



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA

INSTITUTO DE FÍSICA "LUIS RIVERA TERRAZAS"

**"PROPIEDADES ELÉCTRICAS Y MAGNÉTICAS
DE MULTICAPAS SUPERCONDUCTORAS
NANOESTRUCTURADAS"**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

**DOCTOR EN CIENCIAS
(FÍSICA)**

PRESENTA

JAVIER GONZÁLEZ MEDRANO

DIRECTORES DE TESIS

**DR. FELIPE PÉREZ RODRÍGUEZ
DR. FRANCISCO JAVIER FLORES RUIZ**

No. de CVU: 697840

MARZO DE 2024

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
Instituto de Física “Ing. Luis Rivera Terrazas”

Propiedades eléctricas y magnéticas de multicapas superconductoras nanoestructuradas

Tesis presentada por
Javier González Medrano

para obtener el grado de
Doctor en Ciencias
(Física)

Dirigida por

Dr. Felipe Pérez Rodríguez
Dr. Francisco Javier Flores Ruiz

Puebla, México

Marzo 2024

© 2024 - Javier González Medrano

Derechos Reservados

Agradecimientos

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca otorgada para llevar a cabo mis estudios de doctorado durante el periodo 2019-2022.

Al Instituto de Física “Ing. Luis Rivera Terrazas” de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla por abrirme sus puertas y por todas las facilidades conferidas en el uso de su infraestructura para la realización de este proyecto de investigación.

Al Laboratorio Central del IFUAP por las caracterizaciones necesarias para culminar esta tesis y a la Dra. Laura Elvira Serrano de la Rosa, responsable de este laboratorio, por la asistencia en los equipos de medición.

Al comité de seguimiento de tesis formado por los doctores: Dr. Jesús Leonardo Heiras Aguirre, Dr. Omar De la Peña Seaman y Dr. Valentín García Vázquez así como al Dr. Agustín Conde Gallardo por tomarse el tiempo necesario para dar seguimiento y revisar este trabajo de tesis.

A quienes me ayudaron en el desarrollo de este trabajo al resolver mis dudas y/o facilitándome el uso de equipos de laboratorio: Dr. Rutilo N. Silva González, Dr. Ulises Salazar Kuri, Dr. Umapada Pal, Dra. María Eunice De Anda Reyes e Ing. Leonel San Román. Así como al personal administrativo, técnicos y de apoyo del IFUAP.

Agradezco las facilidades otorgadas en el uso de la infraestructura de LIDTRA, CINVESTAV Querétaro. En particular al Laboratorio de Procesamiento y Caracterización de Nanopelículas (LPCN) por el apoyo y la estancia de investigación durante los meses de abril a junio de 2022 y el mes de julio de 2023. Al Dr. Alberto Herrera Gómez, Dr. Joaquín Raboño Borbolla y Dr. Orlando Cortázar Martínez por el apoyo, las facilidades y toda la asistencia brindada durante las estancias de investigación.

Agradecimientos personales

Al Dr. Nikolay Makarov por su enorme paciencia, por compartir sus conocimientos rigurosos y precisos, su amable atención, gran ayuda, por sus enseñanzas y guía durante gran parte de la pandemia.

Agradezco sinceramente a mis asesores: el Dr. Felipe Pérez Rodríguez por la oportunidad de trabajar con él durante todos estos años, al Dr. Francisco Javier Flores Ruiz por aceptarme bajo su tutela. A ambos les agradezco por su tiempo, consejos, observaciones, esfuerzo, los ánimos brindados, enseñanzas, guía, dedicación, vocación y todo el apoyo concedido a lo largo de todos estos años para que este trabajo se culmine con éxito. Ha sido una experiencia invaluable para mí el aprender de ustedes durante este tiempo.

A mi madre, mi padre y mis hermanas: Karen y Vianney por todo el apoyo incondicional e incommensurable que me han dado a lo largo de mi vida. Gracias por la paciencia tan grande que siempre me tienen. Sin ustedes no sería el ser humano en el que me he convertido. No tengo palabras suficientes para agradecer su amor, cariño y comprensión. Los amo a todos.

A Samantha Pérez Díaz por acompañarme día con día en este camino que hemos elegido juntos. Por su amor, cariño, paciencia, comprensión, y alegría sin igual. Las palabras no bastan para expresar lo mucho que siento por ti. Gracias por impregnar con tu esencia cada pequeño rincón de mi vida. Sin la motivación y el apoyo que me has dado no habría podido lograr muchas de mis metas. Gracias por traerme hasta aquí.

*Dedicado a
la memoria de José Agustín González Bravo y Alma Victoria González López.*

You can't always get what you want

But if you try sometime you'll find

You get what you need...

[Keith Richards/Mick Jagger]

Propiedades eléctricas y magnéticas de multicapas superconductoras nanoestructuradas

Resumen

Este proyecto de tesis parte de la hipótesis de que los sistemas artificiales laminares son sistemas modelo para investigar efectos de proximidad entre capas superconductoras separadas por capas semiconductoras, aislantes o metálicas que permiten emular la anisotropía estructural de los superconductores de alta temperatura crítica (SATC). Por ejemplo, la estructura atómica del SATC $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ puede modelarse como un sistema periódico de placas superconductoras unidas entre sí por capas de semiconductor o aislante en las que está presente el efecto Josephson.

Con ese fin, el presente estudio cubre dos vertientes, la experimental y la teórica. En el caso experimental, se fabricaron nanoestructuras multicapa superconductoras con el fin de estudiar la dependencia de la temperatura de transición superconductoras (T_c) y su respuesta a campos magnéticos externos. Para ello, fue necesario establecer las condiciones de crecimiento del superconductor (específicamente niobio) en forma de monocapa, el cual forma parte de la nanoestructura. Se encontró que tanto la morfología como las propiedades mecánicas de películas de niobio libres de oxígeno dependen de las condiciones de crecimiento en un equipo sputtering¹. Se midió la susceptibilidad magnética en función de la temperatura y la magnetización en función del campo magnético de las muestras fabricadas. Respecto a la nanoestructura, se encontró que un sistema $[\text{Al}/\text{Nb}]_N$, donde N alude al número de bicapas, da lugar a un aumento de la T_c respecto a las monocapas del superconductor niobio.

Se resalta la importancia de haber establecido las condiciones experimentales para obtener láminas del superconductor tipo II Nb y el metal Al. Aunque estos metales presentan un desacople de los parámetros de red (3.32 Å y 4.04 Å), al incorporar

¹En las secciones experimentales de esta tesis se utilizará la palabra sputtering para referirse a la técnica de depósito. La traducción más precisa de sputtering al español es espurreo, pero puede perderse precisión en el contexto utilizado. Se descartan traducciones como pulverización catódica y erosión iónica.

nitrógeno en sus estructuras para formar nitruros se puede alcanzar un acoplamiento de los parámetros de red, 3.05 Å para el NbN cúbico rotado en el plano (111) y 3.1 Å para el AlN. El diseño de nuestra nanoestructura se limitó al caso $[\text{Al}/\text{Nb}]_N$, pero se sentaron las bases metodológicas para obtener en un trabajo futuro el caso de nitruros. Esto es importante porque la familia del niobio como el NbN y Nb₃Al son superconductores tecnológicamente importantes que al combinarse con los revolucionarios semiconductores AlN y Si pueden traer sustanciales avances en el entendimiento de los mecanismos de transporte que ocurren a bajas temperaturas.

En la parte teórica, se estudia la respuesta electromagnética a alta frecuencia de metamateriales hechos a base de superconductor. Se desarrolló un modelo teórico para describir su electrodinámica a alta frecuencia. Con el modelo propuesto se pueden simular numéricamente los espectros de difracción, ya que se toman en cuenta las funciones dieléctricas de los materiales constituyentes y su dependencia frecuencial como espacial. Este modelo teórico se aplicó a metaestructuras compuestas por superconductor de alta temperatura crítica y dieléctrico, así como también a una metaestructura en donde se sustituye el superconductor por una nanoestructura superconductora Al/Nb. La respuesta electromagnética de las metaestructuras toma en cuenta la anisotropía de los materiales prístinos. Por lo que se analizan dos casos principales de la polarización de las ondas electromagnéticas, a saber, polarización paralela y polarización perpendicular ambas a las capas superconductoras. Los espectros de difracción se obtienen a partir de simulación numérica para ambos casos de polarización en el rango de los Terahertz.

Además, se contribuye al entendimiento de las propiedades electrodinámicas en el rango de Terahertz de sistemas de multicapas de superconductor y metal normal a temperaturas por debajo de los 10 K, a saber, niobio y aluminio, en geometría paralela y perpendicular.

Electrical and magnetic properties of nanostructured superconducting multilayers

Abstract

This thesis project is based on the hypothesis that artificial laminar systems are model systems to investigate proximity effects between superconducting layers separated by semiconductor, insulating or metallic layers that allow emulating the structural anisotropy of high-temperature superconductors (HTS). For example, the atomic structure of the HTS $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ can be modeled as a periodic system of superconducting layers linked together by layers of semiconductor or insulator in which the Josephson effect is present.

To this goal, the present study covers two aspects, the experimental and the theoretical. In the experimental case, superconducting multilayer nanostructures were fabricated in order to study the dependence of the superconducting transition temperature (T_c) and its response to external magnetic fields. To do this, it was necessary to establish the growth conditions of the superconductor (specifically niobium) in the form of a monolayer, which is part of the nanostructure. It was found that both the morphology and the mechanical properties of oxygen-free niobium films depend on the growth conditions in a sputtering system. The magnetic susceptibility as a function of temperature and magnetization as a function of the magnetic field of the manufactured samples were measured. Regarding the nanostructure, it was found that an $[\text{Al}/\text{Nb}]_N$ system, where N refers to the number of bilayers, gives rise to an increase in the T_c respect to the monolayers of the niobium superconductor.

The importance of having established the experimental conditions to obtain layers of the type II superconductor Nb and the metal Al is highlighted. Although these metals show a decoupling of the lattice parameters (3.32 Å and 4.04 Å), by incorporating nitrogen into their structures to form nitrides, a coupling of the lattice parameters can be achieved, 3.05 Å for the cubic NbN rotated in the (111) plane and 3.1 Å for AlN. The design of our nanostructure was limited to the $[\text{Al}/\text{Nb}]_N$ case, but the methodological bases were laid to obtain the nitride case in future work. This is important because the niobium family such

as NbN and Nb₃Al are technologically important superconductors that, when combined with the revolutionary semiconductors AlN and Si, can bring substantial advances in the understanding of the transport mechanisms that occur at low temperatures.

In the theoretical part, the high-frequency electromagnetic response of metamaterials made from superconductors is studied. A theoretical model was developed to describe the electrodynamics of such metamaterials at high frequency. With the proposed model, the diffraction spectra can be numerically simulated since the dielectric functions of the constituent materials together with their frequency and spatial dependence are taken into account. This theoretical model was applied to metastructures composed of high-temperature superconductor and dielectric, as well as to a metastructure in which the superconductor is replaced by an Al/Nb superconducting nanostructure. The electromagnetic response of the metastructures takes into account the anisotropy of the pristine materials. Therefore, two main cases of the polarization of electromagnetic waves are analyzed, namely, parallel polarization and perpendicular polarization both respect to the superconducting layers. The diffraction spectra, in the terahertz range, are obtained from numerical simulation for both cases of polarization.

Furthermore, it contributes to the understanding of the electrodynamic properties in the terahertz range of superconducting and normal metal multilayer systems at temperatures below 10 K, namely niobium and aluminum, in parallel and perpendicular geometry.

Artículos publicados en revistas internacionales indexadas

- J. G. Medrano, S. Cortés-López, F. Pérez-Rodríguez, *Enhanced THz transmission through a grating with layered high-temperature superconductor*, Low Temperature Physics, **47**, (8), 656 (2021).
- J. G. Medrano, F. Pérez-Rodríguez, N. M. Makarov, *Modos electromagnéticos localizados*, Rev. Mex. Fis. E (Aceptado para su publicación).
- J. G. Medrano, J. Raboño, O. Cortazar-Martínez, A. Herrera-Gómez, F. J. Flores-Ruiz, *Nanomechanical properties of Nb films deposited by pulsed frequency magnetron sputtering*, Journal of Materials Science, **58**, 14556 (2023).

Artículos a ser enviados

- J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, C. J. Diliegros-Godines, F. Pérez-Rodríguez, *Desing of periodic and non-periodic stack-layer optical metamaterial*, (en proceso).
- J. G. Medrano, F. Pérez-Rodríguez, *THz waves diffraction by a metastructure with layered high-temperature superconductor*, (en proceso).
- J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, F. Pérez-Rodríguez, *Magnetic response of nanostructured multilayer superconductor*, (en proceso).

Participación en eventos

- *Propiedades físicas de películas ultradelgadas de niobio y silicio para su uso en nanoestructuras superconductor-dieléctrico*. J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, F. Pérez-Rodríguez. LXIII Congreso Nacional de Física (en línea); Morelia, Michoacán, México (2020).
- *Tracking the sputtering deposition of oxygen-free Nb and Si films and formation of Nb/Si heterostructure*. J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, F. Pérez-Rodríguez. Reunión Anual de la División de Estado Sólido (en línea); Puebla, Puebla, México (2021).

- *Seguimiento del depósito por sputtering de películas delgadas de Nb y Si libres de oxígeno y crecimiento de heteroestructuras Nb/Si.* J. G. Medrano. Seminario de Estudiantes IFUAP (en línea); Puebla, Puebla, México (2021).
- *Nonlocal optical response of periodic dielectric-metal multilayers.* J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, F. Pérez-Rodríguez. LXIV Congreso Nacional de Física (en línea); Tijuana, Baja California, México (2021).
- *Optical Transmission of periodic dielectric multilayers.* J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, F. Pérez-Rodríguez. XIV International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum (en línea); Zacatecas, Zacatecas, México (2021).
- *Difracción de ondas por una metaestructura de superconductor de alta T_c .* J. G. Medrano, F. Pérez-Rodríguez. 6ta Escuela de Superconductividad; Oaxaca de Juárez, Oaxaca, México (2022).
- *Oxygen-free Nb films analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy.* J. G. Medrano, F. J. Flores-Ruiz, F. Pérez-Rodríguez, O. Cortazar-Martínez, J. Raboño-Borbolla, A. Herrera-Gómez. 31st International Materials Research Congress; Cancún, Quintana Roo, México (2023).

Estancias de investigación

- Estancia de investigación del 25 de abril al 10 de junio de 2022 con el Dr. Alberto Herrera Gómez en el Laboratorio de Procesamiento y Caracterización de Nanopelículas (LPCN) de CINVESTAV Unidad Querétaro, Querétaro, Querétaro, México.
- Estancia de investigación del 17 al 28 de julio de 2023 con el Dr. Alberto Herrera Gómez en el Laboratorio de Procesamiento y Caracterización de Nanopelículas (LPCN) de CINVESTAV Unidad Querétaro, Querétaro, Querétaro, México.

Participación en proyectos financiados

- Fondo Institucional del Conacyt (FOINS)
Convocatoria de Fronteras de la Ciencia 2016 Propuesta No.: 2488

Título: Gradientes de deformación para controlar dominios en materiales ferromagnéticos y ferroeléctricos

Responsable Técnico: Francisco Javier Flores Ruiz

Institución: Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Vigencia: 2017-2019

- Ciencia de Frontera

Convocatoria 2023-I

Propuesta No.:1429

Título: Respuesta a campos magnéticos de nanoestructuras superconductor-semiconductor

Responsable Técnico: Francisco Javier Flores Ruiz

Institución: Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Vigencia: 2023-2025

- Proyectos VIEP 2023

ID Proyecto: 00169

Título: Estudio de las Propiedades Superconductoras de Materiales Artificialmente Nanoestructurados

Responsable: Valentín García Vázquez

Institución: Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Vigencia: 2023

Índice general

1. Introducción	1
2. Películas de niobio de baja rugosidad y libres de oxígeno	13
2.1. Introducción	14
2.2. Métodos y experimentos	16
2.2.1. Diseño de películas de niobio	17
2.2.2. Tipo de sustratos	18
2.2.3. Condiciones de crecimiento de las películas de niobio	19
2.2.4. Depósito de la capa protectora de aluminio para evitar la oxidación de la superficie de las películas	20
2.2.5. Caracterización de las películas de niobio	21
2.3. Resultados y discusión	21
2.3.1. Difracción de rayos X	21
2.3.2. Espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X	23
2.3.3. Microscopía de fuerza atómica	26
2.3.4. Espectroscopía elipsométrica	27
2.4. Conclusiones	28

3. Nanoestructura metal-superconductor	34
3.1. Introducción	35
3.2. Métodos y experimentos	36
3.2.1. Diseño de la nanoestructura	36
3.2.2. Preparación de sustratos	37
3.2.3. Condiciones de crecimiento de la nanoestructura	37
3.2.4. Caracterización de la nanoestructura	38
3.3. Resultados y discusión	39
3.3.1. Difracción de rayos X	39
3.3.2. Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X	40
3.3.3. Microscopía de fuerza atómica	42
3.3.4. Espectroscopía elipsométrica	43
3.4. Conclusiones	44
4. Mediciones magnéticas a baja temperatura de películas superconductoras y la nanoestructura	49
4.1. Introducción	50
4.2. Métodos y experimentos	51
4.2.1. Mediciones de susceptibilidad magnética AC	51
4.2.2. Mediciones de magnetización en función del campo magnético	52
4.3. Resultados y discusión	52
4.3.1. Susceptibilidad magnética AC	52
4.3.2. Magnetización en función del campo	59

4.4. Conclusiones	66
5. Electrodinámica de metamateriales a base de superconductor a alta frecuencia	70
5.1. Introducción	71
5.2. Formalismo teórico	72
5.2.1. Modos localizados en una barra de superconductor	75
5.3. Conclusiones	80
6. Difracción de ondas electromagnéticas por metaestructuras de superconductores estratificados: I. Polarización paralela a las capas superconductoras	82
6.1. Introducción	83
6.2. Metaestructura de SATC y dieléctrico: geometría de polarización paralela .	84
6.3. Resultados	86
6.3.1. Superconductor de alta temperatura crítica	86
6.3.2. Nanoestructura metal-superconductor	92
6.4. Conclusiones	97
7. Difracción de ondas electromagnéticas por metaestructuras de superconductores estratificados: II. Polarización perpendicular a las capas superconductoras	100
7.1. Introducción	101
7.2. Metaestructura de SATC y dieléctrico: geometría de polarización perpendicular	102
7.3. Resultados	103

7.4. Conclusiones	110
8. Resultados	114
8.1. Experimentales	114
8.2. Teóricos	115
9. Conclusiones generales	117
Apéndices	120
A. Sustratos	121
A.1. Preparación de sustratos	121
A.2. Limpieza de sustratos	122
A.3. Montaje de los sustratos	122
B. Efecto de la frecuencia de la fuente	125
B.1. Estructura cristalina	125
B.2. Morfología	126
C. Condiciones de medición de las técnicas experimentales	128
C.1. Difracción de rayos X	128
C.2. Espectroscopía fotoelectrónica por rayos X	129
C.3. Microscopía de fuerza atómica	129
C.4. Espectroscopía elipsométrica	130
D. Condiciones de medición de las propiedades magnéticas	131
D.1. Susceptibilidad magnética AC	131

D.1.1. Preparación de muestras	132
D.1.2. Secuencia de medición de susceptibilidad AC	133
D.2. Magnetización en función del campo magnético	135

Índice de figuras

2.1. Película de niobio (a) sin capa protectora de aluminio y (b) con capa protectora de aluminio.	18
2.2. Difracción de rayos X para las películas de niobio depositadas sobre cuarzo con los índices de los planos de niobio, (a) Nb(MC_300C), (b) Nb_Al(MC_300C), (c) Nb(MC_RT) y (d) Nb_Al(MC_RT).	22
2.3. Espectro de inspección XPS de la película Nb(MC_RT).	23
2.4. Espectros XPS de alta resolución de la película Nb(MC_RT), (a) señal de Nb3d, (b) señal de C1s y (c) señal de O1s.	24
2.5. Espectro de inspección XPS de la película Nb_Al(MC_RT).	25
2.6. Espectros XPS de alta resolución de la película Nb_Al(MC_RT), (a) señal de Nb3d, (b) señal de Al2p, (c) señal de C1s y (d) señal de O1s.	25
2.7. Imagen de la morfología de la superficie de las películas de niobio. La superficie medida es de 1 μm \times 1 μm . En (a) Nb(MC_300C) y en (b) Nb(MC_RT).	27
2.8. Función dieléctrica de las películas de niobio. En (a) Nb(MC_300C) y en (b) Nb(MC_RT).	28
3.1. Nanoestructura de metal-superconductor (Al/Nb).	36
3.2. Patrón de difracción de rayos X de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) depositada sobre zafiro (0001) con los índices de los planos de niobio.	39

3.3. Espectro de baja resolución de espectroscopía fotoelectrónica por rayos-X (XPS) de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).	40
3.4. Espectros XPS de alta resolución de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT), (a) señal de Nb 3 <i>d</i> , (b) señal de Al 2 <i>p</i> , (c) señal de C 1 <i>s</i> y (d) señal de O 1 <i>s</i>	41
3.5. Imagen de la morfología de la superficie de la capa ultradelgada de aluminio de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT). La superficie medida es de 1 μm \times 1 μm	42
3.6. Función dieléctrica de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).	43
4.1. Susceptibilidad magnética AC de las monocapas de niobio con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación. La temperatura del sustrato durante el depósito de las películas de niobio se estableció en $T_s = 300^\circ \text{C}$. En el panel (a) Nb (MC_300C) sin capa protectora de aluminio y en el panel (b) Nb_Al (MC_300C) con capa protectora.	53
4.2. Susceptibilidad magnética AC de las monocapas de niobio con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación. La temperatura del sustrato durante el depósito de las películas de niobio se estableció en $T_s = \text{RT}$. En el panel (a) Nb (MC_RT) y en el panel (b) Nb_Al (MC_RT) con capa protectora de aluminio.	55
4.3. Susceptibilidad magnética AC de la nanoestructura aluminio-niobio (Al/Nb (AP_RT)) con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación.	56
4.4. Magnetización en función del campo magnético. En las columnas de izquierda a derecha Nb (MC_RT), Nb_Al (MC_RT) y Al/Nb (AP_RT), en las filas de arriba hacia abajo $T = 3 \text{ K}$, $T = 8 \text{ K}$ y $T = 13 \text{ K}$. Las flechas indican la dirección en la que H cambia.	65

- 5.1. Diagrama de la metaestructura periódica formada por capas alternantes de superconductor laminar y dieléctrico, sobre un sustrato de vidrio. Las capas de superconductor se denotan por ε_s y las de dieléctrico por ε_D . El periodo en la dirección x se denota por a_x y el tamaño de la capa superconductora es l_s . La metaestructura es infinita en la dirección del eje x y tiene un espesor d en la dirección del eje z . Para comprender mejor la estructura laminar del superconductor, se presenta un acercamiento en donde los planos rojos y amarillos representan los planos superconductores y dieléctricos, respectivamente. Se supone una onda electromagnética, con vector de onda \vec{q}_i , que incide en la parte superior de la metaestructura. Los haces difractados por la metaestructura tienen vectores de onda \vec{q}^D y \vec{k} , dirigidos hacia el medio incidente y el sustrato de vidrio, respectivamente. 72
- 5.2. Barra con sección transversal rectangular, hecha de superconductor laminar de alta T_c , rodeada por aire y sobre un sustrato de vidrio. El espesor de la barra es l_s en la dirección del eje x y d en la dirección del eje z . En el superconductor laminar, las capas superconductoras se representan mediante los planos en color rojo mientras que las capas dieléctricas por planos en color amarillo. 76
- 6.1. Diferentes orientaciones de un superconductor con estructura laminar de periodo a_s . Las capas rojas representan los planos superconductores, mientras que las capas amarillas representan los planos dieléctricos del SATC. El vector normal a los planos superconductores es paralelo al eje z en el panel (a), al eje x en el panel (b) y al eje y en el panel (c). 85
- 6.2. (a) Componentes z de los vectores de onda de los haces difractados de orden 0 y 1 hacia el vacío [$q_z^D (n_x = 0)$, $q_z^D (n_x = 1)$] y hacia el sustrato de vidrio [$k_z (n_x = 0)$, $k_z (n_x = 1)$] en función de la frecuencia ω y para una fracción de llenado del SATC de $f = 0.5$. La línea continua hace referencia a la parte real y la línea punteada a la parte imaginaria. (b) Espectros de difracción de orden 0 (R_0, T_0) y 1 (R_1, T_1). En estos cálculos se supuso incidencia normal ($\theta_i = 0$). 87

6.3.	(a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . (b) Espectro de difracción de orden 0 en el sustrato de vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).	89
6.4.	(a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . (b) Espectro de difracción de orden 1 en el sustrato de vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).	90
6.5.	Espectros de difracción de orden 0 y 1 para dos valores diferentes del periodo a_x de la metaestructura. Las líneas negras (- - y -) corresponden a los espectros R_0 y T_0 respectivamente cuando $f = 0$	91
6.6.	Permitividad en función de la frecuencia ω . En (a) aluminio ε_{Al} , (b) niobio $\varepsilon_{i,Nb}$ y (c) nanoestructura Al/Nb $\varepsilon_{i,ML}$	93
6.7.	Permitividad en función de la frecuencia ω . En (a) aluminio ε_{Al} , (b) niobio $\varepsilon_{i,Nb}$ y (c) nanoestructura Al/Nb $\varepsilon_{i,ML}$	94
6.8.	(a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado de la nanoestructura Al/Nb f . (b) Espectro de difracción de orden 0 en el sustrato de vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado f de la nanoestructura Al/Nb. Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).	95
6.9.	(a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado de la nanoestructura Al/Nb f . (b) Espectro de difracción de orden 1 en el sustrato de vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado f de la nanoestructura Al/Nb. Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).	96

- 7.1. Permittividad $\varepsilon_s = \varepsilon_{\perp}$ del SATC en función de la frecuencia normalizada a la frecuencia de plasma ω/ω_p . La curva en rojo corresponde a la parte imaginaria $\text{Im}\{\varepsilon_s\}$ y la curva en color azul representa la parte real $\text{Re}\{\varepsilon_s\}$. 103
- 7.2. Diagrama de la metaestructura hecha de SATC-dieléctrico sobre un sustrato de vidrio. Las capas de superconductor se denotan por ε_s y las de dieléctrico por ε_D . En el SATC los planos rojos y amarillos representan los planos superconductores y dieléctricos, respectivamente. El periodo en la dirección x se denota por a_x y el tamaño de la capa superconductora es l_s . La metaestructura es infinita en la dirección del eje x y tiene un espesor d en la dirección del eje z . Se considera una onda electromagnética, con vector de onda \vec{q}_i , que incide en la parte superior de la metaestructura. Los haces difractados por la metaestructura tienen vectores de onda \vec{q}^p y \vec{k} , dirigidos hacia el medio incidente y el sustrato de vidrio, respectivamente. 104
- 7.3. Espectros de difracción en función de la frecuencia ω (a) de orden 0 R_0 y T_0 , (b) de orden 1 R_1 y T_1 , (c) de orden 2 R_2 y T_2 . Todos calculados para una fracción de llenado del SATC de $f = 0.5$. Las frecuencias de los modos localizados en las barras del SATC se indican con línea sólida (–) ($m_x, m_z = 0$) y línea punteada (·) ($m_x, m_z = 1$), m_x aumenta siguiendo la dirección de la flecha desde $m_x = 1$ 106
- 7.4. (a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) y (b) en el vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y el factor de llenado f del SATC. Las líneas representan los modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura en donde: línea sólida (–) ($m_x, m_z = 0$) y línea punteada (·) ($m_x, m_z = 1$) con $m_x = 1, 2, 3, \dots, m_x$ crece siguiendo la dirección de la flecha. 108

7.5. (a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) y (b) en el vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y el factor de llenado f del SATC. Las líneas representan los modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura en donde: línea sólida (—) ($m_x, m_z = 0$) y línea punteada (⋯) ($m_x, m_z = 1$) con $m_x = 1, 2, 3, \dots, m_x$ crece siguiendo la dirección de la flecha.	109
A.1. Oblea de silicio de 2 pulgadas de diámetro y oblea de silicio cortada.	122
A.2. Películas de niobio.	123
B.1. Difracción de rayos X de las películas de niobio depositadas sobre cuarzo con diferentes valores de frecuencia (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz.	126
B.2. Imágenes de la morfología de la superficie de las películas de niobio. La superficie medida tiene un área de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$, (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz.	127
D.1. (a) Pedazo cortado de película de niobio de $4 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, (b) el pedazo pegado sobre la pajilla de cuarzo y (c) pajillas con pedazos cortados de películas de niobio listas para medición de susceptibilidad AC.	133
D.2. Esquema del interior del sistema PPMS. La muestra, que es un trozo de película de Nb, se coloca en el centro de la cámara de medición, con la superficie perpendicular al campo magnético \vec{H} uniforme dirigido verticalmente (representado por las flechas verticales en color negro).	134

Índice de tablas

2.1. Parámetros utilizados en los procesos de depósito de las películas de Nb. . .	20
2.2. Valores de los parámetros de ajuste de la función dieléctrica de las películas de niobio.	28
3.1. Condiciones óptimas utilizadas en el proceso de sputtering para el depósito de la nanoestructura metal-superconductor Al/Nb (AP_RT).	38
3.2. Valores de los parámetros de ajuste de la función dieléctrica efectiva para la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).	44
4.1. Valores de la temperatura de transición (T_c) y ancho de la transición superconductora (ΔT_c) de las monocapas de Nb y la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) a diferentes campos de excitación.	58

Capítulo 1

Introducción

Los superconductores son materiales que no presentan resistencia eléctrica al flujo de una corriente por debajo de una temperatura característica de cada material. Dicho fenómeno se observó por primera vez en 1911 por Heike Kamerlingh Onnes [1, 2]. Sin embargo, fue hasta 1933 que se estableció que la superconductividad es un estado de equilibrio termodinámico gracias al descubrimiento del efecto Meissner-Ochsenfeld [1, 2]. Este efecto describe el comportamiento de un superconductor cuando se somete a un campo magnético, observándose la expulsión del campo magnético del interior del material en estado superconductor [1-3].

Los parámetros que definen el estado superconductor de los materiales son temperatura crítica (T_c), el campo o campos magnéticos críticos (H_c) y la densidad de corriente crítica (J_c) [1-3]. La temperatura crítica T_c es el valor de temperatura a la que se observa la nulificación de la resistencia eléctrica del material. El campo magnético crítico H_c es la magnitud umbral del campo magnético a partir del cual el estado superconductor se destruye. La densidad de corriente crítica J_c es la máxima densidad de corriente que el material es capaz de conducir manteniendo una resistencia eléctrica nula. Si alguno de los valores de estos parámetros es superado, el estado superconductor se frustra y el material vuelve a su estado normal [1-3].

Los superconductores que tienen un solo campo magnético crítico H_c se denominan superconductores de tipo I. Históricamente, fueron los primeros superconductores en

ser descubiertos [2]. En 1962 [4] se concilió la existencia de otro tipo de materiales superconductores, que se denominaron Tipo II. En este nuevo tipo de superconductor se observó la presencia de dos campos magnéticos de transición H_{c1} y H_{c2} ; para $H < H_{c1}$ el material en su totalidad se encuentra en el estado superconductor, mientras que para $H > H_{c2}$ el material está completamente en el estado normal. Es de notarse que para campos con intensidades $H_{c1} < H < H_{c2}$ surge un nuevo estado termodinámico, conocido como estado mixto, donde se observa la expulsión parcial del campo magnético. Es decir, en el estado mixto el material tiene regiones en estado superconductor y regiones en estado normal simultáneamente. El campo magnético penetra en las regiones en estado normal del material en forma de vórtices [2], mientras que es expulsado de las regiones en estado superconductor.

El bajar la temperatura hasta valores a los que los materiales tienen su transición al estado superconductor ha sido todo un reto para la comunidad científica. Durante los años posteriores al descubrimiento de la superconductividad se investigaron principalmente los elementos de la tabla periódica. De los que el elemento con mayor temperatura crítica, bajo condiciones de presión normales, es el niobio con $T_c = 9.2$ K [2]. Sin embargo, en 1986 Bednorz y Muller [5] descubrieron superconductividad en compuestos de cobre con una temperatura crítica $T_c = 30$ K, es decir, la temperatura crítica aumentó respecto a lo observado en metales superconductores y aleaciones metálicas superconductoras hasta ese momento. El hallazgo del aumento en la temperatura crítica en el compuesto Ba-La-Cu-O, hecho por Bednorz y Muller [2, 5, 6], desató la búsqueda de nuevas alternativas de materiales superconductores. Además, este descubrimiento dio lugar, más tarde, a una nueva clasificación para los superconductores denominados como superconductores de alta temperatura crítica (SATC) [2].

Los SATC tienen propiedades físicas inusuales debido a su inherente anisotropía estructural [7]. Esto significa que sus propiedades físicas, como su conductividad eléctrica, varían en función de la dirección en la que se mide. La estructura atómica de los SATC puede modelarse como un sistema periódico de placas metálicas superconductoras alternadas con capas dieléctricas [8, 9]. El efecto Josephson, un fenómeno cuántico que permite que la corriente fluya a través de una capa no superconductora que separa a dos superconductores, es responsable de la superconductividad en los SATC [8, 9].

Algunos ejemplos de SATC son $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ y $\text{Hg}_{0.8}\text{Tl}_{0.2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ por mencionar algunos [8, 9]. En el modelo de placas de estos SATC, las placas metálicas superconductoras corresponden a los planos de Cu y O, mientras que las placas dieléctricas corresponden al resto de los elementos presentes en sus respectivas estructuras atómicas [8,9]. Es decir, en los SATC con estructura laminar con planos de cobre y oxígeno la superconductividad se origina en dichos planos [8,9].

La búsqueda de materiales con propiedades similares a los SATC condujo a la comunidad científica hacia los materiales laminares. Los materiales laminares poseen propiedades intrínsecas a su estructura, tales como su anisotropía [10–12], lo que los hace atractivos para la investigación sobre superconductividad. El grafito surgió como una alternativa natural para estudiar la anisotropía en el ámbito superconductor, ya que este material posee una gran anisotropía eléctrica, a saber, se observó que la conductividad a lo largo de los ejes de las capas de carbono es 10000 veces mayor que la conductividad perpendicular a las capas [13]. Por desgracia, se encontró que el grafito no es un material superconductor. Pese al resultado poco favorable se optó por continuar estudiando el grafito con algunas modificaciones. Como en [14] que se estudiaron compuestos de grafito formados con la inserción de metales entre las capas de carbón, a saber, potasio K, rubidio Rb o cesio Cs. Con esto se observó que el compuesto C_6K tiene una transición al estado superconductor a una temperatura crítica de $T_c = 0.39$ K. El grafeno, por otra parte, presenta superconductividad a $T_c \sim 1$ K cuando sus capas están rotadas unas respecto de otras en un ángulo de 1.05° , conocido como ángulo mágico [15].

El descubrimiento de los superconductores laminares trajo consigo un interés particular en el efecto de los parámetros característicos, por ejemplo, ¿qué sucede si la distancia entre capas superconductoras cambia?. Lamentablemente en los SATC, que son laminares, la distancia entre capas superconductoras no puede cambiarse porque la estructura atómica de estos materiales es fija. Por lo que no se pueden usar para investigar este cuestionamiento. No obstante, la estructura de capas no superconductoras y superconductoras alternantes de los SATC se puede emular mediante la síntesis de compuestos superconductores con un espesor de capa variable. Para esto se necesitan capas superconductoras con espesores del orden de nanómetros, y es necesario estudiar el comportamiento de estas capas superconductoras.

Materiales superconductores como aluminio y plomo depositados en forma de película delgada muestran cambios en su temperatura crítica al variar los parámetros del depósito [16, 17]. Por ejemplo, se ha observado que películas de aluminio aumentan su T_c hasta 2.18 K cuando el espesor de la película disminuye hasta 70 nm [17]. O bien se ha observado un aumento en la T_c hasta 3.7 K si se disminuye la temperatura del sustrato a 125 K durante el depósito de la película [17]. Estos valores de T_c son superiores a la T_c de aluminio en bulto (1.19 K [2]). En el caso de Pb se observó un aumento de la T_c conforme el espesor de la película aumenta [16]. El espesor de la película se controló depositando un número determinado de monocapas. La T_c más alta se observó para una película de 26 monocapas, con un valor de 6.5 K [16]. Pero, no representa un aumento con respecto a la temperatura de transición de bulto de Pb que es 7.19 K [2].

Los materiales hechos de múltiples capas de superconductor y dieléctrico han sido de especial interés en años recientes, ya que a través del diseño se puede modificar su respuesta dieléctrica y obtener una T_c mayor que la del superconductor por sí solo [10, 18]. Como el caso de sistemas formados por multicapas de Al/Si que presentan un aumento en la T_c de 1.5 K a 2.43 K cuando el grosor de las capas de aluminio decrece [19]. De manera similar, un sistema de capas alternantes de Al y Al_2O_3 mostró una T_c 2.3 K cuando el espesor de las capas de aluminio y Al_2O_3 es de 8.5 nm y 2 nm, respectivamente [10]. En resumen, los parámetros de depósito pueden modificar la T_c de los materiales superconductores de diferentes maneras, dependiendo de la estructura del material.

La evidencia tanto teórica como experimental muestra que aún existe cierto desconocimiento acerca del mecanismo que da lugar al aumento de la T_c en películas delgadas respecto a su contraparte en bulto en metales superconductores, por ejemplo el caso de Al [17, 19], aunque está bien establecido que el Nb disminuye su T_c a medida que disminuye el espesor [20–22]. Además, es posible que el aumento de la T_c que han observado en otros experimentos sea una consecuencia de la estructura de los apilamientos de placas, es decir, la distancia entre capas del superconductor. Si es el caso, establecer un espesor fijo en una estructura superconductor-normal mientras se realizan cambios en el factor de llenado podría respaldar o refutar el efecto de la anisotropía estructural. Por otro lado, no es claro el papel que juega la capa de óxido que crece de manera natural en el metal superconductor, que se unirá al metal no superconductor. Esta capa de óxido

puede funcionar como un medio dispersor en la interfaz superconductor normal, causando un efecto adverso en las propiedades superconductoras.

De esta manera, en este trabajo de tesis se propuso estudiar un sistema de capas alternantes de metal-superconductor, sin oxígeno en su interfaz, para ayudar a entender el efecto que tiene la distancia entre capas de superconductor, es decir, la anisotropía estructural uniaxial. La eliminación de óxido, tanto en el bulto de la película como en la superficie del superconductor, permitió entender el efecto de este medio dispersor en las propiedades superconductoras de monocapas y nanoestructuras laminares. La anisotropía estructural uniaxial y la eliminación del oxido dispersor son variables que se usaron para entender el funcionamiento de metaestructuras en el rango de los Terahertz. Para este fin, se desarrolló un análisis electrodinámico considerando metaestructuras artificiales con inserción o incrustación de sistemas metal-superconductor. El efecto de la anisotropía estructural uniaxial se estudió a través del factor de llenado de la incrustación metal-superconductor, mientras se mantuvo fijo el grosor total de la incrustación. Al considerar una interfaz abrupta entre el superconductor y el metal, el óxido dispersor quedó fuera del modelo de capas superconductoras y no superconductoras. La respuesta óptica en el rango de los Terahertz de la metaestructura con incrustaciones metal-superconductor se comparó con la de superconductores de alta temperatura crítica, para saber si estos sistemas pueden usarse como sistemas modelo para emular a los superconductores de alta temperatura crítica.

La hipótesis que se planteó en este trabajo de tesis es que la temperatura crítica del sistema laminar artificial puede modularse a través del control de la distancia entre las capas superconductoras, que el encapsulamiento del superconductor y eliminación del óxido en el bulto del superconductor puede dar lugar a un aumento de la T_c .

La tesis está distribuida de la siguiente forma. Para probar parte de la hipótesis, en el capítulo 2 se propuso un procedimiento para fabricar películas de niobio (superconductor) que presenten baja rugosidad y que estén libres de oxígeno tanto en su estructura como en su superficie. La baja rugosidad es para poder considerar, más adelante, el sistema laminar metal-superconductor como placas apiladas con interfaz abrupta, evitando así el efecto de intermezclado [23]. La condición libre de oxígeno en el bulto debe evitar el detrimento de las propiedades superconductoras, mientras que la eliminación de la capa de óxido del

superconductor, es decir el encapsulamiento del superconductor, busca aumentar su T_c ya que se elimina el medio dispersor de los pares de Cooper. En particular, se plantea una serie de condiciones para el proceso de fabricación y se evalúan las características de las muestras fabricadas mediante difracción de rayos X, espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X y microscopía de fuerza atómica. Los resultados mostraron que fue posible fabricar muestras de Nb libres de oxígeno en su bulto, además fue posible encapsular el Nb usando una fina capa de aluminio de 4.6 nm. La T_c de estas muestras se presentan en el capítulo 4 y como se mostrará más adelante, respaldan la hipótesis de este trabajo de tesis.

En el capítulo 3 se presenta el diseño y fabricación de una nanoestructura de placas apiladas de superconductor y metal caracterizada por la anisotropía estructural uniaxial. A partir de los resultados del capítulo 2 se eligieron las condiciones que brindan un bajo nivel de rugosidad de las películas superconductoras de niobio, así como una película libre de oxígeno en su bulto. Mediante el diseño de la nanoestructura se establece una anisotropía estructural uniaxial en la dirección perpendicular de las capas superconductoras. Además, gracias al proceso de fabricación libre de contaminación por oxígeno se garantiza que la nanoestructura consta de capas superconductores libres de óxido, así como de capas metálicas no oxidadas. Con esto, la nanoestructura puede modelarse (capítulos 5-6) como un sistema de capas alternantes de superconductor y metal de interfaz abrupta. La nanoestructura fabricada se caracterizó utilizando las mismas técnicas empleadas para las películas de niobio. Los resultados muestran que fue posible fabricar muestras con anisotropía estructural y que el superconductor está libre de óxido en su bulto y superficie. Como se muestra en el capítulo 4, la nanoestructura fabricada respalda la hipótesis de esta tesis.

En el capítulo 4 se evalúa la T_c y magnetización, de las monocapas y la nanoestructura, en función del campo magnético. La temperatura crítica de los especímenes se evalúa a partir de mediciones de susceptibilidad magnética AC. Se comparan los resultados de las monocapas fabricadas bajo diferentes condiciones experimentales, así como los resultados al inducir anisotropía uniaxial en la dirección perpendicular de las películas a través de la inserción de capas no superconductoras entre capas superconductoras, es decir, a través de la fabricación de la nanoestructura previamente descrita. También se midió la evolución de

la magnetización en función del campo magnético de las monocapas y la nanoestructura con la temperatura de enfriamiento. Los resultados indican que las monocapas de superconductor con baja rugosidad, libres de oxígeno en su estructura y encapsuladas dan lugar a un aumento de su T_c respecto a las muestras no encapsuladas. Este resultado respalda una parte de la hipótesis, que el encapsulamiento del superconductor Nb da lugar a un aumento de la T_c , y que la capa de óxido del superconductor actúa como un medio dispersor de los pares de Cooper. Por otro lado, la nanoestructura presentó un aumento de la T_c comparada con las monocapas, confirmando que la distancia entre las capas superconductoras puede modularse para inducir cambios en la T_c , pero más importante, que esta anisotropía estructural uniaxial puede dar lugar a un aumento de la T_c .

El procedimiento experimental utilizado en la fabricación de las estructuras laminares de metal-superconductor sienta las bases para futuros trabajos donde la capa de metal se reemplace por una capa dieléctrica o aislante. Así como, para realizar variaciones del espesor de las capas superconductoras tanto como no superconductoras que forman la nanoestructura laminar. Además, de la posibilidad de explorar condiciones diferentes durante el proceso de fabricación.

En el capítulo 5 se presenta un análisis teórico electrodinámico considerando metaestructuras artificiales con inserción o incrustación de un superconductor de alta temperatura crítica que sirve para compararse con un sistema metal-superconductor similar a los que se fabricaron experimentalmente en el capítulo 3. En la metaestructura hecha de metal-superconductor se incorpora la anisotropía estructural uniaxial a través de las capas alternantes de superconductor y metal, así como del factor de llenado del superconductor, y se elimina el óxido dispersor dentro del sistema metal-superconductor con interfaz abrupta. Esto permite modelar la nanoestructura metal-superconductor como un sistema de capas alternantes de no superconductor y superconductor, de manera similar a como se modela el superconductor de alta temperatura crítica.

El método teórico desarrollado se aplicó en el análisis electrodinámico de sistemas laminares con capas dieléctricas y superconductoras (capítulo 6 y 7). Cabe señalar que el análisis teórico electrodinámico puede aplicarse para el estudio de sistemas laminares similares no necesariamente hechos de capas superconductoras. Más aún, puede emplearse para el estudio de la respuesta de sistemas anisótropos al variar la orientación del sistema

respecto de la radiación incidente. Con esto, la respuesta de un material laminar o de una estructura laminar puede estudiarse previo a realizar un esfuerzo por fabricar la estructura de manera experimental. De forma adicional, en el capítulo 5 se estudian los modos electromagnéticos localizados dentro de una guía de ondas hecha de a partir de una barra de superconductor de alta temperatura crítica.

En el capítulo 6 se estudia, de manera teórica, la difracción de una metaestructura hecha del superconductor laminar de alta temperatura crítica, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi2212), y dieléctrico. Se analizan los espectros de difracción en función de la frecuencia de la luz incidente en el rango de los Terahertz. También se analiza la dependencia de los espectros de difracción respecto de la fracción de llenado del superconductor en la metaestructura. Para esta metaestructura el análisis solo se hizo de manera numérica, ya que no se fabricó la metaestructura de superconductor y dieléctrico. Adicionalmente se estudió teóricamente el sistema previamente descrito reemplazando el superconductor Bi2212 por una nanoestructura laminar hecha de metal-superconductor, como la nanoestructura que se presenta en el capítulo 3. No obstante, los resultados son motivantes para en un futuro esfuerzo fabricar dicha metaestructura. Se examina la respuesta de esta metaestructura en el rango de los Terahertz y se comparan los resultados de utilizar superconductores laminares naturales, Bi2212, y superconductores laminares artificiales, nanoestructura metal-superconductor, ambos anisótropos. Los resultados muestran la importancia de los sistemas laminares artificiales como sistemas modelo para emular y contribuir al entendimiento de los fenómenos observados en superconductores de alta temperatura crítica, respaldando parte de la hipótesis de trabajo planteada.

En el capítulo 7 se analiza teóricamente el cambio en la respuesta electromagnética de la metaestructura de superconductor de alta T_c y dieléctrico debido a orientar los planos superconductores de manera perpendicular a la polarización de la onda incidente. Se observa la alta anisotropía del material a través del cambio de los espectros de difracción con respecto a los estudiados en el capítulo 6. Además, se muestra la aparición de modos electromagnéticos localizados en los eslabones superconductores de la metaestructura, los cuales no se observan en el estudio presentado en el capítulo 6. Se analizan los espectros de los haces difractados por la metaestructura y se describe el comportamiento de las frecuencias de corte de los modos localizados respecto de los espectros de difracción en

función de la fracción de llenado del superconductor simulados numéricamente.

Finalmente, el capítulo 8 está dedicado a las conclusiones de los resultados experimentales y teóricos. También incluye una breve identificación de posibles rutas para continuar con el estudio de sistemas anisótropos laminares. Al igual que la posible influencia de la variación de las condiciones experimentales en las propiedades superconductoras de futuras nanoestructuras metal-superconductor.

Bibliografía

- [1] O. Navarro, R. Baquero, *Ideas fundamentales de la superconductividad*, Universidad Nacional Autónoma de México (2007).
- [2] R. Kleiner, W. Buckel, *Superconductivity: an introduction*, John Wiley & Sons (2016).
- [3] S. Bouscher, D. Panna, K. Balasubramanian, S. Cohen, D. Ritter, A. Hayat, *Enhanced cooper-pair injection into a semiconductor structure by resonant tunneling*, Phys. Rev. Lett., **128**, 127701 (2022).
- [4] B. Goodman, *Type ii superconductors*, Reports on progress in physics, **29**, 2, 445 (1966).
- [5] J. G. Bednorz, K. A. Müller, *Possible high t_c superconductivity in the ba – la – cu – o system*, Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, **64**, 2, 189 (1986).
- [6] J. Bednorz, M. Takashige, K. Müller, *Susceptibility measurements support high- t_c superconductivity in the ba-la-cu-o system*, Europhysics Letters, **3**, 3, 379 (1987).
- [7] V. Efimov, *Anisotropy of Transport Properties of HTSC Monocrystals*, Springer (1993).
- [8] R. Hott, R. Kleiner, T. Wolf, G. Zwicknagl, *Review on superconducting materials*, digital Encyclopedia of Applied Physics, pp. 1–55 (2003).
- [9] A. Saleem, S. T. Hussain, *Review the high temperature superconductor (htsc) cuprates-properties and applications*, Journal of Surfaces and Interfaces of Materials, **1**, 2, 97 (2013).

- [10] I. I. Smolyaninov, V. N. Smolyaninova, *Metamaterial superconductors*, Nanophotonics, **7**, 5, 795 (2018).
- [11] A. Buzdin, A. Y. Simonov, *Magnetic flux penetration into layered superconductors*, JETP Lett, **51**, 1166 (1990).
- [12] A. Rakhmanov, V. Yampol'skii, J. Fan, F. Capasso, F. Nori, *Layered superconductors as negative-refractive-index metamaterials*, Physical Review B, **81**, 7, 075101 (2010).
- [13] K. Krishnan, N. Ganguli, *Large anisotropy of the electrical conductivity of graphite*, Nature, **144**, 3650, 667 (1939).
- [14] N. Hannay, T. Geballe, B. Matthias, K. Andres, P. Schmidt, D. MacNair, *Superconductivity in graphitic compounds*, Physical Review Letters, **14**, 7, 225 (1965).
- [15] Y. Cao, V. Fatemi, S. Fang, K. Watanabe, T. Taniguchi, E. Kaxiras, P. Jarillo-Herrero, *Unconventional superconductivity in magic-angle graphene superlattices*, Nature, **556**, 7699, 43 (2018).
- [16] Y. Guo, Y. F. Zhang, X. Y. Bao, T. Z. Han, Z. Tang, L. X. Zhang, W. G. Zhu, E. G. Wang, Q. Niu, Z. Q. Qiu, J. F. Jia, Z. X. Zhao, Q. K. Xue, *Superconductivity modulated by quantum size effects*, Science, **306**, 5703, 1915 (2004).
- [17] R. W. Cohen, B. Abeles, *Superconductivity in granular aluminum films*, Physical Review, **168**, 2, 444 (1968).
- [18] V. N. Smolyaninova, B. Yost, K. Zander, M. Osofsky, H. Kim, S. Saha, R. Greene, I. I. Smolyaninov, *Experimental demonstration of superconducting critical temperature increase in electromagnetic metamaterials*, Scientific Reports, **4**, 1, 7321 (2014).
- [19] M. Tarasov, L. Kuzmin, N. Kaurova, *Thin multilayer aluminum structures for superconducting devices*, Instruments and Experimental Techniques, **52**, 877 (2009).
- [20] I. Zaytseva, A. Abaloszew, B. C. Camargo, Y. Syryanny, M. Z. Cieplak, *Upper critical field and superconductor-metal transition in ultrathin niobium films*, Scientific Reports, **10**, 1, 19062 (2020).
- [21] A. Gubin, K. Il'in, S. Vitusevich, M. Siegel, N. Klein, *Dependence of magnetic penetration depth on the thickness of superconducting nb thin films*, Physical Review B, **72**, 6, 064503 (2005).

- [22] A. S. Samsonova, P. I. Zolotov, E. M. Baeva, A. I. Lomakin, N. A. Titova, A. I. Kardakova, G. N. Goltsman, *Signatures of surface magnetic disorder in niobium films*, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **31**, 5, 1 (2021).
- [23] S. Cortés-López, S. Gastélum-Acuña, F. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, R. García-Llamas, F. Pérez-Rodríguez, *Berreman effect in bimetallic nanolayered metamaterials*, Optical Materials, **99**, 109578 (2020).

Capítulo 2

Películas de niobio de baja rugosidad y libres de oxígeno

Resumen:

En este capítulo se describen los detalles del depósito de las películas delgadas del superconductor niobio, el cual forma parte de la nanoestructura superconductor-metal. Las películas se depositaron con la técnica de sputtering con magnetrón bajo dos temperaturas de sustrato (T_s), a saber, 300° C y sin calentamiento intencional del sustrato (RT) para evaluar su efecto en la rugosidad de la superficie. Por otro lado, se diseñó un experimento que protege la superficie de la película mediante el uso de una capa de aluminio de 4.6 nm de grosor para discriminar si las películas del superconductor contenían oxígeno en su bulto. Se determinó que el proceso establecido para depositar niobio es limpio, resultando en una fotoemisión XPS del Nb $3d_{5/2}$ sin señales asociadas a enlaces Nb-O para ambas temperaturas del sustrato. Finalmente, se verificó que el superconductor niobio a temperatura ambiente obedece un comportamiento de Drude-Lorentz en su función dieléctrica. Esta se obtuvo desde mediciones elipsométricas. Detalles de las propiedades superconductoras de estas películas se presentan en el capítulo 4.

2.1. Introducción

Durante el diseño de nanoestructuras de placas apiladas de superconductor con un metal, semiconductor o aislante, se requiere garantizar dos condiciones. La primera es que las películas delgadas que serán apiladas pueden considerarse como placas casi perfectas con interfaz abrupta. Esta condición toma relevancia cuando el diseño de la nanoestructura parte de un modelo teórico. Bajo esta situación, se busca evitar el efecto de entremezclado [1] en la interfaz, ya que el entremezclado exigiría incluir en el modelo una nueva placa que consistiría en una aleación de propiedades físicas desconocidas. La segunda condición es la estequiometría — las propiedades físicas también son dependientes de la estequiometría —.

Para el caso de superconductores de baja temperatura, como es el caso de metales puros, el aspecto más crítico en términos de estequiometría es la formación de un óxido del metal. Se sabe bien que metales de baja pureza presentan propiedades físicas, eléctricas por ejemplo, que difieren de forma importante respecto a un metal de alta pureza. La variación en propiedades eléctricas es evidente durante mediciones a temperatura ambiente, y se vuelve más drástica si el metal es un superconductor cuando se determinan sus propiedades eléctricas a temperaturas < 10 K. Durante la formación de películas delgadas de metales es muy común encontrarse con películas que en su bulto contienen oxígeno — la medición no es sencilla y para cantidades pequeñas se requiere de un equipo muy sensible —, de manera que la película es un metal con átomos de oxígeno en su estructura.

Entre las diferentes técnicas para depositar películas de metal, se encuentra sputtering con magnetrón [2–5]. Esta es una técnica bien establecida, y se sabe que para presiones base de $< 1 \times 10^{-6}$ Torr, la probabilidad de tener oxígeno en el bulto de la película de metal es alta — en la mayoría de los metales no nobles se forma de manera natural una capa de óxido, que es distinto a oxígeno presente en el bulto de la película de metal —. Si a esto se le suma un manejo ineficiente en los procesos de limpieza tanto del sustrato como del equipo, pureza del gas inerte (usualmente argón), ausencia de una cámara de precarga que garantice una cámara de depósito siempre limpia, entonces, es casi seguro que se obtendrá un metal unido a oxígeno en el bulto de la película resultante. Existen otros aspectos en términos de las condiciones experimentales que también toman relevancia tales como si el

**CAPÍTULO 2 PELÍCULAS DE NIOBIO DE BAJA RUGOSIDAD Y
LIBRES DE OXÍGENO**
2.1 INTRODUCCIÓN

depósito se hace bajo calentamiento de sustrato, cambios de presión durante el depósito, materiales de las líneas de alimentación de los flujos de gases, entre otros, pero la presión base y la cámara de precarga son de las más importantes [3-5].

Durante décadas se ha reportado que los metales superconductores presentan propiedades mejoradas si se depositan a temperaturas que oscilan entre los 300° C y los 900° C [6-13]; algunos explican claramente el mecanismo detrás de esta mejora. Aunque el uso de temperaturas de sustrato elevadas puede mejorar las propiedades superconductoras de los metales, es un proceso que también requiere de un mayor consumo energético, tiempo, y equipos de depósito o de crecimiento más costosos. Debido a esto, es importante establecer si el superconductor que contendrá la nanoestructura debe o no depositarse con un proceso de calentamiento del sustrato.

En este capítulo, se pretende mostrar el proceso de depósito de películas delgadas del superconductor niobio, el cual forma parte de la nanoestructura superconductor-metal. Se muestran, de la manera más sucinta, las decisiones que se tomaron para establecer las condiciones experimentales con las que se fabricaron las nanoestructuras.

Las películas se depositaron con la técnica de sputtering con magnetrón sobre sustratos de cuarzo, Si (100) y zafiro (orientación plano C) en un sistema de alto vacío que logró una presión base $< 1 \times 10^{-8}$ Torr ($\sim 1 \times 10^{-6}$ Pa) al inicio de los primeros depósitos de prueba, y que después de más de 12 h de depósitos de prueba llegó a una presión base $< 1 \times 10^{-9}$ Torr. Se usaron dos temperaturas de sustrato, 300° C y sin calentamiento intencional del sustrato (RT). Esto con el fin de evaluar su efecto en la rugosidad de la superficie. La rugosidad debe ser lo más baja posible para imitar los modelos teóricos que usan una configuración de placas perfectas y apiladas. Se encontró que la temperatura de sustrato alta resulta en una rugosidad promedio $\approx 57\%$ menor que RT debido a la mayor movilidad de los átomos que aterrizan sobre la superficie del sustrato durante el proceso sputtering.

Como se mencionó anteriormente, se sabe que la presencia de oxígeno en el bulto de niobio causa detrimento de las propiedades superconductoras. Así, para poder discriminar si las películas de superconductor contenían oxígeno en su bulto, se diseñó un experimento que protege la superficie de la película mediante el uso de una capa de aluminio de 4.6 nm

de grosor. El aluminio y su óxido que se forma con la exposición al ambiente crean una protección para evitar la oxidación natural de la superficie de niobio. Se determinó que el proceso establecido para depositar niobio es extremadamente limpio, ya que la señal de XPS (sensible a los primeros 8–10 nm de la superficie) revela un doblete Nb $3d_{5/2}$ libre de señales asociadas a enlaces Nb-O. Estos resultados mostraron que sí es posible depositar nanoestructuras superconductor-metal sin presencia de oxígeno.

Finalmente, se realizaron mediciones de espectroscopia elipsometría y se propuso un modelo cuarzo/Nb/Nb+huecos (EMA) para determinar la función dieléctrica de las películas. Se encontró que los datos elipsométricos de las películas pueden ajustarse con un modelo de Drude con dos osciladores de Lorentz. Las T_c de las películas de niobio para 300° C y RT con y sin capa protectora de aluminio se presentan en el Capítulo 4. De los resultados de rugosidad, XPS y susceptibilidad magnética se determinaron las condiciones óptimas para el depósito de la nanoestructura superconductor-metal.

2.2. Métodos y experimentos

En esta sección, el énfasis es puesto en la física del proceso de sputtering y los detalles del depósito de películas de niobio. Respecto a las técnicas de caracterización, se presentan difracción de rayos X, XPS, AFM y elipsometría. Las mediciones de susceptibilidad magnética a temperaturas bajas (< 16 K) se presentan en el capítulo 4.

Sputtering es un proceso en el que básicamente se transfiere momento de iones de partículas de gases neutrales (usualmente argón) a la superficie de un material del que se desea hacer la película delgada, a este material se le conoce como target [2–5]. En la comunidad de investigadores latinoamericanos que usan sputtering es de uso estándar el manejo de la palabra target en lugar de su traducción al español, objetivo. Lo mismo ocurre con la palabra sputtering, que suele traducirse como espurreo o pulverización catódica, así, se dejarán las dos palabras en su forma nativa, sputtering y target para evitar confusiones. Los iones (Ar^+) que se aceleran y colisionan la superficie del target (que es el cátodo), debido a la diferencia de potencial aplicado por la potencia suministrada (el ánodo son las paredes de la cámara de sputtering y el sustrato), son absorbidos o reflejados [3,4]. Cualquiera de estos dos eventos dependerá de la energía de los iones. Si

la energía es lo suficientemente alta, los iones pueden penetrar la red atómica del target e iniciar un proceso de degradación de la superficie del target. Si la energía de los iones supera un valor umbral (que es distinto para cada tipo de material) los átomos del target empiezan a escapar de su superficie. La energía necesaria para lanzar un átomo de la superficie del target es usualmente de 3 a 4 veces mayor que la energía de enlace de esos átomos. Al establecerse el cátodo, ánodo, diferencia de potencial y gas neutral se generan más iones positivos debido al suministro constante de gas neutral, estableciendo una presión de trabajo del orden de 10^{-3} Torr. Por otro lado, si la energía transferida de los iones incidentes es todavía mayor que 4 veces la energía de enlace, los átomos eliminados chocarán con otros átomos en la red atómica del target dando lugar a un acumulamiento de energía que resulta en una cascada de colisiones. La cascada de colisiones forma un número de procesos tales como átomos arrancados del target, implantación de iones dentro del target, creación de electrones secundarios y especies neutrales reflejadas. Después de unas colisiones, los átomos removidos alcanzan la superficie del sustrato con su energía remanente. La diferencia de potencial que se suministra de manera constante sostiene la descarga, dando lugar a un flujo de especies desde la superficie del target que es proporcional a la energía del ion [3, 4].

Para incrementar la cantidad de iones en el plasma se utiliza un magnetrón circular por debajo del target formado por dos magnetos que comparten el mismo eje axial. El campo magnético resultante atrapa a los electrones secundarios, mediante la fuerza de Lorentz, en la proximidad de la superficie del target. Estos electrones, a su vez, ionizan el gas neutral que circunda la superficie del target. Lo que proporciona una mayor probabilidad de colisiones y por lo tanto, incrementa el grado de ionización. Como resultado se obtiene más material removido de la superficie del target por cada ion incidente.

2.2.1. Diseño de películas de niobio

La etapa previa a la fabricación de las películas de niobio consistió en la planificación y diseño de monocapas del superconductor. Para esto, se depositaron muestras bajo diferentes presiones de trabajo con el fin de evaluar la estabilidad de la presión durante el proceso de sputtering, así como para censar la rugosidad promedio y homogeneidad de la superficie de las muestras. Después, se hicieron muestras con diferentes tiempos de

depósito para determinar la tasa de crecimiento (nm/min) de la película. En paralelo a estas pruebas, se varió la frecuencia de la fuente DC y la temperatura del sustrato.

Una vez que se eligieron las condiciones más adecuadas, se optó por dos diseños de las películas de niobio. El primero consiste de una película de niobio de espesor d_{Nb} . El segundo en la película de niobio de espesor d_{Nb} con una capa protectora de aluminio, sobre la película de Nb, de espesor d_a . En ambos casos, el espesor d_{Nb} de la película de niobio se decidió que fuese mayor a 4 veces la longitud de coherencia de los pares de Cooper de Nb en bulto ($\xi_{Nb} = 39 - 40$ nm [14]). Esto con el fin de observar la transición al estado superconductor de las películas en valores de temperatura cercanos a la T_c de niobio en bulto, a saber, $T_c = 9.2$ K. Se ha observado un decremento en la T_c en películas policristalinas de niobio respecto de la temperatura de transición de Nb en bulto si el espesor es menor a 100 nm [15, 16]. Gracias a la información recabada previamente, se calibró la tasa de depósito para que el espesor de las películas fuera de $d_{Nb} = 160.2$ nm $> 4 \xi_{Nb}$. En la figura 2.1 se observa un bosquejo del diseño de las películas de niobio, en el panel (a) sin capa protectora y en el panel (b) con capa protectora de aluminio. El propósito de la capa protectora de aluminio se discute en la subsección 2.2.4.

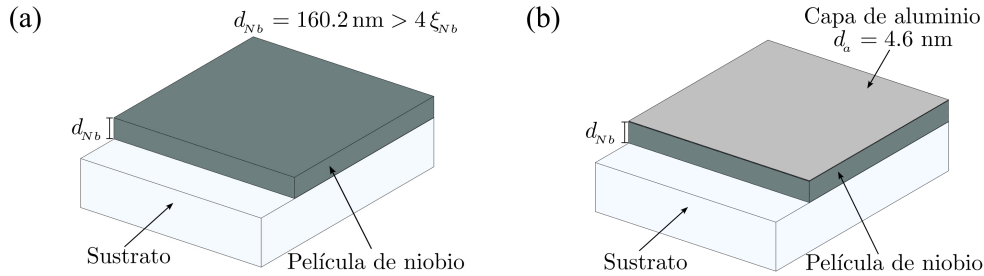


Figura 2.1: Película de niobio (a) sin capa protectora de aluminio y (b) con capa protectora de aluminio.

2.2.2. Tipo de sustratos

Durante la planificación del depósito de las películas de niobio, otro aspecto importante es la elección del sustrato sobre el que se deposita la película. Sustratos como el semiconductor silicio dan una superficie suave de las películas que se depositan sobre este, pero en mediciones eléctricas, las propiedades del semiconductor podrían interferir con la respuesta eléctrica real de la película. En contraste, los sustratos de cuarzo son

menos lisos que el silicio, tienen una estructura amorfa, son adecuados para las mediciones eléctricas y magnéticas, pero bajo condiciones energéticas altas, los átomos de oxígeno podrían migrar dentro de la película. El zafiro ha sido utilizado con éxito en el depósito de películas superconductoras [7,17,18], puede inducir una orientación durante el crecimiento de la película, es resistente a altas temperaturas, pero es muy costoso en comparación con silicio y cuarzo. Para evadir problemas en las mediciones derivadas del tipo de sustrato, se decidió utilizar silicio (100), cuarzo y zafiro [plano-C (0001)] para el depósito de las películas de niobio. Durante algunos de los procesos de depósito se emplearon al menos dos de los tres sustratos, de manera que la película depositada tiene su muestra testigo, pero sobre diferente sustrato. Cabe señalar que cada muestra depositada sobre cuarzo, también tiene al menos una testigo depositada al mismo tiempo, lo mismo ocurre para el silicio. Para el zafiro solo se usó un sustrato de 1 cm × 1 cm.

Los sustratos de cuarzo y silicio (100) fueron lavados, previo al depósito, siguiendo el procedimiento descrito en el apéndice A. Los sustratos de zafiro (0001) estaban empaquetados en vacío, por lo que no se efectuó ningún procedimiento de limpieza.

2.2.3. Condiciones de crecimiento de las películas de niobio

Como se mencionó anteriormente, el método de crecimiento de las películas de niobio fue sputtering DC pulsado con una frecuencia de 20 kHz (el efecto de la frecuencia de la fuente DC en la morfología de las películas se presenta en el apéndice B). Previo a los procesos de depósito, la cámara de proceso del sistema sputtering fue evacuada hasta que el valor de la presión era menor a 1×10^{-8} Torr ($\sim 1 \times 10^{-6}$ Pa). Durante los diferentes procesos de depósito la presión de trabajo se fijó en 5 mTorr ($\sim 1 \times 10^{-6}$ Pa), es decir, se usó una presión de trabajo de 5 mTorr. El blanco utilizado era de niobio con una pureza de 99.95 %. La atmósfera durante el depósito consistió de argón de pureza 99.9999 % (conocido como de grado investigación). Al portasustratos se le aplicó una diferencia de potencial de 60 V, con polaridad negativa, para mejorar las propiedades mecánicas de las películas depositadas [19] y una rotación de 5 rpm para lograr una superficie uniforme. Las condiciones utilizadas para el depósito de películas de niobio se resumen en la tabla 2.1.

**CAPÍTULO 2 PELÍCULAS DE NIOBIO DE BAJA RUGOSIDAD Y
LIBRES DE OXÍGENO
2.2 MÉTODOS Y EXPERIMENTOS**

Se fabricaron 4 películas delgadas de niobio bajo diferentes condiciones. Para facilitar su identificación, las etiquetas de las muestras incluyen información sobre sus características distintivas. Por ejemplo, si tienen capa protectora de aluminio se indica mediante *_Al* y entre paréntesis se señalan dos características; la primera es que se trata de muestras monocapa mediante la abreviatura MC (AP se reserva para apilamiento) y la segunda es la temperatura del sustrato durante el depósito 300C para $T_s = 300^\circ \text{C}$ y RT para temperatura ambiente. De esta manera las muestras con temperatura de sustrato $T_s = 300^\circ \text{C}$ sin capa protectora de aluminio y con capa protectora están etiquetadas como Nb (MC_300C) y Nb_Al (MC_300C) respectivamente. Por su parte, las muestras con temperatura de sustrato $T_s = \text{RT}$ sin capa protectora de aluminio y con capa protectora tienen etiquetas Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT) respectivamente.

Película	Nb (MC_300C)	Nb_Al (MC_300C)	Nb (MC_RT)	Nb_Al (MC_RT)
Presión (mTorr)	5	5	5	5
Potencia (W)	150	150	150	150
Frecuencia (kHz)	20	20	20	20
Rotación (rpm)	5	5	5	5
Flujo de Ar (sccm)	13	13	13	13
T_s	300° C	300° C	RT	RT
Capa de Al	No	Si	No	Si

Cuadro 2.1: Parámetros utilizados en los procesos de depósito de las películas de Nb.

2.2.4. Depósito de la capa protectora de aluminio para evitar la oxidación de la superficie de las películas

Como se muestra en la tabla 2.1, se depositaron películas con y sin capa protectora de aluminio para las temperaturas de sustrato de 300°C y RT. Esto con la intención de corroborar que el depósito de la película de niobio estuviese libre de contaminación cruzada y contaminación por oxígeno. El oxígeno afecta las propiedades eléctricas de películas de niobio superconductoras, es decir, afecta las propiedades eléctricas a baja temperatura. Además, se espera una mejora en las propiedades superconductoras de las películas recubiertas con la capa protectora de aluminio respecto de las que no tienen

capa protectora debido a la oxidación natural en la superficie de las películas sin capa de aluminio.

La capa de aluminio se depositó inmediatamente después de depositar la película niobio, es decir, sin retirar la película de la cámara principal del sputtering. Por esta razón, las condiciones del depósito de la capa de aluminio son las mismas que se utilizaron en el depósito de la película. El espesor de la capa de aluminio es de 4.6 nm. Este espesor se calibró mediante experimentos previos en los que se depositaron capas de aluminio de menor espesor. A través de mediciones de XPS, se observó que si el espesor de la capa es menor a 4.6 nm el oxígeno penetra al interior de la película y se enlaza con el niobio. Por el contrario, con un espesor de 4.6 nm el oxígeno no penetra al interior de la película y permanece enlazado al aluminio.

2.2.5. Caracterización de las películas de niobio

Las películas de niobio se caracterizaron utilizando diferentes técnicas. La estructura cristalina se analizó a través de XRD. La composición química de los primeros nanómetros a partir de la superficie se evaluó mediante XPS. La morfología de la superficie se estudió a través de mediciones AFM. La función dieléctrica efectiva a temperatura ambiente se midió usando espectroscopía elipsométrica. Detalles de las condiciones de medición para cada una de las técnicas se presentan en el apéndice C.

2.3. Resultados y discusión

En esta sección se presentan los resultados de la caracterización de las películas de niobio. Los resultados se discuten comparando las películas con base en el diseño y las condiciones de crecimiento.

2.3.1. Difracción de rayos X

En la figura 2.2 se muestran los difractogramas de rayos X de las películas de niobio. Los paneles (a), (b), (c) y (d) corresponden a las películas Nb (MC_300C), Nb-Al (MC_300C),

**CAPÍTULO 2 PELÍCULAS DE NIOBIO DE BAJA RUGOSIDAD Y
LIBRES DE OXÍGENO**
2.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT), respectivamente, ver tabla 2.1. En los difractogramas de rayos X de cada una de las películas se observan claramente tres diferentes picos asociados a las difracciones de los planos con índices de Miller (110), (200) y (211) en $2\theta = 38.7^\circ$, 55.95° y 70° , respectivamente. Este patrón de difracción corresponde a la estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc) de niobio y está en concordancia con lo reportado en la ficha con número 01-089-5008 [14], cuyo espectro de difracción se muestra en línea punteada en cada panel de la figura 2.2. Como se puede observar a partir de los difractogramas, el aumento de la temperatura del sustrato de RT a 300°C no induce un cambio en la estructura cristalina. El parámetro de red de la estructura cristalina bcc de las películas de niobio, de acuerdo con lo reportado en la ficha, es $a = 3.2948\text{ \AA}$. Los patrones de difracción indican un crecimiento policristalino bajo las condiciones seleccionadas para el depósito. También se observa que, para todas las películas, las intensidades asociadas al plano (110) son mayores que las de los planos (200) y (211). Por lo que todas las películas tienen un crecimiento policristalino. No obstante, en [21] se ha sugerido que los picos de difracción asociados a los planos (200) y (211) en películas de niobio están asociados al estrés por crecimiento que sufre la película.

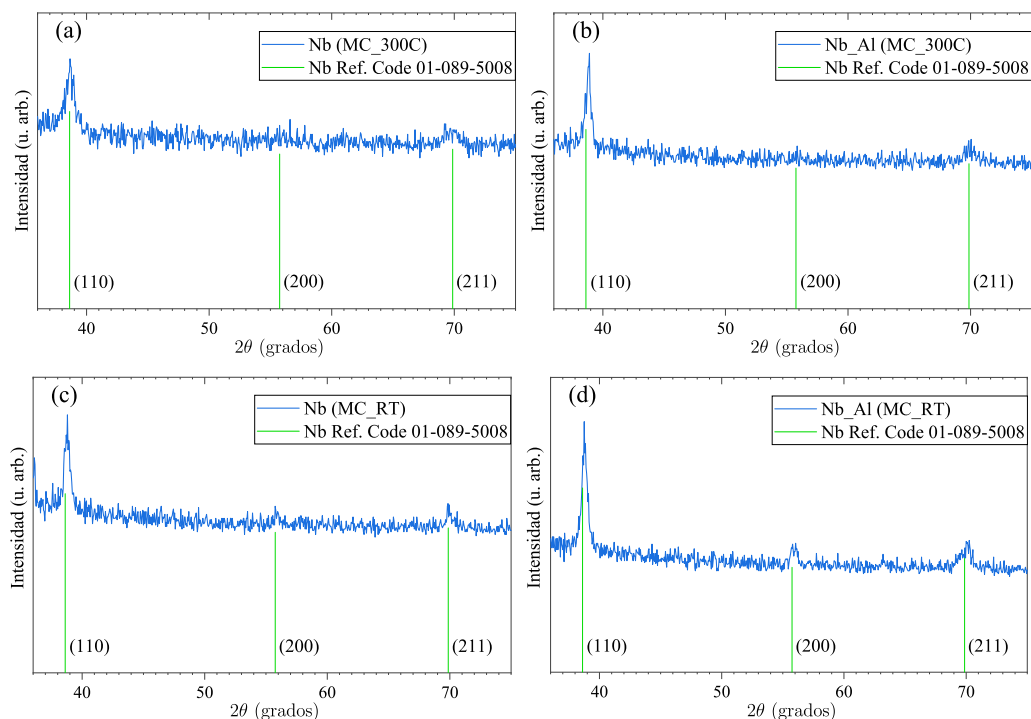


Figura 2.2: Difracción de rayos X para las películas de niobio depositadas sobre cuarzo con los índices de los planos de niobio, (a) Nb (MC_300C), (b) Nb_Al (MC_300C), (c) Nb (MC_RT) y (d) Nb_Al (MC_RT).

2.3.2. Espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X

En la figura 2.3 se muestra el espectro de inspección XPS de la película de niobio Nb (MC_RT). Esta muestra no tiene capa protectora de aluminio. Desde el espectro de inspección XPS se registraron señales asociadas a Nb, C, y O que se indican en la figura 2.3 con línea (-). En la figura 2.4 se presentan los espectros de alta resolución para esta misma película. A pesar de que en el espectro de baja resolución de XPS (figura 2.3) se observan señales de Nb 3s, Nb 3p y Nb 3d, la más apropiada para investigar los compuestos formados por oxígeno y niobio (óxidos de niobio) es la señal de Nb 3d [22,23]. El panel (a) de la figura 2.4 muestra el espectro de alta resolución de Nb 3d. En el espectro aparecen dos señales, ambas constan de un doble pico o doblete. La primera corresponde a Nb, específicamente los dos picos asociados a niobio tienen una energía de enlace de 202.105 eV para Nb 3d_{5/2} y 204.805 eV para Nb 3d_{3/2}. La segunda corresponde a niobio enlazado a oxígeno, específicamente a Nb₂O₅, esto de acuerdo con lo reportado en las referencias [22, 23] que indican la presencia de este óxido en el rango de energía de 206 eV a 212 eV. Este óxido, Nb₂O₅, se encuentra en la superficie de la película y se forma a causa de la exposición ambiental. En el panel (b) de la figura 2.4 se presenta el espectro de alta resolución de carbono. Este espectro demuestra que la película de niobio no contiene carbono en su bulto, ya que, las señales que se observan provienen de carbono adventicio. El panel (c) de la figura 2.4 corresponde al espectro de alta resolución de oxígeno. Este espectro contiene la contribución del óxido de niobio, Nb₂O₅, con energía de enlace de aproximadamente 530.3 eV. Además, contiene también las contribuciones de carbono enlazado a oxígeno en energías de enlace de 532 eV y 533 eV que están asociadas con la exposición ambiental de las películas.

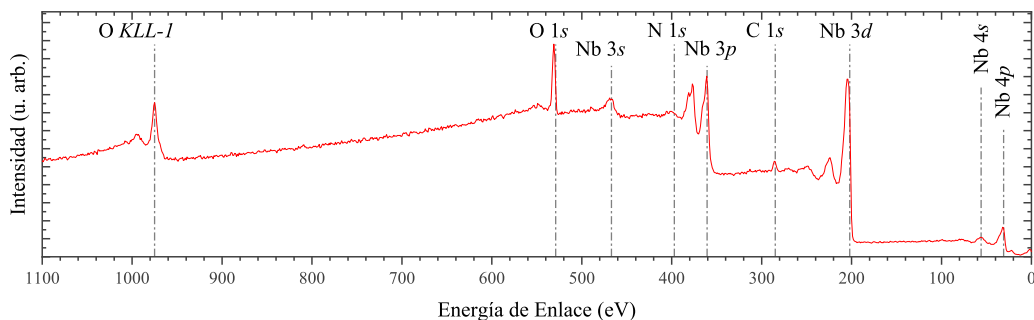


Figura 2.3: Espectro de inspección XPS de la película Nb (MC_RT).

**CAPÍTULO 2 PELÍCULAS DE NIOBIO DE BAJA RUGOSIDAD Y
LIBRES DE OXÍGENO**
2.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

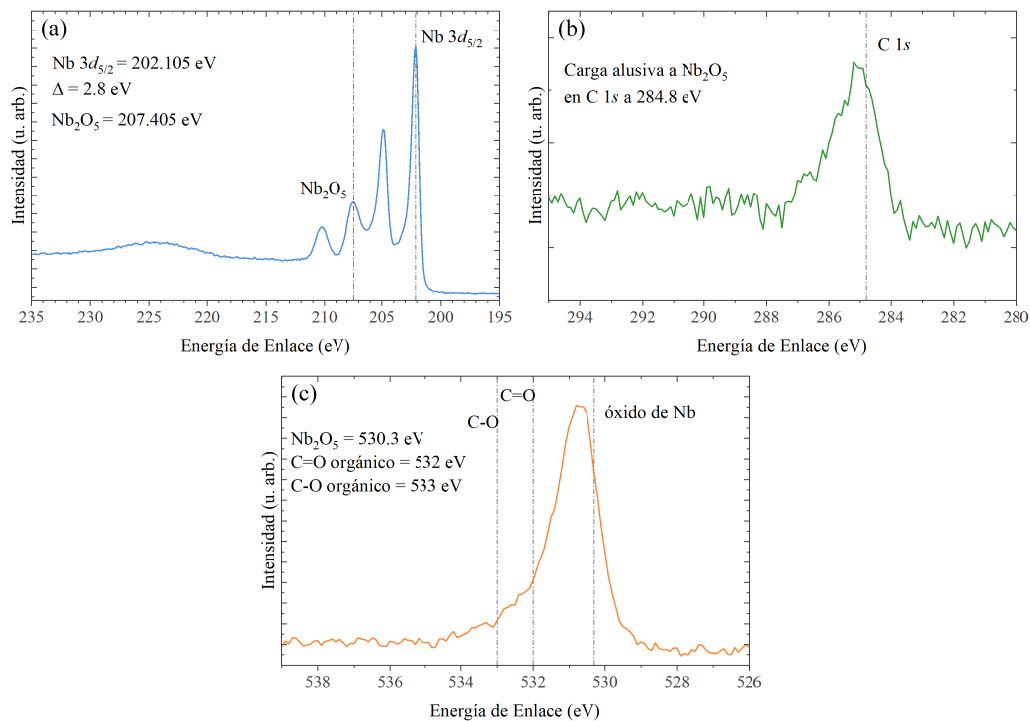


Figura 2.4: Espectros XPS de alta resolución de la película Nb(MC_RT), (a) señal de Nb3d, (b) señal de C1s y (c) señal de O1s.

Ahora bien, en la figura 2.5 se observa el espectro de inspección de XPS de la película de niobio Nb_Al(MC_RT). Esta muestra tiene capa protectora de aluminio. En el espectro de baja resolución se detectaron señales de Nb, Al, C, y O las cuales se indican en la figura 2.5 con línea (-). En la figura 2.6 están los espectros de alta resolución de las señales detectadas en el espectro de baja resolución de la película de niobio Nb_Al(MC_RT). En el espectro de alta resolución de niobio de la película, panel (a), se observa un doblete. Los picos del doblete corresponden a Nb 3d_{5/2} con una energía de enlace de 202.105 eV y Nb 3d_{3/2} con una energía de enlace de 204.805 eV. Estos picos son asimétricos y tienen una diferencia de energía de enlace de $\Delta = 2.7$ eV. Lo anterior concuerda con otros trabajos de investigación acerca del contenido de oxígeno en películas de niobio, donde se ha reportado un doble pico en energías de enlace entre 200 eV y 206 eV cuando no existe contribución de oxígeno, es decir, niobio puro [22, 23]. En el panel (b) de la figura 2.6 se muestra el espectro de alta resolución de XPS de aluminio que contiene dos contribuciones. Una es la señal de Al 2p, aluminio puro, que tiene una energía de enlace de 72.49 eV. La otra es la señal de óxido de aluminio con una energía de enlace 75.6 eV. Ambos valores de energía de enlace de estas contribuciones están cercanos a los valores reportados [18–21]. Además, ambas

**CAPÍTULO 2 PELÍCULAS DE NIOBIO DE BAJA RUGOSIDAD Y
LIBRES DE OXÍGENO**
2.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

señales son esperadas debido a que el oxígeno proveniente del medio ambiente reacciona y se enlaza a los átomos de la capa de aluminio, sin penetrar por completo esta capa y por ende hacia la película de niobio. Los paneles (c) y (d) de la figura 2.6 confirman esto. En ellos se exponen los espectros de carbono y oxígeno, respectivamente. El espectro de carbono tiene las contribuciones de óxido nativo de aluminio, con energía de enlace de 286 eV, y de carbono enlazado a oxígeno [18–21]. Mientras que el espectro de oxígeno contiene contribuciones de óxido de aluminio, en 531.1 eV, junto con dos que provienen de carbono enlazado a oxígeno con energías de enlace de 532 eV y 533 eV [18–21].

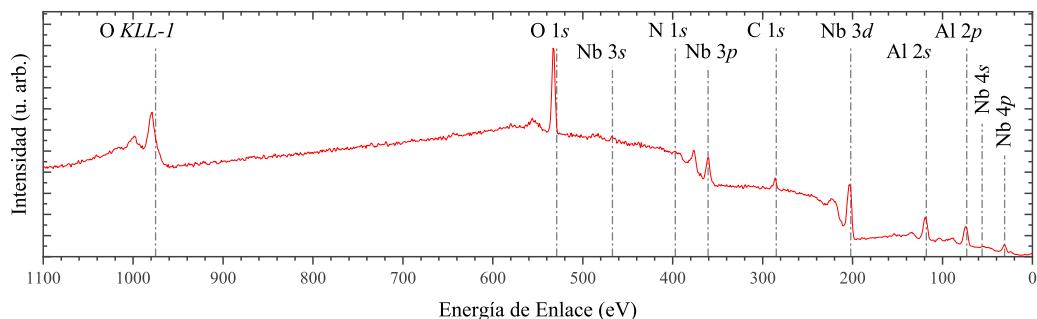


Figura 2.5: Espectro de inspección XPS de la película Nb/Al (MC_RT).

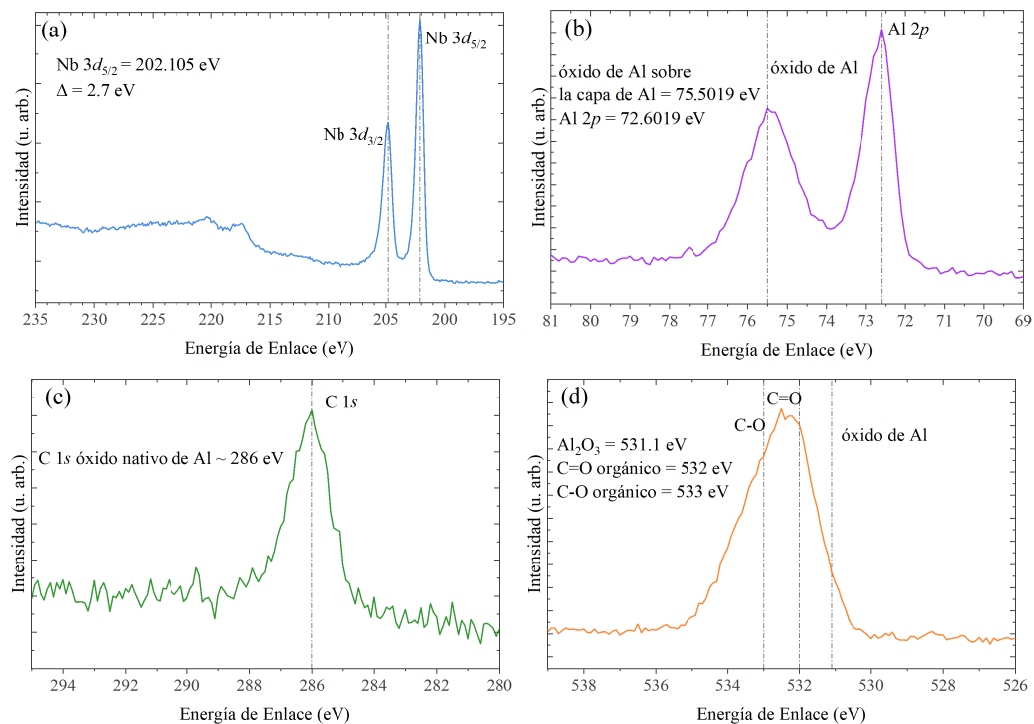


Figura 2.6: Espectros XPS de alta resolución de la película Nb/Al (MC_RT), (a) señal de Nb3d, (b) señal de Al2p, (c) señal de C1s y (d) señal de O1s.

2.3.3. Microscopía de fuerza atómica

En la figura 2.7 se presenta la morfología de las películas de niobio sin capa de aluminio, Nb(MC_300C) y Nb(MC_RT) (véase la tabla 2.1). Como se observa, las películas de niobio tienen una microestructura granular. Los granos que forman la película de niobio tienen una forma redonda y elongada. Estos granos están distribuidos homogéneamente en la superficie de la película. No se observan variaciones considerables en el tamaño de los granos, el tamaño promedio de los granos es de 55 nm. A pesar de que la película Nb(MC_300C) [panel (a)] se depositó con calentamiento del sustrato (300° C), no se observa un cambio en la morfología con respecto a la película Nb(MC_RT) [panel (b)] que se depositó sin calentamiento intencional del sustrato (RT). De manera simultánea al escaneo de la superficie, se evalúa la rugosidad de la superficie de las películas. El perfil de rugosidad se calcula mediante la diferencia de alturas que censa la punta del AFM. Después, el equipo realiza un proceso de análisis estadístico y evalúa la rugosidad cuadrática media (RMS o Rq). La RMS se calcula a partir de la raíz cuadrada del promedio de las desviaciones de la altura relativa respecto de la línea media, de cada píxel, al cuadrado [29, 30]. Más detalles sobre el cálculo de la rugosidad se presentan en el apéndice C. El análisis estadístico de los parámetros de la superficie muestra que las películas tienen una rugosidad cuadrática media de 3.1 nm y 5.4 nm para Nb(MC_300C) y Nb(MC_RT), respectivamente. Por ende, la temperatura de sustrato alta resulta en una rugosidad promedio $\approx 57\%$ menor con respecto al valor de rugosidad promedio a RT. Las características resaltadas anteriormente son consecuencia de las condiciones seleccionadas para el depósito. En el apéndice B se presentan la variación de la morfología y las propiedades mecánicas de las películas de niobio al cambiar la frecuencia de la fuente pulsada DC. Las variaciones en el parámetro de rugosidad se deben a la mayor movilidad de los átomos que aterrizan sobre la superficie del sustrato durante el proceso sputtering. Los átomos de niobio que aterrizan sobre un sustrato a temperatura de 300° C tendrán mayor movilidad sobre la superficie que a RT, esta afirmación es consistente con el modelo de crecimiento de Thornton [24]. En nuestro caso, sin embargo, la diferencia en las temperaturas del sustrato no es tan drástica, de manera que tanto la fuerza lateral de la superficie y la densidad de la película no se ven seriamente comprometidas.

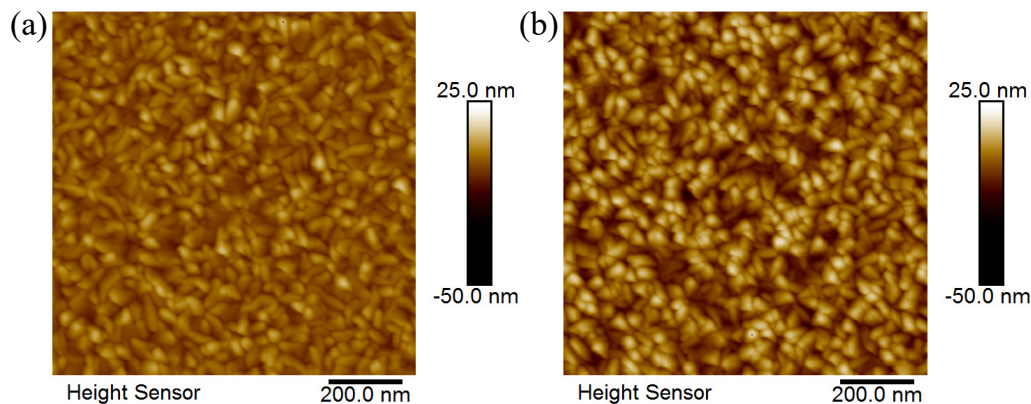


Figura 2.7: Imagen de la morfología de la superficie de las películas de niobio. La superficie medida es de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$. En (a) Nb(MC_300C) y en (b) Nb(MC_RT).

2.3.4. Espectroscopía elipsométrica

La función dieléctrica a temperatura ambiente de las películas de niobio sin capa de aluminio se muestra en la figura 2.8. El panel (a) corresponde a la muestra Nb(MC_300C) y el panel (b) a Nb(MC_RT). La escala del lado izquierdo corresponde a la parte real de la permitividad (ϵ_r), mientras que la escala del lado derecho corresponde a la parte imaginaria (ϵ_i). A partir de la figura 2.8 se ve que la función dieléctrica de las películas de niobio tiene un comportamiento metálico. La parte real de la función dieléctrica ϵ_r es negativa, pero aumenta a medida que la frecuencia también aumenta. Mientras que la parte imaginaria ϵ_i tiene valores positivos que disminuyen conforme aumenta la frecuencia. No obstante, el comportamiento de la función dieléctrica no es simplemente Drude, sino que está descrito por el modelo de Drude-Lorentz. Esto es de esperarse, ya que como se mencionó anteriormente, el espesor de las películas se diseñó también para que superase el valor de espesor de la percolación. La tabla 2.2 contiene los valores de los parámetros de ajuste que se usaron para las funciones dieléctricas de las películas Nb(MC_300C) y Nb(MC_RT). Donde, ϵ_∞ es la constante dieléctrica a altas frecuencias, ω_p es la frecuencia de plasma que corresponde al valor cuando la constante dieléctrica es nula, ω es la frecuencia de la luz incidente, Γ_d (en eV) es la frecuencia de colisión de los electrones, f_j es la fuerza del oscilador de Lorentz, ω_{0j} (en eV) es la frecuencia de resonancia del oscilador j y γ_j es el coeficiente de amortiguamiento del oscilador j . Más detalles sobre este modelo de ajuste se presentan en el apéndice C.

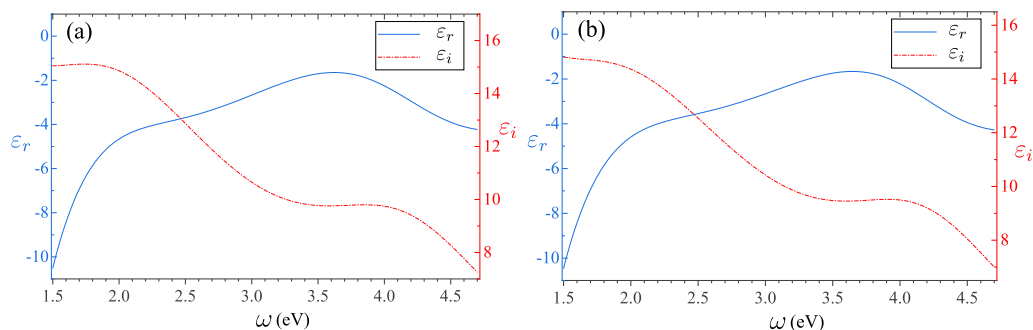


Figura 2.8: Función dieléctrica de las películas de niobio. En (a) Nb (MC_300C) y en (b) Nb (MC_RT).

Parámetro	ε_{∞}	ω_p	Γ_d	f_1	ω_{01}	γ_1	f_2	ω_{02}	γ_2
Nb (MC_300C)	2.95	7.81	0.17	14.88	2.35	2.85	3.17	4.31	2.03
Nb (MC_RT)	2.80	7.64	0.19	14.85	2.41	3.09	2.62	4.31	1.87

Cuadro 2.2: Valores de los parámetros de ajuste de la función dieléctrica de las películas de niobio.

2.4. Conclusiones

Se depositaron películas policristalinas de niobio. Esto se ve a partir del patrón de difracción de rayos X que tiene tres picos asociados a los planos (110), (200) y (211). Estos planos de difracción son consistentes con una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc). Además, las películas tienen una tendencia a crecer siguiendo la orientación del plano (110). No se halló evidencia de que las temperaturas usadas para calentar el sustrato, a saber 300° C y RT, influyan en la estructura cristalina de las películas de niobio.

Para verificar que el bulto de la película de niobio estuviese libre de contaminación por oxígeno, algunas películas se recubrieron con una capa ultradelgada de aluminio. A través de caracterización de la superficie mediante la técnica de XPS se calibró el espesor de esta capa en 4.6 nm. Los espectros de alta resolución de Nb 3d revelaron que, si la película se cubre con esta capa de aluminio el niobio permanece libre de contaminación por oxígeno. Pero, si la película no se cubre con la capa de aluminio la superficie de la película se oxida. Este óxido de niobio, a saber Nb₂O₅, se forma en la superficie únicamente, ya que el espectro de alta resolución de Nb 3d tiene las contribuciones de este óxido, en menor medida, y de niobio puro, en mayor medida.

La topografía de la superficie de las películas sin capa protectora de aluminio se examinó a través de mediciones de AFM. En las películas examinadas se varió la temperatura del sustrato en el proceso de depósito, en la primera la temperatura del sustrato era de 300° C y en la segunda el sustrato estaba a temperatura ambiente. No se observó un cambio morfológico en la superficie de la película depositada con calentamiento del sustrato respecto a la que no tuvo calentamiento intencional del sustrato. A pesar de que el calentamiento del sustrato proporciona una rugosidad menor con respecto a no tener calentamiento de este, es una diferencia pequeña de 2.3 nm. Por lo que, se optará por fabricar la nanoestructura sin calentamiento del sustrato. Esto porque ahorra tiempo en el proceso de depósito y, más aún, porque no se ha investigado el efecto que pudiese causar en la interfaz entre la capa superconductora y no superconductora. Este efecto pudiese ser entremezclado de ambas capas, en una sección con espesor de algunos nanómetros, o hasta la formación de un compuesto o aleación de ambas de capas.

La función dieléctrica a temperatura ambiente sigue un comportamiento metálico que se ajusta con el modelo de Drude-Lorentz. Los parámetros de ajuste son diferentes pero muy cercanos entre sí.

Con base en los resultados, se seleccionaron las condiciones de depósito de las películas de niobio para la nanoestructura. Las películas de niobio mostraron características similares, para ambas condiciones de la temperatura del sustrato, en cuanto a la estructura cristalina. Las mediciones XPS de películas de niobio con y sin capa de aluminio, confirman que el bulto de las películas está libre de contaminación por oxígeno. Además, la capa protectora de aluminio previene la oxidación superficial de la película. Por lo tanto, se incluirá en el diseño de la nanoestructura. Se optará por no calentar el sustrato durante el depósito de la nanoestructura. Porque el proceso de calentamiento consume tiempo y su efecto en la interfaz entre las capas superconductora y no superconductora es desconocido. No obstante, no se descarta investigar los efectos del calentamiento del sustrato en las interfaces de la nanoestructura en un futuro trabajo de investigación.

Bibliografía

- [1] S. Cortés-López, S. L. Gastélum-Acuña, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, R. García-Llamas, F. Pérez-Rodríguez, *Berremán effect in bimetallic nanolayered metamaterials*, *Optical Materials*, **99**, 109578 (2020).
- [2] I. Bello, *Vacuum and Ultravacuum: Physics and Technology*, pp. 941-943 (2017).
- [3] J. T. Gudmundsson, D. Lundin, *Introduction to magnetron sputtering*, High power impulse magnetron sputtering, pp. 1-48 (2020).
- [4] J. T. Gudmundsson, *Physics and technology of magnetron sputtering discharges*, *Plasma Sources Science and Technology*, **29**, 11, 113001 (2020).
- [5] P. J. Kelly, R. D. Arnell, *Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications*, *Vacuum*, **56**, 3, 159 (2000).
- [6] A. Klimov, W. Słysz, M. Guziejewicz, V. Kolkovsky, M. Węgrzecki, J. Bar, B. Sereďyński, *Critical current and electric transport properties of superconducting epitaxial Nb (Ti) N submicron structures*, In *Electron Technology Conference 2016*, **10175**, 184 (2016).
- [7] J. C. Villegier, S. Bouat, P. Cavalier, R. Setzu, R. E. de Lamaestre, C. Jorel, P. Ruterana, *Epitaxial growth of sputtered ultra-thin NbN layers and junctions on sapphire*, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **19**, 3, 3375 (2009).
- [8] S. Cherednichenko, P. Yagoubov, K. Il'in, G. Gol'tsman, E. Gershenzon, *Large bandwidth of NbN phonon-cooled hot-electron bolometer mixers on sapphire substrates*. In *Proc. 8th Int. Symp. on Space Terahertz Technology*, **245**, 972 (1997).

- [9] S. Kubo, M. Asahi, M. Hikita, M. Igarashi, *Magnetic penetration depths in superconducting NbN films prepared by reactive dc magnetron sputtering*, Applied physics letters, **44**, 2, 258 (1984).
- [10] E. A. Ilyina, G. Rosaz, J. B. Descarrega, W. Vollenberg, A. J. G. Lunt, F. Leaux, M. Taborelli, *Development of sputtered Nb₃Sn films on copper substrates for superconducting radiofrequency applications*, Superconductor Science and Technology, **32**, 3, 035002 (2019).
- [11] S. C. Speller, C. Aksoy, M. Saydam, H. Taylor, G. Burnell, A. T. Boothroyd, C. R. M. Grovenor, *Analysis of Fe_ySe_{1-x}Te_x thin films grown by radio frequency sputtering*, Superconductor Science and Technology, **24**, 7, 075023 (2011).
- [12] W. Y. Lee, J. Salem, V. Lee, C. T. Rettner, G. Gorman, R. Savoy, D. W. Chung, *Effects of deposition conditions on the superconducting properties of rf and dc magnetron sputter-deposited YBa₂Cu₃O_{7-x} films*, Thin Solid Films, **166**, 181 (1988).
- [13] M. N. Sayeed, U. Pudasaini, G. V. Eremeev, H. E. Elsayed-Ali, *Fabrication of superconducting Nb₃Sn film by Co-sputtering*, Vacuum, **212**, 112019 (2023).
- [14] R. Kleiner, W. Buckel, *Superconductivity: An Introduction*, Jhon Wiley & Sons (2016).
- [15] A. I. Gubin, K. S. Il'in, S. A. Vitusevich, M. Siegel, N. Klein, *Dependence of magnetic penetration depth on the thickness of superconducting Nb thin films*, Physical Review B, **72**, 6, 064503 (2005)
- [16] I. Zaytseva, A. Abalozzew, B. C. Camargo, Y. Syryanyy, M. Z. Cieplak, *Upper critical field and superconductor-metal transition in ultrathin niobium films*, Scientific Reports, **10**, 1, 19062 (2020).
- [17] A. Semenov, B. Günther, U. Böttger, H. W. Hübers, H. Bartolf, A. Engel, N. A. Gippius, *Optical and transport properties of ultrathin NbN films and nanostructures*, Physical Review B, **80**, 5, 054510 (2009).
- [18] R. Espiau de Lamaestre, P. Odier, J. C. Villégier, *Microstructure of NbN epitaxial ultrathin films grown on A-, M-, and R-plane sapphire*, Applied Physics Letters, **91**, 23, 232501 (2007).

- [19] M. Audronis, A. Leyland, P.J. Kelly, A. Matthews, *The effect of pulsed magnetron sputtering on the structure and mechanical properties of CrB2 coatings*, Surf. Coat. Technol., **201**, 3970 (2006).
- [20] G. Brauer, J. Jander, *Die nitride des niobs*, Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie, **270**, 1-4, 160 (1952).
- [21] F. Seifried, H. Leiste, R. Schwaiger, S. Ulrich, H.J. Seifert, M. Stueber, *Structure, morphology and selected mechanical properties of magnetron sputtered (Mo, Ta, Nb) thin films on NiTi shape memory alloys*, Surf. Coat. Technol., **347**, 379 (2018).
- [22] Q. Ma, R.A. Rosenberg, *Angle-resolved X-ray photoelectron spectroscopy study of the oxides on Nb surfaces for superconducting r. f. cavity applications*, Appl. Surf. Sci., **206**, 1, 209 (2003).
- [23] Q. Ma, P. Ryan, J.W. Freeland, R.A. Rosenberg, *Thermal Effect on the Oxides on Nb (100) Studied by Synchrotron-Radiation X-ray Photoelectron Spectroscopy*, J. Appl. Phys., **96**, 12, 7675 (2004).
- [24] J. A. Thornton, *Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings*, Journal of Vacuum Science and Technology, **11**, 4, 666 (1947).
- [25] V. Maurice, G. Despert, S. Zanna, P. Josso, M.-P. Bacos, P. Marcus *XPS study of the initial stages of oxidation of $\alpha 2$ -Ti3Al and γ -TiAl intermetallic alloys*, Acta materialia, **55**, 10, 3315 (2007).
- [26] S. Gredelj, A. R. Gerson, S. Kumar, G. P. Cavallaro, *Characterization of aluminium surfaces with and without plasma nitriding by X-ray photoelectron spectroscopy*, Applied Surface Science, **174**, 3-4, 240 (2001).
- [27] E. Hoque, J. A. DeRose, G. Kulik, P. Hoffmann, H. J. Mathieu, B. Bhushan, *Alkylphosphonate modified aluminum oxide surfaces*, The Journal of Physical Chemistry B, **110**, 22, 10855 (2006).
- [28] P. Motamedi, K. Cadien, *XPS analysis of AlN thin films deposited by plasma enhanced atomic layer deposition*, Applied Surface Science, **315**, 104 (2014).

- [29] Y. Gong, J. Xu, R. C. Buchanan, *Surface roughness: A review of its measurement at micro-/nano-scale*, Physical Sciences Reviews, **3**, 1, 20170057 (2018).
- [30] D. Nečas, P. Klapetek, M. Valtr, *Estimation of roughness measurement bias originating from background subtraction*, Measurement Science and Technology, **31**, 9, 094010 (2020).

Capítulo 3

Nanoestructura metal-superconductor

Resumen:

En este capítulo se presenta el diseño y la fabricación de nanoestructuras metal-superconductor (Al/Nb). Se muestra la configuración de apilamientos que se diseñó con base en la longitud de coherencia del superconductor, de manera que se promueva el efecto túnel entre las capas superconductoras. Para fabricar las nanoestructuras se utilizó la técnica de sputtering con magnetrón en configuración confocal y depósito en secuencia metal-superconductor dentro de un sistema de alto vacío que alcanza una presión base $< 1 \times 10^{-8}$ Torr. La nanoestructura se depositó simultáneamente sobre los sustratos Si (100), zafiro orientación C y cuarzo que se mantuvieron a temperatura ambiente. La fuente de potencia que da lugar a la diferencia de potencial entre el objetivo superconductor o metal (target) y la cámara de vacío fue una fuente DC pulsada operando a 20 kHz. Los resultados de espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X indican que las capas de niobio y aluminio están libres de contaminación por oxígeno. La función dieléctrica efectiva a temperatura ambiente de la nanoestructura se modeló con un oscilador de Drude y dos osciladores de Lorentz.

3.1. Introducción

Los superconductores son materiales en los que la resistencia eléctrica desaparece bajo ciertas condiciones como baja temperatura o altas presiones [1–4]. Además, en el estado superconductor el material no permite que un campo magnético penetre al interior de él, lo que se conoce como efecto Meissner [1, 5]. Los parámetros que definen el estado superconductor son la temperatura crítica (T_c), el campo magnético crítico (H_c), y la densidad de corriente crítica (J_c). Una vez que se exceden estos parámetros críticos el estado superconductor se frustra.

Como se mencionó en la introducción de esta tesis, una estrategia para sintonizar la T_c ha sido la configuración de multicapas Al/Si, Al₂O₃/Al [8–10]. En el caso de las multicapas, las predicciones teóricas sugieren que capas de Nb o MgB₂ y una adecuada elección del dieléctrico pueden dar lugar a un aumento importante de la T_c [8]. No obstante, la integración experimental de heteroestructuras superconductor-semiconductor o superconductor-metal que den lugar a un aumento en la T_c ha resultado ser un reto. Algunos trabajos que abordan el acoplamiento de los parámetros de red son recientes y presentan nanoestructuras de NbN_{*x*}/GeN crecidas con epitaxia mediante haces moleculares, donde se ha observado una sintonización de la T_c al cambiar el grosor de la capa superconductora, pero un aumento de la T_c no se ha logrado aún [11, 12].

Como un medio para observar un aumento en la T_c en sistemas de capas alternantes de Nb y Al, aquí se propone no solo fabricar estructuras de múltiples capas, sino más bien emular la anisotropía estructural de los superconductores de alta temperatura crítica (SATC). Por ejemplo, la estructura atómica de YBa₂Cu₃O_{7-*x*} o la de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+*δ*} que pueden modelarse como un sistema periódico de placas superconductoras unidas entre sí por capas de semiconductor o aislante en las que está presente el efecto Josephson.

La hipótesis aquí propuesta consiste en que los sistemas artificiales laminares pueden modular la temperatura crítica del sistema a través del control de la distancia entre capas superconductoras. Ya que las variaciones en grosor de la capa superconductora o metálica dentro de la nanoestructura puede dar lugar a varias combinaciones, en esta tesis solo se considerará el caso donde el grosor de la capa metálica no supera la longitud de coherencia del superconductor. Además, el grosor de la capa de superconductor se

estableció en un valor de cuatro veces su longitud de coherencia, de manera que la expulsión del campo magnético que acompaña a la transición de fase superconductor está dentro de lo reportado para películas con comportamiento parecido al bulto. Los resultados de las propiedades magnéticas y el comportamiento de la T_c en la nanoestructura se discutirán en el siguiente capítulo. En este capítulo se presenta el diseño de la nanoestructura y resultados de XRD, AFM, XPS y, por último, la respuesta efectiva de la permitividad de la nanoestructura.

3.2. Métodos y experimentos

3.2.1. Diseño de la nanoestructura

La figura 3.1 muestra un bosquejo del diseño propuesto para la nanoestructura de metal-superconductor. Como se observa en la figura, las capas de aluminio de 22.3 nm de grosor separan a las capas del superconductor niobio de 160.2 nm de grosor.

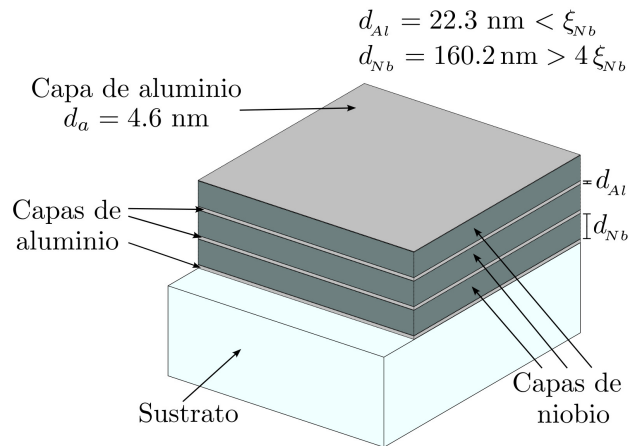


Figura 3.1: Nanoestructura de metal-superconductor (Al/Nb).

Idealmente, sería más apropiado usar un semiconductor o aislante en lugar de metal, pero para estos materiales se requiere el uso de fuentes de radio frecuencia que deben operar simultáneamente con una fuente DC o DC pulsada. El reto se encuentra en establecer parámetros de plasma estable, ya que la configuración actual que se tiene para depositar nanoestructuras en nuestro sistema sputtering es sputtering co-focal. Aunque los cañones donde están soportados los targets tienen chimeneas de aislamiento y obturadores, si puede

existir interacción de los plasmas. Es debido a esto que se eligió depositar otro metal en lugar de un semiconductor o aislante.

Como se mencionó en el capítulo anterior de monocapas, el aluminio también opera como una capa protectora para evitar oxidación del niobio. En el diseño de la nanoestructura, la última capa de niobio se protegió de la oxidación con una capa de aluminio de 4.6 nm. Para que la nanoestructura esté acotada tanto en la primera capa y en la última capa por condiciones similares, se decidió que una capa de aluminio debería iniciar la nanoestructura. Se anticipa que esto traerá ventajas en futuros experimentos de mediciones eléctricas (no abordados en esta tesis), ya que el par metálico que forma la soldadura con los contactos superior e inferior serán muy similares, reduciendo así el problema de discriminar voltajes o corrientes espurias por efecto termopar.

El número de repeticiones metal-superconductor se estableció en tres debido a precedentes en nuestro grupo de investigación. En un trabajo previo de heteroestructuras metal-metal (Ag/Al [13]) se determinó que cambios en las propiedades físicas pueden apreciarse a partir de tres bicapas. Un estudio tanto teórico como experimental de propiedades magnéticas en función del número de bicapas es aún un tema abierto en nuestro grupo de investigación.

3.2.2. Preparación de sustratos

El proceso de preparación de sustrato es el mismo descrito en el capítulo anterior y se encuentra en el apéndice A. El depósito de la nanoestructura se realizó simultáneamente sobre los tres sustratos silicio (100), cuarzo y zafiro plano-C (0001), de manera que la muestra depositada tiene su muestra testigo, pero sobre otro sustrato.

3.2.3. Condiciones de crecimiento de la nanoestructura

Al igual que las monocapas, el método de crecimiento para la nanoestructura fue sputtering DC pulsado con una frecuencia de 20 kHz (el efecto de la frecuencia de la fuente DC sobre la morfología de las películas de niobio se discute en el apéndice B). Previo al depósito, la cámara de crecimiento del sistema sputtering fue evacuada hasta

CAPÍTULO 3 NANOESTRUCTURA METAL-SUPERCONDUCTOR
3.2 MÉTODOS Y EXPERIMENTOS

que el valor de la presión era menor a 1×10^{-8} Torr ($\sim 1 \times 10^{-6}$ Pa). La tabla 3.1 resume las condiciones de depósito empleadas para cada capa de la nanoestructura. Como se puede observar desde la tabla 3.1 la única variación fue el blanco utilizado y los tiempos de depósito. Las condiciones, que se mantuvieron constantes durante el depósito, se eligieron para evitar o reducir el problema de oxidación entre capas. Lo cual hace que el proceso de fabricación de la nanoestructura sea más eficiente. Note además que la presión en la cámara de crecimiento durante el proceso de sputtering se mantuvo en un valor constante de 5 mTorr.

Capa	Al_01	Nb_01	Al_02	Nb_02	Al_03	Nb_03	Al_r
Presión (mTorr)	5	5	5	5	5	5	5
Potencia de la fuente (W)	150	150	150	150	150	150	150
Frecuencia (kHz)	20	20	20	20	20	20	20
Pulso (μ s)	5	5	5	5	5	5	5
Rotación (rpm)	5	5	5	5	5	5	5
Voltaje Bias (V)	60	60	60	60	60	60	60
Flujo de gas (sccm)	13	13	13	13	13	13	13
Tiempo de depósito (mm:ss)	00 : 48	16 : 00	00 : 48	16 : 00	00 : 48	16 : 00	00 : 10

Cuadro 3.1: Condiciones óptimas utilizadas en el proceso de sputtering para el depósito de la nanoestructura metal-superconductor Al/Nb (AP_RT).

3.2.4. Caracterización de la nanoestructura

Una vez que la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) se depositó exitosamente, se caracterizó haciendo uso de las técnicas enlistadas a continuación. La estructura cristalina se analizó mediante la técnica de difracción de rayos X (XRD). La morfología de la superficie se estudió a través de microscopía de fuerza atómica (AFM). La composición química de las primeras capas de la nanoestructura se examinó mediante espectroscopía fotoelectrónica por Rayos X (XPS). Por último, la función dieléctrica efectiva de la nanoestructura se midió a través de espectroscopía elipsométrica. Detalles de las condiciones de medición haciendo uso de cada una de estas técnicas se presentan en el apéndice C.

3.3. Resultados y discusión

3.3.1. Difracción de rayos X

La figura 3.2 muestra el patrón de difracción de rayos X de la nanoestructura Al/Nb depositada sobre zafiro. Para descartar difracciones asociadas al sustrato, se incluyó el patrón obtenido del sustrato de zafiro. Se aprecian claramente 3 picos asociados a las difracciones de los planos con índices de Miller (110), (200) y (211) en $2\theta = 38.7^\circ$, 55.95° y 70° , respectivamente. Las difracciones corresponden a la estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc) del niobio con ficha de referencia 01-089-5008 [14]. Se observa que la nanoestructura no tiene una orientación preferencial ni un crecimiento tipo monocristal sino más bien un crecimiento policristalino con textura en el plano (110). Además, a partir del pico más intenso (110), se calculó el tamaño de los granos que componen las capas de niobio de la nanoestructura y se obtuvo un valor de 15.46 nm de acuerdo con la fórmula de Scherrer [15].

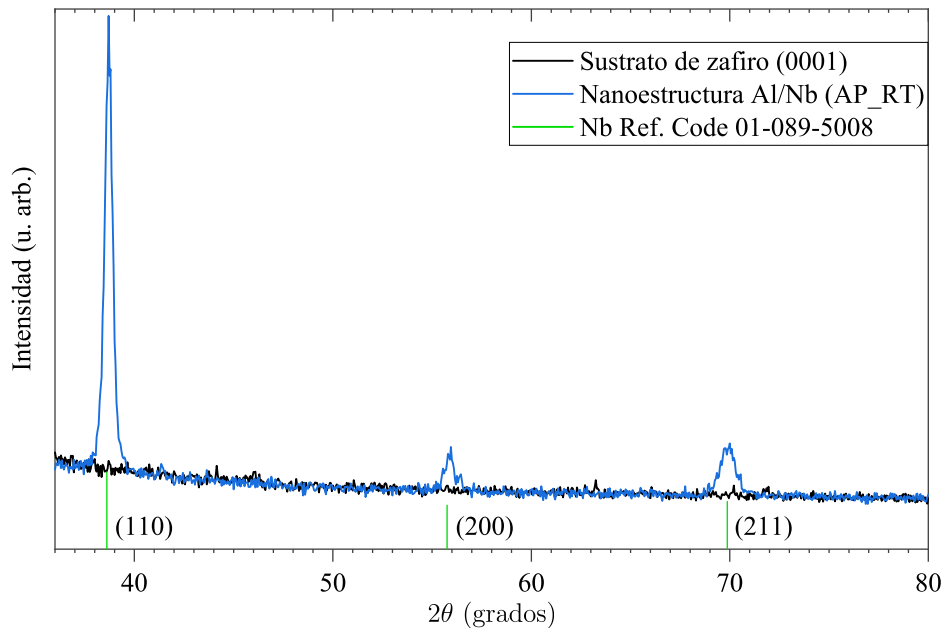


Figura 3.2: Patrón de difracción de rayos X de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) depositada sobre zafiro (0001) con los índices de los planos de niobio.

3.3.2. Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X

En la figura 3.3 se observa el espectro de inspección XPS de la nanoestructura Al/Nb. En este espectro se identifican señales de Nb, Al, C y O con sus respectivas energías de enlace (en eV) marcadas con línea punteada (-) y etiquetadas. Complementaria a la figura 3.3, en el panel (a) de la figura 3.4, se observa el espectro de alta resolución de XPS de niobio. La señal de niobio 3*d* tiene picos asimétricos, Nb 3*d*_{5/2} aparece con un pico en 202.02 eV, mientras que Nb 3*d*_{3/2} se observa en 204.72 eV. Lo que da una diferencia de energía de enlace entre los picos Δ de 2.7 eV. Es claro que los valores mostrados en el espectro de la figura 3.4 son bastante cercanos a los reportados [16, 17]. Más aún, en el espectro de alta resolución de niobio no se observa ninguna señal adicional que indique la presencia de alguno de los óxidos de niobio, señalando un proceso de depósito limpio.

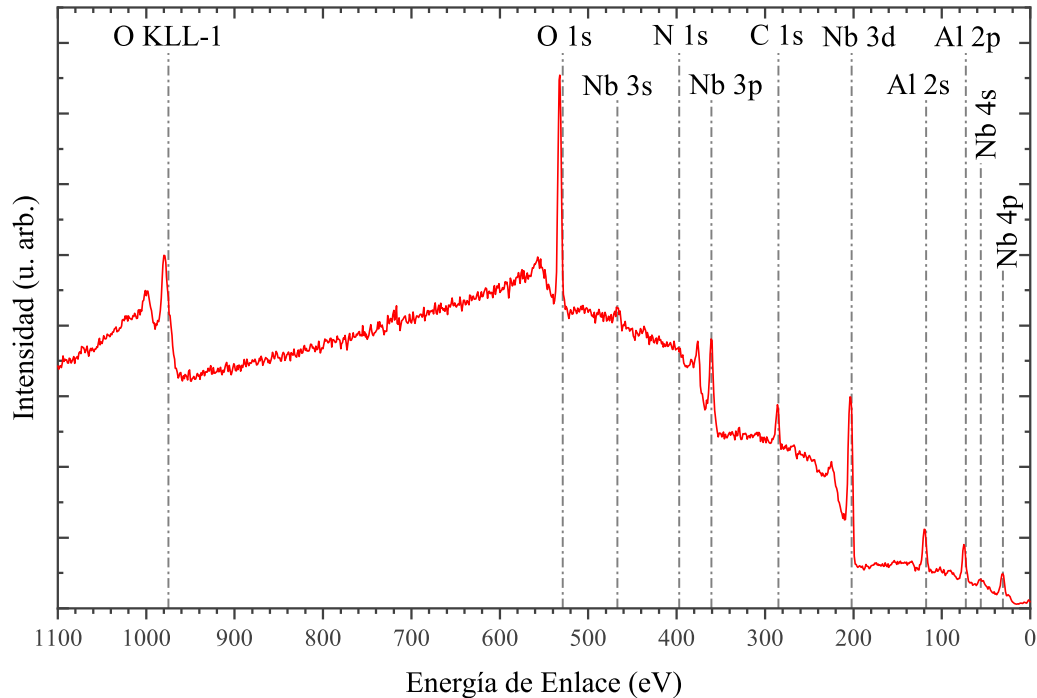


Figura 3.3: Espectro de baja resolución de espectroscopía fotoelectrónica por rayos-X (XPS) de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).

De manera análoga, en el panel (b) de la figura 3.4 se muestra el espectro de alta resolución de XPS de aluminio. En este espectro se observan dos contribuciones. La primera en una energía de enlace de 72.49 eV que corresponde a la señal de Al 2*p*. La segunda aparece con una energía de enlace de 75.17 eV que corresponde al óxido que se genera

CAPÍTULO 3 NANOESTRUCTURA METAL-SUPERCONDUCTOR
3.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

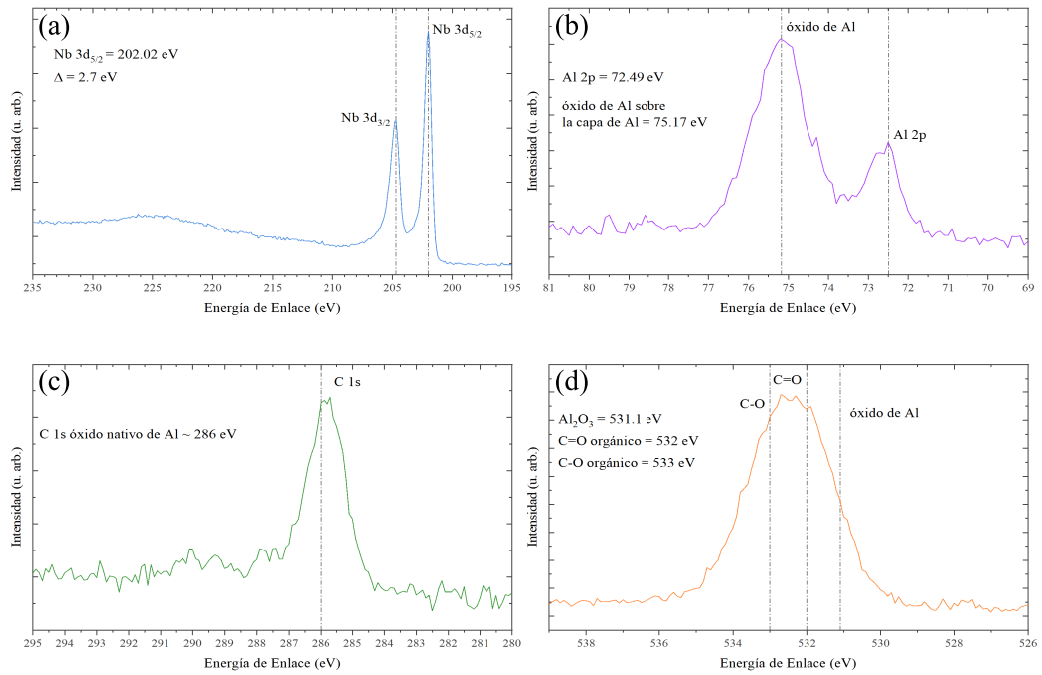


Figura 3.4: Espectros XPS de alta resolución de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT), (a) señal de Nb 3d, (b) señal de Al 2p, (c) señal de C 1s y (d) señal de O 1s.

sobre la capa de aluminio. Ambos valores son cercanos a los reportados de 72.6 eV y 75.6 eV para el aluminio 2p y el óxido sobre la capa de aluminio, respectivamente [18–21]. Esta aseveración acerca del óxido sobre la capa de aluminio se verifica a través de los espectros de carbono y oxígeno. En el panel (c) de la figura 3.4 se presenta el espectro de alta resolución de carbono. En este espectro está presente la contribución del óxido nativo de aluminio con una energía de enlace de aproximadamente 286 eV. Este valor es cercano a lo reportado por diversos autores que corresponde a carbono adventicio en el óxido nativo de aluminio [18–21]. Finalmente, en el panel (d) de la figura 3.4 se expone el espectro de alta resolución de oxígeno. En el que existen 3 diferentes contribuciones. La primera, en 531.1 eV que corresponde al óxido de aluminio, a saber, Al₂O₃. La segunda y tercera son de carbono enlazado a oxígeno con una energía de enlace de 532 eV y 533 eV, respectivamente [18–21].

A partir de la figura 3.4 se comprueba que, al exponer la nanoestructura a la atmósfera, el oxígeno y el carbono adventicios no penetran la capa protectora de aluminio. El oxígeno reacciona con el aluminio depositado en la capa protectora para formar óxido de aluminio (Al₂O₃). Además, como se discutió en el capítulo de monocapas esta fina capa protectora

es suficiente para impedir que el oxígeno se difunda hacia el interior de la nanoestructura y reaccione con las capas de niobio oxidándolas.

El análisis de XPS indica que las capas de Nb y Al que conforman la nanoestructura están libres de oxígeno en su bulto. Así, la estructura fabricada puede considerarse como un sistema de placas apiladas de superconductor-metal, tal como fue diseñada. Esto se debe también a las condiciones planeadas para el depósito de las capas de niobio y aluminio. Estas condiciones permiten obtener un valor bajo de rugosidad que evita el efecto de entremezclado de las capas que componen a la nanoestructura.

3.3.3. Microscopía de fuerza atómica

En la figura 3.5 se presenta la topografía de la superficie de la última capa de aluminio que protege a la nanoestructura. Como se observa en la figura 3.5 la superficie de la capa es homogénea, pero ya no tiene una microestructura granular como en el caso de las películas de niobio (véase el capítulo 2). La superficie de la nanoestructura se asemeja a la espuma marina. El análisis estadístico de los parámetros de la superficie dan como resultado una rugosidad cuadrática media de 4.1 nm.

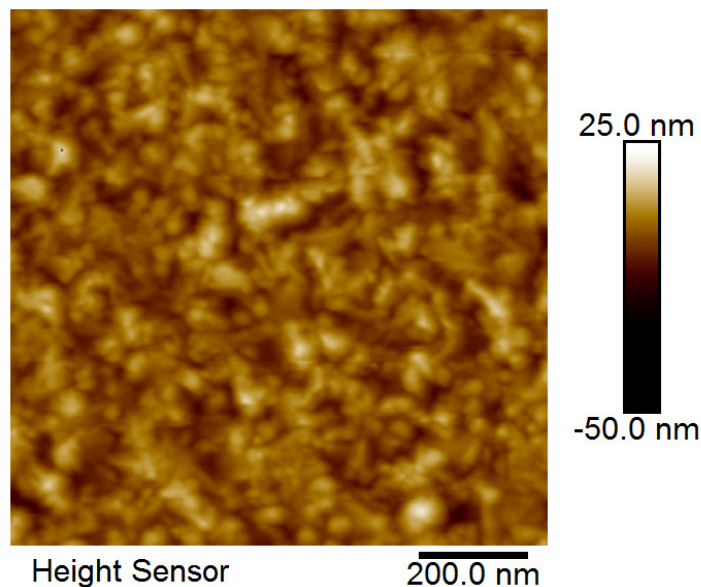


Figura 3.5: Imagen de la morfología de la superficie de la capa ultradelgada de aluminio de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT). La superficie medida es de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$.

3.3.4. Espectroscopía elipsométrica

La función dieléctrica a temperatura ambiente de la nanoestructura se modeló como una función dieléctrica efectiva, es decir, que no se tomó en cuenta la anisotropía del sistema. El modelo de osciladores, utilizado previamente para modelar las películas de niobio, fue suficiente para modelar la nanoestructura. Al analizar la función dieléctrica efectiva de la nanoestructura, figura 3.6, es posible observar que esta tiene parámetros más parecidos a monocapas de niobio que de aluminio. Esto se debe al alto valor del factor de llenado de niobio de la nanoestructura $f \approx 0.88$. Entonces, la función dieléctrica efectiva de la nanoestructura es más parecida a una capa gruesa de niobio. Tomando en cuenta el diseño, observamos que los grosores de las placas de niobio dominan sobre los grosores de las placas de aluminio. Además, el aluminio también es un metal que sigue un comportamiento de Drude. La tabla 3.2 muestra los valores de la frecuencia de plasma, amortiguamiento, y parámetros de los osciladores de Lorentz, que son muy parecidos a las monocapas de niobio (compare estos valores con los de la tabla 2.2 del capítulo de películas de niobio de baja rugosidad y libres de oxígeno). Los detalles de este modelo de ajuste se presentan en el apéndice [?].

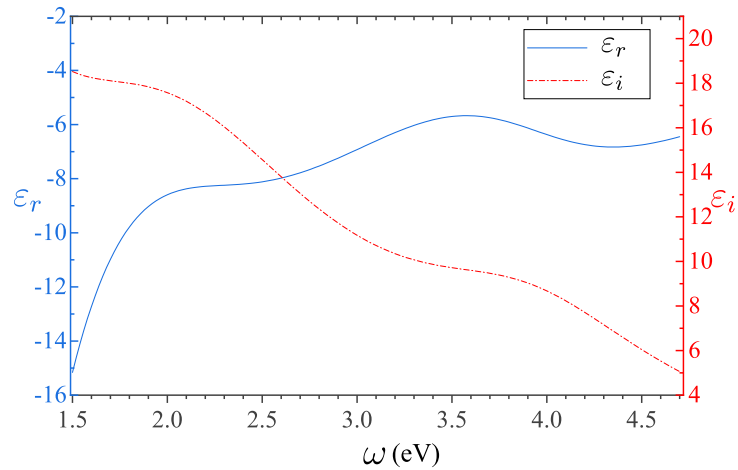


Figura 3.6: Función dieléctrica de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).

Parámetro	ε_∞	ω_p	Γ_d	f_1	ω_{01}	γ_1	f_2	ω_{02}	γ_2
Al/Nb (AP_RT)	1.46	8.45	0.33	14.22	2.32	2.39	2.23	4.01	1.71

Cuadro 3.2: Valores de los parámetros de ajuste de la función dieléctrica efectiva para la nanoestructura Al/Nb (AP_RT).

3.4. Conclusiones

Se depositó exitosamente una nanoestructura compuesta de metal-superconductor, a saber aluminio-niobio [Al/Nb (AP_RT)], que presenta una estructura policristalina. Esto se ve principalmente a partir de la forma de los picos de difracción de rayos X. El ensanchamiento de los picos de difracción corresponde a un crecimiento policristalino [15]. Además, de acuerdo con la fórmula de Scherrer [15] los granos que componen los planos de la nanoestructura tienen un espesor de tan solo 15.46 nm. La naturaleza granular de las capas de Nb y Al que forman la nanoestructura se observó en las mediciones de la superficie de las monocapas en el capítulo 2 de películas de niobio de baja rugosidad y libres de oxígeno. También, a partir del patrón de difracción de rayos X se deduce que la estructura cristalina de los granos no está deformada por estrés. Lo anterior se debe a que los picos de difracción no tienen un corrimiento en los valores del ángulo 2θ [15] con respecto a la ficha de referencia indicada [14]. A partir del difractograma de la nanoestructura se aprecia que los planos de niobio que componen a la nanoestructura tienen una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc) con el plano dominante (100). La topografía de la superficie de la nanoestructura es homogénea. Esto, como se discutió en el capítulo 2, es consecuencia de las condiciones de depósito previamente seleccionadas.

El espectro de baja resolución de XPS identificó las señales de los elementos presentes en la nanoestructura, a saber, niobio, aluminio, carbono y oxígeno. A través de los espectros de alta resolución de XPS de los elementos presentes en la nanoestructura se observó lo siguiente. En el espectro de Nb $3d$ aparecen dos picos que corresponden a Nb $3d_{5/2}$ y Nb $3d_{3/2}$. Las energías de enlace de estas señales son 202.02 eV y 204.72 eV, respectivamente. Estos valores de energía de enlace están bastante cercanos a lo reportado que es Nb $3d_{5/2} = 202.4$ eV y $\Delta = 2.78$ eV. Además, no se observa ninguna señal asociada a óxidos de niobio. Más aún, la asimetría de los picos está acorde con la forma del espectro de niobio puro, es decir, libre de óxido.

En el espectro de alta resolución de XPS de aluminio están presentes dos señales. La energía de enlace de estas señales es 72.49 eV y 75.17 eV. La primera señal está asociada a Al 2*p*. Mientras que la segunda proviene del óxido sobre la fina capa protectora de aluminio. Lo anterior corresponde con los valores reportados por diversos autores, que son 72.6 eV, para Al 2*p*, y 75.6 eV para el óxido sobre la capa de aluminio. Los espectros de alta resolución de carbono y oxígeno comprueban la oxidación de la superficie de la capa protectora de aluminio y por consiguiente la no oxidación de la capa de niobio de la nanoestructura. El espectro de alta resolución de carbono se compone de una señal. Tiene una energía de enlace cercana a 286 eV. Este valor está en concordancia con lo reportado por varios autores para el óxido nativo de aluminio.

El espectro de alta resolución de oxígeno muestra un pico ancho que consta de al menos tres diferentes señales. La primera está asociada al óxido de aluminio, a saber, Al₂O₃ con una energía de enlace de 531.1 eV. Esto comprueba no solo que la capa de aluminio se oxida sino también que descarta la posibilidad de que el oxígeno se difunda más allá de la capa de aluminio y penetre dentro de la nanoestructura. Por ende, se comprueba que la capa de niobio está libre de óxidos. Las señales restantes corresponden a carbono enlazado a oxígeno con energías de 532 eV y 533 eV.

La función dieléctrica a temperatura ambiente de la nanoestructura se midió mediante espectroscopía elipsométrica. Para esto no se consideró la anisotropía de la nanoestructura, sino que se modeló la función dieléctrica efectiva del sistema. Con esto, el modelo de osciladores es suficiente para describir el comportamiento de la estructura. Los parámetros elipsométricos se ajustaron con el modelo de osciladores de Drude-Lorentz. El comportamiento que sigue la función dieléctrica es de tipo metal. La parte real de la función dieléctrica tiene valores negativos. Mientras que la parte imaginaria valores positivos. La función dieléctrica de la nanoestructura tiene el comportamiento esperado, ya que, está formada por niobio que es un metal de transición y aluminio que es un metal no ferromagnético. Además, de acuerdo con los espesores ninguno de los metales está en umbral de la percolación, donde la función dieléctrica cambia en el caso de metales.

Bibliografía

- [1] R. Kleiner, W. Buckel, *Superconductivity: An Introduction*, John Wiley & Sons (2016).
- [2] J.R. Schrieffer, J.S. Brooks, *Handbook of High-Temperature Superconductivity Theory and Experiment*, Springer (2007).
- [3] K. H. Bennemann, J. B. Ketterson, *Superconductivity: Volume 1: Conventional and Unconventional Superconductors Volume 2: Novel Superconductors*, Springer Science & Business Media (2008).
- [4] R. Hott, R. Kleiner, T. Wolf, G. Zwicknagl, *Review on Superconducting Materials*, Handbook of Applied Superconductivity, Wiley-VCH, 2016.
- [5] S. Bouscher, D. Panna, K. Balasubramanian, S. Cohen, D. Ritter, A. Hayat, *Enhanced Cooper- Injection into a Semiconductor Structure by Resonant Tunneling*, Phys. Rev. Lett., **128**, 12, 127701 (2022).
- [6] M. Ramezani, I.C. Sampaio, K. Watanabe, T. Taniguchi, C. Sch, A. Baumgartner, *Superconducting Contacts to a Monolayer Semiconductor*, Nano Letters, **21**, 13, 5614 (2021).
- [7] C. Liu, C. Chen, X. Liu, Z. Wang, Y. Liu, S. Ye, Z. Wang, *Zero-energy bound states in the high-temperature superconductors at the two-dimensional limit*, Sci. Adv., **6**, 13, eaax7547 (2020).
- [8] I. I. Smolyaninov, V. N. Smolyaninova, *Metamaterial superconductors*, Nanophotonics, **7**, 5, 795 (2018).
- [9] W. H. Zhang, Y. Sun, J. S. Zhang, F. S. Li, M. H. Guo, Y. F. Zhao, H. M. Zhang, J. P. Peng, Y. Xing, H. C. Wang, et al., *Direct Observation of High-Temperature*

- Superconductivity in One-Unit-Cell FeSe Films*, Chinese Phys. Lett., **31**, 1, 017401 (2014).
- [10] Y. Guo, Y. F. Zhang, X. Y. Bao, T. Z. Han, Z. Tang, L. X. Zhang, W. G. Zhu, E. Wang, Q. Niu, Z. Qiu, et al., *Superconductivity Modulated by Quantum Size Effects*, Sci. Rep., **306**, 5703, 1915 (2004).
- [11] R. Yan, G. Khalsa, S. Vishwanath, Y. Han, J. Wright, S. Rouvimov, D. S. Katzer, N. Nepal, B. P. Downey, D. A. Muller, et al., *GaN/NbN epitaxial semiconductor/superconductor heterostructures*, Nature, **555**, 7695, 183 (2018).
- [12] T. Yu, J. Wright, G. Khalsa, B. Pamuk, C.S. Chang, Y. Matveyev, X. Wang, T. Schmitt, D. Feng, D.A. Muller, H.G. Xing, D. Jena, V.N. Strocov, *Momentum-resolved electronic structure and band offsets in an epitaxial NbN/GaN superconductor/semiconductor heterojunction*, Sci. Adv., **7**, 52, eabi5833 (2021).
- [13] S. Cortés-López, S. L. Gastélum-Acuña, F. J. Flores-Ruiz, V. Garcia-Vazquez, R. García-Llamas, F. Pérez-Rodríguez, *Berremán effect in bimetallic nanolayered metamaterials*, Optical Materials, **99**, 109578 (2020).
- [14] G. Brauer, J. Jander, *Die nitride des niobs*. Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie, **270**, 1-4, 160 (1952).
- [15] B. D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*, Addison-Wesley Publishing (1956).
- [16] Q. Ma, R.A. Rosenberg, *Angle-resolved X-ray photoelectron spectroscopy study of the oxides on Nb surfaces for superconducting r. f. cavity applications*, Appl. Surf. Sci., **206**, 1-4, 209 (2003).
- [17] Q. Ma, P. Ryan, J.W. Freeland, R.A. Rosenberg, *Thermal Effect on the Oxides on Nb (100) Studied by Synchrotron-Radiation X-ray Photoelectron Spectroscopy*, J. Appl. Phys., **96**, 12, 7675 (2004).
- [18] V. Maurice, G. Despert, S. Zanna, P. Josso, M.-P. Bacos, P. Marcus *XPS study of the initial stages of oxidation of α 2-Ti3Al and γ -TiAl intermetallic alloys*, Acta materialia, **55**, 10, 3315 (2007).

- [19] S. Gredelej, A. R. Gerson, S. Kumar, G. P. Cavallaro, *Characterization of aluminium surfaces with and without plasma nitriding by X-ray photoelectron spectroscopy*, Applied Surface Science, **174**, 3-4, 240 (2001).
- [20] E. Hoque, J. A. DeRose, G. Kulik, P. Hoffmann, H. J. Mathieu, B. Bhushan, *Alkylphosphonate modified aluminum oxide surfaces*, The Journal of Physical Chemistry B, **110**, 22, 10855 (2006).
- [21] P. Motamedi, K. Cadien, *XPS analysis of AlN thin films deposited by plasma enhanced atomic layer deposition*, Applied Surface Science, **315**, 104 (2014).

Capítulo 4

Mediciones magnéticas a baja temperatura de películas superconductoras y la nanoestructura

Resumen:

En este capítulo se presentan los resultados de mediciones magnéticas a baja temperatura de las películas de superconductor, niobio, y la nanoestructura metal-superconductor, aluminio-niobio. Se midió la susceptibilidad magnética AC de las monocapas de niobio y de la nanoestructura en función de la temperatura. Para ello, se utilizaron diferentes magnitudes del campo de excitación. También, se midió la magnetización de las monocapas y de la nanoestructura. Las mediciones se realizaron en función del campo magnético aplicado a diferentes temperaturas. Los resultados muestran temperaturas de transición para de las monocapas en el rango de 8.44 K a 8.72 K. Además, existe una mejora en la temperatura de transición de la nanoestructura metal-superconductor con respecto a las monocapas de superconductor.

4.1. Introducción

Desde el punto de vista de aplicación, una nanoestructura de placas apiladas superconductor (S)/X, donde X es un metal normal o un aislante, ya sea en bicapa o nanoestructura puede utilizarse para desarrollar desde cavidades aceleradoras de radiofrecuencia superconductor (SRF cavity) [1, 2] hasta sensores de transición de borde (TESs) [3]. Las cavidades aceleradoras están sujetas a un campo de aceleración RF que induce un campo magnético oscilante en las paredes internas de la cavidad, mientras que los TESs se usan en microcalorímetros y bolómetros criogénicos para la detección de radiación en un amplio rango de frecuencias que cubre desde ondas milimétricas hasta rayos gamma [4].

A pesar del amplio desarrollo tecnológico para desarrollar dispositivos bicapas o nanoestructura de S/X [5], existen cuestionamientos no resueltos en estos sistemas. Por ejemplo, en una cavidad SRF la profundidad de penetración del niobio λ_{Nb} a 2 K es de aproximadamente 45 nm, pero los mecanismos de disipación están confinados a una región de profundidad λ_{Nb} sobre la cual las supercorrientes interactúan fuertemente con los óxidos superficiales del Nb [1]. Para este tipo de dispositivos, aún no hay una descripción clara del papel que juegan los óxidos del niobio en las propiedades superconductoras. Se sabe que la superficie de películas de niobio expuesta al aire ambiente es propensa a formar Nb_2O_5 , NbO y NbO_2 , causando efectos adversos como debilitamiento de sus propiedades superconductoras, efectos de proximidad o ruptura de pares. No obstante, se ha observado en uniones Josephson [5] que introducir una capa de alúmina entre dos capas de niobio puro mejora las propiedades superconductoras, pero si el niobio ha sido expuesto al ambiente y después se coloca la capa de alúmina se observa un debilitamiento en las propiedades superconductoras. Beebe et al. [6], observaron que una película de niobio epitaxial depositada sobre MgO de 120 nm de espesor presentó una T_c de 9.6 K y un valor de campo crítico H_{c1} de 140 Oe. En contraste, otra película depositada bajo las mismas condiciones, pero recubierta con 5 nm de oro mostró una T_c de 13.2 K y H_{c1} de 1600 Oe. Ellos asignaron la mejora a una superficie de la muestra más suave, que da lugar a una mejora de las propiedades superconductoras. Este comportamiento es extraño porque, de acuerdo al efecto de proximidad (o efecto Holm-Meissner [7]), cuando un superconductor se pone en contacto con un metal normal la T_c siempre disminuye. Al cambiar el espesor de

las películas individuales es posible sintonizar la T_c de la película superconductora. Así, el efecto de proximidad ha sido usado para sintonizar la temperatura crítica de bicapas S/X, tomando ventaja de la penetración de los pares de Cooper al interior del metal [8–10].

Aquí, se ha abordado el problema de la oxidación de superficies de niobio para discriminar si la presencia o no de óxidos de niobio tiene efecto en la superconductividad. Para esto, se analizaron las propiedades magnéticas de monocapas de niobio con y sin una capa protectora de aluminio de 4.6 nm de grosor. Se muestra, en el capítulo 2 de este trabajo de tesis, a través de mediciones de espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X que las monocapas de niobio son de muy alta calidad, como lo demuestra un doblete limpio de la fotoemisión Nb $3d$. Además, se emuló la anisotropía estructural de los superconductores de alta temperatura crítica (SATC). Para tal fin, se fabricó y caracterizó una nanoestructura $[\text{Al}/\text{Nb}]_3$ hecha de niobio sin señal de óxidos de niobio. El espesor de las capas de niobio es $d_{\text{Nb}} > 4\xi_{\text{Nb}}$ y con espesor de las capas de aluminio de $d_{\text{a}} \approx 1/2\xi_{\text{Nb}}$, en donde, ξ_{Nb} representa la longitud de coherencia de los pares de Cooper de niobio en bulto (39 – 40 nm [11]). Dicho sistema artificial $[\text{Al}/\text{Nb}]_3$ laminar presentó un contraste en las propiedades superconductoras y respuesta a campos magnéticos respecto a las monocapas de niobio con y sin aluminio.

4.2. Métodos y experimentos

4.2.1. Mediciones de susceptibilidad magnética AC

La susceptibilidad magnética $[\chi(T)]$ de las muestras se investigó a través de mediciones de esta propiedad con campo magnético AC. Se midieron la parte real $[\chi'(T)]$ y la parte imaginaria $[\chi''(T)]$ de la susceptibilidad magnética de las monocapas y la nanoestructura en el rango de temperatura de 5 K a 15 K. En estas secuencias de medición la frecuencia del campo magnético de excitación AC se fijó en 5 kHz. Se emplearon diferentes magnitudes de la amplitud del campo que van de 0.5 Oe (5×10^{-5} T) a 16 Oe. El campo magnético aplicado es paralelo a la dirección de crecimiento de las monocapas y la nanoestructura, es decir, perpendicular a los planos que definen las capas de niobio y las capas de aluminio-niobio de la nanoestructura (véase la figura D.2 del apéndice D. Todas las mediciones se

hicieron en un equipo de medición de propiedades físicas PPMS (por sus siglas en inglés Physical Property Measurement System) DynaCool-9. Más detalles sobre la preparación de las muestras y de las condiciones de medición se presentan en el apéndice D.

4.2.2. Mediciones de magnetización en función del campo magnético

Se midió la magnetización en función de la intensidad del campo magnético de las películas de niobio y la nanoestructura. Las mediciones se hicieron a diferentes temperaturas de enfriamiento T de las muestras. De acuerdo con los valores de T_c observados en las mediciones de susceptibilidad magnética AC, las temperaturas de enfriamiento seleccionadas fueron $T = 3$ K, $T = 8$ K y $T = 13$ K. La intensidad de campo magnético se varió de -1000 Oe a 1000 Oe en diferentes ciclos. El primero va de 0 a 1000 Oe, el segundo de 1000 Oe a 0 Oe, el tercero de 0 Oe a -1000 Oe y el último de -1000 Oe a 0 Oe. En el apéndice D se muestran más detalles acerca del procedimiento utilizado.

4.3. Resultados y discusión

4.3.1. Susceptibilidad magnética AC

En la figura 4.1 se observa la dependencia de la susceptibilidad magnética AC con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo de excitación. La figura muestra las películas fabricadas sobre sustrato de cuarzo a $T_s = 300^\circ$ C, con y sin capa protectora de aluminio. El panel (a) corresponde a las mediciones de la monocapa de niobio sin capa protectora de aluminio Nb (MC_300C). El panel (b) ilustra las mediciones de la monocapa de niobio con capa protectora de aluminio Nb_Al (MC_300C). En ambos paneles, se expone la componente real de la susceptibilidad magnética $\chi'(T)$ en la parte superior y la componente imaginaria de la susceptibilidad magnética $\chi''(T)$ en la parte inferior. Como se aprecia en la figura 4.1 ambas monocapas tienen una transición al estado superconductor. Para una amplitud del campo de excitación de 0.5 Oe ambas monocapas exhiben una transición superconductora aguda en $T_c = 8.44$ K y $T_c = 8.61$ K para

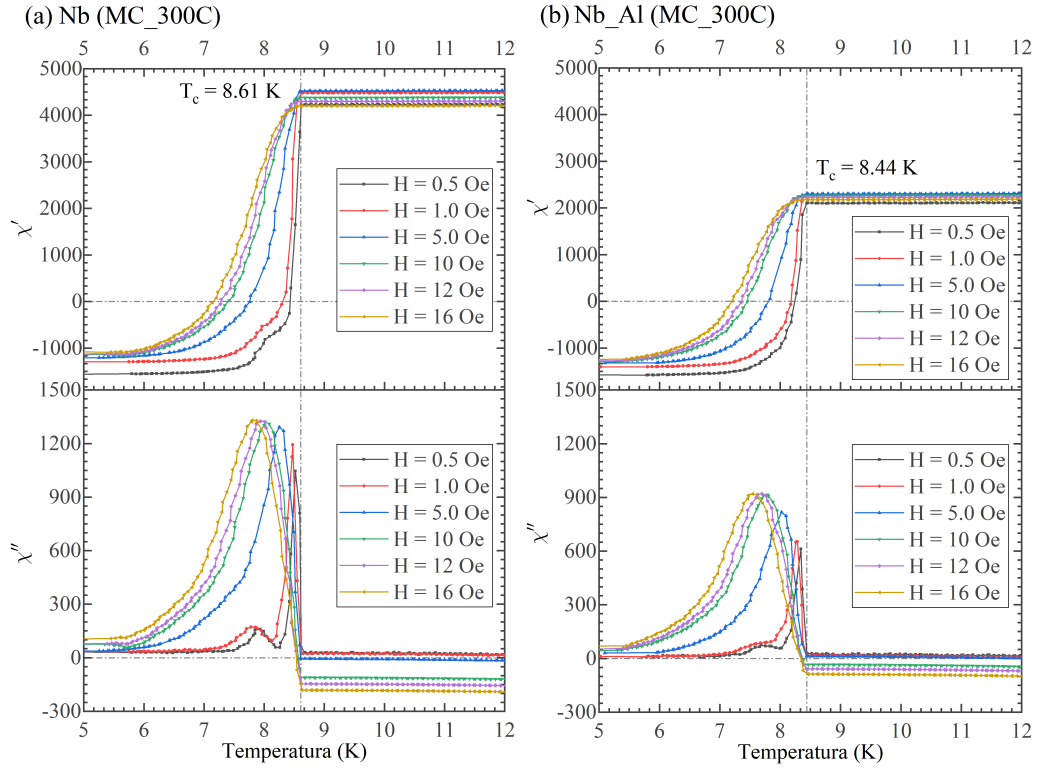


Figura 4.1: Susceptibilidad magnética AC de las monocapas de niobio con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación. La temperatura del sustrato durante el depósito de las películas de niobio se estableció en $T_s = 300^\circ \text{C}$. En el panel (a) Nb (MC_300C) sin capa protectora de aluminio y en el panel (b) Nb_Al (MC_300C) con capa protectora.

Nb_Al (MC_300C) y Nb (MC_300C) respectivamente. Además, el ancho de la transición superconductor para la monocapa Nb_Al (MC_300C) es de $\Delta T_c = 1.59 \text{ K}$, mientras que para la monocapa Nb (MC_300C) es $\Delta T_c = 2 \text{ K}$. El menor ΔT_c para la muestra con capa protectora de aluminio puede estar relacionado con una menor penetración del campo AC, mientras que la película sin capa de aluminio los óxidos de la superficie interactúan de manera adversa con las propiedades superconductoras.

La parte real de la susceptibilidad de las monocapas de niobio difiere de -1, el valor que indica que toda la muestra está en estado superconductor. Para convertir la susceptibilidad medida por el equipo PPMS (una cantidad extensiva) en una cantidad intensiva (susceptibilidad adimensional), se dividió entre el volumen de la muestra y se multiplicó por 4π para tener la susceptibilidad en sistema internacional. Sin embargo, para obtener un valor real de -1, se requiere medir la susceptibilidad de una muestra de referencia de niobio. Es decir, niobio puro sin procesamiento adicional. Esta puede ser,

por ejemplo, un cilindro, un cubo de niobio o incluso niobio puro en polvo. Al medir la susceptibilidad de la referencia, se obtiene un factor de corrección. Dividiendo los valores de susceptibilidad de las monocapas por este factor, la parte real de la susceptibilidad se ajustará a -1.

En la figura 4.2 se presenta la susceptibilidad magnética AC en función de la temperatura y a diferentes magnitudes del campo de excitación. Las curvas mostradas en la figura 4.2 corresponden a las monocapas Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT) en los paneles (a) y (b) respectivamente. A su vez, en el sector superior de los paneles (a) y (b) se muestra la parte real $\chi'(T)$ y en el sector inferior la parte imaginaria de la susceptibilidad magnética $\chi''(T)$ de cada muestra. La superficie de la monocapa Nb (MC_RT) no se protegió de la oxidación, mientras que la superficie de la monocapa Nb_Al (MC_RT) se protegió usando una fina capa de aluminio. Estas monocapas fueron depositadas bajo las mismas condiciones de las monocapas Nb_Al (MC_300C) y Nb (MC_300C) con la única diferencia de que no se usó calentamiento intencional del sustrato de cuarzo. En otras palabras, el depósito de las monocapas Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT) fue a temperatura ambiente ($T_s = RT$). A partir de la figura 4.2 se observa que ambas monocapas tienen una transición superconductor aguda. Las temperaturas de transición al estado superconductor son $T_c = 8.57$ K para la monocapa Nb (MC_RT) y $T_c = 8.72$ K para la monocapa Nb_Al (MC_RT). El ancho de la transición superconductor tiene un valor de $\Delta T_c = 2.49$ K y $\Delta T_c = 0.99$ K para Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT) respectivamente, ambos medidos a partir de la segunda meseta. El tener un ancho menor en la transición superconductor ΔT_c señala un beneficio más de incluir una capa de protección en las películas superconductoras de niobio para protección contra la oxidación. Esto porque facilita que la muestra en su totalidad, al tener menos defectos provocados por la capa de óxido superficial, pase al estado superconductor. El contraste entre las películas depositadas a temperatura ambiente y a 300° C indica un proceso de difusión de oxígeno posiblemente desde el sustrato [12], el cual no es posible apreciar desde las mediciones de XPS (véase el capítulo 2). Debido a que XPS tiene sensibilidad a los primeros 8 - 10 nm de la superficie. El comportamiento de la susceptibilidad magnética de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) con respecto de la temperatura se muestra en la figura 4.3. En el panel superior de la figura 4.3 se graficó la parte la parte real de la susceptibilidad magnética $\chi'(T)$ mientras que en el panel inferior se ilustra la parte imaginaria de la susceptibilidad magnética $\chi''(T)$, ambas en

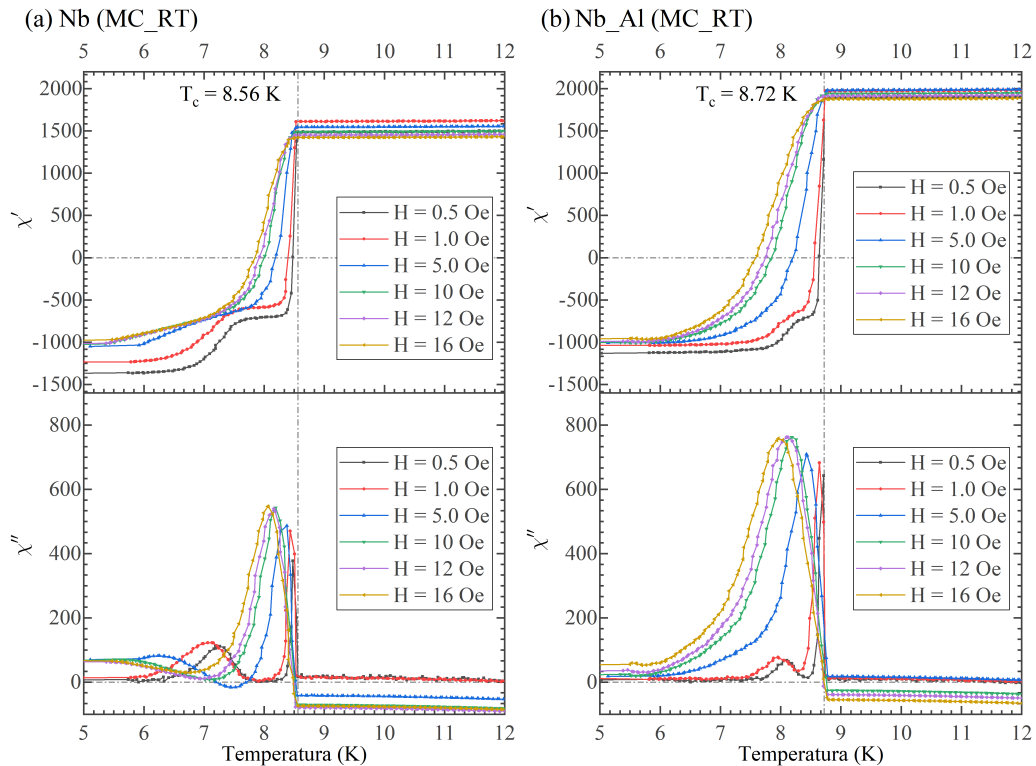


Figura 4.2: Susceptibilidad magnética AC de las monocapas de niobio con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación. La temperatura del sustrato durante el depósito de las películas de niobio se estableció en $T_s = RT$. En el panel (a) Nb (MC_RT) y en el panel (b) Nb_Al (MC_RT) con capa protectora de aluminio.

función de la temperatura de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT). Es importante recordar que la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) se depositó a temperatura ambiente. El cambio en la respuesta magnética de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) se observa a través de la variación en la magnitud del campo de excitación. En particular, para un campo de excitación de tan solo 0.5 Oe la nanoestructura tiene una temperatura de transición al estado superconductor de $T_c = 9.09$ K. Por tanto, es evidente que existe un aumento en la temperatura de transición al estado superconductor de 5% y 6% con respecto de las monocapas de niobio depositadas a $T_s = 300^\circ$ C (muestra Nb (MC_300C)) y a temperatura ambiente (muestra Nb (MC_RT)), respectivamente. Entonces, el diseño de espesores de la nanoestructura y la ausencia de óxidos de niobio pueden ser responsables del aumento en la temperatura de transición. Aunque cabe la posibilidad de que el aumento en la T_c se deba a un efecto de tamaño, el diseño de la capa superconductora fue tal que su grosor está en el límite superior de los valores reportados para obtener una T_c constante [13,14].

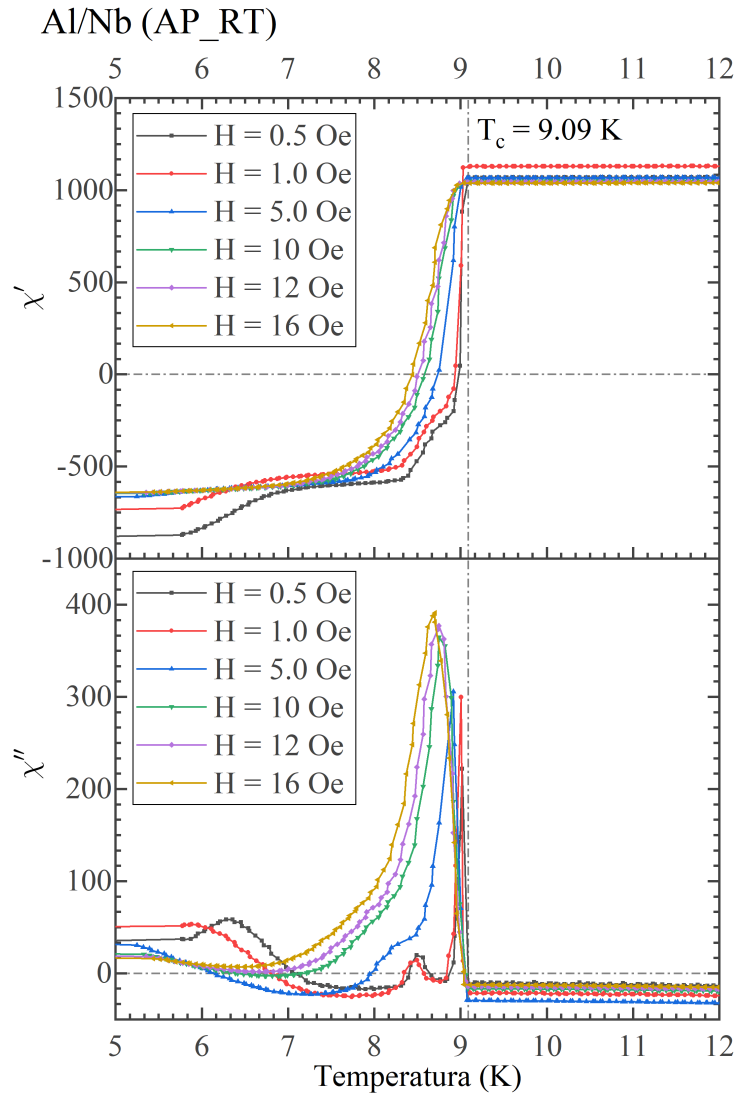


Figura 4.3: Susceptibilidad magnética AC de la nanoestructura aluminio-niobio (Al/Nb (AP_RT)) con respecto de la temperatura para diferentes magnitudes del campo magnético de excitación.

Además, a partir de las curvas de susceptibilidad de la nanoestructura Al/Nb se deduce la morfología de las capas que la componen. Lo anterior se debe a la doble caída en la parte real $\chi'(T)$ de la susceptibilidad magnética, acompañada por un doble pico en la parte imaginaria $\chi''(T)$. Esto es una clara señal de la naturaleza granular de las capas que componen la nanoestructura [15–18]. Asimismo, estas características en las curvas de la susceptibilidad magnética [$\chi'(T)$ y $\chi''(T)$] están presentes en las monocapas de niobio (ver figuras 4.1 y 4.2). Es decir, que las monocapas también tienen una naturaleza granular. Esto se había observado previamente en las mediciones de la superficie de las monocapas

mediante AFM (ver capítulo 2). La forma de las curvas de susceptibilidad magnética confirma esta naturaleza granular.

Por otro lado, como se aprecia en la figura 4.3 conforme la magnitud del campo de excitación aumenta la temperatura de transición disminuye. Este comportamiento está en concordancia con que por debajo de H_{c1} la temperatura de transición disminuye conforme el campo magnético externo aplicado aumenta [11]. Además para valores de H menores que el campo crítico inferior H_{c1} la muestra en su totalidad esta en el estado superconductor [11]. Sin embargo, no se determino el valor exacto de H_{c1} para las muestras aunque suponemos que se encuentra por debajo de los 100 Oe, como se explica en la sección 4.3.2. Este mismo comportamiento también está presente en las monocapas de niobio (ver figuras 4.1 y 4.2). No obstante, incluso tomando en cuenta la magnitud más grande de campo (16 Oe), el valor de la T_c de la nanoestructura está por encima de los valores de T_c de las monocapas con una magnitud de campo de tan solo 0.5 Oe (que representa el valor más alto de T_c de las monocapas). Más aún, el valor de la temperatura de transición de la nanoestructura con un campo de excitación de 16 Oe es mayor que el valor de la temperatura de transición de las monocapas para cualquiera de los campos de excitación. El menor decremento de la temperatura crítica de la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) al aumentar el campo magnético aplicado indica una mejora de la nanoestructura con respecto a las monocapas.

En la tabla 4.1 se encuentran los valores de la temperatura de transición (T_c) y los valores del ancho de la transición superconductor (ΔT_c) de las monocapas de niobio [Nb (MC_300C), Nb_Al (MC_300C), Nb (MC_RT) y Nb_Al (MC_RT)] y de la nanoestructura [Al/Nb (AP_RT)] para las diferentes intensidades de campo magnético. Las caídas del valor de la temperatura de transición de las monocapas van desde 0.06 K hasta 0.13 K tomando en cuenta el valor de T_c a un campo de excitación de 0.5 Oe y de 16 Oe. Mientras que la caída del valor de la temperatura de transición de la nanoestructura es de 0.19 K tomando en cuenta los valores de T_c a 0.5 Oe ($T_c = 9.09$ K) y 16 Oe ($T_c = 8.9$ K). Además, a partir de los valores de la tabla 4.1 se observa que en todos los casos analizados la temperatura de transición de la nanoestructura es superior a la temperatura de transición de las monocapas.

**CAPÍTULO 4 MEDICIONES MAGNÉTICAS A BAJA TEMPERATURA
DE PELÍCULAS SUPERCONDUCTORAS Y LA NANOESTRUCTURA**
4.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

H (Oe)	Muestra	T_c (K)	ΔT_c (K)
0.5	Nb (MC_300C)	8.61	1.62
	Nb_Al (MC_300C)	8.44	1.59
	Nb (MC_RT)	8.62	2.12
	Nb_Al (MC_RT)	8.8	1.04
	Al/Nb (AP_RT)	9.09	3.05
1	Nb (MC_300C)	8.61	1.2
	Nb_Al (MC_300C)	8.44	1.45
	Nb (MC_RT)	8.6	2.13
	Nb_Al (MC_RT)	8.79	1.6
	Al/Nb (AP_RT)	9.09	3.13
5	Nb (MC_300C)	8.6	3.16
	Nb_Al (MC_300C)	8.46	1.96
	Nb (MC_RT)	8.54	2.54
	Nb_Al (MC_RT)	8.78	1.7
	Al/Nb (AP_RT)	9.09	3.27
10	Nb (MC_300C)	8.59	2.84
	Nb_Al (MC_300C)	8.39	3.09
	Nb (MC_RT)	8.52	3.02
	Nb_Al (MC_RT)	8.77	2.84
	Al/Nb (AP_RT)	9.08	2.01
12	Nb (MC_300C)	8.52	2.74
	Nb_Al (MC_300C)	8.43	3.59
	Nb (MC_RT)	8.51	3
	Nb_Al (MC_RT)	8.77	2.55
	Al/Nb (AP_RT)	9.05	2.06
16	Nb (MC_300C)	8.54	2.84
	Nb_Al (MC_300C)	8.38	2.94
	Nb (MC_RT)	8.49	2.87
	Nb_Al (MC_RT)	8.76	2.9
	Al/Nb (AP_RT)	8.9	2.41

Cuadro 4.1: Valores de la temperatura de transición (T_c) y ancho de la transición superconductoras (ΔT_c) de las monocapas de Nb y la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) a diferentes campos de excitación.

4.3.2. Magnetización en función del campo

En la figura 4.4, de izquierda a derecha, se observa el comportamiento de la magnetización con respecto del campo magnético aplicado de las monocapas sin capa protectora de aluminio Nb (MC_RT), con capa protectora de aluminio Nb_Al (MC_RT) y la nanoestructura Al/Nb (AP_RT). De arriba hacia abajo se presenta la magnetización de estas tres muestras para tres distintas temperaturas de enfriamiento, $T = 3$ K, $T = 8$ K y $T = 13$ K. La temperatura de $T = 3$ K está por debajo de la T_c de las monocapas y de la nanoestructura, como se verifica desde la tabla 4.1. La temperatura de $T = 8$ K esta también por debajo de la T_c , pero muy cercana a la frontera de la T_c . La temperatura de $T = 13$ K está al menos 3.5 K por encima de T_c .

Magnetización vs Campo magnético aplicado a $T = 3$ K

Desde la figura 4.4 (a)-(c) se observa que la magnetización de las monocapas de niobio y la nanoestructura Al/Nb (AP_RT) es irreversible, con un lazo de histéresis distinguible. La forma de las curvas de histéresis corresponde a la de un superconductor tipo II y la mayor parte de la curva señala la presencia de un estado mezclado donde coexiste el estado superconductor con unidades cuantizadas de flujo magnético llamados vórtices o fluxones [11]. La magnetización de las muestras es tal que se opone al campo magnético aplicado para impedir que este campo magnético penetre al interior de la muestra, buscando cumplir $B = 0$ en el centro de la muestra. No obstante, debido a la naturaleza granular de las muestras, el campo magnético aplicado penetra conforme su magnitud aumenta y se ancla en las regiones existentes entre los granos que conforman la película [16, 19, 20]; note el cambio en la escala de la magnetización entre muestras.

Al comparar la magnetización entre monocapas, se observa que la muestra con capa protectora de aluminio Nb_Al (MC_RT) tiene una magnetización mayor que la muestra sin capa protectora de aluminio Nb (MC_RT). Como se observó desde mediciones de XRD y morfológicas, las muestras tienen una estructura policristalina con morfología granular, así, en la muestra sin capa protectora de aluminio un proceso de oxidación ocurre una vez que la muestra es extraída de la cámara de crecimiento. Esta oxidación de la superficie del niobio hace que los átomos de oxígeno se difundan dentro de los granos, más próximos a

la superficie, como impurezas intersticiales, causando una reducción de la magnetización como se observa en la figura 4.4. La capa de aluminio, por su parte, previene la oxidación de la superficie de la muestra, evitando el proceso de difusión de átomos de oxígeno. Así, la capa protectora de aluminio previene la formación de más sitios de anclaje aparte de las regiones entre granos. Lo que beneficia que la magnetización se oponga al campo magnético externo al tener menos regiones con defectos por las que pudiese penetrar el campo magnético.

Por otra parte, existe un aumento en la magnitud de la respuesta magnética de la nanoestructura respecto de su contraparte en monocapa. Lo anterior puede deberse a una mejora de la respuesta magnética como consecuencia del diseño de la nanoestructura, es decir, debido a la configuración de apilamientos de capas superconductoras. Sin embargo, un efecto de tamaño por aumento en la cantidad de material y una disminución de las regiones entre granos al usar la configuración de apilamientos podrían explicar también el aumento.

Estas curvas de magnetización obtenidas a $T = 3$ K no tienen cambios abruptos en los valores de magnetización con respecto a pequeñas variaciones del campo magnético, es decir, no hay presencia de múltiples picos cuando la variación del campo magnético es pequeña. Esto indica que las películas y la nanoestructura tienen pocos defectos, los cuales suelen causar fluctuaciones en los valores de magnetización cuando la variación del campo magnético es pequeña como se ha observado en la Ref. [21]. En ese trabajo, los autores señalan que las fluctuaciones de la magnetización están asociadas a los vórtices que se generan en el material, debido a defectos químicos y morfológicos presentes en la muestra. Además, los autores de [21] muestran la magnetización en función del campo magnético para una lámina (foil) de niobio policristalina, con la dirección del campo magnético perpendicular al plano de la lámina, en donde se observan fluctuaciones de la magnetización debidas al anclaje de los vórtices en los defectos que existen en la muestra. Dicho comportamiento de la magnetización en función del campo magnético aplicado no se observa en las muestras que se fabricaron en este trabajo de tesis. Además, de acuerdo con los resultados de XPS presentados en el capítulo 2, las muestras de esta tesis están libres de oxígeno en su bulto, lo que reduce la ocurrencia de defectos químicos por enlazamiento de niobio con átomos de oxígeno. Entonces, la difusión de los átomos de oxígeno en la película

Nb (MC_RT) debe encontrarse en la vecindad de la superficie de la película y no genera una cantidad considerable de defectos. De otra forma afectarían la magnetización de la película causando fluctuaciones en los valores de magnetización como ya se ha señalado.

Magnetización vs Campo magnético aplicado a $T = 8$ K

La figura 4.4 (d)-(f) presenta la magnetización de las muestras a una temperatura de enfriamiento de $T = 8$ K. Esta temperatura es cercana a las temperaturas de transición de las monocapas y la nanoestructura, pero aún se mantiene por debajo (véase la tabla 4.1). Una vez más, es notorio el lazo de histéresis de la magnetización por lo que la magnetización de todas las muestras es irreversible. No obstante, la forma de estos lazos de histéresis es diferente con respecto de la forma que se observa a una temperatura de $T = 3$ K, compárese por ejemplo el panel (a) con el panel (d), ambos corresponden a la muestra Nb (MC_RT). Esto se debe a que al aproximarnos a la temperatura de transición el número de regiones de la película de Nb en el estado superconductor disminuye y la cantidad de regiones en el estado normal aumentan. Entonces, la magnetización total de la película ya no contrarresta por completo el campo magnético externo. Por lo que, al aumentar la intensidad del campo magnético se destruye la superconductividad de algunos granos que resulta en un aumento de la cantidad de granos, que forman regiones, en estado normal de la película [16].

La curva de magnetización a $T = 3$ K puede entenderse como si al disminuir la temperatura de la película desde $T = 8$ K hasta $T = 3$ K la curva de magnetización se alarga, por lo que es necesario aplicar una mayor intensidad de campo magnético para crear regiones en estado normal de la película y observar la disminución de la magnetización.

De manera similar a lo observado en las curvas de magnetización a $T = 3$ K, para las curvas a $T = 8$ K se observa que el lazo que va de 0 Oe a 1000 Oe no presenta picos; esto también confirma que las muestras tienen pocos defectos de acuerdo con lo reportado por Wilde et al. [23]. Ahí, los autores reportan el momento magnético en función del campo magnético para diferentes muestras de niobio con y sin defectos en su estructura. De acuerdo con ese reporte, las muestras que tienen defectos tienen una curva de momento en función del campo con picos y saltos en los valores de momento al variar el campo magnético. En otras palabras, la curva de momento en función del campo no es una curva

suave. En contraste, las muestras que tienen menores o están libres de defectos presentan una curva suave de momento en función del campo magnético aplicado. Para modular los defectos, los autores realizaron variaciones en el voltaje de polarización y temperatura del portasustratos durante el proceso de depósito sputtering. Las curvas más suaves de momento en función del campo magnético aplicado las obtuvieron para una polarización de -120 V y una temperatura de sustrato de 700° C. En el caso de las muestras presentadas en la figura 4.4, las condiciones de depósito entre ellas son las mismas, sin calentamiento intencional del sustrato y con voltaje de polarización de -60 V. Esto representa una ventaja en el proceso de depósito ya que requiere de menos tiempo de enfriamiento y por ende menor tiempo de fabricación de cada muestra. Además de que se obtienen muestras con pocos defectos sin necesidad de variar las condiciones de los procesos de depósito.

Realizando una comparación entre las curvas de magnetización de las monocapas y de la nanoestructura, en principio parece que se han logrado mejorar las propiedades superconductoras a partir de la elaboración de la nanoestructura. Esto porque se ve en la escala de curva que es necesario aplicar un campo magnético mas intenso para que la magnetización de la nanoestructura decaiga. Esto se traduce a que la nanoestructura tiene un campo magnético crítico superior de mayor magnitud que el de las monocapas, no mostrado en las curvas de magnetización ya que requiere de aplicar un campo magnético de mayor magnitud que el máximo utilizado en estas curvas. El valor del campo magnético crítico superior H_{c2} se obtiene del valor de campo magnético externo aplicado para el que la magnetización se anule. Como se observa en las curvas para $T = 8$ K el valor de la magnetización aún no alcanza el cero (obsérvese por ejemplo el valor de la magnetización de las curvas cuando $H = 1000$ Oe). Por ello el campo crítico superior para todas las muestras tiene una magnitud mayor a 1000 Oe. Para descartar que la mejora en la magnetización de la nanoestructura con respecto a las monocapas se deba a un efecto de tamaño (o de la cantidad del material superconductor depositado) se requiere comparar la magnetización de la nanoestructura con una película de niobio que tenga el mismo espesor de la nanoestructura y con esto comparar los valores de campo magnético crítico superior de la nanoestructura y la película de niobio. Esto se ha identificado como un área a abordar en futuros trabajos con diferentes nanoestructuras.

Con respecto al campo magnético inferior de las monocapas y la nanoestructura, se

observan indicios del comportamiento lineal de la magnetización en la región por debajo de los 100 Oe (obsérvese por ejemplo la parte lineal de la curva de magnetización de la nanoestructura cuando H varía de 0 a ~ 50 Oe). Para confirmar esta suposición, se debe realizar una medición con mayor número de datos por debajo de los 100 Oe para todas las muestras y de esta manera observar la región donde la magnetización sigue un comportamiento lineal. Esto está en concordancia con los valores reportados para H_{c1} de muestras de niobio puras reportadas en la Ref. [24] donde al aproximarse a la T_c de las muestras el campo magnético crítico inferior está próximo a los 100 Oe. Mientras que, el valor del campo crítico superior que es mayor a los 1000 Oe va de acuerdo con los valores medidos en la Ref. [25] donde se halló un campo crítico superior de una hoja de niobio de 2500 Oe.

Magnetización vs Campo magnético aplicado a $T = 13$ K

Por último, en los paneles (g) - (i) de la figura 4.4 se presentan las magnetizaciones de las muestras a una temperatura de enfriamiento de 13 K. Esta temperatura es mayor que las temperaturas de transición de las muestras (ver tabla 4.1). Por lo anterior, las monocapas y la nanoestructura ya no están más en el estado superconductor. A esta temperatura la magnetización de las muestras es reversible y ya no tiene el lazo de histéresis.

Modelo de Bean

El modelo de Bean [11, 22] requiere de modificaciones para poderse utilizar en la descripción de los lazos de magnetización en función del campo magnético aplicado (figura 4.4) de las muestras de esta tesis. Se debe analizar que modificaciones se requieren para aplicar el modelo debido a las diferencias en la configuración geométrica de los superconductores. El modelo de Bean considera un superconductor cilíndrico tipo II al que se le superpone un campo magnético dirigido paralelamente al eje del cilindro [11, 22]. En el caso de las películas de niobio y la nanoestructura, la dirección del campo magnético aplicado es perpendicular a la superficie de las películas, como se muestra en el apéndice D. Por lo que las líneas de campo magnético tienen que rodear la muestra cuando se encuentra por completo en el estado superconductor, a diferencia del caso del cilindro estudiado por

Bean. Por lo que se debe estar generando una densidad de corriente en el plano de la superficie de la película. Además, en el caso de las monocapas de niobio y la nanoestructura el campo magnético debe estar penetrando primero en las regiones con defectos o regiones entre los granos que conforman la película de manera que podría existir enclavamiento de los vórtices. Es decir, a diferencia del modelo de Bean, los vórtices en las regiones en estado normal (en los sitios de enclavamiento) de las películas de Nb y la nanoestructura pudiesen tener una densidad de corriente crítica heterogénea. En general, la forma en que las líneas de flujo magnético penetran en estas regiones no superconductoras puede ser muy complicada. Debido a estas razones el modelo de Bean original no puede aplicarse para explicar el comportamiento de la histéresis de la magnetización aun cuando a primera vista existe una gran similitud de las curvas. Para explicar claramente cuál es el origen de la histéresis en las curvas de magnetización se requiere del desarrollo de un modelo microscópico que explique también el comportamiento relacionado con la temperatura de enfriamiento y de transición de las películas, esto debido a que las películas de niobio son delgadas. Sin embargo, el desarrollo de una teoría microscópica que explique la superconductividad de las películas de niobio y la nanoestructura excede los objetivos planteados para esta tesis.

**CAPÍTULO 4 MEDICIONES MAGNÉTICAS A BAJA TEMPERATURA
DE PELÍCULAS SUPERCONDUCTORAS Y LA NANOESTRUCTURA**

4.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

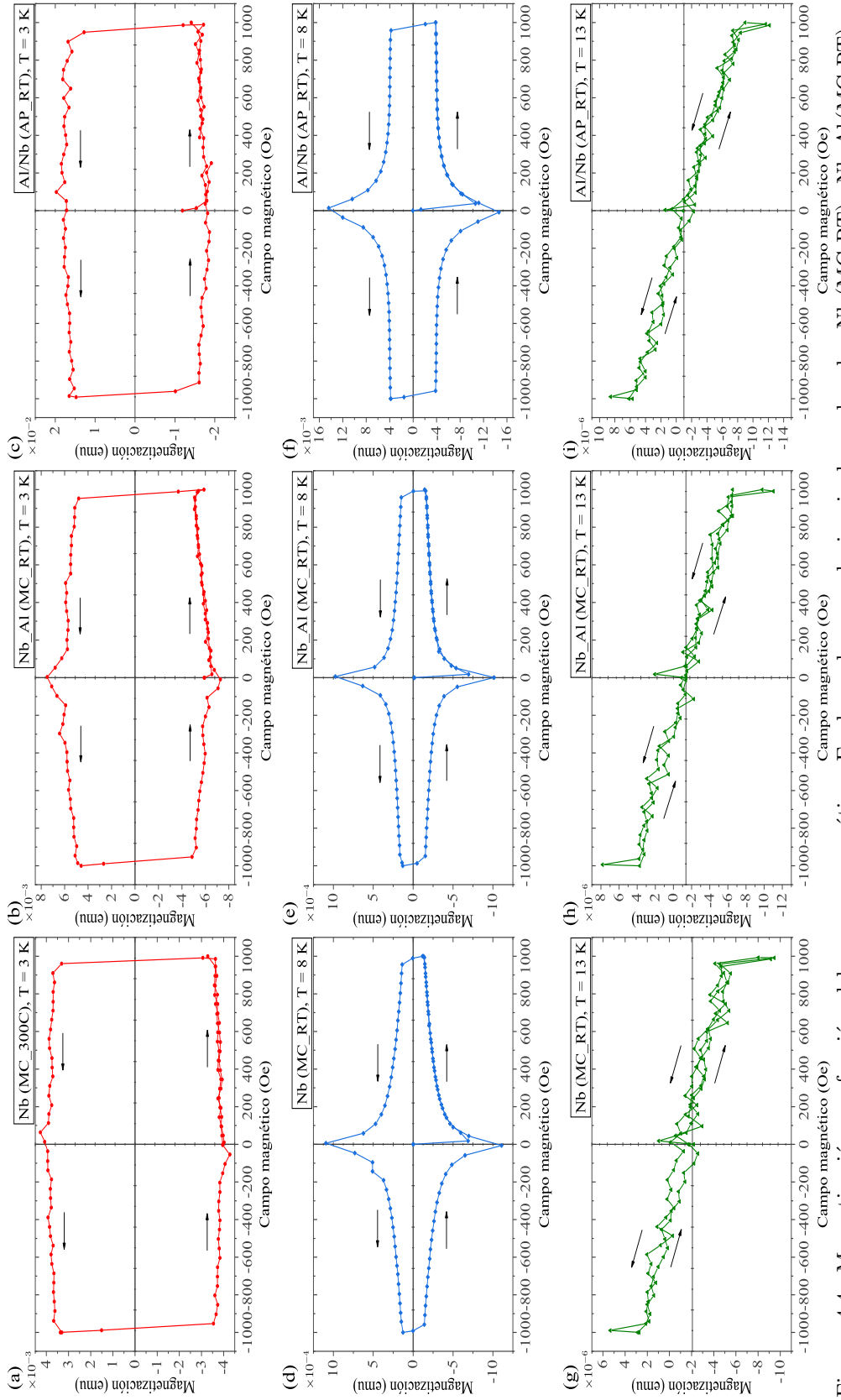


Figura 4.4: Magnetización en función del campo magnético. En las columnas de izquierda a derecha Nb (MC_RT), Nb_{Al}(MC_RT) y Al/Nb (AP_RT), en las filas de arriba hacia abajo $T = 3$ K, $T = 8$ K y $T = 13$ K. Las flechas indican la dirección en la que H cambia.

4.4. Conclusiones

En este capítulo se presentaron las propiedades superconductoras de películas de niobio con y sin capa protectora de aluminio depositadas bajo una temperatura de sustrato de 300° C y temperatura ambiente. Se mostró que la capa protectora de aluminio causa una mejora en las propiedades superconductoras de las monocapas debido a la ausencia de óxidos de niobio. Además, se mostró que las películas depositadas a temperatura ambiente presentan una T_c mayor que las depositadas a 300° C debido a la ausencia de difusión de átomos de oxígeno desde el sustrato. Por otro lado, se diseñó y fabricó una estructura nanoestructura de $[\text{Al}/\text{Nb}]_3$ con un espesor de la capa conductora mayor a $4\xi_{\text{Nb}}$ y espesor de metal de aproximadamente $1/2\xi_{\text{Nb}}$. Los depósitos de las películas de niobio y aluminio se hicieron a temperatura ambiente. Los resultados de susceptibilidad magnética mostraron un aumento de la T_c respecto a las monocapas. El responsable del aumento en la T_c puede ser la estructura que emula un superconductor de alta temperatura crítica. A pesar de que las capas de niobio tienen un espesor de 160.2 nm, el cual está en el valor de grosor donde el niobio presenta valores estables de T_c , una mejora en la T_c por efecto de tamaño no puede ser descartada.

Finalmente, se presentaron los lazos de magnetización con respecto al campo magnético de la nanoestructura para tres temperaturas, por debajo, alrededor y por encima de la T_c . Se observó la ocurrencia de lazos histéricos de magnetización para temperaturas por debajo y alrededor de la T_c , mientras que por encima de la T_c la histéresis desaparece. La forma de las curvas de magnetización para las temperaturas por debajo de la T_c señalan que las muestras están en el estado mixto. No se observan saltos abruptos en la magnetización de las muestras lo que indica que se tienen especímenes con una cantidad casi nula de defectos. De acuerdo con la forma de las curvas de magnetización, el campo crítico inferior H_{c1} de las monocapas está por debajo de 100 Oe. Mientras que el campo crítico superior H_{c2} está más allá de 1000 Oe. Se descubrió otra mejora de la nanoestructura con respecto a las monocapas en los valores de la magnetización, que al ser mayor implica que los campos críticos de la nanoestructura tienen valores más altos que los de las monocapas de niobio.

Bibliografía

- [1] T. Proslie, J. Zasadzinski, J. Moore, M. Pellin, J. Elam, L. Cooley, K. E. Gray, *Improvement and protection of niobium surface superconductivity by atomic layer deposition and heat treatment*, Applied Physics Letters, **93**, 19 (2008).
- [2] A. Gurevich, G. Ciovati, *Dynamics of vortex penetration, jumpwise instabilities, and nonlinear surface resistance of type-II superconductors in strong rf fields*, Physical Review B, **77**, 10, 104501 (2008).
- [3] L. Fàbrega, A. Camon, P. Strichovanec, C. Pobes, *Exploring the proximity effect in Mo/Au bilayers*, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **29**, 5, 1 (2019).
- [4] J. N. Ullom, D. Bennett, *Review of superconducting transition-edge sensors for x-ray and gamma-ray spectroscopy*, Superconductor Science and Technology, **28**, 8, 084003 (2015).
- [5] L. A. Abelson, G. L. Kerber, *Superconductor integrated circuit fabrication technology*, Proceedings of the IEEE, **92**, 10, 1517 (2004).
- [6] M. R. Beebe, D. B. Beringer, M. C. Burton, K. Yang, R. A. Lukaszew, *Stoichiometry and thickness dependence of superconducting properties of niobium nitride thin films*, Journal of Vacuum Science & Technology A, **34**,2 (2016).
- [7] R. Holm, W. Meissner, *Messungen mit Hilfe von flüssigem Helium. XIII: Kontaktwiderstand zwischen Supraleitern und Nichtsupraleitern*, Zeitschrift für Physik, **74**, 11-12, 715 (1932).
- [8] L. N. Cooper, *Superconductivity in the neighborhood of metallic contacts*, Physical Review Letters, **6**, 12, 689 (1961).

- [9] I. Sternfeld, V. Shelukhin, A. Tsukernik, M. Karpovski, A. Gerber, A. Palevski, *Proximity effect in granular superconductor-normal metal structures*, Physical Review B, **71**, 6, 064515 (2005).
- [10] R. H. Parmenter, *Enhancement of superconductivity by extraction of normal carriers*, Physical Review Letters, **7**, 7, 274 (1961).
- [11] R. Kleiner, W. Buckel, *Superconductivity: An Introduction*, John Wiley & Sons (2016).
- [12] S. J. Rezvani, A. Perali, M. Fretto, N. De Leo, L. Flammia, M. Milošević, N. Pinto, *Substrate-induced proximity effect in superconducting niobium nanofilms*, Condensed Matter, **4**, 1, 4 (2018).
- [13] C. Cirillo, A. Rusanov, C. Bell, J. Aarts, *Depairing current behavior in superconducting Nb/Pd 81 Ni 19 bilayers*, Physical Review B, **75**, 17, 174510 (2007).
- [14] A. I. Gubin, K. S. Il'in, S. A. Vitusevich, M. Siegel, N. Klein, *Dependence of magnetic penetration depth on the thickness of superconducting Nb thin films*, Physical Review B, **72**, 6, 064503 (2005).
- [15] F. Gömöroy, *Characterization of high-temperature superconductors by AC susceptibility measurements*, Superconductor Science and Technology, **10**, 8, 523 (1997).
- [16] M. I. Valerio-Cuadros, D. A. D. Chaves, F. Colauto, A. A. M. D. Oliveira, A. A. H. D. Andrade, T. H. Johansen, M. Motta, *Superconducting properties and electron scattering mechanisms in a Nb film with a single weak-link excavated by focused ion beam*, Materials, **14**, 23, 7274 (2021).
- [17] C. Navau, A. Sanchez, N. Del-Valle, D. X. Chen, *Alternating current susceptibility calculations for thin-film superconductors with regions of different critical-current densities*, Journal of Applied Physics, **103**, 11 (2008).
- [18] D. X. Chen, A. Sanchez, T. Puig, L. M. Martinez, J. S. Munoz, *AC susceptibility of grains and matrix for high-Tc superconductors*, Physica C: Superconductivity, **168**, 5-6, 652 (1990).

- [19] D.V. Shantsev, M.R. Koblishka, Y. M. Galperin, T. H. Johansen, L. Pust, M. Jirsa, *Central peak position in magnetization loops of high- T_c superconductors*, Phys. Rev. Lett., **82**, 14, 2947 (1999).
- [20] A. Palau, T. Puig, X. Obradors, E. Pardo, C. Navau, A. Sanchez, A. Usoskin, H. C. Freyhardt, L. Fernandez, B. Holzapfel, et al., *Simultaneous inductive determination of grain and intergrain critical current densities of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ coated conductors*, Appl. Phys. Lett., **84**, 2, 230 (2004).
- [21] D. S. Chikurov, M.P. Volkov, *Magnetic flux jumps upon magnetization of superconducting niobium plate with the magnetic field oriented normally and parallel to the surface* Technical Physics, **66**, 12, 1311 (2021).
- [22] C. P. Bean, *Rotational Hysteresis Loss in High-Field Superconductors*, Journal of Applied Physics, **41**, 6, 2482 (1970).
- [23] S. Wilde, R. Valizadeh, O. B. Malyshev, G. B. G. Stenning, T. Sian, B. Chesca, *dc magnetometry of niobium thin film superconductors deposited using high power impulse magnetron sputtering*, Physical Review Accelerators and Beams, **21**, 7, 073101 (2018).
- [24] D. K. Finnemore, T. F. Stromberg, C. A. Swenson, *Superconducting properties of high-purity niobium*, Physical Review, **149**, 1, 231 (1996).
- [25] M. Bahte, L. N. Lipatov, F. Herrmann, *Magnetization and susceptibility measurements on niobium samples for cavity production*, Part. Accel., **60**, 121 (1998).

Capítulo 5

Electrodinámica de metamateriales a base de superconductor a alta frecuencia

Resumen:

En este capítulo se presenta el formalismo teórico desarrollado para analizar metamateriales hechos a partir de arreglos periódicos de capas alternantes. Este método toma en cuenta el formalismo de Fourier en transformada finita para analizar la dependencia periódica del sistema. Además, se toma en cuenta la función dieléctrica de las capas constituyentes de la metaestructura. Se estudió el caso general en donde la luz incide de manera oblicua en la metaestructura. Con el formalismo desarrollado es posible calcular los espectros de difracción hacia el medio incidente y el sustrato en donde se encuentra la metaestructura¹.

¹Este capítulo contiene una adaptación de algunas secciones del artículo *Enhanced THz transmission through a grating with layered high-temperature superconductor* (ver la sección de Publicaciones).

5.1. Introducción

El control de las propiedades de los materiales a partir del diseño ha sido un tema de gran interés en la comunidad científica durante muchos años; esto trajo consigo el desarrollo de los metamateriales [1–3]. Los metamateriales son estructuras artificiales compuestas que tienen propiedades inusuales en comparación con los materiales convencionales existentes en la naturaleza [1–4]. Es así que, en años recientes, los metamateriales han abierto nuevas posibilidades de mejorar e incluso sintonizar las propiedades de interés, electromagnéticas, acústicas, elásticas y térmicas, entre otras, de los sistemas diseñados. Las mejoras que aportan los metamateriales proceden de las estructuras diseñadas y no de la composición [2–4]. Sin embargo, una elección adecuada de los materiales constituyentes es trascendental para la obtención de dicha mejora.

Históricamente, el concepto de metamaterial proviene del trabajo de Veselago quien exploró la posibilidad de tener un material con permitividad eléctrica y permeabilidad magnética ambas negativas [5] y de los trabajos de Pendry [6] y Smith [7] diseñando arreglos de materiales que mostraban la propiedad propuesta. Desde entonces, los metamateriales están estrechamente relacionados con el diseño y la mejora de la respuesta electromagnética.

Es así como han surgido metamateriales electromagnéticos en el rango de radiofrecuencias y microondas así como en Terahertz e infrarrojo [4]. Esto mediante el diseño inteligente a través de variaciones estructurales, como variaciones en las constantes de la red periódica de los metamateriales [1, 3]. O bien, combinar estas variaciones estructurales con la incorporación de materiales activos como superconductores o materiales bidimensionales [1, 3, 4].

En este capítulo se presenta un método, basado en el formalismo de Fourier, para estudiar la difracción de una metaestructura. La metaestructura está compuesta por un superconductor con estructura laminar próximo a un dieléctrico. Además, se toma en cuenta la dependencia respecto de la frecuencia de la permitividad de la metaestructura así como la dependencia espacial. También, para acercarse a los esfuerzos experimentales para fabricar este tipo de metaestructuras, se ha tomado en cuenta que la metaestructura yace sobre un sustrato de vidrio. Finalmente, el formalismo desarrollado puede aplicarse

para estudiar otro tipo de metaestructuras no necesariamente compuestas por un material laminar y un dieléctrico.

5.2. Formalismo teórico

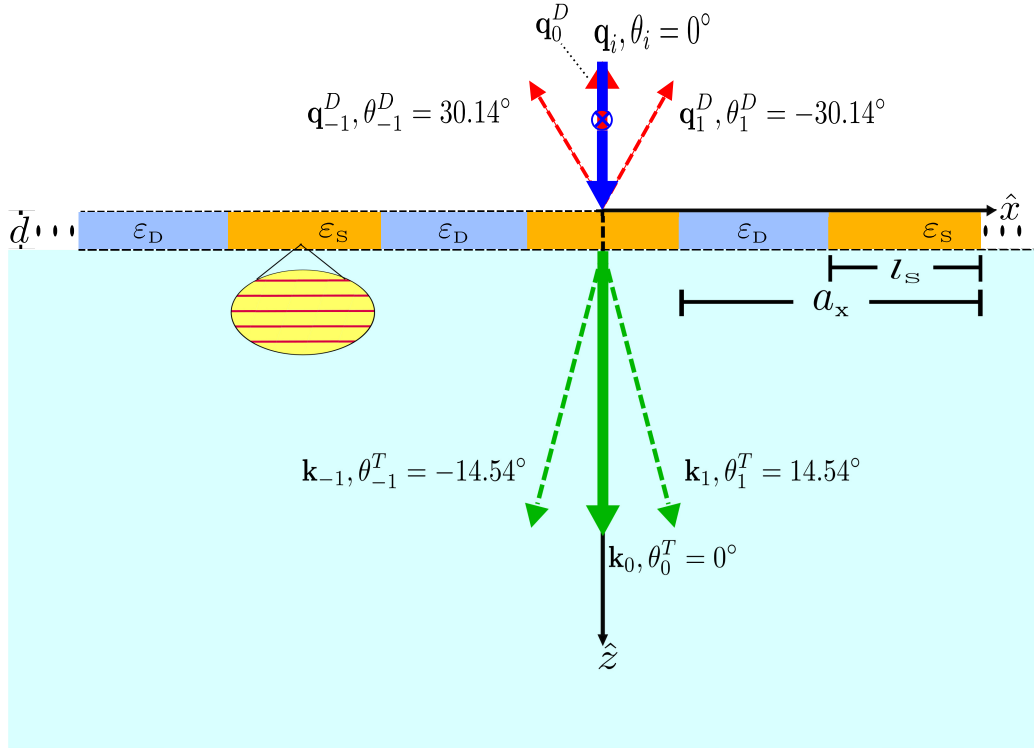


Figura 5.1: Diagrama de la metaestructura periódica formada por capas alternantes de superconductor laminar y dieléctrico, sobre un sustrato de vidrio. Las capas de superconductor se denotan por ϵ_s y las de dieléctrico por ϵ_D . El periodo en la dirección x se denota por a_x y el tamaño de la capa superconductora es l_s . La metaestructura es infinita en la dirección del eje x y tiene un espesor d en la dirección del eje z . Para comprender mejor la estructura laminar del superconductor, se presenta un acercamiento en donde los planos rojos y amarillos representan los planos superconductores y dieléctricos, respectivamente. Se supone una onda electromagnética, con vector de onda \vec{q}_i , que incide en la parte superior de la metaestructura. Los haces difractados por la metaestructura tienen vectores de onda \vec{q}^D y \vec{k} , dirigidos hacia el medio incidente y el sustrato de vidrio, respectivamente.

El sistema de estudio es una metaestructura hecha de capas alternantes de dieléctrico y superconductor con estructura laminar que yace sobre un sustrato de vidrio. La metaestructura se considera de extensión infinita, pero de espesor finito d como se observa en la figura 5.1. Además, se encuentra inmersa en vacío. El sistema de coordenadas se escoge tal que el eje x se encuentra a lo largo de la metaestructura y el eje z en la

dirección del espesor de la metaestructura. De esta manera, la metaestructura divide al espacio en tres regiones. La primera es en donde se encuentra el medio incidente (aire) $z < 0$. La segunda se localiza a lo ancho de la metaestructura, es decir, $0 \leq z \leq d$. La tercera ocupa el espacio del sustrato de vidrio $d < z$.

En el medio incidente ($z < 0$) se encuentran la onda electromagnética plana incidente y las ondas difractadas por la metaestructura. El campo eléctrico de la onda incidente, \vec{E}_i , está polarizado en la dirección del eje y , por lo que las ondas difractadas por la metaestructura tienen la misma polarización. El campo eléctrico total en $z < 0$ se escribe en la siguiente forma

$$\vec{E}_1(x, z) = \left(E_i e^{i\vec{q}_i \cdot \vec{r} - i\omega t} + \sum_{G_x} E_D(G_x) e^{i\vec{q}^D(G_x) \cdot \vec{r} - i\omega t} \right) \hat{y}, \quad (5.1)$$

en donde ω es la frecuencia de las ondas electromagnéticas,

$$\vec{q}_i = (q_x, 0, q_z), \quad (5.2)$$

representa el vector de onda incidente cuyas componentes son $q_x = (\omega/c) \sin \theta_i$ y $q_z = (\omega/c) \cos \theta_i$, c es la velocidad de la luz en el vacío y θ_i simboliza el ángulo de incidencia de la onda electromagnética (el formalismo describe el caso general de incidencia oblicua, aunque en la figura 5.1 se muestre el caso de incidencia normal). De manera similar, los vectores de onda de las ondas difractadas se escriben como

$$\vec{q}^D(G_x) = (q_x + G_x, 0, -q_z^D(G_x)) \quad (5.3)$$

con $G_x = 2\pi n_x / a_x$, $n_x = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$, y

$$q_z^D(G_x) = \sqrt{(\omega/c)^2 - (q_x + G_x)^2}. \quad (5.4)$$

Por otro lado, en el sustrato de vidrio ($d < z$, región 3) el campo eléctrico total de las ondas electromagnéticas planas transmitidas se expresa como

$$\vec{E}_3(x, z) = \sum_{G_x} E_T(G_x) e^{i\vec{k}(G_x) \cdot \vec{r} - i\omega t} \hat{y}, \quad (5.5)$$

en donde

$$k_z(G_x) = \sqrt{(\omega/c)^2 \varepsilon_v - (q_x + G_x)^2} \quad (5.6)$$

representa la componente en la dirección del eje z de los vectores de onda de las ondas transmitidas hacia el sustrato de vidrio y ε_v denota la permitividad eléctrica del sustrato de vidrio que se considera constante.

La permitividad de la metaestructura se modela mediante un tensor de permitividad. Dada la polarización de la onda electromagnética la componente que es útil corresponde al valor principal en la dirección del eje \hat{y} , es decir, ε_y que depende de la coordenada x a través de la siguiente relación

$$\varepsilon_y(x) = \begin{cases} \varepsilon_s & x_j - \frac{l_s}{2} < x < x_j + \frac{l_s}{2} & x_j = ja_x \quad j \in \mathbb{Z}, \\ \varepsilon_D & x_j + \frac{l_s}{2} < x < x_{j+1} - \frac{l_s}{2}, \end{cases} \quad (5.7)$$

l_s es la longitud de las capas superconductoras en la metaestructura, a_x representa el periodo de la metaestructura, ε_D la permitividad de las capas dieléctricas y ε_s la permitividad de las capas superconductoras.

Debido a la periodicidad de la metaestructura en la dirección del eje x , su permitividad ε_y (5.7) así como el campo eléctrico $\vec{E}(x, z)$ dentro de ella, se expanden mediante una serie de Fourier en las formas respectivas siguientes

$$\varepsilon_y(x) = \sum_{G_x} \varepsilon_y(G_x) e^{iG_x x}, \quad (5.8)$$

$$\vec{E}(x, z) = \sum_{G_x} e^{iq_x x} E(G_x, z) e^{iG_x x \hat{y}}. \quad (5.9)$$

El campo eléctrico en todo el espacio obedece las ecuaciones de Maxwell, en particular dentro de la metaestructura se propone una solución en forma de onda electromagnética plana. Gracias a lo anterior, se obtiene la expresión siguiente que describe el campo eléctrico dentro de la metaestructura

$$\left((q_x + G_x)^2 + G_z^2 \right) E(G_x, G_z) - \frac{iG_z}{d} [E(G_x, d) - E(G_x, 0)]$$

$$-\frac{1}{d} \left[\frac{\partial}{\partial z} E(G_x, d) - \frac{\partial}{\partial z} E(G_x, 0) \right] =$$

$$\left(\frac{\omega}{c} \right)^2 \sum_{G'_x} \left(\varepsilon_D \delta_{G_x, G'_x} + \Delta \varepsilon f \frac{\text{sen} \left(\left(G_x - G'_x \right) \frac{l_s}{2} \right)}{\left(G_x - G'_x \right) \frac{l_s}{2}} \right) E(G'_x, G_z), \quad (5.10)$$

en donde $\Delta \varepsilon \equiv \varepsilon_s - \varepsilon_D$ es el contraste dieléctrico y $f \equiv l_s/a_x$ representa la fracción de llenado de superconductor en la celda unitaria de la metaestructura. En la ecuación (5.10) se ha considerado también la transformada finita de Fourier del campo eléctrico en la dirección del eje z ,

$$E(G_x, G_z) = \frac{1}{d} \int_0^d E(G_x, z) e^{-iG_z z} dz, \quad (5.11)$$

con $G_z = 2\pi n_z/d$ y $n_z \in \mathbb{Z}$.

En la ecuación (5.10) aparece el campo eléctrico evaluado en las interfaces entre el vacío y la metaestructura [$z = 0; E(G_x, 0)$] y la metaestructura y el sustrato de vidrio [$z = d; E(G_x, d)$], así como la primera derivada del campo eléctrico respecto de la coordenada z en las interfaces antes mencionadas. Luego, al aplicar las condiciones de frontera de las ecuaciones de Maxwell y sustituirlas en la ecuación (5.10) se obtiene un sistema de ecuaciones algebraicas de primer grado, no homogéneo, para las amplitudes $E(G_x, G_z)$, $E_D(G_x)$ y $E_T(G_x)$. El sistema de ecuaciones se resuelve numéricamente y se calculan las intensidades relativas de las ondas electromagnéticas difractadas por la metaestructura hacia el vacío

$$R_{n_x}(\omega) = \left| \frac{E_D(n_x)}{E_i} \right|^2 \frac{|\Re q_z^P(n_x)|}{q_z} \quad (5.12)$$

y el sustrato de vidrio

$$T_{n_x}(\omega) = \left| \frac{E_T(n_x)}{E_i} \right|^2 \frac{\Re k_z(n_x)}{q_z}. \quad (5.13)$$

5.2.1. Modos localizados en una barra de superconductor

Ahora se estudia la propagación de ondas electromagnéticas dentro de una guía de ondas hecha de superconductor de alta temperatura crítica. La guía de onda consiste de una barra de SATC con sección transversal rectangular que está rodeada por aire y se encuentra sobre un sustrato de vidrio. En la figura 5.2 se muestra un esquema de la barra

de superconductor de alta temperatura crítica. Como se observa en la figura 5.2, los planos superconductores son perpendiculares al eje y . Los espesores de la barra son l_s y d en la dirección de los ejes x y z , respectivamente.

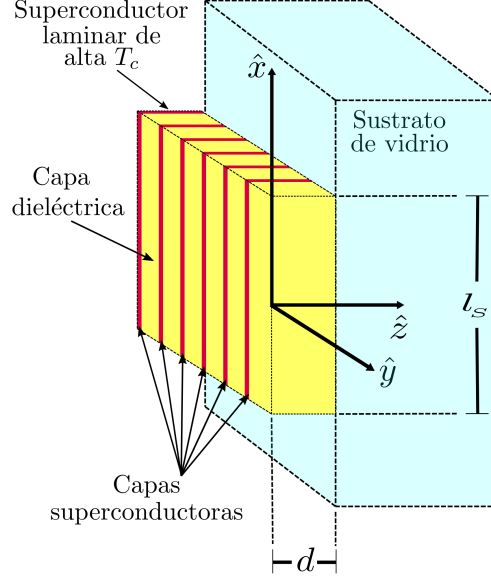


Figura 5.2: Barra con sección transversal rectangular, hecha de superconductor laminar de alta T_c , rodeada por aire y sobre un sustrato de vidrio. El espesor de la barra es l_s en la dirección del eje x y d en la dirección del eje z . En el superconductor laminar, las capas superconductoras se representan mediante los planos en color rojo mientras que las capas dieléctricas por planos en color amarillo.

Para este análisis se consideró el caso de ondas TM que se propagan en la dirección del eje y . Por lo que el campo magnético en la dirección de propagación es nulo ($B_y = 0$). Esta suposición implica que el campo eléctrico es perpendicular a los planos superconductores de la barra (veáse la figura 5.2). El campo eléctrico dentro de la barra de superconductor se propone de la forma

$$\vec{E}_y(x, z) = E_{y,1}(x)E_{y,2}(z) \hat{y}, \quad (5.14)$$

en donde

$$E_{y,1}(x) = A_1 e^{iS_x x - i\omega t} + B_1 e^{-iS_x x - i\omega t}, \quad (5.15a)$$

$$E_{y,2}(z) = A_2 e^{iS_z z - i\omega t} + B_2 e^{-iS_z z - i\omega t}. \quad (5.15b)$$

El campo electromagnético obedece las ecuaciones de Maxwell, a partir del campo

eléctrico (5.14) se calcula el campo magnético usando la ley de Faraday

$$\vec{H}(x, z) = H_x(x, z)\hat{x} + H_z(x, z)\hat{z}, \quad (5.16)$$

con

$$H_x(x, z) = -\frac{k_z}{\omega\mu} (A_1 e^{iS_x x - i\omega t} + B_1 e^{-iS_x x - i\omega t}) \cdot (A_2 e^{iS_z z - i\omega t} - B_2 e^{-iS_z z - i\omega t}), \quad (5.17a)$$

$$H_z(x, z) = \frac{k_x}{\omega\mu} (A_1 e^{iS_x x - i\omega t} - B_1 e^{-iS_x x - i\omega t}) \cdot (A_2 e^{iS_z z - i\omega t} + B_2 e^{-iS_z z - i\omega t}). \quad (5.17b)$$

El campo electromagnético debe ser continuo en las 4 interfaces que se forman, a saber, 3 entre la barra y el vacío y 1 entre la barra y el sustrato de vidrio. Las condiciones de continuidad para el campo eléctrico se expresan como

$$E_y(x = \pm l_s/2, z) = E_y^{(a)}(x = \pm l_s/2, z), \quad (5.18a)$$

$$E_y(x, z = 0) = E_y^{(a)}(x, z = 0), \quad (5.18b)$$

$$E_y(x, z = d) = E_y^{(v)}(x, z = d), \quad (5.18c)$$

en las ecuaciones anteriores $E_y^{(a)}(x = l_s/2, z)$ representa el campo eléctrico en el aire evaluado en las interfaces $x = -l_s/2$ y $x = l_s/2$, respectivamente. Luego, $E_y^{(a)}(x, z = 0)$ representa el campo eléctrico en el aire evaluado en la interfaz $z = 0$ y $E_y^{(v)}(x, z = d)$ representa el campo eléctrico en el sustrato de vidrio evaluado en la interfaz $z = d$.

Mientras que, las condiciones de frontera para el campo magnético tienen la forma

$$H_z(x = \pm l_s/2, z) = H_z^{(a)}(x = \pm l_s/2, z), \quad (5.19a)$$

$$H_x(x, z = 0) = H_x^{(a)}(x, z = 0), \quad (5.19b)$$

$$H_x(x, z = d) = H_x^{(v)}(x, z = d), \quad (5.19c)$$

de manera similar al campo eléctrico, $H_z^{(a)}(x = \pm l_s/2, z)$, $H_x^{(a)}(x, z = 0)$ y $H_x^{(v)}(x, z = d)$ representan las componentes tangenciales a las interfaces del campo magnético en el aire (evaluadas en $x = \pm l_s/2$ y $z = 0$, respectivamente) y en el sustrato de vidrio (evaluada en

$z = d$).

Ahora bien, las ondas TM dentro de la barra superconductor obedecen la ecuación

$$(\nabla_t^2 + \mu_s \varepsilon_s \omega^2) E_y(x, z) = 0, \quad (5.20)$$

en esta ecuación ∇_t^2 denota la parte transversal del operador laplaciano, μ_s y ε_s representan la permeabilidad y permitividad de la barra superconductor. Al sustituir la forma explícita del campo eléctrico (5.14) en la ecuación (5.20) se obtiene la expresión

$$(\mu_s \varepsilon_s \omega^2 - S_x^2 - S_z^2) E_y(x, z) = 0. \quad (5.21)$$

Para encontrar el valor de S_x y S_z , para después encontrar el valor de la frecuencia ω , se utilizan las condiciones de frontera del campo electromagnético. Las condiciones de frontera del campo eléctrico se dividen entre las condiciones de frontera del campo magnético para cada una de las interfaces. De esta manera es posible utilizar la impedancia superficial de los medios que rodean a la barra de superconductor. Lo anterior se expresa mediante

$$\frac{E_y^{(a)}(x, z = 0)}{H_x^{(a)}(x, z = 0)} = -\frac{\omega \mu_s (A_2 + B_2)}{S_z (A_2 - B_2)}, \quad (5.22a)$$

$$\frac{E_y^{(v)}(x, z = d)}{H_x^{(v)}(x, z = d)} = -\frac{\omega \mu_s [A_2 e^{iS_z d} + B_2 e^{-iS_z d}]}{S_z [A_2 e^{iS_z d} - B_2 e^{-iS_z d}]}, \quad (5.22b)$$

$$\frac{E_y^{(a)}(x = l_s/2, z)}{H_z^{(a)}(x = l_s/2, z)} = \frac{\omega \mu_s [A_1 e^{iS_x l_s/2} + B_1 e^{-iS_x l_s/2}]}{S_x [A_1 e^{iS_x l_s/2} - B_1 e^{-iS_x l_s/2}]}, \quad (5.22c)$$

$$\frac{E_y^{(a)}(x = -l_s/2, z)}{H_z^{(a)}(x = -l_s/2, z)} = \frac{\omega \mu_s [A_1 e^{-iS_x l_s/2} + B_1 e^{iS_x l_s/2}]}{S_x [A_1 e^{-iS_x l_s/2} - B_1 e^{iS_x l_s/2}]}. \quad (5.22d)$$

En las ecuaciones (5.22) el lado izquierdo se reescribe usando la impedancia superficial del aire $Z_0 \equiv \sqrt{\mu_0/\varepsilon_0}$ y del sustrato de vidrio $Z_v \equiv \sqrt{\mu_0/\varepsilon_v}$. Después, reordenando los

términos las ecuaciones (5.22) toman la siguiente forma

$$0 = -(\omega\mu_s + S_z Z_0) A_2 + (S_z Z_0 - \omega\mu_s) B_2, \quad (5.23a)$$

$$0 = -(\omega\mu_s + S_z Z_v) A_2 e^{iS_z d} + (S_z Z_v - \omega\mu_s) B_2 e^{-iS_z d}, \quad (5.23b)$$

$$0 = (\omega\mu_s - S_x Z_0) A_1 e^{iS_x l_s/2} + (S_x Z_0 + \omega\mu_s) B_1 e^{-iS_x l_s/2}, \quad (5.23c)$$

$$0 = (\omega\mu_s - S_x Z_0) A_1 e^{-iS_x l_s/2} + (S_x Z_0 + \omega\mu_s) B_1 e^{iS_x l_s/2}. \quad (5.23d)$$

Para hallar las constantes A_2 y B_2 se calcula el determinante principal del sistema de ecuaciones formado por (5.23a) y (5.23b). Mientras que para hallar A_1 y B_1 se calcula el determinante principal del sistema de ecuaciones formado por (5.23c) y (5.23d). Lo anterior lleva a las ecuaciones para hallar S_z y S_x

$$S_x = \frac{m_x \pi}{l_s}, \quad \text{con } m_x = 0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (5.24)$$

$$e^{i2S_z d} = \frac{Z_0 Z_v S_z^2 + (Z_v - Z_0) \omega\mu_s S_z - \omega^2 \mu_s^2}{Z_0 Z_v S_z^2 - (Z_v - Z_0) \omega\mu_s S_z - \omega^2 \mu_s^2}, \quad (5.25)$$

la ecuación de S_z (5.25) se reescribe en la siguiente forma para

$$S_z = \frac{1}{i2d} \left(\log \{ Z_0 Z_v S_z^2 + (Z_v - Z_0) \omega\mu_s S_z - \omega^2 \mu_s^2 \} \right. \\ \left. - \log \{ Z_0 Z_v S_z^2 - (Z_v - Z_0) \omega\mu_s S_z - \omega^2 \mu_s^2 \} \right) - \frac{\pi m_z}{d}, \quad (5.26)$$

en donde $m_z = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$

Finalmente con la solución de las ecuaciones (5.24), (5.26) y de la ecuación (5.21) se obtiene la relación entre S_x , S_z y la frecuencia de las ondas TM en la barra de superconductor ω

$$\mu_s \varepsilon_s \omega^2 = S_x^2 + S_z^2. \quad (5.27)$$

5.3. Conclusiones

En este capítulo se desarrolló un modelo teórico para describir la difracción en el rango de los THz de metaestructuras formadas por un superconductor con estructura laminar y dieléctrico. El modelo utiliza el formalismo de Fourier para describir el campo electromagnético dentro de la metaestructura. Con este modelo es posible calcular numéricamente los espectros de difracción de la metaestructura.

El modelo se puede aplicar de manera general a cualquier tipo de metaestructura o superred. En el capítulo siguiente se mostrará su aplicación para estudiar metaestructuras formadas por SATC con estructura laminar y dieléctrico. También se presentará el caso donde el SATC se sustituye por una multicapa nanoestructurada, como la que se diseñó en el capítulo 3.

Asimismo, se analizó la propagación de ondas electromagnéticas dentro de una guía de ondas hecha de superconductor de alta temperatura crítica. Se plantea la relación de dispersión que siguen las ondas en una barra de superconductor con sección transversal rectangular.

Bibliografía

- [1] N. I. Zheludev, Y. S. Kivshar, *From metamaterials to metadevices*, Nature materials, **11**, 11, 917 (2012).
- [2] Y. Liu, X. Zhang, *Metamaterials: a new frontier of science and technology*, Chemical Society Reviews, **40**, 5, 2494 (2011).
- [3] S. Xiao, T. Wang, T. Liu, C. Zhou, X. Jiang, J. Zhang, *Active metamaterials and metadevices: a review*, Journal of Physics D: Applied Physics, **53**, 50, 503002 (2020).
- [4] X. C. Tong, *Concepts from metamaterials to functional metadevices*, Functional Metamaterials and Metadevices, pp. 1-21 (2018).
- [5] V. G. Veselago, *Electrodynamics of substances with simultaneously negative values of ϵ and μ* , Usp. fiz. nauk, **92**, 7, 517 (1967).
- [6] J. B. Pendry, A. Holden, D. J. Robbins, W. J. Stewart, *Magnetism from conductors and enhanced nonlinear phenomena*, IEEE transactions on microwave theory and techniques, **47**, 11, 2075 (1999).
- [7] R.A. Shelby, D. R. Smith, S. Schultz, *Experimental verification of a negative index of refraction*, Science, **292**, 5514, 77 (2001).

Capítulo 6

Difracción de ondas electromagnéticas por metaestructuras de superconductores estratificados: I. Polarización paralela a las capas superconductoras

Resumen:

En este capítulo se presentan los resultados de la simulación numérica de los espectros de difracción, hecha con el formalismo teórico desarrollado en el capítulo 5. Se analiza la geometría en donde el vector normal a los planos superconductores es perpendicular al vector de polarización de la onda electromagnética. Se estudiaron dos metaestructuras. La primera metaestructura consiste en una rejilla hecha de superconductor de alta

temperatura crítica con estructura laminar y dieléctrico. En la segunda metaestructura estudiada, se substituyó el superconductor laminar de alta T_c por una nanoestructura metal-superconductor, a saber, Al/Nb. Se muestran los espectros de difracción en el rango de los THz para diferentes fracciones de llenado del superconductor de alta T_c y la nanoestructura Al/Nb¹.

6.1. Introducción

El análisis de las propiedades electromagnéticas en el rango de los THz de los superconductores de alta temperatura crítica (SATC) con estructura laminar ha sido de gran interés durante las últimas dos décadas. La estructura atómica de este tipo de superconductores puede modelarse a través de un sistema periódico de capas metálicas superconductoras (formadas generalmente por cobre y oxígeno, planos de CuO_2) unidas entre sí por capas dieléctricas en las que se presenta el efecto Josephson [1].

En el límite de grandes longitudes de onda, la respuesta óptica de este tipo de superconductores se describe mediante un tensor de permitividad efectivo que depende de la frecuencia y del vector de onda [1–4]. Este tensor de permitividad efectivo refleja la anisotropía estructural de este tipo de superconductores a través de sus componentes. Las componentes en la dirección paralela y perpendicular a los planos superconductores tienen diferente comportamiento con respecto a la frecuencia de plasma. El signo de las componentes de la permitividad cambia en valores de frecuencia mayores a la frecuencia de plasma de Josephson. Es por esto que los superconductores de alta temperatura crítica están clasificados como metamateriales hiperbólicos de tipo II [2, 5, 6].

Esta diferencia en el comportamiento de la función dieléctrica deriva en un abanico de posibles aplicaciones al variar la dirección de propagación de las ondas electromagnéticas en el superconductor. Por ejemplo, en el trabajo [7] se encontró que el espectro de los modos propios de una capa de superconductor de alta T_c está dado por la relación entre las permitividades del medio dieléctrico circundante y de las capas aislantes (uniones Josephson) que separan las capas superconductoras.

¹Este capítulo contiene resultados mostrados y discutidos en detalle en el artículo *Enhanced THz transmission through a grating with layered high-temperature superconductor* (ver la sección de Publicaciones).

Por otro lado, la no localidad hace posible que se generen modos electromagnéticos de onda corta en valores de frecuencia mayores a la frecuencia de plasma ω_p . Este tipo de modos electromagnéticos son responsables de la frustración de la reflexión total interna, lo que lleva a un aumento en la transmisión, en el rango de los THz, con absorción mejorada dada la pérdida de energía [3, 4].

En este capítulo se estudia de manera teórica la difracción de ondas electromagnéticas en el rango de los THz de metaestructuras con el formalismo desarrollado en el capítulo 5. Específicamente, se estudiaron dos sistemas, ambos con un material laminar y dieléctrico. Primero, una metaestructura hecha de superconductor laminar de alta temperatura crítica y dieléctrico. En este caso el SATC es $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi2212, $T_c = 90$ K [2]) y el dieléctrico aire. La segunda metaestructura consiste de una nanoestructura metal-superconductor y dieléctrico. Para este caso se tomó una nanoestructura Al/Nb como la que se presentó en el capítulo 3 hecha a partir de las películas de niobio estudiadas en el capítulo 2. Para el caso del SATC la permitividad se tomó según lo reportado por Rakhmanov [2]. Mientras que para la nanoestructura la permitividad se modeló usando el modelo de Rytov [10]. En ambas metaestructuras se supuso que los planos superconductores del SATC y de la nanoestructura, respectivamente, son paralelos al vector de polarización del campo eléctrico de la onda electromagnética. Los resultados de la simulación numérica muestran los espectros de difracción, en el rango de los Terahertz, para ambas metaestructuras. Es importante mencionar que las metaestructuras estudiadas en este capítulo no se fabricaron experimentalmente.

6.2. Metaestructura de SATC y dieléctrico: geometría de polarización paralela

El formalismo descrito en el capítulo 5 se aplicó a la metaestructura formada por el superconductor laminar (véase la figura 6.1) de alta temperatura crítica $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi2212, $T_c = 90$ K [2]) y aire (dieléctrico).

La respuesta dieléctrica de este superconductor se modela a partir de un tensor de permitividad efectivo. En el límite de grandes longitudes de onda y usando el sistema

**CAPÍTULO 6 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
I. POLARIZACIÓN PARALELA A LAS CAPAS SUPERCONDUCTORAS**
6.2 METAESTRUCTURA DE SATC Y DIELECTRICO: GEOMETRÍA DE
POLARIZACIÓN PARALELA

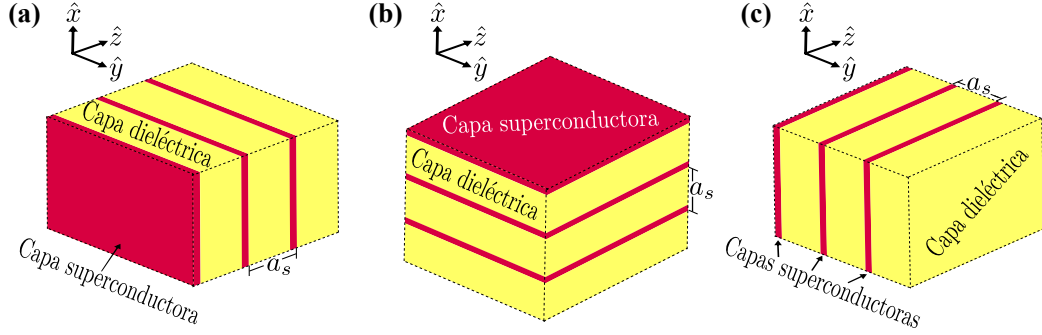


Figura 6.1: Diferentes orientaciones de un superconductor con estructura laminar de periodo a_s . Las capas rojas representan los planos superconductores, mientras que las capas amarillas representan los planos dieléctricos del SATC. El vector normal a los planos superconductores es paralelo al eje z en el panel (a), al eje x en el panel (b) y al eje y en el panel (c).

de ejes principales este tensor es diagonal [2]. De acuerdo con el sistema de coordenadas elegido en la figura 5.1, en el plano xz dicho tensor tiene las siguientes componentes

$$\overleftrightarrow{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{\perp} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\parallel} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{\parallel} \end{pmatrix}, \quad (6.1)$$

en donde ε_{\perp} representa la permitividad efectiva en la dirección perpendicular y ε_{\parallel} representa la permitividad efectiva en la dirección paralela con respecto a las capas superconductoras de Bi2212. Además, las componentes del tensor de permitividad efectivo son descritas por Rakhmanov [2] como

$$\varepsilon_{\perp} = \varepsilon \left(1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \right) + \frac{i4\pi\sigma_{\perp}}{\omega}, \quad (6.2a)$$

$$\varepsilon_{\parallel} = \varepsilon \left(1 - \frac{\gamma^2 \omega_p^2}{\omega^2} \right) + \frac{i4\pi\sigma_{\parallel}}{\omega}, \quad (6.2b)$$

en donde ε es la permitividad interplanar, ω_p es la frecuencia de plasma de Josephson, $\gamma = \lambda_{\perp}/\lambda_{\parallel}$ es el parámetro de anisotropía calculado a partir del cociente de la longitud de penetración del campo magnético en la dirección perpendicular (λ_{\perp}) y la longitud de penetración en la dirección paralela (λ_{\parallel}), mientras que σ_{\perp} y σ_{\parallel} denotan la cuasipartícula de conductividad perpendicular al plano y paralela al plano, respectivamente.

En este capítulo estudiaremos el caso en que los planos superconductores son paralelos

al eje y . En este caso, el campo eléctrico de las ondas electromagnéticas es paralelo a los planos superconductores y corresponde a las orientaciones mostradas en los paneles (a) y (b) de la figura 6.1.

6.3. Resultados

A continuación se presentan los resultados de la simulación numérica de los espectros de difracción para las metaestructuras: SATC-dieléctrico y (nanoestructura metal-superconductor)-dieléctrico.

6.3.1. Superconductor de alta temperatura crítica

La permitividad del superconductor, ε_s , está dada por la permitividad paralela ec. (6.2b). Los parámetros utilizados para la simulación numérica de los espectros de difracción son: para Bi2212 $\varepsilon = 12\varepsilon_0$, $\omega_p = 10^{12} \text{s}^{-1}$, $\gamma = 500$ y $\sigma_{||} = 3.6 \times 10^4 \omega_p$ [2], aire $\varepsilon_D = 1$ y el sustrato de vidrio $\varepsilon_v = 4$. Además, el espesor de la metaestructura es

$$d = \delta_1, \quad \text{con} \quad \delta_1 \equiv \lambda_{||} = c / (\gamma \omega_p \sqrt{\varepsilon}) = 173.2 \text{ nm}, \quad (6.3)$$

que es la longitud de penetración más pequeña del superconductor anisótropo [2]. Mientras que el periodo de la metaestructura es igual a

$$a_x = 2\pi\delta_2, \quad \text{con} \quad \delta_2 \equiv c/\omega_p = \lambda_{\perp} \sqrt{\varepsilon}. \quad (6.4)$$

Nótese que el periodo es mucho mayor que el espesor de la metaestructura, es decir,

$$\frac{a_x}{d} = \frac{2\pi\delta_2}{\delta_1} = 2\pi\gamma\sqrt{\varepsilon} \gg 1. \quad (6.5)$$

En el panel (a) de la figura 6.2 se muestran las relaciones de dispersión de los haces difractados de orden 0 y 1 hacia el aire [$q_z^D(n_x = 0)$, $q_z^D(n_x = 1)$], así como de orden 0 y 1 hacia el sustrato de vidrio [$k_z(n_x = 0)$, $k_z(n_x = 1)$]; en función de la frecuencia

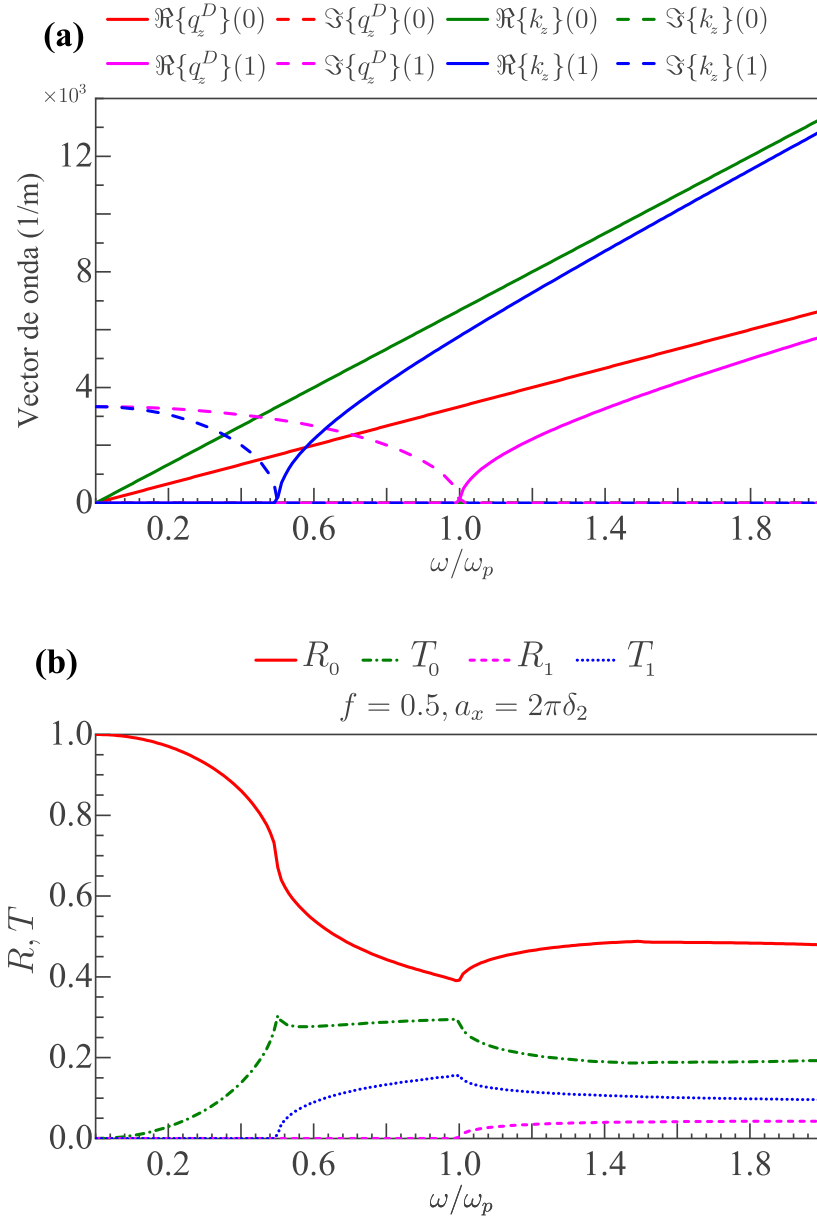


Figura 6.2: (a) Componentes z de los vectores de onda de los haces difractados de orden 0 y 1 hacia el vacío [$q_z^D(n_x = 0)$, $q_z^D(n_x = 1)$] y hacia el sustrato de vidrio [$k_z(n_x = 0)$, $k_z(n_x = 1)$] en función de la frecuencia ω y para una fracción de llenado del SATC de $f = 0.5$. La línea continua hace referencia a la parte real y la línea punteada a la parte imaginaria. (b) Espectros de difracción de orden 0 (R_0, T_0) y 1 (R_1, T_1). En estos cálculos se supuso incidencia normal ($\theta_i = 0$).

ω normalizada a la frecuencia de plasma del SATC ω_p . Las curvas con línea punteada corresponden a la parte imaginaria mientras que las curvas con línea continua a la parte real. A partir de esta figura se observa que a frecuencias bajas la parte real de $q_z^D(n_x = 0)$ y $k_z(n_x = 0)$ es diferente de cero, por lo que estos haces difractados se propagan hacia

el aire y el vidrio, respectivamente. Estos haces (con $n_x = 0$) corresponden a los haces especulares de reflexión y transmisión. Por el contrario, la parte imaginaria de q_z^D ($n_x = 1$) y k_z ($n_x = 1$) es diferente de cero, mientras que la parte real es igual a cero, lo que resulta en que estos haces no se propagan a estos valores de frecuencia hacia el aire y el vidrio cada uno. No obstante, conforme aumenta el valor de la frecuencia ω la parte imaginaria disminuye hasta caer a cero, justo en la caída a cero, la parte real se vuelve positiva por lo que los haces difractados por la metaestructura pueden propagarse. A este valor de la frecuencia ω en donde la parte real empieza a ser diferente de cero lo denotaremos como frecuencia de corte.

En el panel (b) de la figura 6.2 se muestran los espectros de difracción de orden 0 y 1 en el aire (R_0, R_1) y en el sustrato de vidrio (T_0, T_1), en función de la frecuencia ω . En este caso se consideró una fracción de llenado del SATC de $f = l_s/a_x = 0.5$ e incidencia normal ($\theta_i = 0$). Como se ve de los espectros, a bajas frecuencias $R_0(\omega)$ y $T_0(\omega)$ tienen valores cercanos a uno y a cero, respectivamente. Al ir aumentando la frecuencia ω , $R_0(\omega)$ disminuye y simultáneamente $T_0(\omega)$ aumenta. Hasta que se llega al valor de la frecuencia de corte $\omega_1 = 0.5\omega_p$ de los haces difractados de orden 1 [$k_z(n_x = 1) = k_z(n_x = -1)$], en donde la parte real de la componente de los vectores de onda es diferente de cero y se propagan hacia el sustrato de vidrio ambos con la misma intensidad y alterando drásticamente los espectros de difracción de orden 0 [$R_0(\omega), T_0(\omega)$]. Ahora bien, al continuar aumentando la frecuencia se llega a la segunda frecuencia de corte $\omega_2 = \omega_p$ la proyección en el eje z del vector de onda de los haces difractados hacia el aire [$q_z^D(n_x = 1) q_z^D(n_x = -1)$] se vuelve real, permitiendo así la propagación de esos haces en el aire y por ende aparece el espectro de difracción $R_1(\omega)$ (además $R_1(\omega) = R_{-1}(\omega)$) a partir del valor $\omega = \omega_2$. La frecuencia de corte de los haces transmitidos es menor comparada con la de los haces reflejados debido a que la permitividad del vidrio es mayor que la del aire ($\epsilon_v > 1$).

En las figuras 6.3 y 6.4 se graficó la intensidad de los haces difractados con respecto de la frecuencia ω y de la fracción de llenado del superconductor de alta temperatura crítica $f \equiv l_s/a_x$. El resto de los parámetros, $d, a_x, \epsilon_D, \epsilon_v$ y θ_i , tienen los mismos valores que el caso de $f = 0.5$. La figura 6.3 muestra los haces de difracción de orden 0, en el panel (a) R_0 y en (b) T_0 . Mientras que la figura 6.4 muestra los espectros de difracción de orden 1, en (a) R_1 y en (b) T_1 . En ambas figuras 6.3 y 6.4 cuando f es cercano a 1, la

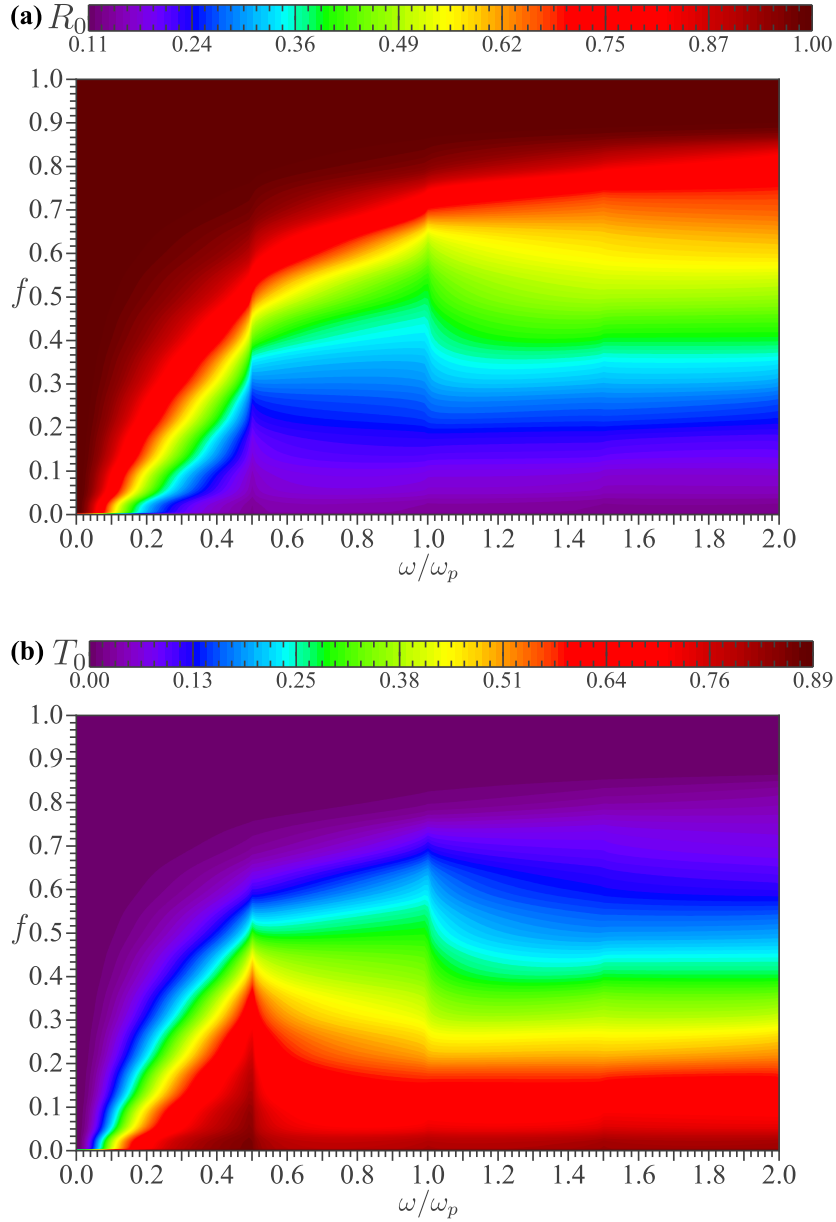


Figura 6.3: (a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . (b) Espectro de difracción de orden 0 en el sustrato de vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).

intensidad del espectro de orden 0 $R_0(\omega)$ se aproxima a 1 mientras que las intensidades de los otros espectros $T_0(\omega), R_1(\omega), T_1(\omega)$ se anulan. Lo anterior se debe a que si f es igual 1, la metaestructura se convierte en un superconductor homogéneo cuya permitividad $\epsilon_{||}$ es negativa (véase la ecuación (6.2b)) con $|\epsilon_{||}| \approx \epsilon\gamma^2 \gg 1$ en el rango de frecuencia de los THz ($\omega \sim \omega_p$).

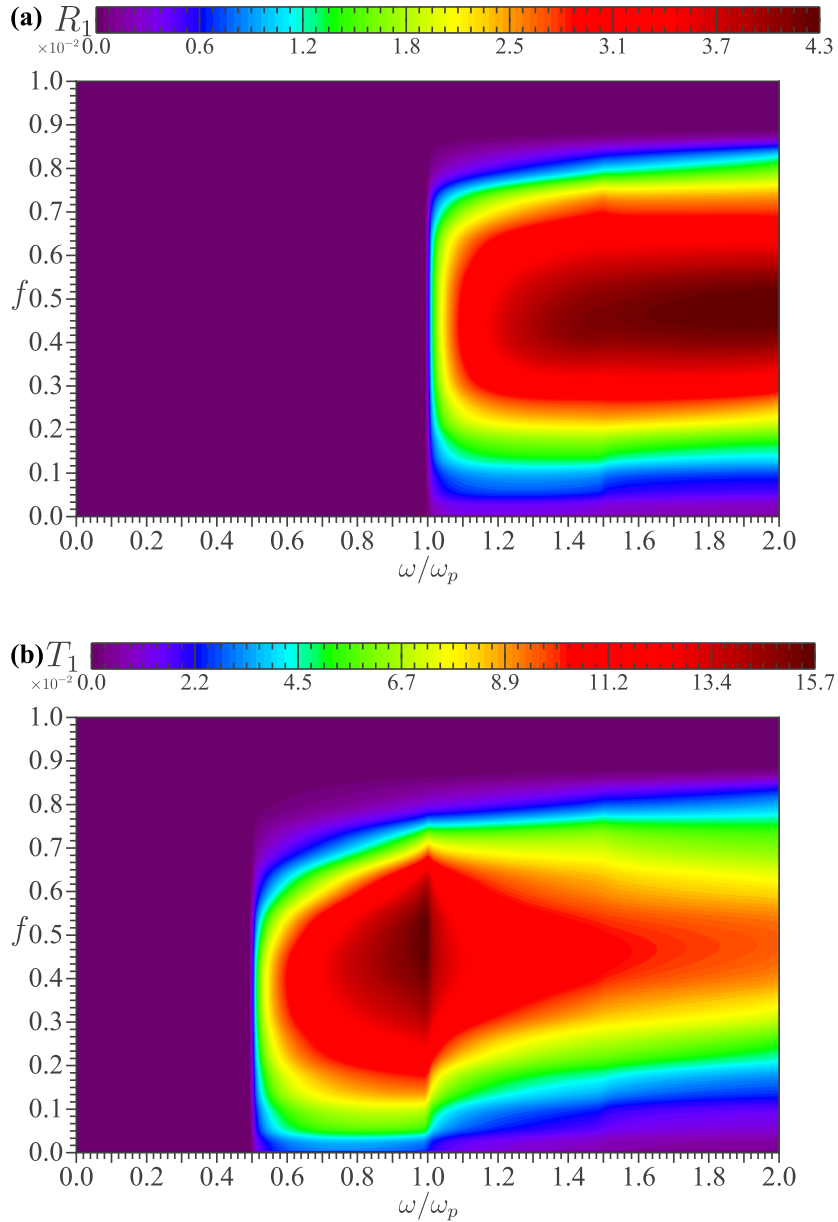


Figura 6.4: (a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . (b) Espectro de difracción de orden 1 en el sustrato de vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado del superconductor f . Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).

Por el contrario, cuando la fracción de llenado de SATC es pequeña ($f \approx 0.05$) los haces difractados de orden 0 tienen una dependencia respecto de la frecuencia ω más complicada. A bajas frecuencias aún ocurre que $R_0(\omega) \approx 1$ y $T_0(\omega) \ll 1$. Esto es debido a que el valor de la permitividad del SATC y, por ende, la permitividad de la metaestructura incrementa conforme $\omega \rightarrow 0$ para los casos $f > 0$. La situación en valores de frecuencia

menores a la frecuencia de corte menor ($\omega = \omega_1$) de los haces difractados de orden $n \neq 0$ es tal que $R_0(\omega)$ decrece mientras que la intensidad de $T_0(\omega)$ es notablemente mejorada. Por último, en altas frecuencias aparecen los haces difractados de orden mayor a 1 (no mostrados aquí) pero dado que su intensidad es muy pequeña (comparada con la de $R_0(\omega)$ y $T_0(\omega)$) altera ligeramente los espectros de difracción de orden 0.

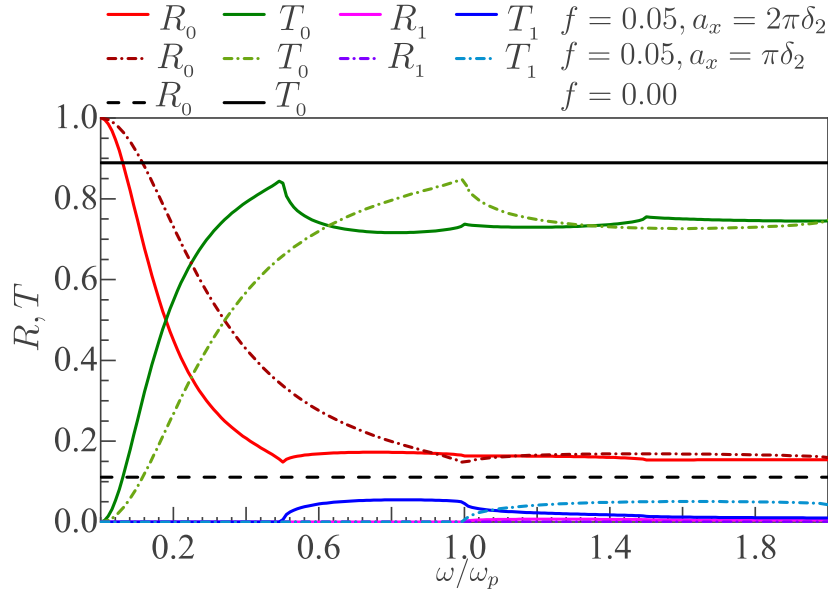


Figura 6.5: Espectros de difracción de orden 0 y 1 para dos valores diferentes del periodo a_x de la metaestructura. Las líneas negras (- - y -) corresponden a los espectros R_0 y T_0 respectivamente cuando $f = 0$.

Para confirmar que el espectro de transmisión, T_0 , tiene un incremento por debajo de la frecuencia de corte más baja de los haces difractados, se calcularon los espectros de difracción con valor del periodo a_x de la metaestructura diferente al utilizado anteriormente. La figura 6.5 muestra una comparación de los espectros de difracción $R_0(\omega)$, $T_0(\omega)$, $R_1(\omega)$ y $T_1(\omega)$ para los periodos $a_x = 2\pi\delta_2$ y $a_x = \pi\delta_2$ ambos con una fracción de llenado del superconductor extremadamente baja $f = 0.05$. Además, en la figura 6.5 se muestra el caso $f = 0$ que corresponde a una placa infinita de dieléctrico (aire) sobre el sustrato de vidrio. En particular, a incidencia normal la frecuencia de corte más baja ω_1 decrece con respecto del periodo de la metaestructura a_x como $\omega_1 = 2\pi / (a_x \sqrt{\epsilon_v})$. Como se observa en la figura 6.5 el máximo de la transmisión $T_0(\omega)$ está en $\omega = \omega_1$, es decir, la transmisión $T_0(\omega)$ tiene un máximo en el valor de la frecuencia de corte ω_1 más baja de los haces difractados por la metaestructura con $n_x \neq 0$. Por lo que, la metaestructura

se comporta como un buen conductor con una frecuencia de plasma efectiva en el rango de los THz que depende del periodo de la misma y de la permitividad del sustrato. Este comportamiento es similar a la respuesta electromagnética de arreglos periódicos hechos de alambres conductores [8, 9] cuya frecuencia de plasma efectiva está relacionada con los parámetros geométricos del arreglo. La metaestructura y estos arreglos periódicos de alambres conductores tienen en común el gran contraste dieléctrico entre el conductor y el dieléctrico de la celda unitaria, lo que lleva a la transmisión a desaparecer en el límite de grandes longitudes de onda, es decir, en $(\omega a_x/c) \ll 1$.

6.3.2. Nanoestructura metal-superconductor

De manera análoga a la metaestructura SATC-dieléctrico se estudió una metaestructura de (nanoestructura metal-superconductor)-dieléctrico. La nanoestructura metal-superconductor es como la que se presentó en el capítulo 3, es decir, Al/Nb. Se utilizaron los parámetros de diseño de la nanoestructura Al/Nb. Específicamente, una nanoestructura hecha de 3 bicapas con los espesores de las capas de aluminio y niobio de la nanoestructura Al/Nb fabricada. Como es posible inferir, la nanoestructura se modela como el caso del SATC (ver figura 6.1) a partir de planos superconductores (niobio) con metal (aluminio). Para este caso, se consideró que la permitividad de las capas de aluminio sigue el modelo de Drude. Mientras que la permitividad de las capas de niobio se modeló a partir del cálculo de la longitud de penetración en las capas. Ambas permitividades se muestran en los paneles (a) y (b) de la figura 6.6 para aluminio y niobio, respectivamente. Luego, la permitividad de la nanoestructura Al/Nb se modeló usando el modelo de Rytov [10]. La permitividad efectiva de la nanoestructura $\varepsilon_{i,ML}$

Con esta permitividad se calcularon los espectros de difracción por una metaestructura hecha de (Al/Nb)-aire que yace sobre un sustrato de vidrio. El resto de los parámetros utilizados para la simulación numérica de los espectros de difracción son: permitividad de aire $\varepsilon_D = 1$, permitividad del sustrato de vidrio $\varepsilon_v = 4$, espesor de la metaestructura $d = 547$ nm (espesor de la nanoestructura Al/Nb fabricada) y periodo $a_x = 4\pi c/\omega_m$ con $\omega_m = 0.1 * 2\pi$ THz.

En la figura 6.7 se observan los espectros de difracción de orden 0 y 1 para una fracción

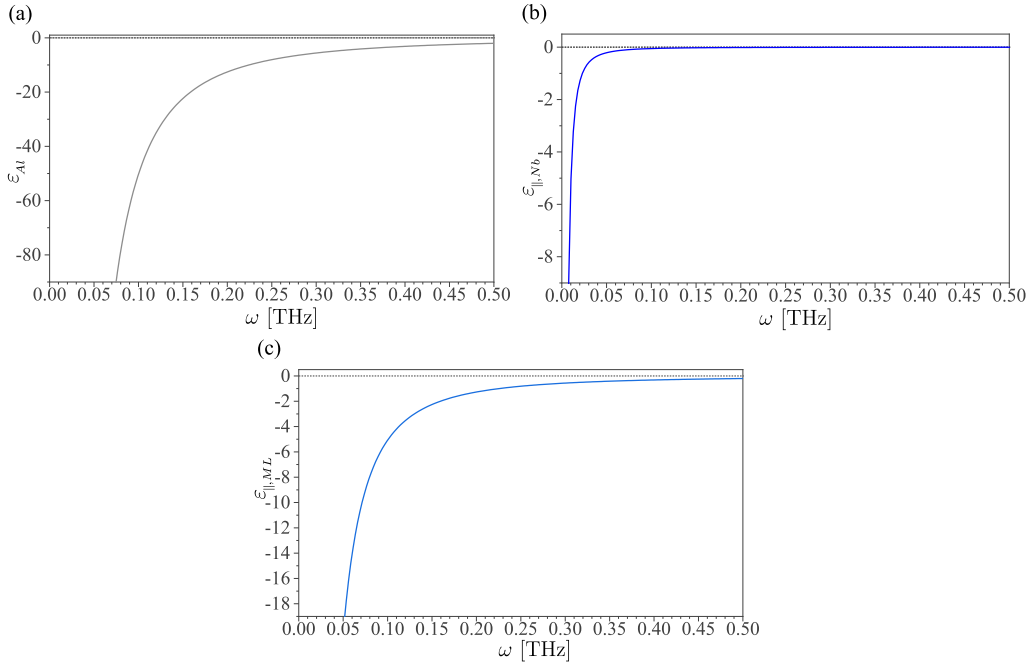


Figura 6.6: Permitividad en función de la frecuencia ω . En (a) aluminio ε_{Al} , (b) niobio $\varepsilon_{||,Nb}$ y (c) nanoestructura Al/Nb $\varepsilon_{||,ML}$.

de llenado de la nanoestructura $f = 0.5$ e incidencia normal $\theta_i = 0$. Como es posible ver en esta figura a bajas frecuencias $R_0(\omega)$ y $T_0(\omega)$ son cercanos a uno y a cero, respectivamente. A medida que la frecuencia aumenta ω , $R_0(\omega)$ disminuye mientras que $T_0(\omega)$ aumenta. Esto ocurre hasta que ω toma el valor de la frecuencia de corte $\omega_1 \approx 0.17$ THz de los haces difractados de orden 1. A partir de este valor de frecuencia se observa que transmisión aumenta, casi de manera lineal, hasta que aparece la segunda frecuencia de corte ω_2 de los haces difractados con $n_x = \pm 1$ hacia el aire, a partir de ahí $T_0(\omega)$ disminuye y $R_0(\omega)$ aumenta.

De lo anterior, se ve un efecto similar al caso de SATC, la transmisión se incrementa en valores de frecuencia menores a la frecuencia de corte más baja de los haces difractados.

Para evidenciar más aún este efecto, en las figuras 6.8 y 6.9 se presentan los espectros de difracción en función de la frecuencia ω y de la fracción de llenado f de la nanoestructura Al/Nb. El espesor de la metaestructura d y el periodo a_x , así como las permitividades del aire y el vidrio son de los mismos valores para del caso $f = 0.5$. En la figura 6.8 están graficados los espectros de orden 0 R_0 y T_0 . En la figura 6.9 están graficados los espectros de orden 1 R_1 y T_1 . Los espectros mostrados en estas figuras son bastante similares a los

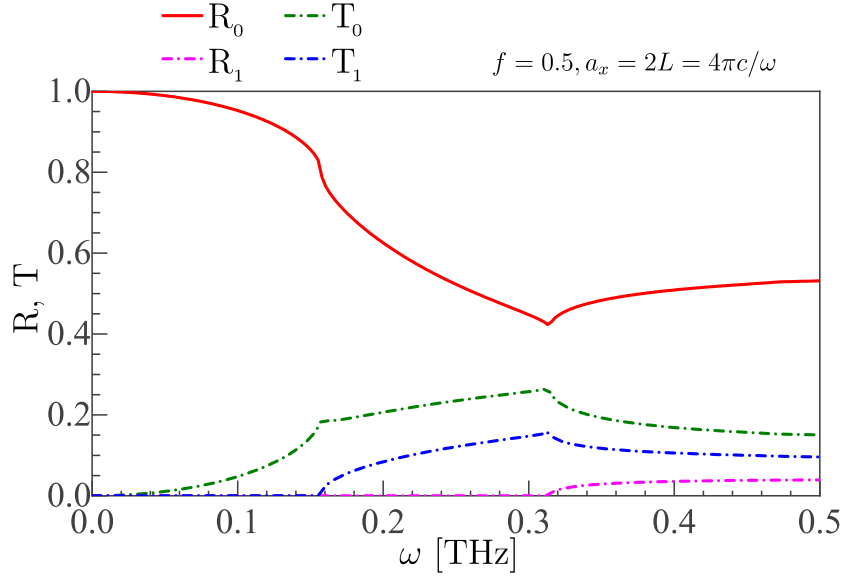


Figura 6.7: Permittividad en función de la frecuencia ω . En (a) aluminio ε_{Al} , (b) niobio $\varepsilon_{n,Nb}$ y (c) nanoestructura Al/Nb $\varepsilon_{n,ML}$.

presentados en el caso de la metaestructura SATC-dieléctrico. Nuevamente ocurre que, cuando f es cercano a 1 la intensidad de $R_0(\omega)$ es igual a 1 y las intensidades de los haces restantes $T_0(\omega)$, $R_1(\omega)$ y $T_1(\omega)$ son iguales a 0. Esto ocurre porque la metaestructura se convierte en una nanoestructura con una permitividad $\varepsilon_{n,ML}$ negativa muy grande. En el caso de f pequeña y bajas frecuencias se mantiene que $R_0(\omega) = 1$ y $T_0(\omega) = 0$. Pero conforme la frecuencia aumenta la situación es diferente. La transmisión aumenta y la reflexión disminuye. Ocurre que la transmisión se incrementa hasta que se llega al valor de la frecuencia de corte más baja ($\omega = \omega_1$). Es de resaltar que $T_0(\omega) = 1$ en la frecuencia de corte ω_1 para fracciones de llenado de hasta $f = 0.2$, en contraste con el caso de SATC en donde se cumple hasta valores de $f \approx 0.1$. Finalmente, en valores de la frecuencia $\omega > \omega_1$ las intensidades de los espectros no se alteran considerablemente aún con la aparición de los haces difractados de orden mayor a 1.

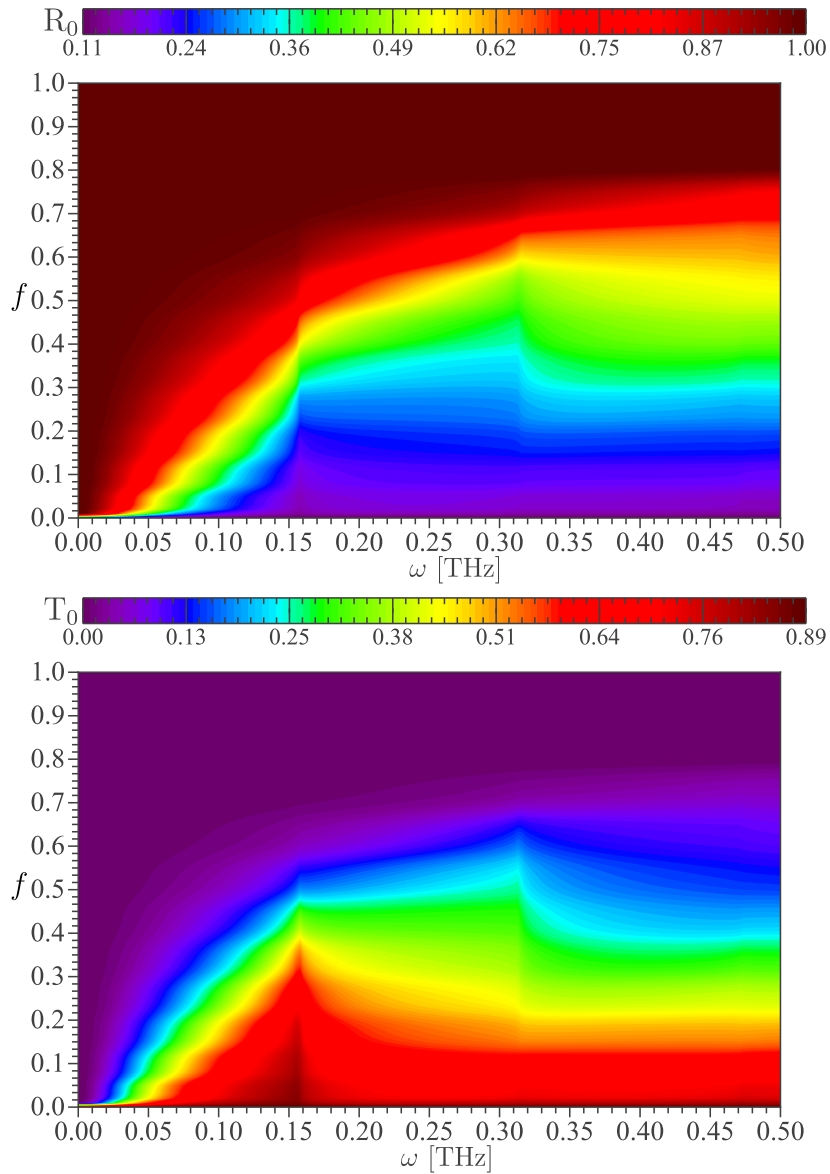


Figura 6.8: (a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado de la nanoestructura Al/Nb f . (b) Espectro de difracción de orden 0 en el sustrato de vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado f de la nanoestructura Al/Nb. Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).

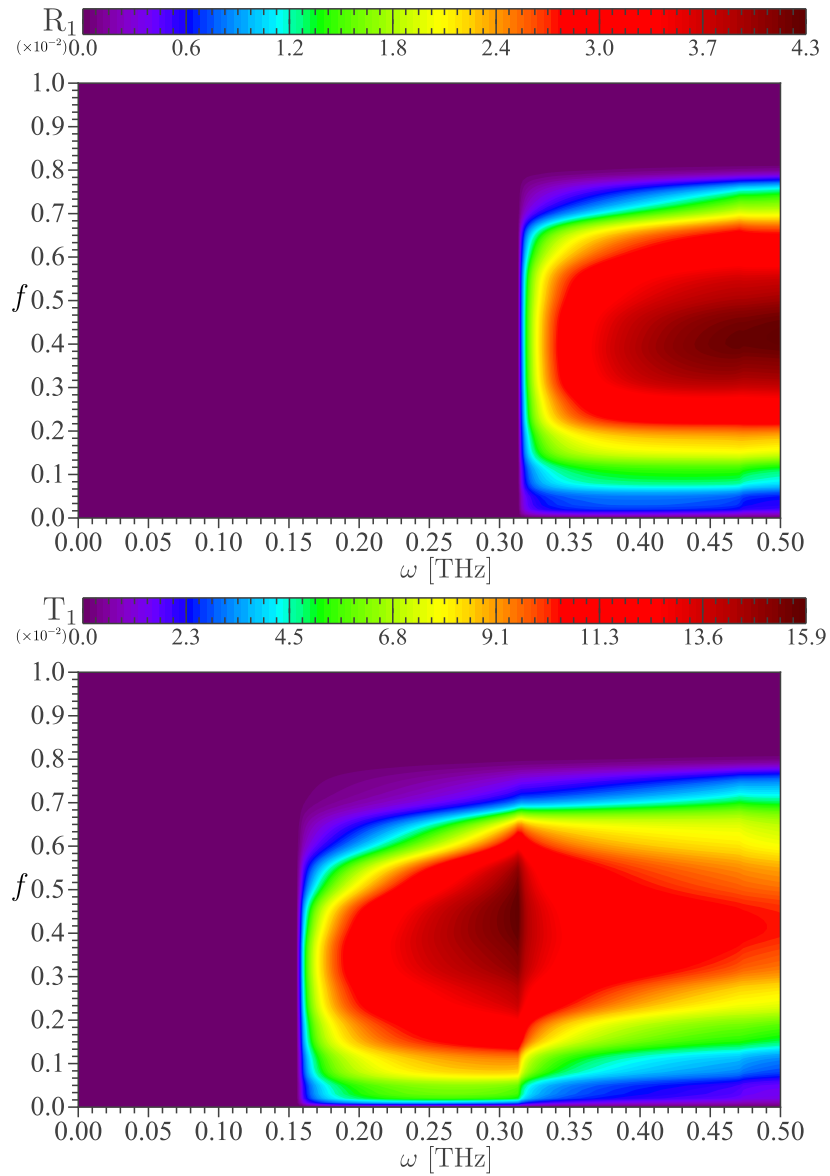


Figura 6.9: (a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado de la nanoestructura Al/Nb f . (b) Espectro de difracción de orden 1 en el sustrato de vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y del factor de llenado f de la nanoestructura Al/Nb. Ambos calculados a incidencia normal ($\theta_i = 0$).

6.4. Conclusiones

Se estudió teóricamente la difracción en el rango de los THz de metaestructuras de SATC-dieléctrico y nanoestructura-dieléctrico con el formalismo desarrollado en el capítulo anterior. Estas metaestructuras no se fabricaron experimentalmente, únicamente se modelaron y se calcularon los espectros de difracción numéricamente. Se consideró geometría de polarización de ondas paralela a los planos superconductores. Primero se estudió el caso de SATC-dieléctrico, en donde la respuesta óptica del SATC se describe mediante la permitividad paralela ε_{\parallel} , que tiene una magnitud muy grande en el rango de los THz. Debido al alto contraste dieléctrico entre el SATC y el dieléctrico de la metaestructura, un efecto sumamente interesante ocurre a fracciones de llenado del SATC pequeñas. Aunque la intensidad del espectro de transmisión especular T_0 es cercana a cero en bajas frecuencias, la intensidad crece y se ve un aumento considerable a frecuencias justo por debajo de la frecuencia de corte más baja. Esta frecuencia de corte está determinada por el periodo y la permitividad del sustrato (vidrio) donde la metaestructura se apoya. En valores más grandes de la frecuencia $\omega > \omega_1$, T_0 se mantiene relativamente grande y casi no se ve afectada su intensidad con la aparición de los haces difractados de orden superior a 1.

El SATC se substituyó por una nanoestructura hecha de Al/Nb como la que se abordó en el capítulo 3. En este caso la permitividad de la nanoestructura Al/Nb se modeló usando el modelo de Rytov. Donde se consideró que la permitividad de Al es de tipo Drude y la de Nb se calculó a partir de la longitud de penetración. En este caso, se observó el mismo efecto que en el caso de SATC. La intensidad de T_0 es cercana a cero en bajas frecuencias, crece y se ve notablemente mejorada a frecuencias justo por debajo de la frecuencia de corte más baja de los haces difractados de orden 1. Para valores mayores de la frecuencia, T_0 mantiene su valor y casi no se afecta por el surgir de los haces difractados de orden superior a 1.

Los resultados encontrados, a pesar de que no se hayan fabricado las metaestructuras experimentalmente, son sumamente útiles para el diseño y futura fabricación de metaestructuras con transmisión a medida en el rango de los THz.

Bibliografía

- [1] S. Savel'ev, V. A. Yampol'Skii, A. L. Rakhmanov, F. Nori, *Terahertz Josephson plasma waves in layered superconductors: spectrum, generation, nonlinear and quantum phenomena*, Reports on Progress in Physics, **73**, 2, 026501 (2010).
- [2] A. L. Rakhmanov, V. A. Yampol'Skii, J. A. Fan, F. Capasso, F. Nori, *Layered superconductors as negative-refractive-index metamaterials*, Physical Review B, **81**, 7, 075101 (2010).
- [3] S. Cortés-López, F. Pérez-Rodríguez, *Nonlocal optical response of a layered high-temperature superconductor slab*, Low Temperature Physics, **44**, 12, 1272 (2018).
- [4] S. Cortés-López, F. Pérez-Rodríguez, *Excitation of Josephson plasma waves in a layered high-temperature superconductor slab embedded in a high refractive index dielectric*, Low Temperature Physics, **46**, 5, 531 (2020).
- [5] J. Sun, N. M. Litchinitser, J. Zhou, *Indefinite by nature: from ultraviolet to Terahertz*, Acs Photonics, **1**, 4, 293 (2014).
- [6] K. Korzeb, M. Gajc, D. A. Pawlak, *Compendium of natural hyperbolic materials*, Optics express, **23**, 20, 25406 (2015).
- [7] T. M. Slipchenko, D. V. Kadygrob, D. Bogdanis, V. A. Yampol'Skii, A. A. Krokhin, *Surface and waveguide Josephson plasma waves in slabs of layered superconductors*, Physical Review B, **84**, 22, 224512 (2011).
- [8] J. A. Reyes-Avenidaño, U. Algreto-Badillo, P. Halevi, F. Pérez-Rodríguez, *From photonic crystals to metamaterials: the bianisotropic response*, New Journal of Physics, **13**, 7, 073041 (2011).

- [9] A. Konovalenko, J. A. Reyes-Avenidaño, A. Méndez-Blas, F. Cervera, E. Myslivets, S. Radic, F. Pérez-Rodríguez, *Nonlocal electrodynamics of homogenized metal-dielectric photonic crystals*, Journal of Optics, **21**, 8, 085102 (2019).
- [10] S. Rytov, *Electromagnetic properties of a finely stratified medium*, Soviet Physics JEPT, **2**, 466 (1956).

Capítulo 7

Difracción de ondas electromagnéticas por metaestructuras de superconductores estratificados: II. Polarización perpendicular a las capas superconductoras

Resumen:

En este capítulo se presentan los resultados de la simulación numérica de los espectros de difracción con el formalismo teórico desarrollado en el capítulo 5. Se analizó la geometría en donde el vector normal a los planos superconductores es paralelo al vector de polarización de la onda electromagnética. El sistema de estudio consiste en una metaestructura hecha de superconductor de alta temperatura crítica con estructura

laminar y dieléctrico. Se presentan los espectros de difracción en el rango de los THz para diferentes fracciones de llenado del superconductor de alta temperatura crítica. Además se presentan también los resultados obtenidos del estudio de los modos localizados en las regiones de superconductor de alta temperatura crítica que forman la metaestructura así como su evolución con la fracción de llenado.

7.1. Introducción

Existe un gran número de posibles aplicaciones de metamateriales en el rango de los Terahertz, que incluyen áreas como seguridad, medicina, comunicaciones, astronomía, espectroscopía, identificación de compuestos químicos, magnetismo artificial, refracción negativa, entre otras [1–4]. Principalmente, se busca la fabricación de metamateriales que operen en la región de 0.1 a 10 THz, ya que los materiales naturales no pueden aplicarse para fabricar componentes como detectores, guías de onda o filtros [1] en este rango de frecuencia.

Se han hecho diferentes esfuerzos tanto teóricos como experimentales para diseñar y fabricar metamateriales que operen en el rango de los THz [3, 5–8]. Por ejemplo, se han fabricado detectores con gran sensibilidad a partir de arreglos periódicos de GaAs con ErAs [3] y AlAs [5] crecidos por epitaxia.

Además, se ha estudiado la transmisión de estructuras que contienen superconductores laminares. En concreto, se observó que la transparencia en la brecha prohibida de un cristal fotónico unidimensional puede mejorarse gracias a la excitación resonante de los modos localizados en el superconductor laminar que se ha supuesto como un defecto del cristal fotónico [6]. También, se encontró que la excitación de los modos electromagnéticos localizados de una capa hecha de superconductor laminar genera un aumento notable en el espectro de transmisión de la capa [7]. De manera análoga, en [8] se estudió teóricamente la transmisión de un cristal fotónico compuesto de niobio y dieléctrico. Donde se encontró que la luz incidente se transmite o se refleja totalmente para valores mayores o menores, respectivamente, con respecto a un valor de frecuencia de corte. El valor de esta frecuencia de corte depende de los parámetros geométricos del cristal fotónico y de la temperatura del superconductor.

**CAPÍTULO 7 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
II. POLARIZACIÓN PERPENDICULAR A LAS CAPAS
SUPERCONDUCTORAS**
**7.2 METAESTRUCTURA DE SATC Y DIELECTRICO: GEOMETRÍA DE
POLARIZACIÓN PERPENDICULAR**

En este capítulo se analiza teóricamente la difracción de ondas electromagnéticas por una metaestructura de SATC y dieléctrico en el rango de los Terahertz. Se utiliza el formalismo presentado en el capítulo 5. La metaestructura está sobre un sustrato de vidrio y se compone de capas alternantes de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (SATC) y aire (dieléctrico). El SATC se orientó, en la celda unitaria de la metaestructura, de manera que los planos superconductores son perpendiculares al vector de polarización del campo eléctrico de la onda electromagnética. Se presentan los espectros de difracción, a partir de simulación numérica, en función de los parámetros de la metaestructura.

7.2. Metaestructura de SATC y dieléctrico: geometría de polarización perpendicular

El formalismo descrito en la sección 5.2 del capítulo 5 se aplicó a la metaestructura formada por el superconductor laminar (véase la figura 6.1) de alta temperatura crítica $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi2212, $T_c = 90$ K [9]) y aire (dieléctrico). La diferencia principal con respecto al caso estudiado en el capítulo 6, es que en este caso el SATC se rotó de manera que el vector normal de los planos superconductores es paralelo al vector de polarización de la onda electromagnética. Es importante mencionar que esta metaestructura no se fabricó experimentalmente, sino que se modeló y se estudió su respuesta a través de la simulación numérica de los espectros de difracción.

Ahora se estudia el caso en que los planos superconductores son perpendiculares al eje y . En este caso, el campo eléctrico de las ondas electromagnéticas es perpendicular a los planos superconductores y corresponde a la orientación del SATC mostrada en el panel (c) de la figura 6.1.

También, se analiza el comportamiento de las ondas TM que se propagan en una barra de superconductor laminar de alta T_c , con el método descrito en la sección 5.2.1 del capítulo 5 aplicado a la metaestructura formada por el superconductor laminar y dieléctrico.

7.3. Resultados

A continuación se presentan los resultados de la simulación numérica de los espectros de difracción para la metaestructura: SATC-dieléctrico.

Para este caso, la permitividad del superconductor, ε_s , está dada por la permitividad perpendicular ec. (6.2a). En la figura 7.1 se muestra el comportamiento de la permitividad respecto de la frecuencia, la curva roja muestra la parte imaginaria mientras que la curva azul corresponde a la parte real. Note que en este caso la parte real de la permitividad del SATC es negativa a frecuencias bajas, pero conforme aumenta la frecuencia crece y para $\omega > \omega_p$ la permitividad es positiva.

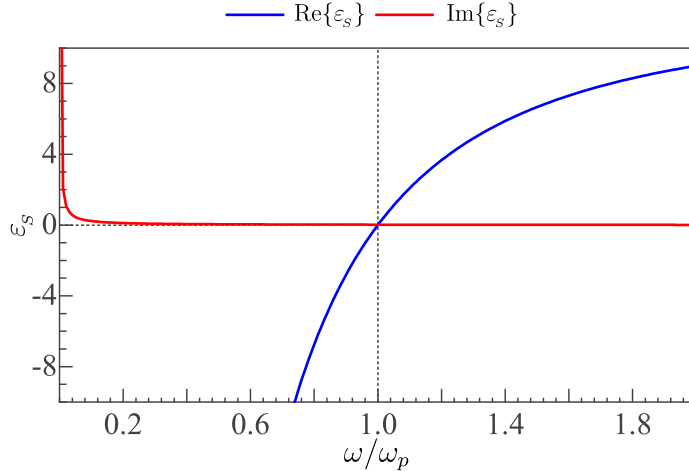


Figura 7.1: Permitividad $\varepsilon_s = \varepsilon_{\perp}$ del SATC en función de la frecuencia normalizada a la frecuencia de plasma ω/ω_p . La curva en rojo corresponde a la parte imaginaria $\text{Im}\{\varepsilon_s\}$ y la curva en color azul representa la parte real $\text{Re}\{\varepsilon_s\}$.

En la figura 7.2 se muestra un bosquejo de la metaestructura de SATC-dieléctrico que yace sobre un sustrato de vidrio. Los parámetros utilizados para la simulación numérica de los espectros de difracción son: para Bi2212 $\varepsilon = 12\varepsilon_0$, $\omega_p = 10^{12}\text{s}^{-1}$, y $\sigma_{\perp} = 1.8 \times 10^{-3}\omega_p$ [9], aire $\varepsilon_D = 1$ y el sustrato de vidrio $\varepsilon_v = 4$. El espesor de la metaestructura está determinado por el espesor del SATC que es

$$d = \delta_2, \quad \text{con} \quad \delta_2 \equiv c/\omega_p = \lambda_{\perp} \sqrt{\varepsilon} \approx 0.3 \text{ mm}, \quad (7.1)$$

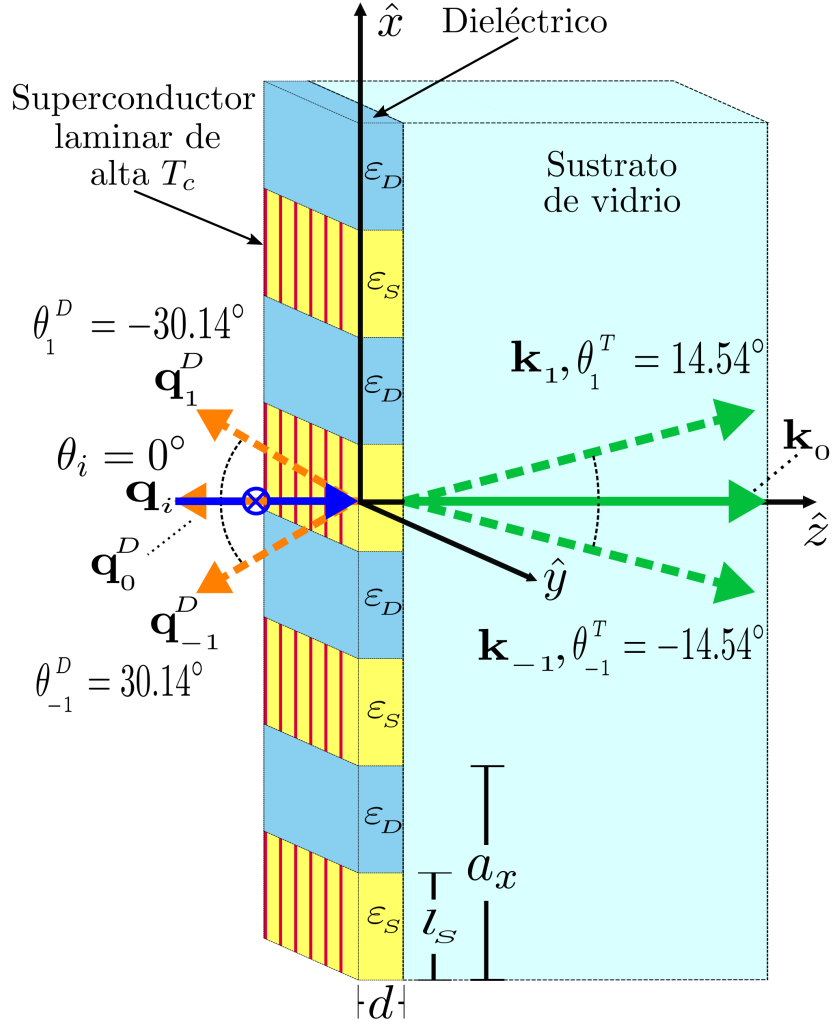


Figura 7.2: Diagrama de la metaestructura hecha de SATC-dieléctrico sobre un sustrato de vidrio. Las capas de superconductor se denotan por ε_S y las de dieléctrico por ε_D . En el SATC los planos rojos y amarillos representan los planos superconductores y dieléctricos, respectivamente. El periodo en la dirección x se denota por a_x y el tamaño de la capa superconductora es l_s . La metaestructura es infinita en la dirección del eje x y tiene un espesor d en la dirección del eje z . Se considera una onda electromagnética, con vector de onda \vec{q}_i , que incide en la parte superior de la metaestructura. Los haces difractados por la metaestructura tienen vectores de onda \vec{q}^D y \vec{k} , dirigidos hacia el medio incidente y el sustrato de vidrio, respectivamente.

el periodo de la metaestructura es igual a

$$a_x = 4\pi\delta_2. \quad (7.2)$$

La forma explícita de la permitividad perpendicular del SATC ec. (6.2a) se substituyó

**CAPÍTULO 7 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
II. POLARIZACIÓN PERPENDICULAR A LAS CAPAS
SUPERCONDUCTORAS
7.3 RESULTADOS**

en la ecuación para el cálculo de la frecuencia de las ondas TM dentro de una barra de superconductor (5.27). Donde se usó además $\mu_s = \mu_0$ y el tamaño de las barras de SATC de acuerdo con los parámetros definidos de la metaestructura, a saber, $l_s = fa_x$. Luego, con las soluciones para S_x y S_z de las ecuaciones (5.24) y (5.26) se calcula la frecuencia de corte de las ondas TM localizadas dentro de las barras de SATC de la metaestructura.

En la figura 7.3 se muestran los espectros de difracción de orden 0, 1 y 2 en el aire (R_0, R_1, R_2) y en el sustrato de vidrio (T_0, T_1, T_2), en función de la frecuencia ω . Estos haces corresponden a una fracción de llenado del SATC de $f = l_s/a_x = 0.5$ e incidencia normal ($\theta_i = 0$) (así también la figura 7.2 corresponde a estos valores). Como se ve de los espectros, a bajas frecuencias $R_0(\omega)$ y $T_0(\omega)$ se comportan como el caso estudiado previamente, es decir, tienen valores cercanos a uno y a cero, respectivamente. No obstante, al ir aumentando la frecuencia ω la situación cambia. Cuando se llega al valor de la frecuencia de corte $\omega_1 = 0.24\omega_p$ de los haces difractados de orden 1 [$k_z(n_x = 1) = k_z(n_x = -1)$] la transmisión $T_0(\omega)$ tiene un aumento como en el caso anterior. Pero no tiene su valor máximo en este valor de la frecuencia. La transmisión permanece en un valor casi constante mientras la reflexión sigue decreciendo, hasta que justo cuando la frecuencia toma el valor de la segunda frecuencia de corte $\omega_2 \approx 0.5\omega_p$, de los modos difractados R_1 y T_2 , que la transmisión decrece y la reflexión aumenta. Aunque el crecimiento de R_0 y el decremento de T_0 no va más allá del valor de frecuencia $\omega \approx 0.6\omega_p$. Sino que conforme la frecuencia aumenta toma el valor de la frecuencia de plasma ω_p la reflexión tiene un mínimo mientras que la transmisión alcanza su máximo. La transmisión tiene un alto valor de ≈ 0.8 . Para después de este valor decaer nuevamente en el caso de T_0 y aumentar en el caso de R_0 .

**CAPÍTULO 7 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
II. POLARIZACIÓN PERPENDICULAR A LAS CAPAS
SUPERCONDUCTORAS**
7.3 RESULTADOS

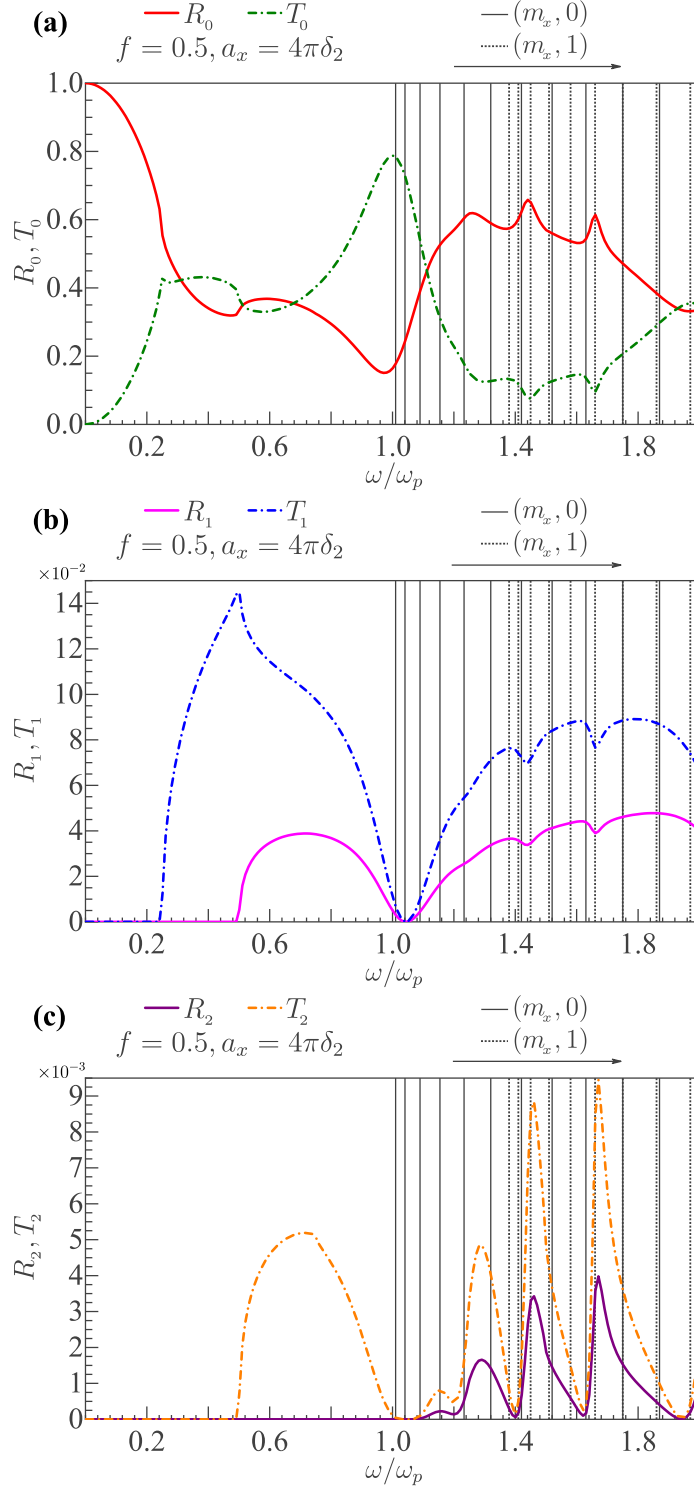


Figura 7.3: Espectros de difracción en función de la frecuencia ω (a) de orden 0 R_0 y T_0 , (b) de orden 1 R_1 y T_1 , (c) de orden 2 R_2 y T_2 . Todos calculados para una fracción de llenado del SATC de $f = 0.5$. Las frecuencias de los modos localizados en las barras del SATC se indican con línea sólida (—) $(m_x, m_z = 0)$ y línea punteada (··) $(m_x, m_z = 1)$, m_x aumenta siguiendo la dirección de la flecha desde $m_x = 1$.

**CAPÍTULO 7 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
II. POLARIZACIÓN PERPENDICULAR A LAS CAPAS
SUPERCONDUCTORAS
7.3 RESULTADOS**

Ahora bien, después de la frecuencia de plasma ω_p , en donde la permitividad del SATC es positiva, se observan máximos locales en el espectro de R_0 y mínimos locales en el espectro de T_0 . Es interesante ver las posiciones a las que aparecen estos mínimos y máximos es bastante cercana ($\Delta\omega < 0.04$) a las posiciones en donde los espectros de R_1 y T_1 tienen mínimos locales ambos. Más aún, bastante cerca de esos valores de frecuencia los espectros de R_2 y T_2 tienen máximos locales ambos. Además, el espectro del haz difractado de primer orden hacia el sustrato de vidrio T_1 aumenta notablemente justo poco antes de la frecuencia de corte ω_2 del haz de orden 2 T_2 , es decir, que presenta el efecto mostrado por la metaestructura de SATC-dieléctrico estudiada en el capítulo anterior pero para el caso de los espectros T_1 y T_2 .

Otro efecto interesante es que a una frecuencia justo poco después de la frecuencia de plasma ω_p los haces difractados de orden 1 y 2 se anulan simultáneamente, es decir, sus intensidades valen cero. Para después de este valor de frecuencia crecer en magnitud todos ellos. Nótese además, que el valor de frecuencia en donde aparecen dos de los mínimos de R_2 y T_2 son cercanos a los valores de ω de los mínimos de R_1 y T_1 .

Además, en la figura 7.3 están indicadas las frecuencias de corte de los modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura. Las líneas continuas (—) indican las frecuencias de corte de los modos localizados con $(m_x, m_z = 0)$. Mientras que las líneas punteadas (···) señalan las frecuencias de corte de los modos localizados con $(m_x, m_z = 1)$. En ambos casos de m_x aumenta desde 1 siguiendo la dirección de la flecha. Obsérvese que los modos localizados en las barras de SATC surgen en valores mayores a la frecuencia de plasma ω_p del superconductor. También ocurre que algunos valores de la frecuencia de corte de los modos localizados coinciden con las posiciones de los máximos y mínimos de los espectros de difracción R_0, T_0, R_1, T_1, R_2 o T_2 .

La figura 7.4 muestra la dependencia de los espectros (a) R_0 y (b) T_0 respecto de la frecuencia ω y la fracción de llenado f del SATC. El espesor d , el periodo a_x , las permitividades del aire ϵ_D , vidrio ϵ_v y θ_i tienen los mismos valores que el caso $f = 0.5$. De manera similar, en la figura 7.5 se expone la dependencia de los espectros (a) R_1 y (b) T_1 respecto de la frecuencia ω y la fracción de llenado f del SATC.

A partir de las figuras 7.4 y 7.5 se observa que para fracciones de llenado grandes

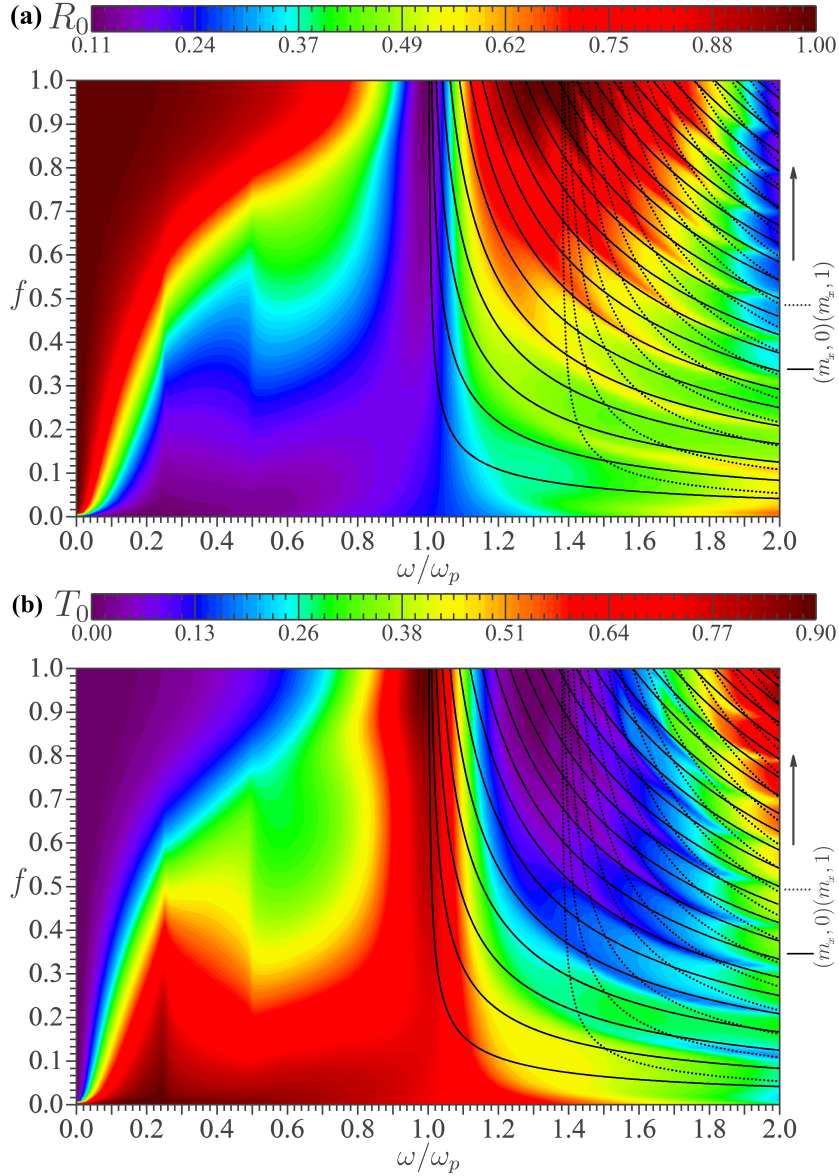


Figura 7.4: (a) Espectro de difracción de orden 0 en el aire (R_0) y (b) en el vidrio (T_0) en función de la frecuencia ω y el factor de llenado f del SATC. Las líneas representan los modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura en donde: línea sólida (—) $(m_x, m_z = 0)$ y línea punteada (\cdots) $(m_x, m_z = 1)$ con $m_x = 1, 2, 3, \dots$, m_x crece siguiendo la dirección de la flecha.

del SATC (cuando f es cercano a 1) la reflexión R_0 tiene valores grandes cercanos a 1 mientras que la transmisión es casi 0 y las intensidades de los haces difractados son cero. Pero en la vecindad de la frecuencia de plasma ω_p la reflexión R_0 cae a cero, mientras que la transmisión T_0 aumenta hasta 1 y los haces difractados siguen siendo nulos. Más allá de la frecuencia de plasma la reflexión se recupera y es cercana a 1 mientras que la

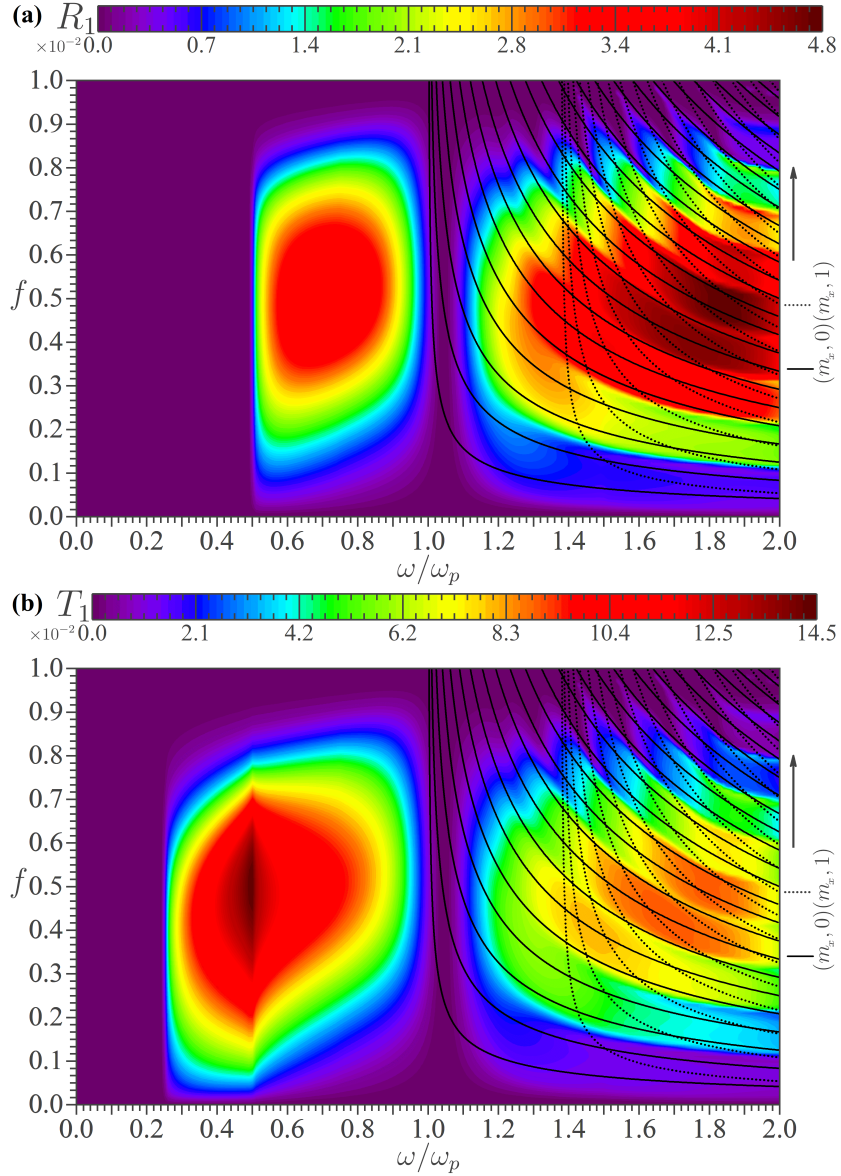


Figura 7.5: (a) Espectro de difracción de orden 1 en el aire (R_1) y (b) en el vidrio (T_1) en función de la frecuencia ω y el factor de llenado f del SATC. Las líneas representan los modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura en donde: línea sólida (—) $(m_x, m_z = 0)$ y línea punteada (\cdots) $(m_x, m_z = 1)$ con $m_x = 1, 2, 3, \dots$, m_x crece siguiendo la dirección de la flecha.

transmisión decae y es cercana a 0 nuevamente. Por el contrario, cuando la fracción de llenado del SATC es pequeña ($f \approx 0.05$), la reflexión R_0 tiene valores bajos (≈ 0.11) mientras que la transmisión T_0 presenta valores altos (≈ 0.89) y los haces difractados de primer orden son nulos. La situación no cambia mucho en valores de la frecuencia mayores a la frecuencia de plasma ω_p , ya que la transmisión decae, pero sin ser cercana a cero y la

reflexión aumenta sin ser cercana a 1.

Ahora bien, para fracciones de llenado del SATC mayores a $f = 0.05$ comienzan a surgir los haces difractados de orden 1. Además se generaliza lo observado en el caso de $f = 0.5$. Cuando la frecuencia es cercana a la frecuencia de plasma ω_p los haces difractados de orden 1 se anulan para después resurgir e ir creciendo en intensidad. Lo anterior se cumple hasta valores de la fracción de llenado de $f = 0.8$.

Un efecto adicional e interesante que ocurre es el siguiente. Cuando la frecuencia es mayor que la frecuencia de plasma ω_p surgen modos localizados en las barras de SATC que forman la metaestructura. Las frecuencias de corte de estos modos localizados (5.27) dependen del entero $m_x = 1, 2, 3, \dots$ y de $m_z = 0$ ó $m_z = 1$. En las figuras 7.4 y 7.5 las frecuencias de corte y su dependencia respecto de la fracción de llenado del SATC se indican a través de las curvas en color negro. La línea sólida (—) corresponde a los modos localizados con $(m_x, m_z = 0)$ y la línea punteada (· ·) a los modos localizados con $(m_x, m_z = 1)$. Además m_x aumenta (desde $m_x = 1$) en la dirección que indica la flecha. Note como las frecuencias de corte de estos modos localizados en el SATC siguen a las variaciones en intensidad de los espectros de R_0, T_0, R_1 y T_1 . Por ejemplo, siga una de las líneas negras y observe como a medida que se recorre esta línea existen cambios de intensidad del espectro de R_0, T_0, R_1 o T_1 . Asimismo nótese como el número de modos localizados en las barras de SATC aumenta conforme la fracción de llenado del superconductor f crece. Esto es de esperarse, ya que si f aumenta y tiende a 1 significa que la metaestructura se transforma en una placa de superconductor de alta temperatura crítica sobre un sustrato de vidrio.

7.4. Conclusiones

Se estudió teóricamente la difracción en el rango de los THz de una metaestructura de SATC-dieléctrico con el formalismo desarrollado en el capítulo 5. La metaestructura presentada en este capítulo no se fabricó experimentalmente. A diferencia del caso estudiado en el capítulo anterior (capítulo 6), el SATC está orientado tal que la polarización de la onda electromagnética es perpendicular a los planos superconductores, lo que cambia su respuesta óptica descrita a partir de la permitividad perpendicular ϵ_{\perp} . Esta permitividad contrasta con la anterior debido a que tiene un cambio de signo, lo que

**CAPÍTULO 7 DIFRACCIÓN DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS POR
METAESTRUCTURAS DE SUPERCONDUCTORES ESTRATIFICADOS:
II. POLARIZACIÓN PERPENDICULAR A LAS CAPAS
SUPERCONDUCTORAS
7.4 CONCLUSIONES**

la vuelve positiva en valores de frecuencia mayores a la frecuencia de plasma ω_p del SATC. Debido a este cambio en el comportamiento, aún en el rango de los THz, del SATC la transmisión se incrementa justo en valores cercanos a la frecuencia de plasma sin importar si la fracción de llenado del SATC es pequeña o alta, frustrando además los haces difractados de orden 1 y 2. Un efecto sorprendente es la aparición de modos localizados en las barras de SATC de la metaestructura para frecuencias $\omega > \omega_p$. El cálculo teórico de las frecuencias de corte de estos modos localizados se presentó también en el capítulo 5. El comportamiento de las frecuencias de corte de estos modos localizados es tal que sigue las variaciones en intensidad de los haces difractados por la metaestructura con respecto a la fracción de llenado del SATC.

Los efectos descubiertos aquí pueden ser útiles para el diseño de metaestructuras con transmisión elevada y reflexión pequeña en el rango de los THz y, en un futuro, realizar un esfuerzo por fabricar metaestructuras que tengan esta configuración del SATC.

Bibliografía

- [1] X. C. Tong, *Terahertz Metamaterials and Metadevices*, Functional Metamaterials and Metadevices, pp. 57-70 (2018).
- [2] C. P. Endres, F. Lewen, T. F. Giesen, S. Schlemmer, D. G. Paveliev, Y. I. Koschurinov, A. E. Zhucov, *Application of superlattice multipliers for high-resolution Terahertz spectroscopy*, Review of Scientific Instruments, **78**, 4 (2007).
- [3] J. F. O'Hara, J. M. O. Zide, A. C. Gossard, A. J. Taylor, R. D. Averitt, *Enhanced Terahertz detection via ErAs: GaAs nanoisland superlattices*, Applied physics letters, **88**, 25 (2006).
- [4] S. Karmakar, R. Varshney, D. R. Chowdhury, *Magnetic modulation of Fano resonances in optically thin Terahertz superlattice metasurfaces*, Journal of Physics D: Applied Physics, **55**, 13, 135109 (2021).
- [5] F. Klappenberger, A. A. Ignatov, S. Winnerl, E. Schomburg, W. Wegscheider, K. F. Renk, M. Bichler, *Broadband semiconductor superlattice detector for THz radiation*, Applied Physics Letters, **78**, 12, 1673 (2001).
- [6] S. S. Apostolov, N. M. Makarov, V. A. Yampolskii, *Resonant transparency of a photonic crystal containing layered superconductor as a defect*, Low Temperature Physics, **43**, 7, 848 (2017).
- [7] S. S. Apostolov, N. M. Makarov, V. A. Yampol'Skii, *Excitation of Terahertz modes localized on a layered superconductor: Anomalous dispersion and resonant transmission*, Physical Review B, **97**, 2, 024510 (2018).

- [8] A. H. Aly, S. W. Ryu, H. T. Hsu, C. J. Wu, *THz transmittance in one-dimensional superconducting nanomaterial-dielectric superlattice*, *Materials Chemistry and Physics*, **113**, 1, 382 (2009).
- [9] A. L. Rakhmanov, V. A. Yampol'Skii, J. A. Fan, F. Capasso, F. Nori, *Layered superconductors as negative-refractive-index metamaterials*, *Physical Review B*, **81**, 7, 075101 (2010).

Capítulo 8

Resultados

8.1. Experimentales

Se fabricaron películas delgadas superconductoras de niobio con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo. La temperatura de calentamiento del sustrato influye en la rugosidad de la superficie de la película, tal que a una temperatura de calentamiento de 300° C se obtiene menor rugosidad de la superficie en comparación con no calentar el sustrato. La baja rugosidad de la superficie de las películas, tanto con calentamiento del sustrato como sin calentamiento intencional, es benéfica para el depósito de sistemas de múltiples capas ya que previene el intermezclado de capas. La microestructura de las películas es granular, con granos redondos elongados distribuidos homogéneamente. Las películas están libres de oxígeno en su bulto. El depósito de una capa ultradelgada de aluminio protege la superficie de la película de la oxidación, lo que influye directamente en las propiedades superconductoras de la película. Se diseñó y elaboró una nanoestructura aluminio-niobio (Al/Nb) que emula la anisotropía estructural uniaxial de los superconductores de alta temperatura crítica. Las películas de niobio tienen transiciones agudas al estado superconductor con temperaturas de transición que van desde los 8.44 K hasta 8.72 K. La nanoestructura Al/Nb presenta una temperatura crítica de $T_c = 9.09$ K, esto representa un aumento de 0.47 K respecto de la T_c de las monocapas de niobio. La magnetización de todas las muestras es irreversible con un lazo distinguible

de histéresis que indica la presencia de un estado mixto. Las curvas de magnetización sugieren que el campo crítico inferior H_{c1} de las películas se encuentra por debajo de los 100 Oe. Mientras que el campo crítico superior H_{c2} es mayor a los 1000 Oe. De manera similar a la T_c , existe un aumento en la magnetización de la nanoestructura con respecto a las monocapas de niobio lo que implica un aumento del campo crítico inferior H_{c1} así como del campo crítico superior H_{c2} .

8.2. Teóricos

Se desarrolló un modelo teórico para describir la electrodinámica a alta frecuencia de metamateriales a base de superconductor. Con este modelo se simuló numéricamente la difracción de metaestructuras, no fabricadas experimentalmente, hechas de superconductor de alta temperatura crítica y dieléctrico, así como de nanoestructura Al/Nb y dieléctrico. Debido a la anisotropía de los materiales que forman las metaestructuras, se analizaron el caso donde la polarización de la onda electromagnética incidente es paralela a las capas de superconductor del SATC o de la nanoestructura Al/Nb y el caso en que la polarización de la onda incidente es perpendicular a las capas de superconductor del SATC. En una metaestructura de superconductor Bi2212 y dieléctrico se observó, cuando la luz incide paralela a las capas superconductoras del Bi2212, un aumento considerable de la transmisión especular a frecuencias justo por debajo de la frecuencia de corte de los haces difractados más baja. Este efecto se encontró alrededor de los 0.5 THz, pero es posible sintonizarlo en frecuencias mayores o menores mediante la variación de los parámetros geométricos de la metaestructura. En una metaestructura hecha de nanoestructura Al/Nb, la cual se supuso del mismo espesor de las capas de aluminio y niobio que de la nanoestructura Al/Nb fabricada experimentalmente, y dieléctrico también se encontró el aumento de la transmisión especular. Este resultado hallado tanto en la metaestructura de Bi2212-dieléctrico y nanoestructura Al/Nb-dieléctrico respalda que las nanoestructuras hechas de capas alternantes de superconductor con otro material son sistemas modelo que pueden emular los fenómenos observados en superconductores de alta temperatura crítica. La metaestructura de Bi2212-dieléctrico, en el caso donde la polarización de la onda electromagnética es perpendicular a las capas superconductoras, tiene un aumento de la transmisión junto con una reducción de la reflexión cerca de la

frecuencia de plasma del superconductor y los haces difractados de primer orden se anulan justo en la frecuencia de plasma. Las barras de superconductor de la metaestructura Bi2212-dieléctrico presentan modos localizados en frecuencias superiores a la frecuencia de plasma. Las frecuencias de corte de los modos localizados siguen las variaciones de intensidad de los haces difractados especulares y de primer orden conforme varía la fracción de llenado del superconductor en la metaestructura.

Capítulo 9

Conclusiones generales

En este trabajo de tesis, se fabricaron películas delgadas de superconductor, a saber niobio, mediante la técnica de sputtering con magnetrón. Se logró establecer las condiciones experimentales idóneas para fabricar películas delgadas homogéneas policristalinas de niobio, con estructura cúbica centrada en el cuerpo, con microestructura granular, con baja rugosidad de la superficie y libres de oxígeno en su bulto.

Estas mismas condiciones experimentales se utilizaron para la fabricación de una nanoestructura aluminio-niobio. El espesor de las capas de niobio se escogió de al menos 4 veces la longitud de coherencia de niobio en bulto para propiciar la formación de pares de Cooper y obtener una temperatura de transición cercana al valor en bulto de niobio. Mientras que, las capas de aluminio tienen un espesor ligeramente mayor que la mitad de la longitud de coherencia de los pares de Cooper de niobio. La baja rugosidad de las películas de niobio permitió obtener una interfaz suave casi plana, lo que es fundamental para el desarrollo de modelos teóricos que consideran a la nanoestructura como un arreglo de capas alternantes superconductoras. La exitosa fabricación de esta nanoestructura sienta un precedente, en nuestro grupo de trabajo, en el diseño y la fabricación de futuras nanoestructuras de capas alternantes superconductoras.

Todas las películas de niobio y la nanoestructura Al/Nb tienen transiciones agudas al estado superconductor. Se encontró una mejora en la temperatura de transición en las películas depositadas sin calentamiento del sustrato y entre ellas, la película recubierta con

capa de aluminio tiene una T_c mayor. Esto como consecuencia del óxido que se forma en la superficie de la película sin capa de aluminio que merma las propiedades superconductoras de la película. Se descubrió que la temperatura crítica de la nanoestructura es mayor que las temperaturas críticas de todas las películas de niobio. Esto es consecuencia del diseño de la nanoestructura Al/Nb, que forma uniones Josephson entre las capas superconductoras de la nanoestructura, lo que a su vez, emula la anisotropía estructural uniaxial de un superconductor de alta temperatura crítica. Sin embargo, a pesar de que el espesor de las capas de niobio está en el valor donde el niobio presenta valores estables de T_c , una mejora de la temperatura de transición por efecto de tamaño no puede ser del todo descartada.

La magnetización de las muestras en función del campo magnético es irreversible y con lazos de histéresis. La forma de las curvas corresponde a un superconductor de tipo II y señala la presencia de un estado mixto. De manera similar a la T_c , existe una mejora en la magnetización de la nanoestructura en comparación con las películas de niobio. Esto implica valores más altos de la magnetización que indican que los campos críticos inferior y superior son mayores que los campos críticos respectivos de las películas.

Por otro lado, se desarrolló un modelo teórico para describir la electrodinámica a alta frecuencia de metamateriales a base de superconductor. El modelo se utilizó para simular numéricamente los espectros de difracción, en el rango de los Terahertz, de metaestructuras hechas de superconductor de alta temperatura crítica y dieléctrico, así como de una metaestructura hecha de nanoestructura Al/Nb y dieléctrico. La anisotropía estructural del superconductor de alta T_c y la nanoestructura Al/Nb se adecuó a través de la polarización de la onda electromagnética incidente, lo que permite diferenciar los casos de polarización paralela y polarización perpendicular a las capas superconductoras.

En el caso de polarización paralela a las capas superconductoras se analizaron dos metaestructuras. La primera hecha de superconductor Bi2212 y dieléctrico. La segunda consta de una nanoestructura Al/Nb, con los mismos parámetros del diseño de la nanoestructura Al/Nb fabricada experimentalmente, y dieléctrico. En ambas metaestructuras se observó un aumento considerable de la transmisión especular a frecuencias justo por debajo de la frecuencia de corte más baja de los haces difractados. Es posible modular esta respuesta hacia frecuencias menores o mayores a partir de variar los parámetros geométricos de la metaestructura. Este sorprendente efecto descubierto

CAPÍTULO 9 CONCLUSIONES GENERALES

en ambos casos puede ser sumamente útil para el diseño, y posterior fabricación, de metaestructuras con transmisión modulada en el rango de los THz. Además, este resultado respalda que las nanoestructuras hechas de capas alternantes de superconductor con otro material, son sistemas modelo que pueden emular los fenómenos observados en superconductores de alta temperatura crítica.

Para el caso de polarización perpendicular a las capas superconductoras se analizó una metaestructura hecha de Bi2212 y dieléctrico sobre un sustrato de vidrio. La anisotropía del Bi2212 induce cambios en la permitividad eléctrica del material. En consecuencia surge una serie de efectos interesantes en los espectros de difracción de la metaestructura. La transmisión aumenta conforme la frecuencia se aproxima a la frecuencia de plasma del superconductor, mientras que la reflexión especular disminuye a frecuencias mayores frustrando los haces difractados de orden 1 y 2. Además, se observa la aparición de modos localizados en las barras de Bi2212 a frecuencias superiores a la frecuencia de plasma. Se descubrió que las frecuencias de corte de estos modos localizados siguen las variaciones de intensidad de los haces difractados con respecto a la fracción de llenado de Bi2212 en la metaestructura. Los efectos descubiertos en este caso podrían ser utilizados para el diseño de metaestructuras con transmisión elevada y reflexión pequeña, en el rango de los THz, así como para aplicaciones que exploten la excitación de los modos localizados en las barras de superconductor de alta temperatura crítica.

En resumen, en esta tesis se ha desarrollado un formalismo teórico para describir la electrodinámica a alta frecuencia de metamateriales a base de superconductor y se han sentado las bases experimentales para la fabricación de nanoestructuras de capas alternantes superconductoras. La evidencia experimental y teórica observada respalda que las nanoestructuras hechas de capas alternantes de superconductor pueden usarse como sistemas modelo para emular a los superconductores de alta temperatura crítica. El formalismo teórico y las bases experimentales desarrolladas son herramientas útiles para el diseño, fabricación y estudio de sistemas nanoestructurados de capas superconductoras separadas por capas semiconductoras, aislantes o metálicas.

Apéndices

Apéndice A

Sustratos

Los sustratos elegidos para el depósito de las monocapas y la nanoestructura fueron silicio (100), cuarzo y zafiro [plano-C (0001)]. La preparación de los sustratos en el proceso de sputtering tiene un papel muy importante no solo en las propiedades de la película sino también en su adherencia [1, 2]. A continuación se presentan aspectos relevantes en la preparación de sustratos que incluyen también el proceso de limpieza, el manejo y el montaje previo al proceso de sputtering.

A.1. Preparación de sustratos

Los sustratos de zafiro monocristalino (0001) se adquirieron de 1 cm \times 1 cm, por lo que no fue necesario cortarlos. De manera similar, se tenían algunos especímenes de cuarzo con esas dimensiones.

No obstante, el silicio (100) se adquirió en forma de oblea de 2 pulgadas de diámetro y pulida de una sola cara. La oblea de silicio se cortó para tener sustratos de aproximadamente la misma dimensión de 1 cm \times 1 cm que el zafiro y cuarzo (ver figura A.1). Además, se utilizaron tiras de silicio para generar escalones en algunas muestras con la finalidad de determinar el espesor de las películas.

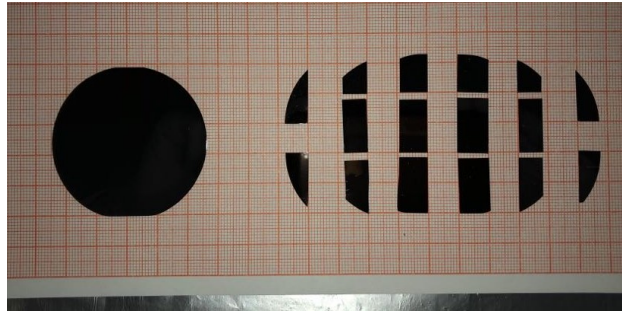


Figura A.1: Oblea de silicio de 2 pulgadas de diámetro y oblea de silicio cortada.

A.2. Limpieza de sustratos

Los sustratos de zafiro monocristalino que se adquirieron estaban empaquetados en vacío, por lo que no se efectuó ningún procedimiento de limpieza. Los sustratos de cuarzo y silicio se limpiaron previo a los procesos de depósito.

Se utilizó un proceso de limpieza con solventes que consta de un baño ultrasónico en Alconox[®], agua desionizada, acetona $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, 2-propanol $[(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}]$ y metanol (CH_3OH) . Cada baño consta de 5 minutos y un enjuague posterior con el solvente inmediato a ser utilizado. Después, se realizó un proceso de secado con gas nitrógeno de grado industrial. Antes de introducir los sustratos en la precámara, éstos fueron cubiertos con una caja de Petri y almacenados durante al menos 2 horas para promover la evaporación de posibles restos de los solventes.

A.3. Montaje de los sustratos

Los sustratos se fijaron a la base portasustratos del sistema sputtering utilizando como sujetador una delgada tira de silicio, previamente cortado y lavado con el mismo procedimiento, presionado por un tornillo. Esta configuración permite obtener un escalón bien definido para mediciones de espesores. En la figura A.2 se muestra una colección de películas de niobio sobre el portasustratos con el montaje descrito anteriormente.

La base portasustratos se introduce en la precámara del sputtering que tiene un flujo de gas nitrógeno grado industrial. El flujo de gas nitrógeno tiene por objetivo evitar la entrada de gas ambiente a la precámara y por consiguiente a la cámara de crecimiento del

APÉNDICE A SUSTRATOS
A.3 MONTAJE DE LOS SUSTRATOS

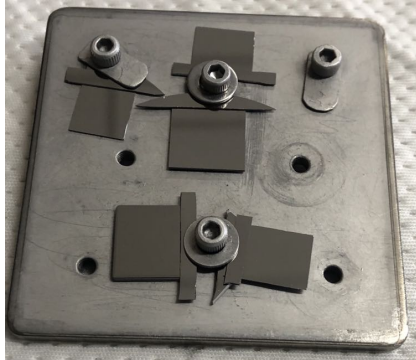


Figura A.2: Películas de niobio.

sistema sputtering. Cabe señalar que el sistema de depósito que se utilizó en este trabajo de tesis tiene dos cámaras, una cámara de carga de sustratos y una cámara principal, las cuales están separadas una de otra por una compuerta de aislamiento.

Bibliografía

- [1] Koski, K., Hölsä, J., Ernoult, J., Rouzaud, A., *The connection between sputter cleaning and adhesion of thin solid films*, Surface and coatings Technology, **80**, 1-2, 195 (1996).
- [2] Camacho-Espinosa, E., Oliva-Avilés, A. I., Oliva, A. I., *Effect of the substrate cleaning process on pinhole formation in sputtered CdTe films*, Journal of Materials Engineering and Performance, **26**, 4020 (2017).

Apéndice B

Efecto de la frecuencia de la fuente

La frecuencia de operación de la fuente DC pulsada del proceso de sputtering es una condición que se estudio en detalle. En particular, se analizó la dependencia en morfología, propiedades nanomecánicas y coeficiente de fricción de las películas de niobio para 3 diferentes valores de la frecuencia de operación. Se depositaron películas de niobio con diferentes valores de la frecuencia de operación, a saber, 20 kHz, 100 kHz y 350 kHz. Todos los procesos de depósito se realizaron sin calentamiento intencional del sustrato, es decir, a temperatura ambiente. Los sustratos utilizados fueron silicio (100) y cuarzo. El resto de los parámetros de depósito se fijaron a los valores presentados en la tabla 2.1. Las muestras analizadas no tienen capa protectora de aluminio¹.

B.1. Estructura cristalina

La figura B.1 muestra los espectros de difracción de rayos X de las películas de niobio. La frecuencia de operación de la fuente pulsada era de (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz. Como se observa en la figura B.1 todas las muestras tienen los picos asociados a

¹Este Apéndice contiene resultados mostrados y discutidos en detalle en el artículo *Nanomechanical properties of Nb films deposited by pulsed frequency magnetron sputtering* (ver la sección de Publicaciones).

los planos (110), (200) y (211). Por tanto, variar la frecuencia de operación de la fuente DC pulsada no induce un cambio en la estructura cristalina de las películas. Todas las películas tienen la estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc), discutida en el capítulo 2.

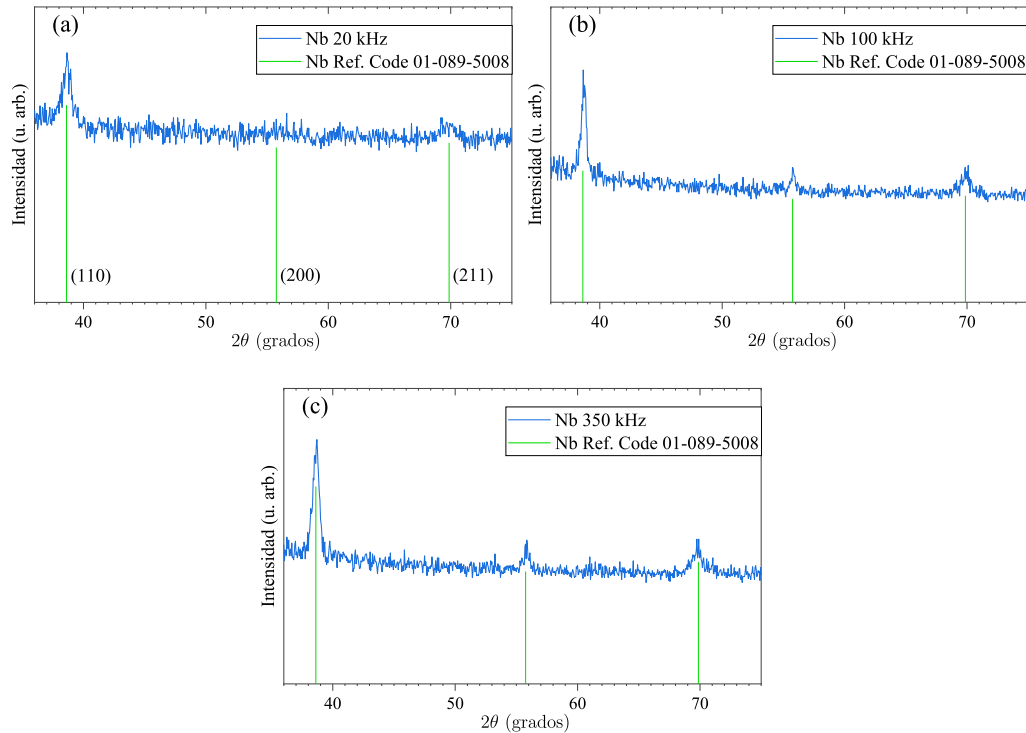


Figura B.1: Difracción de rayos X de las películas de niobio depositadas sobre cuarzo con diferentes valores de frecuencia (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz.

B.2. Morfología

En la figura B.2 se presentan las imágenes morfológicas de la superficie de las películas de niobio depositadas con las tres condiciones de frecuencia (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz. El aumento de la frecuencia de operación de la fuente DC pulsada causa un cambio en la morfología de las películas. En verdad, las películas pasan de una estructura granular a una compuesta de hojuelas. También el aumento de la frecuencia altera la rugosidad de la superficie de las películas que aumenta de 3.1 nm a 7 – 8 nm. Es por esta razón principalmente que se decidió realizar el depósito de las muestras estudiadas en esta tesis con una frecuencia de operación de 20 kHz. No obstante, no se descarta

APÉNDICE B EFECTO DE LA FRECUENCIA DE LA FUENTE
B.2 MORFOLOGÍA

la posibilidad de estudiar los efectos de la variación en morfología sobre las propiedades superconductoras de las películas fabricadas. Sin embargo, un estudio de este tipo va más allá de los objetivos planteados en esta tesis.

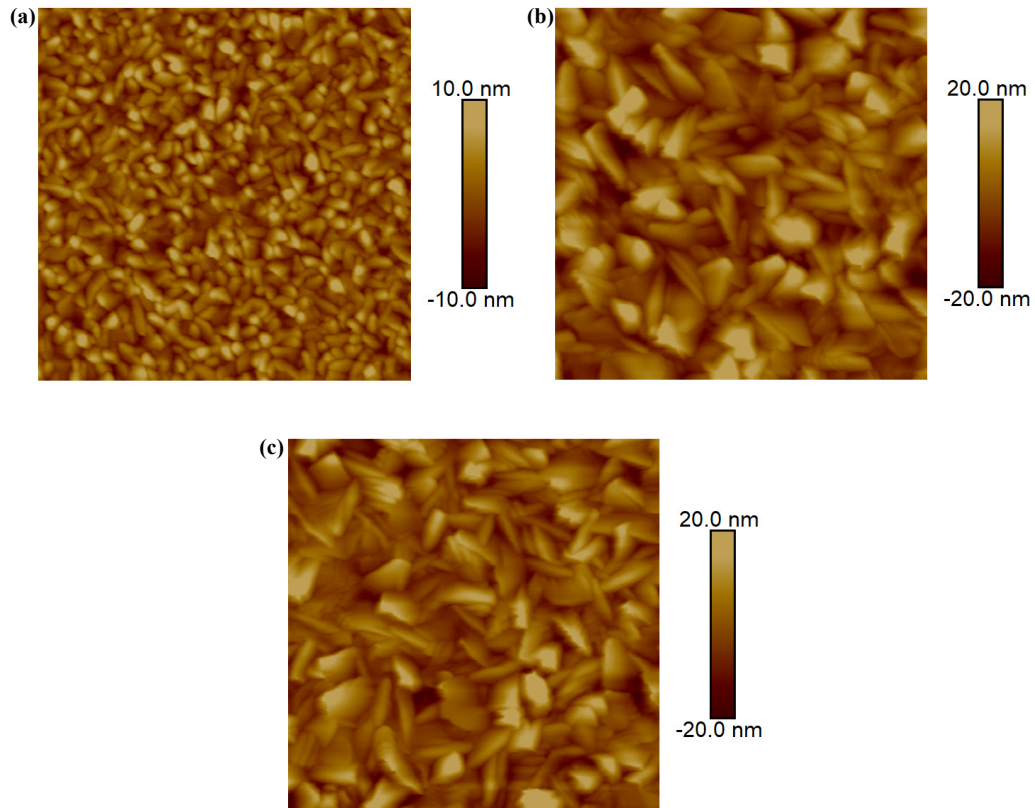


Figura B.2: Imágenes de la morfología de la superficie de las películas de niobio. La superficie medida tiene un área de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$, (a) 20 kHz, (b) 100 kHz y (c) 350 kHz.

Apéndice C

Condiciones de medición de las técnicas experimentales

Las monocapas así como la multicapa diseñadas y fabricadas se caracterizaron a través de mediciones de difracción de rayos X (XRD), microscopía de fuerza atómica (AFM), espectroscopía fotoelectrónica por rayos X (XPS) y espectroscopía elipsométrica. Los detalles sobre las condiciones utilizadas en cada una de estas caracterizaciones se presentan a continuación.

C.1. Difracción de rayos X

La estructura cristalina de las muestras se analizó mediante la técnica de difracción de rayos X (XRD por sus siglas en inglés). Los difractogramas de las muestras se obtuvieron con un difractómetro con longitud de onda $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Los parámetros para la adquisición de datos que se utilizaron son 40 kV y 35 mA, en un rango de 20° a 80° con pasos de 0.05° . El haz incide sobre la muestra a un ángulo de 0.7° , es decir se utilizó incidencia rasante, mientras que el detector barre el rango antes mencionado.

C.2. Espectroscopía fotoelectrónica por rayos X

Una vez que las muestras se depositaban se dió un tiempo de espera para que el equipo alcanzara condiciones de estabilidad. Durante ese tiempo de espera, se alisto el equipo de Espectroscopía Fotoelectrónica por Rayos X (XPS, por sus siglas en inglés X-ray Photoelectron Spectroscopy) para censar la superficie de las muestras. La muestra que se coloca en el equipo XPS es la depositada sobre silicio. Se realizaron mediciones de XPS de las monocapas y la multicapa. Debido al espesor de la multicapa se espera que los resultados de XPS arrojen información de la última capa de Nb. Las mediciones se hicieron con el fin de asegurar que la capa de niobio está libre de oxígeno enlazado al superconductor como se discutió en el capítulo 2. El equipo XPS, con el que se realizaron las mediciones, cuenta con una fuente monocromática Al K α ($h\nu = 1486.7$ eV) y un analizador de electrones hemisférico con siete canales. Los parámetros para la adquisición de los espectros XPS constaron de una ventana de energía de 10 eV con pasos de 1 eV. Todas las mediciones se hicieron a un ángulo de 41°.

C.3. Microscopía de fuerza atómica

La morfología de la superficie de la multicapa se analizó con un equipo de microscopía de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés). Se escanearon áreas de la superficie de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ y de $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$, aunque solo se presentan las de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$. Las mediciones se realizaron en modo de contacto (force tapping mode) con una sonda SNL.

De forma simultánea al escaneo de la superficie, se evalúa la rugosidad de la superficie de las películas. La rugosidad cuadrática media (RMS por sus siglās en inglés o bien denotada como R_q) se calcula a partir de la raíz cuadrada del promedio de las desviaciones de la altura relativa respecto del valor promedio, de cada píxel, al cuadrado. El cálculo de R_q se hace mediante la siguiente ecuación

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N (z_n - \bar{z})^2}, \quad (\text{C.1})$$

en donde z_n representa la altura de cada píxel, \bar{z} representa la altura promedio y N el

número total de píxeles.

C.4. Espectroscopía elipsométrica

Se utilizó la técnica de espectroscopía elipsométrica para determinar la función dieléctrica efectiva de las muestras. La técnica se basa en la medición de los cambios relativos de fase de un haz de luz reflejado y polarizado por la muestra de interés. Los datos experimentales que se obtienen con esta técnica se utilizan para describir un modelo de una o varias capas. Para el modelo se usan relaciones matemáticas conocidas como fórmulas de dispersión que ayudan a evaluar las propiedades ópticas e incluso el espesor del material mediante el ajuste de estas fórmulas de dispersión a los datos experimentales.

La fórmula de dispersión que se utilizó para la muestras está compuesta por la suma de un oscilador de Drude y dos de Lorentz descrita por la ecuación

$$\varepsilon_{eff}(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\omega_p^2}{-\omega^2 + i\Gamma_d\omega} + \sum_{j=1}^2 \frac{f_j\omega_{0j}^2}{\omega_{0j}^2 - \omega^2 + i\gamma_j\omega}, \quad (C.2)$$

en donde ε_{∞} es la constante dieléctrica a altas frecuencias, ω_p es la frecuencia de plasma que corresponde al valor cuando la constante dieléctrica es nula, ω es la frecuencia de la luz incidente, Γ_d (en eV) es la frecuencia de colisión, f_j es la fuerza del oscilador de Lorentz, ω_{0j} (en eV) es la frecuencia de resonancia del oscilador j y γ_j es el coeficiente de amortiguamiento del oscilador j .

Apéndice D

Condiciones de medición de las propiedades magnéticas

La caracterización magnética de las monocapas así como de la nanoestructura se realizó en un equipo de medición de propiedades físicas PPMS (Physical Property Measurement System) DynaCool-9. Este equipo tiene un rango de operación de temperatura de 1.8 K a 400 K y una magnitud de campo magnético de hasta ± 9 T. Con este equipo es posible realizar mediciones de susceptibilidad magnética AC en función de la temperatura [$\chi(T)$] y magnetización en función del campo magnético a temperatura constante ($M(H)$), entre otras. A continuación se presentan los detalles de las condiciones utilizadas en las mediciones de $\chi(T)$ y $M(H)$ de las muestras fabricadas.

D.1. Susceptibilidad magnética AC

La susceptibilidad magnética AC [$\chi(T)$] de las muestras se analizó mediante magnetometría AC. En esta configuración el equipo PPMS superpone un campo AC, de magnitud pequeña, al campo DC. Lo anterior causa un momento magnético que depende del tiempo en la muestra. Este momento es detectado por el equipo ya que está configurado para detectarlo en su frecuencia de oscilación natural, es decir, la misma frecuencia del campo AC. La susceptibilidad magnética AC se denomina también como la susceptibilidad

dinámica.

El momento magnético AC inducido en la muestra, cuando el campo magnético AC es pequeño, es directamente proporcional a la susceptibilidad magnética

$$M_{AC} = \chi \cdot H_{AC} \text{ sen}(\omega t), \quad (\text{D.1})$$

en donde H_{AC} representa la magnitud del campo AC y ω es la frecuencia de oscilación del campo.

La medición de la susceptibilidad AC permite identificar la magnitud de la susceptibilidad χ , así como el cambio de fase φ con respecto al campo magnético AC. Entonces, la susceptibilidad magnética AC está compuesta por una parte real χ' y una imaginaria χ'' . La parte real e imaginaria de la susceptibilidad se relacionan con fase φ mediante

$$\chi' = \chi \cos(\varphi), \quad (\text{D.2a})$$

$$\chi'' = \chi \text{ sen}(\varphi), \quad (\text{D.2b})$$

se determinó la temperatura de transición de las muestras T_c a través de mediciones de susceptibilidad magnética AC en función de la temperatura $\chi(T)$.

D.1.1. Preparación de muestras

Previo a la medición de susceptibilidad AC es necesario preparar la muestra. Esta preparación consiste en cortar un pequeño pedazo de la película depositada sobre cuarzo. El pedazo debe tener una dimensión aproximada de 4 mm \times 3 mm, o bien, menor que estas dimensiones. Lo anterior se debe a que la muestra se fija en una pajilla de cuarzo de aproximadamente 5 mm de espesor. Esta pajilla, con el pedazo de muestra pegada, se introduce dentro de una cavidad del equipo en donde se lleva a cabo la medición, es decir, la cámara de medición.

En el panel (a) de la figura D.1 se observa el pedazo cortado de una película de cuarzo, en el panel (b) se muestra un pedazo de película de cuarzo pegado sobre la pajilla de cuarzo y en el panel (c) están dos muestras pegadas y centradas con el dispositivo de

**APÉNDICE D CONDICIONES DE MEDICIÓN DE LAS PROPIEDADES
MAGNÉTICAS
D.1 SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC**

preparación para medición de susceptibilidad AC.

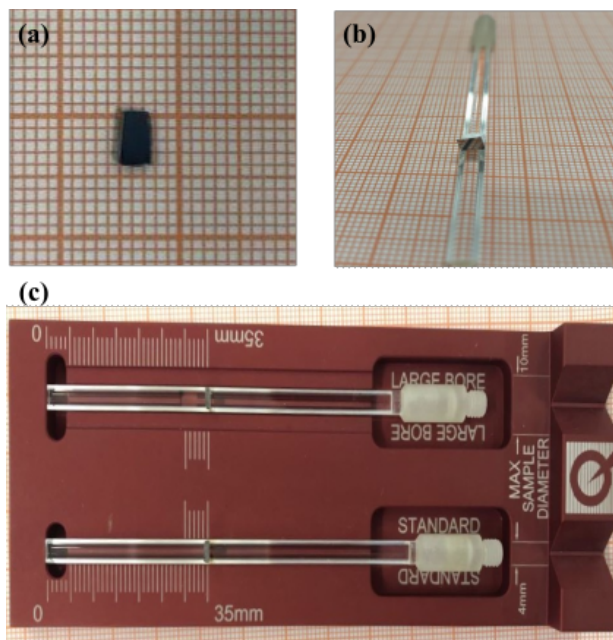


Figura D.1: (a) Pedazo cortado de película de niobio de 4 mm × 3 mm, (b) el pedazo pegado sobre la pajilla de cuarzo y (c) pajillas con pedazos cortados de películas de niobio listas para medición de susceptibilidad AC.

La figura D.2 muestra un esquema del interior del sistema PPMS una vez que se introduce la muestra a medir. La pajilla de cuarzo, que se monta en el portamuestra, queda de forma vertical. En consecuencia, el trozo de película queda de manera horizontal en el interior de la cámara de medición. El imán superconductor del equipo PPMS genera un campo magnético \vec{H} uniforme dirigido verticalmente, según las especificaciones del fabricante. El campo magnético \vec{H} es perpendicular a la superficie de la película de Nb, como se muestra en la figura D.2.

D.1.2. Secuencia de medición de susceptibilidad AC

La susceptibilidad magnética AC de todas las muestras se midió en función de la temperatura $\chi(T)$. Se utilizaron intensidades de campo magnético de 0.5 Oe (5×10^{-5} T), 1 Oe, 5 Oe, 10 Oe, 12 Oe y 16 Oe, todas con una frecuencia de oscilación de 5 kHz. El rango de temperatura fue de 5 K a 15 K. Se utilizaron estas condiciones ya que en el modo AC, a bajas temperaturas, la amplitud, frecuencia y máximo tiempo de medición

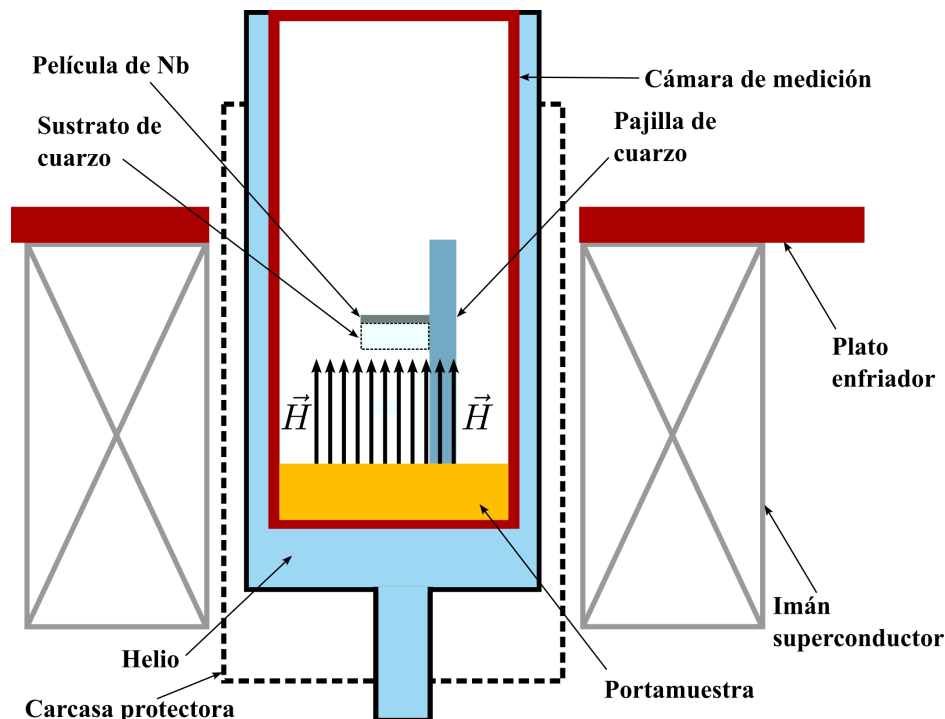


Figura D.2: Esquema del interior del sistema PPMS. La muestra, que es un trozo de película de Nb, se coloca en el centro de la cámara de medición, con la superficie perpendicular al campo magnético \vec{H} uniforme dirigido verticalmente (representado por las flechas verticales en color negro).

están limitados debido a calentamiento por corrientes inducidas en el equipo.

La secuencia que se utilizó en el equipo PPMS para la medición de la susceptibilidad AC de las muestras es la siguiente. Primero, la temperatura se bajó hasta 5 K. Segundo, se activa el módulo de susceptibilidad con las opciones de intensidad de campo (por ejemplo 0.5 Oe) y frecuencia de oscilación (por ejemplo 5 kHz). Después, se activa la rampa de temperatura, en este caso consiste en aumentar de 5 K a 15 K mientras realiza la medición de susceptibilidad. Esta serie de instrucciones se configuran en el equipo cada vez que se cambia la intensidad del campo a los valores que se utilizaron mencionados anteriormente. También, si se desea se puede realizar un barrido en las frecuencias de oscilación disponibles en este modo y mantener la intensidad de campo magnético fija. No obstante, los valores tanto de intensidad de campo como de frecuencia están limitados a valores configurados por el software del equipo de PPMS.

Cabe destacar que, esta fue la primera vez que se utilizó esta opción del equipo de PPMS del IFUAP para medir la susceptibilidad magnética AC de un superconductor. La

secuencia completa de medición propuesta está disponible bajo petición razonable en el laboratorio de Microscopía de Fuerza Atómica con el Dr. Francisco Javier Flores Ruiz.

D.2. Magnetización en función del campo magnético

De manera similar a la susceptibilidad magnética AC, se midió la magnetización de las muestras. En esta configuración el equipo PPMS utiliza el campo DC. Por lo que se utiliza una opción diferente que se conoce como magnetómetro de muestra vibratorio (Vibrating Sample Magnetometer, VSM).

Con esta opción se midió la magnetización de las muestras en función de la intensidad de campo magnético aplicado $M(H)$ a temperatura constante. Aunque el equipo también permite medir la magnetización en función de la temperatura $M(T)$ a intensidad de campo magnético constante.

No obstante, como en el caso de susceptibilidad magnética AC es necesario preparar la muestra utilizando el mismo procedimiento descrito en la sección D.1.1. La única variación esta en el centrado de la muestra a medir a través de la configuración de la secuencia de medición en el equipo y sobre la pajilla de cuarzo.