

# “FLUX-FLOW” DE VÓRTICES DE ABRIKOSOV-JOSEPHSON EN CERÁMICAS SUPERCONDUCTORAS DE Bi-2223

## FLUX-FLOW OF ABRIKOSOV-JOSEPHSON VORTICES IN Bi - 2223 SUPERCONDUCTING CERAMICS

J.R. FERNÁNDEZ-GAMBOA<sup>a</sup>, A. CRUZ-GARCÍA<sup>a</sup>, P. MUNÉ<sup>a†</sup>, E. ALTSHULER<sup>b</sup>, O. VÁZQUEZ-ROBAINA<sup>b</sup> Y R. F. JARDIM<sup>c</sup>

a) Facultad de Física, Universidad de Oriente; mune@uo.edu.cu<sup>†</sup>

b) Facultad de Física, Universidad de La Habana, Cuba

c) Instituto de Física, Universidade de Sao Paulo, 05315-979, São Paulo, SP, Brazil

† autor para la correspondencia

Recibido 27/5/2016; Aceptado 9/11/2016

Se reporta un método para caracterizar el transporte eléctrico a través defectos intragranulares en dos direcciones principales de una muestra superconductora. Los datos experimentales fundamentales, las curvas de  $I - V$ , se tomaron en muestras de Bi-2223 a una temperatura de 90 K y campos magnéticos bajos ( $H_a < 39.8$  kA/m), y se analizaron usando un modelo de “flux flow” propuesto por A. Gurevich [4]. El modelo permite determinar el primero y segundo campos críticos de las uniones Josephson largas debido a la presencia de defectos planares dentro de los granos. De los resultados obtenidos se aprecia cierta anisotropía en cuanto a las propiedades de transporte eléctrico y un aumento de los campos críticos asociados a las corrientes que pasan por los defectos planares para presiones de compactación crecientes.

We report a method for characterizing the electric transport through the intragranular defects in two main directions of a superconducting sample. The main experimental data, the  $I - V$  curves, were taken on Bi-2223 samples at 90 K and low applied magnetic fields ( $H_a < 39.8$  kA/m), and analyzed by using a flux flow model proposed by A. Gurevich. The model allows determining the lower and upper critical field of the large Josephson junctions due to the presence of planar defects inside the grains. The obtained results reveal certain anisotropy in the electric transport properties and an increase of the critical fields associated to currents through the planar defects with increasing compacting pressures.

PACS: Critical fields 74.25.Op, vortices 74.25.Ha, cuprate superconductors 74.72.-h

### I. INTRODUCCIÓN

El descubrimiento y posterior estudio de los superconductores de alta temperatura crítica (SATs), han establecido la estructura granular típica de las muestras cerámicas, y, eventualmente, de algunos tipos de cintas superconductoras como una de sus principales limitaciones para las aplicaciones a gran escala de estos materiales [1,2]. La presencia de poros, grietas, fronteras de granos, fases extras e impurezas, es un hecho inevitable derivado de los procesos de obtención empleados, siendo las fronteras de granos uno de los factores más críticos. El mecanismo de transporte a través de las fronteras de granos (FGs) en los SATs ha atraído mucho la atención porque determina la capacidad de transportar altas corrientes sin disipación [1].

A diferencia de la mayoría de los materiales superconductores de baja temperatura crítica (SBTs), las FGs en los SATs son uniones débiles que presentan un comportamiento exponencial de su densidad de corriente crítica con el ángulo de orientación relativa entre los cristales que las componen de acuerdo con la expresión,  $J_b = J_0 \exp^{-\vartheta/\vartheta_0}$  donde  $\vartheta$  es ángulo de orientación relativa que al crecer a partir del ángulo crítico  $\vartheta_0 = 2 \text{ deg} - 5 \text{ deg}$  [1] provoca una disminución de la densidad de corriente crítica a través de la FG. En la ecuación,  $J_b$  y  $J_0$  representan las densidades de corriente críticas de la FG y el cristal, respectivamente.

La fuerte dependencia de  $J_b(\vartheta)$  con  $\vartheta$  y su alta anisotropía constituyen los elementos fundamentales que limitan el transporte eléctrico en policristales de SATs. Sin embargo, la extrema sensibilidad de  $J_b(\vartheta)$  con  $\vartheta$  en los SATs constituye una herramienta única para observar la transición fundamental entre los vórtices de Abrikosov (A) y los de Josephson (J). Con el incremento de  $\vartheta$  se pueden observar tres tipos de vórtices en las FGs: i) vórtices (A) en las FGs para  $\vartheta \ll \vartheta_0$  con un núcleo normal, ii) vórtices de Abrikosov Josephson (AJ) donde  $\vartheta_0 < \vartheta < \vartheta_J$  y finalmente iii) los vórtices de Josephson (J) que corresponden a los valores de ángulos de orientación relativa entre los cristales que conforman la unión, no considerados en los intervalos ya mencionados. Estos tipos de vórtices están bien descritos en la literatura sobre el tema [3,4]. Generalmente el anclaje de los vórtices AJ y J es menor que el de los vórtices A, así que las FGs forman una red perlocativa natural para el movimiento de los primeros a través del superconductor [3]. Esa red perlocativa no es solamente una característica de las fronteras de granos. Existen defectos planares intragranulares que se comportan de forma similar a las FGs produciendo disipación por movimiento de vórtices de AJ [3,4].

De los compuestos SATs estudiados, uno de ellos es el  $(\text{BiPb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+y}$  conocido como Bi-2223. Las aplicaciones a gran escala de estos materiales requieren de su uso en forma policristalina en la confección de cables para transmisión de energía y limitadores de corriente, entre otros

usos [5,6].

El movimiento de los vórtices de Abrikosov en el estado mezclado de los superconductores de tipo II, constituye un mecanismo vinculado al transporte de corriente eléctrica que está bien estudiado en la literatura [7]. Sin embargo, el movimiento y modelación de los vórtices de AJ a través de las FGs o defectos planares ha sido menos estudiado y principalmente reportado para bicristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  [8]. Recientemente, M. Hernández-Wolpez y colaboradores [9] han detectado la presencia de defectos planares por mediciones de transporte eléctrico y magnéticas en muestras de Bi-2223 obtenidas a baja presión de compactación y dopadas con Ca y Cu. Las mediciones fueron realizadas a 77 K y campos magnéticos de baja intensidad,  $H_a < 39.8 \text{ kA/m}$ . Sin embargo, para muestras obtenidas a presiones de compactación superiores a 250 MPa, como las utilizadas por P. Muné y colaboradores [11], las curvas de “flujo atrapado” [10] no pueden detectar los defectos intragranulares porque las uniones débiles del material se fortalecen y pierden su capacidad de sensar el campo intergranular debido al flujo magnético atrapado en los defectos intragranulares.

En este artículo se propone un método para caracterizar el estado de “flux-flow” de vórtices de AJ en cerámicas superconductoras de Bi-2223. Las muestras fueron obtenidas a diferentes presiones de compactación y dopadas con Ca y Cu. El estudio se realizó a partir de curvas  $I - V$  medidas utilizando el método de Montgomery [12] para campos magnéticos de baja intensidad,  $H_a < 39.8 \text{ kA/m}$ . El uso de este método permitió realizar las mediciones en dos direcciones principales de la muestra. A partir de las curvas  $I - V$  obtenidas para diferentes valores de intensidad de campo magnético aplicado y a una temperatura de 90 K se construyeron las curvas de resistividad versus intensidad del campo magnético, las cuales se ajustaron siguiendo el modelo de “flux-flow” para vórtices de AJ propuesto por A. Gurevich [8]. Tal procedimiento permitió estimar el primero y segundo campos críticos de los defectos planares y las longitudes características medias de los vórtices de AJ en las dos direcciones principales de las muestras obtenidas a presiones de compactación mayores de 500 MPa. De acuerdo al conocimiento de los autores es la primera vez que un estudio de este tipo se presenta en muestras policristalinas de Bi-2223.

## II. PARTE EXPERIMENTAL

Las composición de partida de las muestras empleadas para las mediciones, se puede representar mediante la fórmula estequiométrica general  $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2+x}\text{Cu}_{3+x}\text{O}_y$ , donde  $x$  representa el exceso de Ca y Cu añadido que en este caso fue de  $x = 0.2$ . Para su preparación primeramente se mezclaron en la proporción necesaria los compuestos de partida:  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}_2$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  y  $\text{CuO}$ . Esta mezcla fue tratada térmicamente a 750 °C por 40 h para su calcinación. El material resultante fue molido durante 15 min, compactado a 222.4 MPa y calcinado nuevamente a 800 °C durante 40 h. Para la sinterización se realizó el procedimiento anterior tres veces por 40 h cada uno pero a la temperatura de 830

°C. Finalmente las pastillas se molieron por última vez y se compactaron a diferentes presiones. Estos pasos fueron seguidos de una última síntesis a la temperatura antes mencionada durante otras 40 h. Las muestras se denominan 62 y 82 y se obtuvieron a las presiones de compactación de 585.19 y 780.25 MPa, respectivamente.

Durante el proceso de elaboración, la obtención de la fase Bi-2223 se observó mediante la realización de difracción de rayos-X en muestras de polvo. Para esto se empleó un difractómetro Shimadzu XRD-6000 con radiación  $K\alpha$  de Cu, con un monocromador de grafito y filtro de Ni.

El tamaño de los granos y los ángulos entre los granos adyacentes se estimaron a partir de micrografías obtenidas por microscopia electrónica de barrido (MEB) en muestras que fueron previamente fracturadas. Con este objetivo se utilizó un microscopio electrónico de barrido Hitachi modelo S-530 con una resolución nominal de  $\approx 30 - 40 \text{ nm}$  operando en un rango de 15 a 20 kV. A través de este procedimiento se puede evaluar de forma cualitativa la porosidad de las muestras para diferentes valores de presiones de compactación, así como los cambios en el estado de orientación de los granos. También se determinó, mediante la confección de un histograma, la función de distribución de los ángulos de orientación relativa entre las cristalitas considerando que la dirección de los ejes cristalográficos se pueden determinar a partir de la forma característica de escamas propia de los granos de este compuesto superconductor. Para ello se trazó una recta en cada uno de dos granos adyacentes sobre la parte de mayor área de la cristalita que debe coincidir con el plano  $ab$  de la misma (ver Figura 3). Usando el programa ImageJ se determinó el ángulo entre ambas rectas y se construyó un histograma para cada muestra a partir del cual es posible determinar el valor medio del ángulo entre los planos  $ab$  las cristalitas.

La naturaleza cuasi-bidimensional de la superconductividad del Bi-2223 es la causa de una marcada anisotropía en las propiedades de transporte de los monocristales superconductores de este compuesto, pues las “supercorrientes” son mayores a lo largo de los planos Cu-O que en la dirección perpendicular a ellos [13] por lo que debe esperarse que en cerámicas superconductoras de Bi-2223 exista anisotropía en cuanto a las propiedades de transporte a nivel de muestra si esta presenta algún grado de orientación de sus cristalitas, resultado del proceso de elaboración que incluye varias síntesis y prensados como fue previamente descrito [14]. La teoría del medio efectivo modela un material heterogéneo y anisótropo, que es el caso general de los superconductores cerámicos, como uno homogéneo y anisótropo. Esto justifica la aplicación del método de medición de Montgomery [12, 15] a las muestras estudiadas en el presente trabajo.

El método de medición de Montgomery, permite obtener las componentes del tensor resistividad eléctrica de una muestra anisótropa. La relación entre las resistencias de dos direcciones del sólido anisótropo en forma de paralelepípedo es utilizada de manera aproximada para determinar la

correspondiente relación de las longitudes en dos direcciones de una muestra isotrópica equivalente [12], entendiéndose por muestra isotrópica equivalente aquella que tiene igual resistencia eléctrica pero diferentes dimensiones que el compuesto anisótropo real, cumpliendo además con la relación  $\rho^3 = \rho_x \rho_y \rho_z$ , donde  $\rho$  es la resistividad del paralelepípedo isotrópico equivalente, mientras  $\rho_x$ ,  $\rho_y$  y  $\rho_z$  son las resistividades del anisótropo real en las direcciones perpendiculares  $x$ ,  $y$  y  $z$ , respectivamente [12] (ver Figura 1).

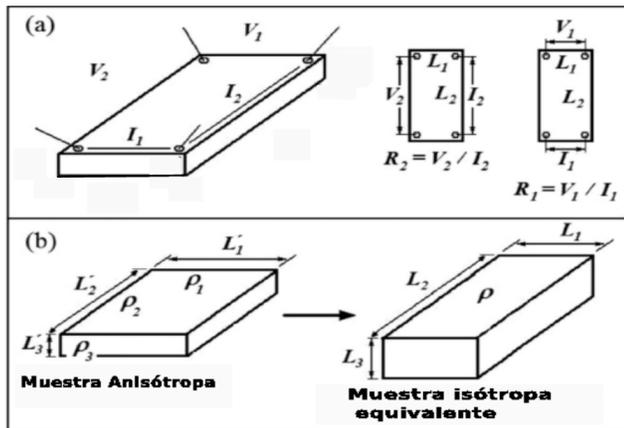


Figura 1. a) Configuración de contactos para el uso del método de Montgomery.  $V_1$  y  $V_2$  son los voltajes medidos debido a la aplicación de las corrientes  $I_1$  e  $I_2$ . b) Representación de las relaciones de transformación de Wasscher's [16] de una muestra anisótropa y su isotrópica equivalente. Figura tomada y modificada de la referencia [15]

Para calcular las resistividades  $\rho_1$  y  $\rho_2$  correspondientes a las componentes del tensor resistividad eléctrica de la muestra anisótropa real que está sometida a mediciones de transporte eléctrico, se utilizan las siguientes ecuaciones [12, 15]:

$$\rho_1 = \frac{\pi}{8} E' \frac{L'_2 L_1}{L'_1 L_2} R_1 \sinh\left(\pi \frac{L_2}{L_1}\right) = \frac{\pi}{8} E' \frac{L'_2 L_1}{L'_1 L_2} R_2 \sinh\left(\pi \frac{L_1}{L_2}\right) \quad (1)$$

$$\rho_2 = \frac{\pi}{8} E' \frac{L'_1 L_2}{L'_2 L_1} R_1 \sinh\left(\pi \frac{L_2}{L_1}\right) = \frac{\pi}{8} E' \frac{L'_1 L_2}{L'_2 L_1} R_2 \sinh\left(\pi \frac{L_1}{L_2}\right) \quad (2)$$

donde  $E'$  es el espesor efectivo de la muestra que para  $L'_3 \ll \sqrt{L'_1 L'_2}$  puede considerarse igual a  $L'_3$ .

Las muestras fueron obtenidas en forma de cilindro. Por eso, para la aplicación del método de medición de Montgomery, se necesitó que fueran cortadas en forma de paralelepípedo regular (ver Figura 2).

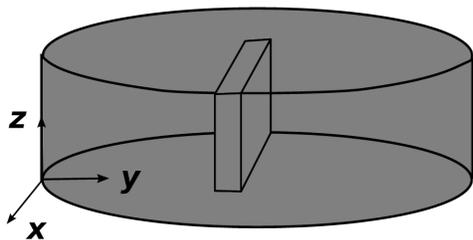


Figura 2. Forma de paralelepípedo en que se cortan las muestras para realizar la medición a partir de la pastilla que tiene forma cilíndrica.

Posteriormente se colocaron cuatro contactos eléctricos puntiformes en los vértices de una de las caras de mayores dimensiones del paralelepípedo en cuestión, se fijó una configuración, se inyectó diferentes valores de intensidad de corriente eléctrica a través de los dos extremos escogidos para este fin y se midió la respuesta de voltaje por los otros dos. Después se rotó la configuración de contactos en  $90^\circ$  y se repitió el procedimiento anterior (ver Figura 1a). En todos los casos el vector intensidad del campo magnético aplicado se dirigió perpendicularmente a la dirección en que se inyectó la corriente eléctrica. Finalmente, usando las expresiones 1 y 2, se pudo calcular las componentes del tensor resistividad eléctrica correspondientes a las direcciones  $x$  y  $z$  que están sobre la cara del paralelepípedo seleccionada para colocar los contactos y son perpendiculares entre sí.

El sistema de medición está compuesto por un controlador de temperatura LakeShore modelo 330 con el cual se estabiliza la temperatura de la muestra a 90 K. Para excitar la muestra se empleó una fuente de corriente Philips PE 1540 en un rango de intensidad de corriente eléctrica entre 0 y 2,5 A. El sistema se conectó a un preamplificador de bajo ruido de la Stanford Research Systems modelo SR560 que va conectado a su vez con una tarjeta de adquisición de datos de la National Instruments modelo BNC-2090, sistema que se utiliza para la medición de la respuesta de voltaje del sistema. La recepción y guardado de los datos se realizó a través de una computadora personal. Se realizan dos mediciones de  $I - V$  para cada configuración, la primera se hace inyectando la corriente eléctrica en sentido positivo y la otra en el sentido negativo. Esto se hace para contrarrestar los cambios de valores de voltaje que se deban a la presencia de fuerzas electromotrices de naturaleza termoeléctrica. A partir de las curvas  $I - V$  se construyen las curvas de  $\rho$  versus  $J$  para diferentes valores de intensidad del campo magnético aplicado,  $H_a$ , y las resistividades de "flux-flow"  $\rho_{ff}$  como función de  $H_a$ . El campo magnético se aplicó mediante un electroimán con núcleo de aire que permite someter la muestra a intensidades de campo magnético de hasta 39.8 kA/m con variaciones inferiores a un 5% en los 3 cm centrales de la bobina, según su dirección axial. Como las muestras utilizadas son milimétricas entonces la intensidad del campo magnético aplicado se puede considerar uniforme al menos en un 95%. De las curvas  $I - V$  obtenidas por el método de Montgomery para diferentes valores del intensidad de campo magnético se pudo obtener también las curvas de densidad de corriente crítica media en función de la intensidad del campo magnético en las dos direcciones principales de la muestra (curvas vírgenes). En este caso se tomo como criterio para determinar la densidad de corriente crítica el de una intensidad de campo eléctrico medio en la muestra de  $1 \mu\text{V/cm}$ .

### III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La composición de fase obtenida a través de los difractogramas muestra que la fase (BiPb)-2212 se encuentra en 11.05 % Vol mientras la fase  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  está presente de un 0.23 % Vol. El porcentaje de pureza en (BiPb)- 2223 es superior

al 88.72 % Vol que para los estudios previstos en el marco de este trabajo se considera aceptable.

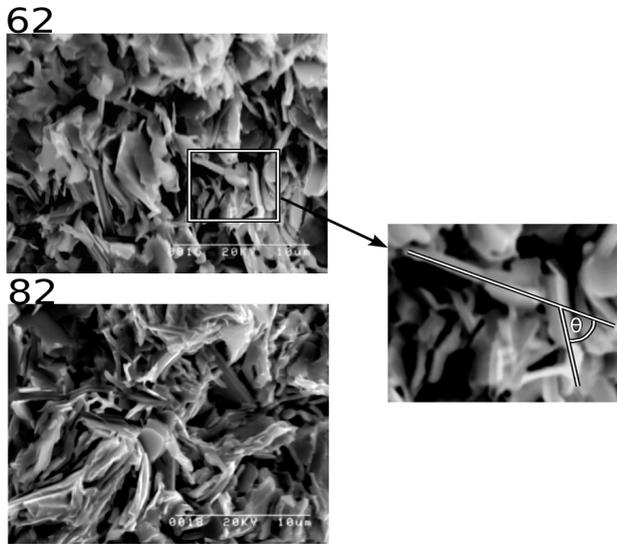


Figura 3. Micrografías de MEB de pastillas fracturadas correspondientes a las muestras 62 y 82, respectivamente. El procedimiento para estimar el ángulo de desalineación entre los planos  $ab$  se muestra magnificado.

En la Figura 3 se muestran dos micrografías que representan las superficies fracturadas de las muestras 62 y 82, respectivamente. En ellas es posible observar que la morfología de los granos de manera general es muy similar, la cual está caracterizada por tener forma de escamas. Un análisis cuidadoso de estas micrografías revela cambios en la homogeneidad de las muestras, fundamentalmente asociados con una reducción de la porosidad debido al aumento de la presión de compactación. La forma de escamas de las cristalitas permitió determinar la relación  $a/c \approx 10$  que representa la anisotropía de forma de los granos cuyo tamaño medio en el plano  $ab$  resultó ser de  $\sim 4 \mu m$ . Además, se midieron los ángulos entre los planos  $ab$  de las cristalitas con el programa ImageJ obteniéndose que el valor medio en ambas muestras estudiadas es mayor que  $40^\circ$ . Veamos qué significa tal valor de ángulo respecto a la distribución de los diferentes tipos de vórtices en las muestras 62 y 82. Los núcleos de los vórtices de AJ son descritos por las ecuaciones de la electrodinámica no-local de las uniones Josephson (ENJ) [3, 8], en la región de parámetros donde  $J_b > J_0 \frac{\xi}{\lambda}$  y  $\theta(x) = \varphi_1 - \varphi_2$  (diferencia de fase) varía en la escala  $l = \lambda_j^2 / \lambda \approx \xi \frac{l_b}{j_0}$  mucho más pequeña que  $\lambda$  pero mayor que  $\xi$ , si  $J_b > \frac{l_0}{k}$ , donde  $k = \frac{\lambda}{\xi} \approx 10^2$  [3]. Cuando  $\vartheta$  se incrementa la longitud del núcleo  $l(\vartheta) \approx \xi \frac{l_b}{j_0}$  incrementa. Los vórtices AJ se vuelven J para ángulos  $\vartheta > \vartheta_J \approx \vartheta_0 \ln k$ , aquí  $l(\vartheta)$  excede  $\lambda$ . Si se toma  $\vartheta = 5^\circ$  [1], los vórtices de AJ determinan el comportamiento en las FG con  $\vartheta_0 < \vartheta < \vartheta_J \approx 23^\circ$ . Entonces se puede concluir que los vórtices entre los granos son de tipo J. Luego, la existencia de los vórtices de AJ puede ser debida a los defectos planares dentro de los granos, lo cual concuerda con reportes recientes [9, 11]. Los resultados presentados aquí se obtuvieron en muestras compactadas a una mayor presión que las reportadas en la referencia anterior, lo que presupone un fortalecimiento de las uniones

intergranulares. Sin embargo, no debe perderse de vista que en nuestro caso la temperatura de medición supera en 12 K a la reportada anteriormente, lo que pudiera compensar el efecto de la mayor compactación.

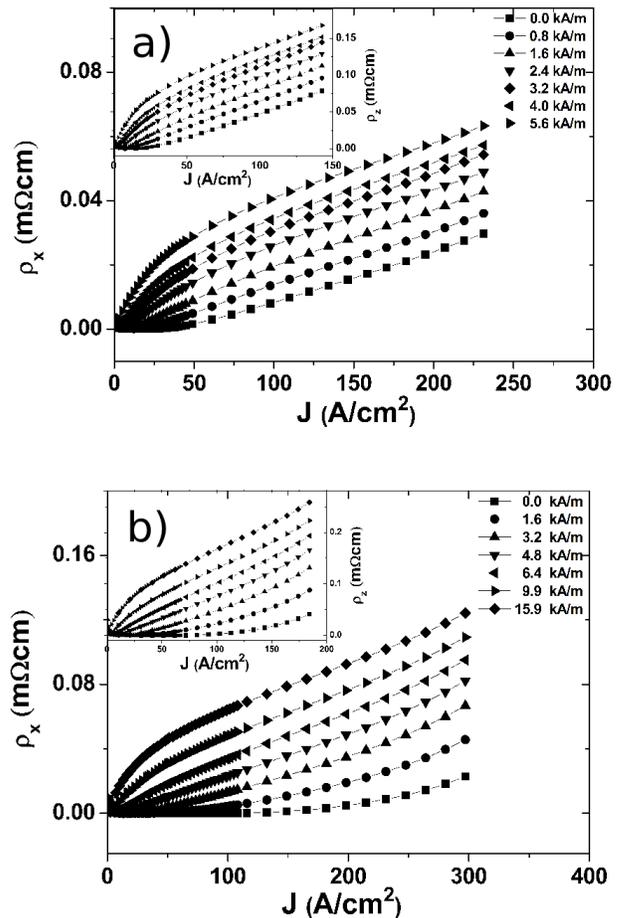


Figura 4. a) Curvas de  $\rho - J$  de la muestra 62 en las direcciones  $x$  y  $z$  (insertada). b) Curvas de  $\rho - J$  de la muestra 82 en las direcciones  $x$  y  $z$  (insertada).

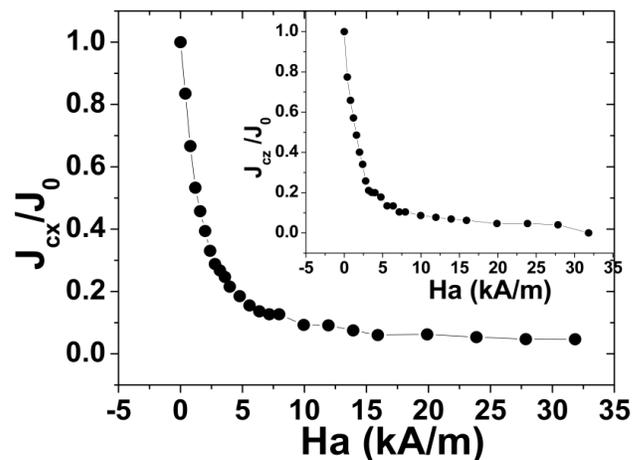


Figura 5. Dependencia de la densidad de corriente crítica contra la intensidad del campo magnético aplicado en las direcciones  $x$  y  $z$  (insertada) de la muestra 62.

Las curvas  $I - V$  medidas a diferentes valores de intensidad del campo magnético aplicado perpendicularmente a la

corriente que se le hizo pasar a las muestras fueron transformadas a curvas de  $\rho - J$  para las direcciones de  $x$  y  $z$  utilizando las ecuaciones 1 y 2 respectivamente (ver Figura 4). Aquí  $J$  representa el valor medio de la densidad de corriente en la muestra.

Como se observa en la Figura 4 a medida que aumenta la intensidad del campo magnético aplicado,  $H_a$ , la forma inicial de la curva cambia. Este cambio de comportamiento, que se manifiesta en un cambio de concavidad de las curvas, podría deberse a que el flujo penetra en los defectos planares de los granos de Bi-2223, que son fronteras de bajo ángulo, en forma de vórtices de AJ. Esto provoca que se active un nuevo mecanismo de disipación, que se superpone al ya existente intergranular, modificando la forma de la curva. Además en el caso específico de la muestra 82 donde la densidad de corriente de excitación alcanza valores cercanos a  $300 \text{ A/cm}^2$  se puede observar que a partir  $200 \text{ A/cm}^2$  hay una clara pérdida de la cuasilinealidad de las curvas con tendencia a incrementar la pendiente lo cual podría estar relacionado con un incipiente paso al estado de disipación por "flux-flow" de las regiones intragranulares libres de defectos.

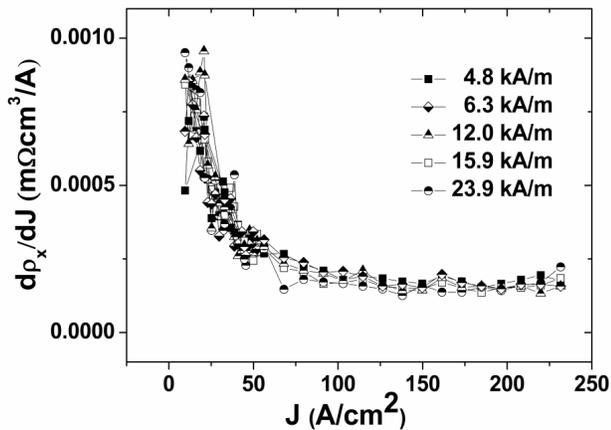


Figura 6. Derivadas de las curvas de  $\rho - J$  de la dirección  $x$  de la muestra 62.

En las curvas vírgenes de la muestra 62 que se presenta como ejemplo, se puede observar que aproximadamente para  $H_a = 2,8 \text{ kA/m}$  hay un cambio en la pendiente de la curva (ver Figura 5) lo que podría estar ligado a un cambio en las características del mecanismo de disipación predominante. Siguiendo las ideas anteriores, el primer campo crítico de los defectos planares,  $H_{c1p}$ , que aparece en la tabla 1, debe representar la intensidad de campo magnético a partir de la cual se comienza a observar la disipación intragranular del material. En este caso la estimación se hizo a partir del cambio de concavidad de las curvas de  $\rho - J$  en la zona de baja densidad de corriente de excitación. Aunque solo se representan algunas mediciones, debe aclararse que las curvas  $\rho - J$  se midieron para diferentes valores de intensidad de campo magnético aplicado con un paso variable entre  $0.4 - 4.0 \text{ kA/m}$  y un valor máximo de  $31.8 \text{ kA/m}$ . El valor de  $H_{c1p}$  se puede obtener también mediante mediciones de flujo atrapado [9] pero este método tiene la limitación, ya mencionada, de que solo funciona para muestras obtenidas a baja presión de compactación si la temperatura de medición

es  $77 \text{ K}$ . Una mejor comparación de la efectividad de estos métodos para la determinación de  $H_{c1p}$  requiere de un estudio simultáneo aplicándolos para diferentes temperaturas en muestras obtenidas a diferentes presiones de compactación.

Si se halla la derivada de las curvas de  $\rho - J$  para valores de  $H_a > H_{c1p}$  como se muestra en la Figura 6 se puede observar que para cierto valor de densidad de corriente de excitación estas tienen un comportamiento muy similar, esto se debe a que la fuerza de Lorentz supera la fuerza de anclaje de los vórtices de AJ y el material entra al estado de "flux-flow" que suponemos sea de los vórtices de AJ.

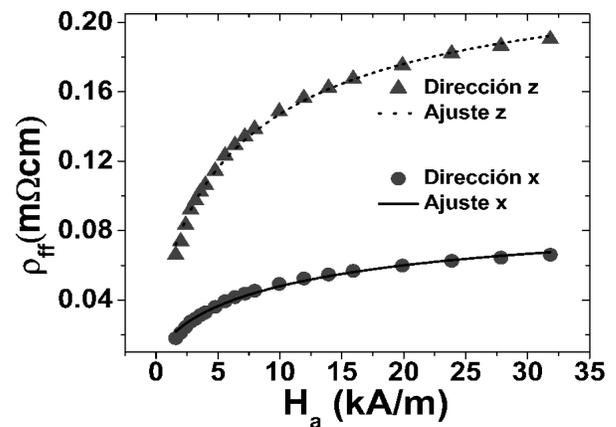


Figura 7. Resistividad del estado de "flux-flow" de los vórtices de AJ en función de la intensidad del campo magnético aplicado y su ajuste al modelo (3) para las dos direcciones de la muestra 62.

En aras de verificar esta hipótesis, se ha tomado el valor de resistividad para el cual el material entra en el supuesto estado de "flux-flow" de AJ y se ha graficado en función de su correspondiente intensidad de campo magnético aplicado como se muestra en la Figura 7. El menor valor de densidad de corriente eléctrica aplicada para el cual se considera que la derivada de las curvas de resistividad es la misma para todos los valores de intensidad de campo magnético aplicado se determina mediante un programa de cómputo asumiendo una diferencia relativa entre ellas sea menor que 0.1. Esto se hace porque valores mayores de la densidad de corriente eléctrica aplicada podrían deformar los vórtices de AJ estudiados. Posteriormente, los datos experimentales se ajustaron al modelo propuesto por A. Gurevich [4], en el cual la resistividad eléctrica debida a la viscosidad del movimiento de los tubos de flujo de AJ en función de la intensidad del campo magnético aplicado satisface la ecuación:

$$\rho = \rho_l + \frac{\rho_n \sqrt{H_a}}{\sqrt{H_0 + H_a}}, \quad H_0 = \frac{\phi_0}{2\pi l^2}. \quad (3)$$

Aquí  $\rho_n$  es la resistividad del estado normal de las uniones de bajo ángulo y  $H_0$  es su segundo campo crítico [4]. Hemos agregado un sumando,  $\rho - J$ , ya que estamos en presencia de un material granular donde además de los defectos planares se encuentra la resistividad propia de las uniones entre los granos. Tal resistividad se obtiene de la curva  $\rho - J$  para intensidad de campo magnético aplicado cero a una densidad de corriente igual a la determinada mediante la Figura 6. Los

valores de  $\rho - J$  para cada muestra aparecen en la tabla 1. Con esta aproximación todos los efectos del campo sobre la resistividad de la muestra,  $\rho$ , se han considerado incluido en el segundo término.

Del ajuste de los datos experimentales con la ecuación 3 se obtienen los valores de  $\rho_n$ ,  $H_0$  y  $l$  que aparecen en la tabla 1. Para todo los casos  $l < \lambda_e = \lambda_0 / (\sqrt{1 - T/T_0}) = 3674 \text{ \AA}$  y  $l > \xi = \xi_0 / \sqrt{1 - T/T_0} = 37 \text{ \AA}$  para una temperatura de 90 K,  $\lambda = 1500 \text{ \AA}$  y  $\xi_0 = 15 \text{ \AA}$  [4]. Aquí,  $\lambda_e$  representa la estimación a 90 K de  $\lambda_{ab}$  para el caso de un monocristal de Bi-2223 pero sin estar dopado con Cu, Pb y Ca como ocurre en nuestro caso.

El modelo ajusta los datos experimentales con un coeficiente de determinación ( $R^2$ ) superior a 0.99 en ambas muestras para las dos direcciones principales. Este coeficiente expresa la calidad del modelo para reproducir los datos experimentales. Como resultado se obtienen valores de la longitud característica,  $l \ll \lambda$  con errores relativos menores que el 10%. Por otro lado, si se incluyen valores de intensidad de campo menores que  $H_{c1p}$  entonces los errores relativos pueden ser superiores al 50% en dependencia de la cantidad de puntos que se incluyan. Esto evidencia que para campos menores que  $H_{c1p}$  el mecanismo de disipación es diferente. La influencia del tamaño de los contactos también fue considerada en las incertidumbres de las mediciones realizadas. Sin embargo, sus efectos sobre las magnitudes estimadas mediante el modelo resultó ser un orden de magnitud menor que la diferencias propias del ajuste de los datos experimentales mediante el modelo propuesto.

Tabla 1.  $\rho_l$ ,  $\rho_{nx}$  y  $H_0$  en las direcciones  $x$  y  $z$  de las muestras.

Muestra	$\rho_{jx}$ (mΩcm)	$\rho_{nx}$ (mΩcm)	$H_{0x}$ (kA/m)
62	0.007	0.078	26.2
82	0.009	0.161	32.0
Muestra	$\rho_{jz}$ (mΩcm)	$\rho_{nz}$ (mΩcm)	$H_{0z}$ (kA/m)
62	0.019	0.202	15.2
82	0.023	0.37	34.5

El primer campo crítico de las uniones puede ser calculado mediante la expresión 3

$$H_{c1p} = \frac{\phi_0 [\ln \frac{1}{\gamma} + \gamma]}{4\pi\mu_0\lambda^2}, \quad (4)$$

donde  $\gamma = 0.423$  [18],  $\mu_0$  es la permitividad del vacío y  $\phi_0$  es el cuanto de flujo.

De la expresión 4 y con los valores de  $H_{c1p}$  estimados de las curvas de  $\rho - J$  que resultaron ser de 1.6 y 3.2 kA/m en ambas direcciones de las muestras 62 y 82, respectivamente, se puede obtener los valores de  $\lambda$  correspondientes a las muestras estudiadas si se usan los valores de  $l$  calculados mediante la ecuación 3 (ver tabla 2). Este valor de la longitud de penetración de London es en general un promedio que varía entre  $\lambda_{ab}$  que corresponde a la longitud de penetración del plano  $ab$  de las cristalitas y  $\sqrt{\lambda_{ab}\lambda_c}$ , que se refiere al los planos  $ac$  y  $bc$  [7]. El mismo depende de la orientación de las cristalitas respecto al campo intergranular. Se observa que los valores obtenidos mediante nuestro método son en general

diferentes a  $\lambda_e$ , las causas de estas diferencias se han expuesto anteriormente.

Un cálculo sencillo permite estimar el ángulo medio de orientación de los defectos planares a partir de la expresión  $\vartheta = \vartheta_0 \ln(l/\xi)$ . En nuestro caso los valores obtenidos de  $\vartheta$  para los diferentes  $l$  son  $\vartheta \approx 11^\circ$  que concuerda con lo reportado en la literatura [19]. Otro aspecto que llama la atención es que la presión de compactación final modifica las propiedades intragranulares de las muestras. Esto se manifiesta en una clara disminución de  $\lambda$ . Por otro lado, la anisotropía a nivel de muestra que se debe fundamentalmente a una distribución no uniforme de los efectos de la presión a lo largo del eje de la muestra cilíndrica, disminuye con el aumento de la presión y se manifiesta en una menor diferencia entre las magnitudes medidas en ambas direcciones. El incremento de la presión de compactación parece producir, además, un incremento del número de defectos intragranulares que se evidencia en un aumento de la resistividad del estado normal de los defectos planares. Finalmente, las propiedades de los defectos planares de las muestras también mejoran con el incremento de la presión de compactación, lo que se evidencia en una disminución de las dimensiones de los vórtices de AJ y un incremento de su segundo campo crítico.

Tabla 2. Valores de  $l$  y  $\lambda$  obtenidos de las ecuaciones 3 y 4 en las direcciones  $x$  y  $z$  de las muestras.

Muestra	$\lambda_x$ (Å)	$\lambda_z$ (Å)	$l_x$ (Å)	$l_z$ (Å)
62	4900	4616	399	523
82	3282	3311	361	348

#### IV. CONCLUSIONES

En este artículo hemos aplicado el modelo de "flux-flow" de vórtices de AJ propuesto por A. Gurevich [4] a muestras policristalinas de Bi-2223 dopadas con Pb, Ca y Cu en dos direcciones principales de las mismas a partir de mediciones de  $I - V$ . El cambio de concavidad de las curvas de  $\rho - J$  para valores bajos de la densidad de corriente de excitación de las muestras parece estar vinculado a la aparición de un mecanismo de disipación por "flux-flow" de AJ permitiendo la estimación del primer campo crítico asociado a este tipo de vórtices.

El incremento de la presión de compactación uniaxial en la elaboración de las muestras antes mencionadas modifica las propiedades intragranulares de las mismas, disminuyendo la longitud de penetración de London promedio de las cristalitas.

Las propiedades de los defectos planares intra-granulares también se modifican con el incremento de la presión, lo cual se expresa en una disminución de  $l$  y un aumento del primero y segundo campos críticos de la superconductividad que involucra los defectos planares,  $H_{c1p}$  y  $H_0$ , respectivamente. Igualmente la resistividad del estado normal de los defectos planares también aumenta con la presión.

Los resultados experimentales también muestran que el incremento de la presión se manifiesta en una disminución de la anisotropía de los parámetros medidos en las dos

direcciones principales que corresponden a la dirección de compactación uniaxial y a otra perpendicular a esta.

La estimación de  $H_{c1p}$  a partir de las curvas de  $\rho - J$  debe ser comparada con los resultados que ofrece el uso de la curva de flujo atrapado a partir de mediciones en muestras compactadas a diferentes presiones y medidas a diferentes temperaturas, con el objetivo de extraer conclusiones sobre las ventajas y desventajas de ambos métodos para estimar  $H_{c1p}$ . Una dificultad que presenta el método propuesto aquí es que si los vórtices de AJ poseen cierta energía de anclaje, podrían aparecer y no ser detectados a través de la correspondiente disipación de "flux flow" en las curvas de  $\rho - J$ , aparentando un  $H_{c1p}$  superior al real. Esto podría estar ocurriendo en el caso de la muestra 82 que presenta un alto valor de  $H_{c1p}$  a 90 K. En ese caso, las mediciones de  $H_{c1p}$  son más efectivas mediante curvas de magnetización vs intensidad de campo magnético en muestras en forma de polvo [9].

#### AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el Proyecto CAPES-MES No. 104/10.

#### REFERENCIAS

[1] D. Larbalestier, A. Gurevich, D. Matthew Feldmann, and A. Polyanskii. *Nature*, 414(368), 2001.  
[2] P. Muné and E. Govea-Alcaide. *Rev. Mex. Fis.*, 46(581), 2000.  
[3] A. Gurevich. *Phys. Rev. B*, 46,3187(R) (1992).

[4] A. Gurevich, M. S Rzczowski, G. Daniels, S. Patnaik, B. M. Hinaus, F. Carillo, F. Tafuri, and D. C. Larbalestier. *Phys. Rev. Lett.*, 88(9), 097001 (2002).  
[5] A. Borroto, L. Del Río, M. Arronte, T.H. Johansen and E. Altshuler. *Appl. Phys. Lett*, 105 (202604), 2014.  
[6] A. Borroto, A. S. García-Gordillo, L. Del Río, M. Arronte and E. Altshuler *Supercond. Sci. Technol*, 28(075008), 2015.  
[7] Terry P. Orlando and Kevin A. Delin. *Foundation of Applied Superconductivity*, volume 44. 1991.  
[8] A. Gurevich and D. Cooley. *Physical Review B*, 50(183), 1994.  
[9] M. Hernández-Wolpez, A. Cruz-García, O. VázquezRobaina, R.F. Jardim, and P. Muné. *Physica C*, 525-526(84-88), 2016.  
[10] E. Altshuler, S. Garcia, and J. Barroso. *Physica C*, 177(61.66), 1991.  
[11] P. Mune, E. Govea-Alcaide, and R.F. Jardim. *Physica C*, 384(491-500), 2003.  
[12] H. C. Montgomery. *J. Appl. Phys.*, 42(2971-2975), 1971.  
[13] J. Orenstein and A. J. Millis. *Science*, 288(468), 2000.  
[14] E. Govea-Alcaide, P. Muné, and R. F. Jardim. *Physica C*, 56(408 - 410), 2004.  
[15] C. A. M. dos Santos, A. de Campos, M. S. da Luz, B. D. White, J. J. Neumeier, B. S. de Lima, and C. Y. Shigue. *J. Appl. Phys.*, 110(083703), 2011.  
[16] J.D.. Wasscher. *Philips Res. Rep.*, 16(301), 1961.  
[17] J. Hänisch, A. Attenberger, B. Holzapfel, and L. Schultz. *Physical Review B*, 65(052507), 2002.  
[18] A. Gurevich. *Physical Review B*, 48(17), 1993.  
[19] M. Mora, Tesis de doctorado, Universidad de Zaragoza, España, 1998.