resolución espacial, sensibilidad del campo magnético, facilidad de interpretación, grado de preparación de la muestra, rango de temperatura y campo, y velocidad dinámica. Los tres sensores utilizados en el Laboratorio Moler (MFM, SQUIDS y sondas Hall) se compararon en la Sección 1.1.1 y en la Tabla 1.1. Las principales ventajas de las sondas Hall son que miden directamente el campo magnético, que pueden hacerse al menos tan pequeñas como  $\sim 100 \text{ nm}$ , que no son invasivas y que funcionan en un amplio rango de temperaturas (0-300 K).

Este Capítulo presenta una breve descripción del efecto Hall, detalla mi fabricación de las sondas Hall de  $0,5\text{-}2 \mu\text{m}$  con compuertas y, por último, describe las mediciones de ruido realizadas en estas y otras sondas posteriores. Mis sondas mejoraron la resolución espacial del microscopio de sonda de barrido Hall al cuádruple, y la adición de una compuerta con conexión a tierra sobre el área activa mejoró la calidad de la imagen mediante la eliminación de los campos eléctricos locales. Los estudios de ruido de las sondas de exploración Hall, que varían en tamaño desde  $0,13 \mu\text{m}$  a  $10 \mu\text{m}$ , muestran que la sensibilidad del campo disminuyó para las sondas más pequeñas, pero la sensibilidad de flujo aumentó.

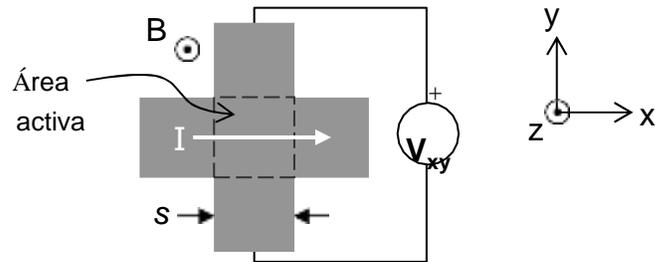


Figure 3.1: La cruz de Hall. El voltaje  $V_{xy}$  de Hall es proporcional a la corriente  $I$  en la dirección  $x$  y el componente  $z$  del campo magnético dentro del área activa.

Esto sugiere que se podrían fabricar sondas Hall de menos de 100 nm sin comprometer la sensibilidad de flujo.

### 3.1 El efecto Hall

Las sondas Hall se basan en el principio simple del efecto Hall descubierto por Hall (1879). Si se coloca un conductor portador de corriente eléctrica en un campo magnético perpendicular, aparece una tensión transversal (la tensión Hall  $V_{xy}$ ) debido a la fuerza de Lorentz sobre los portadores de carga. Esta tensión es proporcional a la corriente y al campo, e inversamente proporcional a la densidad de portadores  $n$  del conductor. El efecto Hall es a menudo utilizado para determinar  $n$  y el signo de la carga portadora en un material, sin embargo también puede ser utilizado para medir un campo magnético si se conoce  $n$ . La geometría básica de una sonda Hall, la cruz de Hall, se muestra en la figura 3.1.

La ecuación para el efecto Hall<sup>1</sup> en tres dimensiones viene dada por

$$V_{xy} = -\frac{I_x B_z}{n_{3D} q t}, \quad (3.1)$$

donde  $q$  es la carga de los portadores de corriente y  $t$  es el espesor del conductor en la dirección  $z$ . La disminución de  $n_{3D}$  aumenta la respuesta del voltaje de Hall a los cambios en el campo magnético. Nuestras sondas Hall están hechas de un conductor

<sup>1</sup> Seeger (1997) es una buena referencia para mayores detalles sobre el efecto Hall.

bidimensional (descrito en la sección 3.3) con una densidad de portadores sumamente reducida.

En 2D la ecuación de efecto de Hall se convierte en

$$V_{xy} = \frac{I_x B_z}{n_2 D e} = R_H I_x B_z, \quad (3.2)$$

con los portadores de carga considerados electrones ( $q = -e$ ) y el coeficiente Hall definido como  $R_H = (n_2 D e)^{-1}$ .

La discusión precedente ha asumido una distribución constante del campo  $B$  e ignorado cualquier efecto de los cables de voltaje en el flujo de corriente. Hay dos regímenes a considerar: el transporte difusivo, en el que el camino libre promedio de los portadores es mucho menor que las dimensiones de la sonda Hall, y el transporte balístico, en el que el camino libre promedio es mucho mayor que las dimensiones de la sonda.

En el límite difusivo, la densidad de corriente se extiende parcialmente en los cables de voltaje, y duplica aproximadamente el área efectiva de la sonda (Bending y Oral). Si el campo magnético varía en una escala de longitud mucho más pequeña que las dimensiones de la sonda Hall, debe calcularse una función de respuesta del voltaje de la sonda Hall al campo magnético no homogéneo para poder interpretar con precisión las imágenes de la sonda Hall. Bending y Oral (1997) calculan numéricamente la función de respuesta de la sonda Hall para el ejemplo del campo de un vórtice. Thiaville et al. (1997) han calculado una función de respuesta analítica de una cruz Hall idealizada (es decir, dos brazos rectos perpendiculares infinitos). Si el campo no varía significativamente en el área de la sonda Hall, entonces es razonable aproximar el campo como constante sobre el área de la sonda, con cierto suavizado debido al tamaño limitado de la sonda Hall. Además de las preocupaciones relativas a la resolución espacial, esto es una motivación adicional para hacer sondas Hall más pequeñas (de modo que la convolución del campo con la sonda sea mínima). En mi toma de imágenes del vórtice en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado, el campo  $B$  no varió rápidamente sobre el área de la sonda de  $0,5 \mu\text{m} \times 0,5 \mu\text{m}$  ubicada a una distancia  $>0,4 \mu\text{m}$  de la muestra, por lo que aproximé la convolución del campo con la sonda como simplemente el campo promedio sobre el área de la sonda (es decir, la integral de la  $B$  sobre el área de la sonda, dividida entre el área de la sonda).

En el límite balístico, los portadores de carga principalmente no se dispersan mientras están en el área de la sonda. En este régimen el área activa es esencialmente sólo la intersección cuadrada de los conductores de corriente y voltaje en una geometría de sonda

idealizada. Peeters y Li (1998) calcularon la respuesta de una sonda balística Hall en presencia de un campo magnético no homogéneo y encontraron que en los campos magnéticos bajos la respuesta Hall está determinada sencillamente por el campo promedio en la región de la cruz. No obstante, el comportamiento indeseable para las mediciones típicas de la sonda Hall, es decir, la desactivación fluorescente de RH, puede ocurrir en el régimen balístico. De manera simplificada, la desactivación fluorescente en campos pequeños ocurre porque el campo no dobla la trayectoria de los portadores lo suficiente como para que entren en los cables de voltaje. Ford et al. (1989) hicieron cruces de Hall de varias geometrías en el límite balístico y observaron la desactivación fluorescente, la mejoría e incluso la HR negativa. Por lo tanto, es conveniente hacer sondas Hall en el régimen difusivo, es decir, a partir de un material con una trayectoria libre media efectiva menor que las dimensiones de la sonda.

Hay otra desviación de la cruz de Hall idealizada en la figura 3.1 que debería ser mencionada. En los sistemas bidimensionales de gas de electrones a partir de los cuales a menudo se suelen fabricar las sondas Hall la densidad portadora  $n2D$  no es constante a lo largo de la sonda, sino que alcanza un pico en el centro y cae por los extremos. Esto es más significativo en sondas más pequeñas ya que la longitud de caída de  $n2D$  se hace comparable al tamaño de la sonda. En sondas muy pequeñas, el pico central de  $n2D$  puede ser suprimido por debajo del volumen de  $n2D$ . Debido a que el  $n2D$  no es constante es necesario medir el coeficiente Hall efectivo de cada sonda. La variación espacial de la densidad del portador es otra motivación para hacer sondas más pequeñas con objeto de minimizar la complicada convolución (y la deconvolución del procesamiento de imágenes) del campo magnético capturado con el perfil de densidad desconocida de la sonda.

### **3.2 Motivación para las sondas Hall de segunda generación**

La primera generación de sondas Hall en el Laboratorio Moler tenía nominalmente  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  de áreas activas definidas por litografía óptica y grabado húmedo. Estas sondas fueron fabricadas principalmente por Kathryn Moler en el IBM Yorktown en obleas de GaAs/AlGaAs cultivadas por David Kisker. Hice los contactos en estas sondas, que se muestran en la figura 3.2. Utilicé estas sondas Hall de primera generación con éxito para obtener imágenes de vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado mientras buscaba  $2\Phi_0$  vórtices como discutido en la Sección 4.2. Si bien estas sondas eran suficientemente adecuadas para determinar si un vórtice transportaba flujo  $2\Phi_0$  o  $\Phi_0$ , hubo dos razones principales para hacer una segunda generación de sondas Hall

optimizadas para futuros experimentos.

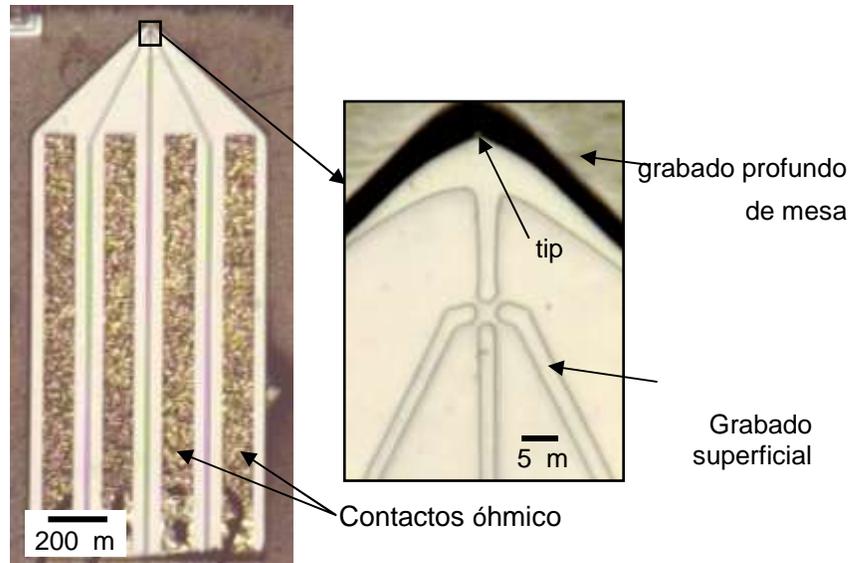


Figura 3.2: Sondas Hall  $2 \mu\text{m}$  de primera generación

La primera era el deseo de una mejor resolución espacial, en particular para estudiar los perfiles de campo de los vórtices, y la segunda era incluir una compuerta sobre el área activa para filtrar los campos eléctricos interferentes.

La resolución espacial de una imagen magnética es aproximadamente  $\sqrt{s^2 + h^2}$ , donde  $s$  es el tamaño del área activa de la cruz de Hall y  $h$  es la altura del sensor sobre la muestra. Para obtener la mejor resolución espacial, tanto  $s$  como  $h$  deben ser minimizadas. Además, al hacer que  $s$  sea comparable o menor que las variaciones espaciales del campo fotografiado, es menos importante tener en cuenta la convolución del campo con la geometría del área activa y las variaciones espaciales  $n2D$ , ya que ambas no son fáciles de medir. Para la segunda generación de sondas Hall, fabricué sondas con  $s$  litográficamente tan pequeñas como  $0,5 \mu\text{m}$ . La altura mínima de la sonda viene determinada por la profundidad  $d$  del área activa bajo la superficie, la distancia  $l$  entre el área activa y la punta, y el ángulo  $\theta$  entre la sonda y la muestra por la relación  $h_{\text{min}} = d + l \sin \theta$  para ángulos pequeños.<sup>2</sup> Para disminuir  $h$ , hice  $l \approx 8 \mu\text{m}$  para las sondas

<sup>2</sup> Para las sondas con una compuerta que recubre la punta (como las que se discuten aquí), el grosor del metal de la compuerta también aumenta el  $h_{\text{min}}$ .

de  $0,5 \mu\text{m}$ , tres veces menor que para las sondas de la primera generación.

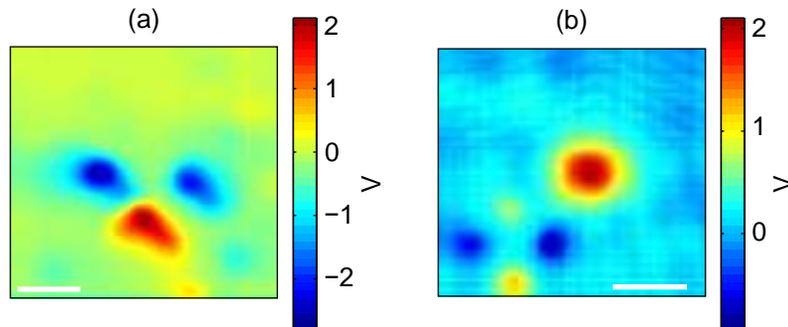


Figura 3.3: Patrón de carga eléctrica cuádruple en imágenes tomadas con una sonda Hall de  $2 \mu\text{m}$  sin compuerta. (a) En una película delgada de LSCO. El lóbulo superior no apareció en este caso (ver texto). Ancho de la imagen  $12,8 \mu\text{m}$ . (b) Junto a un vórtice (centro) en un cristal de YBCO. Anchura de la imagen  $14,4 \mu\text{m}$ .

La necesidad de una sonda Hall con compuertas se hizo evidente después de tomar imágenes de muestras que tenían corrientes vagabundas en la superficie. Con frecuencia, con sólo tocar o arrastrar la sonda Hall por la superficie se dejan atrás partículas cargadas, posiblemente de polvo de GaAs. Las imágenes de la Figura 3.3 muestran el típico patrón cuádruple, que creemos que es el resultado de campos eléctricos localizados que alteran la densidad de portadores de la sonda Hall cuando las esquinas del área activa pasan sobre una partícula cargada. Investigaciones posteriores con arreglos alternos de los conductores de corriente y voltaje en la cruz de Hall fueron consistentes con esta explicación. La imagen de la Figura 3.3(a) no muestra el lóbulo superior, quizás debido al ángulo de la sonda o a la geometría específica de la misma, aunque se observó un cuarto lóbulo en este lugar cuando se probaron las disposiciones de voltaje de corriente alterna (no transversal). Esta perturbación del campo eléctrico puede interferir con la cartografía deseada del campo magnético. Cuando sólo hay una gran partícula cargada es fácil distinguir los efectos E y B (por ejemplo, el vórtice de la figura 3.3(b) sigue siendo obvio a pesar del patrón cuádruple en la parte inferior izquierda). En algunos casos, sin embargo, las cargas eléctricas oscurecieron la medida de interés, como en las imágenes que tomé de la respuesta de un anillo YBCO a un campo B aplicado que se muestra en la figura 3.4. Afortunadamente, en esos datos fue posible restar las contribuciones del campo E. El problema de las corrientes vagabundas se solucionó poniendo una fina puerta conectada a tierra en la parte superior de la sonda Hall para proteger los efectos de los campos eléctricos sin perturbar la medición magnética.

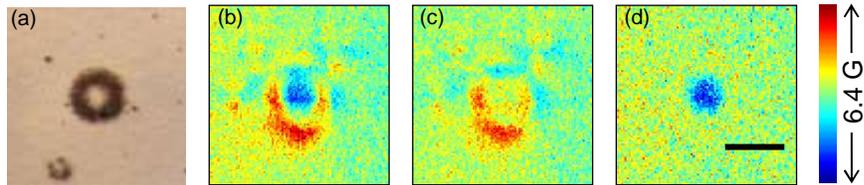


Figura 3.4: Imagen de un anillo YBCO óptimamente dopado oscurecido por las cargas eléctricas, tomada con una sonda Hall sin compuerta de  $2\ \mu\text{m}$ . El anillo fue enfriado a  $T = 70\ \text{K}$  en campo cero. (a) Imagen óptica de un anillo de película delgada de YBCO fabricado por Rafael Dinner. (b) Imagen  $V_{xy}$  en bruto en un campo  $B$  aplicado de  $6,5\ \text{G}$ . (c) Imagen  $V_{xy}$  en bruto en un campo  $B$  aplicado de  $0$ . Todas las características de esta imagen de campo cero se deben a que las cargas eléctricas locales perturban la densidad de portadores de la sonda Hall. d) Imagen en limpio del anillo que blindo el campo aplicado de  $6,5\ \text{G}$  obtenido restando (c) menos (b).

### 3.3 GaAs/AlGaAs 2DEG

El material elegido para las sondas Hall es una heteroestructura de GaAs/AlGaAs con un gas electrónico bidimensional (2DEG) justo bajo la superficie. Este material es deseable porque la densidad de portadores ( $n_{2D}$ ) del 2DEG a bajas temperaturas puede configurarse de forma muy reducida durante el proceso de crecimiento de la heteroestructura ajustando el número de dopadores. Además, la movilidad ( $\mu$ ) puede ser muy alta, disminuyendo la resistencia de los cables.

Nuestras sondas Hall de primera y segunda generación fueron fabricadas en obleas cultivadas mediante deposición química de vapor por David Kisker, anteriormente en IBM. Este 2DEG se encuentra a  $140\ \text{nm}$  por debajo de la superficie de las obleas. La estructura de las obleas se muestra en la figura 3.5. Nuestra tercera generación de sondas Hall fueron fabricadas por Clifford Hicks en un 2DEG menos profundo ( $40\ \text{nm}$  de profundidad) cultivado por Hadas Shtrikman usando el crecimiento epitaxial por haces moleculares en el Instituto de Ciencia de Weizmann (WIS). Estas nuevas sondas se describen brevemente en la Sección 3.4.5. La estructura del 2DEG del WIS se muestra en la Figura 3.6 junto con un diagrama de la banda de conducción.

Los 2DEG están diseñados de tal manera que la banda de conducción forme una hoja de electrones en una interfaz GaAs/AlGaAs (Figura 3.6). El grosor de esta hoja perpendicular a las capas es estrecho, confinando los electrones a dos dimensiones y exhiben una física bidimensional.

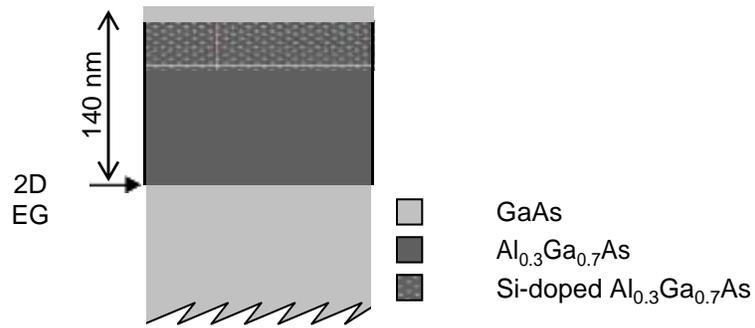


Figura 3.5: Estructura 2DEG de nuestras sondas Hall de primera y segunda generación. La capa inferior de GaAs que se muestra no es la oblea base, sino que también se cultiva por deposición química de vapor para conseguir un sustrato de alta calidad. Cultivada en IBM por David Kisker.

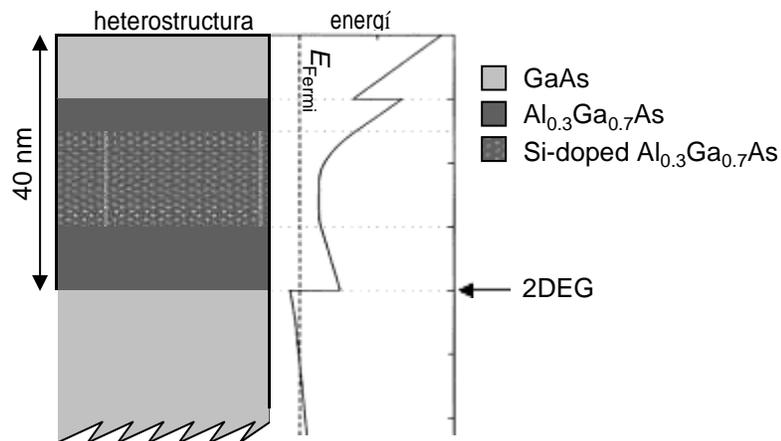


Figura 3.6: Estructura 2DEG cultivada en Weizmann por Hadas Shtrikman para las sondas de tercera generación. También se muestra la energía de la banda de conducción (cálculo realizado por Clifford Hicks).

Tabla 3.1: Propiedades de las dos heteroestructuras 2DEG de GaAs/AlGaAs usadas para nuestras sondas Hall. También se indica la gama de tamaños de cruces litográficos de las sondas (de trabajo) que fabricamos de cada estructura.

Valores de masa (a 4 K)	Estructura IBM (David Kisker)	Estructura Weizmann (Hadas Shtrikman)
Profundidad 2DEG	140 nm	40 nm
movilidad 2D de la densidad de los portadores	$5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ $5 \times 10^4 \text{ cm}^2/\text{Vs}$	$4 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ $3 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{Vs}$
camino libre sin promediar	$0.6 \mu\text{m}$	$3 \mu\text{m}$
tamaños de sonda Hall	0.5 a $2 \mu\text{m}$	0.13 a $10 \mu\text{m}$

Sobre el 2DEG hay una capa espaciadora de  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  infradopado seguida por una capa de  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  dopado con silicio en la cual los átomos de Si actúan como donantes de electrones para el 2DEG y los iones de Si crean la flexión de banda necesaria. La presencia de la capa espaciadora reduce significativamente la dispersión de impurezas. En la parte superior hay una cápsula de GaAs que termina la estructura para prevenir la oxidación del Al.

La tabla 3.1 proporciona algunas propiedades de las estructuras de IBM y WIS. Obsérvese que el recorrido libre medio de la masa (que se calculó a partir de los demás parámetros) es mayor que algunas de las dimensiones de la sonda. Pero todas las sondas mostraron RH constante respecto al campo (medido para campos bajos de hasta unos pocos cientos de Gauss), lo que indica que el camino libre medio efectivo en el área activa se redujo por debajo del valor de masa y estuvimos siempre en el régimen difusivo. La sonda más pequeña de 130 nm hecha a partir del WIS 2DEG tenía un coeficiente Hall  $\sim 30\%$  más alto que el de las sondas mucho más grandes, lo que significa que el promedio de  $n_{2D}$  se redujo de manera cuantificable por debajo del valor de masa en esta sonda más pequeña.

La profundidad del 2DEG es el límite final de la distancia  $h$  entre la sonda y la muestra. La profundidad también limita el tamaño  $s$  de la sonda Hall que puede ser fácilmente fabricada debido al agotamiento de 2DEG junto a un límite (discutido en la Sección 3.4.1). Por lo tanto, para una buena resolución espacial es conveniente comenzar con un 2DEG poco profundo. La profundidad de 140 nm del 2DEG de IBM no es muy superficial según los estándares actuales. Se han cultivado 2DEGs tan poco profundos como 20 nm (Goldhaber-Gordon et al. 1998), y también se están explorando 2DEGs

superficiales como el InAs.

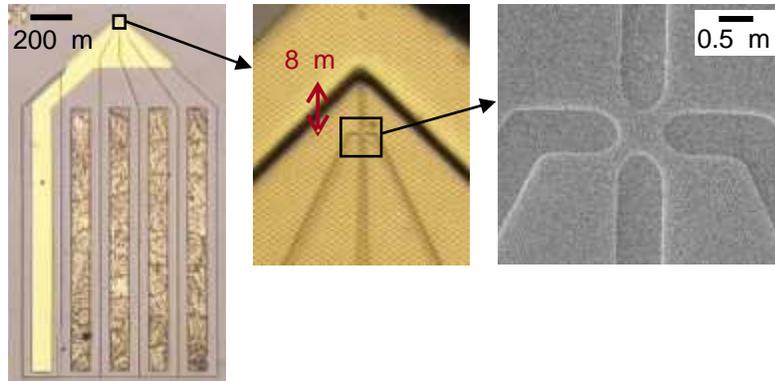


Figura 3.7: Sondas Hall de segunda generación. Aquí se muestra una con una cruz de 0,5  $\mu\text{m}$ . El pulido manual final (para acercar el borde a la punta de la mesa profunda) aún no se había hecho en la sonda de la imagen de la izquierda.

Los 2DEG de GaAs/AlGaAs menos profundos son más difíciles de crecer con fiabilidad y pueden ser más ruidosos ya que la capa espaciadora es forzada a ser más pequeña y los dopadores están más espaciados. Nuestra tercera generación de sondas Hall pudieron hacerse con dimensiones litográficas tan pequeñas como 130 nm porque fueron hechas en el WIS 2DEG de 40 nm más superficial.

### 3.4 Fabricación de la sonda Hall

En 2001 fabriqué nuestra segunda generación de sondas Hall (Figura 3.7) en la Stanford Nanofabrication Facility (SNF) y en el laboratorio de microfabricación estudiantil de Ginzton. Las áreas activas de la cruz de Hall tenían un tamaño litográfico que iba desde 0,5  $\mu\text{m}$  hasta 2  $\mu\text{m}$ . La fabricación consta de cuatro fases en un trozo de oblea ligeramente mayor de 1 cm  $\times$  1 cm: definición del área activa mediante litografía de haz electrónico y grabado en seco, definición de contacto óhmico, grabado de mesa profunda para definir una punta cercana al área activa y evaporación de una compuerta para tamizar los campos eléctricos. Estos pasos son descritos a continuación. Una vez completados los pasos de fabricación, las sondas fueron cortadas por American Precision

Dicing, Inc. en San José, CA<sup>3</sup>. Antes del barrido, la sonda se pule manualmente para acercar el borde de la oblea a la punta de mesa profunda para minimizar la separación entre la muestra y la sonda.

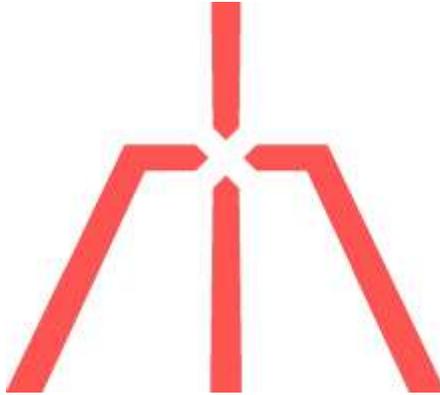


Figura 3.8: Ampliación del patrón de grabado superficial de la sonda Hall para una sonda Hall de 0,5  $\mu\text{m}$ .

### 3.4.1 Definición del área activa

El primer paso en la fabricación de las sondas submicrónicas de Hall es definir la cruz de Hall. Esto se hace agotando el 2DEG con un grabado cuidadosamente trazado. La litografía para este paso se hizo en el SNF con el sistema de litografía de haz electrónico Hitachi HL-700F, seguido de un grabado seco poco profundo en el grabador ECR Plasma Quest. El grabado no tiene que estar completamente a nivel de 2DEG para agotar el 2DEG. En algunas estructuras grabar sólo la superficie de GaAs puede ser suficiente para alterar la estructura de bandas lo suficiente como para agotar completamente el 2DEG subyacente. Los grabados menos profundos reducen la dispersión en los límites. Apunté a una profundidad de grabado de 80-100 nm en esta oblea de 140 nm de profundidad, ya que dicha profundidad había sido probada anteriormente.

El patrón de grabado superficial (figura 3.8) fue diseñado para utilizarse con una resistencia positiva. El patrón define dónde se expondrá la resistencia y subsecuentemente dónde se grabará la oblea y se agotará el 2DEG. Las esquinas se redondean un poco en la exposición y el grabado. El 2DEG también se agota a cierta distancia lateral más allá del grabado físico, lo que se denomina *ancho de agotamiento*, es decir, la profundidad del 2DEG para un grabado relativamente profundo. El efecto de la anchura de agotamiento en una sonda Hall se muestra de forma esquemática en la figura

---

<sup>3</sup> El GaAs se separa fácilmente a lo largo de los ejes de los cristales, por lo que las sondas generalmente pueden ser separadas a mano. Sin embargo, mi fabricación estaba ligeramente desalineada con los ejes de cristal y se requería trocear para preservar todas las sondas.

3.9. Una sonda es demasiado pequeña y no funcionará cuando las regiones de agotamiento se encuentren y supriman los cables que conducen a la zona activa. Dado que el ancho de agotamiento escala con la profundidad del 2DEG, las sondas más pequeñas se fabrican con mayor facilidad a partir del 2DEG menos profundo.

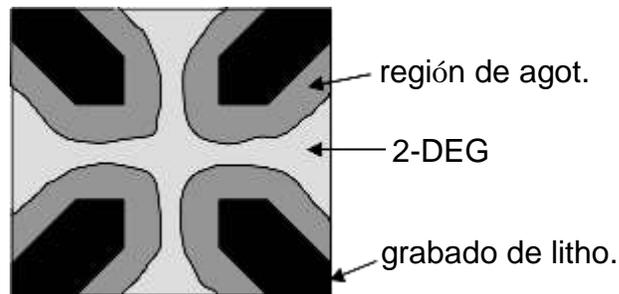


Figura 3.9: Efecto esquemático del ancho de agotamiento en una cruz de Hall de 2DEG.

(En teoría se pueden hacer sondas de un tamaño eficaz reducido de 2DEG profundo, pero el diseño del patrón de grabado superficial necesitaría ser altamente optimizado).

Los anchos de línea en el patrón (Figura 3.8) que definen el área activa fueron escalados con el tamaño de la cruz de Hall. Hice sondas con un rango de tamaños de la cruz de Hall ( $s$ ) de 0,5, 0,7, 1,0 y 2,0  $\mu\text{m}$  en un trozo de 1  $\text{cm}^2$  de oblea de 2DEG. Debido al ancho de agotamiento, la forma física del área activa de la cruz de Hall en el 2DEG se redondea y el tamaño es menor que el tamaño de la litografía. Una sonda litográfica de 0,5  $\mu\text{m}$  de este lote tiene un tamaño geométrico efectivo de aproximadamente  $s \approx 0,5 - 2(0,140) = 0,22 \mu\text{m}$ , donde supuse que el ancho de agotamiento es igual a la profundidad 2DEG de 140 nm. A mayor distancia del área activa, las líneas de grabado del patrón se ensanchan para asegurar el desarrollo, alcanzando un ancho de 5  $\mu\text{m}$  donde se extienden hasta la parte posterior de la sonda para aislar áreas de contacto separadas. Se incluyó un tabulador más ancho de 22,5  $\mu\text{m}$  en la parte posterior de una línea para poder utilizar un perfilómetro de superficie a fin de medir la profundidad de grabado.

Utilicé la resistencia Shipley UV5 porque es más resistente al grabado en seco que la PMMA.

Seguí este procedimiento para UV5:

1. Limpieza con tres disolventes (5 min. secuencialmente en acetona, metanol, isopropanol).
2. Quemar placa calefactora a 150°C 5 min.
3. Verter unas pocas gotas de resistencia fresca Shipley UV5 en el trozo de oblea.
4. Girar a 6000 RPM durante 30 segundos.
5. Horneado de pre exposición a 130°C placa calefactora 1 min.
6. Exponer el haz de electrones de 10 a 20  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ .
7. Horneado de post-exposición a 115°C placa calefactora 90 seg.
8. Revelar en el revelador Shipley LDD-26W por 45 seg.
9. Horneado duro en la placa calefactora a 145°C 3 min.

Es importante hornear y desarrollar la resistencia justo después de la exposición. Durante el recorrido del haz de electrones de estas sondas Hall usé 13-16  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  para los tamaños de las cruces de Hall más grandes y más pequeñas respectivamente. Se utilizaron exposiciones más bajas para los anchos de línea más grandes porque las regiones vecinas quedan parcialmente expuestas por el haz circundante debido al efecto de proximidad (Williams 1990, p. 143).

El siguiente paso en la definición del área activa fue el proceso de grabado en la oblea expuesta y desarrollada. Primero hice un descum de plasma de oxígeno en el Plasma Asher en Gintzon para eliminar cualquier resistencia residual que quedara en las regiones expuestas. No estaba claro si era necesario, pero podría haber ayudado a garantizar un grabado homogéneo. Luego corrí las obleas en el SNF Plasma Quest. El proceso fue 15 sccm Ar, 10 sccm  $\text{BCl}_3$ , y 3 sccm  $\text{Cl}_2$ , con una potencia de avance de RF a 35 y medición de la potencia reflejada

2.0. Grabé durante 40 segundos con la temperatura de la muestra  $\sim 23^\circ\text{C}$ , que dio una profundidad media de 85 nm. Este proceso fue elegido como un grabado no selectivo de GaAs/AlGaAs.

### **3.4.2 Contactos óhmicos**

El siguiente paso en la fabricación de la sonda Hall fue poner contactos óhmicos en las sondas que permitan hacer conexiones eléctricas al 2DEG. Utilicé una estructura de Ni-Au-Ge para los metales óhmicos. Se cree que durante el recocido de los contactos, los átomos de Ga se dispersan fuera de la oblea y los átomos de Ge se precipitan dentro de la oblea creando una conexión eléctrica con el 2DEG. El Ni actúa como una capa humectante y puede ser reemplazado por el Pt exitosamente (Lin y Lee 1990) en aplicaciones críticas donde no puede estar presente ningún material magnético.

Las cuatro almohadillas de contacto óhmicas por sonda eran de  $90\ \mu\text{m} \times 1500\ \mu\text{m}$  y pueden verse en la imagen más a la izquierda de la figura 3.7. Su aspecto moteado indica un recocido exitoso. La litografía óptica con un alineador de máscara de contacto Karl Suss MA-6 fue usada para definir estos grandes rasgos. El proceso de fabricación óhmica fue el siguiente:

1. Limpieza con tres disolventes.
2. Quemar placa calefactora a  $150^\circ\text{C}$  5 min.
3. Verter unas gotas de fotorresistencia fresca Shipley 3612 en la pieza.
4. Girar a 3500 RPM durante 35 segundos.
5. Horneado de pre exposición  $90^\circ\text{C}$  placa calefactora 1 min.
6. Quitar la resistencia de las esquinas con un hisopo de punta mojado con acetona.
7. Exponer en SNF Karl Suss durante 1,2 seg. (a  $15\ \text{mW}/\text{cm}^2$ ).
8. Revelar en el revelador Shipley LDD-26W durante 90 seg.
9. Descum de plasma de  $\text{O}_2$  en Ginzton 0.08 min. (Proceso 5).
10. Inmersión de HF justo antes de la evaporación, 15 seg. en 20:1 BOE.
11. Evaporación de las capas de metal Ni-Au-Ge.
12. Despegue en acetona.

La inmersión de HF se hace para extraer el óxido de modo que el metal se pegue. Después de la inmersión, sumergí la muestra en agua desionizada y la sequé. Puede que se produzca algo de óxido durante la inmersión rápida en agua desionizada, pero el HF es muy tóxico, así que pensé que era mejor enjuagar primero y luego secar. El metal fue evaporado por Tom Carver con un sistema de evaporación de haz de electrones en este orden:

Ni 40 Å  
Ge 100 Å  
Au 100 Å  
Ge 60 Å  
Au 240 Å  
Ni 160 Å  
Au 2500 Å

Después del despegue los óhmicos pueden ser recocidos. El recocido se hizo en el Rapid Thermal Annealer (RTA) en Ginzton. Los dos parámetros temperatura y tiempo pueden ser elegidos para el recocido y, en cierta medida, los aumentos en cualquiera de ellos tienen un efecto similar en el resultado. Para estas sondas Hall tuve que recocer a una temperatura alta de  $530^\circ\text{C}$  durante 40 seg. para obtener el aspecto moteado indicativo

de un buen recocido. Se trata de una temperatura significativamente más alta que la que utilicé en fabricaciones anteriores (475°C durante 30 seg.) y que la que se utiliza en la literatura (por ejemplo, Lin y Lee 1990). Las pruebas de Yu-Ju Lin y mis propias pruebas con piezas de GaAs falsas en este RTA alrededor de la misma época mostraron que las lecturas de temperaturas más bajas no eran suficientes para el recocido de los contactos.

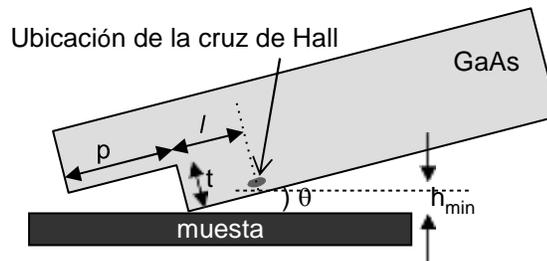


Figura 3.10: Esquema del grabado profundo de la profundidad  $t$ . El chip de GaAs se pule manualmente a una distancia  $p$  de la punta de mesa, lo suficientemente cerca como para que para todos los ángulos de alineación posibles,  $\theta$ , la punta de mesa y no la esquina del chip toque la muestra. El área activa de la sonda Hall es  $l$  de la punta. La distancia mínima de la sonda de la muestra  $h_{min}$  se determina por  $l$ ,  $\theta$ , y la profundidad de 2DEG.

El ACR podría haber necesitado una re calibración. El aspecto de los contactos cambia de un metal liso a un aspecto burbujeante o texturizado después de un recocido adecuado. Esto es presumiblemente causado por los átomos de Ga que se dispersan fuera de la oblea y a través del metal.

El recocido puede hacerse después del despegue, o posponerse hasta después del grabado profundo de mesa. Lo hice después del grabado profundo de mesa para que las sondas estuvieran aisladas eléctricamente unas de otras, permitiéndome probar los contactos inmediatamente después del recocido. El recocido debe hacerse antes de la evaporación de la puerta, para no recocer la puerta. Una simple prueba de buenos óhmicos es comprobar que no se rectifican, o se puede hacer un patrón de prueba para medir cualquier resistencia de contacto (Williams 1990, p. 234-8).

### 3.4.3 Grabado profundo de mesa

El siguiente paso en la fabricación es un grabado profundo de mesa para definir el contorno de toda la sonda. Este grabado profundo es importante porque permite acercar el área activa a la muestra. El borde de mesa está cerca del área activa y define una punta que tocará la superficie de la muestra cuando esté correctamente alineada. En la figura 3.10 se muestra un esquema de la sonda con un grabado profundo de profundidad  $t$ . Con un grabado profundo de varios micrones, sólo es necesario pulir mecánicamente el chip

de GaAs a varias decenas de micrones de la punta de mesa profunda, reduciendo las tensiones de pulido en la sonda.

Los pasos de la litografía para el grabado profundo son los mismos que los descritos para los contactos ohmicos, es decir, los pasos 1-8 seguidos por un horneado a 110 °C por 60 segundos en la placa calefactora después del revelado. La receta del grabado húmedo es de DeSalvo et al. (1992) y es una proporción de 4:1:10 por volumen de una mezcla de ácido cítrico, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (concentración del 30%), y agua. La mezcla de ácido cítrico es una mezcla 1:1 de ácido cítrico anhidro y agua por peso, o en mi caso una mezcla 1.187:1 por peso de monohidrato de ácido cítrico y agua. La relación 4:1:10 de la solución fue elegida por su no selectividad de GaAs y AlGaAs. Se pueden utilizar otras proporciones para un grabado selectivo (DeSalvo et al. 1992). La tasa de grabado es  $\sim 0.14 \mu\text{m}/\text{min}$ . La solución se graba verticalmente y lateralmente a aproximadamente la misma velocidad, por lo que es importante considerar el grabado lateral al alinear el patrón de grabado profundo con la zona activa de la sonda Hall. La profundidad  $t$  debería ser de al menos  $2 \mu\text{m}$ . En la figura 3.10 podemos ver que para que la punta de la mesa toque la superficie de la muestra, la profundidad del grabado debe ser  $t > p \tan \theta$ . Por lo tanto, para no tener que pulir la oblea más cerca de  $p = 30 \mu\text{m}$ , y para que sea seguro para todos  $\theta \leq 3^\circ$ , necesitamos  $t > 1,6 \mu\text{m}$ .

#### **3.4.4 Compuerta de escaneo**

El último paso de fabricación de la sonda Hall es poner una compuerta de metal sobre el área activa. Su principal propósito es filtrar los campos eléctricos que pueden interferir con la señal magnética de Hall, como descrito anteriormente en la sección 3.2. La puerta está destinada a ser conectada a tierra, aunque también podría mantenerse a un voltaje fijo con respecto a la sonda Hall para alterar la densidad de portadores. Algunas de las posibles ventajas secundarias de la compuerta pueden ser la mejora de la robustez mecánica de la punta y su utilización como punta de microscopio de efecto túnel (STM).

La compuerta fue diseñada para superponer varios cientos de micrones de la sonda cerca de la punta y para extenderse sobre el borde profundo de mesa por decenas de micrones. En la pantalla, la puerta se extiende sobre el borde profundo de la mesa en  $20 \mu\text{m}$ . Se eligió esta distancia para que estuviera lo suficientemente cerca como para que el metal no se puliera al pulir manualmente la sonda para el barrido, pero lo suficientemente lejos como para asegurarse de que la punta estuviera cubierta (para uso de STM si se desea) y que cualquier barrera de margen de la evaporación del metal se mantuviera en la región profunda grabada. La compuerta puede verse en la figura 3.7. Se eligió el oro para el metal de la puerta, ya que no es magnético y fácil de unir con cables.

En primer lugar, se evaporó una fina capa de titanio como capa humectante para ayudar al oro a adherirse. Tom Carver recomendó 5-25 nm de espesor para la capa humectante. Con respecto al grosor total, es aconsejable tener una compuerta lo más delgada posible para no aumentar significativamente la altura mínima de exploración de la sonda Hall. Sin embargo, la compuerta debe ser más gruesa que la profundidad de grabado superficial (80-100 nm) para asegurar la continuidad.

Se utilizó la fotorresistencia positiva Shipley Megaposit SPR220-7, ya que es necesario cubrir completamente las sondas después del grabado de mesa profunda. Alteré el proceso de SNF de 7  $\mu\text{m}$  de resistencia aumentando la velocidad de rotación a 6500 RPM, dando 5,2  $\mu\text{m}$  de espesor. El proceso de la compuerta metálica es el siguiente:

1. Limpieza con tres disolventes.
2. Quemar placa calefactora a 150°C 5 min.
3. Verter unas gotas de fotorresistencia fresca Shipley 3612 en la pieza.  
Girar a 6500 RPM durante 35 segundos. (acel. 2000 en spinner Laurel).
4. Horneado a 90°C en placa calefactora por 200 segundos.
5. Quitar la resistencia de las esquinas con un hisopo de punta mojado con acetona.
6. Sobrexponer  $11.5 \pm 3$  segundos en SNF Karl Suss (a 15 mW/cm<sup>2</sup>).
7. Revelar en el revelador Shipley LDD-26W durante 1-2 minutos.
8. Descum de plasma de O<sub>2</sub> en Ginzton 0.08 min. (Proceso 5).
9. Inmersión de HF justo antes de la evaporación, 15 segundos. en 20:1 BOE.
10. Evaporación de titanio 125 °A seguida por 1250 °A de oro.
11. Despegue en acetona.

Tom Carver hizo la inmersión de HF y la evaporación.

Para un futuro procesamiento de la sonda Hall, puede tener sentido sacrificar la capacidad de STM (que nunca he usado) al no colocar la compuerta sobre el borde de la punta. Entonces el proceso de la compuerta puede hacerse antes del grabado profundo usando una resistencia mucho más delgada. Es ventajoso que la puerta cubra sólo un área muy pequeña del 2DEG alrededor de la cruz de Hall para reducir el acoplamiento entre la puerta y el 2DEG, sin embargo, no me di cuenta de eso cuando diseñé mi máscara.

Una preocupación para las compuertas en el 2DEG poco profundo es la filtración entre el 2DEG y la compuerta. Para las sondas Hall hechas con el 2DEG de 140 nm de profundidad, esto no es un problema en 4 K. Apliqué un voltaje entre la puerta y un contacto óhmico de la sonda Hall.

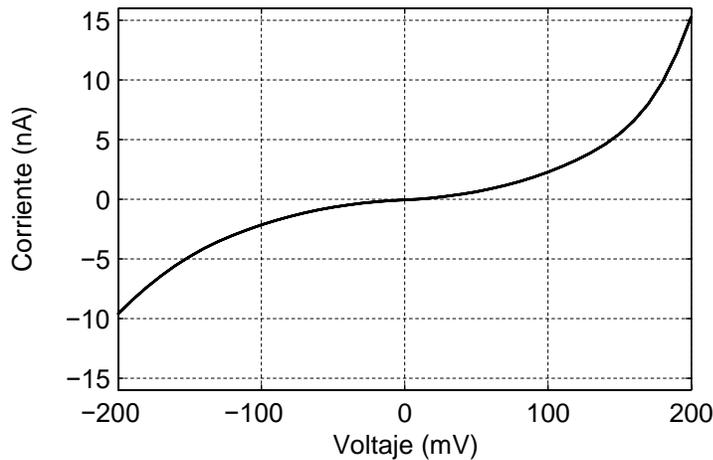


Figura 3.11: Filtración de la compuerta a 2DEG a  $T = 4$  K. Corriente de pérdida medida versus voltaje aplicado entre la compuerta y uno de los cables de la sonda Hall de la sonda de  $0,5 \mu\text{m}$ . En un funcionamiento típico con una corriente de polarización de  $10 \mu\text{A}$ , la diferencia de tensión no supera los  $50$  mV. La curva era la misma para todos los cables de la sonda Hall.

Véase la figura 3.11. Para una diferencia de voltaje de hasta  $100$  mV, la corriente de fuga era sólo de unos pocos nA. La resistencia típica entre dos almohadillas de sondas Hall es de  $10 \text{ k}\Omega$  a  $4 \text{ K}$ . Como mi compuerta cubre una gran área, podemos asumir con pesimismo que la compuerta cubre la totalidad de este cambio de resistencia. Entonces para mi corriente de polarización de operación típica de  $10 \mu\text{A}$ , la máxima diferencia potencial entre el 2DEG y la compuerta será de  $50$  mV cuando la compuerta esté conectada a tierra y la sonda Hall esté polarizada para mantener el área activa en el potencial de tierra. La fuga hacia la compuerta es  $<1$  nA o  $<0,01\%$ . Para los 2DEG menos profundos la fuga puede ser mayor, lo que aumenta la importancia de hacer la puerta lo más pequeña posible para que esté al mismo potencial que el 2DEG subyacente.

### 3.4.5 Fabricaciones posteriores

La tercera generación de sondas de barrido Hall en el Laboratorio Moler fue fabricada por Clifford Hicks en 2002 en el Instituto Weizmann. Véase la figura 3.12. Se hicieron varias mejoras de la segunda a la tercera generación. Las sondas de Cliff fueron hechas en GaAs/AlGaAs 2DEG cultivado por Hadas Shtrikman que tan solo tenía  $40$  nm de profundidad (Figura 3.6).

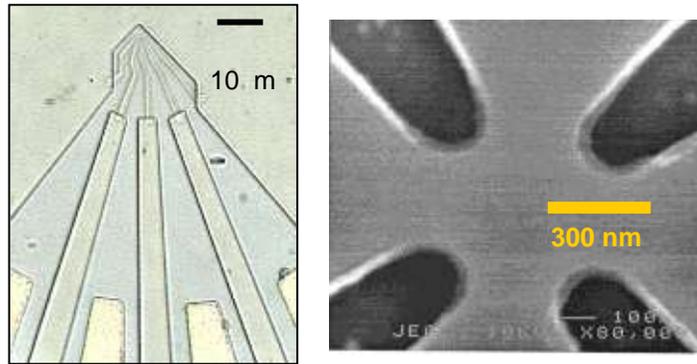


Figura 3.12: Tercera generación de la sonda Hall fabricada por Clifford Hicks. Las sondas tenían un tamaño de cruz de Hall de 130 nm a 10  $\mu\text{m}$ . Una imagen SEM de una cruz de 300 nm se muestra a la derecha.

Esta mejora reduce en 100 nm la altura mínima entre la sonda y la muestra en comparación con las sondas de segunda generación. El 2DEG de menor profundidad también hizo posible fabricar sondas Hall de trabajo más pequeñas. Cliff diseñó sondas con tamaños que iban desde 80 nm a 10  $\mu\text{m}$ , sin embargo las sondas menores de 130 nm no funcionaron. Estas sondas de tercera generación también tenían un patrón de grabado superficial que rodeaba a cada sonda para terminar suavemente el 2DEG en lugar de la terminación por el grabado profundo. Pensamos que esto podría reducir los dispersores en los límites. Por último, el diseño de la compuerta cubría un área mucho más pequeña del 2DEG subyacente. Esto es una ventaja porque el 2DEG cubierto por la compuerta tiene aproximadamente el mismo potencial, minimizando las corrientes de filtración y el acoplamiento capacitivo entre el 2DEG y la compuerta. El paso de la compuerta no se completó en estas sondas, sin embargo, y no han sido utilizadas para el barrido.

### 3.5 Sensibilidad de la sonda Hall

En la segunda parte de este Capítulo describiré las mediciones de ruido realizadas en las sondas de Hall de la segunda y tercera generación. Disminuir el tamaño de la sonda Hall es conveniente para mejorar la resolución espacial. Sin embargo, también puede cambiar las características del ruido. Deseamos comparar las sondas pequeñas con las grandes y también comparar las sondas hechas de 2DEG de GaAs/AlGaAs profundos (140 nm) y superficiales (40 nm). Los datos mostraron que mientras que el ruido de campo aumenta con la disminución del tamaño de la sonda Hall, el ruido de flujo mejora con un tamaño de sonda más reducido, hasta la sonda más pequeña de 130 nm.

### 3.5.1 Fuentes de ruido en sondas Hall 2DEG

Idealmente, el voltaje de Hall se relaciona con la corriente y el campo magnético por la expresión  $V_{xy} = R_H IB$ . Sin embargo, en realidad hay otras contribuciones a  $V_{xy}$ . En el dominio del tiempo, el voltaje medido es expresado con más precisión como

$$V_{xy}(t) = I(R_{HB} + R_{\text{offset}} + R_{\text{noise}}) + V_{\text{preamp}} + V_{\text{Johnson}}. \quad (3.3)$$

La proporción señal-ruido en el dominio de la frecuencia es

$$SNR = \frac{IR_{HB}}{(IR_{\text{noise}})^2 + V_{\text{preamp}}^2}. \quad (3.4)$$

$R_{\text{offset}}$  es casi óhmico y se cree que es el resultado de una simetría imperfecta de la cruz de Hall definida litográficamente o del propio 2DEG. Típicamente  $R_{\text{offset}} \approx 50 \Omega$ .

$R_{\text{noise}}$  es un ruido resistivo que puede deberse a fluctuaciones en la densidad de portadores 2D o a la movilidad.  $V_{\text{preamp}}$  es ruido blanco de  $4 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$  por encima de 10 Hz, y  $V_{\text{Johnson}}$  es de los cables de voltaje de la resistencia y tiene una magnitud  $\sim 1.5 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$  para una típica  $R = 10 \text{ k}\Omega$  sonda Hall submicrónica a 4 Kelvin.

Un punto que vale la pena enfatizar es que nuestra principal fuente de ruido de la sonda Hall es el ruido resistivo. Como muestra la ecuación (3.4), la corriente de polarización  $I$  de la sonda Hall puede aumentarse para superar el preamplificador y el ruido del voltaje de Johnson. Pero una vez que el tamaño de  $I$  es lo suficientemente grande como para que el  $IR_{\text{noise}}$  sea el ruido de voltaje dominante, el aumento de la corriente no ayuda. De hecho, a altas corrientes  $R_{\text{noise}}$  se convierte en no-óhmico y aumenta con  $I$ . El calentamiento de  $I^2R$  también limita  $I$  y por lo tanto es preferible desde ese punto de vista, así como para reducir el ruido de Johnson, tener una baja resistencia  $R$  para los cables de la cruz de Hall. Un diseño cuidadoso de la sonda para minimizar el número de "cuadrados" y la elección de un material de alta movilidad  $\mu$  ayudan a minimizar  $R$ . Hay una corriente óptima (o rango de corrientes) que minimiza la SNR para una frecuencia dada. No es sorprendente que hayamos encontrado que esta corriente óptima es mayor en las sondas más grandes.

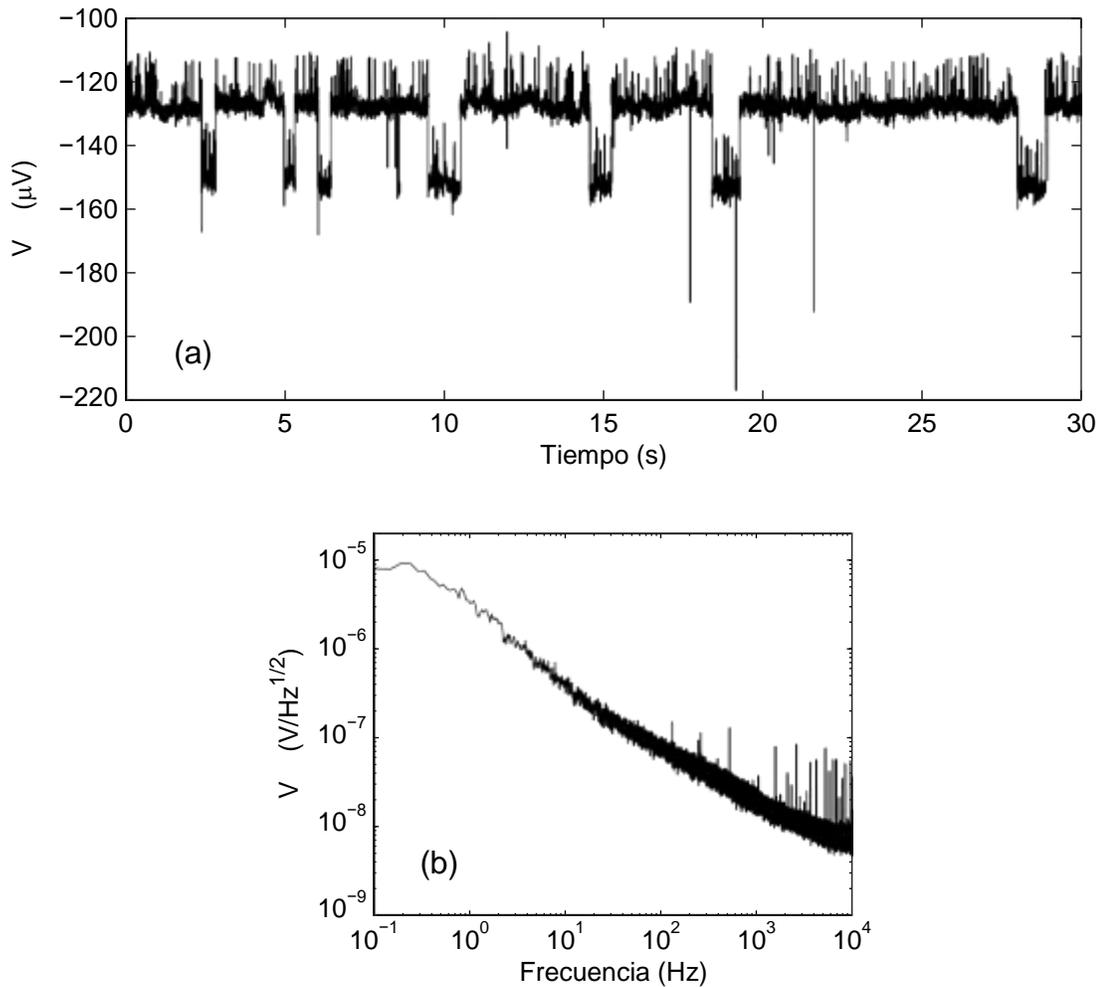


Figura 3.13: Ruido de telégrafo en una sonda Hall de 130 nm con  $I_{\text{bias}} = 3 \mu\text{A}$ . a) Trazo temporal. Dos eventos de conmutación con  $\Delta V_{xy}$  aproximadamente  $26 \mu\text{V}$  y  $15 \mu\text{V}$  son dominantes y tienen frecuencias diferentes. b) FFT de los datos de la traza del tiempo. El aplanamiento a baja frecuencia es el Lorentziano del mayor conmutador.

El ruido resistivo se manifiesta en las sondas Hall submicrónicas como ruido telegráfico en  $V_{xy}(t)$ . La figura 3.13 muestra una traza temporal (a) para la sonda Hall más pequeña (130 nm) en campo cero, y la transformación de Fourier (b) de la traza temporal. Se pueden ver dos "conmutadores" que causan el ruido del telégrafo. El ruido telegráfico de un solo conmutador es un Lorentz en el espacio de frecuencias. Si hay muchos conmutadores se convierte en  $1/f$  - como en el espacio de frecuencias (Kurdak et al. 1997).

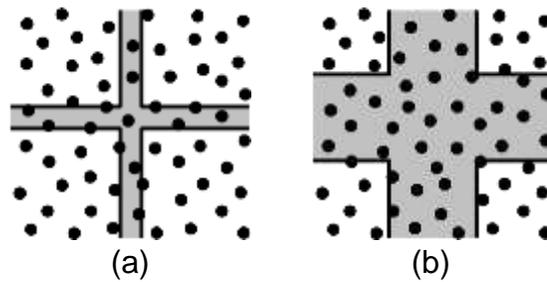


Figura 3.14: Esquema de los conmutadores (puntos) versus el tamaño de la sonda Hall. El área activa cruzada de Hall de la sonda pequeña en (a) tiene sólo un conmutador por encima de ella y exhibiría ruido telegráfico, mientras que la sonda grande en (b) tiene muchos conmutadores por encima del área activa que se combinarían para dar un ruido similar al de  $1/f$ .

Se sospecha que el ruido telegráfico es causado por cambios en la configuración remota de impureza o dopante. Una impureza o un dopante que cambie entre dos estados o posiciones constituiría un conmutador. Esto es consistente con nuestra observación del ruido telegráfico en las pequeñas sondas Hall y el ruido de tipo  $1/f$  en las sondas más grandes, como se ilustra en el esquema de la figura 3.14.

Los estados de conmutación pueden variar de un enfriamiento a otro. Las descargas eléctricas o los traumas físicos en la sonda Hall también pueden aumentar enormemente el  $R_{noise}$ . La sonda se recupera de este aumento de ruido con el ciclo de temperatura (típicamente a temperatura ambiente, aunque he visto una mejora después del ciclo sólo a 100 K). Exponer la sonda a fotones ópticos también puede ayudar a recuperar el estado de ruido mínimo, presumiblemente liberando portadores fotoinducidos atrapados. Para evitar descargas innecesarias, la sonda Hall está completamente conectada a la electrónica siempre que sea posible antes de que se enfríe. El trazo temporal de la sonda de 130 nm que se muestra en la figura 3.13(a) fue después de que la sonda fuese impactada inadvertidamente, por lo que sus pasos telegráficos son grandes.

### 3.5.2 Medidas de los espectros de ruido de la sonda Hall

Para caracterizar el ruido de la sonda Hall tomamos extensos espectros de ruido en cinco diferentes sondas Hall que varían en tamaño de entre 130 nm y 10  $\mu\text{m}$ . Cuatro de las cinco sondas eran de tercera generación, mientras que la sonda de 0,5  $\mu\text{m}$  era de segunda generación. Las propiedades básicas de las dos obleas 2DEG fueron dadas en la Tabla 3.1

Tabla 3.2: Resumen de las pruebas de ruido de la sonda Hall ( $T_4$  K).

tamaño ( $\mu\text{m}$ )	donde 2DEG	mejor $I_{\text{bias}}$ ( $\mu\text{A}$ )	Ruido de campo at $\sqrt{\text{Hz}}$ (G/ Hz)	Freq. ángulo (Hz)	Ubicación de la medida	Medido por
0.13	WIS	2	0.5	$10^4$	Sonda de inmersión refrigerador	Guikema
0.39	WIS	4	0.4	$10^3$	SXM	Björnsson
0.5	IBM	24	0.03	100		Guikema
1	WIS	15	0.01	500	Sonda de inmersión refrigerador	Gardner
10	WIS	200	0.002	$10^4$		Björnsson

Los detalles de cada sonda estudiada se muestran en la Tabla 3.2.

Hemos polarizado las sondas Hall con una corriente continua procedente de una caja de baterías en serie con una resistencia grande. Es ventajoso tener un gran voltaje de batería y una gran resistencia serie, porque así se minimiza el efecto de las incertidumbres o fluctuaciones en la resistencia de la sonda Hall sobre la corriente de polarización. Un gran voltaje con una gran resistencia también minimiza el ruido de disparo en la sonda Hall, aunque el ruido de disparo no es una fuente de ruido significativa aquí. La sonda de  $0,5 \mu\text{m}$  era la única sonda con una compuerta, de modo que para esa sonda la corriente de polarización se suministraba desde fuentes equilibradas de  $+6$  y  $-6$  V a través de resistencias variables igualmente grandes y la compuerta estaba conectada a tierra. Esto mantuvo el área activa de la cruz de Hall y la puerta al mismo voltaje, ignorando cualquier diferencia entre los cables de las resistencias de la sonda de Hall, lo que contribuiría a unos pocos mV. Es importante mantener la sonda y la compuerta al mismo voltaje porque si la diferencia de potencial es demasiado grande, se producirán filtraciones (véase la figura 3.11).

El voltaje Hall  $V_{xy}$  fue enviado primero a un pequeño preamplificador casero <sup>4</sup> con una ganancia fija de 210 en la parte superior del criostato o dewar. Se amplificaba de nuevo con un preamplificador SRS560, y luego se enviaba a un convertidor analógico-digital. Las marcas de tiempo y los espectros de transformación rápida de Fourier (FFT) se obtuvieron con un MABLAB<sup>®</sup> Topinka (con revisiones de Per Björnsson).

<sup>4</sup> El amplificador casero era un amplificador de instrumentación estándar de 3 amplificadores operacionales de Horowitz y Hill (1989, p. 425).  $R_1 = 100$ ,  $R_2 = 1\text{K}$ , los dos centrales  $R = 100$ , y los dos de la derecha  $R = 1\text{K}$ . Da una ganancia de 210.

Queríamos medir la densidad ideal de ruido de campo y la densidad de ruido de flujo para cada sonda, tanto en las frecuencias bajas como en las altas. Se midieron los espectros del voltaje Hall  $V_{xy}$  para un rango de corrientes de polarización. A partir de esto se determinó la densidad de ruido resistivo  $R_{xy} = V_{xy}/I_{bias}$  para cada valor de corriente. Esto fue convertido en densidad de ruido de campo magnético por  $B = R_{xy}/R_H$ , donde  $R_H$  es el coeficiente Hall calculado para cada sonda. Típicamente  $R_H \approx 0.12 \Omega/G$  para las sondas 2DEG IBM y  $R_H \approx 0.15 \Omega/G$  para las sondas 2DEG WIS más grandes, aunque la sonda más pequeña de 130 nm tenía una  $R_H$  mejorada  $\approx 0.20 \Omega/G$ . Para el estudio de rasgos magnéticos pequeños, el ruido de flujo y no el ruido de campo es la sensibilidad que nos concierne. Así pues, finalmente el espectro de ruido se convierte en densidad de ruido de flujo  $\Phi B = B s^2$ , donde  $s$  es el tamaño de la sonda Hall. Como se mencionó anteriormente, el tamaño efectivo de la sonda Hall es más pequeño que el tamaño litográfico  $s$  debido al agotamiento del 2DEG. No es sencillo determinar el verdadero tamaño de la sonda, por lo que he tomado conservadoramente  $s \times s$  como el área de la sonda, lo que sobrestima de alguna manera el ruido de flujo.

Los espectros fueron registrados para un rango de corrientes con el fin de determinar la corriente de polarización óptima para cada sonda. La figura 3.15 muestra las densidades de ruido  $V_{xy}$  y  $R_{xy}$  para la sonda de 1  $\mu\text{m}$ . De los espectros de  $R_{xy}$  está claro que  $I_{bias} \approx 15 \mu\text{A}$  es la corriente ideal para las frecuencias bajas. El ruido de baja frecuencia es de interés porque las imágenes de la sonda Hall se toman a 10 ms/pixel o más lentamente (típicamente 642 o 962 píxeles por imagen), o 1-3 minutos por imagen. La figura 3.16 muestra los espectros de la sonda de 0,5  $\mu\text{m}$  para  $I_{bias}$  que van de 0 a 42  $\mu\text{A}$ . El espectro de  $R_{xy}$  (no mostrado) revela que  $I_{bias} = 24 \mu\text{V}$  es ideal a bajas frecuencias. Sin embargo, las mediciones del coeficiente de Hall para esta sonda de 0,5  $\mu\text{m}$  mostraron que la HR disminuyó cuando  $I_{bias}$  excedió  $\sim 12 \mu\text{A}$  (ver Figura 3.17). Esto fue una sorpresa y no se observó en ninguna de las otras sondas, lo que indica que probablemente fue un efecto de la compuerta. Por consiguiente, siempre que se utilizó esta sonda para el barrido, no excedí los 10  $\mu\text{A}$ .

Un punto que vale la pena mencionar es que no vimos dependencia del ruido en el campo magnético hasta 600 G, lo cual está dentro del rango de campo de interés. Por lo tanto no se incluyó ningún término de ruido para la dependencia del campo en las ecuaciones (3.3) y (3.4).

La figura 3.18 muestra los mejores espectros de voltaje, resistividad, campo y flujo de ruido para cada una de las cinco sondas Hall.

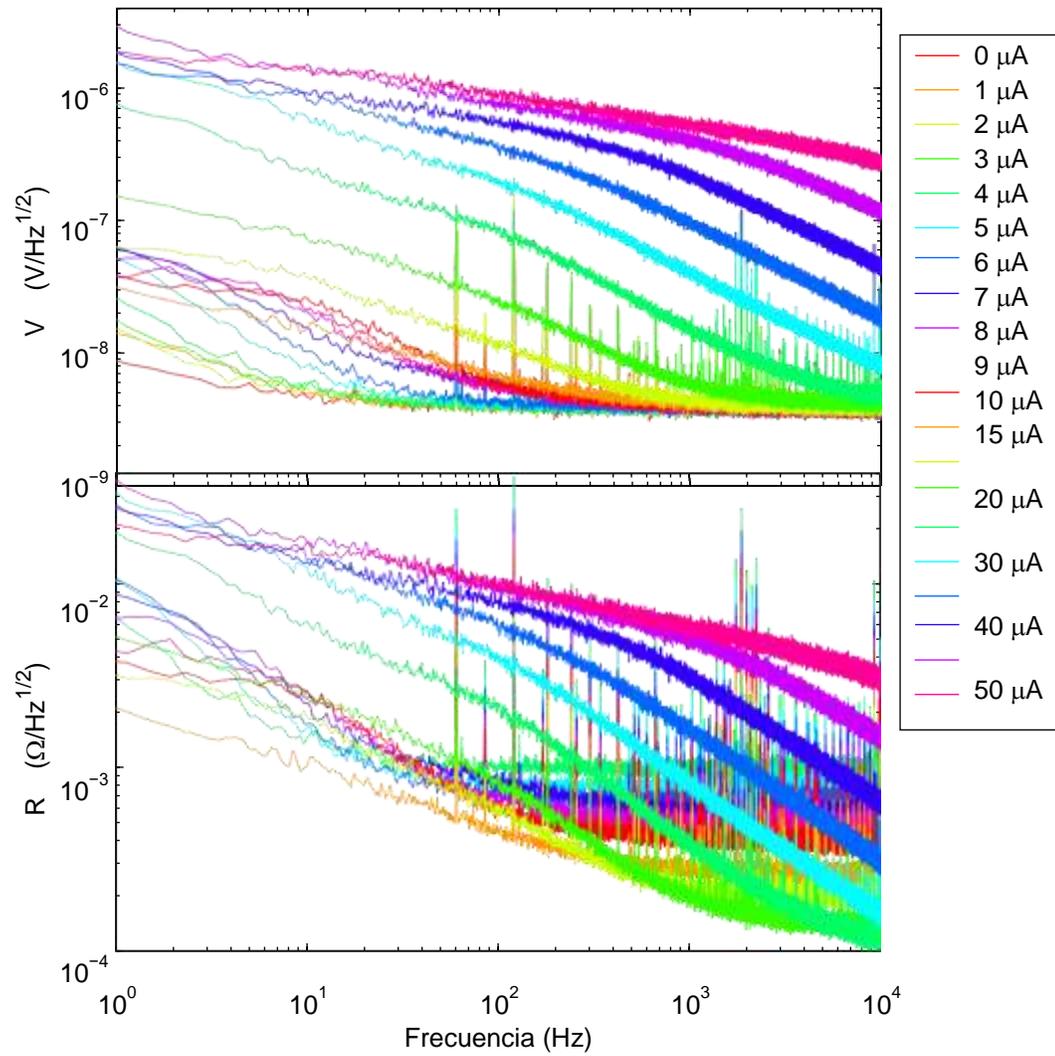


Figura 3.15: Espectros de ruido  $V_{xy}$  y  $R_{xy}$  para la sonda Hall de  $1 \mu m$  a  $T \approx 4 K$ . Datos tomados por Brian Gardner.

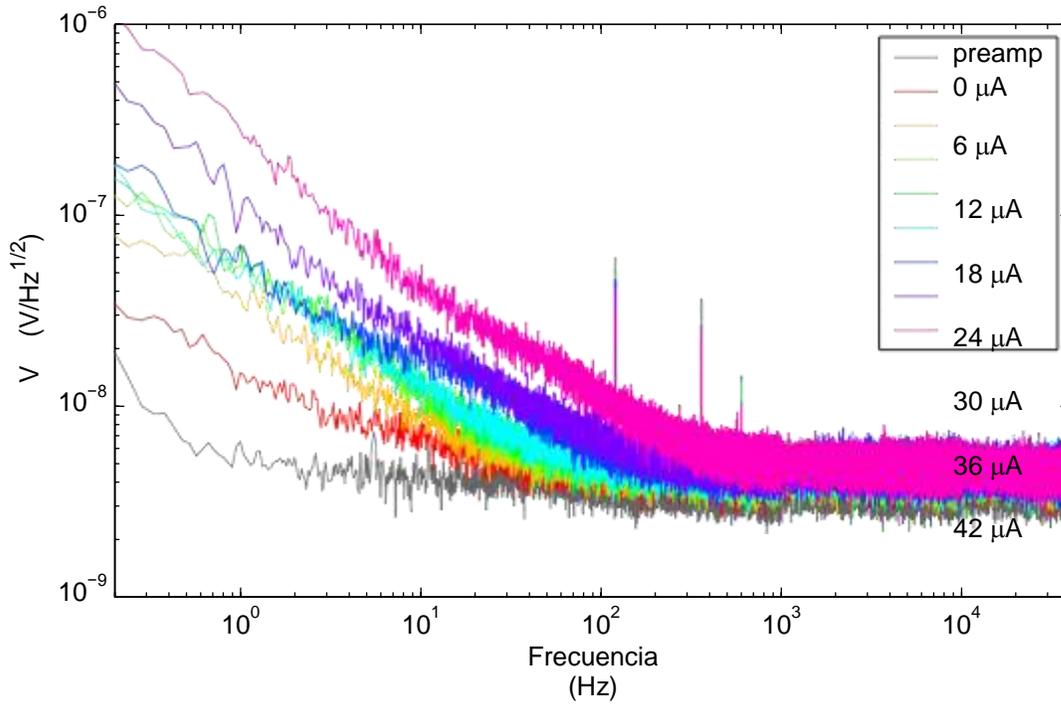


Figure 3.16: Espectro de ruido  $V_{xy}$  para la sonda Hall de  $0.5 \mu\text{m}$ .

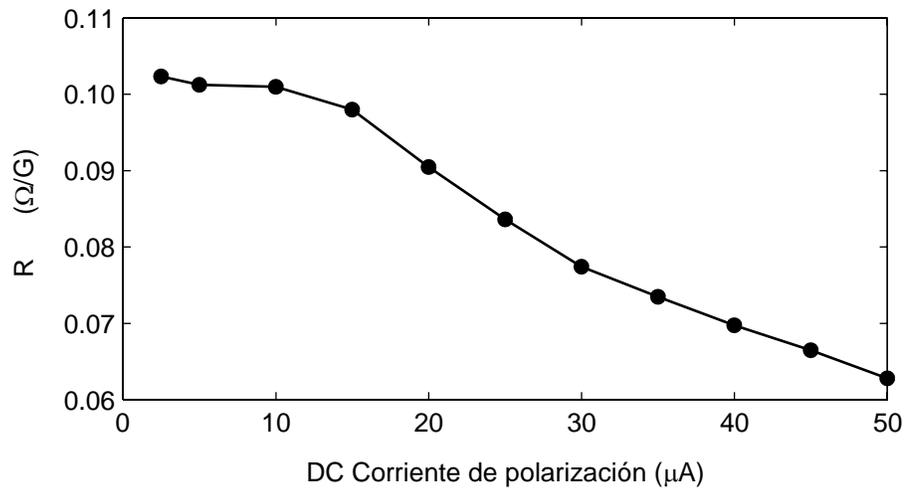


Figura 3.17: Dependencia de la corriente del coeficiente de Hall ( $R_H$ ) medido de la sonda con compuerta  $0.5 \mu\text{m}$

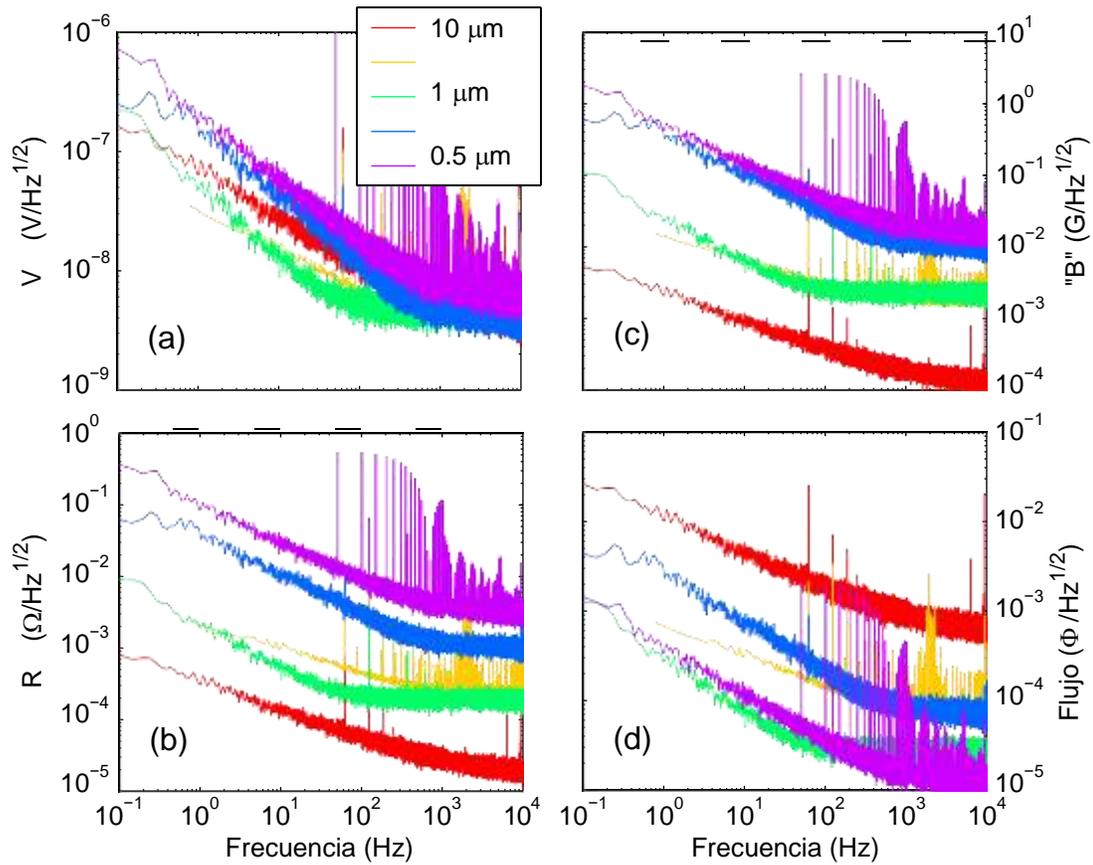


Figura 3.18: Los espectros de ruido ideales para cinco sondas Hall. Las corrientes de polarización fueron (desde la sonda de mayor tamaño hasta la más pequeña): 200, 15, 24, 4, y 2  $\mu\text{A}$ .

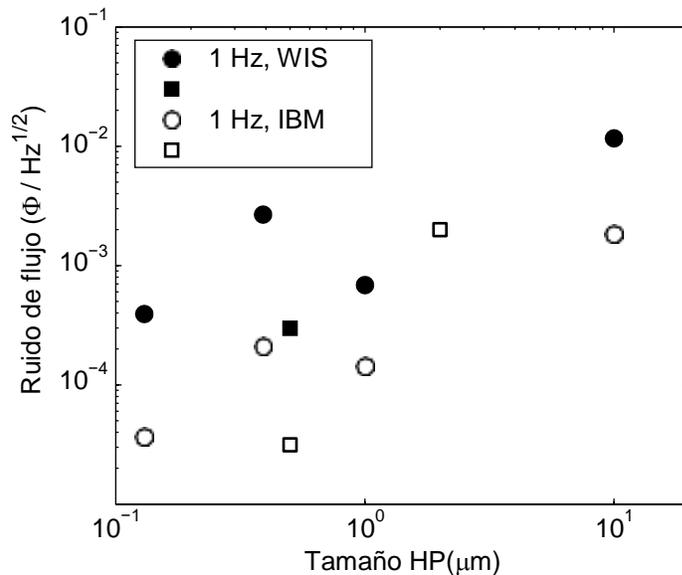


Figura 3.19: Ruido de flujo versus tamaño de la sonda Hall a 1 Hz y 100 Hz.

Las curvas son para las corrientes óptimas y fueron elegidas porque minimizaban el ruido de campo a bajas frecuencias. En general, cuanto más pequeña es la sonda, más pequeña es la corriente óptima (Tabla 3.2). Sin embargo, la sonda de  $0,5 \mu\text{m}$  fabricada en el IBM 2DEG más profundo tenía una corriente óptima más alta que la sonda de  $1 \mu\text{m}$  fabricada en el WIS 2DEG menos profundo. La figura 3.18(c) muestra que, en general, las sondas más grandes tienen un menor ruido en las unidades de campo magnético, pero la figura 3.18(d) demuestra que el ruido de flujo generalmente disminuye a medida que el tamaño de la sonda se reduce. Esto está resumido en la figura 3.19 que muestra el ruido de flujo a 1 Hz y a 100 Hz para cada sonda. No hemos alcanzado un límite en el ruido de flujo al utilizar sondas Hall más pequeñas, las sondas más pequeñas son mejores.

Los datos de la sonda de  $0,5 \mu\text{m}$  fabricada en el 2DEG de IBM de  $140 \text{ nm}$  de profundidad sugieren que este es un 2DEG ligeramente más silencioso que la heteroestructura del WIS de  $40 \text{ nm}$  de profundidad. Sin embargo, habría que estudiar más obleas para determinar si esto es debido únicamente a variaciones aleatorias en el crecimiento del 2DEG o si una profundidad menor aumenta el ruido. El ruido no es sustancialmente peor para la estructura del WIS, lo que hace que esa estructura sea más conveniente debido a la menor profundidad y por lo tanto la capacidad de hacer sondas Hall más pequeñas.

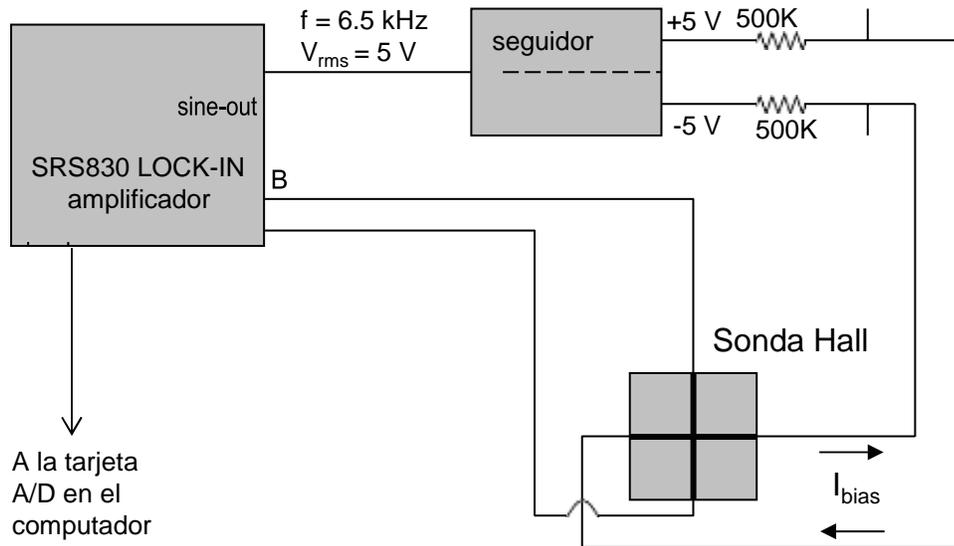


Figura 3.20: Diagrama de la electrónica de la sonda Hall. No se muestra la compuerta de tierra de la sonda Hall. Las tes a la derecha de las resistencias de 500K permiten que la sonda Hall se conecte a tierra con las tapas de cortocircuito BNC.

### 3.6 Electrónica de la sonda Hall para el barrido

Durante mi investigación descubrí que la forma ideal de conducir la sonda Hall para escanear en el SXM era con una corriente alterna  $\sim 6.5$  kHz y detección de lock-in, promediando 10-50 imágenes juntas para filtrar el ruido de la sonda Hall de baja frecuencia. El número de promedios necesarios para una buena imagen dependía de la fuerza de la señal y las características del ruido de la sonda. En la Figura 3.20 se muestra un diagrama de la electrónica de la sonda Hall.

Usar una corriente alterna para polarizar la sonda Hall es ventajoso porque con la detección de lock-in eliminamos muchas fuentes de ruido extrínsecas. Se eligió la frecuencia de 6,5 kHz porque por encima de ella, el acoplamiento capacitivo de los cables se hizo significativo. Sin embargo, esta técnica de lock-in no tiene en cuenta el telégrafo de baja frecuencia o el ruido resistivo de tipo  $1/f$ . Para minimizar este efecto en las imágenes, los escaneos se realizan lo más rápido posible y se promedian juntos. Con  $f \approx 6,5$  kHz, la constante de tiempo más rápida que parecía ser razonable era  $\tau = 1$  ms en el lock-in, con la configuración de rolloff de 24 dB. El tiempo de espera con el rolloff

completo de 24 dB es  $10\tau$ , por lo que la velocidad de escaneo se fijó en 10 ms/pixel.

Las imágenes pueden adquirirse con mayor rapidez para fines de diagnóstico o para localizar características de interés. Las frecuencias de resonancia más bajas del escáner S-bender son  $\sim 40$  Hz, por lo que esta velocidad de escaneo de  $< 2$  Hz por línea es sin duda segura.

## Capítulo 4

### Pruebas para la separación espín-carga

A pesar de los intensos esfuerzos realizados en los últimos 18 años, no se ha llegado a un acuerdo sobre el mecanismo de superconductividad en los cupratos. Muchas teorías sobre la superconductividad de los cupratos hacen sus predicciones más precisas para las muestras considerablemente infradopadas en las que la densidad de superfluidos es menor (véase el diagrama de fase de los cupratos en la figura 4.1 a)). Una categoría prometedora de esas teorías es la superconductividad mediada por la separación espín-carga (SCS). Recientemente, Senthil y Fisher (2000) formularon una teoría microscópica cuantitativa de la SCS. En el presente Capítulo se examinan dos pruebas experimentales que realizamos para comprobar su teoría (Wynn et al. 2001; Bonn et al. 2001). Ambas pruebas dieron resultados nulos, limitando la aplicabilidad de la SCS en los cupratos.

#### 4.1 Separación de espín-carga y visiones

La separación de espín-carga es una teoría atractiva para los superconductores de alta temperatura porque puede explicar algunas de las propiedades inusuales del pseudogap y las altas temperaturas de transición. Anderson (1987) propuso por primera vez la SCS para los cupratos en su estado de enlace de valencia resonante. En el SCS el electrón se fracciona en un espín sin carga  $1/2$  fermión (llamado spinon) y un e-bosón sin carga de espín (llamado holón o chargon). El SCS se ha observado experimentalmente en sistemas unidimensionales, pero hasta ahora sólo se ha propuesto teóricamente en dos dimensiones, y la evidencia de ello en los superconductores de cuprato es indirecta.

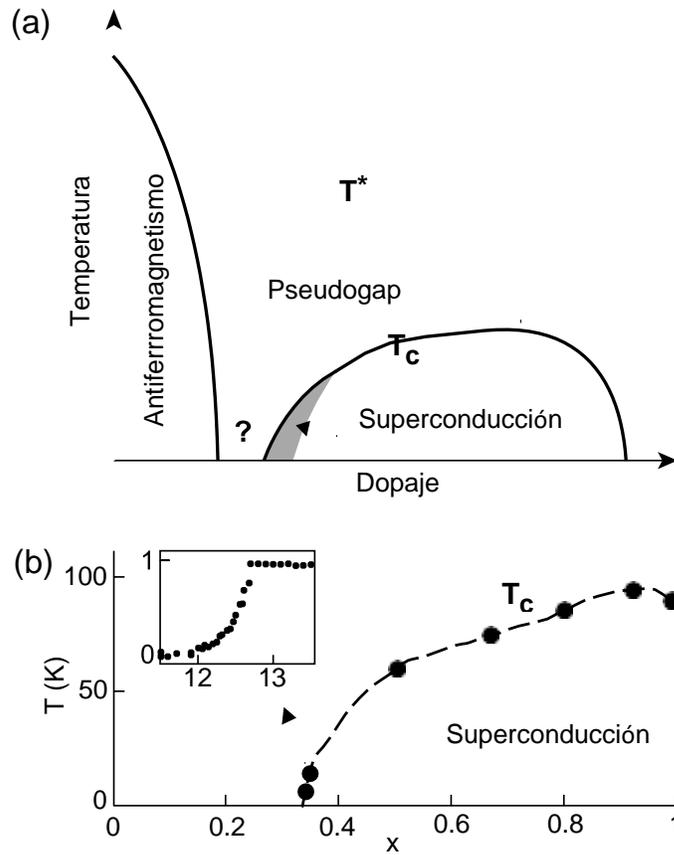


Figura 4.1: (a) Diagrama de fase esquemático de la temperatura de dopaje de los superconductores de cuprato. El signo de interrogación indica una región poco comprendida. Las muestras con un dopaje inferior al que da el máximo de  $T_c$  se denominan infradopadas. La zona sombreada indica cualitativamente dónde se predicen los vórtices de  $hc/e$  en las teorías de separación espín-carga (Sachdev 1992; Nagaosa y Lee 1992; Nagaosa 1994; Senthil y Fisher 2001a). (b)  $T_c$  como una función del contenido de oxígeno en los cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (Liang et al. 1998, 2002). Recuadro: Transición magnética de un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  medida localmente con una sonda Hall en un campo aplicado de AC de 0,06 mT. El eje vertical es el campo magnético medido por la sonda Hall y normalizado por el campo aplicado.

En la superconductividad convencional, los electrones forman pares de Cooper (bosones de carga  $2e$ ) que se condensan en el estado superconductor. En la superconductividad del SCS, los cargones podrían condensar directamente los bosones sin necesidad de emparejarse. Ingenuamente, se esperaría una cuantificación del flujo de  $hc/e$  de la superconductividad del SCS, porque una partícula de carga  $e$  que circula por un vórtice de  $hc/e$  adquiere un desplazamiento de fase  $2\pi$ . Esto contrastaría con el cuanto de flujo superconductor  $hc/2e$  convencional, que también se ha observado en los cupratos (Gough et al. 1987). (Véanse las secciones 1.2.1 y 6.1 para más detalles sobre la cuantificación de flujo.) Las teorías de la SCS permiten efectivamente vórtices  $hc/2e$  (Kivelson et al. 1988), pero desde hace tiempo se reconoce que la SCS puede dar lugar a vórtices  $hc/e$ , concretamente en muestras con baja densidad de superfluidos y una escala de energía elevada para la SCS (Sachdev 1992; Nagaosa y Lee 1992; Nagaosa 1994; Senthil y Fisher 2001a). Senthil y Fisher (2000) introdujeron una excitación llamada visón (vórtice en un calibre Z2) que proporciona un cambio de fase  $\pi$  a un cargón circular, permitiendo así vórtices de  $hc/2e$  con un costo energético de Evison  $\approx kBT^*$ , donde  $T^*$  es la temperatura del pseudogap (Senthil y Fisher 2001a). El equilibrio de la energía de los superfluidos, la energía del núcleo del vórtice y la energía del visón determina si se prefieren los vórtices  $hc/e$  o  $hc/2e$ .

El primer experimento que se discute a continuación (Sección 4.2), publicado mientras Wynn et al. (2001) buscaban vórtices de  $hc/e$  en cristales considerablemente infradopados de  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$  con temperaturas de transición muy bajas  $T_c \sim 12$  K. La elección de las muestras fue importante, ya que los vórtices de  $hc/e$  se han predicho sólo para una baja densidad de superfluidos. En particular, Senthil y Fisher (2001a) predicen que la energía de un vórtice  $hc/e$  es menor que la energía de dos vórtices  $hc/2e$  a  $T = 0$  cuando  $7\pi T_c < T^*$ , con una creciente preferencia para  $hc/e$  como  $T \rightarrow T_c$ . No se observaron vórtices de  $hc/e$  en nuestras imágenes de barrido magnético. Esto estableció un límite superior en la energía de visón mucho más bajo que el predicho por la teoría.

Es concebible que la falta de vórtices  $hc/e$  se debiera a vórtices  $hc/2e$  metaestables, por lo que realizamos un experimento propuesto por Senthil y Fisher (2001b) que aborda la dinámica de las visones y es, por tanto, una comprobación más rigurosa de la teoría (Sección 4.3 y publicado como Bonn et al. (2001)). Este experimento busca la característica de un visón atrapado en un anillo superconductor. El anillo se prepara con (sin) un visón en el orificio atrapando primero un número impar (par) de cuantos de flujo en el orificio y luego calentándose justo por encima de  $T_c$  para dejar que el flujo escape. Si hay un visón presente en el agujero cuando el anillo se enfría por debajo de  $T_c$ , debe generarse un vórtice  $hc/2e$ , incluso cuando se enfría en el campo cero. De esta manera el anillo exhibe "memoria" del estado inicial del anillo (flujo par o impar). Los visones se

atraparían más fácilmente en muestras con bajo  $T_c$ , y por lo tanto realizamos este experimento en los cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopados, fabricados con una geometría de anillo. No se vio ninguna evidencia de visones, estableciendo un límite estricto en la energía de los visones que - como el límite de los resultados nulos de  $hc/e$  - era mucho más bajo que el teóricamente predicho por Evison  $\approx kBT$  \*.

Cabe destacar que el significado de SCS y la generalidad del enfoque Senthil-Fisher han sido objeto de debate (Moessner et al. 2002), ya que algunas formas de SCS no requieren visones. No obstante, nuestros experimentos consideran improbable al menos un grupo (Senthil y Fisher 2000; Franz y Teřsanovi'c'c 2001; Sedgewick et al. 2002) de teorías que predicen visones y/o un efecto de memoria de vórtice en los cupratos.

## 4.2 La búsqueda de $hc/e$ <sup>1</sup>

Una característica clave de la superconductividad es la cuantificación del flujo magnético. Experimentalmente, se ha descubierto que el flujo se cuantifica en unidades de  $hc/2e$  tanto en los tors superconductores convencionales (Deaver y Fairbank 1961) como en los cupratos casi óptimamente dopados (Gough et al. 1987), pero la cuantificación del flujo en muestras de alta calidad del cuprato superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO) en la región considerablemente infradopada no ha sido previamente estudiada.

Reportamos experimentos de obtención de imágenes magnéticas en cuatro monocristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  con temperaturas críticas ( $T_c$ ) de 11-13 K. Este trabajo fue motivado por la importancia general de la cuantificación del flujo, y por escenarios específicos en los que la superconductividad resulta de la separación de espín-carga. Como se discutió anteriormente en la Sección 4.1, la SCS predice vórtices  $hc/e$  energéticamente favorables para cupratos considerablemente infradopados con una preferencia creciente cerca de  $T_c$ .

Se tomaron imágenes de más de 170 vórtices en las muestras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  con el Dispositivo Superconductor de Interferencia Cuántica (SQUID) y el microscopio de sonda de barrido Hall, y ambas miden cuantitativamente el flujo magnético. Las mediciones de la sonda Hall son algo más ruidosas pero cubren un rango de temperatura más amplio y tienen una mayor resolución espacial. Todos los vórtices observados llevaban un único flujo cuántico convencional,  $hc/2e$ , dentro del error experimental.

---

<sup>1</sup> Este experimento de  $hc/e$  fue publicado como Wynn et al. (2001).

Estos resultados establecen un límite superior semi-cuantitativo en la escala de energía para el SCS que es mucho más bajo que el previsto.

#### 4.2.1 Muestras de YBCO

Nuestras muestras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  de baja  $T_c$  son el producto de recientes mejoras en la perfección cristalina con el uso de crisoles de  $\text{BaZrO}_3$  para el crecimiento de los cristales (Liang et al. 1998, 2002). En la figura 4.1 b) se muestra la  $T_c$  como una función del contenido de oxígeno que establece el dopaje en estos cristales de alta pureza. Las  $T_c$  más bajas se encuentran alrededor de  $x = 0,35$ , producidas por el recocido de los cristales a  $900^\circ\text{C}$  en el oxígeno fluyente. Después de este primer recocido los cristales fueron sellados en una ampolla de cuarzo, junto con piezas de cerámica  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$ , y calentados a  $580^\circ\text{C}$  para homogeneizar el contenido de oxígeno. Después de enfriarse a temperatura ambiente, estas muestras no son superconductoras, pero el recocido cercano a temperatura ambiente durante unas pocas semanas (Veal et al. 1990) permite que el oxígeno intercalado se ordene en cadenas de  $\text{CuO}$  (Liang et al. 2002), produciendo muestras con  $T_c \approx 12 \text{ K}$  y  $\Delta T_c \approx 2 \text{ K}$  (Figura 4.1(b) recuadro). Los cristales con forma de plaqueta tenían un grosor de  $10\text{-}100 \mu\text{m}$  a lo largo del eje  $c$  y alrededor de  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  con el plano  $ab$  paralelo a la superficie (Liang et al. 1998, 2002). Estos cristales fueron descritos con más detalle en la Sección 1.3.

#### 4.2.2 Datos y ajustes de los SQUID

Se estudiaron más de 110 vórtices en tres monocristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  con el barrido SQUID en el rango de temperatura  $2\text{-}7 \text{ K}$ . El microscopio y el Nb SQUID se han descrito en otra parte (Gardner et al, 2001). El bucle de captación cuadrado de  $8 \mu\text{m}$  del SQUID está alineado paralelo a la superficie de la muestra a una altura  $z \approx 1.5 \mu\text{m}$ . Para la comparación, los vórtices en los cristales con  $x = 0.50$  ( $T_c \approx 60 \text{ K}$ ) también fueron fotografiados. La forma aparente de los vórtices se debe principalmente a la forma del bucle de captación (Figura 4.2(a)).

El flujo total portado por los vórtices en las imágenes del SQUID se determinó por integración y ajustes. La integración de la señal de los vórtices aislados en un área relativamente grande de  $1000 \mu\text{m}^2$  dio como resultado un flujo  $\Phi = 0.9 \pm 0.2 hc/2e$ .

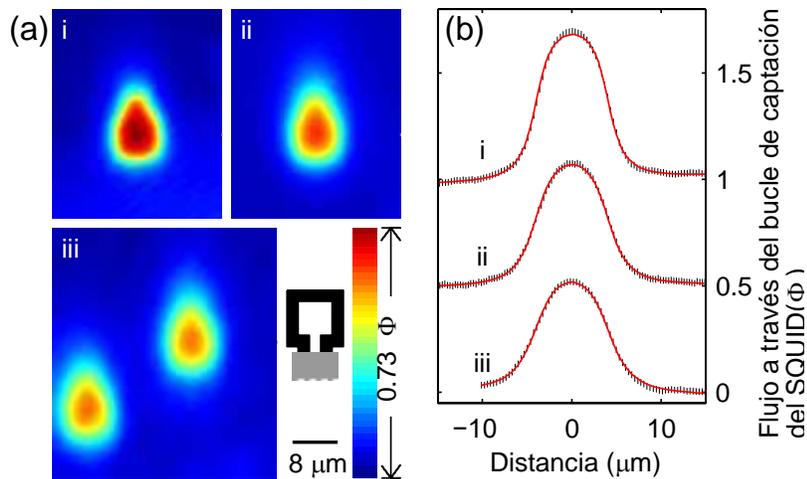


Figura 4.2: a) Microscopía SQUID de barrido de los vórtices en los cristales de alta pureza  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ . i) A  $T = 3,4$  K en un cristal  $x = 0,50$  ( $T_c$  60 K); ii) a 2,1 K, y iii) a 6,3 K en un cristal  $x \approx 0,35$  ( $T_c$  12 K). La escala de colores corresponde al flujo a través del bucle de captación del SQUID en unidades de  $\Phi_0 = hc/2e$ . La forma de lágrima se debe a los cables blindados del bucle de captación. Recuadro: Boceto del bucle de captación del SQUID dibujado a la misma escala. (b) Datos (puntos) con ajustes (líneas rojas) de las secciones transversales de la imagen correspondientes a las líneas grises en (a), compensados por  $0,5 \Phi_0$  para una mayor claridad. El modelo se discute en el texto. Las imágenes en (a) y las secciones transversales en (b) se muestran con un fondo constante sustraído. Los ajustes dieron (i)  $z + \lambda_{ab} = 1,5 \pm 0,2 \mu\text{m}$  y  $\Phi = 1,00 \pm 0,07 \Phi_0$ , (ii)  $2,0 \pm 0,2 \mu\text{m}$  y  $0,96 \pm 0,07 \Phi_0$ , y (iii)  $2,3 \pm 0,2 \mu\text{m}$  y  $0,97 \pm 0,07 \Phi_0$ .

Los errores citados incluyen estimaciones conservadoras de las incertidumbres en el área del bucle de captación del SQUID efectivo, la calibración de la distancia del escáner y la determinación del fondo. A lo largo de esta sección 4.2, los valores de flujo redondeados a la décima parte más cercana son representativos del análisis de numerosos vórtices. El flujo total también se determinó ajustando un modelo del campo magnético del vórtice. Consideremos un vórtice en una muestra seminfinita orientada a lo largo del eje  $c$  en el límite  $\sqrt{r^2 + z^2} \gg \lambda_{ab}$ , donde  $r = (x, y)$  es la distancia desde el centro del vórtice,  $z$  es la altura sobre la superficie de la muestra, y  $\lambda_{ab}$  es la profundidad de penetración en el plano.

El campo está estrechamente aproximado a un monopolo (Pearl 1966; Chang et al. 1992)

$$B_z(r, z) = \frac{\Phi}{2\pi} \frac{z + \lambda_{ab}}{[r^2 + (z + \lambda_{ab})^2]^{3/2}} \quad (4.1)$$

El campo se aproxima mucho a un monopolo (Pearl 1966; Chang et al. 1992) donde  $B_z(r, z)$  es el campo magnético perpendicular a la superficie de la muestra y  $\Phi$  es el flujo total del vórtice. Para nuestras mediciones del YBCO considerablemente infradopado el límite  $\sqrt{r^2 + z^2} \geq \lambda_{ab}$  no es estrictamente válido para la  $r$  pequeña, pero la comparación con un modelo completo (que figura en el apéndice A) indica que la aproximación sigue siendo aceptable.<sup>2</sup> La señal medida es el flujo magnético total a través del bucle de captación de SQUID, tratado como un cuadrado perfecto de  $8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$  para el ajuste. Las secciones transversales a través del centro del vórtice se ajustaron con parámetros libres ( $z + \lambda_{ab}$ ), el flujo total  $\Phi$ , y un fondo lineal. Véanse los ejemplos de la figura 4.2(b). Los ajustes dieron consistentemente  $\Phi = 1.0 \pm 0.1 hc/2e$  para los vórtices en los cristales  $x = 0.35$  y  $x = 0.50$ .

### 4.2.3 Datos y ajustes de la sonda Hall

También hicimos imágenes de barrido de la sonda Hall (Chang et al. 1992) de los vórtices en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  con una  $T_c$  inicial de 12,7 K (Figura 4.1(b) recuadro), y para comparación y calibración, en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.95}$  con  $T_c = 92$  K. La figura 4.3 muestra imágenes a 4,2 K después de enfriarse en campos magnéticos elegidos para dar las densidades de vórtice deseables en cada cristal.

<sup>2</sup> El campo calculado  $B_z$  para  $r = 0$  y  $z = \lambda_{ab}$  es sólo un 16% mayor para el modelo de monopolo comparado con el modelo completo. Este error será menor para nuestras imágenes SQUID, ya que son una convolución del bucle de captación de  $8 \times 8 \mu\text{m}^2$  con el campo del vórtice.

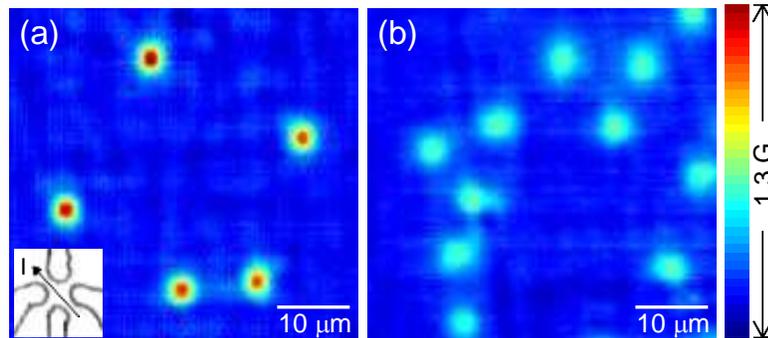


Figura 4.3: Imágenes de barrido de la sonda Hall de los vórtices de  $hc/2e$  en cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  a 4,2 K con sustracción de fondo línea por línea. (a) En una muestra casi óptimamente dopada con  $x = 0,95$  y  $T_c = 92$  K. Recuadro: La sonda Hall en la misma escala, con la dirección de la corriente alterna ( $I$ ) como se muestra. (b) En una muestra considerablemente infradopada con  $x = 0,35$  y  $T_c = 12,7$  K. La densidad de los vórtices se determinó por el campo aplicado al enfriarse. Obsérvense los picos más bajos y los perfiles más amplios de los vórtices en (b) comparados con (a).

Las imágenes del vórtice del cristal  $x = 0,95$  (Figura 4.3(a)) parecen tener una resolución limitada, consistente con la profundidad de penetración a baja temperatura conocida en muestras similares casi óptimamente dopadas,  $\lambda_{ab} \approx 0,16 \mu\text{m}$  (Basov et al. 1995). Por consiguiente se utilizaron los ajustes a las imágenes del vórtice de esa muestra para caracterizar el tamaño y la forma de la sonda Hall nominalmente de  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$  (mostrada en el recuadro de la figura 4.3(a)). Las imágenes de la Figura 4.3 se obtuvieron en muestras planas, adyacentes y alineadas en un intento de tener una constante  $z \approx 1 \mu\text{m}$ .

Aunque la medición con la sonda Hall tenía más antecedentes y menos sensibilidad de campo que la medición con el SQUID (haciendo necesario el promediado), la sonda Hall era crucial para un estudio completo de los vórtices en las muestras considerablemente infradopadas, ya que los vórtices de  $hc/e$  deberían ser más estables cerca de  $T_c$  (Sachdev 1992; Nagaosa y Lee 1992; Nagaosa 1994; Senthil y Fisher 2001a), como se muestra esquemáticamente en la figura 4.1 a). Imaginamos vórtices formados después de enfriarse justo debajo de la  $T_c = 12,7$  K de la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$ . Esto abordó un escenario en el que los vórtices de  $hc/e$  energéticamente favorecidos podrían no formarse si los vórtices de  $hc/2e$ , que se repelen entre sí, ya están presentes. A menudo continuamos enfriando y tomamos imágenes de los vórtices para  $T$  tan bajo como 3 K, y luego calentamos y tomamos imágenes de nuevo justo debajo de  $T_c$ .

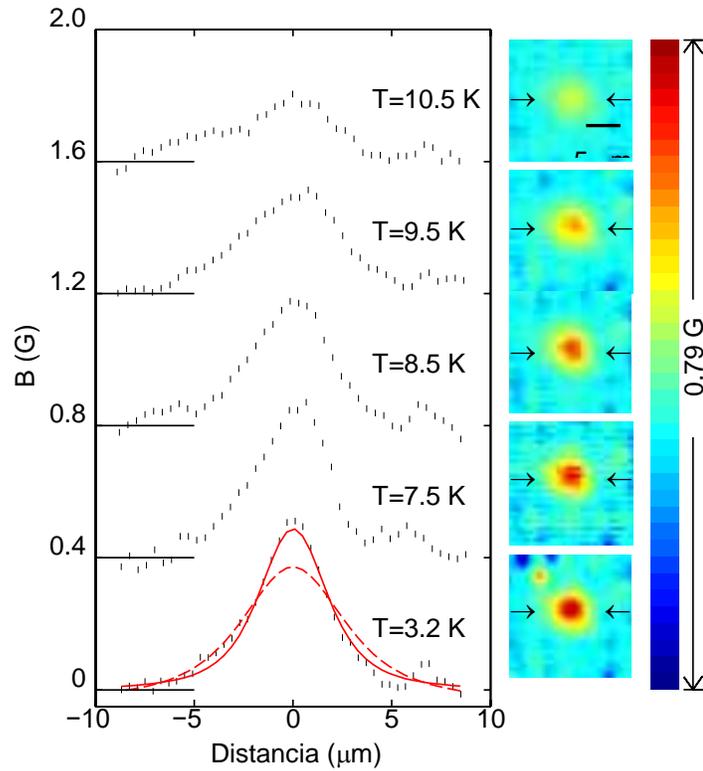


Figura 4.4: Imágenes de la sonda Hall de un vórtice en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  mientras se enfría por debajo de  $T_c = 12.7$  K. Se han restado los fondos ajustados linealmente. Los puntos brillantes y oscuros en la parte superior izquierda de la imagen de 3,2 K y en otros lugares se entienden como la sonda Hall interactuando con el campo eléctrico de las cargas en la superficie de la muestra (discutido en la Sección 3.2). Las secciones transversales, como indican las flechas, se muestran compensadas por 0,04 mT para mayor claridad. La mitad de la anchura total disminuye de 5,3 a 0,3  $\mu\text{m}$  a 10,5 K a 4,0 a 0,3  $\mu\text{m}$  a 3,2 K. Las líneas rojas son de ajustes 2D al vórtice con  $\Phi$  fijado en  $hc/2e$  (sólido) y  $hc/e$  (discontinuo).

La ubicación de los vórtices no cambió con este ciclo de temperatura por debajo de  $T_c$ , lo que indica que los vórtices no se dividieron ni se condensaron, y por lo tanto que cada uno llevaba una cantidad invariable de flujo a bajas temperaturas de hasta por lo menos 11 K, donde no teníamos suficiente sensibilidad para resolver los vórtices. Uno de esos ciclos de enfriamiento se muestra en la figura 4.4. Cuando el ciclo se realiza por encima de  $T_c$  hasta 15 K y retrocede, los vórtices a menudo, pero no siempre, se forman en los mismos lugares.

La cuantificación del flujo  $hc/2e$  se estableció mejor mediante las mediciones del SQUID, complementadas por la sonda Hall para estudiar la dependencia de la temperatura. Para consistencia, también usamos integración y ajustes para determinar  $\Phi$  de los vórtices en las imágenes de la sonda Hall.

La integración tenía un error considerable asociado con la señal del vórtice que caía en el ruido con rapidez, perdiendo potencialmente décimas de un cuanto de flujo. La

integración de un solo vórtice dio  $\Phi = 0,7$  a  $0,9 hc/2e$  en la muestra casi óptimamente dopada, donde se sabe que los vórtices son  $hc/2e$ , y  $\Phi = 0,6$  a  $0,8 hc/2e$  en la muestra  $x = 0,35$  para  $T < 10$  K. En ambos casos, estimando de manera conservadora el error en la determinación del fondo para que sea su desviación estándar da un error  $<0,6 hc/2e$  para  $\Phi$ , y estimando un error máximo del 20% en la calibración del área del escáner da un error  $0,13 hc/2e$ . Las imágenes de la sonda Hall de vórtices aislados también se adaptaron en dos dimensiones a la Ecuación (4.1) con parámetros libres ( $z + \lambda_{ab}$ ),  $\Phi$ , y un fondo plano. Las mejores adaptaciones en la muestra  $x = 0,35$  dieron un flujo total  $\Phi$  principalmente de  $0,8$  a  $1,1 hc/2e$  para  $T < 10$  K, y de  $0,6$  a  $1,0 hc/2e$  para  $\sim 11$  K. Dominan los errores sistemáticos, tales como la alta correlación entre los parámetros ( $z + \lambda_{ab}$ ) y  $\Phi$ , el ajuste de fondo plano, y la validez del modelo de monopolo cerca de  $T_c$ . Una estimación de  $\pm 0,2 \mu\text{m}$  para el error en ( $z + \lambda_{ab}$ ) da barras de error  $\leq 0,11 hc/2e$  para  $\Phi$ , mientras que las últimas fuentes de error son más difíciles de cuantificar. Las adaptaciones con  $\Phi$  fijadas en  $hc/2e$  y en  $hc/e$  muestran claramente que  $hc/2e$  es la que mejor encaja (figura 4.4). En total observamos 60 vórtices con la sonda Hall en la muestra de YBCO considerablemente infradopada.

Las imágenes de la sonda Hall muestran un vórtice aparente que se esparce en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,35}$  comparado con el cristal casi óptimamente dopado (Figura 4.3) que podría deberse a una profundidad de penetración no insignificante comparada con la sonda Hall de  $2 \mu\text{m}$ . Las hipótesis alternativas incluyen la curvatura del vórtice, el movimiento rápido del vórtice confinado a una región de escala micrónica, o una capa no superconductora en la superficie del cristal. Las imágenes de la Figura 4.4 muestran el vórtice dependiente de la temperatura que se extiende en el YBCO considerablemente infradopado, consistente con un  $\lambda_{ab}(T)$  que aumenta con la temperatura. El ancho total medio-máximo de una imagen de vórtice en la muestra  $x = 0,95$  es de  $3,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$  (resolución limitada), mientras que en la muestra  $x = 0,35$  es de  $4,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$  a  $3,2$  K y  $5,3 \pm 0,3 \mu\text{m}$  a  $10,5$  K. A partir de estos números, y de los ajustes 2D con ( $z + \lambda_{ab}$ ) como parámetro libre, interpretamos la mayor fuente de propagación del vórtice en el YBCO  $x = 0,35$  como una profundidad de penetración  $\lambda_{ab} > 1 \mu\text{m}$  que aumenta con la temperatura. Esto infiere que  $\lambda_{ab}$  es algo mayor de lo que se esperaba de extrapolaciones de mayor  $T_c$  (Uemura et al. 1989). Un estudio más completo y cuantitativo de  $\lambda_{ab}$  como función del dopaje en cupratos infradopados es posible con sondas Hall de mayor resolución, y es el objeto del Capítulo 5.

## 4.2.4 Discusión

En general no vimos vórtices de  $hc/e$  en las imágenes de las sondas SQUID y Hall de más de 170 vórtices en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$ . Este resultado establece límites en los escenarios de separación de espín-carga; en particular establecimos un límite superior en la energía de vison en la formulación de Senthil- Fisher. Estos proponen  $E_{\text{vison}} \approx k_B T^*$  (por capa superconductora 2D) (Senthil y Fisher 2001a,b). En la teoría habitual de Ginzburg-Landau, la energía por unidad de longitud de un vórtice  $nhc/2e$  viene dada  $E^{nhc/2e} = E^{nhc/2e} + E^{nhc/2e}$ , donde

$$E_{\text{sf}}^{nhc/2e} = \frac{-nhc/2e \Sigma_2}{4\pi\lambda_{ab}} \ln(\lambda_{ab}/\xi) \quad (4.2)$$

es la energía superfluida,  $n$  es un número entero,  $\xi$  es la longitud de coherencia, y  $E_{\text{core}}$  es pequeño comparado con  $E_{\text{sf}}$  (Tinkham 1996, p. 153-4). El vison puede ser proyectado como un exceso de energía de núcleo para un vórtice  $hc/2e$  (Senthil y Fisher 2001a). Así pues, escribimos  $E_{hc/2e} = E_{hc/2e} + E_{\text{core}} + E_{\text{vison}}$ , mientras que  $E_{hc/e} = 4E_{hc/2e} + E_{\text{core}}$ . La interpretación más natural de nuestras observaciones de sólo los vórtices  $hc/2e$  es que  $2E_{hc/2e} < E_{hc/e}$ , y por lo tanto  $E_{\text{vison}} < E_{hc/2e}$  (descuidando la energía de fijación<sup>3</sup>). Usando conservadoramente  $\lambda_{ab} \approx 1 \mu\text{m}$  y tomando  $\ln(\lambda_{ab}/\xi) \approx 5$ , fijamos un límite superior en el exceso de energía del núcleo asociado con un vórtice  $hc/2e$ :  $E_{\text{vison}}/k_B < 60 \text{ K}$ .<sup>4</sup>

En el contexto de las previsiones de Senthil-Fisher, la importancia de este límite superior depende del valor exacto de  $T^*$ , que será difícil de medir en estas muestras tan considerablemente infradopadas debido a que los oxígenos dopantes se alteran por encima de la temperatura ambiente. Las primeras mediciones de RMN indican que  $T^*$  excede los 300 K en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.48}$  (Alloul et al. 1989). Una interpretación más reciente de la escala de energía de  $T^*$  indica valores tan altos como 500-700 K en muestras muy poco dopadas (Tallon y Loram 2001). Por lo tanto, nuestro límite superior de la energía de vison está muy por debajo del valor predicho.

Para conciliar este resultado con las predicciones se requeriría una transición superconductora de primer orden (Sachdev 1992; Senthil Capítulo Fisher 2001a), o un

<sup>3</sup> Con la fijación del vórtice,  $E^{nhc/2e}$  tiene un término adicional  $E^{nhc/2e}$ . Los potenciales de fijación en cristales de alta pureza pueden surgir de pequeñas variaciones espaciales en el dopaje. La fijación de un vórtice tradicional debería estar a lo sumo en  $\sim E_{\text{core}}$ , mientras que aquí  $E^{nhc/2e}$  podría incluir una contribución de vison  $E_{\text{vison}}$ . Dado que en teoría  $E_{\text{vison}} \approx k_B T^* E^{\text{vison}}$ , debido a las variaciones de dopaje debería ser mucho más pequeño que  $E_{\text{vison}}$ . Por lo tanto, nuestra expresión de equilibrio de energía se convierte en  $E_{\text{vison}} - E^{\text{vison}} \approx E_{\text{vison}} < E^{nhc/2e}$  como antes.

<sup>4</sup>  $E_{\text{vison}}/k_B < 120 \text{ K}$  si hay un vison por unidad de celda en lugar de por plano de óxido de cobre.

modelo teórico de formación de vórtices que no permita los vórtices  $hc/e$  aunque se prefieran energéticamente (Senthil y Fisher 2001a). Probamos uno de esos modelos imaginando los vórtices después de enfriarse justo por debajo de  $T_c$ . Senthil y Fisher también propusieron un ingenioso experimento para abordar la cuestión de la dinámica atrapando un vison en un orificio de un cilindro de cuprato (Senthil y Fisher 2001b). Estos experimentos se han realizado (Bonn et al. 2001; Kirtley et al. 2001), véase la Sección 4.3.

En el contexto general de la superconductividad de los cupratos, este trabajo ha ampliado los estudios experimentales de los cuantos de flujo magnético únicos a una nueva parte del diagrama de fase que se exploró teóricamente por primera vez hace una década (Sachdev 1992; Nagaosa y Lee 1992). La obtención de más imágenes de vórtices en estas muestras considerablemente infradopadas ha permitido obtener mediciones del tamaño aparente de un vórtice (un límite superior de la profundidad de penetración en el plano) en función de la temperatura y el dopaje (Capítulo 5), y estudios de la dinámica y la energía de los vórtices simples.

## 4.3 El experimento de la memoria de vórtice<sup>5</sup>

Una prueba más rigurosa para la separación de espín-carga en los cupratos es un elegante experimento ideado por Senthil y Fisher (2001b) que examina las señales claras de los defectos topológicos propuestos conocidos como visones. El experimento aborda la naturaleza dinámica del vison y, por lo tanto, la interpretación de los resultados no está restringida por las advertencias de metastabilidad como en la búsqueda de  $hc/e$  discutida anteriormente. En esta sección informo nuestros resultados de estas pruebas experimentales, que de manera conservadora colocaron un límite superior de 190 K en la energía de vison.

### 4.3.1 Propuesta de experimento

Para poner a prueba su teoría de SCS, Senthil y Fisher (2001b) propusieron un experimento de evidencia irrefutable en el que un vison queda atrapado en un anillo hecho de un superconductor de cuprato. En la figura 4.5, así como en el recuadro de la figura 4.6, se resume el experimento.

---

<sup>5</sup> Este experimento de memoria de vórtice fue publicado como Bonn et al. (2001).

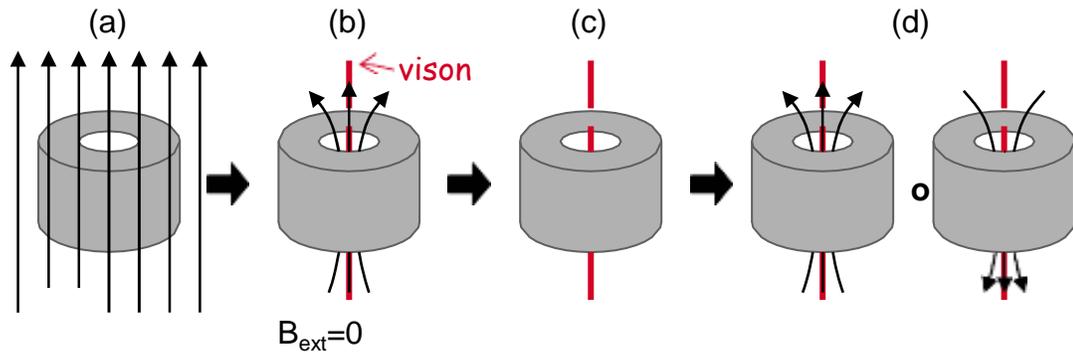


Figura 4.5: El experimento del anillo de Senthil-Fisher para probar los visones en un superconductor de cuprato. Los pasos son los siguientes: a) Enfriar el anillo por debajo de  $T_c$  con  $B_{\text{ext}}$  elegido para atrapar un cuanto de flujo en el orificio. b) A baja temperatura apagar el campo dejando un vórtice de  $hc/2e$  y el vison acompañante en el orificio. (c) Calentar rápidamente justo por encima de  $T_c$  para dejar escapar el vórtice pero no el vison. d) Enfriar de nuevo por debajo de  $T_c$  en el campo cero. Un vórtice  $hc/2e$  de signo aleatorio debe aparecer en el agujero debido a la presencia del vison.  $n > 1$  vórtices pueden ser preparados en el agujero en el paso (a), pero un vison sólo estaría presente si  $n$  fuese impar.

El anillo se enfría a través de  $T_c$  en un campo externo de una magnitud elegida para producir el número deseado de vórtices en el orificio. El campo se apaga a bajas temperaturas y  $n$  cuantos de flujo (cada  $hc/2e$ ) quedan atrapados en el orificio. Si  $n$  es impar, el anillo también debe contener un vison para preservar el valor único de la función de onda; pero si  $n$  es par, no habrá vison. El anillo se calienta justo por encima de  $T_c$  y los vórtices escapan. Si el anillo fue preparado con  $n$  impar, y se enfría en el campo cero más rápido que el tiempo de escape del vison, el anillo debe crear un cuanto de flujo único de signo aleatorio, ya que un vison no puede estar desnudo en el superconductor. (Si el anillo se preparara con  $n$  par, esta "memoria de vórtice" al ciclar por encima de  $T_c$  no se esperaría, ya que no habría visones presentes). Realizamos este experimento en anillos de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  considerablemente infradopado, donde el tiempo de escape del vison es el más largo, y no vimos ningún signo del efecto de memoria del vórtice. Nuestros resultados nulos ponen un límite a la energía de visón que es menor que la escala de energía predicha, apoyando aún más los resultados nulos discutidos en la sección 4.2 y limitando la teoría.

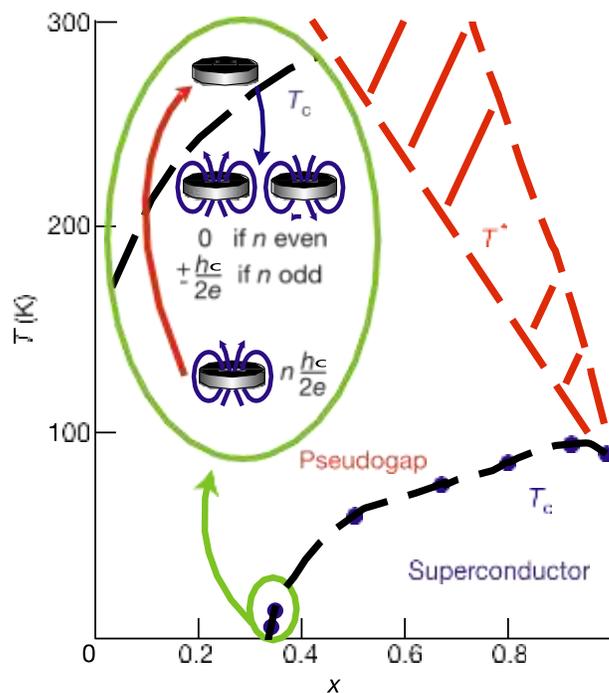


Figura 4.6: Memoria de vórtice en el diagrama de fase de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ . La temperatura de transición superconductor  $T_c$  puede ajustarse regulando el contenido de oxígeno  $x$ . El diagrama de fase también incluye la característica temperatura de cruce del pseudogap  $T^*$ . Las  $T_c$  más bajas se encuentran cerca de  $x = 0,35$  y la búsqueda de visones se concentra en este rango. Un efecto predicho es la "memoria del vórtice" que se muestra en el recuadro. Un anillo superconductor que contiene uno o más cuantos de flujo magnético se eleva por encima de  $T_c$  en un campo magnético nulo, pero aún así puede contener una visón si el punto de partida era un número impar de cuantos de flujo. La presencia de este visón generaría espontáneamente un vórtice de signo aleatorio cuando el anillo se enfríe.

Para que este experimento funcione, el  $T_c$  del anillo superconductor debe ser lo suficientemente bajo como para que la temperatura pueda ser ciclada más rápido que el tiempo de escape del vison dado por

$$\tau_{\text{vison}} = \tau_0 \exp[E_{\text{vison}}/k_B T], \quad (4.3)$$

donde  $\tau_0$  es un tiempo de intento microscópico y  $E_{\text{vison}}$  es la barrera de energía para el escape del vison (Senthil y Fisher 2000). El tiempo de escape de un vórtice atrapado en el orificio puede expresarse de manera similar para  $T < T_c$ , donde  $E_{\text{vortex}}$  incluye una contribución de  $E_{\text{vison}}$  (si  $n$  es impar). Es deseable una muestra con una  $T_c$  baja porque el  $k_B T$  puede mantenerse pequeño durante el ciclo térmico. Además, se predice que  $E_{\text{vison}}$  es la escala de energía de pseudogap  $k_B T^*$  (mostrada en la Figura 4.6), que aumenta con la disminución del dopaje.

### 4.3.2 Datos y resultados

Los cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  de baja  $T_c$  utilizados en este experimento procedían de la misma generación de muestras utilizadas en el experimento de  $hc/e$  (Sección 4.2) y se cultivaron mediante el mismo proceso que todos los YBCO de baja  $T_c$  discutidos en esta disertación. (Véase la Sección 1.3 y Liang et al. (1998, 2002) para los detalles sobre los cristales). La  $T_c$  de estos cristales de alta pureza se muestra de nuevo en la figura 4.6 como una función de  $x$ . El experimento del anillo se realizó en cuatro cristales con temperaturas de transición sucesivamente más bajas, y cada uno de ellos tenía un único orificio de  $10 \mu\text{m}$  de diámetro creado con un haz de iones focalizado. El flujo atrapado en el agujero se fotografió con el microscopio SQUID de barrido con un bucle de captación de  $8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$  (Gardner et al. 2001). Tres de las muestras fueron divididas en cuadrados de aproximadamente  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$  para que toda la muestra encajara dentro del rango de exploración del microscopio SXM (Capítulo 2). Esto nos permitió asegurarnos de que el flujo magnético no quedaba atrapado en la muestra fuera del orificio.

La figura 4.7 muestra un conjunto de experimentos de memoria de vórtice para comprobar si hay visones en el primero de los pequeños anillos. La serie de imágenes muestra números pares e impares de cuantos de flujo magnético atrapados en el orificio de  $10 \mu\text{m}$ , después de enfriarse en un campo aplicado y apagar el campo a baja temperatura. La forma ligeramente irregular se debe a las irregularidades en la muestra seccionada. El anillo se preparó en cada estado enfriándose en un pequeño campo magnético y atrapando entre +6 y -3 cuantos de flujo. Después de la toma de imágenes, la muestra se calentó rápidamente y se enfrió de nuevo en un campo magnético exterior nulo. Las imágenes posteriores indicaron que el flujo se escapó al calentarse a 9,5 K por menos de 10 s y no volvió a aparecer.

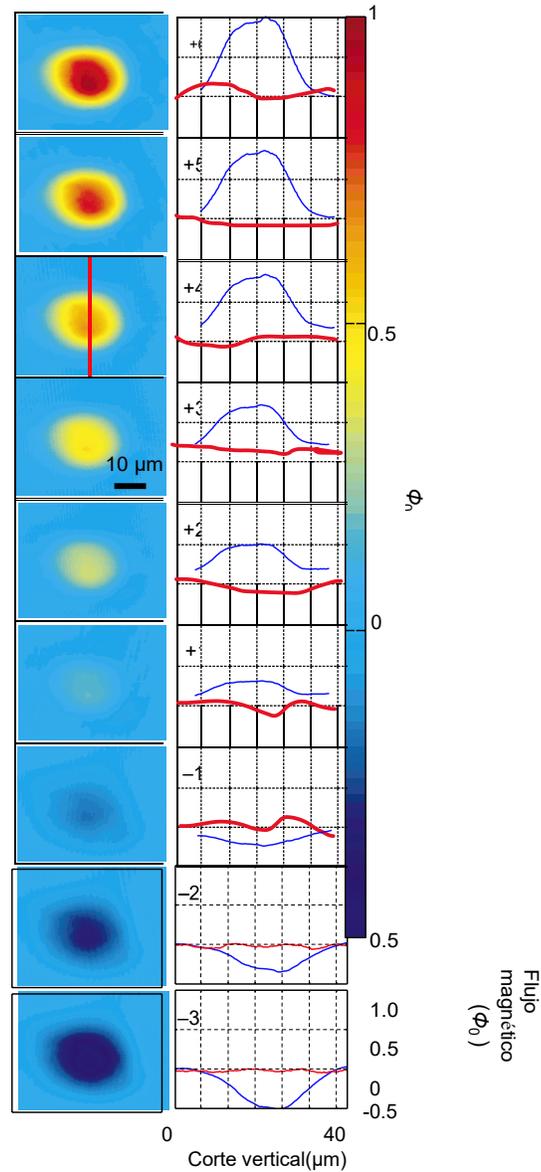


Figura 4.7: Flujo magnético atrapado en un aro superconductor. Las imágenes escaneadas con el SQUID en la izquierda muestran números diferentes ( $+6\Phi_0$  to  $-3\Phi_0$ ) del flujo cuántico atrapado en un hueco de  $10\ \mu\text{m}$  en una muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$  después del enfriamiento en un campo magnético pequeño. En la derecha, las secciones verticales intercaladas muestran el flujo magnético en el hueco antes (azul) y después (rojo) del ciclo de temperatura del aro en el campo magnético cero externo. Las imágenes de después no se muestran. En todos los casos, los vórtices capturados escapan en menos de 10s a 9.5 K.

reaparecen. No hay dependencia en si la condición inicial fue en un número par o impar del flujo cuántico atrapado.

Una prueba más sólida fue realizada con dos muestras templadas para que tuvieran temperaturas de transición más bajas. Una muestra tenía  $T_c \approx 7.5$  K, y la otra tenía una  $T_c$  exterior de 6.0 K (2 K amplitud) la cual podría ser medida in situ con el escáner SQUID. Una dificultad seria con la muestra  $T_c$  más baja fue que el flujo magnético se quedaba atrapado frecuentemente en la corona circular del aro en lugar que en el hueco. Algunas veces, una sola cantidad de flujo parecía “fugarse” del hueco hacia la corona circular. Esto pudo ser comportamiento de “vórtices parciales, como se discutió en el Capítulo 6, en donde un bloque de panqueques vórtice 2D se desplazó en un superconductor dividido en capas. Esto también puede indicar comportamiento granular a pesar de que los aros están hechos de cristales individuales. Las indicaciones de comportamiento granular en solamente el aro de  $T_c$  más bajo, pudo ser la raíz de una leve inhomogeneidad en el contenido de oxígeno en el cristal, ocasionando un dopaje inhomogéneo. Si este es el caso, entonces el material que constituye las uniones entre las partículas superconductoras están levemente menos dopadas que el material en la totalidad de las partículas. En la fotografía de Senthil-Fisher el material en partículas de ingreso es un “aislante fraccionado” y la parte del visón aun existiría en la barrera (Senthil y Fisher 2001a). Así que, a pesar de la posible indicación de granularidad, cuando flujo cuántico discreto estuvo claramente atrapado en el hueco, la temperatura podría ser ciclada en un campo nulo para comprobar los efectos de memoria. La Figura 4.8 muestra las secciones intercaladas y las imágenes del flujo cuantizado en el aro  $T_c = 6.0$  K. El flujo cuántico de  $\Phi_0$  y  $2\Phi_0$  se quedaban capturados repetidamente en el aro y luego buscaban escapar al calentarse a una  $T_c$  levemente baja, con normalidad solamente después de 1 s a 5.6 K, una vez más, sin señales de memoria de vórtice.

### 4.3.3 Discusión

Los resultados nulos de nuestros experimentos de aro pueden ser expresados como un límite en la energía de un visón, insertando el límite 1s a 5.6 K en una ecuación (4.3). El valor de  $\tau_0$  se desconoce, pero un límite menor es el tiempo para que un electrón cruce una unidad celular de una red de  $\text{CuO}_2$ . Este estimado de  $\tau_0 = 2 \times 10^{-15}$  da un límite superior conservador de  $E_{\text{vison}}/k_B < 190$  K, mucho más bajo que el pseudo espacio de escala de energía predicho  $k_B T^*$ . Un límite

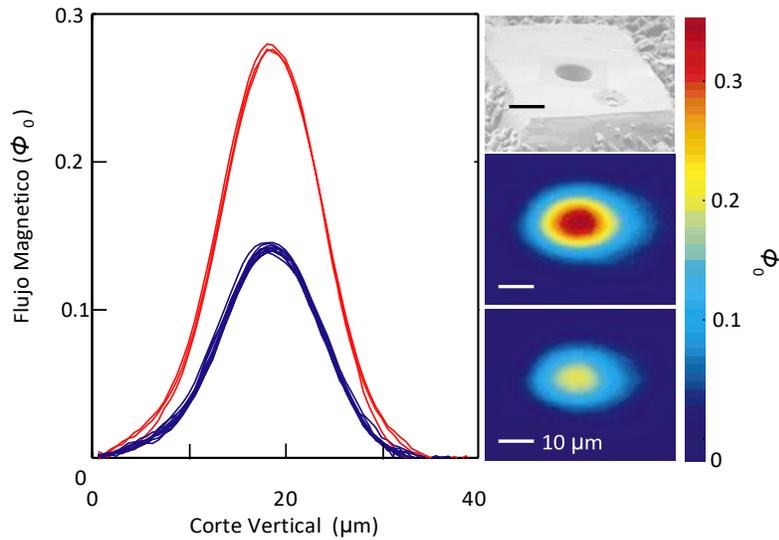


Figura 4.8: Secciones intercaladas de imágenes del flujo cuántico atrapado en un aro con  $T_c = 6.0$  K. La imagen superior derecha muestra la geometría típica de los aros. Estos son cuadros ( $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ ) de un cristal individual de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.35}$ , con un hueco de  $10\ \mu\text{m}$  agujereado usando un rayo de ion concentrado. La imagen del centro y de abajo a la derecha muestran un doble ( $2\Phi_0$ ) y un solo ( $\Phi_0$ ) flujo cuántico atrapado en el aro. La integración del flujo total en las imágenes confirmó que el flujo cuantizado es  $\Phi_0 = hc/2e$ . Las secciones intercaladas mostradas en la izquierda son obtenidas de tiras verticales de 20 píxeles de ancho a través de las imágenes con los 20 píxeles promediados para reducir el ruido y cuidadosamente confirmar la reproducción del flujo cuántico. Las muchas secciones intercaladas muestran que un doble y solo flujo cuántico (curvas azules y rojas respectivamente) podrían ser generadas repetitivamente en el aro, aunque también hay numerosas instancias en donde algo del flujo pareció “fugarse” hacia adentro de la corona del aro. Cuando el aro se calentó en el campo nulo a solamente 5.6 K por 1s, y luego vuelto a enfriar a 2 K, las imágenes capturadas indicaron que este escape de flujo cuántico sin señales de memoria vórtice se asocia con los visones.

conservador más bajo en  $\tau_0$  que comúnmente es usado en discusiones de vórtices deslizándose en superconductores convencionales es  $= 10^{-12}$ s, basados en las frecuencias características de vibraciones en las redes. (Beasley et al. 1969). Este estimado más alto de  $\tau_0$  daría un límite superior de  $E_{\text{vison}}/k_B < 160$  K.

Estos experimentos de aros dan un límite superior mayor en  $E_{\text{vison}}$  que en las observaciones solamente de vórtices estáticos  $hc/2e$  en estas muestras discutidas en la sección 4.2. Pero el experimento de memoria vórtice es una prueba más estricta para los visones, ya que en este podría ser que los vórtices  $hc/2e$  en el experimento anterior estuvieran metaestables. Al medir dos estados estables en el experimento del aro (antes y después del ciclo térmico) nos da información de la dinámica, como también de la escala de energía, de posibles visones atrapados. El límite de  $E_{\text{vison}}/k_B < 190$  K restringe cualquier rol que los visones pudieran tener en la física de estos materiales en el régimen de bajo dopaje.

## 4.4 Resumen y el futuro de la separación por carga giratoria

Llevamos a cabo dos pruebas experimentales para una formulación microscópica prometedora de la separación con carga giratoria (Senthil y Fisher 2000) en el superconductor cuprato de bajo dopaje. Ambas pruebas utilizaron las habilidades de captación de flujo de nuestro barrido SQUID y microscopio de barrido con sonda Hall, y fue posible por el reciente avance en la reproducción y la preparación de alta calidad de cristales individuales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con bajo dopaje (Liang et al. 2002). En el primer experimento, no observamos evidencia de vórtices  $hc/e$  en muestras de YBCO con bajo dopaje, aunque los vórtices  $hc/e$  son predichos por la separación por carga giratoria (SCS por sus siglas en inglés) en cupratos con muy bajo dopaje. También realizamos un experimento propuesto por Senthil y Fisher (2001b) pero no observamos efecto de memoria vórtice, el cual podría ser la marca de visones, los defectos topológicos de la teoría de SCS de Senthil-Fisher. El primer experimento colocó un límite de  $E_{\text{vison}}/k_B < 60$  K, mientras que el experimento más sólido de memoria vórtice colocó un límite estricto de  $E_{\text{vison}}/k_B < 190$  K. Ambos de estos límites son muchos menores que los predichos por la escala de energía de visión  $E_{\text{vison}} \approx k_B T$  \* (Senthil y Fisher 2001a). Nuestros experimentos juntos hacen poco probable cualquier escenario de SCS en cupratos que requieran visones.

Sin embargo, los escenarios de SCS para los cupratos no han sido abandonados

Paramekanti et al. (2002) propone un nuevo modelo de un “helio líquido de Bose” en el cual pares de Cooper en una red cuadrada interactúan por vía de intercambio en el aro. Ellos llaman a su modelo un “punto medio” entre un aislante Mott y el escenario SCS completamente fraccionado. Ribeiro y Wen (2003) predicen que no habrá fraccionalización en un hueco de cupratos dopados (como en YBCO), pero ellos muestran que la SCS es un candidato para una fase de pseudo espacio metálico de cupratos electro dopados. Estudios experimentales en cupratos dopados electrónicamente son necesarios para comprobar esta posibilidad. Otro trabajo teórico de Paramekanti et al. (2003) calcula que una parte del visón en los cupratos podría ser mucho más pequeña que la formulación original por Senthil y Fisher (2001a) . Ellos afirman que  $T_{Evison}$  podría ser 550 K, el cual podría significar fraccionalización, aparecería solamente a muy bajas temperaturas y así que no sería responsable de las propiedades del pseudo espacio.

Aunque la predicción de la SCS en los cupratos es dudosa, hay un reciente interés en la fuerte posibilidad de fraccionalización en magnetos altamente frustrados. Coldea et al. (2001) observó evidencia de un líquido fraccionado giratorio 2D en medidas dispersas de un neutrón en el antiferromagneto frustrado  $Cs_2CuCl_4$ . Senthil y Motrunich (2002) construyeron modelos microscópicos de fases fraccionizadas y mostraron que es posible tener una fase magnética en la SCS. Chung et al. (2003) examinó el sistema de  $Cs_2CuCl_4$  teóricamente. Ellos computaron modelos para ambos estados líquidos giratorios, el bosónico y el fermiónico<sup>6</sup>, los cuales predijeron diferentes comportamientos de dependencia de temperatura para medidas dispersas de neutrones. Se necesitan más experimentos para determinar el tipo de fraccionalización que existe en un sistema de  $Cs_2CuCl_4$  frustrado magnéticamente. Los magnetos frustrados son candidatos prometedores para la fraccionalización 2D porque la frustración inherente lleva al desconfinamiento de los giros antiferromagnéticos.

---

<sup>6</sup>La separación con carga giratoria probada para los cupratos en este Capítulo es del tipo fermiónico, ya que el espenón tenía un giro de 1/2.

## Capítulo 5

### Medidas de penetración profunda

El microscopio de barrido de sonda Hall con submicrón y los más recientes cristales individuales superconductores disponibles de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO) con un dopaje extremadamente bajo de la UBC (Liang et al. 2002) permiten los estudios de vórtices magnéticos en la región de dopaje bajo del diagrama de fases de cupratos (Figura 1.1). Esta región de densidad de un superfluido muy bajo es importante teóricamente, pero hasta ahora sin experimentar debido a la ausencia de buenas muestras con transiciones superconductoras precisas. En este capítulo, discuto mis intentos para medir la penetración profunda dentro del plano ( $\lambda_{ab}$ ) en YBCO con muy bajo dopaje.

Este capítulo presenta primero la penetración profunda ( $\lambda$ ), resume varios métodos de medición utilizados para medir  $\lambda$  en la literatura, y presenta la ampliamente aceptada “relación Uemura” que  $T_c \propto 1/\lambda^2(0)$ . Luego, detalla mis estudios de captación de imágenes con la sonda Hall de vórtices en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con muy bajo dopaje, el cual tenía una  $T_c$  variable de 5 a 15 K. Los ajustes de mis imágenes a un modelo de perfil de campo de vórtices permitieron medir el tamaño de los vórtices. El tamaño (como lo estoy defendiendo) de un vórtice 3D tradicional es  $\lambda_{ab}$ , aun así, estos cristales anisotrópicos, es posible que una localización espaciada de panqueques vórtices 2D contribuyan a el tamaño medido aparente. Si la localización espaciada no es el caso, mis resultados sugieren una penetración profunda mayor a la predicha en la relación Uemura para al menos la  $T_c \leq 6.5$  K.

## 5.1 Introducción

Un parámetro importante de un superconductor es una penetración magnética. Es la escala de longitud sobre la cual los campos magnéticos externos penetran el superconductor y son exponencialmente detectados. En el estado de los vórtices  $\lambda$  se determina la extensión o el tamaño de los vórtices, que es la longitud sobre la cual los campos magnéticos y la supercorriente recaen. La penetración profunda está directamente relacionada a la densidad del superfluido,  $n_s/m^*$ , por la relación  $n_s/m^* = (c^2/4\pi e^2)\lambda^{-2}$ , en donde  $n_s$  es la densidad de la corriente superconductora y  $m^*$  la masa efectiva<sup>1</sup> La densidad de superfluido es un parámetro de gran importancia teórica. Su valor y dependencia en el dopaje y temperatura permite que las teorías de superconductividad sean comprobadas y formuladas. Esto es de particular importancia en la alta  $T_c$  de superconductores cupratos, en donde el mecanismo de superconductividad todavía no se entiende.

En superconductores anisotrópicos, como los cupratos, la profundidad de penetración y  $m^*$  dependen de la dirección. El superconductor en este caso puede ser descrito como una versión anisotrópica del modelo London con  $\lambda_a$ ,  $\lambda_b$ , y  $\lambda_c$  asociados con los ejes de cristales  $abc$ . (La estructura de cristal YBCO se muestra en la Figura 1.11.)  $\lambda_a$  es la longitud decaída para una supercorriente fluyendo en dirección  $a$  similarmente a  $b$  y  $c$ . En término de campo magnético, si  $B$  (ya sea externo o de un vórtice) señala a lo largo del eje  $c$ ,  $\lambda_a$  es la distancia que el campo penetra en dirección  $a$  y  $\lambda_b$  es la distancia que el campo penetra en dirección  $b$ . Esta afirmación se mantiene para las permutaciones cíclicas  $abc \rightarrow bca \rightarrow cab$ . En cupratos,  $\lambda_c$  es mayor comparada a  $\lambda_a$  y  $\lambda_b$ , mientras que  $\lambda_a \sim \lambda_b$  y estos a menudo se refieren de forma colectiva a la penetración profunda dentro del plano  $\lambda_{ab} = \sqrt{\lambda_a \lambda_b}$ .

### 5.1.1 Métodos de medidas $\lambda$

El valor absoluto de la penetración profunda es difícil de medir. No hay un método universal fácil para hacerlo, aunque muchas clases de técnicas han sido desarrolladas, cada una de estas tienen ventajas y desventajas. Ampliamente, las técnicas

<sup>1</sup>La literatura no es consistente en defender el término de densidad de superfluido. Emery y Kivelson (1995a) la definen como  $n_s$ , Pereg-Barnea et al. (2003) la definen como  $n_s/m^*$ , y Tallon et al. (2003) la definen como  $\lambda^{-2}$ .

Son aquellas que miden  $\lambda$  examinando (1) la susceptibilidad magnética en el estado Meissner, (2) la transmisión y espectropía, o (3) la distribución de campo en el estado de los vórtices. Brevemente discutiré las técnicas predominantes a continuación. En este capítulo, ajusto los perfiles de campo de vórtices de eje  $c$  a la superficie de la muestra en un intento de medir  $\lambda_{ab}$  en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy bajo dopaje. Aunque hay advertencias para esta medición, concretamente, en realidad he medido el tamaño aparente de los vórtices, el cual pudo haber contribuido además de  $\lambda_{ab}$ .

Las técnicas de susceptibilidad magnética pueden medir muy exactamente la penetración profunda relativa a la temperatura base:  $\Delta\lambda(T) = \lambda(T) - \lambda(T_{\text{base}})$ . Esto puede hacerse en DC (Krusen-Elbaum et al. 1989), microondas (Hardy et al. 1993), y radio frecuencias (Carrington et al. 1999). La cavidad resonante y de plano, ambas han sido usados en las mediciones de AC. Conforme la profundidad de penetración cambia (e.g. con  $T$ ), el volumen de la muestra, la cual es superconductora, cambia, y así mediciones muy exactas de  $\Delta\lambda$  pueden hacerse. Sin embargo, la profundidad en la penetración absoluta es difícil de obtener por medio de estos métodos, ya que esta requerirá conocimiento preciso poco real de las dimensiones de la muestra. Una excepción es para profundidad de penetración mayor, como mediciones de cavidad resonante recientes de  $\lambda_c$  absoluta en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con bajo dopaje hecho por Hosseeni et al. (2003).

Un enfoque mejorado de la técnica de resonancia de plano ha sido implementado por Talanov et al. (2000) la cual permite una medición absoluta de  $\lambda$ . En su sistema, una resonancia de placa paralela se compone ya sea de lámina delgada o de superconductores completos en la cual  $\lambda$  se mide. El factor clave de su sistema es que el espaciado entre las placas paralelas puede variar continuamente con un espaciado conocido. La frecuencia resonante depende de la profundidad en la penetración y el espaciado, y así  $\lambda$  puede determinarse desde los ajustes hasta la frecuencia resonante experimental como una función del espaciado.

Pereg-Barnea et al. (2003) en UBC han ideado una nueva técnica de microondas para medir los valores absolutos de tres componentes de  $\lambda$  del estado Meissner. Ellos reprodujeron cristales individuales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con 1% de iones de  $\text{Y}^{3+}$  reemplazados aleatoriamente por iones de  $\text{Gd}^{3+}$ . Las medidas de la resonancia giratoria de electrones (Electronic Spin Resonance, ESR por sus siglas en ingles) de los átomos de Gd en un campo de microondas aplicado revela el número de Gd en el campo.

Ya que solamente  $\lambda$  dentro de una profundidad de penetración está expuesto en el campo, la profundidad de penetración en todos los tres ejes puede encontrarse en las mediciones de ESR.

Una técnica de transmisión exitosa para medir  $\lambda$  involucra medir la inductancia mutua de dos bobinas coaxiales separadas por una lámina de superconducción delgada (Fiory et al. 1988; Lee et al. 1994). Este método está restringido a láminas delgadas y el grosor e uniformidad de la lámina deben saberse para un resultado más exacto. El espectroscopio infrarrojo (Basov et al. 1995) también ha sido utilizado para medir  $\lambda$  y no está restringida a láminas delgadas. Cada componente de la profundidad de penetración ( $\lambda_a$ ,  $\lambda_b$ , y  $\lambda_c$ ) puede ser medido independientemente. El espectroscopio infrarrojo es una técnica difícil y requiere mediciones sobre un rango de frecuencia mucho mayor para obtener los resultados de  $\lambda$ .

La resonancia giratoria del Muon ( $\mu$ SR) es una técnica que mide  $\lambda$  desde la distribución del campo magnético dentro del superconductor en el estado del vórtice. Los muones polarizados son implantados en la muestra y la precesión del giro del muon depende del campo magnético local. El muon se deteriora dentro de dos neutrones y un positrón, y la dirección de la emisión del positrón es dependiente de la dirección de la polarización del giro instantáneo del muon al momento del deterioro. Así que, al detectar los positrones emitidos, la distribución del campo magnético en la muestra puede ser sondeado. Ya que el perfil de campo de la estructura de los vórtices depende del total de la profundidad de penetración,  $\lambda$  puede ser determinada desde los ajustes hasta los datos de  $\mu$ SR. Para una revisión más profunda de  $\mu$ SR aplicado a el estado de los vórtices, vea Sonier et al. (2000).  $\mu$ SR no puede medir la profundidad de penetración para un solo eje, en cambio, este mide un medio como  $\lambda_{ab}$ . La medida de  $\mu$ SR de  $\lambda$  depende de tener un modelo detallado del campo magnético de la estructura de los vórtices. También, en campos altos, la medida de  $\lambda$  puede diferir del estado Meissner  $\lambda$ . El modelo asumido para la distribución del campo magnético, la geometría de la estructura de los vórtices, y el límite macla cada uno puede contribuir a errores a la medición absoluta de  $\lambda_{ab}$ , pero las mediciones de  $d\lambda_{ab}/dT$  no son relativamente afectados por estas dudas (Sonier et al. 2000). La técnica de  $\mu$ SR también es limitada a medir  $\lambda > 1 \mu\text{m}$  (Uemura et al. 1991).

Todas estas técnicas anteriores tienen ventajas y desventajas, y confían en varios alcances de los modelos subyacentes para medir la profundidad de penetración. Algunas de estas técnicas no pueden medir el valor absoluto de  $\lambda$ , o no pueden aislar los componentes de  $\lambda$  en cristales anisotrópicos, o están limitados a medir láminas delgadas e profundidades de penetración pequeñas. Por lo que, tener un número de

técnicas independientes es beneficioso para confirmar los resultados de las profundidades de penetración y resolver dudas sistemáticas. También, las técnicas discutidas anteriormente son predominantes en su totalidad o en las mediciones de la superficie del hueco, para que estas no permitan las mediciones de inhomogeneidad en  $\lambda$ . La técnica implementada en este capítulo, la medición de  $\lambda_{ab}$  de imágenes de vórtices individuales captados con sonda Hall, en un principio pueden medir el grado de homogeneidad de  $\lambda_{ab}$  dentro de un vórtice y comparando vórtices. Esta técnica es la mejor en medir altas profundidades de penetración, lo cual es apropiado para YBCO con bajo dopaje.

### 5.1.2 La Relación Uemura

Generalmente, es aceptado que en la superconductividad de cupratos, la transición superconductor de temperatura  $T_c$  sea proporcional a la densidad de superfluido de temperatura cero en el régimen de bajo dopaje. Este resultado se llama “Relación Uemura” porque fue sugerido primero por mediciones de  $\mu$ SR de la profundidad de penetración reportado por Uemura et al. (1989, 1991). Sus mediciones en muchos cupratos de alta  $T_c$  y otros superconductores poco convencionales revelaron una relación linear universal entre la  $T_c$  y la densidad de superfluido para muestras de bajo dopaje:  $T_c \propto \lambda(0)^{-2} \propto n_s(0)/m^*$ . Por la importancia teórica de la relación Uemura y su amplia aceptación como una regla fenomenológica, es importante extender las pruebas de esta relación dentro de un rango de muy bajo dopaje, en donde  $T_c > 0.1 T_{c,max}$  y la densidad de superfluido es muy baja.

Emery y Kivelson (1995a) explicaron la relación Uemura como un límite en  $T_c$  desde sus fluctuaciones en la fase térmica:

$$T_\theta = A \frac{\hbar^2 n_s(0) a}{4m^*} = A \frac{(\hbar c) 2a}{16\pi e^2 \lambda(0)^2} \quad (5.1)$$

Para los casi cupratos 2D de bajo dopaje,  $A \rightarrow 0.9$  y  $\lambda \rightarrow \lambda_{ab}$  al desaparecer el enganchado entre láminas y  $a = \max(d, \xi_c)$ , en donde  $d$  el espaciado promedio del plano y  $\xi_c$  es la longitud coherente del eje  $c$ . En los cupratos  $d > \xi_c$  sobre la fase de espacios explorados experimentalmente, y la ecuación (5.1) explicada cualitativamente en la relación Uemura. Las fluctuaciones en la fase cuántica también pueden jugar un rol en limitar más adelante la  $T_c$  en las muestras con bajo dopaje por un factor de 5–7% en cristales de YBCO puros (Emery y Kivelson 1995b) en pruebas más desordenadas. En un dopaje óptimo, la fase de ordenación de temperatura  $T_\theta^{max}$  se vuelve comparable al medio de transición

de temperatura en el campo ( $T^{MF}$ ), mientras que para muestras de bajo dopaje  $T_0^{\max} > T^{MF}$  y entonces la  $T_c$  se determina por  $T^{MF}$  (Emery y Kivelson 1995a).

A pesar de la amplia aceptación de la relación Uemura, unos cuantos escritos como el de Tallon et al. (2003) y Pereg-Barnea et al. (2003) cuestionan esta relación con los resultados de profundidad en la penetración que no recae en la pendiente Uemura. Estos reportes recientes son una motivación aún más profunda para medir  $\lambda_{ab}$  en cristales de  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$  de muy bajo dopaje.

## 5.2 Medición del tamaño de los en $YBa_2Cu_3O_{6.375}$

Capté imágenes con el microscopio de barrido de Sonda Hall de vórtices individuales en cristales de  $YBa_2Cu_3O_{6.375}$  recientemente disponibles (Liang et al. 2002). La  $T_c$  fue sintonizada in situ por el templado a temperatura ambiente, dando al dando una  $T_c$ 's en un rango de 5 to 15 K. El tamaño aparente de los vórtices fue medido ajustando las imágenes de los vórtices. Esta técnica de captación de imágenes permitió la observación directa de variaciones espaciales más debajo de la escala de submicrón. Los vórtices se volvieron más homogéneos y filosos conforme la  $T_c$  incrementó como puede verse en la 5.1.

Las imágenes de los vórtices fueron tomadas con el objetivo de medir la profundidad de penetración dentro del plano  $\lambda_{ab}$ . El tamaño<sup>2</sup> de un vórtice en total es  $\lambda_{ab}$  para un vórtice convencional. En superconductores altamente anisotrópicos, la superconductividad ocurre principalmente en las capas 2D de panqueques vórtice, y un vórtice en el eje  $c$  puede ser modelado en un bloque 2D (Clem 1991) como se muestra en la Figura 5.2(a). La Figura 5.2 también muestra otras posibles configuraciones de panqueque. El boceto (b) muestra un bloque de panqueques vórtices “dividido”, el cual al momento de ser captado en imágenes desde arriba, se ven “vórtices parciales” aislados cada uno cargando un flujo sub- $\Phi_0$  flujo (si el desplazamiento horizontal es mayor que la de la resolución espacial del microscopio con sonda Hall). Los vórtices parciales fueron a menudo observados en este cristal de  $YBa_2Cu_3O_{6.375}$ , con una ocurrencia de disminución cuando la  $T_c$  se incrementaba, y son discutidas en detalle en el Capítulo 6.

---

<sup>2</sup>Para el “tamaño de vórtices” me refiero a la extensión del flujo o supercorriente en los vórtices en total, no en el tamaño del centro de los vórtices.

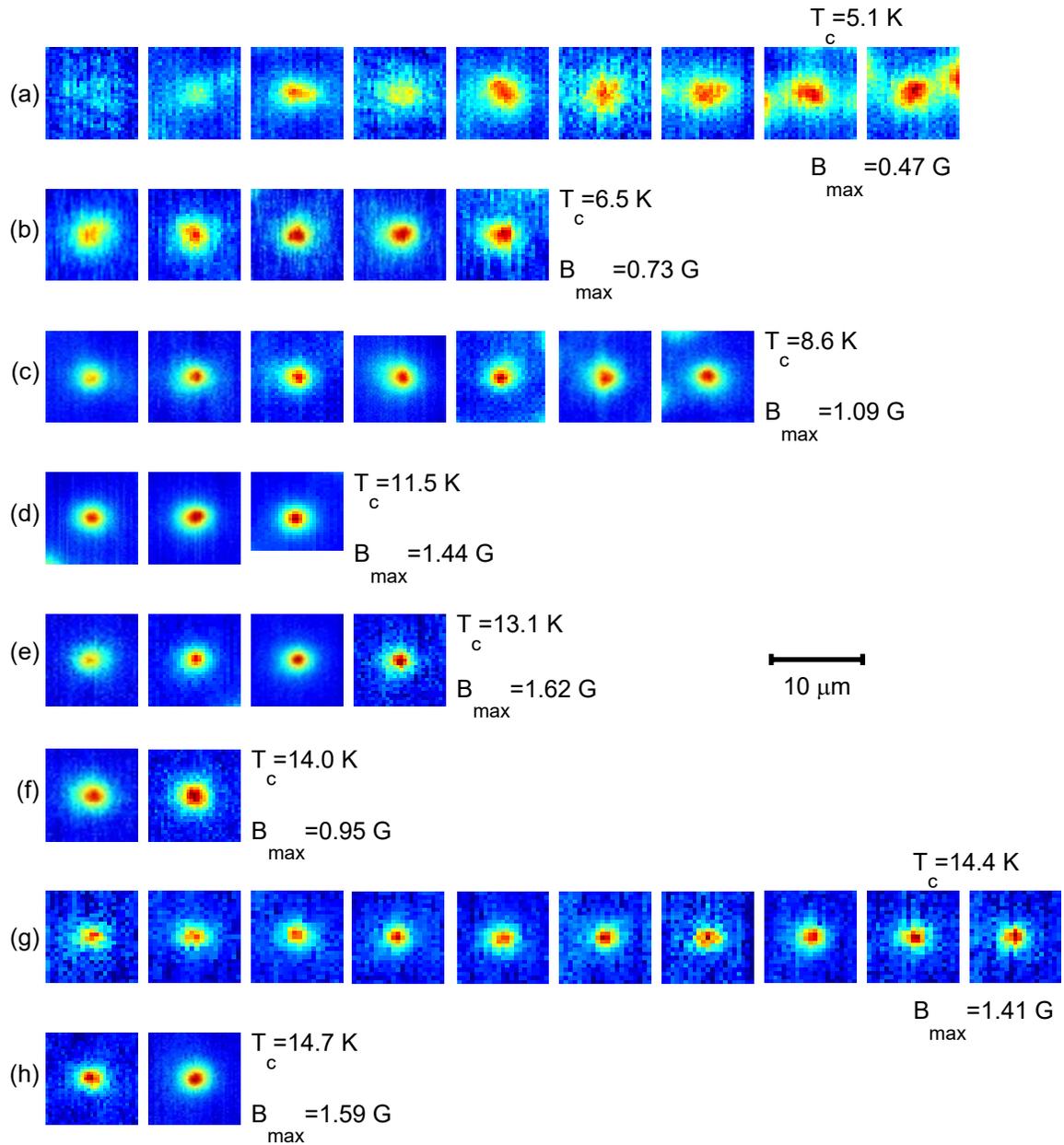


Figura 5.1: En vórtices individuales captados con sonda Hall de  $0.5 \mu\text{m}$  en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con una  $T_c$  variable. Cada una de estas 42 imágenes se ajustan a un modelo de perfil de campo de vórtices para determinar el tamaño aparente de los vórtices ( $s_{ab}$ , en donde  $s_{ab} = \lambda_{ab}$  si no hay una localización espaciada de los panqueque vórtices). Las filas (a)-(h) muestran imágenes obtenidas para valores incrementados de  $T_c$ . En cada fila, las imágenes están organizadas de izquierda a derecha disminuyendo los valores  $s_{ab}$  disminuidos ajustados. Una compensación constante, determinada por el ajuste, se sustrae de cada imagen. La escala de colores para cada fila se extiende de  $-B_{\max}/10$  (azul) a  $+B_{\max}$  (rojo). La altura de la sonda Hall  $z = z_0 + \Delta z$  no fue la misma para todas las imágenes,  $\Delta z$  difirió por una cantidad controlada  $\leq 0.16 \mu\text{m}$ , aunque creemos que  $z_0$  fue constante.

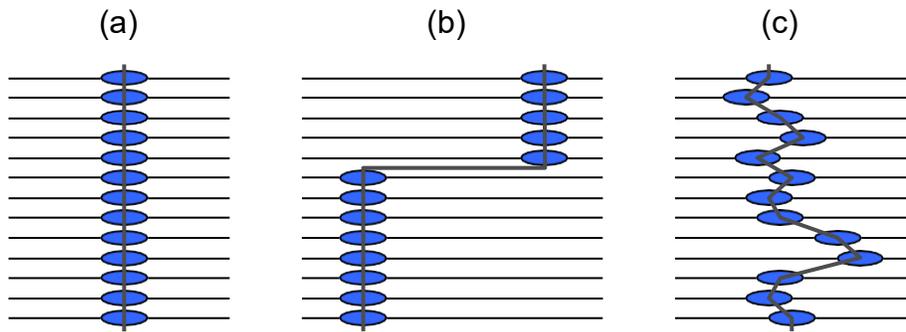


Figura 5.2: Posibles configuraciones de panqueques vórtices 2D en un superconductor laminado. (a) Un bloque de panqueques vórtice directo es idéntico a un vórtice 3D convencional en el límite de un espaciado de láminas pequeño. (b) Un bloque dividido, el cual parece “vórtices parciales” aislados cuando se observan desde arriba. (c) Un vórtice con localización espaciada de los panqueques. El tamaño aparente del bloque espaciado es mayor que la del bloque directo en (a).

Para las mediciones de  $\lambda_{ab}$ , elegí imágenes de vórtices, las cuales estaban casi aisladas y más brillantes que cualquier vórtice parcial cercano, en un intento de seleccionar vórtices completos descritos por la Figura 5.2(a) en lugar de bloques divididos como en la Figura 5.2(b). Sin embargo, esto no excluye la posibilidad de bloques separados como se bosqueja en la Figura 5.2(c), en la cual los panqueques están localizados en cada capa con leves desplazamientos alternos. El tamaño aparente de un vórtice compuesto de panqueques separados sería mayor que  $\lambda_{ab}$ . No podemos asegurar en nuestras imágenes si el vórtice completo aparente se describe en la Figura 5.2(a) o (c). Mis vórtices se ajustan a la medida de vórtices de tamaño aparente, el cual denotaremos como  $s_{ab}$ . Este tamaño es la suma de  $\lambda_{ab}$  y el promedio de los desplazamientos de panqueques en el bloque separado. Si no hay localización espaciada en el vórtice de panqueques 2D, entonces  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ .

### 5.2.1 La muestra de YBCO

Se ha comprobado que es difícil hacer superconductores cupratos con muy bajo dopaje con una  $T_c$  precisa. En YBCO, el dopaje es controlado por una alta movilidad de cadenas de oxígenos, haciendo posible alcanzar un alto grado de homogeneidad. Los cristales de YBCO de alta pureza con muy bajo dopaje son reproducidos con un método propio de fluido mejorado recientemente en crisoles de  $\text{BaZrO}_3$  por Liang et al. (1998, 2002). El contenido de oxígeno deseado es estipulado durante un templado a 900–930°C en oxígeno fluido, luego las inhomogeneidades del oxígeno se remueven

durante un templado de 1–2 semanas, a  $570^\circ\text{C}$  en un pequeño tubo de YBCO cerámico con el mismo contenido de oxígeno. Inicialmente, después de enfriarlo a  $0^\circ\text{C}$ , los cristales no son superconductores, pero al templarlo a temperatura ambiente, se les permite a los átomos de oxígeno ordenarse dentro de los fragmentos de cadenas de Otho-II cuya longitud incrementada proporciona el dopaje cargado en los planos de  $\text{CuO}_2$ . La  $T_c$  incrementa con el templado a temperatura ambiente hasta que se alcanza la saturación después de muchas semanas, dando valores finales de  $T_c$  de 5–20 K con amplitud total de susceptibilidad (10%–90%) menor que 2 K (Liang et al. 2002). Durante el templado a temperatura ambiente, un cristal puede ser observado a un rango de valores de  $T_c$  para la misma muestra. Las estructuras laminares en forma de cristales son alrededor de  $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$  con el plano  $ab$  paralelo a la superficie, y típicamente tienen un grosor de 10–100  $\mu\text{m}$ . Cuando se reproducen, los cristales tienen límites macla (intercambiándose en los ejes  $a$  y  $b$ ), pero estos pueden separarse aplicando altas presiones a temperaturas elevadas. Los cristales se discutieron con más detalle en la Sección 1.3.

Los resultados presentados aquí son de un cristal de  $YBa_2Cu_3O_{6.375}$  de 8  $\mu\text{m}$  de grosor, captado en imágenes en ocho etapas durante el ordenamiento por templado a temperatura ambiente. Después de 36 horas en templado a temperatura ambiente, el cristal tenía una  $T_c \sim 5.1\text{ K}$  y una amplitud de transición de  $\Delta T_c \sim 3\text{ K}$ . Subsecuentemente,  $T_c$  incremento casi logarítmicamente con el tiempo de templado, dando un rango a los valores  $T_c$  todos teniendo  $\Delta T_c < 1.5\text{ K}$ . La medida máxima de  $T_c$  fue 14.7 K después de un tiempo total de templado de 39 días. La Tabla 5.1 (y la Figura 1.13) da detalles de la temperatura de transición obtenida versus el tiempo de templado para este cristal. Los valores de  $T_c$  fueron obtenidos in situ por la sonda Hall en un campo aplicado de 8.3 mHz de 0.20–0.25 G de amplitud. Las transiciones observadas se describen como un punto medio de  $T_c$ 's con la determinación de las amplitudes completas, limitadas por el  $\sim 10\%$  de resolución de la medida de susceptibilidad. La Figura 5.3 muestra las transiciones de susceptibilidad completas medidas con la sonda Hall.

Note que la respuesta de la sonda Hall en el estado normal no siempre satura a los mismos niveles. Esto puede indicar pequeñas fracciones de la muestra con una alta  $T_c$ , o puede deberse solamente a fluctuaciones en el coeficiente Hall de la sonda de enfriamiento a enfriamiento.

Tabla 5.1: Valores  $T_c$  y tamaño de vórtices aparente ( $s_{ab}$ ) resultados de los ajustes a los vórtices en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . El error actual de  $z_0$  dominante debería ser similar para los valores de  $T_c$  ya que  $z_0$  es constante aunque desconocido ( $0.4 \mu\text{m} < z_0 < 1.3 \mu\text{m}$ ). Los resultados también se muestran gráficamente en la Figura 5.6.

RT Temp lado [días]	Punto medio $T_c$ [K]	Amplitud Est. 10%–90% $\Delta T_c$ [K] <sup>a</sup>	# ajustes vórtice	Rango de $s_{ab}(T \ll T_c)$ [micrones] <sup>b</sup>	Pro medio $s_{ab}(T \ll T_c)$ [micrones] $R_H$ err. $z_0$ err.
1.5	5.1	2.6	9	1.7 – 4.3	2.38 ±0.26 +0.43 –0.48
1.9	6.5	1.0	5	1.2 – 1.5	1.35 ±0.18 +0.37 –0.43
2.7	8.6	1.4	7	0.9 – 1.4	1.04 ±0.15 +0.36 –0.42
6.4	11.5	1.0	3	0.6 – 0.6	0.61 ±0.12 +0.34 –0.40
12.4	13.1	1.4	4	0.6 – 0.7	0.64 ±0.12 +0.35 –0.40
20.2	14.0	0.8	2	0.8 – 1.0	0.90 ±0.15 +0.36 –0.41
28.5	14.4	0.9	10	0.6 – 0.7	0.65 ±0.13 +0.34 –0.40
39.1	14.7	1.1	2	0.6 – 0.6	0.57 ±0.11 +0.34 –0.40

<sup>a</sup> $\Delta T_c$  fluctuaciones de  $T_c \geq 6.5$  K son para las mediciones de ruido, no la muestra intrínseca.

<sup>b</sup>Estos valores  $s_{ab}$  son aquellos obtenidos, asumiendo que  $R_H = 0.115 \Omega/\text{G}$  y  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ .

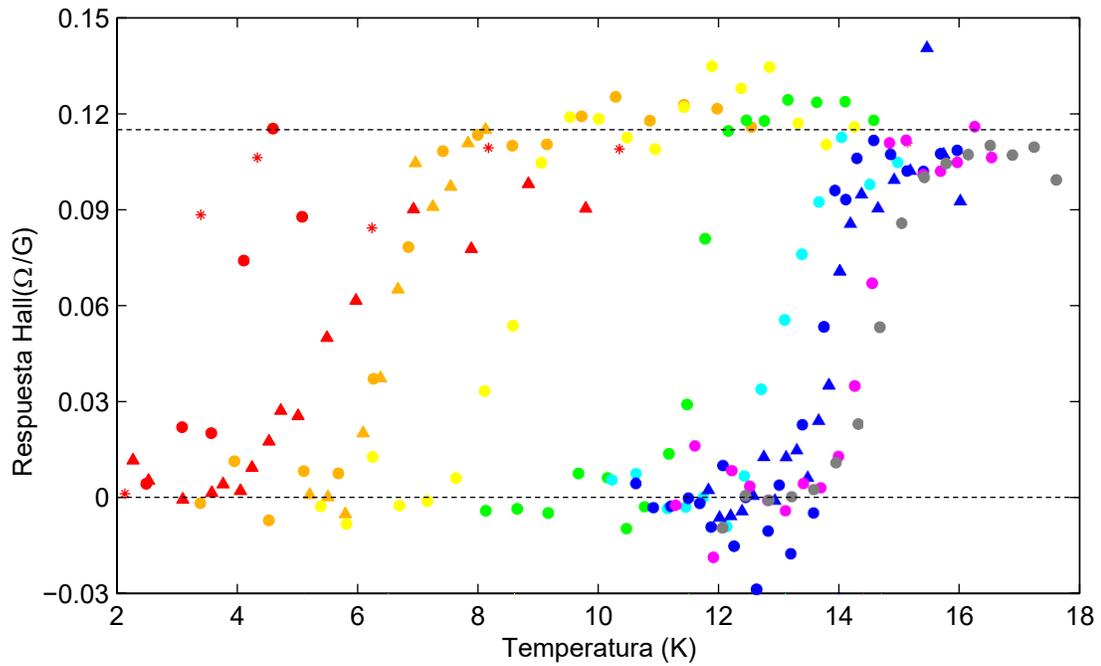


Figura 5.3: Transiciones superconductoras en el cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  cuando fue medida la susceptibilidad magnética in situ. Cada color representa una etapa diferente del templado. Los triángulos son para segundas mediciones. Las líneas verticales indican el punto medio estimado de  $T_c$  de la transición de amplitud completa en cada etapa del templado. Los datos para las dos  $T_c$  más bajas (roja y naranja) estaban con  $B_{\text{max}} = 0.25$  G, excepto para los puntos de datos rojos \* los cuales estaban con  $B_{\text{max}} = 1.0$  G. Todas las transiciones  $T_c$  mayores fueron tomadas con  $B_{\text{max}} = 0.20$  G. El coeficiente Hall se estimó como  $R_H = 0.115 \pm 0.015$   $\Omega/\text{G}$ .

### 5.2.2 Captación de imágenes de Vórtices

Escanear vórtices individuales con un microscopio de sonda Hall es una técnica establecida (Chang et al. 1992; Davidović et al. 1996; Oal et al. 1996b) primero demostrada por Chang et al. (1992). La sonda Hall utilizada aquí fue hecha de GaAs/AlGaAs, dos gases electrones bidimensionales (2DEG), con un tamaño litográfico de  $0.5 \mu\text{m} \times 0.5 \mu\text{m}$ . (Ver Sección 3.4). Debido a la desintegración en 2DEG, el tamaño de esta área activa es de alguna forma más pequeña que las dimensiones litográficas. La sonda Hall mide el campo magnético perpendicular en el área activa, con respecto a una salida intrínseca constante a la sonda. La altura mínima  $z_0$  del área activa encima de la superficie de la muestra está limitada por la profundidad 2DEG (140 nm), por la distancia entre el área activa y la esquina del chip de la sonda Hall (8  $\mu\text{m}$ ), y por el ángulo entre el chip de la sonda Hall y la muestra ( $\geq 1^\circ$ ).  $z_0$  se determina por alineación precisa y es hasta el momento la fuente de errores más grande en mis primeros resultados. Por esta razón, es importante hacer mediciones para un rango de  $T_c$  en el *mismo* durante una *sola* alineación para mantener  $z_0$  constante y así controlar el error sistemático. Realicé el templado de la muestra  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  a temperatura ambiente in situ para mantener  $z_0$  constante.

Los vórtices aislados se capturaron enfriando la muestra en un pequeño campo aplicado adentro de un escudo magnético mu-metal de tres capas con un campo residual  $<25$  mG. Las Figuras 5.1 muestran imágenes de vórtices para un rango de valores de  $T_c$ . A bajas  $T_c$  los campos de vórtices están más extendidos y tienen amplitudes más pequeñas, indicativo de un tamaño aparente mayor  $s_{ab}$ . Los vórtices con  $T_c$  baja fueron a menudo no circulares, particularmente para la  $T_c = 5.1$  K, mínima y también mostró más variación en la altura pico de vórtice a vórtice. En general, los vórtices con una  $T_c$  mayor se ven más filosos y uniformes. Debe mencionarse que las asimetrías de las formas de los vórtices no están alineadas consistentemente con los ejes  $ab$ , y por eso no son un resultado de las diferencias entre  $\lambda_a$  y  $\lambda_b$ . Si ese fuera el caso, y nuestro cristal hubiera estado separado (no lo estaba), esta técnica con sonda Hall pudo en principio medir independientemente los dos componentes de la profundidad de penetración en el plano.

El tamaño aparente de los vórtices  $s_{ab}$  en la totalidad está relacionada con el grado de expansión del perfil de campo de vórtices encima de la superficie de la muestra. Como se mencionó anteriormente, podría haber habido dos contribuciones al tamaño aparente medido  $s_{ab}$  en este cristal anisotrópico YBCO con muy bajo dopaje

Si no hay localización espaciada (Figura 5.2(c)) de los vórtices panqueque 2D, entonces  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ , y las inhomogeneidades en las formas de los vórtices podrían indicar inhomogeneidades en la escala del micrón en  $\lambda_{ab}$ . Si hay localización espaciada,  $s_{ab} > \lambda_{ab}$ , las figuras de los vórtices no uniformes podrían deberse a un espaciado asimétrico o de forma similar, a una serie de bloques divididos (Figura 5.2(b)) con desplazamientos irresolubles. La observación de lo que creemos es los bloques divididos o vórtices parciales discutidos en el Capítulo 6, sugiere que la localización espaciada del vórtice de panqueques es una posibilidad en este cristal. En total, ajuste 50 imágenes de 42 vórtices diferentes en la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . Solamente los vórtices que aparecen estar aislados fueron elegidos.

### 5.2.3 Ajuste de Vórtices

El modelo anisotrópico London, en el límite<sup>3</sup> grueso del cristal con el plano  $ab$  paralelo a la superficie, da al campo perpendicular de los vórtices (Pearl 1966; Kogan et al. 1993; Kirtley et al. 1999a,c)

$$B_z(r, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda_c^2} \int_0^\infty dq \frac{q J_0(qr) e^{-qz}}{q^2 + \lambda_{ab}^{-2} + \sqrt{q^2 + \lambda_{ab}^{-2}}}, \quad (5.2)$$

en donde  $r$  es la distancia radial del centro de los vórtices,  $z$  es la altura sobre la superficie de la muestra, y  $\Phi_0 = hc/2e$ . Debido a otras contribuciones potenciales del tamaño aparente de los vórtices ( $s_{ab}$ ), tomo  $\lambda_{ab} \rightarrow s_{ab}$  en la ecuación (5.2) y realizo ajustes para  $s_{ab}$  en lugar de explícitamente para  $\lambda_{ab}$ . (El procedimiento de ajuste es el mismo no importante si notamos el tamaño  $s_{ab}$  o  $\lambda_{ab}$ .) Para el modelo de ajustes, integré la ecuación (5.2) a una constante  $z$  sobre un diámetro de área circular  $0.5 \mu\text{m}$  representando a la sonda Hall. Los resultados son insensibles al tamaño y forma<sup>4</sup> de la sonda Hall, la cuales son desconocidas debido a la desintegración de 2DEG.

<sup>3</sup>Al utilizar el límite grueso  $\infty$  del cristal, introduce solamente pequeños errores de la muestra de  $8 \mu\text{m}$  a la temperatura más baja medida en los valores del tamaño de los vórtices. Tomando el grosor de un cristal de  $8 \mu\text{m}$  y  $s_{ab} = \lambda_{ab} = 4 \mu\text{m}$ , comparación de una solución gruesa  $\infty$  con la solución completa (Kirtley et al. 1999c) siendo la causa del grosor del cristal muestra que  $B_z(r)$  difiere a lo sumo 4 mG y  $B_z(r=0)$  por menos % para nuestros valores  $z$  posibles.

<sup>4</sup> Los valores  $s_{ab}$  obtenidos de los ajustes directamente a la ecuación (5.2) fueron casi idénticos a aquellos de nuestro modelo convolucionado, difiriendo a lo sumo por 10 nm, indicando que el tamaño de la sonda Hall pudiera haber sido olvidada completamente.

Ajusté las imágenes de los vórtices utilizando una regresión no lineal con Mathematica<sup>®</sup> para extraer  $s_{ab}$  con un ajuste en  $z$ . Los parámetros libres eran las localidades del centro de vórtices, una salida constante, y  $s_{ab}$ . Ver el Anexo A para más detalles acerca del modelo y el procedimiento de ajuste. Las longitudes de  $\lambda_{ab}$  y  $s_{ab}$  están fuertemente correlacionadas y ambas no podrían ser parámetros libres.

En el microscopio de barrido,  $z = z_0 + \Delta z$ , en donde  $z_0$  es la distancia de muestra-sonda cuando se tocan, y  $\Delta z$  es controlable para estas medidas de rango 0–0.16  $\mu\text{m}$ . Un límite inferior de  $z_0 \geq 0.4 \mu\text{m}$  existe para las restricciones geométricas. Un límite superior muy conservador de  $z_0 \leq 1.45 \mu\text{m}$  se obtuvo para estos datos, establecidos por el ajuste de vórtices a una  $T_c$  máxima con  $s_{ab} = \lambda_{ab} = 0$  y  $z$  como un parámetro libre (ver Sección A.1). Un límite superior más pequeño de  $z_0 \leq 1.3 \mu\text{m}$  se obtuvo, asumiendo que  $s_{ab}(0)$  es al menos tan grande como  $\lambda_{ab}(0)$  valores medidos en YBCO dopados óptimamente (Basov et al. 1995). Esto es aún una suposición conservadora, ya que se conoce bien que la densidad de un superfluido disminuye (y por consiguiente incrementa la profundidad de penetración) cuando el dopaje es reducido de lo óptimo. Todos los vórtices se ajustaron con un rango de valores  $z_0$ . Los resultados justos se reportaron aquí con un valor típico de  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ , con una barra de error sistemática determinada por los ajustes con  $z_0 = 0.4 \mu\text{m}$  y  $z_0 = 1.3 \mu\text{m}$ . La opción del típico valor  $z_0$  se basó en alineaciones anteriores y mediciones de vórtices en las muestras con un  $\lambda_{ab}$  conocido. También capté imágenes de otros cristales de YBCO con muy bajo dopaje a una solo valor de  $T_c$ , tres con una sonda Hall de 0.5  $\mu\text{m}$  y otros con sensores más grandes, y obtuvimos resultados de  $s_{ab}$  consistentes. Los ajustes a los vórtices en un segundo cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  (50  $\mu\text{m}$  grueso) medido a una  $T_c = 8.3 \text{ K}$  dio  $s_{ab} = 1.0\text{--}1.1 \mu\text{m}$  con la opción de  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ . Dos cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.358}$  también fueron captados en imágenes en su saturación  $T_c = 17 \text{ K}$ . Los vórtices en estas muestras dieron un rango  $s_{ab}$  de 1.3–2.1  $\mu\text{m}$  con la elección de  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ . Sin embargo, estas opciones de  $z_0$  para los ajustes fueron arbitrarios y no verificables experimentalmente. Dificilmente, los errores en  $z_0$  se traduce a la misma señal de magnitud y señal opuesta de error en  $s_{ab}$ , ya que los parámetros están altamente correlacionados. Las mediciones en estos tres cristales tuvieron errores sistemáticos descontrolados, principalmente por las dudas en  $z_0$  lo cual se limitó únicamente por  $z_0 > 0.4 \mu\text{m}$ , por lo que en este Capítulo me enfoco en los datos obtenidos de una sola muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  sobre el rango de  $T_c$  que permitió un control parcial en el error sistemático  $z$ .

Intente medir el ángulo entre la muestra y la sonda, lo cual en principio permitiría un cálculo de la altura mínima  $z_0$  del área activa de la sonda sobre la muestra. Esto se realizó con una cámara CCD y un microscopio en los cuales pude ver la alineación de la muestra-sonda a través de los resistores ópticos laterales del criostato. Este método para determinar  $z_0$  no dio resultados confiables. Por ejemplo, capte imágenes de vórtices en un cristal de YBCO con dopaje casi óptimo, para el cual  $\lambda_{ab}$  había sido medido con otras técnicas en muestras similares. La anisotropía de YBCO dopado con dopaje óptimo es mucho menor que la de los cristales con bajo dopaje, entonces el tamaño de vórtices aparente observado  $s_{ab}$  debería ser igual a  $\lambda_{ab}$  en el cristal con dopaje casi óptimo. Durante un alineamiento, los ajustes a los vórtices en esa muestra con  $z$  como un parámetro libre dieron  $z_0 = 2.1 \mu\text{m}$  (un valor mayor que lo usual), mientras que la medida del ángulo de la muestra-sonda obtenida con la cámara predijo solamente  $z_0 \approx 0.7 \mu\text{m}$ . Las discrepancias de  $z$  se pudieron deber a la curvatura de la muestra, la incapacidad para medir el ángulo de forma exacta desde las fotografías ópticas, o incluso deberse al material extra en la punta o la superficie de la muestra, la cual contribuiría a una distancia adicional para  $z_0$ . En vista de estos problemas, enuncie conservadoramente estos errores en los resultados de  $s_{ab}$  sin intentar medir  $z_0$  desde el ángulo de alineación.

En otro intento de reforzar los límites inciertos de  $z_0$ , realicé muchos ajustes a los tres vórtices del cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  en la etapa de templado a  $T_c = 8.6 \text{ K}$ . Los ajustes se hicieron en una selección grande de  $z$  ajustados y valores  $s_{ab}$  para observar la bondad del ajuste dependiendo de esos parámetros. (Para estas imágenes de vórtices  $\Delta z$  fue cero, entonces  $z = z_0$ .) Lo más bajo la  $T_c$ , lo mayor de  $s_{ab}$ , y así lo más alejado estamos del límite en el cual la ecuación (5.2) (con  $\lambda_{ab} \rightarrow s_{ab}$ ) simplifica la solución del monopolo (Anexo A.1) en donde  $z$  y  $s_{ab}$  ingresan solamente como  $(z + s_{ab})$ . No escogí vórtices con  $T_c < 8.6 \text{ K}$ , los cuales tenían un tamaño de vórtice aparente aun mayor  $s_{ab}$ , ya que eran menos homogéneos y por eso no tan ideales para el ajuste. Calculé el promedio de errores cuadrados entre los datos y los ajustes para una cuadrícula de  $z$  y  $s_{ab}$ . Seleccionando únicamente aquellos ajustes dentro de un 90% del intervalo de confianza de rangos  $z$  de  $0.1 - 0.6$ ,  $0.3 - 1.1$ , y  $0.1 - 0.3 \mu\text{m}$  respectivamente para los tres vórtices. Claramente, este no es un método suficiente para colocar límites en  $z_0$ , ya que el 90% de los límites colocados por cada vórtice que incluso no todos coinciden y los valores  $z_0 < 0.4 \mu\text{m}$  no son físicamente posibles debido a restricciones geométricas. Además, este análisis asume una distribución normal de errores, el cual no es el caso actual y subestima la distribución de

$z$  en los intervalos de confianza. Este análisis más adelante confirma que  $z$  y  $s_{ab}$  están tan correlacionados para tratarlos independientemente. Un nuevo esquema para determinar de forma precisa  $z_0$  es recomendable definitivamente, como una sonda  $c$  fabricada con un pequeño pilar STM en la parte de arriba del área activa. Entonces  $z_0$  sería igual a la altura del pilar, además de la profundidad de 2DEG.

## 5.2.4 Resultados

La Figura 5.4 muestra los ajustes de vórtices representativos 2D a baja temperatura para los valores  $T_c$  más bajos y altos de 5.1 y 14.7 K. Ajustar el modelo radialmente simétrico a perfiles de vórtices inhomogéneos como en la Figura 5.4(a) es una aproximación la cual da un promedio del tamaño de vórtices aparente.

Para cuatro vórtices, también capté imágenes con sonda Hall mientras calentaba para investigar la dependencia de temperatura. La Figura 5.5(a) marca el tamaño de los vórtices aparente  $s_{ab}(T)$  para vórtices en sus etapas de  $T_c$  mínimas y máximas. Se ha descubierto en los experimentos que la densidad del superfluido ( $\propto \lambda_{ab}^{-2}$ ) en los cupratos es lineal en  $T$  fo  $T \ll T_c$  (Hardy et al. 1993). Esta pendiente  $d(\lambda_{ab}^{-2})/dT$  también se ha descubierto que es independiente del dopaje (Bonn et al. 1996). Dentro de nuestros errores sistemáticos y estadísticos, no es posible extraer los detalles de la dependencia de la temperatura en la profundidad de penetración (si asumimos que  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ ) a partir de nuestras mediciones. La Figura 5.5(b) marca  $s_{ab}^{-2}(T)$  para nuestros datos junto con  $\lambda_{ab}^{-2}(T)$  datos para comparar  $YBa_2Cu_3O_{6.60}$  (Bonn et al. 1996). Las inclinaciones de nuestros datos son consistentes con los datos de  $YBa_2Cu_3O_{6.60}$ , pero no pueden sacarse conclusiones significativas debido a nuestras grandes barras de errores sistemáticos. El  $s_{ab}$  medido es difícilmente constante para  $T > 5 T_c/2$  (Figura 5.5(a)). Así que, aproximé  $s_{ab}(0)$  con  $s_{ab}(T)$  con  $T \sim 2$  K para  $T_c < 12$  K y  $T \sim 4$  K para una mayor  $T_c$ .

El tamaño de vórtice aparente de baja temperatura  $s_{ab}$  versus los resultados de  $T_c$  se muestran en la Figura 5.6(a) y se resumen en la Tabla 5.1. El tamaño de vórtice aparente es un límite superior en  $\lambda_{ab}$ , y si no hay un aumento debido a la localización,  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ . Para verificar la robustez del ajuste a la cantidad del fondo incluido para seis vórtices, tomé imágenes múltiples, variando únicamente el tamaño de la imagen. Los valores de  $s_{ab}$  variaron a lo sumo por  $0.1 \mu m$  y promedié estos resultados  $s_{ab}$  para obtener un dato puntual por vórtice. Las fuentes dominantes de errores

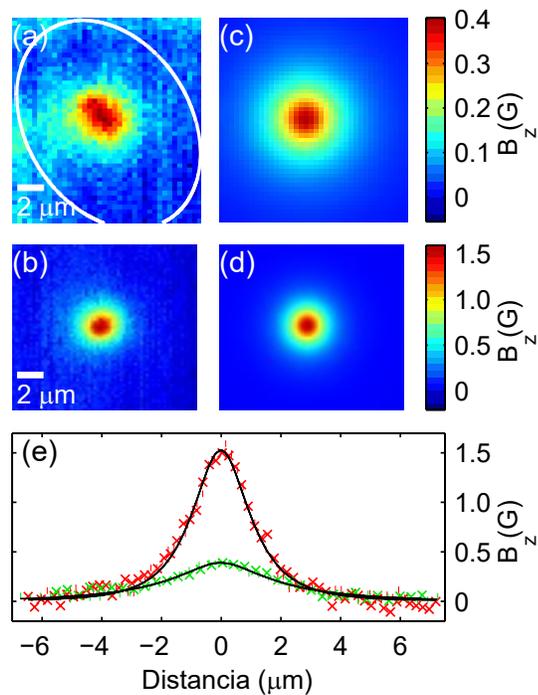


Figura 5.4: Imágenes de vórtices capturadas con sonda Hall y ajustes al modelo descrito en el texto (con  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ ) en un solo cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . (a) Para  $T_c = 5.1$  K y  $T = 2.0$  K. La forma no uniforme fue típica en vórtices a esta  $T_c$ . (b) Para  $T_c = 14.7$  K y  $T = 4.0$  K. (c) Ajuste 2D de la imagen (a) dentro del ovalo blanco con un mejor ajuste de parámetro  $s_{ab} = 1.86 \mu\text{m}$ . (d) Ajuste 2D de la imagen (b) con un mejor ajuste de parámetro  $s_{ab} = 0.55 \mu\text{m}$ . Imágenes y ajustes son mostrados con un exterior constante sustraído y escala de colores correspondientes a las barras de la derecha. (e) Secciones intercaladas horizontal (x) y vertical (●) a través del centro de los vórtices en la imagen (a) (verde), imagen (b) (rojo), y ajustes correspondientes (c) y (d) (líneas negras).

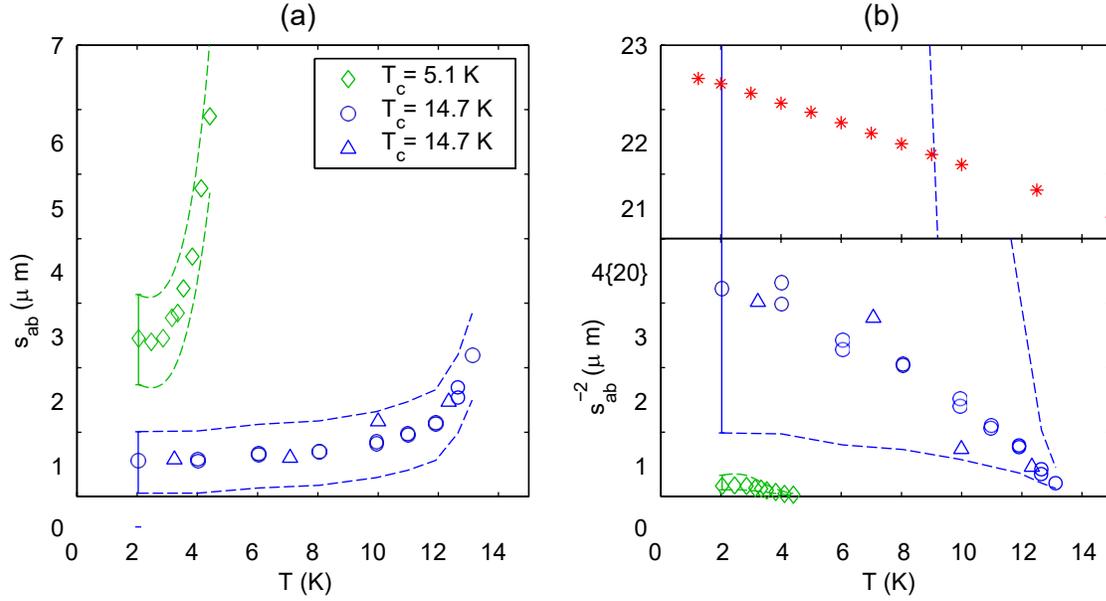


Figura 5.5: Dependencia de temperatura en el tamaño de vórtices aparente  $s_{ab}$  en un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  para valores de  $T_c$  5.1 K y 14.7 K. En la ausencia de localización separada de los vórtices de panqueque 2D,  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ . Para cada uno de nuestro datos mostrados,  $s_{ab}$  se obtuvo de los ajustes a las imágenes de vórtices individuales tomados con sonda Hall cuando  $T$  incrementó. Los vórtices desaparecieron en  $T < T_c$ . Las líneas punteadas indican la extensión máxima de grupos de datos que pudieran ser cambiados debido a los errores sistemáticos. (a) Tamaño de vórtices aparente  $s_{ab}$  vs.  $T$ . (b)  $s_{ab}^{-2}$  vs.  $T$  para los mismos datos como fueron marcados en (a). Los datos \* son  $\lambda_a^{-2}(T)$  de Bonn et al. (1996) para un cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.60}$  con  $T_c = 59$  K. (Note que el eje vertical se salta los valores entre 4–20  $\mu\text{m}$ .)

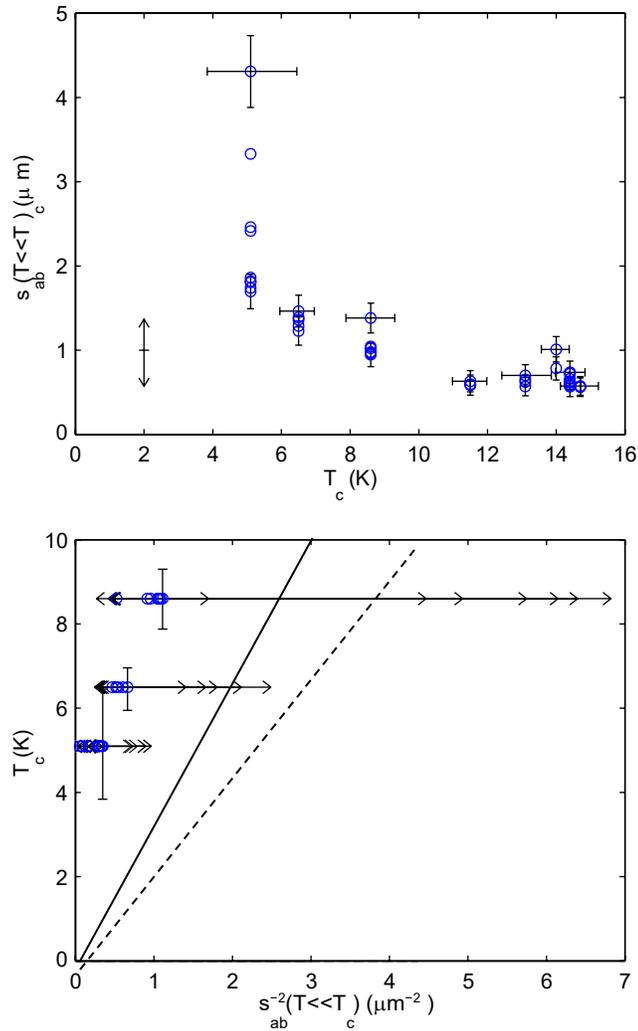


Figura 5.6: El tamaño de vórtices aparente  $s_{ab}(T_c)$  para un cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . (a)  $s_{ab} \leq$  versus  $T_c$ .  $T \leq 24$  K para  $T_c < 12$  K y  $T \leq 4.3$  K para  $T_c > 12$  K.  $s_{ab}$  se obtuvo de ajustes a las imágenes tomadas con sonda Hall de 42 vórtices diferentes a ocho etapas de  $T_c$  en templado a temperatura ambiente. Las barras horizontales indican la resolución limitada en la amplitud completa de la transición de superconductividad para cada  $T_c$ . Las barras verticales de errores son de inexactitudes en la calibración de la sonda (mostradas únicamente para los puntos extremos de datos). Un error sistemático de una inexactitud en la distancia mínima de la muestra-sonda  $z_0$  podría variar los datos en su totalidad colocados por la extensión indicada por la flecha doble en  $T_c = 2$  K. Los puntos de datos mostrados son con  $z_0 = 0.8 \mu\text{m}$ . (b) Marca de  $T_c$  versus  $s^{-2}$  para  $T_c < 10$  K. Las barras horizontales de errores incluyen *ambos*, la calibración de la sonda y las inexactitudes  $z_0$ . Las líneas solidas es  $T_c^{\text{max}}$  de la ecuación (5.1). La línea punteada es calculada asumiendo una relación lineal por medio de cero a partir de una medición reciente de  $\lambda_a(0) = 202 \pm 22$  nm en YBCO con  $T_c = 56$  K (Pereg-Barnea et al. 2003), consistente con los resultados en Sonier et al. (1997).

en los resultados de  $s_{ab}$  son las inexactitudes en  $z_0$  (que serán las mismas para todos los puntos de datos) y la calibración del coeficiente de la sonda Hall,  $R_H = 0.115 \pm 0.015 \Omega/G$ . Los ajustes con los extremos de  $z_0$  muestran que el error correspondiente a  $s_{ab}$ , indicado por la flecha doble en la Figura 5.6(a) y dado por el promedio de  $s_{ab}(T_c)$  en la Tabla 5.1, es difícilmente constante para todos los puntos de datos. La inexactitudes en  $R_H$  se traduce a un error de  $s_{ab}$  de casi  $\pm 8\%$  de  $(z + s_{ab})$ .  $R_H$  puede cambiar levemente de enfriamiento a enfriamiento, entonces es poco probable como  $z_0$ , no es necesariamente el mismo para todos los valores de  $T_c$ . Bajo el supuesto de que la ecuación (5.2) con  $\lambda_{ab} \rightarrow s_{ab}$  es la descripción teórica correcta de nuestros perfiles de campo medidos, otros errores sistemáticos y estadísticos son pequeños comparados a aquellos de  $z_0$  y  $R_H$ .

A una baja  $T_c$  de 5.1 K, el tamaño de vórtice aparente  $s_{ab}$  varía significativamente de vórtice a vórtice y  $\Delta T_c$  es casi el doble que una  $T_c$  más alta. Esto pudiera ser explicado por variaciones de  $T_c$  locales en la escala de longitud de decenas de micrones y pudiera sugerirse que el oxígeno ordenado y el dopaje en el plano fue algo inhomogéneo después del tiempo más corto de templado. Las mediciones más angostas  $\Delta T_c < 1.5$  K y variaciones  $s_{ab}$  más pequeñas para  $T_c \geq 6.5$  K pueden indicar un incremento en la homogeneidad. Alternadamente,  $s_{ab}$  puede ser dominada por localización separada en el vórtice panqueque (Figura 5.2(c)) a la  $T_c$  más baja, o bloques divididos de vórtices panqueque no detectados, y así las variaciones en  $s_{ab}$  pudieran deberse a la localización. Es útil examinar los resultados de  $s_{ab}$  en el caso asumido de  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ . La Figura 5.6(b) muestra los datos de baja temperatura marcada como  $T_c$  versus  $s_{ab}^{-2}$  (recuerde que  $\lambda_{ab}^{-2}$  es proporcional a la densidad del superfluido). Los datos desviados de la relación lineal Uemura se muestran como la línea sólida. Los ajustes dieron los valores de baja temperatura  $s_{ab} \approx 1.7-4.3 \mu\text{m}$  para la  $T_c$  más baja  $\sim 5$  K. En contraste, la Ecuación (5.1) da  $T_c \approx (3.3 \text{ K } \mu\text{m}^2)\lambda^{-2}(0)$  para YBCO, o  $\lambda_{ab}(0) = 0.8 \mu\text{m}$  para  $T_c = 5$  K. Si  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ , entonces mis datos indican que una  $n_s(0)$  más baja pueden ceder 5 y 6.5 K temperaturas de transición. Los datos de  $T_c$  más altos están inconclusos debido a las altas barras de errores incrementales de la inexactitud de  $z_0$ . Si la línea Uemura es calculada a partir de mediciones residentes de  $\lambda_a(0)$  por Pereg-Barnea et al. (2003), como se muestra por la línea punteadas en la Figura 5.6(b), nuestros datos se desvían incluso mucho más de la línea.

### 5.2.5 Discusión e implicaciones

La interpretación de mis mediciones de tamaño de vórtices aparentes como una función de  $T_c$  en  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$  con muy bajo dopaje es contingente al comportamiento de los vórtices de panqueque 2D, mostrado esquemáticamente en la Figura 5.2. Si los vórtices captados en imágenes no eran justamente bloques de panqueque, pero en lugar, localizados con desplazamientos horizontales irresolubles, el tamaño de vórtice aparente  $s_{ab}$  sería mayor que  $\lambda_{ab}$ .

Examinemos los vórtices panqueque con más detalle. Estos cristales tienen una anisotropía mayor  $\lambda_c/\lambda_{ab}$ , como lo confirman mediciones recientes de  $\lambda_c(0) \sim 100 \mu\text{m}$  para  $T_c \sim 6 \text{ K}$  (Hosseeni et al. 2003), entonces, es en realidad apropiado tratar un vórtice como compuesto por vórtices panqueque 2D, como primero lo introdujo Clem (1991). Olvidando la unión Josephson ( $\lambda_c \rightarrow \infty$ ), el potencial de un solo panqueque dislocó una distancia  $\rho$  de alguna forma, otro bloque directo es (Clem 1991):

$$U_0(\rho) = E_0[\gamma + \ln(\rho/2\lambda_{ab}) + K_0(\rho/\lambda_{ab})], \quad (5.3)$$

en donde  $E_0 = \Phi_0^2 s / (8\pi^2 \lambda_{ab}^2)$ ,  $\gamma$  es la constante de Euler, y  $s = 1.17 \text{ nm}$  la capa doble espaciado de YBCO. Asumiendo que  $\lambda_{ab} = 0.8 \mu\text{m}$  de la Ecuación (5.1) a  $T_c = 5 \text{ K}$ , el buen ancho potencial sería  $\rho < 0.3 \mu\text{m}$  para  $U_0(\rho)/k_B < 5 \text{ K}$ . Esto indica que las fluctuaciones térmicas del panqueque no pueden ser el único recurso de nuestro tamaño grande aparente de vórtices. Bluhm confirmó este cálculo con simulaciones Monte Carlo del en el bloque completo de panqueques, usando la interacción magnética exacta de potencial del bloque incluyendo los efectos de la superficie.

Como ya lo mencione, la localización pudiera causar desalineación de los panqueques. La fuerza requerida para deslocalizar un vórtice ha sido estimada por Gardner et al. (2002) siendo  $\sim 0.5 \text{ pN}$  para un cristal similar a YBCO con  $T_c = 11 \text{ K}$ . Esta es la fuerza total en casi mil panqueques dentro de una profundidad de penetración de la superficie. La fuerza restaurativa en un panqueque dislocado calculada con  $U_0(\rho)$  es de orden  $0.5 \text{ fN}$ , mostrando que la localización puede ser lo suficientemente fuerte para distorsionar un bloque de panqueques rectos, resultado de un bloque de panqueques separados (mostrado en la Figura 5.2(c)). Estudios más profundos de ambientes de localización en estos y otros cupratos son necesarios.

Si la localización resulta en no contribuir con el tamaño de vórtice aparente  $s_{ab}$ , entonces  $s_{ab} = \lambda_{ab}$ , y los datos indican que el modelo de un límite superior linear en  $T_c$  debido a las fluctuaciones de fase en superconductores casi 2D, la Ecuación (5.1) con  $a = d > \xi_c$ , no es apropiada aquí. Dentro del contexto de la Ecuación (5.1), otras escalas de longitud podrían determinar  $a$ .  $\xi_c$  no ha sido medido en estas muestras y pudiera ser mayor que  $d$ , como se esperaría si la desaparición de la superconductividad a un bajo dopaje es descrita por un punto cuántico crítico. Si hay una  $T$  continua = 0 de transición superconductora a no superconductora a un nivel crítico de dopaje  $x_0$ , la longitud coherente  $\xi$  (y  $\xi_c$ ) debería divergir como  $x \rightarrow x_0$ . Habría un cambio de física 3D con  $\xi_c \gg d$ , y así un  $\xi_c$  con muy bajo dopaje sería la característica de la escala de longitud  $a$ , cediendo  $T_c \propto \xi_c \lambda_d^{-2}(0)$  (Kivelson). Alternativamente, si el superconductor es granular y sobrepasa la transición de percolación conforme el dopaje disminuye,  $a$  podría ser determinado por el tamaño del clúster (Kivelson). Cualquier escenario es consistente cualitativamente con nuestros datos. Los perfiles de campo inhomogéneo notorios en los datos de  $T_c$  más bajos pueden apoyar la idea de un superconductor inhomogéneo en la escala del micrón, pero no dar información directa acerca de la granularidad al nanómetro o a decenas en la escala del nanómetro.

### 5.3 Conclusiones

En resumen, utilicé el microscopio de sonda de barrido Hall para captar imágenes de vórtices individuales en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy bajo dopaje, con  $T_c$  variando desde 5 a 15 K. Observé variaciones espaciales en los perfiles de campo de vórtices a las  $T_c$  más bajas y de estos ajustes obtuve el tamaño de vórtices aparente  $s_{ab}(T_c)$ . Si este tamaño es gobernado únicamente por  $\lambda_{ab}(T_c)$ , los resultados no están de acuerdo con la ampliamente aceptada relación Uemura  $T_c \propto \lambda(0)^{-2} \propto n_s(0)/m^*$ . En lugar, estas indicarían que las densidades más bajas de superfluido pueden apoyar  $T_c$ 's de 5.1 y 6.5 K. Note que esta desviación no puede ser explicada incluyendo las fluctuaciones de la fase cuántica (Emery y Kivelson 1995a,b) porque eso predeciría desviaciones en otra dirección (mayor  $n_s/m^*$  para estos valores de  $T_c$ ).

La explicación alterna para el tamaño de vórtices aparente mayor es que los vórtices no son modelados como un bloque de panqueques vórtice rectos, pero en lugar localizados como bloques desalineados o "separados". En ese caso, nuestras mediciones de tamaño de vórtices aparente  $s_{ab}$  son una superposición de la profundidad de penetración en el plano y la escala de longitud de los desplazamientos de los panqueques. Nuestros resultados ceden límites superior a  $\lambda_{ab}$ , ya que  $\lambda_{ab} \leq s_{ab}$ .

La región de muy bajo dopaje en el diagrama de fases de los cupratos es importante de estudiar, y está disponible para experimentar gracias a los cristales individuales de YBCO de la UBC (Liang et al. 1998, 2002). Otras técnicas para medir  $\lambda_{ab}$  deberían realizarse en estos cristales con muy bajo dopaje para suplementar los resultados aquí presentados. Los recientes resultados presentados por Pereg-Barnea et al. (2003) y Tallon et al. (2003) muestran desviaciones de la relación lineal Uemura para los dopajes más altos que en nuestros cristales con muy bajo dopaje. Mas desarrollos de la muestra y estudios de otros cupratos con muy bajo dopaje ayudarán a determinar la física subyacente de estas muestras.



# Capítulo 6

## Vórtices parciales

En este capítulo discutiré observaciones inesperadas de vórtices magnéticos que parecieron cargar un flujo total menor que el flujo superconductor cuántico  $\Phi_0 = hc/2e$ . Estos rasgos fueron observados con el microscopio de barrido magnético en cristales individuales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO) con muy bajo dopaje con  $x \approx 0.35 - 0.375$ . (Ver Sección 1.3 para una introducción básica de estos cristales). Las observaciones se hicieron inicialmente con un dispositivo de interferencia de superconducción de  $8 \mu\text{m}$  (SQUID) y después más extensivamente con una sonda Hall de  $0.5 \mu\text{m}$ .

La cuantización fluxoide es una propiedad fundamental de la superconductividad. Por esta razón fue sorprendente ver estos rasgos sub- $\Phi_0$  aislados aparentes, los cuales llamaré *vórtices parciales*. En este capítulo, revisaremos brevemente la cuantización fluxoide en un superconductor. En la Sección 6.2, presentaré las imágenes de vórtices parciales, discutiré las propiedades de las vórtices parciales, y daré estadísticas de su prevalencia y magnitud. Luego, discutiré algunos de los escenarios iniciales pero rechazados para crear estos vórtices parciales antes de presentar una propuesta para lo que estos vórtices parciales realmente son. Creemos que son causados por un vórtice completo que es parcialmente desplazado de forma horizontal (un “vórtice de panqueque dividido”). Esto es posible únicamente en superconductores laminados casi 2D en donde los vórtices pueden ser tratados como un bloque de panqueques de vórtices 2D (Clem 1991). La cuantización de flujo no se viola por el bloque dividido. En la Sección 6.4 discutiré la idea del bloque dividido en detalle y mostraré que en realidad va de acuerdo con las observaciones experimentales.

## 6.1 Revisión de cuantización de flujo

Hay dos clases de superconductores: tipo I y tipo II. Para los superconductores de tipo II  $\lambda/\xi > 1/\sqrt{2}$ , en donde  $\lambda$  es la profundidad de penetración magnética y  $\xi$  es la longitud coherente (la escala de longitud sobre el cual el orden del parámetro del superconductor puede variar). Los cupratos son superconductores de tipo II. A diferencia de los superconductores de tipo I que exhiben una transición de superconducción normal de primera orden en un campo crítico  $H_c$ , los superconductores de tipo II tienen un rango intermedio entre dos campos críticos ( $H_{c1}$  y  $H_{c2}$ ) en donde estos permanecen superconductores pero permiten que ingresen conjuntos de flujo. Estos conjuntos de flujo están asociados con vórtices de supercorriente rodeando un centro superconductor del radio  $\xi$ . Cuando  $\lambda > \xi$  (tipo II), la energía de un límite superconductor normal es negativa y así los conjuntos de flujo se dividen en unidades más y más pequeñas para disminuir la energía. (Ver Tenkham 1996, p. 11-3).

Los conjuntos de flujo no pueden subdividirse en unidades de flujo infinitesimales. El flujo de cada conjunto debe ser cuantificado, lo que puede mostrarse en el siguiente argumento (de Tenkham 1996, p. 127-8). La superconductividad es un estado cuántico macroscópico descrito en la teoría de Ginzburg-Landau por un parámetro de orden complejo  $\Psi = |\Psi| e^{i\varphi}$ , en donde  $n_s |\Psi|^2$  es la densidad de corriente superconductor. La fase del parámetro de orden debe ser valorada individualmente, entonces  $\oint \nabla\varphi \cdot ds = 2\pi n$ , en donde  $n$  es un entero. El término de supercorriente de energía cinética en la expresión de energía libre de Ginzburg-Landau da  $m^* v_s = \hbar \nabla\varphi - e^* A/c$ . La combinación de ecuaciones ocasiona la condición de cuantización fluxoide

$$\Phi + \frac{m^* c}{e^*} \oint \mathbf{v}_s \cdot d\mathbf{s} = n \frac{hc}{e^*} \quad (6.1)$$

en donde  $e^* = 2e$  (pares de Cooper) y  $\Phi = \mathbf{A} \cdot d\mathbf{s}$  es el flujo a través de un camino cerrado. La densidad supercorriente es  $\mathbf{J}_s = 2en_s \mathbf{v}_s$ . Elegimos un camino de integración que contiene un conjunto de flujo. Para grandes distancias comparada a la profundidad de penetración,  $\mathbf{J}_s \rightarrow 0$  y así  $\mathbf{v}_s \rightarrow 0$  y la condición de cuantización simplemente se vuelve  $\Phi = nhc/2e$ . Ya que el límite de energía en los superconductores de tipo II es negativa,  $n = 1$  da el estado de energía más bajo y el flujo ingresa las unidades superconductoras del flujo cuántico superconductor  $\Phi_0 = hc/2e$ . Un conjunto de flujo  $1\Phi_0$  es llamado vórtices. Es por eso que un vórtice en una muestra con dimensiones laterales comparadas a  $\lambda$  (para

que hay un camino  $\mathbf{v}_s = 0$ ) no puedan contener menos de  $\Phi_0$  de flujo, porque la fase no sería valorada individualmente. Hay excepciones a esta declaración en situaciones en donde algo más que flujo contribuye a la fase de enrollamiento, la cual comprobó que el parámetro de orden superconductor para los cupratos es una onda  $d$  (en lugar que una onda  $s$  como un superconductor convencional). Su experimento fue realizado con una lámina delgada de YBCO reproducida especialmente en tres secciones, cada una con diferente orientación de ejes  $ab$ . Las secciones se juntaban en un punto del tri cristal individual. Las orientaciones de los ejes del cristal y los ángulos del límite se eligieron para crear una fase de enrollamiento  $\pi$  alrededor del punto del tri-cristal. Esto es posible con un material de onda  $d$  porque el parámetro de orden tiene cuatro lóbulos de señal alterna. Cruzar un límite desde un lóbulo negativo a un lóbulo positivo resulta en un cambio de fase  $\pi$ . Ya que ya ha habido un cambio  $\pi$ , el flujo a ese punto debe ser un medio entero para asegurar que la fase total de enrollamiento es  $2\pi n$ . La observación de Kirtley et al. (1996, 1999b) de un flujo cuántico de medio entero generado espontáneamente en el punto del tri-cristal proporcionó evidencia concluyente para la superconductividad de onda  $d$ .

El ejemplo del tri-cristal muestra que la presencia de límites granulosos de orientación particular en la onda  $d$  puede resultar en vórtices de medios enteros múltiples de  $\Phi_0$  sin violar la validez individual de  $\Psi$ . Sin embargo, en un *solo cristal*, como el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  discutido en esta disertación, no debería haber límites granulares aparte del macla (el intercambio de los ejes  $a$  y  $b$ ) lo cual no puede resultar en una fase de enrollamiento de  $\pi$  o cualquier fracción por consiguiente. Un cambio en  $\pi$  puede ocurrir a través de un límite intercambiado, pero cualquier camino cruzando un límite intercambiado tendría que cruzar un número par de límites, y así solamente adquirir fases de enrollamiento de  $2\pi n$ .

Dos categorías de explicaciones para los vórtices sub- $\Phi_0$  surgen de la discusión anterior: la cuantización fluxoide en donde la corriente no da cero, entonces  $\Phi < \Phi_0$ , y las fuentes de no flujo de la fase de enrollamiento además de  $2\pi$ .

## 6.2 Observaciones de vórtices parciales

Los vórtices parciales fueron observados en cuatro cristales individuales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  s con muy bajo dopaje, de al menos diez que fueron captados en imágenes. Generalmente, los vórtices parciales fueron vistos en

$T_c \sim 7$  K y no en  $T_c \geq 11$  K.<sup>1</sup> Las observaciones iniciales de vórtices se realizaron con un microscopio de barrido SQUID en tres cristales, mientras que más adelante se hicieron más estudios detallados en vórtices parciales en un cuarto cristal con una sonda Hall. Este cristal tenía  $x = 0.375$  y su  $T_c$  varió en etapas de 5 a 15 K por el templado a temperatura. La captación de imágenes de vórtices también fue realizada en Ortho-II ( $T_c \approx 60$  K) y en cristales de YBCO con dopaje casi óptimo, ninguno de los cuales mostró vórtices parciales.

Un barrido con SQUID de  $8 \mu\text{m}$  fue utilizado en las primeras observaciones de vórtices parciales en muestras de cristales individuales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.354}$  y contenido similar de oxígeno. Al menos seis grupos de cristales fueron observados con el SQUID y vórtices parciales fueron observados en tres de ellos. Los cristales en que los vórtices parciales *no* fueron vistos tienen un  $T_c$  entre 11 y 13 K. Los vórtices parciales fueron observados solamente en cristales tomados con SQUID con transición de temperaturas más bajas obtenidas con el templado de las muestras (separadamente) por cerca de una semana a  $\sim 40^\circ\text{C}$ . Dos de los tres vórtices de parciales de las muestras tomadas con SQUID tuvieron  $T_c \approx 7$  K, mientras que la tercera tuvo un  $T_c$  inmensurable 2 entre 7 y 12 K. Las amplitudes de transiciones no fueron determinadas para todas las muestras, pero cuando se midieron, las muestras con  $T_c$  más alta (11–13 K) tuvieron  $\Delta T_c < 2$  K mientras que aquellas con  $T_c$  más bajas tuvieron una amplitud de  $\sim 3$  K.

En una muestra de  $T_c \approx 7$  K, 16 vórtices parciales fueron observados aproximadamente, así como también un estimado de números de vórtices completos equivalente. Algunos vórtices fueron difíciles de clasificar debido a la resolución espacial limitada del SQUID. Este cristal también fue utilizado para el impulso de vórtices y los experimentos de aniquilación descritos en Gardner et al. (2002). Dos imágenes de vórtices parciales en este cristal se muestran en la Figura 6.1. La imagen (a) muestra vórtices completos con un vórtice parcial próximo, cuyo pico de flujo  $\Phi_S$  a través del SQUID es solamente del  $\sim 40\%$  del pico  $\Phi_S$  de los vórtices completos. Los vórtices brillantes fueron determinados como vórtices completos a partir de un ajuste de 1D utilizando el modelo monopolo de perfil de campo de vórtices (ver Anexo A.1). La imagen (b) muestra dos vórtices parciales aproximándose a una amplitud diferente. Los vórtices parciales más brillantes tienen una amplitud doble que

<sup>1</sup>Una excepción fue el cristal estudiado con la sonda Hall a un rango de  $T_c$ . Los vórtices parciales se observaron arriba de 11 K, pero con porcentajes disminuyendo conforme  $T_c$  aumentaba a 15 K.

<sup>2</sup>Las temperaturas de transiciones mayores de 7 K no pueden medirse directamente con el SQUID debido a las bajas temperaturas de operación del Nb del SQUID. Para muestras de con alta  $T_c$  estudiadas con el SQUID, la  $T_c$  se midió ya sea en su totalidad con el magnómetro SQUID, con una sonda Hall configurada sin barrido, o con un deducido aproximado a partir de los cambios de configuración de los vórtices cuando la muestra fue ciclada a temperaturas mayores de la  $T_c$ .

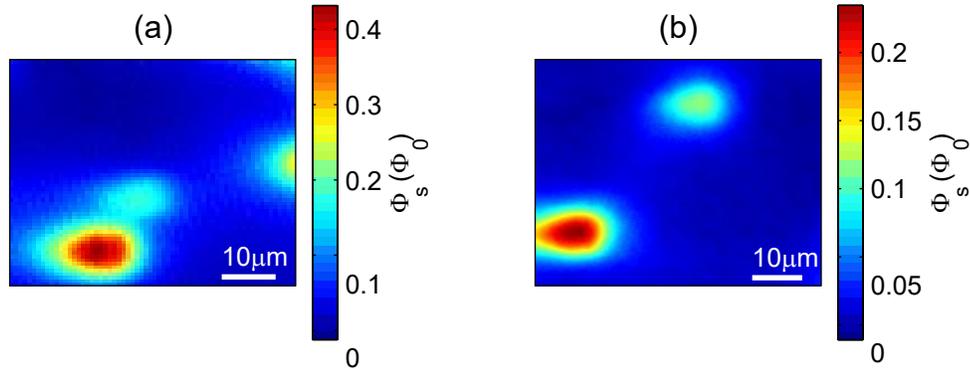


Figura 6.1: Las imágenes SQUID de vórtices parciales de un cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.354}$  con  $T_c$  7 K. (a) Los vórtices rojos es un  $\Phi_0$  completo, mientras que encima de este a la derecha hay una pequeña cantidad de flujo – un vórtice parcial.  $T = 2.6$  K. (b) Ambos vórtices son solamente parciales, ya que sus picos son significativamente más pequeños que el de los vórtices completos en (a).  $T = 2.1$  K. Las formas de gota a los lados de los vórtices se deben al flujo, enfocándose en los cables de la bobina de captación del SQUID de  $8 \mu\text{m}$ .

el más pequeño. Aunque los ajustes y los resultados de integración no son los suficientemente exactos para probarlo, estos son consistentes con la sugerencia de que el flujo contenido por los dos vórtices parciales en (b) agrega a uno  $\Phi_0$ .

La muestra de  $T_c$  desconocida (entre 7 y 12 K) fue estudiada con brevedad solamente debido a dificultades con la muestra-alineación del SQUID y una superficie no muy buena de la superficie de la muestra. Once imágenes conteniendo 18 vórtices en total se obtuvieron, cada imagen después del enfriamiento del campo por medio de  $T_c$ . Uno de estos vórtices fue claramente un vórtice parcial, mientras que también los otros tres fueron probablemente vórtices parciales. La Figura 6.2 muestra imágenes tomadas con SQUID de esta muestra. La imagen muestra un vórtice completo (el más brillante), un vórtice parcial definido y algo de flujo adicional en la parte de arriba de la imagen. La alineación y problemas de superficie evitaron buenos ajustes a los vórtices, pero he asumido que los vórtices más brillantes contenían un flujo cuántico completo debido a la observación de muchos otros vórtices idénticos en esta muestra. El pico del flujo para los vórtices parciales en (a) es casi 67% del pico completo del vórtice. En un esfuerzo de estudiar más el fenómeno de los vórtices parciales, después de la imagen (a) ciclé la temperatura arriba de  $T_c$  y enfrié en condiciones similares. En nueve de estos ciclos de temperatura subsecuente, solamente en uno apareció -en el lugar del flujo- un posible vórtice parcial en lo más alto de la imagen (a). Después de todos los otros ciclos, solamente se observaron vórtices completos como los que se muestran en la imagen (b). Esto indicó que en esta muestra,

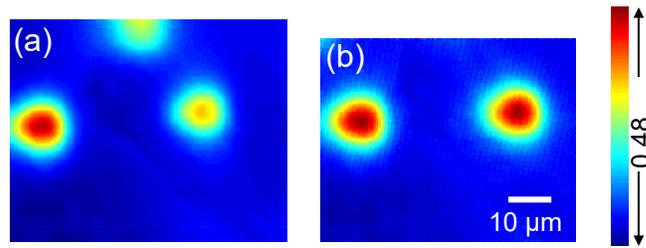


Figura 6.2: Vórtices parciales y completos. (a) Un vórtice parcial está a la derecha, mientras que otro flujo está saliendo en la parte de arriba de la imagen y un vórtice completo está presente al lado izquierdo. (b) Después del ciclo térmico arriba de  $T_c$ , 8 de 9 veces vórtices completos solamente como los que se muestran aquí aparecieron.

al menos dentro de la región observada, la probabilidad de que se formen vórtices parciales fue relativamente pequeña..

Después hice estudios más detallados de vórtices parciales en una muestra más nueva utilizando un sonda de barrido Hall. El tamaño litográfico de la sonda Hall fue solamente de  $0.5 \mu\text{m}$ , dando una mucho mejor resolución espacial que la del SQUID de  $8 \mu\text{m}$ . La sensibilidad de flujo de la sonda Hall, no siendo tan buena como la del SQUID, fue suficiente para captar las imágenes de la mayoría de los vórtices parciales. La muestra captada con la sonda Hall fue un cristal individual de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $8 \mu\text{m}$  de ancho que no había pasado aun por el templado final a temperatura ambiente. Templar el cristal a o cerca de la temperatura ambiente permite a la cadena de oxígeno en CuO formarse en cadenillas cuya longitud controla el dopaje dentro del plano y  $T_c$ . (Para más información acerca del cristal de YBCO, vea las secciones 1.3 y 5.2.1). Al captar imágenes del cristal en ocho etapas durante el templado, obtuve datos para un rango de  $T_c$  de 5 a 15 K en el mismo cristal. Este es el mismo cristal en el cual ajustes extensos se realizaron a los supuestos vórtices completos para medir el tamaño del vórtice aparente (Capítulo 5). Muchos otros cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  también fueron captados con una sonda Hall, una con  $x \approx 0.35$  y  $T_c = 12.7$  K, y dos con  $x = 0.358$  y  $T_c = 17$  K, pero ninguna de estas mostró vórtices parciales.

Mas de 100 vórtices parciales fueron observados con la sonda Hall en el cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . Las imágenes representativas de estos vórtices parciales se muestran en la Figura 6.3 para varias  $T_c$ . Las imágenes mostradas en la Figura 6.3 fueron tomadas a temperaturas  $T \ll T_c$  después de enfriar el cristal en el campo en un campo perpendicular  $B_z \leq 0.5$  G. El criostato estaba adentro de la triple capa de la protección magnética de mu-metal con campo residual  $< 25$  mG. La cantidad de enfriamiento

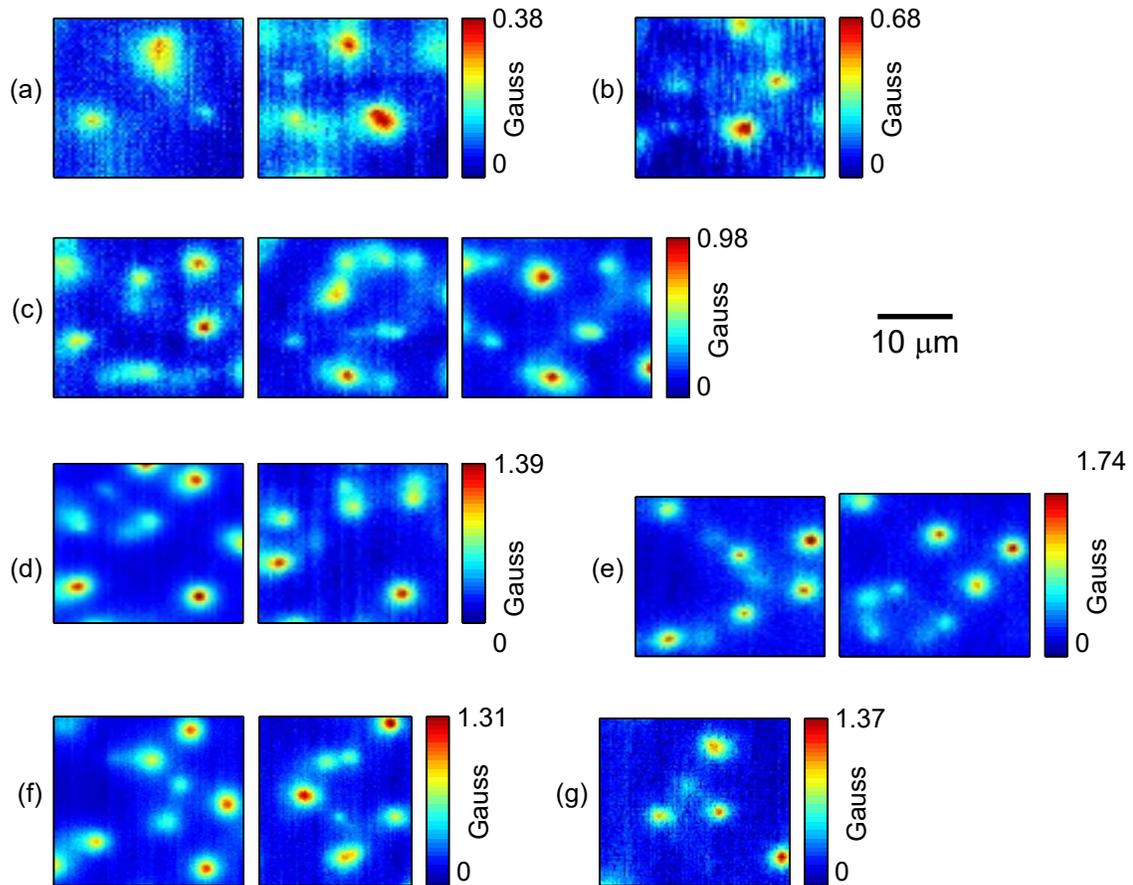


Figura 6.3: Imágenes tomadas con sonda Hall conteniendo vórtices parciales para un rango de  $T_c$  en el cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ . (a)  $T_c = 5.1$  K. (b)  $T_c = 6.5$  K. (c)  $T_c = 8.6$  K. (d)  $T_c = 11.5$  K. (e)  $T_c = 13.1$  K. (f)  $T_c = 14.0$  K. (g)  $T_c = 14.4$  K. Para (a)-(d),  $T \leq 2.4$  K; para (e)-(g),  $T \leq 4.2$  K. En la mayoría de las imágenes, los vórtices más brillantes (rojo) están llenos de vórtices completos dentro del error experimental, mientras aquellos de amplitud más pequeña son identificados como vórtices parciales.

fue típicamente 3 K/min a través de la transición de superconducción, ya que esa fue a la cantidad que la cámara de la muestra enfrió cuando se apagó el calentador después de calentar la muestra arriba de  $T_c$ . Enfriar diez veces más despacio no redujo el número de vórtices parciales. Las imágenes se tomaron típicamente después que se apagó el campo aplicado. Las imágenes de antes y después de apagar el campo a baja temperatura se ven idénticas. Como han mostrado las experiencias previas con estos cristales, hay una buena cantidad de sitios de localización en estos cristales como en los campos bajos en donde los vórtices no escapan cuando el campo se apaga. (Es típico observar vórtices aislados localizados en un campo de muestra enfriado para la mayoría de los superconductores de tipo II). Cuando la muestra se enfrió en un campo cero, no hubo vórtices (parciales o completos) presentes. También tome imágenes de vórtices parciales en otras situaciones como después del enfriamiento en campos con un componente horizontal grande, y después de ciclar la temperatura a valores cercanos pero no de baja  $T_c$ . Estos datos serán discutidos a continuación.

### 6.2.1 Propiedades

Muchas propiedades de los vórtices parciales pueden ser deducidas de mi información. Los vórtices parciales son observados solamente en cristales con baja  $T_c$ . Imágenes previas de cristales YBCO con dopaje casi optimo ( $T_c = 92$  K) y Ortho-II ( $T_c = 60$  K) no mostraron vórtices parciales. Estos ocurren frecuentemente para las  $T_c$  más bajas y es raro para  $T_c \geq 12$  K. El flujo contenido en los vórtices parciales no se limita a  $\Phi_0/2$  o a otras fracciones de enteros más pequeñas, en lugar pareciera variar continuamente. La frecuencia de ocurrencia y el flujo contenido en los vórtices parciales será discutido cuantitativamente en la Sección 6.2.2.

Otra observación es que los vórtices parciales tienen a ocurrir en grupos. Esta es una propiedad importante porque es consistente con la idea de que los vórtices parciales ocurren en un grupo que como un todo es la suma de un flujo cuántico. Los vórtices parciales han sido observados a decenas de micrones de distancia de otros vórtices parciales dentro de un grupo. Así que en casos en donde los vórtices parciales aparecen aislados, otros podrían estar cerca pero no dentro del área de la imagen. Los vórtices parciales usualmente tienen picos claros, pueden tener una simetría circular como un vórtice completo o algunas veces son alargados o tienen un camino de flujo apenas visible (refiérase a la Figura 6.3 para ejemplos).

Los vórtices parciales muestran una tendencia a preferir ciertas regiones del cristal, incluso después

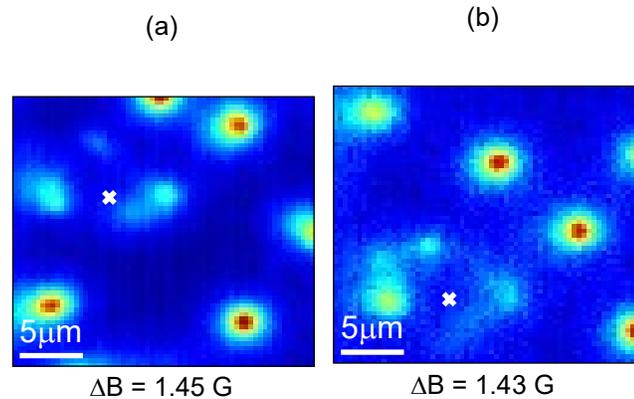


Figura 6.4: Los vórtices parciales prefieren ciertas localidades incluso después de templar la muestra a temperatura ambiente. (a)  $T_c = 11.5$  K y  $T = 2.2$  K. Después de 6 días más a temperatura ambiente,  $T_c = 13.1$  K y  $T = 4.7$  K. Note la organización impresionantemente similar de los vórtices parciales rodeando  $x$  en cada imagen. Las  $x$  probablemente marcan el mismo lugar en la muestra, ya que se espera un cambio entre la muestra y la sonda después del ciclo de templado temperatura ambiente.  $\Delta B$  es la escala completa del mapa de colores.

del templado a temperatura ambiente, como se muestra en la Figura 6.4. Esto puede indicar que los vórtices parciales ocurren preferentemente en regiones de la muestra con más desorden, más lugares de localización, o superconductividad más débil.

Mas adelante, les mostraré que los vórtices parciales pueden ser inducidos en YBCO con muy bajo dopaje al enfriar el campo horizontal campo. Luego discutiré la tendencia de los vórtices parciales de moverse o fusionarse cuando se ciclan a más altas temperaturas (bajas  $T_c$ ) o con un movimiento de roce rápido en el contenedor de la muestra.

### Efecto de un campo dentro del plano

Mientras tomábamos los datos de los vórtices parciales en el cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ , comenzamos a sospechar que los vórtices parciales observados eran segmentos de vórtices completos que se desplazaron lateralmente. Esta idea se elabora en la Sección 6.4. Los diferentes segmentos se unirían por un interlaminador de vórtices Josephson. Una de las pruebas de este modelo es enfriar la muestra en un campo con un componente horizontal fuerte, porque este debería reducir el costo de energía del desplazamiento de un segmento de vórtice, haciendo la formación de vórtices parciales más favorable.

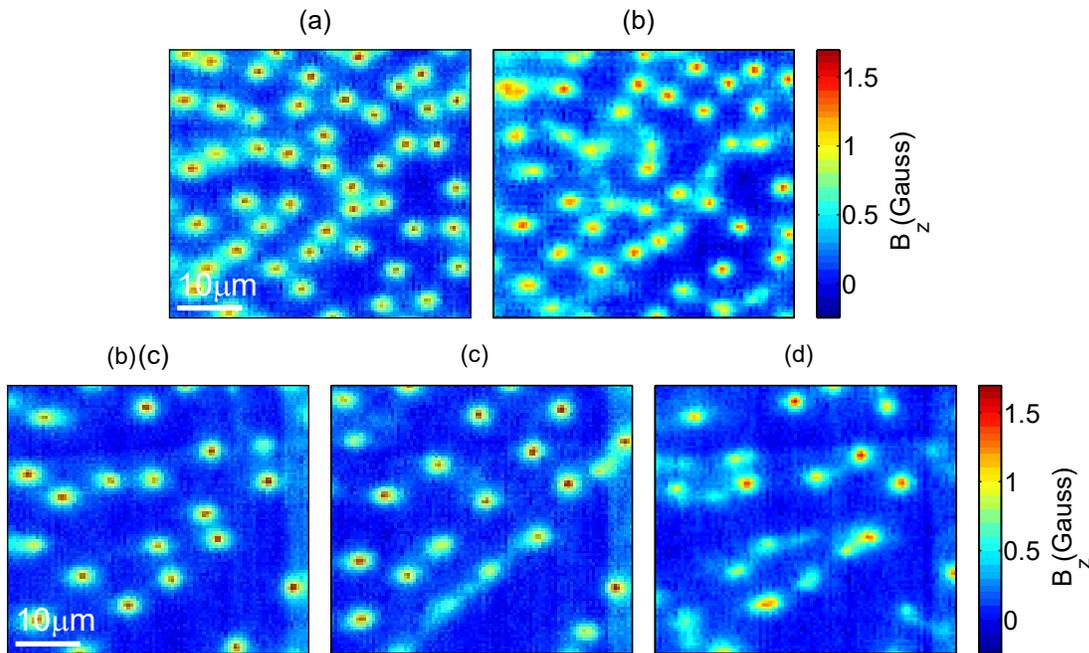


Figura 6.5: Efecto de un campo dentro del plano en la formación de vórtices parciales en YBCO.  $T_c = 14.4$  K y  $T = 4$  K para todas las imágenes. El campo enfriado a través de  $T_c$  en  $B_z = 0.5$  G y (a)  $B_x = 0$ , (b)  $B_x = 2.34$  G. El campo enfriado a través de  $T_c$  en  $B_z = 0.2$  G y (c)  $B_x = 0$ , (d)  $B_x = 1.17$  G, (e)  $B_x = 2.34$  G. (La dirección  $x$  es horizontal y  $z$  está afuera de la página.)

Con el cristal casi completamente templado a  $T_c = 14.4$  K, enfrié la muestra a través de  $T_c$  en un campo aplicado con un componente dentro del plano, así como también un componente  $z$ . Las imágenes tomadas después de enfriar a varias  $B_x$  y  $B_z$  se muestran en la Figura 6.5. La organización de vórtices no cambia si los campos se apagan después de enfriar. De izquierda a derecha, las imágenes muestran un incremento en las cantidades de vórtices parciales. Casi no hubo presencia de vórtices parciales después de enfriar con  $B_x = 0$ , pero incrementar el  $B_x$  con un par de Gauss resultó en muchos vórtices parciales. La magnitud de  $B_z$  determina la densidad del flujo observado en las imágenes, como puede ser visto al comparar la fila de arriba de las imágenes ( $B_z = 0.5$  G) a la fila de abajo ( $B_z = 0.2$  G). La Figura 6.5 muestra claramente que la formación de vórtices parciales es en realidad más favorable cuando la muestra es enfriada en campo con un componente dentro del plano. El ratio de  $B_x$  a  $B_z$ , i.e. el ángulo entre el campo aplicado y el eje  $z$ , pueden jugar un rol en la probabilidad de formación de vórtices parciales.

**Movilidad**

Descubrí que los vórtices parciales fueron mucho más móviles que los vórtices completos convencionales en las mismas muestras. Esto se observó en dos formas. Un método mostró que los vórtices parciales se movieron alrededor cuando la temperatura subió a  $T < T_c$ . Otras observaciones con ambos, el SQUID y la sonda Hall mostraron vórtices parciales que se movieron o fusionaron cuando la muestra fue sujeta a un movimiento brusco. Ambas observaciones sugieren que los vórtices parciales son menos fáciles de localizar que los vórtices completos.

Para comparara cualitativamente la potencia de localización de vórtices parciales y completos, subí la temperatura y observe si los vórtices se movían o no. Esto se realizó de manera controlada, como se describe a continuación: La muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $T_c = 14.4 \text{ K}$  se enfrió a  $3 \text{ K}$  en un campo  $B_r = 2x^{\wedge} + 0.25z^{\wedge} \text{ G}$ . El componente grande  $x$  se eligió para inducir vórtices parciales. Mientras que a  $3 \text{ K}$  el campo aplicado se apagó y no se observó ningún cambio en la organización de los vórtices. Luego, la muestra se calentó hasta  $T = 6.6 \text{ K}$ , se enfrió de nuevo a  $3 \text{ K}$ , y se captó la imagen otra vez. Este ciclo se repitió muchas veces con temperaturas máximas altas sucesivamente menores a  $T_c$ . Después de todos los ciclos, los vórtices se habían movido. Las imágenes se muestran en la Figura 6.6(a). Los vórtices completos creados por enfriamiento a través de  $T_c$  en  $\vec{B} = 0.25z^{\wedge} \text{ G}$  no mostró ningún movimiento después de un ciclo térmico similar. (Figura 6.6(b)).

El movimiento de vórtices parciales también fue observado en momentos después del movimiento de roce brusco del contenedor de la muestra en dirección  $z$  o el plano  $xy$ . Algunas veces, los vórtices parciales parecían fusionarse. La Figura 6.7 muestra imágenes con sonda Hall antes y después de muchas rampas del voltaje en la piezo  $z$  (para determinar la separación de la muestra-sonda) y un leve movimiento grueso en  $z$  hacia la muestra. Dos vórtices parciales de aproximadamente la misma amplitud del pico parecieron fusionarse dentro de los vórtices brillantes. Los vórtices están, en lugar, cerca de la esquina izquierda de la imagen, entonces es posible que otro flujo afuera del área de la imagen participó en el cambio y que estas imágenes no muestran la historia completa. No obstante, los vórtices parciales se movieron definitiva y probablemente se fusionaron debido al movimiento  $z$ .

La Figura 6.8 muestra las imágenes de vórtices parciales tomadas con SQUID, que se movieron con respecto a la muestra y a los vórtices estacionarios más grandes cuando la muestra se movió en dirección  $y$  con un movimiento de roce grueso. [La imagen (a) en esta figura es la misma que la Figura 6.1(a)]

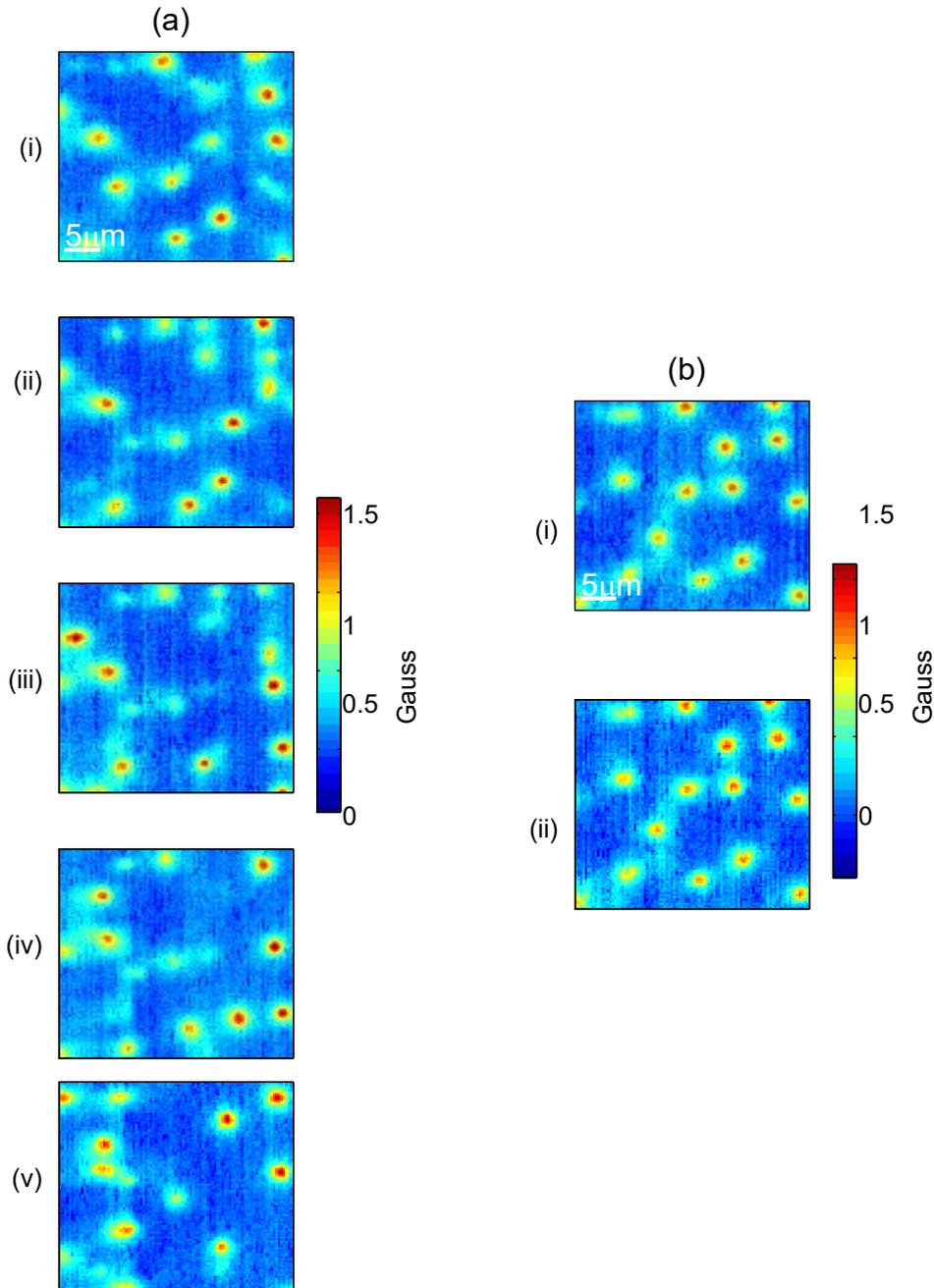


Figura 6.6: Comparación de un movimiento térmico de vórtices parciales y vórtices completos. (a) Muestra de YBCO enfriada a través de  $T_c = 14.4$  K en  $B_x = 2$  G y  $B_z = 0.25$  G a  $T = 3$  K. La imagen (i) fue tomada después de que los campos fueran apagados. Después del ciclo térmico secuencial a (ii) 6.6 K, 8.0 K, (iv) 9.8 K, y (v) 12.2 K. (b) La muestra fue enfriada a través de  $T_c$  en  $B_x = 0$  y  $B_z = 0.25$  G to  $T = 3$  K. La imagen (i) fue tomada después de que los campos fueran apagados. (ii) Después del ciclo térmico a 11.8 K. Todas las imágenes fueron tomadas a  $T = 3.0$  K.

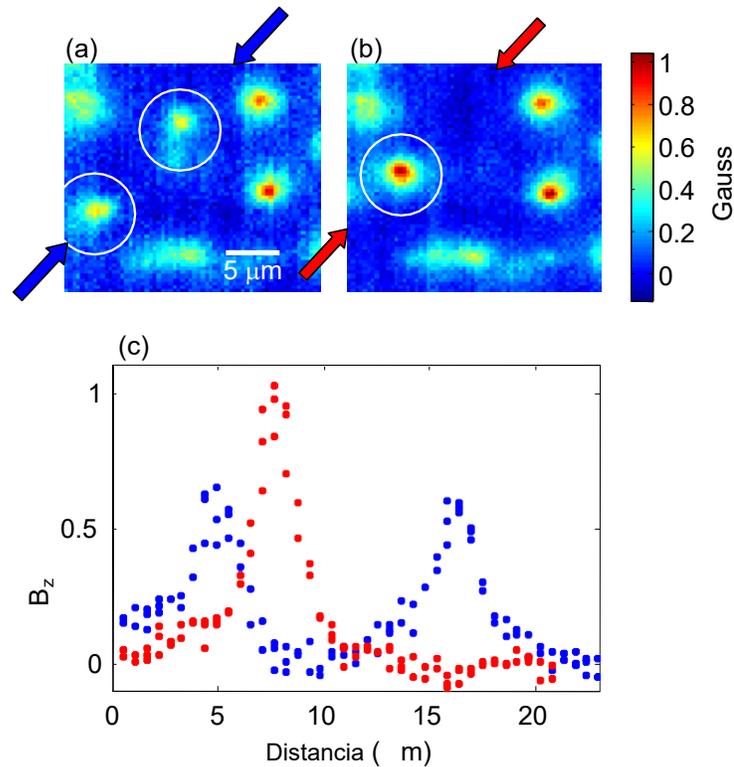


Figura 6.7: Vórtices parciales fusionados después del movimiento grueso en la muestra. (a) Imagen tomada con sonda Hall después de enfriar a través de  $T_c = 8.6$  K en  $B_z = 214$  mG campo aplicado. Note dos vórtices parciales dentro de los círculos blancos. (b) Después de mucha capacidad energética versus rampa  $z$  y un leve movimiento grueso  $z$  hacia la muestra. La comparación de las imágenes sugiere que dos vórtices parciales en (a) colapsaron a un vórtice completo (b). (c) Secciones intercaladas de 2–3 píxeles amplios a través de las imágenes (a) y (b) como lo indican las flechas.

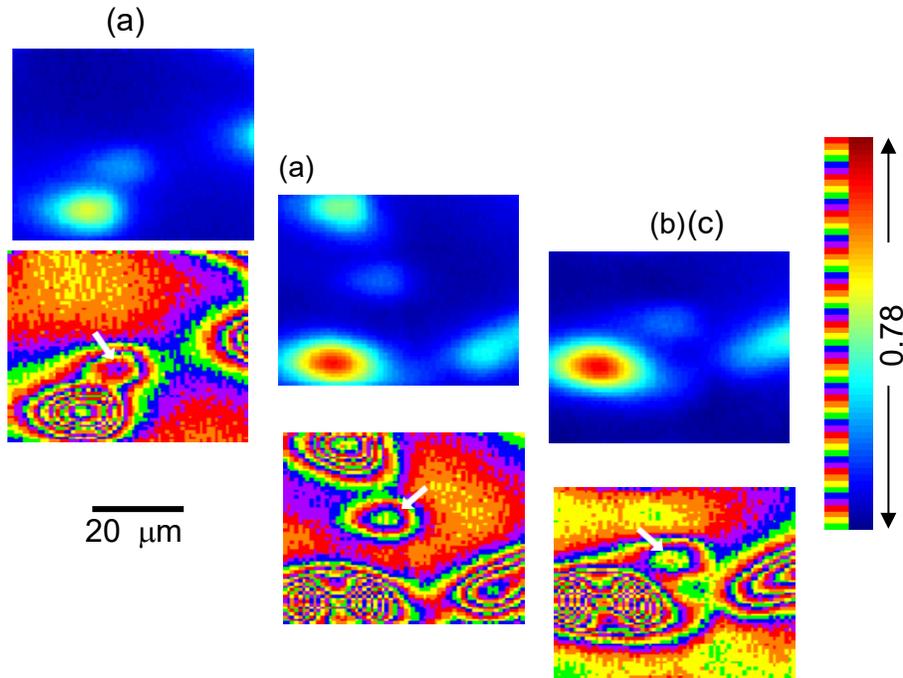


Figura 6.8: Movimiento de vórtices parciales inducido por un movimiento grueso  $xy$  en un cristal de YBCO con  $T_c \approx 7$  K a  $T = 2.6$  K. Las imágenes superiores e inferiores son las mismas, solamente se muestran con un diferente mapa de colores para resaltar todos los rasgos. Los vórtices parciales de interés se indican con las flechas blancas. El movimiento de roce grueso en la muestra en dirección de  $y$  fue realizado entre las imágenes (a), (b) y (c), cambiando verticalmente el área de la imagen como se muestra. Las imágenes intermedias también fueron tomadas pero no se muestran. Los vórtices más grandes permanecen estacionarios con respecto a la muestra mientras que los vórtices parciales se movieron alrededor. En (a) los vórtices más brillantes contienen flujo  $\Phi_0$ . Este mismo vórtice es visto otra vez en la parte superior izquierda de (b). La masa amorfa (roja) en (b) y (c) son vórtices que están muy cerca para ser resueltos espacialmente por el SQUID de  $8 \mu\text{m}$ .

Los vórtices parciales tienen aproximadamente 40% de flujo pico en los vórtices completos en (a). Si este vórtice parcial es parte de un grupo, no está claro en donde están los otros miembros del grupo. El otro flujo parcial podría estar afuera del área de la imagen o puede estar dentro del flujo de la masa amorfa brillante no resuelta en las imágenes (b) y (c).

El movimiento de vórtices parciales durante el movimiento grueso al contenedor de la muestra pudiera deberse a campos alejados creados por los pulsos de alto voltaje requeridos para inducir el movimiento de roce. Los campos alejados podrían interactuar con los campos de vórtice creando fuerzas en los vórtices que son lo suficientemente grandes para deslocalizarse y mover los vórtices parciales. El hecho de que los vórtices parciales son móviles a temperaturas un poco debajo de  $T_c$  y bajo la influencia del movimiento grueso en la muestra, mientras que los vórtices completos generalmente no lo son, demuestra que los vórtices parciales no son tan fuertemente localizados como vórtices completos.

### 6.2.2 Estadísticas

En esta sección, proporcionaré algunas estadísticas acerca de la frecuencia de ocurrencia y magnitud de vórtices parciales observados con la sonda Hall en el cristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $T_c$  variada. Los números presentados aquí deberían ser tomados como indicadores a cambio de datos estadísticos rigurosos por las siguientes razones: Un número finito de imágenes fueron tomadas a cada  $T_c$ , las imágenes abarcaron un área pequeña (máximo de  $45 \times 45 \mu\text{m}^2$ ) y fueron tomadas sobre una pequeña fracción de la superficie del cristal, y fue difícil de identificar un vórtice parcial muy débil o distinguir un vórtice casi completo de un vórtice completo especialmente a la  $T_c$  más baja en donde el tamaño de vórtice aparente era mayor y homogéneo (Capítulo 5). No obstante, dos factores estarán claros: (1) El porcentaje de los vórtices parciales disminuye de >50% a solo unos cuantos %, conforme  $T_c$  incrementa de 5 a 15 K. (2) La magnitud de los vórtices parciales varía continuamente y no parece limitarse a ciertas fracciones. A partir de imágenes a cada  $T_c$  para la muestra YBCO tomada con la sonda Hall, conté los números de vórtices completos y vórtices parciales en imágenes únicas que fueron enfriadas en campo en un campo aplicado perpendicular ( $B_z$  solamente). Un vórtice parcial fue tomado para ser cualquier masa amorfa distinta de flujo con un pico identificable y una magnitud más pequeña que los vórtices completos cercanos. Los vórtices que no pude identificar tan claramente como completo o parcial (una dificultad especialmente para datos de  $T_c = 5.1$  K) quedaron fuera del conteo. La Tabla 6.1 proporciona los resultados.

Tabla 6.1: Números de vórtices parciales y completos observados en imágenes únicas a cada  $T_c$  de una muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$ , en donde antes de cada imagen, la muestra fue enfriada en campo en un campo perpendicular ( $B = B_z$ ). Los vórtices e imágenes ambiguas se omitieron.

$T_c$ (K)	# imágenes	#vórtices parciales	#vórtices completos	Vórtices parciales %
5.1	7	17	11	61%
6.5	6	15	11	58%
8.6	7	23	10	70%
11.5	4	11	10	52%
13.1	13	18	44	29%
14.0	5	12	81	13%
14.4	6	6	106	5%
14.7	3	2	28	7%

Mas de 100 vórtices parciales fueron observados en esta muestra. Estas representan más de la mitad de todos los vórtices captadas para  $T_c \leq 11.5$  K, pero bajaron a menos del 10% para  $T_c$  arriba de 14 K. En segundo lugar, tabulé las fracciones del flujo cuántico ( $\Phi/\Phi_0$ ) que los vórtices parciales parecían contener. Esto difícilmente se hizo y con unas pocos supuestos. El perfil de campo de vórtices convencionales simplemente escala con el total de flujo contenido en los vórtices:

$$B_z(r, z) = \frac{\Phi}{2\pi\lambda_a^2} \int_0^\alpha dq \frac{q J_0(qr) e^{-qz}}{q^2 + \lambda_{ab} + q \sqrt{q^2 + \lambda_{ab}^2}} \quad (6.2)$$

en donde  $\Phi = \Phi_0$  para un vórtice convencional. Así que la fracción de flujo contenida por un vórtice parcial puede ser estimada simplemente comparando el pico  $B_z$  de un vórtice parcial al pico de un vórtice completo próximo, con unas pocas advertencias. Este método de comparación de picos asume que la profundidad de penetración adentro del plano ( $\lambda_{ab}$ ) es la misma en ambas localidades de los vórtices, los parciales y completos. Puede que esta es una suposición razonable, talvez los vórtices parciales ocurren preferiblemente en regiones con un  $\lambda_{ab}$  mayor (una superconductividad más débil). Una segunda advertencia es la suposición que los vórtices parciales en realidad son versiones miniaturas de un vórtice completo convencional, en otras palabras que la Ecuación (6.2) describe correctamente el perfil de campo de los vórtices parciales. Sabemos que esto no puede ser una descripción completamente adecuada, ya que algunos de los vórtices parciales (ver Figura

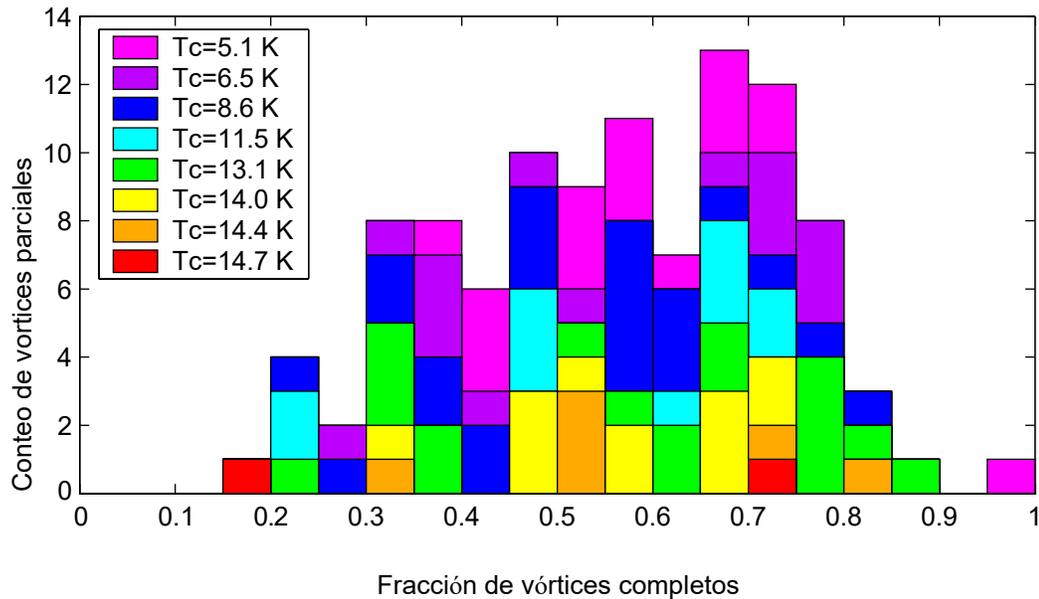


Figura 6.9: Histograma del campo de picos de los vórtices parciales como una fracción del pico de vórtices completos. La barra total de altura muestra los datos de todos los valores de  $T_c$ , mientras que los colores indican datos de  $T_c$  específicos.

6.3) no son circulares. Mas importante, como lo mostraremos en la Sección 6.4.2, creemos que los vórtices parciales no solamente son vórtices miniatura, si no que el campo es descrito por una Ecuación un poco diferente. Sin embargo, estimados de la fracción de flujo obtenido por la comparación de las alturas de pico es suficiente para mostrar que los vórtices parciales ocurren para un rango de magnitudes y no son cuantificados por una pequeña fracción de enteros. Vea el histograma en la Figura 6.9.

Hay también fuentes de error al medir la altura de picos en los vórtices, y esto se traduce a un error en las fracciones de la altura de pico en los vórtices parciales. Las mediciones de un campo de picos están sujetas al ruido en los datos y errores en la determinación del fondo (hay una constante desconfiguración intrínseca en la sonda Hall). El error en la determinación del fondo y en la señal de pico para este método es casi de 50 mG cada una, lo cual se traduce a un posible error en los datos de fracción de pico del  $\sim 5\%$  en los valores altos de  $T_c$ , y esto muchas veces para las  $T_c$  más bajas. Conteos pueden también hacer falta al final del histograma, ya que un vórtice parcial con cerca del 100% o de flujo de pico probablemente podría ser erróneo como vórtices completos y estos con muy poco flujo de pico podría haberse perdido en el ruido.

### 6.3 Ideas y discusión

Consideramos muchas ideas en el proceso de determinar lo que estos vórtices parciales eran antes de crear el escenario de "bloque dividido" para ser discutido en detalle en la Sección 6.4. Las ideas iban desde dinámicas de alta frecuencia, hasta comportamientos poco convencionales de muy pequeña densidad en el superfluido, hasta límites granulares, y a la terminación de vórtices por debajo de la superficie.

Una de las primeras ideas consideradas fue que un grupo de vórtices parciales fue en realidad uno de los vórtices  $\Phi_0$  completos que resaltaron entre los sitios de localización en una escala de tiempo mucho más rápida que la medida. La fracción aparente de  $\Phi_0$  contenida por cada vórtice parcial en un grupo sería igual a la fracción de tiempo de un vórtice completo utilizado en el sitio de localización. El tiempo para tomar una imagen con SQUID fue normalmente de 30–60 sec, con un tiempo por pixel de  $\sim 10$  ms. No se observó marca de rebote en las imágenes. Para una prueba más concreta, estacionamos el SQUID sobre un vórtice parcial y grabamos el flujo a través de la bobina de captación del SQUID como una función de tiempo. No se observaron fluctuaciones por debajo del rodeo de 400 Hz del electrónico SQUID. La idea del rebote fue descartada cuando se consideraron las distancias. Los vórtices parciales eran a menudo decenas de micrones aparte, haciendo improbable que los vórtices sólo rebotaran entre unos pocos sitios de localización y nunca pasaran tiempo en los muchos sitios de localización en el medio. Las observaciones de los pares de vórtices/anti-vórtices aniquilando en estos cristales (Gardner et al. 2002) mostraron que un par, creado  $\sim 13 \mu\text{m}$  aparte, se desviarían a sitios de localización intermedia y/o se ajustaría hacia la otra a través del ambiente de localización. Esto sugiere que un vórtice rebotando no solamente pasaría tiempo en los sitios de localización separados por decenas de micrones, sino que también visitaría muchos sitios intermedios, lo que no resultaría en vórtices parciales casi aisladas. Otra idea involucra comportamientos poco convencionales de la densidad muy baja en el superfluido ( $\text{ns/m}^*$ ) en estas muestras de muy bajo dopaje. La siguiente idea es de discusiones con Nazario y Santiago. Los resultados de cuantización de flujo de la condición de cuantización fluxoide en la Ecuación (6.1) con  $\mathbf{v}_s = 0$  alejada del superconductor. En un superconductor bien comportado, la densidad corriente  $\mathbf{J}_s = 2ens\mathbf{v}_s$  es cero alejada de los vórtices porque  $\mathbf{v}_s = 0$  mientras  $\mathbf{n}_s > 0$ . Sin embargo, si  $\mathbf{n}_s$  fue cero,  $\mathbf{J}_s$  pudo ser cero con un valor de no cero en  $\mathbf{v}_s$ . Si la densidad del superfluido desaparece

o tiene muchos ceros fluctuantes a lo largo del camino de integración, el segundo término (el  $\mathbf{v}_s$  integral) en la Ecuación (6.1) podría no ser cero incluso alejado de los vórtices y el flujo  $\Phi$  podría ser menor que el flujo cuántico. Esta idea requiere un comportamiento inusual del superconductor con una “normal” entremezclado o salvajemente fluctuante ( $n_s = 0$ ) y regiones superconductoras. Esta también no toma en cuenta la agrupación de vórtices parciales o la detección completa a bajas temperaturas observadas en los datos susceptibles en la sonda Hall. Así que, esta idea es improbable a la luz de otros escenarios más prometedores para los vórtices parciales.

La presencia de límites granulares en ciertas configuraciones pueden resultar en flujo no cuantizado. Esto ha sido observado por Kirtley et al. (1995a) en láminas de YBCO con dopaje óptimo que fueron reproducidos en un patrón de sustrato como el de los límites granulares rodeando en regiones hexagonales y triangulares que tenían rotaciones de  $45^\circ$  cerca del eje  $c$  con respecto al resto de la lámina. La rotación de  $45^\circ$  crea límites con ambas uniones  $0$  y  $\pi$ , ya que YBCO es una onda  $d$  superconductor. Las imágenes tomadas con SQUID de Kirtley et al. (1995a) muestran que el flujo total a través de cualquiera de los límites granulares encerrados definiendo un triángulo o hexágono es un entero múltiple de  $\Phi_0$ , pero el flujo de magnitud mucho menor que  $\Phi_0$  es localizado en diferentes lugares a lo largo del límite. Un pequeño flujo cuantizado espontáneo también ha sido observado a lo largo del límite granular de una lámina de YBCO con un ángulo desalineado de  $45^\circ$  por Mannhart et al. (1996). Ellos dan un modelo para este flujo derivado del carácter de onda del parámetro de orden y micro facetas en el límite granular del plano. Un escrito más reciente de Mints et al. (2002) reporta imágenes de *vórtices astillados* a lo largo de dicho límite granulado, en donde muchos flujos no cuantizados son la suma de  $\Phi_0$ .

El flujo no cuantizado en los límites granulados discutidos anteriormente dependen de ángulos de desalineación distintos de  $0^\circ$  o  $90^\circ$  para dar un cambio  $\pi$  adicional a la fase como resultado de la simetría de onda  $d$ . Este no es un modelo adecuado para nuestras observaciones de vórtices parciales en los cristales individuales de YBCO, porque no debe haber ningún ángulo que resulte en un  $\pi$  enrollado alrededor de un bucle cerrado. El patrón de cuatro dobleces del parámetro de orden de onda  $d$  está inmovilizado en la cuadrícula. Este potencialmente podría rotar en un límite granular (si hubiera uno) por sólo  $90^\circ$ .

Cualquier bucle cerrado cruzando un límite de  $90^\circ$  tendría que cruzar dos veces, resultando en una fase de enrollamiento de  $2\pi$ , no  $\pi$ . Así que, incluso si nuestra muestra de

crystal individual era granular (e. g. debido a las inhomogeneidades en la densidad del superfluido), el flujo no cuantizado podría no levantarse por el mismo medio que en los experimentos anteriores, en donde las desalineaciones de  $45^\circ$  estuvieron presentes. Sin embargo, Kogan propuso que podía ser posible incluso sin uniones  $\pi$  tener una distribución de flujo sobre un límite cerrado en las unidades sub- $\Phi_0$ . El trabajo en la división de flujo entre los brazos de las uniones en forma de polígono (en particular de los triángulos) en donde ninguno de los brazos  $\pi$  son uniones. El estado fundamental del triángulo sin uniones  $\pi$  no tienen flujo magnético. Kogan mostró que si uno de los brazos de un triángulo con uniones 0 tenían diferente profundidad de penetración Josephson que los otros dos brazos, y si un flujo total de  $\Phi_0$  estaba atrapado en el triángulo, el flujo se dividiría en dos partes desiguales. Una parte residiría en el brazo con  $\lambda_J$  diferente, y otra parte estaría en los otros dos brazos. La magnitud de cada parte depende de los  $\lambda_J$ . Esto podría generalizarse a un triángulo con valores  $\lambda_J$  diferentes en los tres brazos.

La idea de Kogan podría aplicarse factiblemente a nuestros cristales individuales como un mecanismo para los vórtices parciales si las muestras tuvieran una granularidad resultante en uniones Josephson cerradas con profundidades de penetración desiguales. Hay alguna evidencia de inhomogeneidad en la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con muy bajo dopaje. Al valor más bajo de  $T_c$  medido de 5.1 K, la amplitud de transición superconductor fue de  $\sim 3$  K, más que el doble de la amplitud en una  $T_c$  mayor. También, la expansión en las formas y tamaño de los vórtices aparentes (Sección 5.2.4) medidos en diferentes vórtices a la  $T_c$  más baja sugiere inhomogeneidad. A pesar de que no hay granos cristalográficos en las muestras de cristales individuales, podría haber granos de superconductividad más débil o más fuerte.

Otro fenómeno que consideramos es la superficie baja de la terminación de los vórtices Mints et al. (2000) calculó que en un superconductor dividido (como los cupratos) en el límite sin unión Josephson entre las divisiones, es posible que se formen vórtices para terminar en una división debajo de la superficie y canalizar hacia afuera al menos una parte del flujo paralelo a las divisiones. El costo de energía de la terminación en la superficie baja incrementa con el tamaño de la muestra, pero muestran que para un tamaño de muestra menor  $R_c \sim \kappa \lambda_{ab}$  (en donde  $\kappa = \lambda_{ab}/\xi_{ab}$ ), la terminación debajo de la superficie se vuelve favorable energéticamente. La longitud coherente  $\xi_{ab}$

no se conoce para nuestros cristales YBCO con muy bajo dopaje, pero si asumimos que el valor de dopaje óptimo  $\kappa \sim 5$ ,  $R_c$  podría ser cerca de  $5 \mu\text{m}$ . Nuestras muestras son de un orden  $1 \text{ mm}$ , pero Mints et al. (2000) sugiere que si una muestra tiene defectos espaciados por  $R_c$ , la terminación debajo de la superficie también podría ocurrir. El flujo de un vórtice terminado bajo la superficie no saldría todo a través de la superficie y podría verse como un vórtice parcial. La terminación de la superficie baja es el mismo concepto que el de bloque dividido de vórtice panqueque que presentare en la siguiente sección. El bloque dividido se extiende en la terminación de la superficie baja para naturalmente explicar los grupos de vórtices parciales y su incremento en ocurrencia cuando se enfrían en un campo dentro del plano.

#### **6.4 Vórtices parciales como bloques divididos de vórtices panqueque**

En esta sección presentaré la idea de bloque dividido de vórtice panqueque como la explicación para los “vórtices parciales” observados en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy bajo dopaje. Primero, revisé el concepto de vórtices panqueque presentado por Clem (1991), como los bloques de construcción de un vórtice 3D en un superconductor dividido. Luego, presenté la idea de un bloque dividido. Proporcioné fórmulas matemáticas para el campo magnético de un bloque parcial y mostré vía calculaciones que un bloque dividido resulta en rasgos que se ven como vórtices parciales. Hablé de los ajustes de un modelo para los datos de vórtices parciales y enseñé que esta explicación en realidad va acorde a los datos. Finalmente, proporcioné más apoyo para los bloques de vórtice panqueque a la luz de una anisotropía de cristales más grande y un acuerdo cualitativo con las propiedades observadas para los vórtices parciales.

##### **6.4.1 Introducción a vórtices panqueque**

Clem (1991) presenta la idea de vórtices panqueque 2D como los bloques de construcción básicos de vórtices 3D en superconductores divididos en límite cero de unión Josephson entre las divisiones. Este es un límite apropiado para  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  ( $x \approx 0.35 - 0.375$ ) con muy bajo dopaje, estudiado aquí porque  $\lambda_c \gg \lambda_{ab}$ , indicando que la densidad máxima de supercorriente Josephson entre las divisiones es muy pequeña. La profundidad de penetración dentro del plano,  $\lambda_{ab}$ , es la escala de longitud de descomposición exponencial de la fluidez de la supercorriente en el plano, mientras que  $\lambda_c$  es la longitud de descomposición para la fluidez de supercorriente perpendicular a los planos. En el Capítulo 5, tomé mediciones del tamaño de vórtice aparente “ $s_{ab}$ ”

en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  que dieron un límite superior en  $\lambda_{ab}$ . Los resultados mostraron que  $s_{ab}(T \ll T_c)$  van casi de 0.5 a muchos micrones para una  $T_c$  comprendida entre 5–15 K, en donde el tamaño de los vórtices disminuyó con el incremento de  $T_c$ . En contraste, las mediciones de  $\lambda_c$  en muestras similares por Hosseini et al. (2003) dieron valores mucho mayores:  $\lambda_c(0) \approx 100 \mu\text{m}$  fo  $T_c \approx 6$  K, y  $\lambda_c(0) \approx 40 \mu\text{m}$  para  $T_c \approx 15$  K. Así que el parámetro de anisotropía  $\lambda_c/\lambda_{ab}$  en nuestros YBCO con bajo dopaje es mayor, con un límite menor en un rango de 40–80, así que la aproximación de la unión cero Josephson ( $\lambda_c \rightarrow \infty$ ) es apropiada para este sistema.

Clem (1991) comienza la discusión primero, revisando el campo y densidad de corriente de uno de los vórtice panqueque (con flujo  $\Phi_0$ ) en una división superconductor aislada con un grosor de  $d \ll \lambda_{\text{bulk}}$ . El vector potencial es

$$a_{\varphi}(r, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi} \int_0^{\infty} dq \frac{J_1(qr) e^{-q|z|}}{1 + q\Lambda} \quad (6.3)$$

Aquí  $r$  es la distancia radial del centro del panqueque,  $z$  es la distancia desde la división del plano,  $J_1$  es la función Bessel de primer orden, y  $\Lambda = 2\lambda_{\text{bul}}^2/d$  es la longitud de detección 2D en la división. El campo magnético puede encontrarse con solo  $\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{a}$ .

Si otra división superconductor está presente, estas actúan para detectar el campo magnético desde un panqueque. Clem (1991) calculó el campo desde un panqueque en una sola división a  $z = 0$  el cual está rodeado por un número infinito de otras divisiones por encima y por debajo con espaciado de divisiones  $s$  (que sería la dimensión de unidad celular del eje  $c$ - en YBCO). En situaciones en donde  $r$  y  $z$  son mucho más grandes que  $s$ , la discreción de las divisiones puede ser ignorada y (en el límite cero de la unión Josephson) el vector potencial es

$$a_{\varphi}(r, z) = \frac{\Phi_0 \lambda_{ab}}{2\pi \Lambda r} \left[ e^{-|z|/\lambda_{ab}} e^{-\sqrt{r^2+z^2}/\lambda_{ab}} \right]. \quad (6.4)$$

A partir de esto, el campo magnético puede ser calculado. El campo es desafiado lejos del panqueque paralelo a las divisiones y descomposiciones en la escala de longitud  $\lambda_{ab}$  perpendicular a las divisiones. Ya que  $\lambda_{ab} \gg s$ , el campo no se extiende a través de muchas divisiones pero se detectan completamente unos pocos  $\lambda_{ab}$  en la dirección  $z$ . El campo es tal que los dos panqueques en la misma división experimentan una interacción repulsiva que es logarítmica para todas las distancias, pero dos vórtices panqueque en divisiones diferentes experimental una atracción magnética débil.

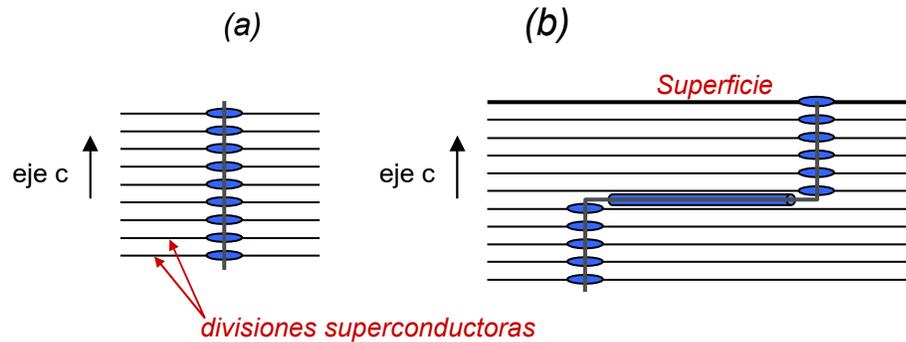


Figura 6.10: (a) La ilustración de un vórtice construido con vórtices panqueque 2D. Un panqueque reside en cada división que están espaciadas por una distancia  $s$ . (b) El esquema de un bloque de vórtice panqueque dividido. Observado desde arriba, los bloques parciales se verían como “vórtices parciales” aislados. El componente horizontal uniendo los dos bloques parciales en un vórtice interdividido Josephson.

la cual favorece la alineación en  $z$  (un bloque panqueque, como se ilustra en la Figura 6.10(a)). Una unión cero Josephson agregaría una fuerza atractiva adicional.

El campo total de muchos vórtices panqueque en un sistema de divisiones superconductoras infinitas pueden encontrarse desde la superposición del vector potencial general de Clem para un vórtice en un sistema de divisiones infinitas (la que les he mostrado en la Ecuación (6.4) solamente para el límite particular de una pequeña  $s$ ). Clem muestra que un bloque recto de vórtice panqueque 2D, como se muestra en la Figura 6.10(a), da el mismo resultado que en el modelo anisotrópico London para vórtices 3D. El también calculó la energía de un bloque inclinado y la energía térmica requerida para distorsionar el bloque (Clem 1991).

### 6.4.2 Bloques de panqueque divididos

Proponemos que nuestros vórtices parciales observados sean la vista principal de los bloques de vórtices panqueque parciales resultando de un bloque dividido. En lugar de un bloque de vórtices panqueque 2D alineados a lo largo de un solo eje en dirección  $z$ , como es favorecido por las entradas magnéticas puras y por la débil unión Josephson, proponemos que otras consideraciones de energía como la localización lo haga favorable (al menos como energía local mínima) para tener el bloque dividido una o más veces dentro de los bloques parciales separadas lateralmente. Los bloques parciales serían unidos por una interdivisión de vórtice Josephson (donde la unión Josephson es débil). Esta imagen se muestra esquemáticamente en la Figura 6.10(b).

Desde una vista superior vista del campo magnético, cada bloque parcial que se encuentra dentro de unos pocos  $\lambda_{ab}$  de la superficie parecería como vórtices parciales aislados con flujo aparente inferior a  $\Phi_0$ . Si el bloque está dividido o no, los vórtices 3D siempre vendrían todo el camino a través de la muestra, teniendo un panqueque por división. Esto explica por qué los vórtices parciales siempre aparecen en grupos.

El bloque dividido o “estructura torcida” fue propuesta primero por Benkraouda y Clem (1996) como una alternativa de un bloque inclinado. Ellos calcularon y compararon la energía de un vórtice panqueque inclinado a la de un bloque dividido en el límite de la unión cero Josephson ( $\lambda_c \rightarrow 0$ ), como los panqueques localizados hasta arriba y hasta abajo. Sus cálculos mostraron que la tensión linear de un bloque inclinado es negativa para un ángulo inclinado mayor de  $52^\circ$  medido desde el eje z, y así el bloque inclinado es inestable para ángulos mayores. Incluso para ángulos menores que  $52^\circ$ , mostraron que el bloque dividido tiene menos energía que un bloque inclinado para ángulos mayores a  $\sim 5^\circ$  en bloques que contienen muchos panqueques.

Una observación de un bloque dividido de vórtice panqueque ha sido reportada por Grigorenko et al. (2002) en  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  con  $T_c = 90$  K. El bloque dividido en este caso es formado bajo condiciones dinámicas y fue una observación rara. El enfoque primario de su escrito fue discutir observaciones de láminas interactuando en los bloques de vórtice panqueque y vórtices Josephson (interdivision). Su bloque dividido de panqueque observado (o “fraccional”) formado a partir de un bloque alineado después de un campo aplicado dentro del plano se redujo repentinamente desde 36 Oe hasta cero. Ellos ajustaron la imagen tomada con sonda Hall y obtuvieron  $\sim 0.48 \mu\text{m}$  como la profundidad de la división. El bloque dividido una distancia lateral de  $\mu\text{m}$ . Incrementando el campo dentro del plano a 11 Oe “curó” el bloque dividido y lo regreso a ser un bloque recto.

Nuestras observaciones de vórtices parciales difieren de las de Grigorenko et al. (2002) en BSSCO, en que los vórtices parciales eran bastante prevalentes en el YBCO con muy bajo dopaje, especialmente para  $T_c$  bajas. No se requirieron situaciones dinámicas especiales para producir vórtices parciales en YBCO. Fueron creados simplemente por enfriamiento de campo, incluso en supuestamente un campo cero dentro del plano. Según nuestro conocimiento, nuestras observaciones de vórtices parciales son la primera observación de bloques divididos estables de vórtices panqueque que ocurren de forma frecuente. El trabajo de Grigorenko et al. (2002) fue realizado en BSSCO con un dopado óptimo, por lo que es bastante factible que los estudios de BSSCO con menor dopaje puedan revelar comportamientos en vórtices similares como en el YBCO de muy bajo dopaje. Esto requeriría mejoras en la reproducción de BSSCO con bajo dopaje.

A continuación voy a dar una descripción matemática del campo de bloques de vórtices panqueque parciales, basado en gran parte en Clem (1991) y cálculos adicionales por Bluhm. También mostraré que el modelo de bloque dividido produce características consistentes con las observaciones de vórtices parciales y en la Sección 6.4.3 voy a presentar un ajuste a una imagen de vórtices parciales

### Descripción matemática

Las expresiones pueden encontrarse para el campo magnético de un bloque parcial de vórtices panqueque (Clem 1994). Ya que estas expresiones se necesitan aquí para modelar las imágenes de vórtices parciales tomadas con sonda Hall, considero que la situación en donde un superconductor dividido llena un medio espacio  $z < 0$  con un vacío de  $z > 0$ . Voy a considerar los resultados en los límites  $\lambda_{ab} \gg s$  y  $z \gg s$  ya que las fórmulas se simplifican muy bien en este caso y estos experimentos se hicieron obligatoriamente en ese límite. En YBCO  $s = 11.7 \text{ \AA}$ , nuestros ajustes de vórtices sugieren que  $\lambda_{ab}$  puede ser mayor que  $0.5 \mu\text{m}$  en estas muestras de YBCO y el campo medido por la sonda Hall siempre fue de  $z \geq 0.4 \mu\text{m}$  debido a restricciones en la alineación de la muestra-sonda.

Para un vórtice de panqueque individual 2D en la división  $z_n$  en un superconductor ocupando todo el espacio, Clem (1991) proporciono el vector potencial

$$a_\phi(r, z) = \int_0^\infty dq A(q) J_1(qr) Z(q, z) \quad (6.5)$$

con

$$A(q) = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{1 + 2q\Lambda \coth qs + q\Lambda^2}} \xrightarrow{s \rightarrow 0} A(q) \approx \frac{\Phi_0}{2\pi\Lambda} \frac{1}{\sqrt{q^2 + \lambda_{ab}^{-2}}}$$

y  $Z(q, z)$  es dado de forma completa en Clem (1991), y en el límite de  $s \rightarrow 0$ , una buena aproximación es  $Z(q, z) = \exp[-Q|z - z_n|]$  con  $Q = \sqrt{q^2 + \lambda_{ab}^{-2}}$ . Las ecuaciones anteriores son todas en el caso de un superconductor infinito.

Ahora, resumiré el caso de un superconductor de medio espacio realizado por Bluhm.

En vacío ( $z > 0$ ), el vector potencial es

$$a_{\phi}(r, z) = \int_0^{\infty} dq \tilde{A}(q) J_1(qr) e^{-qz}. \quad (6.7)$$

Considerando las condiciones de los límites al  $z = 0$  superconductor/vacío interfase, Bluhm encontró una expresión para  $Z(z, q)$  para insertarse en la Ecuación (6.5) que da un vector potencial para ambos, dentro y fuera del superconductor:

$$Z(z, q) = \begin{cases} \frac{2Q}{Q+q} e^{Qz_n} e^{-qz} & (z > 0) \\ e^{-Q|z-z_n|} + \frac{q-Q}{Q+} e^{Qz_n} e^{Qz} & (z < 0) \end{cases} \quad (6.8)$$

en donde  $Q$  es dado por la expresión de (Clem 1991)

$$\cosh Qs = \cosh qs + (q\Lambda)^{-1} \sinh qs \quad s \rightarrow 0 \quad Q = \sqrt{q^2 + \lambda_{\alpha}^{-2}} \quad (6.9)$$

Resumiendo las contribuciones para todos los vórtices panqueque dentro de un bloque finito, el vector potencial de un bloque parcial puede ser encontrado. Para un bloque parcial recto extendiéndose desde  $z_n = -ns$  to  $z_m = -ms$ , el vector potencial para  $z > 0$  es (Bluhm):

$$a_{\phi}(r, z) = \int_0^{\infty} dq A(q) J_1(qr) \frac{2Q}{Q+q} e^{-qz} \sum_{j=n}^m e^{-Qjs} \quad (6.10)$$

$$= \frac{1}{s} \int_0^{\infty} dq A(q) J_1(qr) \frac{2}{Q+q} e^{-qz} (e^{-Qns} - e^{-Qms}) \quad (6.11)$$

$$\approx \frac{\hat{\Phi}_0}{2\pi\lambda_c} \int_0^{\infty} dq \frac{e^{-qz} J_1(qr)}{q \sqrt{q^2 + \lambda_{\alpha}^{-2} + q^2 + \lambda_{\alpha}^{-2}}} (e^{Qz_n} - e^{Qz_m}) \quad (6.12)$$

en donde la suma es reemplazada por un integral en el primer paso, y en el último paso se hacen sustituciones para  $A(q)$  y  $Q$  en el límite  $s \rightarrow 0$  (Ecuaciones 6.6 y 6.9). La igualdad  $\lambda_{\alpha}^2 = s\Lambda/2$  también fue utilizada.

El campo magnético puede fácilmente ser encontrado desde  $\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{a}$ , dando al componente  $z$   $B_z = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (ra_{\phi})$ :

$$B_z(r, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda_{\phi b}^2} \int_0^{\infty} dq \frac{q e^{-qz} J_0(qr)}{Q(Q+q)} (e^{Qz_n} - e^{Qz_m}) \quad (6.13)$$

en donde  $Q = \sqrt{q^2 + \lambda^{-2}}$  si son usadas unidades convencionales en la integral o alternativamente  $Q = \sqrt{q^2 + 1}$  si  $r$ , las  $z$ , y la  $q$  están en unidades de  $\lambda_{ab}$  (el inverso de  $\lambda_{ab}$  para  $q$ ) en la integral. El bloque parcial empieza en una profundidad  $z_m$  en el superconductor y termina en  $z_n$ . Debido a que el bloque comienza y termina dentro del superconductor,  $-\infty \leq z_m < z_n \leq 0$ .

Note que si el bloque parcial se extiende de  $z_m = -\infty$  to  $z_n = 0$ , la Ecuación (6.13) simplemente se convierte en la de un vórtice convencional 3D descrito por la Ecuación (6.2) con  $\Phi = \Phi_0$ .

El flujo total a través de la parte superior del cristal resultando del bloque parcial puede ser también calculado. Clem (1994) da expresiones para el flujo total a través de la parte superior e inferior de un cristal finito a partir de un vórtice panqueque individual. Integrando del todo los vórtices panqueque en un bloque parcial, obtenemos para el flujo total a través de  $z = 0$  la superficie de un superconductor de medio espacio para un vórtice parcial que se extiende de  $z_m$  a  $z_n$  ( $z_m < z_n \leq 0$ )

$$\Phi = \Phi_0 (e^{z_n/\lambda_{ab}} - e^{z_m/\lambda_{ab}}) \quad (6.14)$$

Es fácil de ver que si un vórtice completo recto ( $-\infty$  to  $0$ ) se divide una vez, está a una profundidad de  $z = -d$ , el flujo total a través de la superficie desde el bloque parcial inferior es  $\Phi_{\text{lower}} = \Phi_0 e^{-d/\lambda_{ab}}$  mientras que el flujo desde el bloque parcial superior es  $\Phi_{\text{upper}} = \Phi_0 (1 - e^{-d/\lambda_{ab}}) = \Phi_0 - \Phi_{\text{lower}}$ . La suma del flujo desde cada segmento del bloque es  $\Phi_0$  como se esperaba. Note que si  $d$  es mayor que muchas profundidades de penetración, una cantidad de flujo insignificante del bloque parcial inferior se observara y el bloque parcial superior se verá justo como un bloque de vórtice panqueque completo con un flujo cuántico completo.

En esta propuesta de bloque dividido para vórtices parciales, debería enfatizarse que estos rasgos son vórtices “parciales” solamente en el sentido de que un flujo cuántico completo no existe a través de la superficie de un vórtice parcial solitario, aunque cada vórtice panqueque 2D en una división contiene  $\Phi_0$ . Así que, no hay algún asunto topológico sucediendo al crear vórtices “fraccionales” y violando el la cuantización de flujo. El único rasgo observado aquí es un desplazamiento lateral de parte de uno de los vórtices, mejor descrito en la formulación de vórtice panqueque 2D y solamente posible en cristales altamente anisotrópicos.

### Modelo de bloques divididos

Para obtener un sentido de lo que un bloque dividido se ve, generé imágenes  $B_z$  de la Ecuación (6.13) en el caso de un bloque completo recto, el cual se divide una vez a  $z = -d$  para muchos valores de profundidad  $d > 0$  diferentes. Para estos cálculos, coloqué la altura encima de la muestra a  $z = 0.8\lambda_{ab}$ , la cual si  $\lambda_{ab} \approx 1$ , es un valor razonable para la altura de la muestra-sonda. La Figura 6.11 muestra las imágenes calculadas para un bloque dividido de vórtices panqueque para muchos valores de profundidad dividida  $d$ . La secciones cruzadas a través de los perfiles de campo de vórtices divididos como una función de  $d$  se muestra en la Figura 6.12. Si  $d$  son pocas o más veces, la profundidad de penetración  $\lambda_{ab}$ , solamente el bloque parcial superior es observado y sus perfiles de campo parecen los de los vórtices completos. Esto es porque el campo de los panqueques, en lo profundo de la muestra, están completamente detectados. Un grupo de vórtices parciales  $N$  podrían ser modelados simplemente dejando que el bloque de los vórtices panqueque se dividan en  $N - 1$  veces a profundidades variadas.

Una de las cosas que se ve fácilmente desde la Ecuación (6.13) es que si el campo magnético de todos los vórtices parciales de un grupo se superpone, la suma de los campos es idéntica a la del perfil de campo de un vórtice completo, suponiendo que la profundidad de penetración  $\lambda^{ab}$  es la misma en la ubicación de cada bloque parcial. Una versión simplificada de esta declaración es que las amplitudes máximas de los bloques de vórtices parciales dentro de un grupo deben ser iguales a la amplitud máxima de un vórtice completo. Esta es una forma rápida de identificar un grupo parcial de vórtices en las imágenes de sonda Hall. Otra característica de mención es que, al menos para un bloque con una división, la  $B_z$  del bloque parcial inferior es más extendido (tiene un FWHM normalizado más grande) que desde el bloque superior, cuando se compara a una  $z > 0$  constante. Esto se puede ver en la Figura 6.12 donde los vórtices parciales en el lado izquierdo es el inferior. Estas dos características – la suma de los campos vórtices parciales se suman a un vórtice completo, y los vórtices parciales inferiores están más extendidos – son útiles en el análisis de los datos parciales de vórtices.

### 6.4.3 Ajustando los datos

Ahora, voy a discutir un ajuste a un par de vórtices parciales para mostrar que la división del bloque panqueque modelo es un tanto consistente con la información. La imagen en la Figura 6.13(a) muestra tres vórtices completos uniformes (más brillantes) y

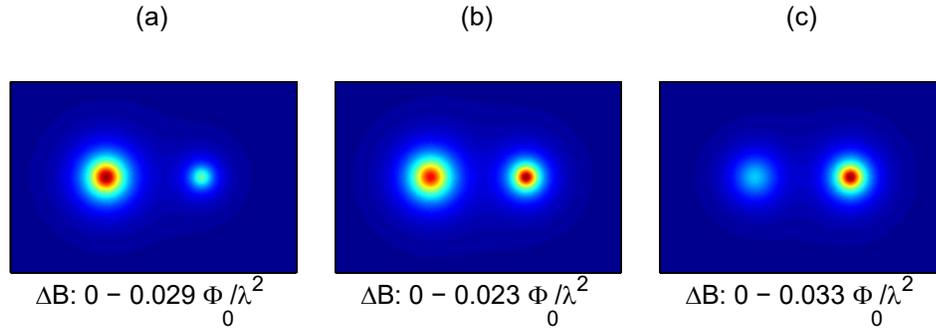


Figura 6.11: Se calculo  $B_z(x, y)$  de un bloque dividido de vórtices panqueque separados por una distancia  $10\lambda_{ab}$  en dirección  $x$ . El bloque izquierdo se extiende en  $z$  desde  $-\infty$  a  $d$  y el de la derecha de  $d$  a la superficie ( $z = 0$ ). (a)  $d = \lambda_{ab}/4$  y el flujo a través de la superficie desde el bloque de la izquierda (más bajo) es  $\Phi_L = 0.78 \Phi_0$ . (b)  $d = \lambda_{ab}/2$  y  $\Phi_L = 0.61 \Phi_0$ . (c)  $d = \lambda_{ab}$  y  $\Phi_L = 0.37 \Phi_0$ . Para estos cálculos,  $B_z$  fue computado con  $z = 0.8\lambda_{ab}$ .

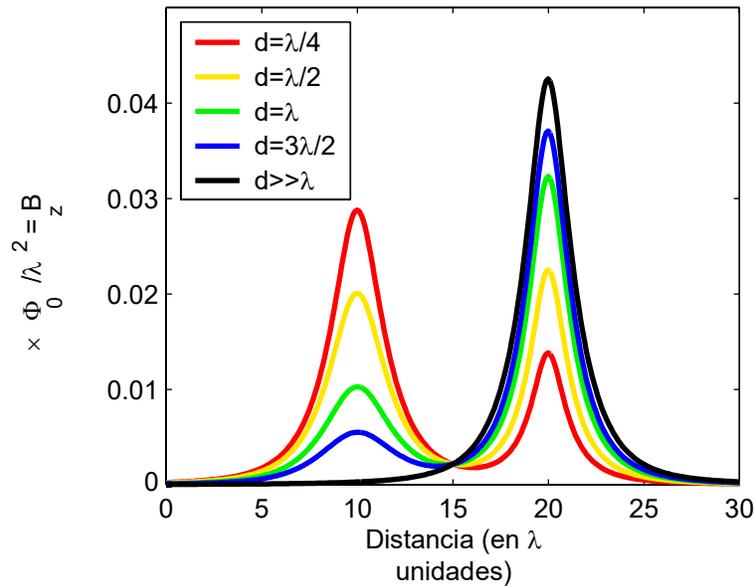


Figura 6.12: Las secciones cruzadas a través de los centros de los vórtices divididos calculados mostrados en la Figura 6.11 y también otros valores de profundidad de división  $d$ . El pico izquierdo es de la sección más baja del bloque dividido extendiéndose en  $z$  desde  $-\infty$  a  $d$  y el de la derecha desde la sección superior, desde  $d$  a  $0$ .

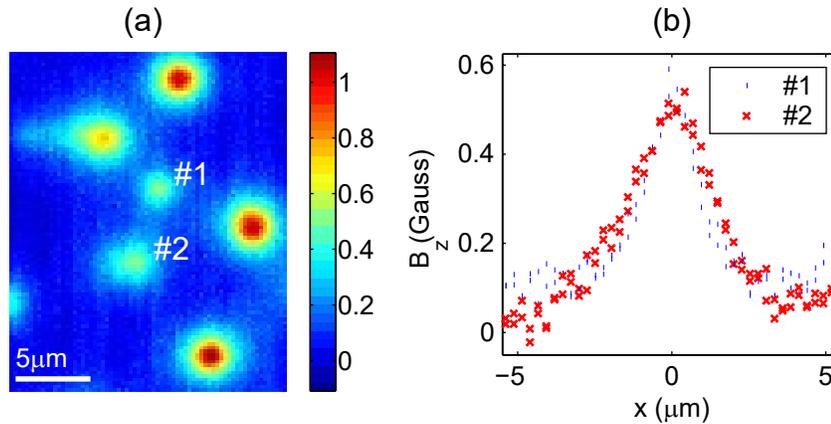


Figura 6.13: Un par de vórtices parciales en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $T_c = 14.0$  K y  $T = 4$  K. (a) Imagen tomada con sonda Hall, conteniendo un bloque de vórtices panqueque dividido que aparece como dos vórtices parciales nombrados #1 y #2. Los tres vórtices más brillantes en la imagen son vórtices completos (no divididos). Un fondo constante determinado desde los ajustes a los vórtices completos ha sido sustraído. (b) Secciones cruzadas horizontales a través de dos vórtices parciales. Los vórtices parciales #1 tienen ambos, un pico más alto y un ancho más pequeño que #2, indicando que #1 es el bloque parcial superior y #2 es el menor.

tres vórtices parciales claramente definidos. Esta imagen fue tomada con la sonda de barrido Hall en el cristal individual de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con  $T_c = 14.0$  K a baja temperatura. La muestra había sido enfriada en un campo aplicado  $B_z = 0.2$  G. A esta  $T_c$  los vórtices parciales son raros ( $< 15\%$  de los vórtices observados). Estos vórtices parciales ocurrieron en un lugar que produjo vórtices parciales, de varios arreglos, después de muchos ciclos a través de  $T_c$ .

Como se discutió con anterioridad, la suma de  $B_z$  para cada vórtice parcial dentro de un solo grupo debería agregar a un vórtice completo. Una rápida comparación de altura de picos muestra que los vórtices parciales identificados #1 y #2 son probablemente un grupo – que es que ellos resultan de un bloque de vórtice panqueque con una sola división. El tercer vórtice parcial más brillante en la superior izquierda podrían no estar en un grupo con #1 o #2 porque su altura de pico es muy alta. Note que este tercer vórtice parcial aparece alargado a la derecha, sugiriendo que hay muchas divisiones, las cuales resultan en una pequeña cantidad de flujo a través la superficie superior en adición al pico principal.

Figura 6.13(b) muestra las secciones cruzadas horizontales a través de los centros de vórtices parciales #1 y #2. Parcial #1 tiene un pico más alto y un ancho más angosto que #2. Así que,

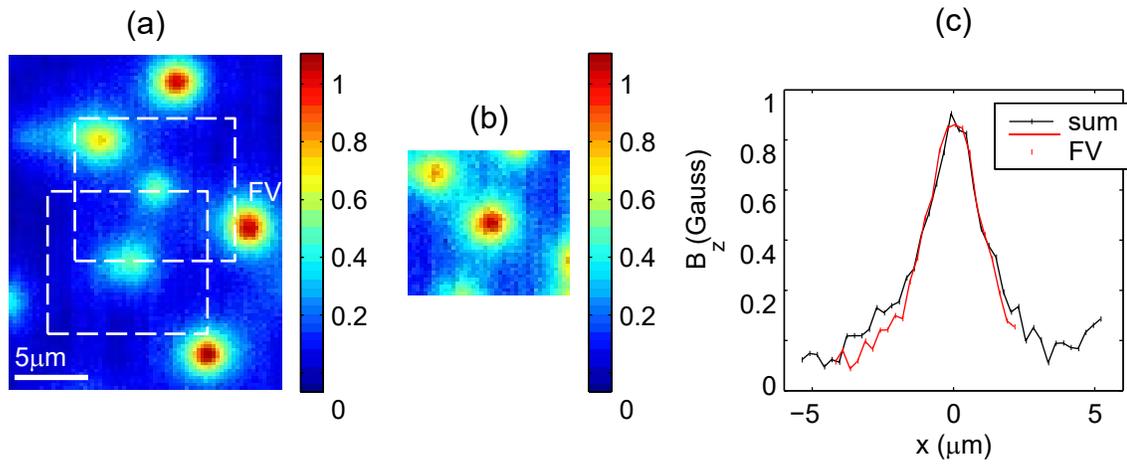


Figura 6.14: La suma de vórtices parciales a un vórtice completo. (a) Imagen con vórtices parciales y completos. Un fondo constante determinado desde un ajuste al vórtice completo nombrado "FV" ha sido sustraído de la imagen. (b) Suma de las áreas de la imagen dentro de las dos cajas en (a). Esta suma de dos vórtices parciales se ven similar a el perfil de campo del vórtice completo en (a). Nota: Los vórtices parciales están solamente 5 micrones aparte, así que hay algunas contribuciones de campo de cada en el lugar del otro, sacando de su lugar el fondo efectivo en (b). (c) Secciones cruzadas horizontales a través de la suma de parciales mostradas en (b) y vórtices parciales (FV) en la imagen (a).

Incluso sin normalizar las alturas de los picos para comparar el FWHM, está claro que #2 es el bloque parcial inferior (de  $z = -\infty$  to  $-d$ ) y #1 es el superior (de  $z = -d$  to 0). El objetivo al analizar y ajustar este par de vórtices parciales es mostrar que el modelo de bloque dividido describe bien los datos y para determinar la profundidad  $d$  de la división.

Otra prueba para comprobar que los vórtices parciales #1 y #2 son probables de un bloque dividido de vórtices panqueque es agregar los perfiles de campo juntos para crear una imagen superpuesta. Esto se muestra en la Figura 6.14. En (a), el cero se ha establecido restando un campo de fondo constante determinado de un ajuste a los vórtices completos etiquetados como "FV". El área de la imagen con las cajas centradas en cada vórtice parcial se suman píxel por píxel y la suma se muestra en (b). Tenga en cuenta que la suma de los parciales es similar a los vórtices completos como se esperaba. Esto se puede ver en (c) donde se comparan las secciones cruzadas a través de los vórtices sumados y un los vórtice completo. Una cosa que mencionar es que debido a que los vórtices parciales están cerca el uno del otro y a otros vórtices, hay alguna contribución de campo de otros vórtices. Así, los vórtices resumidos mostrados en (b)

podrían tener un fondo efectivo diferente del fondo verdadero en (a), debido al flujo de los rasgos cercanos.

Para ajustar el grupo de vórtices parciales de #1 y #2, necesitamos utilizar la Ecuación (6.13). La integración sobre el área de la sonda Hall ( $< 0.5 \times 0.5 \mu\text{m}^2$ ) es ignorada, ya que esto complica los calculas y se mostró en los ajustes en el Capítulo 5 para hacer una pequeña diferencia. Para los vórtices superiores e inferiores, la Ecuación (6.13) se vuelve

$$B_z^{\text{upper}}(r_1, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda_c} \int_0^\infty d \frac{q e^{-qz} J_0(qr_1)}{q^2 + \frac{1}{a} + q \sqrt{q^2 + \lambda_a^2}} \left(1 - e^{-d\sqrt{q^2 + \lambda_a^2}}\right) \quad (6.15)$$

$$B_z^{\text{lower}}(r_2, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda_c} \int_0^\infty d \frac{q e^{-qz} J_0(qr_2)}{q^2 + \frac{1}{a} + q \sqrt{q^2 + \lambda_a^2}} \left(e^{-d\sqrt{q^2 + \lambda_a^2}}\right) \quad (6.16)$$

en donde  $d$  es la profundidad de la división y  $r_1$  y  $r_2$  son las distancias desde los ejes de los bloques de vórtices parciales superior e inferior respectivamente. Idealmente, ajustaríamos los vórtices parciales usando un parámetro ajustado  $z$ ,  $\lambda_{ab}$ ,  $d$ , el centro de localizaciones  $xy$ , y un fondo constante. Sin embargo, como discutimos en el Capítulo 5,  $z$  y  $\lambda_{ab}$  están altamente correlacionados en este perfil de campo y no pueden ajustarse simultáneamente.. También las Ecuaciones (6.15) y (6.16) no pueden resolverse analíticamente. El enfoque numérico que utilicé para ajustarlo a la profundidad de penetración de los vórtices completos se detalla en el Anexo A que sería un poco intenso con ambos  $\lambda_{ab}$  y  $d$  como parámetros libres. Entonces, en primer lugar determiné  $\lambda_{ab}$  y luego hice el ajuste completo para encontrar  $d$ .

En el Capítulo 5 realicé un ajuste extenso de los vórtices, en un intento de medir la profundidad de penetración dentro del plano. Debido a que no podíamos saber si los vórtices panqueque conformaban los vórtices completos donde se alineaban, o en lugar se separaban por la localización, fuimos conservadores y dijimos que medimos el tamaño de vórtices aparente que equivaldría a  $\lambda_{ab}$  si el bloque de panqueque estuviera completamente alineado, pero sería más grande que  $\lambda_{ab}$  si los panqueques estuvieran separados. En este Capítulo, cuando me refiero a ajustar  $\lambda_{ab}$ , se puede, en lugar, interpretar como ajustar el tamaño aparente del vórtice. Esta distinción no debe afectar al ajuste de los vórtices parciales si el grado de expansión del tamaño de vórtice aparente es similar para todos los vórtices.

Usé el mismo método de ajuste que en el Capítulo 5 (incluyendo la integración sobre el área de la sonda Hall) para adaptarse a los vórtices completos en la Figura 6.14(a) y la suma de los parciales

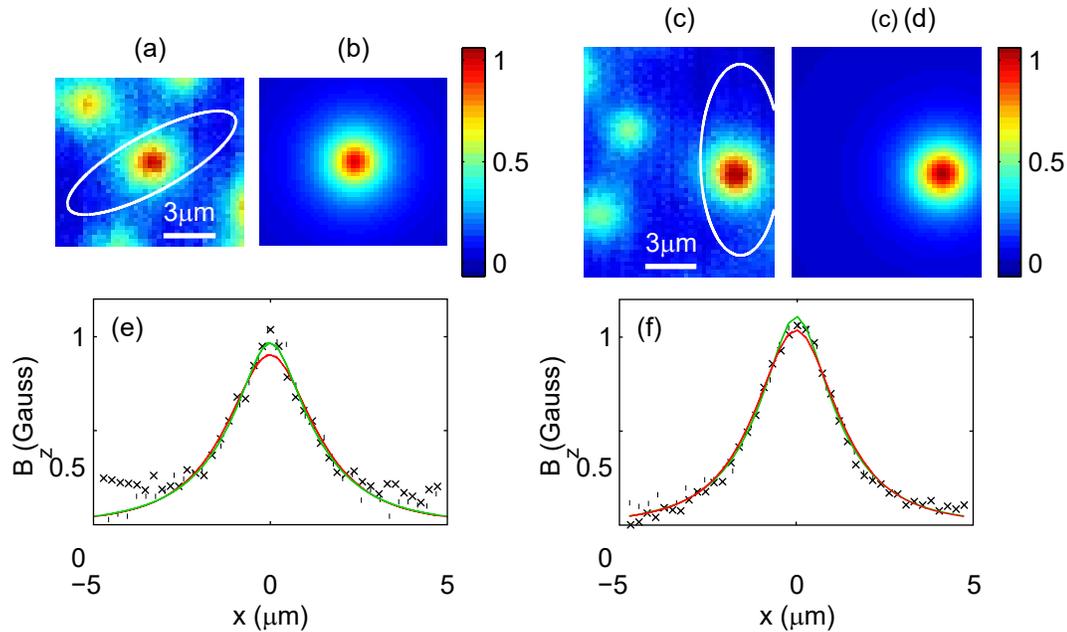


Figura 6.15: Ajustes de las profundidades de penetración. (a) Suma de los vórtices parciales (misma información que la Figura 6.14(b)). Un fondo constante determinado de un ajuste a *este* vórtice ha sido sustraído. Ajuste a la información dentro la elipse en (a) con  $z$  ajustado a  $0.6 \mu\text{m}$  y mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 1.11 \mu\text{m}$ . (c) Imagen de vórtice completo a la derecha de los vórtices parciales. (d) Ajuste al vórtice completo dentro de la elipse en (c) con  $z$  ajustado a  $1.0 \mu\text{m}$  y mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 0.65 \mu\text{m}$ . (e) y (f) Secciones cruzadas horizontal ( $\bullet$ ) y vertical ( $\times$ ) a través de la información y los ajustes para la suma de vórtices parciales y completos respectivamente. La línea verde son los ajustes con  $z = 0.6 \mu\text{m}$ , en (e) mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 1.11 \mu\text{m}$ , en (f) mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 0.99 \mu\text{m}$ . Las líneas rojas son los ajustes con  $z = 1.0 \mu\text{m}$ , en (e) mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 0.76 \mu\text{m}$ , en (f) mejor ajuste  $\lambda_{ab} = 0.65 \mu\text{m}$ .

en la Figura 6.14(b). La altura  $z = z_0 + \Delta z$  por encima de la muestra es difícil de determinar porque  $z_0$ , la distancia mínima de la muestra-sonda, depende tácticamente en la alineación. Para esta imagen  $\Delta z \approx 0.21 \mu\text{m}$ . hice muchos ajustes a las profundidades de penetración a la suma de parciales, mostrados en la Figura 6.15(a) y los vórtices completos mostrados en (c) de la misma figura. Un valor típico para  $z_0$  basados en medidas pasadas de las muestras con profundidad de penetración conocida de  $z_0$ ;  $5 \text{ } 0.8 \mu\text{m}$ . Restricciones geométricas imponen un límite inferior de  $z_0 \geq 0.4 \mu\text{m}$ . Hice tres ajustes a los vórtices en (a) y (c): con  $z = 1.0 \mu\text{m}$ , con  $z$  como un ajuste de parámetro libre, y con  $z = 0.6 \mu\text{m}$ . Los parámetros libres fueron la profundidad de penetración dentro del plano, el centro de los vórtices, y un fondo constante. Para la suma de parciales, estos tres ajustes, dieron  $\lambda_{ab} = 0.76 \mu\text{m}$  fo  $z = 1.0 \mu\text{m}$ ,  $\lambda_{ab} = 1.20 \mu\text{m}$  y  $z = 0.51 \mu\text{m}$  fo

el ajuste  $z$ , y  $\lambda_{ab} = 1.11 \mu\text{m}$  para el ajuste  $z = 0.6 \mu\text{m}$ . Para los vórtices completos en (c) los resultados fueron  $\lambda_{ab} = 0.65 \mu\text{m}$ ,  $\lambda_{ab} = 0.95 \mu\text{m}$  y  $z = 0.65 \mu\text{m}$ , y  $\lambda_{ab} = 0.99 \mu\text{m}$ . Los ajustes a los otros dos vórtices completos dieron resultados similares a los ajustes de vórtices completos. Los ajustes con un  $z$  libre y  $\lambda_{ab}$  no deben ser confiables, como la correlación entre  $z$  y  $\lambda_a^{-1}$  fue mayor que 0.97, y los ajustes de otros vórtices a otra  $T_c$  no produjeron valores consistentes de  $z_0$ , aunque se espera que  $z_0$  sea la misma para todas las mediciones del cristal. No obstante, los ajustes libres  $z$  me motivaron a usar ajustes en  $z$  a un valor mínimo posible de  $z = 0.6 \mu\text{m}$ .

Los resultados de los ajustes de lambda se muestran en la Figura 6.15. La imagen (b) es el ajuste a (a) con  $z = 0.6 \mu\text{m}$ , y (d) es el ajuste a (c) con  $z = 1.0 \mu\text{m}$ . Las secciones cruzadas de los datos y ajustes se muestran en (e) y (f) con ambos, el ajuste  $z = 0.6 \mu\text{m}$  y el ajuste  $z = 1.0 \mu\text{m}$ . El ajuste con  $z = 0.6 \mu\text{m}$  aparece ir mejor con el pico de los vórtices sumados, mientras que  $z = 1.0 \mu\text{m}$  es talvez el mejor para el pico de los vórtices completos. Para  $z$  ajustado, la profundidad de penetración ajustada es mayor por  $\approx 0.12 \mu\text{m}$  para los vórtices sumados que los vórtices completos. Esto podría indicar que los vórtices parciales formados en un lugar de superconductividad más débil (densidad de superfluido menor  $n_s \propto \lambda^{-2}$ ). O que hay algunos efectos sistemáticos sesgando el valor ajustado para los vórtices sumados. Los vórtices parciales fueron sumados pixel por pixel, para que los centros no pudieran alinearse perfectamente. Los centros ajustados de los vórtices parciales #1 y #2 mostraron que para la suma, los centros estaban desalineados por  $\leq 0.04 \mu\text{m}$ , lo que pudo contribuir a un ajuste a la profundidad de penetración ligeramente mayor. También, el fondo pudo contribuir a un error en  $\lambda_{ab}$ , aparte de  $z$ , el fondo constante es el parámetro libre más correlacionado con  $\lambda_{ab}$ . Para la suma de los vórtices, la correlación entre  $\lambda^{-1}$  y la constante de fondo fue entre -0.53 y -0.57, y para los vórtices completos entre -0.39 y -0.46. Así que la profundidad de penetración y el fondo no eran parámetros completamente dependientes. El flujo cercano para los vórtices sumados podría haber sesgado el ajuste en elegir un  $\lambda_{ab}$  un poco más grande. En cualquier caso, todo esto es para decir por  $z$  elegido, podríamos suponer que la profundidad de penetración de los bloques de vórtices parciales es la del ajuste a los parciales sumados, o es la de los vórtices completos. Voy a presentar un ajuste a los vórtices parciales hecho en ambos sentidos.

Ajusté los vórtices parciales #1 y #2 de la Figura 6.13(a) a las Ecuaciones (6.15) (6.16) simultáneamente. Los parámetros realizados en el ajuste fueron  $z$  y  $\lambda_{ab}$ , mientras que los ajustes en parámetros libres fueron la profundidad  $d$  dividida, las localizaciones de centro de ambos vórtices parciales y un fondo constante. El método de ajuste es similar al descrito en el Anexo A.2. Realicé el ajuste dos veces. Uno con  $z = 0.6 \mu\text{m}$  y  $\lambda_{ab} = 1.11 \mu\text{m}$ , que son los valores para un mejor ajuste de profundidad de penetración para los vórtices en la Figura 6.15. El ajuste con estos parámetros da una profundidad dividida de  $d = 0.53 \mu\text{m} = 0.48\lambda_{ab}$ . El segundo ajuste fue con  $z = 1.0 \mu\text{m}$  y  $\lambda_{ab} = 0.64 \mu\text{m}$ , en donde son aproximadamente los mejores ajustes de valores para los vórtices completos. Este ajuste a los parciales dio  $d = 0.36 \mu\text{m} = 0.56\lambda_{ab}$ . Los resultados de los ajustes se muestran en la Figura 6.16. Ambos ajustes hacen un buen trabajo de modelar los datos. Otras pruebas en un conjunto de  $z$  y  $\lambda_{ab}$  podrían producir ajustes aún mejores. Sin embargo, el objetivo aquí de mostrar que los vórtices parciales son en realidad descritos por un bloque dividido se ha logrado, y ha sido determinada una profundidad de división aproximada de  $0.5\lambda_{ab}$  para este grupo parcial de vórtices. Es claro partiendo del ajuste que los vórtices parciales se pueden modelar muy bien como bloques divididos de vórtices panqueque.

Este par parcial de vórtices era ideal para hacer el ajuste porque sólo había dos de ellos y estaban bien definidos. En muchas de las otras imágenes mostradas anteriormente en este Capítulo, modelar el bloque dividido sería más complicado. Modelarlos se vuelve difícil cuando hay varias divisiones de un solo bloque y cuando varios grupos de vórtices parciales están cerca, haciendo difícil determinar qué parcial pertenece a qué grupo. Algunos parciales parecen alargados o tienen colas que podrían ser el resultado de muchas divisiones cercanas que no están resueltas por la sonda Hall, o posiblemente inclinaciones de un bloque de panqueque.

#### 6.4.4 Discusión

La explicación de vórtices parciales como bloque divididos (con una o más divisiones) es lógica para estos cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy bajo dopaje porque el factor de anisotropía es muy grande ( $\gamma = \lambda_c/\lambda_{ab} > 40$ ). La alta anisotropía significa que la unión Josephson entre las divisiones es muy débil, por lo que la unión de los vórtices panqueque es casi sólo debido a la unión magnética, haciendo más fácil separarlas lateralmente. Sin

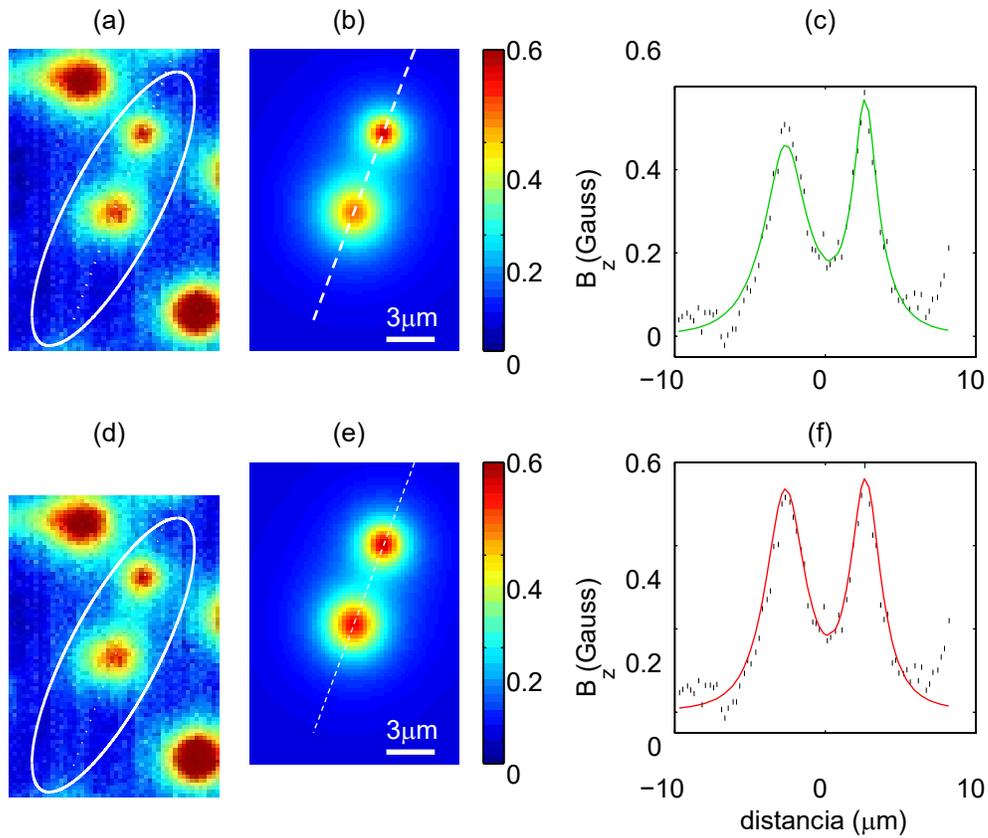


Figura 6.16: Ajustes de un bloque dividido de vórtices panqueque. (a) Imagen de vórtices parciales. La escala de colores elegida satura los vórtices más grandes cercanos para mostrar los detalles de los vórtices parciales. (b) Ajuste de los datos en la elipse en (a) con parámetros ajustados  $z = 0.6 \mu\text{m}$  y  $\lambda_{ab} = 1.11 \mu\text{m}$ , y el mejor ajuste de parámetro  $d = 0.53 \mu\text{m}$ . Las imágenes (a) y (b) son mostradas con un fondo constante sustraído como lo determina el ajuste en (b). (c) Las secciones cruzadas a lo largo de la línea a través del centro de los vórtices parciales (línea blanca punteada en las imágenes). Los puntos son de los datos en (a) mientras que la línea sólida es del ajuste en (b). (d), (e) y (f) la misma es para (a), (b) y (c) excepto que el ajuste tenía parámetros concretos  $z = 1.0 \mu\text{m}$  y  $\lambda_{ab} = 0.64 \mu\text{m}$ , y el mejor ajuste de parámetro  $d = 0.36 \mu\text{m}$ .

localización, la unión magnética alinearía los vórtices panqueque en un bloque recto, como se muestra en Clem (1991). Sin embargo, sabemos que hay sitios de localización en el cristal, ya que en las bajas densidades de flujo que estudiamos los vórtices permanecen en la muestra después de que el campo se apaga en  $T < T_c$ .

De los cálculos de energía de Benkraouda y Clem (1996) mencionados anteriormente de una estructura inclinada versus a una torcida, parece lógico que dado un ambiente de localización adecuada, los vórtices de bloque dividido se formarían en nuestros cristales especialmente para el de más bajas  $T_c$  en el que la anisotropía debe ser la más grande. Por lo tanto, los sitios de localización en el cristal son importantes en la formación de los vórtices parciales. No se puede determinar desde nuestras imágenes cuáles son los sitios de localización. Podrían ser regiones de inhomogeneidad de oxígeno, límites de macla, imperfecciones en el entramado o algo más. Es deseable que se realicen estudios futuros sobre el ambiente de localización en estos cristales y en otros cupratos.

Arriba en la Sección 6.4.3 mostré que el modelo de un bloque dividido de vórtices panqueque se ajusta muy bien a los datos. El bloque dividido (con  $\geq 1$  divisiones) es consistente con y puede explicar las muchas propiedades de los vórtices parciales discutidos anteriormente en Sección 6.2.1. Ahora revisaré estas propiedades a la luz de la explicación del bloque dividido

Los vórtices parciales fueron más prevalentes para los valores más bajos de  $T_c$ . La anisotropía aumenta a medida que disminuye el dopaje, por lo que el costo de energía en el interdivisor del vórtice Josephson en la división es más pequeño para una  $T_c$  inferior, haciendo un bloque dividido más favorable. Puede ser que los sitios de localización están más presentes para los portadores de dopaje bajo. Otra característica de los vórtices parciales fue que contenían un rango continuo de flujo, no sólo pequeñas fracciones de  $\Phi_0$ . Esto tiene sentido con el bloque dividido, ya que el flujo a través de la superficie superior debido a un bloque parcial puede tener cualquier valor de 0 a  $\Phi_0$  dependiendo solamente en la profundidad de la división como se muestra en Ecuación (6.14).<sup>3</sup>

Otras cuatro propiedades se pueden explicar a la luz del escenario de bloque dividido. Se observaron vórtices parciales en grupos que juntos llevaban un flujo total de  $\Phi_0$  con un error experimental (relativamente grande). Esta observación está muy de acuerdo con la idea de bloque de panqueque dividido, porque en cada división un nuevo bloque parcial comienza. La suma del flujo de todas los bloques parciales debe ser  $\Phi_0$  para un grupo de vórtices panqueque.

<sup>3</sup>En realidad, las profundidades de división permitida son discretas en la escala de separación de capas  $s = 11.7 \text{ \AA}$ , pero ya que  $s \ll \lambda_{ab}$  la profundidad y el flujo son continuos para todos los propósitos prácticos.

extendiéndose a través del grosor completo de la muestra con un vórtice panqueque por capa. Se observó que los vórtices parciales preferían ciertas regiones de la muestra, incluso después de un templado a temperatura ambiente. Esto podría ser explicado si esas regiones tuvieran más sitios localizados (de cualquier tipo) que fueran favorables para los vórtices parciales. Se observó que para  $T_c \sim 14K$ , donde los vórtices parciales eran escasos, podían ser creados enfriando la muestra en un campo predominantemente aplicado dentro del plano. Esto está explicado muy bien por el modelo de bloque dividido porque si las líneas del flujo estaban inclinadas durante el enfriamiento en el campo, particularmente por encima del ángulo determinado por los cálculos de Benkraouda y Clem (1996), los vórtices panqueque son mucho más probables de ser localizados en un ángulo con respecto a otros en el bloque. Por último, se observó que los vórtices parciales eran más móviles que los vórtices completos. Esto tiene sentido debido a las fuerzas restaurativas en un bloque dividido que favorecen a un bloque recto sin dividir: la atractiva unión magnética entre panqueques en diferentes capas, y el costo de energía de los vórtices Josephson enlazando los panqueques en una división (débil para anisotropía grande). Un bloque recto de vórtices completos no experimenta estas fuerzas que compiten con la localización.

## 6.5 Resumen

En este Capítulo, presenté imágenes de rasgos tomadas con SQUID y sonda de barrido Hall, las cuales se veían como flujo magnético sub- $\Phi_0$ . Esto fue sorprendente, ya que el flujo debió ser cuantificado en un superconductor. Las muestras fueron cristales individuales de  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$  con muy bajo dopaje. Los vórtices parciales fueron vistos solamente con una muy baja  $T_c$  y la probabilidad de ocurrencia disminuyó con un incremento de  $T_c$ .

Mostré que los vórtices parciales observados son el resultado de bloques de vórtices panqueque que se dividen a una o más profundidades por debajo de la superficie de la muestra. No se infringe la cuantificación fluxoide. Los modelos y ajustes muestran que un bloque dividido describe los datos bastante bien, y cualitativamente todas las propiedades de los vórtices parciales pueden ser explicados por este modelo. Por ejemplo, las características aparecen en grupos, pueden ser formados por el enfriamiento en un campo aplicado horizontal, y son más móviles que los vórtices completos. Los bloques divididos de vórtices panqueque sólo pueden ocurrir en superconductores casi-2D con anisotropía mayor porque la unión Josephson entre las capas de superconducción debe ser pequeña. No está claro a partir de estos

datos, si la anisotropía mayor por sí sola es suficiente para favorecer el bloque dividido, o si la observación de estas características depende de las inhomogeneidades en la muestra. Según nuestro conocimiento, estas son las primeras observaciones de los vórtices panqueque divididos prevalentes de ocurrencia natural.



# Capítulo 7

## Conclusiones

Para esta disertación, implementé satisfactoriamente un microscopio de barrido magnético en una criogenia a temperatura ambiente en un sistema SXM de Oxford Instruments. Utilicé ambos, las sondas Hall y los dispositivos de interferencia cuántica superconductora (SQUIDS por sus siglas en inglés) como el sensor de barrido magnético, aunque mi enfoque fue en el microscopio de barrido con sonda Hall (SHPM por sus siglas en inglés) debido a su mejor resolución espacial y rango de temperatura de funcionamiento amplio. El microscopio tenía un escáner piezo eléctrico especialmente hecho en un diseño del “brazo S” (Siegel et al. 1995) que permitió que áreas tan grandes como de  $60 \times 60 \mu\text{m}^2$  fueran captadas en imágenes a 4 K. Medí que la frecuencia resonante más baja de esta área grande del escáner fue de  $\sim 40$  Hz (a temperatura ambiente) que se encuentra seguramente por encima de la frecuencia de barrido elegida para optimizar las imágenes captadas con la sonda Hall ( $\sim 51$  Hz). Junto con el SXM, también compramos electrónicos de barrido y *software* de Oxford, aunque terminé implementando mi propio esquema de adquisición de datos con mi propio código de MABLAB® para evitar algunos problemas de conocimiento básico cuando la sonda Hall se conectará a el *hardware* original. Dedicué parte de mi tiempo fabricando y estudiando las características de ruido del submicrón de barrido de las sondas de barrido Hall. Las sondas Hall son sensores magnéticos atractivos para un microscopio de barrido porque tienen buena sensibilidad al campo magnético y flujo, pueden ser fabricados con al menos 100 nm en la escala de longitud para submicronizar – y ultimadamente nanoescalar – una resolución espacial, operar a un rango de temperatura y campo amplios y su resultado está directamente relacionado al campo magnético en el área activa que hace las imágenes SHPM relativamente fáciles de interpretar. Actualmente, los materiales mejor conocidos a baja temperatura para las sondas de barrido Hall son las hetero estructuras GaAs/AlGaAs que

tienen dos gases electrones bidimensionales (2DEG) por debajo de la superficie. La GaAs/AlGaAs 2DEG puede hacerse con densidades muy bajas de corriente y movilidades muy altas, haciéndolo un buen material para sondas Hall con bajo ruido. Fabricué las sondas Hall de una estructura GaAs/AlGaAs con un 140 nm de profundidad, 2DEG (reproducidos por David Kisker en IBM), con dimensiones de sonda desde 0.5  $\mu\text{m}$  a 2  $\mu\text{m}$ . Incluí un paso adicional en el proceso para colocar una compuerta delgada de metal sobre el área activa para detectar campos eléctricos de cargas dispersas, lo que previamente había estado interrumpiendo nuestra captación de imágenes magnéticas. La compuerta instalada probó ser muy útil en mejorar la calidad de la imagen.

El ruido dominante en las sondas Hall más pequeñas fue el ruido telegráfico de uno o más estados "intercambiados", que puede deberse al movimiento de dopantes o impurezas remotas. Las sondas Hall con mayor resolución espacial son deseables para captar imágenes de muchos sistemas magnéticos, pero si una mejor resolución espacial viene con una pérdida de sensibilidad, tendría que hacerse un compromiso. Queríamos ver cómo la sensibilidad de una sonda Hall se escalaba con el tamaño de la sonda, así que estudiamos sondas en un rango de tamaño de 130 nm a 10  $\mu\text{m}$ , de mis sondas fabricadas y una generación posterior de sondas, hechas por Clifford Hicks en una estructura 2DEG cultivada por Hadas Shtrikman. Los espectros de frecuencia de la densidad del ruido en estas sondas mostraron que la sensibilidad del campo empeoraba a medida que el tamaño de la sonda se hacía más pequeño, pero la sensibilidad mejoró con la disminución del tamaño de la sonda Hall. Para captar imágenes de características magnéticas pequeñas, la sensibilidad del flujo es la preocupación más relevante, por lo que estos estudios mostraron que sondas de una escala menor, 100 nm, pueden hacerse sin sacrificar la sensibilidad. Nuestro mejor flujo de sensibilidad para sondas de 130 nm s tenía  $16 \mu\Phi_0\sqrt{\text{Hz}}$  fo >1 kHz y  $1 \text{ m}\Phi_0\sqrt{\text{Hz}}$  para 0.1 Hz. La alta frecuencia de la densidad del ruido de flujo es solamente un factor mayor de 10 que la sensibilidad del flujo de los SQUIDS, y surge principalmente a partir del ruido blanco del preamplificador a temperatura ambiente. El ruido de baja frecuencia es dominado por un ruido resistivo que muestra un ruido telegráfico en el dominio de tiempo. Principalmente utilice el SHPM para tomar imágenes de vórtices magnéticos en superconductores, en particular vórtices con eje c en cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ . con muy bajo dopaje. Los vórtices observables, como la cuantización de flujo y la extensión del campo magnético de los vórtices (determinado por la profundidad de penetración en el superconductor), dan información de las propiedades

superconductoras. Esto es especialmente usado en cupratos superconductores en donde el mecanismo de superconductividad no se entiende aun. El régimen de bajo dopaje es de particular importancia porque la densidad del superfluido es muy baja y predicciones teóricas fuertes se han hecho.

Los experimentos de captación de imágenes en esta disertación fueron posibles en parte por los desarrollos recientes en la reproducción y preparación de cristales  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  (YBCO) (Liang et al. 1998, 2002) extendiendo la región de bajo dopaje con  $x \approx 0.35$  y  $T_c$  en un rango 4–20 K. Después de la reproducción y un templado a alta temperatura, el grado de orden del oxígeno en las cadenas de CuO incrementa con un templado a temperatura ambiente, llevando al cristal sin superconducción hasta una saturación de  $T_c$  después de muchas semanas a temperatura ambiente. Este cambio en la  $T_c$  con el templado a temperatura ambiente fue explicado en los Capítulos 5 y 6 de esta disertación para estudiar las propiedades de los vórtices para un rango de valores  $T_c$  (5–15 K) en la *misma* muestra. Las muestras con bajo dopaje pueden tener amplitudes de transición angostas (típicamente  $\Delta T_c < 2$  K) como se midió con la susceptibilidad magnética, la cual puede ser interpretada para referirse a que las muestras son altamente homogéneas. Sin embargo, mis imágenes a los valores más bajos  $T_c$  ( $> 5$  10 K) muestran inhomogeneidad de los perfiles campo de los vórtices que pueden implicar en inhomogeneidades de dopaje para estas  $T_c$  más bajas.

Mi primer experimento de captación magnética de imágenes en YBCO con muy bajo dopaje fue realizado para comprobar un escenario de separación por carga giratoria (SCS por sus siglas en inglés) propuesto como el mecanismo para la superconductividad de cupratos. En SCS, el electrón se fraccionaliza en  $\frac{1}{2}$  espín, carga cero, *espenón* y una carga espín-0, carga  $e$ , *cargón*. Los cargones podrían, en principio, condensarse directamente al estado superconductor sin necesidad de formar pares Cooper. Senthil y Fisher (2000) formularon una teoría SCS microscópica para los cupratos que incluyó una excitación – o defecto topológico en un campo de calibración  $Z_2$ – llamado *visón*. Probamos esta teoría promisoría para la superconductividad de cupratos buscando marcas experimentales del visón. El escenario de Senthil-Fisher permite que el flujo sea cuantizado como  $hc/2e$  porque ningún  $d/2e$  sería acompañado por un visón que proporciona la fase adicional de bobinado  $\pi$  requerida para mantener la función de la onda de superconducción del valor individual del cargón condensado. Para las más bajas  $T_c$ , se predice que los vórtices  $hc/e$  se preferirían energéticamente (Senthil y Fisher 2001a). Con el microscopio de barrido, tomamos imágenes de vórtices en cuatro cristales YBCO con muy bajo dopaje, pero nunca vimos vórtices  $hc/e$  vórtices. Esto colocó un límite superior en la energía del visón de  $E_{\text{vison}}/k_B < 60$  K que es mucho más bajo que la energía predicha  $E_{\text{vison}} \approx k_B T$  \* (Senthil y Fisher 2001a).

Hemos realizado una prueba mucho más rigurosa para los visones buscando una “memoria vórtice” efecto en pequeños aros fabricados a partir de los cristales YBCO. En este experimento, un número impar o par de flujo cuántico  $hc/2e$  están atrapados en el hueco del aro. Si la temperatura del aro se calienta en el campo cero justo por encima de  $T_c$ , el flujo se escapará, pero si el estado original del aro contiene un número impar de flujo cuántico, un visón estará en el hueco. Si la muestra se vuelve a enfriar por debajo de  $T_c$  antes de que el visón puede escapar, un flujo cuántico  $hc/2e$  de cualquiera de los signos debe aparecer en el hueco. Realizamos el experimento de memorias vórtice en cuatro muestras y nunca vimos marcas del visón. Este experimento estuvo dirigido a las propiedades dinámicas del visón y colocó un límite superior de  $E_{\text{vison}}/k_B < 190 K \ll T^*$ . Juntos, estos experimentos descartan escenarios de SCS en los cupratos que requieren visones.

En otro grupo de experimentos, intenté medir la profundidad de penetración dentro del plano en un cristal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.375}$  con muy bajo dopaje como una función de  $T_c$  (el cual incrementó con un templado a temperatura ambiente). La extensión del flujo de vórtices en la totalidad del superconductor es dada por  $\lambda_{ab}$  y determina la forma del perfil de campo captado en la superficie de la muestra sonda Hall. Una dificultad con este método de determinar la profundidad de penetración es la inexactitud sobre otras posibles contribuciones al tamaño de los vórtices. Estas muestras con muy poco dopaje tienen una gran anisotropía, por lo que no se puede descartar que los vórtices panqueque 2D que componen los vórtices 3D observados no se localicen en una manera dispersa de capa a capa, lo que aumentaría la extensión aparente  $s_{ab}$  de los vórtices. Ajustando los perfiles de campo de los vórtices observados, pude medir  $s_{ab}$  que es un límite superior en  $\lambda_{ab}$ . Si  $s_{ab}$  es la misma que  $\lambda_{ab}$ , entonces mis resultados dan profundidades de penetración (relacionados a la densidad del superfluido  $n_s/m^*$ ) que son mayores que lo predicho por la relación Uemura (Uemura et al. 1989)  $T_c \propto \lambda(0)^{-2} \propto n_s(0)/m^*$ . La relación Uemura fue encontrada por muestras con bajo dopaje, pero no había sido probada en el régimen extremadamente subdopado. Emery y Kivelson (1995a) explicaron la relación Uemura a medida que las fluctuaciones de fase térmica destruían la superconductividad y el marco  $T_c$  para muestras con bajo dopaje. Si mis mediciones reflejan la verdadera  $\lambda_{ab}$ , entonces la modificación de la teoría será necesaria para explicar estos resultados.

Finalmente, en los cristales YBCO muy baja  $T_c$  observé lo que parecía ser vórtices parciales (es decir, grupos de flujo menores que  $hc/2e$ ). Estudié las propiedades de estas características y encontré que son más móviles que los vórtices "completos",

tienden a ocurrir en grupos, y su frecuencia de ocurrencia podría ser incrementada por el enfriamiento de la muestra en el de campo con un gran componente horizontal. Todas estas propiedades sugieren que los vórtices parciales son el resultado de un vórtice completo que fue parcialmente desplazado lateralmente. Esto puede ocurrir en superconductores de capas altamente anisotrópicas donde un vórtice se modela apropiadamente como un bloque de vórtice panqueque 2D (Clem 1991; Benkraouda y Clem 1996). Los vórtices parciales observados se interpretan como que son el campo de bloques parciales de vórtices panqueque desplazados por alguna distancia horizontal. Mis datos muestran desplazamientos tan grandes como las decenas de micrones. Calculé los campos de un bloque con una división, y ajusté este modelo a un par de vórtices parciales observados con la profundidad del bloque dividiéndose como un parámetro libre. El modelo se ajusta a los datos bastante bien. Se observaron números reales de profundidades divididas y un número total de divisiones variando (por vórtices completos) en los datos. Que yo sepa, estas son las primeras observaciones de vórtices panqueque divididos prevalentes. (Un bloque dividido fue observado una vez por Grigorenko et al. (2002). Fue creado por un cambio abrupto en el campo externo, y era atípico.) Los datos dan información cualitativamente sobre anisotropía del cristal y ambientes de localización, aunque todavía no está claro qué papel, si lo hay, las inhomogeneidades de la muestra, juegan en la formación de vórtices parciales.

En resumen, el microscopio de barrido con sonda Hall es una herramienta útil para estudiar las muestras magnéticas. SHPM tiene una resolución espacial submicrónica y las sondas se pueden hacer tan pequeñas como  $\sim 100$  nm sin comprometer la sensibilidad al flujo. He fabricado sondas con submicrón y los utilicé en un microscopio de sonda de barrido a temperaturas variables para estudiar los vórtices en cristales  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy bajo dopaje recientemente disponibles. Estos estudios refutaron una teoría prometedora para la superconductividad de cupratos, medida la extensión aparente del campo de los vórtices en estos cristales, y revelaron un fenómeno prevalente de vórtices divididos. Se espera que otros estudios de estos y otros cupratos superconductores con microscopía de barrido magnética y otras técnicas ayuden a determinar el mecanismo elusivo de la superconductividad de alta temperatura.



# Anexo A

## Detalles del ajuste en modelo vórtices

Ajustes a los vórtices magnéticos individuales en un superconductor fueron realizados en muchas etapas de esta disertación, particularmente para las mediciones de profundidad de penetración discutidas en Capítulo en 5. En todos los casos, las muestras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  tenían el plano- $ab$  paralelo a la superficie y los vórtices captados estaban a lo largo del eje  $c$ . Obviamente, un modelo es requerido si queremos ajustar los vórtices. Parámetros como la profundidad de penetración dentro del plano ( $\lambda_{ab}$ ) y/o el flujo total transportado por los vórtices ( $\Phi$ , que en este Anexo será tratado como un parámetro fijo de  $\Phi = \Phi_0$ ) se puede obtener de los ajustes. Aquí repaso el modelo sobre el perfil de campo magnético de un vórtice y doy detalles sobre interpretar sobre el área de la sonda Hall. El ajuste se hizo con la rutina de regresión no lineal en Mathematica® por lo que el modelo tuvo que colocarse de una forma diferenciable.

Toma un vórtice de eje  $c$  en un cristal con simetría axial ( $\lambda_a = \lambda_b$ ) donde la superficie de la muestra es paralela a los planos  $ab$  y  $xy$ . El perfil de campo magnético de los vórtices se puede encontrar en Ecuaciones de London de Ecuaciones de Maxwell (Perl 1966; Kogan et al.1993; Kirtley et al. 1999a). El componente  $z$  del campo magnético por encima de un superconductor plano infinito debido a un vórtice de eje  $c$  es

$$B_z(\mathbf{r}, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda} \int_0^{2\pi} d\mathbf{q} \frac{e^{-qz}}{Q[Q + q \coth(Qd/2)]} \quad (\text{A.1})$$

en donde  $d$  es el grosor del superconductor,  $\mathbf{r} = (x, y)$  es la distancia radial del centro del vórtice central,  $\mathbf{q} = (q_x, q_y)$ ,  $Q = \sqrt{q^2 + \lambda_a^{-2}}$ , y  $z$  es la distancia por encima de la superficie del superconductor (Kirtley et al. 1999c).

Para muestras mucho más gruesas que  $\lambda_{ab}$ , como fue el caso de las mías, la Ecuación simplifica al límite de cristal grueso con  $d \rightarrow \infty$  (e.g. un medio espacio superconductor ocupando  $z < 0$ ):

$$B_z(\mathbf{r}, z) = \frac{\Phi_0}{(2\pi\lambda_a)^2} \int d^2\mathbf{q} e^{i\mathbf{q}\cdot\mathbf{r}} \frac{e^{-qz}}{q^2 + \lambda_a^{-2} + q\sqrt{q^2 + \lambda_a^{-2}}}, \quad (\text{A.2})$$

o después de hacer una integral angular:

$$B_z(\mathbf{r}, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda_a} \int_0^\infty dq \frac{q J_0(qr) e^{-qz}}{q^2 + \lambda_{ab}^{-2} + q\sqrt{q^2 + \lambda_{ab}^{-2}}} \quad (\text{A.3})$$

Utilicé el modelo del cristal grueso en los dos casos. La primera fue en el en el límite  $\sqrt{r^2 + z^2} \gg \lambda_{ab}$  en donde el modelo simplifica a la de un monopolo magnético. Este modelo monopolo más simple se puede resolver analíticamente. Fuera de ese límite, se utilizó el modelo completo de la Ecuación (A.3), que no tiene una solución analítica. En cada caso, el modelo se promedió sobre un área representativa del área de sonda Hall activa para dar cuenta de la convolución del campo sobre el sonda. A continuación se dan detalles sobre el modelo monopolo (Sección A.1) y el modelo completo (Sección A.2).

## A.1 El modelo monopolo

En el límite  $\sqrt{r^2 + z^2} \gg \lambda_{ab}$ , el perfil de campo del vórtice encima del superconductor grueso (Ecuación A.3) simplifica a:

$$B(r, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{z + \lambda_{ab}}{[r^2 + (z + \lambda_{ab})^2]^{3/2}}, \quad (\text{A.4})$$

que es la Ecuación de un monopolo con fuerza  $2\Phi_0$  localizado  $\lambda_{ab}$  por debajo de la superficie.

Ver Carneiro y Brandt (2000) para una derivación.

Para ajustar imágenes vórtices, es deseable integrar la Ecuación (A.4) sobre el área de sonda Hall para obtener un modelo preciso para una imagen del vórtice de la sonda Hall. La

verdadera forma del área activa de la sonda Hall no se puede controlar debido a la desintegración de 2DEG, los caminos de corriente no ideales, y rodeando las esquinas litográficas. Idealmente, el área activa sería cuadrada, pero en realidad se redondea. Por consiguiente, ya sea un cuadrado o un círculo se puede tomar como una difícil aproximación a la geometría del área activa. La integración de la Ecuación (A.4) sobre un área cuadrada produce un resultado analítico, mientras que en un área circular no. Allí elegí una zona cuadrada de la sonda Hall para el modelo monopolo. En mis estudios posteriores de captación de imágenes (Capítulos 5 y 6), la sonda Hall tenía un tamaño litográfico de  $0.5 \mu\text{m}$ , que era pequeño en comparación con el campo de los vórtices extendiéndose en el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  con muy poco dopaje, y la supuesta forma y tamaño de la sonda Hall no afectó significativamente a los resultados.

La Ecuación del campo como se observa en el sonda Hall se obtiene integrando la Ecuación (A.4) sobre el área activa cuadrada de los lados  $s$  y dividiéndolo el área  $s^2$ :

$$B_{HP}(x, y, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi s} \int_{y-\frac{s}{2}}^{y+\frac{s}{2}} dy \int_{x-\frac{s}{2}}^{x+\frac{s}{2}} dx \frac{h}{[x^2 + y^2 + h^2]}, \quad (\text{A.5})$$

en donde  $h = z + \lambda_{ab}$  por simplicidad.

La versión indefinida de la  $x$  integral por encima queda

$$\frac{xh}{(y^2 + h^2) \sqrt{x^2 + y^2 + h^2}}. \quad (\text{A.6})$$

La  $y$  integral, subyacente indefinida realizada con Mathematica® da una expresión de logaritmos completos, los cuales después de la manipulación y simplificación es

$$\frac{1}{2} \arctan \left( \frac{2xyh \sqrt{x^2 + y^2 + h^2}}{h^2(x^2 + y^2 + h^2) - x^2y^2} \right). \quad (\text{A.7})$$

Sin embargo, la Expresión (A.7) tiene rebotes de magnitud discontinuos  $\pi/2$  cuando el denominador cruza cero, como se muestra en la Figura A.1.

Para ajustar las imágenes de vórtices con el paquete de regresión no lineal de Mathematica®, el modelo debe ser una función diferenciable. Para eliminar los rebotes  $\pi/2$  y hacer la Expresión (A.7) continua, agregué un paso diferenciable a la función. Define el signo de función(x) =  $x/\sqrt{x^2}$ , que da +1 cuando  $x > 0$  y -1 cuando  $x < 0$ . Mathematica®

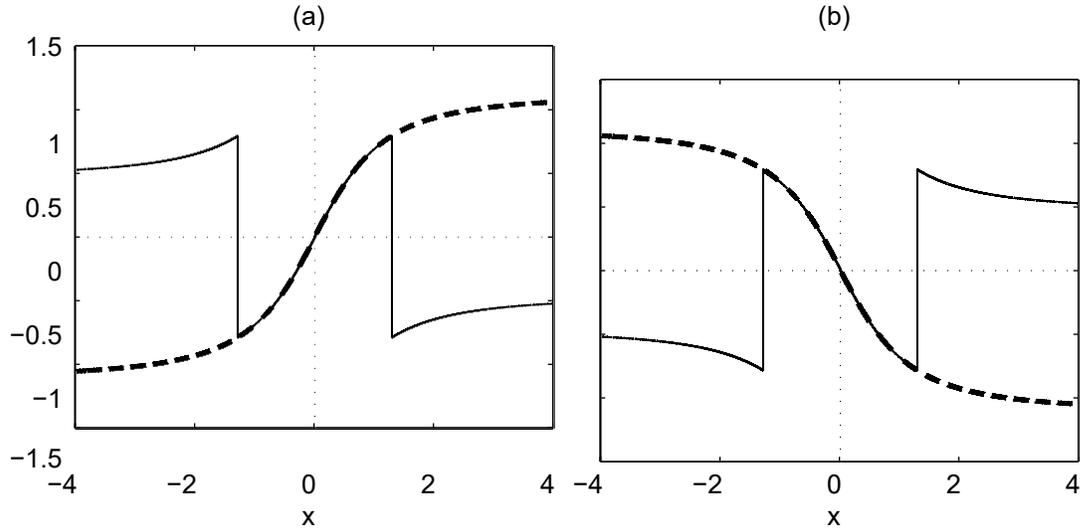


Figura A.1: Rebotes en la solución modelo de monopolo integrado. Comparación de la Expresión (A.7) (luego curva solida) a la expresión mejorada (curva punteada gruesa) que es la suma de las Expresiones (A.7) y (A.8). Note los rebotes  $\pi/2$  en la expresión original. En (a)  $y=2$  y  $h=1$ , en (b)  $y=-2$  y  $h=1$ .

no hay problema en diferenciar el signo ( $x$ ). Definí la siguiente función para agregar a la Expresión (A.7) para corregir los rebotes de  $\pm\pi/2$ :

$$\text{Fix}(x, y, h) = \frac{\pi}{2} \text{Signo}(xy) \frac{1}{2} \left[ 1 - \text{Signo}(h^2(x^2 + y^2 + h^2) - x^2y^2) \right]. \quad (\text{A.8})$$

Así la función de final diferenciable para el modelo monopolo convolucionado sobre el área cuadrada de la sonda Hall de tamaño  $s$  es

$$B_{HP}(x, y, z) = \frac{\Phi_0}{2\pi s^2} \left( \left[ \frac{1}{2} \arctan \left( \frac{2xyh \sqrt{x^2 + y^2 + h^2}}{h^2(x^2 + y^2 + h^2) - x^2y^2} \right) + \text{Fix}(x, y, h) \right]_{x-\frac{s}{2}}^{x+\frac{s}{2}} \right)_{y-\frac{s}{2}}^{y+\frac{s}{2}} \quad (\text{A.9})$$

Términos adicionales pueden agregarse al modelo para incluir un fondo constante o plano. Típicamente, ajusté los vórtices a los parámetros libres  $h = z + \lambda_{ab}$ , los vórtices centrales  $(x_0, y_0)$ , y coeficientes de un fondo constante o inclinados. El flujo que aquí es  $\Phi = \Phi_0$ , también puede tomarse como parámetro libre.

## A.2 El modelo completo

Cuando la profundidad de penetración  $\lambda_{ab}$  es pequeña en comparación con la distancia de los vórtices, se debe utilizar el modelo completo dado en la Ecuación (A.3). Este integral no puede ser resuelto analíticamente. En lugar, los integramos numéricamente en Mathematica® y luego creamos una función interpolada. La función interpolada se puede utilizar directamente en la imagen de vórtices si el tamaño de la sonda Hall es pequeño en comparación con el tamaño de la característica, o puede ser integrada numéricamente sobre un área representada en la sonda Hall <sup>1</sup>

La Ecuación (A.3) para el campo de vórtices se puede escribir como

$$B_z(r, z) = \frac{\Phi_0}{2a} \int_0^{\infty} d\tilde{q} \frac{\tilde{q} J_0(\tilde{q}\tilde{r}) e^{-\tilde{q}\tilde{z}}}{\tilde{q}^2 + 1 + \tilde{q} \sqrt{\tilde{q}^2 + 1}} \quad (\text{A.10})$$

en donde  $\tilde{r} = r/\lambda_{ab}$ ,  $\tilde{z} = z/\lambda_{ab}$ , y  $\tilde{q} = q\lambda_{ab}$  are son de menos dimensión. De esta forma, la integral es ahora una función de dos,  $\tilde{r}$  y  $\tilde{z}$ , desconocidos, ya que referencia explícita a  $\lambda_{ab}$  ha sido eliminada. Esta integral fue integrada numéricamente para una red de 11,799 valores de  $(\tilde{r}, \tilde{z})$  en un rango de 0–65 para  $\tilde{r}$  y 0.03–20.03 para  $\tilde{z}$ . Un escalón de tamaño de  $\Delta\tilde{r}$  y para 0.1–1.0 para  $\Delta\tilde{z}$ , con un tamaño incrementado de escalones conforme  $\tilde{r}$  y  $\tilde{z}$  incrementan, respectivamente. Integrando con el 0 completo a límites  $\infty$  trabajados para algunos valores de  $\tilde{r}$  y  $\tilde{z}$  invocando el método “oscilatorio” de Mathematica, mientras que para otros valores es necesario truncar la integración con el límite superior de  $\tilde{q} = 20/\tilde{z}$ . Debido al término exponencial  $e^{-\tilde{q}\tilde{z}}$  en el integral, esto es completamente suficiente. Finalmente, las 11,799 integraciones numéricas fueron convertidas a una función interpolada en Mathematica®, la cual denotaré por  $\text{Interp}(r/\lambda_{ab}, z/\lambda_{ab})$  como que  $B_z(r, z) = (\Phi_0/2\pi\lambda^2) \text{Interp}(r/\lambda_{ab}, z/\lambda_{ab})$ . Las imágenes de vórtices se pueden ajustar a este  $B_z$  cuando la convolución del campo sobre la sonda Hall no sea una preocupación.

Para un modelo más preciso, promedié  $B_z(r, z)$  sobre el área de la sonda Hall. Para poder preservar la simetría radial, una geometría circular con radio  $\rho$  fue elegida para el área de sonda Hall. Como se mencionó con anterioridad, la geometría actual de la sonda Hall probablemente esta entre un cuadrado y un círculo Ya que la sonda era pequeña ( $\rho ; 5$  0.25  $\mu\text{m}$ )

<sup>1</sup>Los cálculos numéricos del modelo completo y los datos de ajustes discutidos aquí fueron implementados inicialmente por Hendrik Bluhm.

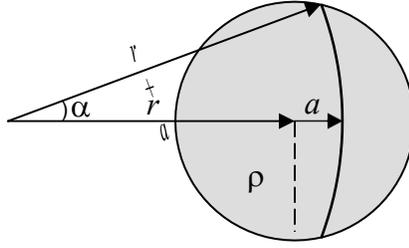


Figura A.2: Geometría para integrar sobre un radio circular de sonda Hall  $\rho$ , centrado a distancia  $r$  desde un vórtice. Ver detalles en el texto.

para la imagen en la cual este modelo completo fue usado (Capítulos 5 y 6), la forma y tamaño no afectan significativamente los ajustes.

Ver la Figura A.2 para la integración de geometría. El campo es integrado sobre el área del radio  $\rho$  de la sonda Hall mostrada en gris cuando esta está centrada a una distancia  $r = (x, y)$  a partir del origen (i.e. el centro del vórtice). Debido a la simetría radial,  $B_z$  es constante a lo largo del arco mostrado. La longitud del arco es  $2a(r+a)$ , en donde

$$\alpha = \begin{cases} \arccos\left(1 - \frac{\rho^2 - a^2}{2r(r+a)}\right) & (a \geq \rho - 2r) \\ \pi & (a \leq \rho - 2r) \end{cases} \quad (\text{A.11})$$

Entonces la señal de sonda Hall es

$$B_{HP}(r, z) = \frac{1}{\pi\rho} \int_{-\min(r,\rho)}^{\rho} da 2a(r+a) B_z(r, z) \quad (\text{A.12})$$

$$= \frac{\Phi_0}{(\pi\rho a)} \int_{-\min(r,\rho)}^{\rho} da a(r+a) \text{Interp}(r/\lambda_{ab}, z/\lambda_{ab}). \quad (\text{A.13})$$

Esta integración se hizo numéricamente con  $\rho = 0.25 \mu\text{m}$  y utilizando la función  $\text{Interp}(r/\lambda_{ab}, z/\lambda_{ab})$  calculado previamente. Calcule  $B_{HP}(r, z)$  para una red 3D de 121,440 valores de  $(\tilde{r} = r/\lambda_{ab}, \tilde{z} = z/\lambda_{ab}, \lambda_{ab})$ .  $\lambda_{ab}$  en un rango desde 0.1–10  $\mu\text{m}$  con un tamaño de escalón incrementado  $\Delta\lambda_{ab} = 0.03\text{--}0.61 \mu\text{m}$  para 32 valores.  $\tilde{r}$  en un rango desde 0–61 y  $\tilde{z}$  desde 0.03–18 con tamaños de escalones incrementados  $\Delta\tilde{r} = 0.06\text{--}1.86$  y  $\Delta\tilde{z} = 0.08\text{--}1.63$  para 115 y 33 valores, respectivamente. La parte real del integral numérico fue tomada porque las limitaciones numéricas de la integración a veces daban resultados complejos con un componente imaginario pequeño,

Finalmente, 121,440 valores fueron interpolados para dar a la función  $\text{InterpHP}(r/\lambda_{ab}, z/\lambda_{ab}, \lambda_{ab})$  que fue específicamente para  $\rho = 0.25 \mu\text{m}$ . Esta solución interpolada para  $(r, z)$  después fue utilizada al ajustar el modelo para las imágenes de vórtices con regresión no lineal. Los términos para un fondo constante y una inclinación planar (opcional) fueron agregadas al modelo. Los parámetros libres en el ajuste fueron  $\lambda_{ab}$ , los centros de vórtices  $(x_0, y_0)$ , y los coeficientes de un fondo constante o inclinado.  $z$  típicamente se eligió previo al ajuste porque  $z$  y  $\lambda_{ab}$  están altamente correlacionados en el modelo y no dan resultados realistas si ambos son ajustados independientemente (e.g. algunos intentos para ajustar los datos con  $z$  y  $\lambda_{ab}$  independientemente dan un  $\lambda_{ab} < 0$  o  $z < 0.4 \mu\text{m}$  en los resultados no físicos).



## Lista de Referencias

- H. Alloul, T. Ohno, and P. Mendels.  $^{89}\text{Y}$  NMR evidencia para un comportamiento Fermi-liquido en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ . “*Physical Review Letters*” **63**, 1700–3 (1989).
- P.W. Anderson. El estado límite de valencia resonante en la superconductividad de  $\text{La}_2\text{CuO}_4$ . “*Science*” **235**, 1196–8 (1987).
- D.N. Basov, R. Liang, D.A. Bonn, W.N. Hardy, B. Dabrowski, M. Quijada, D.B. Tanner, J.P. Rice, D.M. Ginsberg, y T. Timusk. Anisotropía de la profundidad de penetración en superconductores  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  y  $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ . “*Physical Review Letters*” **74**, 598–601 (1995).
- M.R. Beasley, R. Labusch, y W.W. Webb. Flujo lento en superconductores tipo II. *Cartas de repaso físicas* **181**, 682–700 (1969).
- J.G. Bednorz and K.A. Müller. Posible superconductividad con alta  $T_c$  en el sistema de Ba-La-Cu-O. *Zeitschrift fur Physik B* **64**, 189–93 (1986).
- S.J. Bending. Sondas magnéticas de superconductores locales. “*Advances in Physics*” **48**, 449–535 (1999).
- S.J. Bending and A. Oral. Efecto Hall en distribución de campo magnético altamente inhomogéneo. “*Journal of Applied Physics*” **81**, 3721–5 (1997).
- M. Benkraouda y J.R. Clem. Inestabilidad de una línea de vórtice inclinada en superconductores unidos en capas magnéticas. “*Physical Review B*” **53**, 438–42 (1996).
- J. Hendrik Bluhm. Comunicación privada.
- D.A. Bonn, S. Kamal, A. Bonakdarpour, Ruixing Liang, W.N. Hardy, C.C. Homes, D.N. Basov, y T. Timusk. Estudios de impedimento de superficie de YBCO. “*Czechoslovak Journal of Physics*” **46**, S6, 3195–202 (1996).
- D.A. Bonn, J.C. Wynn, B.W. Gardner, Yu-Ju Lin, R. Liang, W.N. Hardy, J.R. Kirtley, y K.A. Moler. Un límite en separación con carga giratoria en superconductores con alta  $T_c$  por la ausencia de un efecto de memoria de vórtice. “*Nature*” **414**, 887–9 (2001).

- G. Carneiro y E.H. Brandt. Líneas vórtice en láminas: Campos e interacciones. “*Physical Review B*” **61**, 6370–6 (2000).
- A. Carrington, R.W. Giannetta, J.T. Kim, y J. Giapintzakis. Ausencia del efecto no linear Meissner en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.95}$ . “*Physical Review B*” **59**, R14173–6 (1999).
- A.R. Champagne, A.J. Couture, F. Kuemmeth, y D.C. Ralph. Sensores de barrido con escala nanómetro fabricados utilizando una plantilla litográfica. “*Applied Physics Letters*” **82**, 1111–3 (2003).
- A.M. Chang, H.D. Hallen, L. Harriott, H.F. Hess, H.L. Kao, J. Kwo, R.E. Miller, R. Wolfe, J. van der Ziel, y T.Y. Chang. Microscopio con sonda de barrido Hall. “*Applied Physics Letters*” **61**, 1974–6 (1992).
- B.K. Chong, H. Zhou, G. Mills, L. Donaldson, y J.M.R. Weaver. Microscopio con sonda de barrido Hall con una punta microscópica de fuerza atómica. “*Journal of Vacuum Science & Technology A*” **19**, 1769–72 (2001).
- C.-H. Chung, K. Voelker, y Y.B. Kim. Estadísticas de espiones en la fase de giro liquido de  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_4$ . “*Physical Review B*” **68**, 94412/1–4 (2003).
- J.R. Clem. Dos vórtices bidimensionales en un bloque de láminas delgadas superconductoras: Un modelo para multi divisiones superconductoras a alta temperatura. “*Physical Review B*” **43**, 7837–46 (1991).
- J.R. Clem. Vórtices panqueque 2D en un bloque finito de capas superconductoras. “*Physica C*” **235–240**, 2607–8 (1994).
- R. Coldea, D.A. Tennant, A.M. Tsvelik, y Z. Tylczynski. Entendimiento experimental de un líquido cuántico fraccional giratorio 2D “*Physical Review Letters*” **86**, 1335–8 (2001).
- D. Davidović, S. Kumar, D.H. Reich, J. Siegel, S.B. Field, R.C. Tiberio, R. Hey, y K. Ploog. Correlaciones y desorden en bloques de aros superconductores unidos magnéticamente. “*Physical Review Letters*” **76**, 815–18 (1996).
- Jr. Deaver, B.S. y W.M. Fairbank. Evidencia experimental para flujo cuantizado en cilindros superconductores. “*Physical Review Letters*” **7**, 43–6 (1961).
- G.C. DeSalvo, W.F. Tseng, y J. Comas. Velocidad de grabado y selecciones de ácido cítrico/peróxido de hidrogeno en  $\text{GaAs}$ ,  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$ ,  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ ,  $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ ,  $\text{In}_{0.52}\text{Al}_{0.48}\text{As}$ , and  $\text{InP}$ . “*Journal of the Electrochemical Society*” **139**, 831–5 (1992).
- V.J. Emery y S.A. Kivelson. Importancia de la fase fluctuaciones en superconductores con una densidad de superfluido pequeña. “*Nature*” **374**, 434–7 (1995a).

- V.J. Emery y S.A. Kivelson. Superconductividad en metales malos. “*Physical Review Letters*” **74**, 3253–6 (1995b).
- A.T. Fiory, A.F. Hebard, P.M. Mankiewich, y R.E. Howard. Profundidad de penetración de láminas con alta  $T_c$  medidas por inductancias mutuas de doble bobina. “*Applied Physics Letters*” **52**, 2165–7 (1988).
- C.J.B. Ford, S. Washburn, M. Buttiker, C.M. Knoedler, y J.M. Hong. Influencia de la geometría en el efecto Hall en cables balísticos. “*Physical Review Letters*” **62**, 2724–7 (1989).
- M. Franz y Z. Tešanović. Tubos de flujo, visones y vórtices en superconductores separados con carga giratoria. “*Physica C*” **357–60**, 49–52 (2001).
- T. Fukumura, H. Sugawara, K. Kitazawa, T. Hasegawa, Y. Nagamune, T. Noda, y H. Sakaki. Desarrollo de un microscopio de sonda de barrido Hall para captar imágenes magnéticas simultaneas y topográficas “*Micrón*” **30**, 575–8 (1999).
- B.W. Gardner, J.C. Wynn, P.G. Björnsson, E.W.J. Straver, K.A. Moler, J.R. Kirtley, y M.B. Ketchen. Susceptometria del dispositivo de interferencia de superconducción cuántica. “*Review of Scientific Instruments*” **72**, 2361–4 (2001).
- B.W. Gardner, J.C. Wynn, D.A. Bonn, Ruixing Liang, W.N. Hardy, J.R. Kirtley, V.G. Kogan, y K.A. Moler. Manipulación de un vórtice simple en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.354}$  con un campo magnético aplicado localmente. “*Applied Physics Letters*” **80**, 1010–2 (2002).
- D. Goldhaber-Gordon, H. Shtrikman, D. Mahalu, D. Abusch-Magder, U. Meirav, y M.A. Kastner. Efecto Kondo en un transistor de electrón individual. “*Nature*” **391**, 156–9 (1998).
- C.E. Gough, M.S. Colclough, E.M. Forgan, R.G. Jordan, M. Keene, C.M. Muirhead, A.I.M. Rae, N. Thomas, J.S. Abell, y S. Sutton. Cuantización de flujo en un superconductor en un alta  $T_c$ . “*Nature*” **326**, 855 (1987).
- A.N. Grigorenko, S.J. Bending, J.K. Gregory, and R.G. Humphreys. Microscopio son sonda de barrido Hall de penetración de flujo en una lámina superconductora delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . “*Applied Physics Letters*” **78**, 1586–8 (2001).
- A.N. Grigorenko, S.J. Bending, A.E. Koshelev, J.R. Clem, T. Tamegai, y S. Ooi. Visualización de entramados de cruces de vórtices interactuando en la presencia de desorden extinguido. “*Physical Review Letters*” **89**, 217003/1–4 (2002).
- V. Gusiatnikov, F. Altomare, J.C. Chen, A.M. Chang, A. Lichtenberger, y J. Woodall. Microscopio de sonda de barrido Hall con nano escala. “*Bulletin of the American Physical Society*” **46**, 917 (2001).

- E.H. Hall. Una nueva acción del imán en corrientes eléctricas. “*American Journal of Mathematics*” **2**, 287–92 (1879).
- W.N. Hardy, D.A. Bonn, D.C. Morgan, Ruixing Liang, y Kuan Zhang. Medidas de precisión de la dependencia de la temperatura de  $\lambda$  en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.95}$ : fuerte evidencia de nódulos en la función del espacio. “*Physical Review Letters*” **70**, 3999–4002 (1993).
- K. Hasselbach, C. Veauvy, y D. Mailly. Magnetómetro MicroSQUID y captación magnética de imágenes. “*Physica C*” **332**, 140–7 (2000).
- Paul Horowitz y Winfield Hill. “*The Art of Electronics*”. Cambridge University Press, 2nd ed. (1989).
- A. Hosseini, D.M. Broun, D.E. Sheehy, T.P. Davis, M. Franz, W.N. Hardy, Ruixing Liang, y D.A. Bonn. Sobrevivencia del estado superconductor de la onda  $d$  cerca de la orilla de anti-ferromagnetismo en el diagrama de fase de cupratos. [xxx.lanl.gov cond-mat/0312542](http://xxx.lanl.gov/cond-mat/0312542) (2003).
- H.J. Hug, A. Moser, I. Parashikov, B. Stiefel, O. Fritz, H.-J. Güntherodt, y H. Thomas. Observación y manipulación de vórtices en una lámina delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  con un microscopio de fuerza magnética con baja temperatura. *Physica C*” **235-240**, 2695–6 (1994).
- J.R. Kirtley. Microscopio SQUID para estudios fundamentales. “*Physica C*” **368**, 55–65 (2002).
- J.R. Kirtley, P. Chaudhari, M.B. Ketchen, N. Khare, Shawn-Yu Lin, y T. Shaw. Distribución de flujo magnético en uniones de límites granulares con alta  $T_c$  comprendiendo áreas hexagonales y triangulares. “*Physical Review B*” **51**, 12057–60 (1995a).
- J.R. Kirtley, M.B. Ketchen, K.G. Stawiasz, J.Z. Sun, W.J. Gallagher, S.H. Blanton, y S.J. Wind. Microscopio de barrido SQUID de alta resolución. “*Applied Physics Letters*” **66**, 1138–40 (1995b).
- J.R. Kirtley, V.G. Kogan, J.R. Clem, y K.A. Moler. Campo magnético de un vórtice dentro del plano fuera de un superconductor dividido. *Physical Review B*” **59**, 4343–8 (1999a).
- J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, V.G. Kogan, J.R. Clem, H. Raffy, y Z.Z. Li. Dinámicas fluxoide en aros de láminas superconductoras delgadas. “*Physical Review B*” **68**, 214505/1–8 (2003).
- J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, y K.A. Moler. Dependencia de temperatura de medio entero un flujo cuántico magnético. “*Science*” **285**, 1373–5 (1999b).

- J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, K.A. Moler, V.G. Kogan, J.R. Clem, y A.J. Turberfield. Dispositivo microscópico de interferencia superconductor cuántica utilizado para escanear muestras de temperatura variable “*Applied Physics Letters*” **74**, 4011–3 (1999c).
- J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, H. Raffy, Z.Z. Li, V.G. Kogan, J.R. Clem, y K.A. Moler. Medición directa de dinámicas de flujo de individuales en aros superconductores [xxx.lanl.gov](http://xxx.lanl.gov) cond-mat/0103474(2001).
- J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, M. Rupp, J.Z. Sun, L.S. Yu-Jahnes, A. Gupta, M.B. Ketchen, K.A. Moler, y M. Bhushan. Captación de imágenes directa de un entero y medio entero de vórtices Josephson en límites granulares de alta  $T_c$ . “*Physical Review Letters*” **76**, 1336–9 (1996).
- S.A. Kivelson. Comunicación personal.
- S.A. Kivelson, D.S. Rokhsar, y J.P. Sethna. Topología del estado de enlace de valencia resonante: solitones y superconductividad de alta  $T_c$ . “*Physical Review B*” **35**, 8865–8 (1987).
- S.A. Kivelson, D.S. Rokhsar, y J.P. Sethna.  $2e$  o no  $2e$ : cuantificación de flujo en el estado de unión de valencia resonante. “*Europhysics Letters*” **6**, 353–8 (1988).
- V.G. Kogan. No publicado.
- V.G. Kogan, A.Yu. Simonov, y M. Ledvij. Campo magnético de vórtices cruzando una superficie superconductor. “*Physical Review B*” **48**, 392–7 (1993).
- L. Krusin-Elbaum, R.L. Greene, F. Holtzberg, A.P. Malozemoff, y. Yeshurun. Medición directa de la profundidad de penetración magnética dependiente de la temperatura en cristales Y-Ba-Cu-O. “*Physical Review Letters*” **62**, 217–20 (1989).
- C. Kurdak, C.-J. Chen, D.C. Tsui, S. Parihar, S. Lyon, y G.W. Weimann. Resistencia de las fluctuaciones en GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub> como contacto de punto cuántico y estructuras de barra Hall. “*Physical Review B*” **56**, 9813–8 (1997).
- Ju Young Lee, K.M. Paget, T.R. Lemberger, S.R. Foltyn, y Xindi Wu. Cruce en la dependencia de temperatura de la profundidad de penetración lambda (T) en el superconductor YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>. “*Physical Review B*” **50**, 3337–41 (1994).
- R. Liang, D.A. Bonn, y W.N. Hardy. Reproducción de cristales individuales YBCO de alta calidad utilizando el crisol BaZrO<sub>3</sub>s. “*Physica C*” **304**, 105–11 (1998).

- R. Liang, D.A. Bonn, W.N. Hardy, J.C. Wynn, K.A. Moler, L. Lu, S. Larochelle, L. Zhou, M. Greven, L. Lurio, y S.G.J. Mochrie. Preparación y caracterización de cristales individuales YBCO homogéneos con nivel de dopaje cerca del límite SC-AFM. “*Physica C*” **383**, 1–7 (2002).
- C. Lin y C.P. Lee. Comparación de Au/Ni/Ge Au/Pd/Ge y contactos óhmicos Au/Pt/Ge al tipo *n*- GaAs. “*Journal of Applied Physics*” **67**, 260–3 (1990).
- J. Mannhart, H. Hilgenkamp, B. Mayer, C. Gerber, J.R. Kirtley, K.A. Moler, y M. Sigrist. Generación de flujo magnético por límites de grano único de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . “*Physical Review Letters*” **77**, 2782–5 (1996).
- R.G. Mints, V.G. Kogan, y J.R. Clem. Vórtices en sistemas de superconductores unidos magnéticamente. “*Physical Review B*” **61**, 1623–9 (2000).
- R.G. Mints, I. Papiashvili, J.R. Kirtley, H. Hilgenkamp, G. Hammerl, y J. Mannhart. Observación de vórtices de Josephson astillados en los límites del grano en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . *Physical Review Letters* **89**, 067004/1–4 (2002).
- R. Moessner, S.L. Sondhi, y E. Fradkin. Modelos de Dimer en física cuántica del límite de valencia de corto alcance y teorías de calibrador de Ising. “*Physical Review B*” **65**, 024504/1–16 (2002).
- N. Nagaosa. Cuantización de  $e$  vs.  $2e$  en la fase de giro de superconductores de alta  $T_c$ . “*Journal of the Physical Society of Japan*” **63**, 2835–6 (1994).
- N. Nagaosa y P.A. Lee. Ginzburg-Landau teoría del sistema separado con carga giratoria. *Physical Review B* **45**, 966–70 (1992).
- Zaira Nazario y David I. Santiago. Comunicación personal
- A. Oral, J.C. Barnard, S.J. Bending, I.I. Kaya, S. Ooi, T. Tamegai, y M. Henini. Observación directa de la fusión del vórtice sólido en cristales individuales  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ . “*Physical Review Letters*” **80**, 3610–3 (1998).
- A. Oral, S.J. Bending, and M. Henini. Microscopio de sonda de barrido Hall en tiempo real. “*Applied Physics Letters*” **69**, 1324–6 (1996a).
- A. Oral, S.J. Bending, y M. Henini. Microscopio con sonda de barrido Hall tomando superconductores y materiales magnéticos. “*Journal of Vacuum Science & Technology B*” **14**, 1202–5 (1996b).

- A. Oral, A. Kaval, M. Dede, H. Masuda, A. Okamoto, I. Shibusaki, y A. Sandhu. Captación de imágenes con el microscopio con sonda de barrido Hall a temperatura ambiente (RT-SHPM) de películas granates utilizando nuevos sensores InSb de alto rendimiento. “*IEEE Transactions on Magnetics*” **38**, 2438–40 (2002).
- A. Paramekanti, L. Balents, y M.P.A. Fisher. Intercambio de aros, el líquido de excitón Bose y bosonización en dos dimensiones. “*Physical Review B*” **66**, 054526/1–27 (2002).
- A. Paramekanti, M. Randeria, y N. Trivedi. Fraccionalización en giro líquido de los aisladores Mott: funciones de onda de visón y brechas. xxx.lanl.gov cond-mat/0303360 (2003).
- J. Pearl. Estructura de vórtices superconductores cerca de una interfaz metal-aire. “*Journal of Applied Physics*” **37**, 4139–41 (1966).
- F.M. Peeters y X.Q. Li. Magnetómetro Hall en el régimen balístico. “*Applied Physics Letters*” **72**, 572–4 (1998).
- T. Pereg-Barnea, P.J. Turner, R. Harris, G.K. Mullins, J.S. Bobowski, M. Raudsepp, Ruixing Liang, D.A. Bonn, y W.N. Hardy. Valores absolutos de la profundidad de la penetración de London en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+y}$  medidos por espectroscopia ESR de campo cero en cristales individuales dopados Gd. xxx.lanl.gov cond-mat/0311555 (2003).
- G.N. Phillips, M. Siekman, L. Abelman, and J.C. Lodder. Microscopio de fuerza magnética de alta resolución con puntas modificadas de haz de iones enfocados. “*Applied Physics Letters*” **81**, 865–7 (2002).
- T.C. Ribeiro and X.-G. Wen. Posible fase  $Z_2$  y separación con carga giratoria de cupratos superconductores carga dopado de electrones. “*Physical Review B*” **68**, 24501/1–6 (2003).
- S. Sachdev. Vórtices  $hc/e$  estables en una teoría de calibración de superconductividad en sistemas fuertemente correlacionados. “*Physical Review B*” **45**, 389–99 (1992).
- A. Sandhu, H. Masuda, K. Kurosawa, A. Oral, y S.J. Bending. Bismuth nano- Sondas Hall fabricadas por fundición de haz iónico focalizado para imágenes magnéticas directas mediante el microscopio de sonda de barrido Hall a temperatura ambiente. “*Electronics Letters*” **37**, 1335–6 (2001a).
- A. Sandhu, H. Masuda, A. Oral, y S.J. Bending. Imágenes magnéticas a temperatura ambiente de medios de almacenamiento magnéticos y epícapas granates en presencia de campos magnéticos externos utilizando submicrones GaAs SHPM. “*Journal of Crystal Growth*” **227– 228**, 899–905 (2001b).

- R.D. Sedgewick, D.J. Scalapino, y R.L. Sugar. Fase fraccionada en un modelo de calibre  $XY-Z_2$ . “*Physical Review B*” **65**, 054508/1–6 (2002).
- Karlheinz Seeger. “*Semiconductor Physics: An Introduction.*” Springer (New York), 6th ed. (1997).
- T. Senthil and M.P.A. Fisher. Transición del confinamiento cuántico y criticidad cuprato. xxx.lanl.gov cond-mat/9912380 (1999).
- T. Senthil and M.P.A. Fisher. Teoría del calibre  $Z_2$  de fraccionamiento de electrones en sistemas fuertemente correlacionados. “*Physical Review B*” **62**, 7850–81 (2000).
- T. Senthil and M.P.A. Fisher. Detectar fracciones de electrones en las altas tasas de  $T_c$ . “*Physical Review B*” **64**, 214511/1–6 (2001a).
- T. Senthil and M.P.A. Fisher. Fraccionalización en los cupratos: detectar el orden topológico. “*Physical Review Letters*” **86**, 292–5 (2001b).
- T. Senthil and O. Motrunich. Modelos microscópicos para fases fraccionadas en sistemas fuertemente correlacionados. “*Physical Review B*” **66**, 205104/1–9 (2002).
- J. Siegel, J. Witt, N. Venturi, y S. Field. Escáner criogénico compacto de gran alcance. “*Review of Scientific Instruments*” **66**, 2520–3 (1995).
- G.D. Skidmore and E.D. Dahlberg. Resolución espacial mejorada en el microscopio de fuerza magnética. “*Applied Physics Letters*” **71**, 3293–5 (1997).
- J.E. Sonier, J.H. Brewer, y R.F. Kiefl. Estudios  $\mu$ SR del estado del vórtice en superconductores tipo II. “*Reviews of Modern Physics*” **72**, 769–811 (2000).
- J.E. Sonier, J.H. Brewer, R.F. Kiefl, D.A. Bonn, S.R. Dunsiger, W.N. Hardy, Ruixing Liang, W.A. MacFarlane, R.I. Miller, T.M. Riseman, D.R. Noakes, C.E. Stronach, y Jr White, M.F. Medición de las escalas de longitud fundamentales en el estado de vórtice de  $YBa_2Cu_3O_{6.60}$ . “*Physical Review Letters*” **79**, 2875–8 (1997).
- K.G. Stawiasz, M.B. Ketchen, y L.R. Narasimhan. Rendimiento de ruido blanco de los susceptómetros DC SQUID integrados en campos magnéticos altos. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*” **5**, 3230–2 (1995).
- V.V. Talanov, L.V. Mercaldo, S.M. Anlage, y J.H. Claassen. Medición de la profundidad de penetración absoluta y resistencia superficial de los superconductores y metales normales con el resonador de placa paralela de espaciado variable. “*Review of Scientific Instruments*” **71**, 2136–46 (2000).

- J.L. Tallon y J.W. Loram. La dependencia dopaje de  $T^*$  – ¿Cuál es el diagrama de fase de alta  $T_c$  real?. “*Physica C*” **349**, 53–68 (2001).
- J.L. Tallon, J.W. Loram, J.R. Cooper, C. Panagopoulos, y C. Bernhard. Densidad superfluida en superconductores cupratos de alto  $T_c$ : un nuevo paradigma. “*Physical Review B*” **68**, 180501/1–4 (2003).
- A. Thiaville, L. Belliard, D. Majer, E. Zeldov, y J. Miltat. Medición del campo extraviado que emana de las puntas del microscopio de fuerza magnética por microsensores de efecto Hall. “*Journal of Applied Physics*” **82**, 3182–91 (1997).
- Michael Tinkham. “*Introduction to Superconductivity*”. McGraw Hill (New York), 2nd ed. (1996).
- Y.J. Uemura, L.P. Le, G.M. Luke, B.J. Sternlieb, W.D. Wu, J.H. Brewer, T.M. Rise- man, C.L. Seaman, M.B. Maple, M. Ishikawa, D.G. Hinks, J.D. Jorgensen, G. Saito, y H. Yamochi. Semejanzas básicas entre los superconductores de la fase Chevrel de cupratos busmostato y superconductores de fermión pesado mostrados por medidas de profundidad de penetración. “*Physical Review Letters*” **66**, 2665–8 (1991).
- Y.J. Uemura, G.M. Luke, B.J. Sternlieb, J.H. Brewer, J.F. Carolan, W.N. Hardy, R. Kadono, J.R. Kempton, R.F. Kiefl, S.R. Kreitzman, P. Mulhern, T.M. Riseman, D.L. Williams, B.X. Yang, S. Uchida, H. Takagi, J. Gopalakrishnan, A.W. Sleight, M.A. Subramanian, C.L. Chien, M.Z. Cieplak, Gang Xiao, V.Y. Lee, B.W. Statt, C.E. Stronach, W.J. Kossler, y X.H. Yu. Correlaciones universales entre  $T_c$  y  $ns/m^*$  (densidad portadora sobre masa efectiva) en superconductores de cuprato de alto  $T_c$ . “*Physical Review Letters*” **62**, 2317–20 (1989).
- B.W. Veal, H. You, A.P. Paulikas, H. Shi, Y. Fang, y J.W. Downey. Comportamiento superconductor dependiente del tiempo de  $YBa_2Cu_3O_x$ : posible templado de vacantes de oxígeno a 300 K. “*Physical Review B*” **42**, 4770–3 (1990).
- L.N. Vu, M.S. Wistrom, y D.J. Van Harlingen. Imágenes de vórtices magnéticos en redes y clústeres superconductores mediante la exploración de la microscopía SQUID. “*Applied Physics Letters*” **63**, 1693–5 (1993).
- F.C. Wellstood, Y. Gim, A. Amar, R.C. Black, y A. Mathai. Microscopía magnética con SQUID. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* **7**, 3134–8 (1997).
- Ralph Williams. “*Modern GaAs Processing Methods*”. Artech House (Boston), 1st ed. (1990).

J.C. Wynn, D.A. Bonn, B.W. Gardner, Yu-Ju Lin, Ruixing Liang, W.N. Hardy, J.R. Kirtley, y K.A. Moler. Límites en la separación de carga de espín de los fluxoide  $h/2e$  en  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ ." *Physical Review Letters* **87**, 197002/1–4 (2001).