

#### SCUOLA DOTTORALE DI INGEGNERIA

Sezione di Ingegneria dell'Elettronica Biomedica, dell'Elettromagnetismo e delle Telecomunicazioni

XXII CICLO

#### STUDIO SPERIMENTALE E TEORICO DI SUPERCONDUTTORI CUPRATI D'INTERESSE APPLICATIVO

Raffaella Rogai

Docente Guida: Prof. E. Silva

Coordinatore: Prof. L. Vegni

I neonati e i bambini piccoli pensano, osservano e ragionano. Esaminano ciò che vedono, traggono conclusioni, fanno esperimenti, risolvono problemi e cercano verità. Certo, non lo fanno in modo cosciente, come gli scienziati. E i problemi per cui cercano la soluzione sono quelli di ogni giorno, su come è fatta la gente, gli oggetti e le parole, piuttosto che arcane questioni riguardanti stelle e atomi. Ma anche il bambino più piccolo conosce già molte cose sul mondo e si adopera attivamente per saperne di più.

"The Scientist in the Crib" [1]

dedico questo lavoro a mio marito Francesco e mia figlia Alessandra

### Ringraziamenti

Desidero ringraziare l'Ing. Nicola Pompeo per la supervisione competente e paziente, senza la quale non sarei riuscita a sviluppare e completare il mio lavoro e per l'amicizia e simpatia che mi ha dimostrato.

Voglio anche ringraziare i miei genitori per l'infinita disponibilità, il sostegno morale e perché non li si ringrazia mai abbastanza.

## Indice

In	dice	v	ii
El	enco	delle figure	xi
El	enco	delle tabelle x	v
$\mathbf{Li}$	sta d	lei Simboli xv	ii
In	trodu	uzione x	xi
1	Sup	erconduttività: cenni introduttivi	1
	1.1	Anisotropia nei SATT	8
	1.2	Proprietà macroscopiche dei superconduttori	1
	1.3	Teorie fenomenologiche	15
		1.3.1 La teoria dei London	15
		1.3.2 La teoria fenomenologica di Ginzburg-Landau 1	8
	1.4	Proprietà magnetiche	22
		1.4.1 Il ruolo dei flussoni	22
		1.4.2 Approccio di scaling BGL per i superconduttori anisotropi 2	26
	1.5	Dinamica dei vortici e pinning	28
		1.5.1 Regime di flux flow e viscosità di vortice	28
		1.5.2 Regime di flux creep $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	30
		1.5.3 Diagramma di fase H-T	31
	1.6	Superconductori reali	34
	1.7	Meccanismi di pinning	
		nei superconduttori reali	34
		1.7.1 Regimi di pinning in presenza di difetti correlati 3	39
	1.8	In conclusione	13
<b>2</b>	SAT	TT: dai difetti naturali alle nanostrutture4	.5
	2.1	Nanoparticelle	15
	2.2	Nanorod	60

	2.3	Architetture a multistrati
	2.4	Decorazione del substrato tramite nanodot
	2.5	Nanocompositi
	2.6	In conclusione
3	Ele	ttrodinamica nello stato misto 63
	3.1	La resistività di vortice
		3.1.1 Modello di Gittleman e Rosemblum (GR) 65
		3.1.2 Modello di Coffey-Clem (CC) $\ldots \ldots \ldots$
		3.1.3 Modello di Brandt (B) $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 67$
	3.2	Espressione generalizzata
	3.3	Resistività di flux flow anisotropa
		3.3.1 In conclusione $\ldots \ldots $ 71
4	Tec	nica di misura e apparato sperimentale 73
	4.1	Introduzione
	4.2	Misure a microonde
	4.3	Tecnica di misura
		4.3.1 Risposta del risonatore
	4.4	Risonatore dielettrico
		4.4.1 Misura di $Z_s$ tramite il risonatore dielettrico 80
		4.4.2 Configurazione omogenea
		4.4.3 Dimensioni del risonatore
		4.4.4 Struttura del risonatore
		4.4.5 Accuratezza della misura
		4.4.6 Estrazione della resistività nell'approssimazione di film
	45	Sottile
	4.0	Apparato sperimentale
		4.5.1 Calibrazione della linea
		4.5.2 Sistema di misura a 48 GHZ
	1 C	4.5.3 Acquisizione dei dati
	4.0	In conclusione
<b>5</b>	$\mathbf{Pre}$	sentazione delle misure 95
	5.1	Campioni: caratterizzazione
	5.2	Caratterizzazione a microonde a campo magnetico nullo 97
	5.3	Procedura di analisi dei dati
		5.3.1 Il fattore di creep $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots $ 99
		5.3.2 L'energia minima di attivazione
		5.3.3 Il coefficiente di viscosità di vortice
		5.3.4 La costante di pinning $\ldots \ldots 101$

	5.4	Misure	e in campo magnetico	102
		5.4.1	Riduzione delle perdite per effetto del contenuto di BZO	103
		5.4.2	Campioni PLD: parametri di vortice	107
		5.4.3	Viscosità di vortice $\eta$ al variare della percentuale di BZO	108
		5.4.4	Costante di pinning $k_p$ al variare della percentuale di BZC	)110
		5.4.5	Effetto della direzionalità del pinning ed anisotropia	114
		5.4.6	Scaling 3D della resistività di flux-flow	116
		5.4.7	Resistività di Campbell e pinning correlato	118
		5.4.8	Risposta dei vortici in campioni cresciuti per via chimica	
			$(MOD) \dots \dots$	122
		5.4.9	Campioni MOD: parametri di pinning	123
	5.5	In cone	clusione	125
6	Con	clusior	ni e prospettive future	129
A	Pin	ning di	core	133
В	Rise	onatori	elettromagnetici	135
	B.1	Param	etri del risonatore e impedenza superficiale	135
	B.2	Modi a	associati ai campi in un risonatore dielettrico $\ldots \ldots \ldots$	137
Bi	bliog	grafia		139
$\mathbf{Li}$	sta d	lelle pu	Ibblicazioni	149

# Elenco delle figure

1.1	Schema semplificato della struttura dei nastri coated conductor.	2
1.2	Foto del progetto pilota sui nastri CC di seconda generazione in	
	Albania	3
1.3	Reattori a fusione ITER e reattore dimostrativo (DEMO) che	
	immetterà potenza nella rete.	4
1.4	Metodi per la realizzazione dei nastri	5
1.5	Grafico che mostra come sia sceso il costo dei nastri con il	
	miglioramento delle proprietà di pinning	7
1.6	Sviluppo della superconduttività	9
1.7	Cella elementare del superconduttore YBCO	10
1.8	Miglioramento delle proprietà superconduttive	11
1.9	Stato superconductivo.	12
1.10	Schema della magnetizzazione per i superconduttori di tipo I e II.	13
1.11	Diagramma di fase H-T per i superconduttori di tipo I e II	14
1.12	Diagramma di un vortice che illustra la profondità di penetra-	
	zione $\lambda$ e la lunghezza di coerenza $\xi$	23
1.13	Decorazione magnetica di un superconduttore nello stato misto.	24
1.14	Forza di Lorentz agente sui flussoni del reticolo.	25
1.15	Illustrazione schematica dell'approccio di scaling BGL	26
1.16	Sistema di riferimento.	27
1.17	Sezione del vortice in moto.	29
1.18	Configurazione con la forza di Lorentz massima	30
1.19	Effetto della forza di Lorentz sul potenziale di pinning	31
1.20	Diagramma di fase con la rappresentazione pittorica delle fasi	
	di vortici.	32
1.21	Diagramma di fase con la rappresentazione della linea d'irrever-	
	sibilità	33
1.22	Valori di densità $J_c(0,T)$ , a campo nullo, e valori limite	34
1.23	Moto dei vortici nelle buche di potenziale di pinning	35
1.24	Dimensioni delle linee di vortice eccitate al di fuori dei difetti	
	colonnari (loop) a seconda della densità di corrente	40

1.25	Diagramma di fase e di pinning per i superconduttori con alta concentrazione di difetti colonnari.	41
1.26	Variazione dell'angolo tra il campo magnetico e le colonne di- rette lungo l'asse-c	42
1.27	Aumento del pinning di vortice nel diagramma di fase $T, \theta, H$	42
2.1	Densità di corrente critica a 75.5 K rispetto al campo magnetico applicato all'asse c per un YBCO puro e film di YBCO/BZO depositati su differenti substrati.	46
22	Immagini AFM dell'VBCO-BZO su STO	47
$\frac{2.2}{2.3}$	Sezioni trasversali al TEM dell'VBCO-BZO su STO	17
2.0	Migure di registenza in temperatura ed immegini al TEM di	71
2.4	campioni con aggiunta di BTO	18
05	L in funcione del compo mognetico applicate lungo l'agga a poi	40
2.0	$J_c$ in funzione del campo magnetico applicato fungo l'asse-c'her campioni con RTO pari a 1.5 e 5 mol% rispetto all'YBCO puro.	49
2.6	Spettro di diffrazione a raggi X sui film YBCO/BZO	51
2.7	Dipendenza dal campo magnetico della densità di corrente critica misurata sull'YBCO e sui film di BZO-YBCO a 77 K e	50
2.8	$\theta = 0.$ Dipendenza dal campo magnetico della densità di corrente mi- surata a $\theta = 0$ per il film 5 mol.% BZO-YBCO a diverse tem- perature da 10 K a 85 K	52
2.0	Architettura schematica dei campioni $A(a) \circ B(b)$	54
2.5 2.10	Sozioni al TEM doi campioni $A \circ B$	55
2.10	Dipendenze in compo magnetice di L el veriere dell'engele	00
2.11	d'inclinazione rispetto all'asse-c, per i due campioni A e B	56
2.12	Immagini al TEM con le relative sezioni dei campioni: (a) YBCO/BZO e (b) YBCO/BSO	57
2.13	$J_c$ rispetto a B per i film YBCO/BZO, YBCO/BSO e puro	57
2.14	Immagini AFM che dimostrano la crescita di colonne di YBCO sui substrati decorati	58
2 15	Dipondonza dal campo della donsità di corrente critica di cam	00
2.10	pioni cresciuti su substrati decorati di $\Delta \sigma$	50
9 16	Immogini al TEM che mostrano la sozione di un campione di	00
2.10	Ag/BZO/YBCO con le catene di YBCO	60
2.17	Immagine in sezione al TEM del film nanocomposito in cui si	
	distinguono chiaramente i nanodot di BZO	61
2.18	Dipendenza della forza di pinning e $J_c$ per un nanocomposito	
	con BZO a 10%mol.	62

#### ELENCO DELLE FIGURE

3.1	Rappresentazione schematica delle correnti che agisono sul flus- sone	65
3.2	Rappresentazione schematica del potenziale e dei parametri di pinning in relazione ai differenti fenomeni.	67
3.3	Sistema di riferimento con la definizione degli angoli	70
4.1	Risonatore dielettrico schermato in coordinate cilindriche	76
4.2	Schema a blocchi delrisonatore ad una porta	77
4.3	Risonatore dielettrico.	79
4.4	Parametri di progetto del risonatore.	83
4.5	Struttura del risonatore dielettrico.	84
4.6	Vista in sezione del risonatore dielettrico	85
4.7	Foto del risonatore dielettrico	85
4.8	Curva di risonanza del risonatore dielettrico a temperatura am-	
	biente	86
4.9	Dipendenza dalla temperatura dei parametri del risonatore die-	
	lettrico in configurazione omogenea	86
4.10	Risonatore dielettrico in configurazione omogenea: $\Delta \nu_0 / \nu_0$ e	
	$\Delta X_{bm}/G_{base}$	87
4.11	Struttura stratificata che risulta su un SATT in una misura a	
	microonde	89
4.12	Sistema a 48 GHz: criostato ed elettromagnete	91
4.13	Schema a blocchi dell'apparato sperimentale a 48GHz	93
4.14	Sistema a 48 GHz: schema di acquisizione dati	94
5.1	Dipendenza in temperatura del fattore di merito $1/Q$ del riso-	
	natore con diversi film montati.	98
5.2	La resistività di vortice $\rho_{vm}$ , i parametri r, $\eta_{GR}$ , $k_{p,GR}$ per l'YB-	0.0
<b>F</b> 0	CO/BZO a $T=70.9K$	99
5.3	a 70.9K.	100
5.4	vvv	102
5.5	Parti reale ed immaginaria della resistività a microonde per T = $63$ , $77$ and $83$ K	103
56	Variazioni della dipendenza in campo dell'impedenza superficia-	100
5.0	le nell'YBCO/BZO e nel $puro_{0,P}$	104
5.7	Parametro di pinning $r$ in funzione del campo applicato a diverse	
	$temperature. \ldots \ldots$	105
5.8	Valori minimi permessi dell'altezza dell'barriera di potenziale del potenziale di vortice	106

5.9	Parametri viscosità di vortice $\eta$ e constante di pinning (parame-	
	tro di Labusch) $k_p$	. 107
5.10	La viscosità di vortice $\eta$ ottenuta dai dati sui campioni a diverso contenuto di BZO.	. 108
5.11	La viscosità di vortice $\eta$ ottenuta dai dati sul campione $puro_{0,P}$	
	a diverse temperature	. 109
5.12	La viscosità di vortice $\eta$ ottenuta dai dati sui campioni $BZO_{5,P}$	
	$e BZO_{7,P}$	. 109
5.13	Intervallo di valori ammessi e limiti GR per $k_p(H)$	. 110
5.14	Dipendenza della costante di pinning $k_p$ in funzione del campo	
	applicato	. 111
5.15	Dipendenza dal campo di $k_p$ nell'YBCO puro	. 112
5.16	Dipendenza dal campo di $k_p$ nel $BZO_{5,P}$ e $BZO_{7,P}$ in tutto	
	l'intervallo di temperature studiate	. 113
5.17	Curve scalate di $k_p$ per l' $BZO_{5,P}$ e $BZO_{7,P}$	. 114
5.18	Dipendenza della $g(T)$ dalla temperatura e di $k_{p00}(\delta)$ dal con-	
	tenuto di BZO per tutti i campioni	. 115
5.19	Variazioni indotte dal camp sulla parte reale (a) ed immaginaria	
	(b) della resitività a $T = 81$ K e diversi angoli	. 116
5.20	$ \rho_{ff}(H) $ a vari angoli e funzione sperimentale di scaling	. 117
5.21	Scaling di $\rho_{ff}$ ottenuto dalle rampe e rotazioni angolari	. 118
5.22	$k_p$ rispetto ad $H$ agli stessi angoli	. 119
5.23	$k_p$ e $J_c$ in angolo.	. 120
5.24	$\rho_C(H) \in p$ in angolo.	. 121
5.25	Dipendenza dal campo della resistenza e reattanza superficiale	
	dei film $puro_{0,M} \in BZO_{10,M}$ .	. 123
5.26	Dipendenza dal campo della resistenza e reattanza superficiale	
	dei film $puro_{0,P} \in BZO_{7,P}$	. 124
5.27	Confronto tra gli andamenti in campo dell'impedenza superfi-	
	ciale nei due campioni puri e nel $BZO_{10,M}$ e $BZO_{7,P}$ a 77K.	. 125
5.28	Dipendenza dalla temperatura e dalla concentrazione di BZO di	
	r	. 126
5.29	Dipendenza della costante di pinning $k_p$ e della viscosità di vor-	
	tice $\eta$ in funzione del campo ~ 63K e 77K nei campioni puro <sub>0 P</sub> ,	
	$BZO_{7P} \in BZO_{10M}$ .	. 127
5.30	Dipendenza della costante di pinning $k_n$ e della viscosità di vor-	
	tice $\eta$ in funzione del campo nel campione $BZO_{10 M}$ in tutto	
	l'intervallo di temperature	. 127
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
B.1	Risonatore dielettrico schermato in coordinate cilindriche	. 137

## Elenco delle tabelle

2.1	Parametri sperimentali legati alla caratterizzazione dei campioni	
	con diverso contenuto di BZO	51
5.1	Definizione dei campioni studiati.	96

Lista dei Simboli

- $B_{irr}$  campo di irreversibilità
- *e* carica dell'elettrone
- em elettromagnetico
- $\eta$  viscosità di vortice
- $\Phi_0$  quanto di flusso del campo magnetico
- G fattore geometrico
- $H_{c1}$  campo critico inferiore
- $H_{c2}$  campo critico superiore
- 3 parte immaginaria
- J densità di corrente
- $J_0$  densità di corrente di depairing
- $k_p$  coefficiente di pinning (o parametro di Labusch)
- $\kappa$  parametro di Ginzburg-Landau
- $\lambda$  profondità di penetrazione
- m massa dell'elettrone
- $\mu$  permeabilità magnetica
- $\nu_0$  frequenza di risonanza
- $\nu_s$  frequenza caratteristica di flux creep
- $\nu_p$  frequenza di (de)pinning
- $\psi$  parametro d'ordine superconduttivo
- $Q_L$  fattore di merito loaded
- $Q_U$  fattore di merito unloaded
- $\tilde{\rho}$  resistività complessa
- $\rho_C$  resistività di Campbell
- $\rho_{ff}$  resistività di flux flow
- R resistenza superficiale
- $\Re$  parte reale
- $T_c$  temperatura critica
- $t_s$  spessore del film superconductivo
- U potenziale di pinning
- $\xi$  lunghezza di coerenza
- X reattanza superficiale
- $x_n$  frazione di fluido normale
- $x_s$  frazione di condenzato
- $Z_s$  impedenza superficiale

### Introduzione

L'attività di ricerca svolta durante questo Dottorato ha riguardato lo studio sperimentale e teorico di film superconduttori d'interesse applicativo. Tale attività è stata svolta nell'ambito di un contratto di ricerca attivo tra l'Università Roma Tre e l'ENEA di Frascati e ha favorito l'inserimento nelle attività EURATOM.

Nei prossimi anni ci si attende un'ampia diffusione di tecnologie basate su superconduttori cuprati ad alta temperatura critica (SATT): basti menzionare il coinvolgimento dei nastri, detti coated conductors (CC), a base di  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  (YBCO) nei programmi europei per realizzare gli avvolgimenti dei magneti della macchina da fusione DEMO. Nell'ambito di questo progetto si dovranno sviluppare le competenze di base nel campo per poter fornire competitività nel prevedibile momento del trasferimento tecnologico. Il risultati del progetto forniranno lo spunto iniziale per l'acquisizione e lo sviluppo, in centri accademici e di ricerca italiani, di conoscenze di punta, in grado di sostenere poi la competizione internazionale per lo sviluppo di tecnologie collegate. L'obiettivo di questa tesi è quello d'illustrare i fattori che determinano la dissipazione in campo magnetico nei superconduttori cuprati fornendo spunti di miglioramento alle tecniche di crescita dei materiali che conducono a minimizzare la dissipazione stessa; tali fattori sono direttamente connessi al moto delle linee di flusso del campo magnetico quantizzato (dette *flussoni o vortici*). E quindi necessario ancorare le linee di flusso per impedirne il moto. La natura dell'ancoraggio (o *pinning*) può essere sottoposta a valutazione in diversi regimi. Nell'ambito di questa tesi, i superconduttori sono stati studiati ad alte frequenze, nell'intervallo delle microonde, regime in cui l'ampiezza delle oscillazioni di vortice diviene così piccola che il sistema può essere trattato nel limite locale d'interazione tra i singoli vortici con i centri di pinning. In questo regime, le oscillazioni a corto raggio dei flussoni sondano la parte bassa delle buche del potenziale di pinning, ovvero la ripidità invece che la profondità, studiata principalmente con sonde in continua. L'indagine a microonde fornisce quindi indicazioni complementari rispetto alle analisi convenzionali in continua.

In particolare, questa tesi si è focalizzata sulla misura e studio della risposta elettrodinamica a microonde di film sottili superconduttori di YBCO con nanoinclusioni di BaZrO<sub>3</sub> (BZO) a diverse percentuali: 0%(campione puro), 2.5%, 5%, 7% in film depositati per ablazione laser (PLD), 0% e 10% cresciuti invece con deposizione metallo-organica da trifluoroacetato (TAF-MOD) con brevi tempi del processo di pirolisi.

Recenti risultati hanno dimostrato come l'immissione di nanoinclusioni di BZO nei film superconduttori, con semplici tecniche applicabili alla realizzazione di questi materiali su larga scala, porti ad un sensibile aumento del pinning; infatti, le particelle di BZO si autoassemblano come difetti lineari estesi (*nanorod*) lungo l'asse-c e agiscono come centri di *pinning correlato* lungo questa direzione.

Per effettuare le misure di impedenza superficiale è stato utilizzato un apparato sperimentale che utilizza un risonatore caricato a dielettrico (zaffiro) operante sul modo TE<sub>011</sub> alla frequenza di 47.7GHz, parzialmente costituito dal campione superconduttore. Il film superconduttore occupa infatti una base del risonatore, per cui la risposta è determinata dalla distribuzione delle correnti a microonde che hanno percorsi circolari nel piano (a,b).

Le misure di resistività complessa riguardano la risposta dei film, a diverso contenuto di inclusioni di BZO, in campi magnetici moderati ( $\mu_0 H = 0.8T$ ), in funzione della temperatura e dell'angolo del campo statico rispetto all'asse-c al fine di determinare l'intensità e la direzionalità del pinning dovuto a nano-rod di BZO.

I risultati sperimentali sono stati interpretati secondo un modello generalizzato che permette di determinare i parametri di vortice, quali il coefficiente di forza viscosa  $\eta$  e la costante di pinning  $k_p$ . I risultati sui film di YBCO/BZO non hanno mostrato consistenza con i modelli convenzionali previsti in letteratura ed hanno costituito pertanto un aspetto nuovo nell'analisi dei dati.

I risultati delle misure lungo l'asse-c (nella direzione delle colonne di BZO) sono coerenti con quanto trovato dallo studio in angolo della resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  (ovvero lo scorrimento libero) e della resistività di Campbell  $\rho_C$  (ovvero richiamo elastico): le colonne di BZO risultano efficaci centri di pinning anche quando il campo magnetico è applicato ad un angolo diverso da zero rispetto alla direzione dei nanorod. I risultati, dimostrano che la resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  è una proprietà intrinseca dettata solo dall'anisotropia di massa dell'YB-CO, mentre la resistività di Campbell  $\rho_C$  risente della natura direzionale del pinning dovuto ai nanorod di BZO in un esteso intervallo angolare.

La tesi è strutturata come segue; nel primo capitolo si presentano le possibili applicazioni tecnologiche dei superconduttori cuprati e le limitazioni legate alla loro complessità strutturale ed all'anisotropia, lo sviluppo di tecniche di deposizione riproducibili su larga scala, l'ingegnerizzazione delle proprietà critiche per il trasporto di corrente. Nello stesso capitolo vengono anche introdotti i principali aspetti fenomenologici dello stato superconduttivo. In particolare, si dimostra che la dissipazione nei superconduttori è dovuta al moto delle linee di flusso spinte dalla forza di Lorentz che possono essere ancorate tramite centri di pinning intrinseci ed estrinseci (BZO).

Il secondo capitolo contiene una breve rassegna sulle tecniche di manipolazione, tramite la nanoingegneria, per l'introduzione di *centri di pinning artificiali* (APC) nei film superconduttori al fine di alzare i valori della corrente critica  $J_c$  e della linea di irreversibilità  $B_{irr}$  (oltrepassando i quali il superconduttore presenta dissipazione apprezzabile).

Il terzo capitolo è dedicato alla descrizione del comportamento in campo magnetico (nel cosiddetto stato misto). Vengono descritte le caratteristiche principali della dinamica flussonica nel reticolo di Abrikosov e il modello teorico generalizzato per la risposta elettrodinamica in campo magnetico.

Il quarto capitolo è dedicato alla descrizione dell'apparato sperimentale e alla tecnica di misura della resistività a microonde in funzione della temperatura, dell'intensità e direzionalità del campo magnetico applicato. Si espongono le relazioni fra le grandezze proprie del risonatore (grandezze misurate) e la resistività complessa (grandezza derivata).

Infine, nel quinto capitolo sono presentati i risultati interpretati sulla base del modello generalizzato trattato al capitolo terzo. L'accordo della teoria con i dati è quantitativo, ed è stato possibile distinguere i diversi regimi di pinning (individuale e collettivo), le grandezze che risentono dell'anisotropia di massa (intrinseche ed estrinseche), valutare la rididità delle buche di potenziale di pinning, distinguere l'effiacia dei centri di pinning (nanorod o nanoparticelle) inclusi con le diverse tecniche di deposizione.

Questo lavoro, come riportato nelle conclusioni, ha contribuito alla comprensione della fisica delle interazioni flussoni-difetti, fornendo inoltre importanti ritorni ai gruppi responsabili della crescita dei materiali.

### Capitolo 1

## Superconduttività: cenni introduttivi

La superconduttività, oltre a rappresentare uno dei settori delle scienze fisiche più complesso e affascinante, manifesta caratteristiche molto interessanti dal punto di vista applicativo. Uno dei campi in cui lo stato superconduttivo a dissipazione nulla mostra maggiormente i suoi benefici, associato al passaggio di corrente continua, è il settore delle applicazioni di potenza. Infatti i superconduttori ricoprono, oramai, un ruolo determinante in vari settori come quello medico (magneti per MRI e NMR) o negli esperimenti della Fisica delle Alte Energie (per la realizzazione dell'acceleratore a magneti superconduttori LHC presso il Cern di Ginevra) [2]-[6].

Attualmente le tecnologie per produzione di magneti superconduttori si basano sulle leghe del Nb, in particolare Nb-Ti e Nb<sub>3</sub>Sn. Si tratta di tecnologie consolidate sia per quanto riguarda il processo di produzione dei materiali sia per il processo di fabbricazione dei cavi e dei magneti. Tuttavia, tali magneti devono operare necessariamente alle temperature prossime a quella dell'elio liquido (4.2 K) e ciò comporta enormi difficoltà per il raffreddamento e per l'isolamento termico dei materiali. Inoltre, le intensità dei campi raggiungibili con questi materiali sono limitate a circa 10 T nel caso del Nb-Ti e salgono a circa 20 T se viene impiegato il Nb<sub>3</sub>Sn.

La scoperta dei superconduttori ad alta temperatura di transizione (SATT) avvenuta nel 1986 ha aperto nuovi scenari da questo punto di vista. Questi materiali superconduttori presentano temperature critiche maggiori della temperatura dell'azoto liquido (77 K) e ciò comporta un notevole risparmio in termini di complessità realizzativa legata alla criogenia (a queste temperature si può anche eliminare l'uso dei liquidi criogenici ed operare con refrigeratori). A causa delle basse capacità di trasporto di corrente i cavi e campioni, cosidetti di prima generazione, realizzati con materiali superconduttori ad alta

temperatura, in campi magnetici moderati, non hanno avuto un forte impatto sulle applicazioni industriali.



Figura 1.1: Schema semplificato della struttura dei nastri coated conductor ed alcune realizzazioni.

Notevole impegno è stato allora concentrato sullo sviluppo di una seconda generazione (2G) di nastri con densità di corrente più alte (per il fatto che sono realizzati come film sottili), che operano ad alte temperature e campi magnetici, con proprietà meccaniche superiori [12]-[15]. Questa seconda generazione di materiali è rappresentata dai coated conductor (CC). La tecnologia dei coated conductor si è sviluppata negli ultimi anni rispetto alla prima dimostrazione nel 1991 [18]. Dieci anni fa (2002) è stata messa in funzionamento la prima struttura pilota per la produzione con un processo continuo di nastri di superconduttori 2G ad alta temperatura. Nel 2007 la compagnia SuperPower Inc. in collaborazione con la Sumitomo Electric Industry (SEI) (giapponese) completarono i test su un cavo 2G per l'applicazione di potenza in un sito sperimentale in Albania [20]. Il cavo lungo 350 m includeva una sezione di 30 m fabbricata usando un nastro superconduttore 2G della SuperPower. In Fig.1.1 viene mostrata una schematizzazione del nastro superconduttore 2G. La fabbricazione dei coated conductor ha un approccio completamente nuovo:

• il film superconduttore viene prodotto come film sottile con tecniche di deposizione in vuoto su un substrato flessibile, costituito da una lega di nichel, in un processo continuo;

- solo l'1% del nastro è rappresentato dal superconduttore,  $\sim 97\%$  da leghe di Ni e Cu poco costose;
- la qualità di ogni strato, prodotto con un processo automatico continuo, può essere controllata in tempo reale, sull'intera lunghezza del nastro (di diversi chilometri).

Il nastro in sezione riportato in Fig.1.2 mostra tre strati superconduttori per ciascuna delle tre fasi; l'isolante dielettrico è riempito di azoto liquido. Le tre fasi sono contenute in un diametro pari a 135 mm, in un criostato isolato.



Figura 1.2: Foto del progetto pilota sui nastri CC di seconda genrazione in Albania.

Nei prossimi anni ci si attende un'ampia diffusione di tecnologie basate sul coinvolgimento dei nastri *coated conductor*, realizzati con il superconduttore di YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub> (YBCO): nei cavi di potenza elettrica, nei limitatori di corrente (FCL), nei motori, generatori, nei sistemi per l'accumulo d'energia (SMES) [7]-[11], e in particolare, nel progetto internazionale per la realizzazione di avvolgimenti superconduttori nel reattore commerciali a fusione ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor). Per quanto riguarda la realizzazione di ITER a Cadarache (Francia), l'accordo prevede la collaborazione di sette partner: UE, Cina, Corea del Sud, India, Giappone, Federazione Russa, USA. L'obiettivo programmatico di ITER è di dimostrare la fattibilità scientifica e tecnologica della fusione nucleare per scopi pacifici. Sulla base delle informazioni derivate dal programma complessivo verrà progettato e costruito successivamente un reattore dimostrativo (DEMO) che immetterà potenza nella rete; l'accordo per la costruzione e sperimentazione di ITER si estende su un arco temporale di 35 anni. La sperimentazione di ITER inizierà nel 2017 e verrà completata nel 2036. L'inizio delle operazioni di DEMO è previsto per il 2036 [16, 17]. L'ENEA partecipa alla progettazione di ITER



Figura 1.3: Reattori a fusione ITER e reattore dimostrativo (DEMO) che immetterà potenza nella rete.

attraverso lEFDA (European Fusion Development Agreement), dando sostanziali contributi nei campi della superconduttività dei materiali, dei componenti interfacciati al plasma, della neutronica, della sicurezza e della fisica.

I composti SATT con maggiori prospettive dal punto di vista tecnologico sono materiali ceramici con stechiometrie e celle unitarie molto complesse e con caratteristiche che male si adattano alla realizzazione di conduttori lunghi, flessibili e resistenti. Questi materiali soffrono fortemente di effetti di granularità, che si manifestano con una drastica riduzione delle correnti critiche intergrano all'aumentare del disordine cristallino tra grani adiacenti. Per godere delle proprietà superconduttive di questi materiali, ovvero raggiungere i valori di correnti di trasporto ottimali, è pertanto necessario controllare la distribuzione delle orientazioni degli assi cristallini dei grani, vale a dire fornire una tessitura al materiale. Le tecniche di deposizione di film sottili mediante i meccanismi di crescita epitassiali sono dei potenti metodi di controllo della tessitura dei materiali e costituiscono l'elemento chiave della nuova tecnologia dei nastri superconduttori. L'YBCO tra i SATT mostra proprietà intrinseche di gran lunga superiori ed è l'unico che fa sperare nelle applicazioni della superconduttività all'azoto liquido; infatti, anche un altro SATT come il Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>(8+x)</sub> (BSCCO) risulta altrettanto efficace ma solo per temperature tra 20 e 40K a causa delle proprietà fortemente anisotrope che lo caratterizzano. I nastri CC sono ottenuti crescendo film epitassiali di YBCO (spessore circa 1  $\mu m$ ) su lamine metalliche flessibili rivestite da una struttura intermedia (buffer layer) che svolge la funzione di mitigare le differenze fisiche e chimiche tra il superconduttore e la lamina.

Esistono due diversi metodi per la realizzazione dei nastri: uno impiega lamine metalliche già dotate di tessitura cubica (RABiTS), nell'altro (IBAD) la lamina metallica non ha orientazione preferenziale e la tessitura viene introdotta durante la crescita del buffer layer mediante l'assistenza di un fascio ionico. Questa tecnologia ha ottenuto negli ultimi anni un impressionante mi-



Figura 1.4: Metodi per la realizzazione dei nastri.

glioramento del processo di produzione tanto da rendere i nastri di YBCO disponibili a livello industriale [19, 21]. Un nastro di questo tipo trasporta attualmente una corrente di circa 100 Å a 77 K (su lunghezze di centinaia di m). Le prestazioni in campo magnetico sono nettamente superiori agli altri SATT, offrendo la possibilità di uso di questi nastri a 65 K (raggiungibili con  $LN_2$  sottoraffreddato).

Una delle chiavi dell'impressionante sviluppo dei nastri CC risiede nella definizione di appropriate *tecniche di crescita del film* di YBCO che permettono un trasferimento su scala industriale del processo di fabbricazione più semplice e controllabile. Nonostante ciò, i nastri presentano ancora ampi margini di sviluppo in diversi aspetti sia di carattere fondamentale, sia legati allo sviluppo di un'appropriata tecnologia del nastro e delle sue applicazioni. La tecnica di deposizione con precursori metallo-organici (Metal Organic Decomposition-MOD) presenta dei vantaggi che la rendono molto attraente per possibili sviluppi nel processo di produzione dei coated conductor, essendo un metodo di deposizione che non necessita di sistemi da vuoto, presenta velocità di crescita dei film elevate e si presta a processi su grandi superfici. Inoltre, grazie alla sua versatilità, flessibilità, semplicità nel controllo delle stechiometrie può essere impiegata per una larga classe di materiali.

Uno degli aspetti principali che limitano le attuali prestazioni dei nastri di YBCO è rappresentato dai bassi valori di densità di corrente ingegneristica, parametro che esprime il rapporto tra la *corrente critica*  $J_c$  e lo spessore totale del nastro. Tali densità di corrente sono intrinsecamente legate alla struttura dei nastri CC nei quali il volume occupato dello strato superconduttore rappresenta solo circa l'1% del volume totale (per i cavi a base di leghe del Nb e per i cavi di prima generazione si va dal 30% al 40% di volume del superconduttore sul volume totale), che è occupato in gran parte dal substrato metallico e dagli strati di argento e rame necessari per la stabilità termica ed elettrica dei conduttori. Lo spessore attuale del film di YBCO nei nastri è limitato a valori minori del micrometro e spessori maggiori sono raggiungibili solo con deposizioni multiple che non solo sono dispendiose e poco efficienti in termini di velocità di produzione, ma anche poco efficaci perché degradano gli strati sottostanti. Dalla scoperta dei primi SATT, sono stati pertanto compiuti sforzi notevoli nella ricerca e realizzazione di dispositivi con film sottili superconduttori di YBCO nel tentativo di migliorarne le prestazioni in termini di densità di corrente. Ciò sembra possibile visto che, al contrario dei materiali a bassa temperatura critica, le attuali prestazioni dell'YBCO sono ancora lontane dal limite fissato dalla teoria [22].

Recentemente infatti, alcuni metodi di introduzione controllata di *difetti artificiali* si sono dimostrati efficaci nell'aumentare le prestazioni dell'YBCO in campo magnetico [24]. Fino a qualche anno fa, si riteneva che solo difetti colonnari estesi, introdotti tramite irradiazione di ioni pesanti, potessero migliorare sensibilmente le proprietà di trasporto di corrente dei superconduttori in campo magnetico; gli ioni pesanti e veloci producono solchi lineari di materiale danneggiato; il microscopio elettronico ad alta risoluzione difatto conferma la formazione di tracce lineari di materiale difettato allineate con la direzione del fascio [23]. Tuttavia, l'irradiazione ionica non rappresenta un metodo pratico per introdurre difetti e pertanto la ricerca si è focalizzata su altre tecniche applicabili alla realizzazione di materiali superconduttori su larga scala. Un notevole miglioramento nel pinning c'è stato con l'inclusione di atomi di Zr recentemente introdotta nei processi di deposizione dei cavi superconduttori. Attraverso questi significativi avanzamenti tecnologici, il costo dei coated conductor è diminuito rapidamente (come mostrato in Fig.1.5), favorendone l'impiego in differenti applicazioni.



Figura 1.5: Grafico che mostra come sia sceso il costo dei nastri con il miglioramento delle proprietà di pinning.

Nell'ambito di questa tesi si è studiata la risposta sperimentale e teorica ad un campo elettromagnetico di film di YBCO con diversa percentuale di nanoinclusioni di  $BaZrO_3$  (BZO), che si ritiene si autoassemblino per produrre difetti lineari colonnari lungo l'asse c [24, 25, 26], migliorando le proprietà dell'YBCO in campo. Inoltre, anche la qualità della matrice stessa dell'YBCO migliora notevolmente, in quanto la formazione di difetti colonnari di BZO paralleli all'asse c rilascia le tensioni generate dalle dislocazioni ai bordi grano [27, 28, 29, 30]. L'efficacia del BZO è stata largamente studiata con sonde dc, mentre in questa tesi si è condotta un'analisi complementare alle microonde che permette di testare un'ampia area del film con un campo elettromagnetico che penetra completamente nel film, di spessore dell'ordine di ~ 100-200 nm, sondandone l'intero volume; uno studio del genere è stato il primo condotto su campioni di YBCO/BZO ed ha dato finora origine a diverse pubblicazioni su rivista internazionale.

#### 1.1 Anisotropia nei SATT

I superconduttori ad alta temperatura di transizione (SATT) sono materiali ceramici a base di rame ed ossigeno (detti per questo *cuprati*) appartenenti alla famiglia delle perovskiti, i quali presentano temperature di transizione superiori alla temperatura di liquefazione dell'azoto (77K). Per molti anni la temperatura critica della lega superconduttrice  $Nb_3Ge$  (23.2K) sembrò essere il limite intrinseco al fenomeno della superconduttività quando nel 1986 un breve articolo di J.G.Bednorz e K.A.Müller, Possible High  $T_C$  Superconductivity *in Ba-La-Cu-O System*, rese nota la scoperta del primo rappresentante di una famiglia di composti superconduttori ceramici ad alta temperatura di transizione. Agli inizi del 1987 si riuscì a fabbricare composti di lantanio con una temperatura di transizione pari a circa 40K alla pressione atmosferica ed a 52K se sottoposti ad una pressione più alta. Nello stesso anno, Wu dell'università di Houston sostituì nel composto sintetizzato da Bednorz e M $\ddot{u}$ ller il lantanio con un'altra terra rara dall'atomo più piccolo, l'ittrio, e ottenne un superconduttore con una temperatura di transizione di circa 90K, l'YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub> (YBCO). Da allora questa famiglia di superconduttori è stata oggetto d'intenso studio, sia per l'interesse scientifico verso la fenomenologia in parte nuova rispetto a quella dei superconduttori tradizionali, sia per quello tecnologico, visto che richiedono come refrigerante l'azoto liquido in sostituzione dell'elio liquido (molto più costoso e di difficile stoccaggio e manipolazione). Tra gli altri, si possono menzionare le famiglie del BSCCO (Bi-Sr-Ca-Cu-O) e TBCCO (Tl-Ba-Ca-Cu-O), che raggiungono temperature critiche alla pressione atmosferica fino a 130K.

Dal punto di vista cristallografico, questi materiali presentano una struttura stratificata del reticolo cristallino che conferisce loro proprietà fisiche fortemente anisotrope. I reticoli cristallini dei cuprati contengono piani di rame e di ossigeno (piani  $CuO_2$ ) intercalati a strati di altri elementi. Il numero di questi strati cambia a seconda del composto, pertanto gli ossidi superconduttori sono identificati in base alla successione di questi all'interno della cella elementare. Il composto YBCO è caratterizzato da una struttura 1212 (si veda la Fig.1.7): in ciascuna cella sono presenti un piano separatore di atomi di ittrio (che agisce come riserva di portatori di carica), due strati conduttivi (formati da piani  $CuO_2$  e paralleli ai piani (ab)), un piano isolante (catene di CuO-CuO) e due strati distanziatori (BaO). Gli atomi di rame situati fra un piano di atomi di bario ed uno di atomi di ittrio sono coordinati con l'ossigeno in strutture piramidali. Le basi di queste piramidi di rame ed ossigeno si fronteggiano reciprocamente ai due lati di un piano di atomi di ittrio e costituiscono piani  $CuO_2$ . Il parametro reticolare dell'YBCO nelle direzioni degli assi a e b vale  $\sim 3.9$ Å, mentre nella direzione dell'asse c è pari a  $\sim 11.84$ Å. Dall'interazione



Figura 1.6: Lo sviluppo della superconduttività: ad iniziare con la scoperta della superconduttività nel 1911; come è aumentato il valore massimo della temperatura di transizione  $T_c$  nel tempo per i composti superconduttori metallici (in nero), i superconduttori ceramici ad alta temperatura (in rosso) ed i più recenti, superconduttori pnictide basati su ioni di As (in verde).

tra gli strati superconduttori  $(CuO_2)$  adiacenti discende il grado di anisotropia dei cuprati che vengono generalmente identificati secondo due categorie: quelli che si possono descrivere essenzialmente con un modello anisotropo 3D (continuo) come nel caso dell'YBCO, e quelli nei quali invece la struttura 2D a strati ricopre un ruolo determinante e il superconduttore è descritto come una pila di piani interagenti fra loro. In ogni caso, un modello teorico appropriato per i SATT deve necessariamente includere l'anisotropia strutturale che li caratterizza.

Nella teoria di Ginzburg-Landau (si veda il par.1.3.2), si tiene conto dell'anisotropia considerando un tensore di massa efficace diagonale e normalizzato  $(m_a m_b m_c)^{1/3} = m$ ,

$$(m_{ij}) = \begin{pmatrix} m_a & 0 & 0\\ 0 & m_b & 0\\ 0 & 0 & m_c \end{pmatrix}$$
(1.1.1)

Nei superconduttori ad alta temperatura la massa efficace dei portatori lungo l'asse c,  $m_c$  risulta maggiore che lungo le direzioni a o b,  $m_a$  o  $m_b$ , per cui l'anisotropia è sostanzialmente uniassiale. È pertanto conveniente definire il



Figura 1.7: Cella elementare del superconduttore YBCO con la struttura 1212.

parametro di anisotropia di massa  $\gamma$  come

$$\gamma = \sqrt{\frac{m_c}{m_{ab}}} \tag{1.1.2}$$

in cui $m_{ab}=(m_am_b)^{1/2}.$ Nell'YBCO $\gamma$ varia tipicamente tra $\sim 5-8$ , mentre varia nell'intervallo55-122nei composti di Bi e100-150per i composti di Tl.

Un modo per valutare l'anisotropia del composto nello stato normale è quello di eseguire misure di resistività in funzione della temperatura lungo l'asse c e nel piano (ab): mentre il rapporto tra le resistività  $\frac{\rho_a}{\rho_b}$  nello stato normale è dell'ordine dell'unità,  $\frac{\rho_c}{\rho_{ab}}$  è nell'YBCO dell'ordine di 50. Anche nello stato superconduttivo, l'anisotropia si può evidenziare considerando l'andamento della resistività in funzione dell'angolo  $\theta$  che il campo magnetico forma con il piano di base (ab). Dai dati sperimentali risulta che la resistività decresce quando l'angolo  $\theta$  tende a 90°, cioè quando il campo è parallelo al piano (ab).

A causa dell'anisotropia e della struttura complessa si generano nei superconduttori difetti naturali che influenzano fortemente le proprietà critiche; pertanto, per le applicazioni occorre limitare questi aspetti e crescere film SATT perfettamente epitassiali orientati lungo l'asse-c. Questo significa richiedere che la crescita abbia la perfezione su *scala nanometrica*.

Nei paragrafi seguenti vengono introdotti i principali fenomeni e le teorie in-



Figura 1.8: Il miglioramento delle proprietà superconduttive è raggiunto con un aumento della complessità (sia strutturale che stechimentrica) e l'anisotropia del superconduttore. I SATT rappresentano superconduttori quasi bidimensionale (2D).

terpretative della superconduttività, per fornire un'informazione di base per discutere le proprietà dei superconduttori ad alta temperatura rilevanti per lo studio a microonde, e gli effetti in presenza di un campo magnetico esterno, argomento di questa tesi.

#### 1.2 Proprietà macroscopiche dei superconduttori

La proprietà più significativa dei superconduttori è la loro capacità di trasportare una corrente elettrica senza dissipazione. In altre parole, nello stato superconduttivo la loro resistività in dc è nulla. Questa proprietà di perfetta conducibilità fu scoperta nel 1911 da H. Kammerlingh Onnes [32]. Utilizzando l'elio liquido come refrigerante per studiare le proprietà elettriche dei metalli a bassa temperatura, osservò che la resistenza di una barretta sottile di mercurio raffreddato tra 4.21 K and 4.19 K cominciava a diminuire rapidamente fino ad annullarsi ad una temperatura inferiore a 4.15K; questa soglia a cui la resistenza si annulla è nota come temperatura critica, o  $T_c$ . Lo stato superconduttivo non è solo limitato da una temperatura critica, ma anche da un campo magnetico critico  $H_c$  e da una densità di corrente critica di disaccoppiamento  $J_0$ , valori oltre i quali transisce allo stato normale. Questa proprietà è fondamentale per le applicazioni poiché se il superconduttore ha una corrente critica molto bassa non offre particolari vantaggi rispetto ad un buon conduttore.



Figura 1.9: Lo stato superconduttivo è limitato da una temperatura critica, da un *campo* magnetico critico  $H_c$  e da una densità di corrente critica  $J_c$ , valori oltre i quali transisce allo stato normale.

L'altra proprietà fondamentale dei superconduttori è il perfetto diamagnetismo, scoperto da Meissner e Ochsenfeld nel 1933 [33]. In base alle proprietà magnetiche i superconduttori possono essere classificati in due categorie: tipo-I e tipo-II. La magnetizzazione di un superconduttore di tipo-I è mostrata in Fig.1.10). L'induzione magnetica B e il campo magnetico H sono tra loro legati attraverso il vettore di magnetizzazione M:

$$H = \frac{B}{\mu_0} - M \tag{1.2.1}$$

per cui la magnetizzazione è esattamente opposta al campo esterno H, sino al campo critico in cui l'induzione passa repentinamente al valore  $B = \mu_0 H$  e M si annulla. La transizione dallo stato superconduttivo allo stato normale avviene pertanto con una variazione discontinua nella magnetizzazione a M = 0.


Figura 1.10: Schema della magnetizzazione in funzione del campo magnetico per un superconduttore di tipo I e II.

Al di sotto della stessa temperatura critica alla quale si annulla la resistenza elettrica, il superconduttore espelle le linee di flusso di un campo magnetico esterno moderato, in maniera da annullare l'induzione magnetica B al suo interno, ovvero B = 0 (effetto Meissner). Questo fenomeno non è conseguenza della perfetta conducibilità: un conduttore perfetto, con resistività idealmente nulla, intrappola il campo magnetico, in maniera da mantenere B costante, invece di espellerlo come avviene in un superconduttore (perfetto diamagnetismo).

Alla temperatura di transizione invece un superconduttore diviene un diamagnete perfetto: si generano spontaneamente delle correnti superficiali permanenti che scorrono in superficie, su un piccolo spessore dell'ordine 10 - 100nm ed annullano il campo all'interno del materiale. Lo stato di magnetizzazione di un superconduttore ideale è unicamente determinato dai valori esterni del campo magnetico e della temperatura e non dalla sequenza in cui si raggiungono queste condizioni; l'effetto Meissner prova che lo stato superconduttivo è uno stato termodinamico e che la transizione è reversibile in campo ed in temperatura. Pertanto si può definire l'energia di condensazione come l'eccesso di energia libera di Gibbs (per unità di volume) dello stato superconduttivo rispetto allo stato normale in campo nullo,  $\Delta g = g_n - g_s > 0$ ; la differenza di energia libera si può calcolare a qualsiasi temperatura. Applicando un campo magnetico esterno **H**, si verifica l'effetto Meissner e la densità di energia del superconductore aumenta di una quantità pari a  $\frac{1}{2}\mu_0 \mathbf{H} \cdot \mathbf{M}$ , in cui  $\mathbf{M}$  è la magnetizzazione del campione. Al di sopra del campo critico termodinamico  $H_c$ , il materiale minimizza l'energia totale tornando allo stato normale.

La dipendenza dalla temperatura del campo critico di un superconduttore di tipo-I è descritta empiricamente come

$$H_c = H_c(0)(1 - (T/T_c))^2$$
(1.2.2)

In un superconductore di tipo-II l'Eq.1.2.1 è verificata solo fino a un campo critico inferiore  $H_{c1}$ , poi la magnetizzazione varia in modo continuo con la penetrazione del flusso magnetico, finché il diamagnetismo scompare al campo critico superiore  $H_{c2}$  dove inizia lo stato normale. Lo stato parzialmente diamagnetico tra  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$  è detto stato misto. Poiché in tale stato si ha una penetrazione parziale del campo all'interno del campione sotto la forma di tubi quantizzati di flusso, anche detti flussoni o di vortici, questo viene anche detto stato di vortici.

Il campo critico inferiore e superiore di un superconduttore di tipo-II mostrano una dipendenza simile dalla temperatura. Ovviamente questi si annullano alla



Figura 1.11: Schema del diagramma di fase H-T per un superconductore di tipo I (Fig.a) e II (Fig.b).

temperatura critica  $T_c$ . Pertanto a seconda dei valori del campo magnetico e della temperatura, un superconduttore di tipo-II può presentarsi in tre differenti stati: Meissner, misto e normale.

Quanto finora illustrato per i superconduttori di tipo-II viene riassunto nel diagramma di fase H-T della Fig.1.11.

Di seguito verranno considerate solo le proprietà dei superconduttori di tipo-II, in quanto tutti i materiali studiati in questa tesi appartengono a questa categoria.

# **1.3** Teorie fenomenologiche

Nel paragrafo precedente si è sottolineato come gli aspetti sperimentali della transizione superconduttiva indichino la possibilità di trattare termodinamicamente la transizione di fase dallo stato superconduttivo a quello normale e viceversa. È perciò possibile descrivere alcune proprietà macroscopiche rilevanti della superconduttività attraverso opportune teorie fenomenologiche; di seguito viene presentata una breve trattazione di tali teorie al fine di introdurre i concetti utili a questa tesi.

#### 1.3.1 La teoria dei London

Le principali proprietà fenomenologiche, come l'effetto Meissner, possono essere descritte da una teoria proposta dai fratelli London nel 1935, prima della scoperta dei superconduttori di tipo II [34].

La prima equazione nella teoria dei London è basata sulla legge di Ohm e tiene conto della perfetta conducibilità postulando un tempo di scattering infinito per i portatori di carica.

Il postulato descrive quanto segue: nella fase superconduttiva esiste una frazione  $n_s(T)/n$  del numero totale di elettroni che non subisce i normali processi di diffusione e quindi è in grado di sostenere una corrente senza dissipazione. La densità di elettroni superconduttivi  $n_s$  si annulla al di sopra della temperatura critica (riflettendo il passaggio del sistema alla fase normale), cresce al diminuire della temperatura sotto  $T_c$ , a scapito di quelli normali  $n_n$ , in modo che il numero totale rimanga costante, finché a temperatura nulla comprende tutti gli elettroni di conduzione n.

A ogni temperatura vale la relazione:

$$n_n(T) + n_s(T) = n (1.3.1)$$

dove  $n_n(T_c) = n$ , e  $n_s(0) = n$ .

La densità di corrente superconduttiva  $\mathbf{j}_s$  risulta legata alla densità di elettroni superconduttivi  $n_s$  e alla loro velocità media locale  $\mathbf{v}_s$ 

$$\mathbf{j}_s = -n_s e \mathbf{v}_s \tag{1.3.2}$$

l'equazione del moto per gli elettroni del condensato superconduttivo

$$m\frac{\partial \mathbf{v}_s}{\partial t} = -e\mathbf{E} \tag{1.3.3}$$

Allora

$$\frac{\partial \mathbf{j}_s}{\partial t} = \frac{n_s e^2}{m} \mathbf{E} = \frac{\mathbf{E}}{\Lambda} = \frac{\mathbf{E}}{\mu_0 \lambda^2} \tag{1.3.4}$$

dove  $\Lambda = m/n_s e^2 = \mu_0 \lambda^2$ , e m,  $n_s$ , e, sono la massa, la densità e la carica elettrica (-e > 0) dell'elettrone superconduttivo (nell'approssimazione di elettrone libero, ignorando gli effetti della struttura a bande),  $\lambda$  è una quantità con le dimensioni di una lunghezza definita come lunghezza di penetrazione di London.

La seconda equazione di London postula che la densità di corrente superconduttiva  $\mathbf{j}_s$  è proporzionale al potenziale vettore  $\mathbf{A}$ ,

$$\mathbf{j}_s = -\frac{1}{\mu_0 \lambda^2} \mathbf{A} \tag{1.3.5}$$

conosciuta come equazione di London.

Considerando che l'induzione magnetica locale **B** è data da  $\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A}$ , l'eq.1.3.5 si riscrive come

$$\nabla \times \mathbf{j}_s = -\frac{1}{\mu_0 \lambda^2} \mathbf{B} \tag{1.3.6}$$

combinando l'eq.1.3.6 con l'equazione di Maxwell  $\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{j}$  si ottiene

$$\nabla^2 \mathbf{B} = \mathbf{B}/\lambda^2 \tag{1.3.7}$$

Se il campo **B** e la corrente  $\mathbf{j}_s$  dipendono solo da una variabile spaziale x, una soluzione particolare dell'eq.1.3.7 descrive un campo **B** che decresce esponenzialmente all'interno del superconduttore (che occupa il semispazio  $x \ge 0$ ) come

$$\mathbf{B}(x) = \mathbf{B}(0)e^{-\frac{x}{\lambda}} \tag{1.3.8}$$

Essendo  $\lambda$  una misura della lunghezza di penetrazione del campo magnetico nel campione, lo strato superficiale di spessore  $\lambda$  è quello in cui fluiscono le supercorrenti che fanno da schermo alla penetrazione del campo applicato (*effetto Meissner*).

Per  $T \longrightarrow T_c$  ci si attende che  $n_s$  decresca fino ad annullarsi, da cui segue che  $\lambda(T)$  diverge.

Consideriamo il caso del regime armonico. Espresse le densità di corrente e il campo elettrico nella forma

$$\mathbf{J}_s = \mathbf{J}_{s0} e^{i\omega t} \quad \mathbf{J}_n = \mathbf{J}_{n0} e^{i\omega t} \quad \mathbf{E} = \mathbf{E}_0 e^{i\omega t} \tag{1.3.9}$$

l'equazione del moto per gli elettroni normali è

$$m\frac{\partial \mathbf{v}_n}{\partial t} + m\frac{\mathbf{v}_n}{\tau} = -e\mathbf{E} \tag{1.3.10}$$

dove  $v_n$  è la velocità e  $\tau$  il tempo di rilassamento degli elettroni normali; la densità di corrente è pari a

$$\mathbf{j}_n = -n_n e \mathbf{v}_n \tag{1.3.11}$$

Poiché i due fluidi sono in parallelo, si ha

$$\mathbf{J} = \mathbf{J}_n + \mathbf{J}_s = (\sigma_n + \sigma_s)\mathbf{E} = \sigma_{2f}\mathbf{E}$$
(1.3.12)

Allora la risposta del sistema superconduttivo è descritta in termini di una conducibilità complessa

$$\sigma_{2f} = \sigma_n + \sigma_s = \sigma'(T,\omega) + \imath \sigma''(T,\omega)$$
(1.3.13)

Dalle Eq.(1.3.6), (1.3.10) e (1.3.11) si ricava:

$$\sigma_n = \frac{n_n e^2 \tau}{m} \frac{1 - i\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad \sigma_s = -\frac{ie^2 n_s}{m\omega} \tag{1.3.14}$$

Quindi, per la definizione (1.3.13) si ha

$$\sigma' = \frac{n_n e^2 \tau}{m(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad \sigma'' = \frac{n_s e^2}{\omega m} \frac{\omega n_n e^2 \tau^2}{m(1 + \omega^2 \tau^2)}$$
(1.3.15)

Fino alle frequenze tipiche delle microonde, per cui  $(\omega \tau)^2 \ll 1$ , si possono ignorare gli effetti di rilassamento e la componente induttiva del fluido normale. Quindi  $\sigma_n$  è reale e coincide con  $\sigma'$ . Tale grandezza verrà nel seguito indicata con  $\sigma_{nf}$ :

$$\sigma_{nf} = \sigma'|_{(\omega\tau)^2 \ll 1} \approx \frac{e^2 \tau n_n}{m} \tag{1.3.16}$$

e la parte immaginaria diviene

$$\sigma'' \approx \frac{e^2 n_s}{\omega m} \tag{1.3.17}$$

In un superconduttore il rapporto tra i moduli delle correnti nei due canali è allora

$$\frac{J_s}{J_n} = \frac{n_s}{n_n \omega \tau} \tag{1.3.18}$$

e la frequenza caratteristica per cui  $J_s = J_n \[earrow] \omega_0 = \frac{n_s}{n_n \tau}$ . Per temperature tali che  $n_s \simeq n_n$ , la frequenza caratteristica è pari a  $\omega_0 \sim \frac{1}{\tau} \sim 10^{13} rad/s$ . Quindi, nell'intervallo delle microonde  $(10^9 Hz < \nu < 10^{12} Hz)$ , studiato in questa tesi, una parte consistente della corrente è trasportata dalla frazione di elettroni superconduttivi, ma comunque vi sarà una risposta finita della componente normale ad una qualsiasi frequenza non nulla. Il regime a resistenza nulla è valido solo in corrente continua, mentre in presenza di campi alternati si osserva sempre una dissipazione.

#### 1.3.2 La teoria fenomenologica di Ginzburg-Landau

Sebbene la teoria di London giustifichi l'effetto Meissner, non è esaustiva per trattare la coesistenza tra campo magnetico e superconduttività ad esempio nello stato intermedio dei superconduttori del tipo-I o nello stato misto di quelli del tipo-II. La teoria di Ginzburg e Landau (*teoria G-L*) fu proposta di proposito per trattare questo stato intermedio [36].

In questa teoria la transizione di fase termodinamica superconduttore-normale è trattata come una transizione del secondo ordine, in quanto le misure di calore specifico in funzione della temperatura e in assenza di campo magnetico presentano una discontinuità a  $T = T_c$ , con calore latente nullo. Questa osservazione ha permesso a Ginzburg e Landau di estendere la teoria di Landau per le transizioni di fase del secondo ordine [35] alla transizione superconduttiva. Il formalismo della teoria elaborata da Landau per le transizioni di fase del secondo ordine si fonda sulle seguenti assunzioni:

• Si sceglie come parametro d'ordine il campo scalare complesso

$$\psi(r) = |\psi(r)|e^{i\varphi(r)} \tag{1.3.19}$$

allora, il modulo al quadrato del parametro d'ordine  $|\psi|^2$ rappresenta la densità di elettroni superconduttivi

$$n_s = |\psi(r)|^2 \tag{1.3.20}$$

• La transizione di fase è continua e per determinare lo stato di equilibrio termodinamico in assenza di campi, si espande l'energia libera del superconduttore in serie di potenze di  $|\psi|^2$ , con coefficienti  $\alpha(T)$  e  $\beta(T)$  funzioni regolari della temperatura

$$f_s = f_n + \alpha(T)|\psi|^2 + \frac{1}{2}\beta(T)|\psi|^4 + \dots$$
 (1.3.21)

dove  $f_n$  è la densità di energia dello stato normale.

- Successivamente, a partire dalla teoria microscopica, Gor'kov derivò i risultati di GL con il potenziale di coppia  $\Delta(r)$ , e dimostrò che  $\psi(r)$ è proporzionale a  $\Delta(r)$  e che  $e^* = 2e$ . Il parametro d'ordine per la transizione conduttore/superconduttore è interpretato come la funzione d'onda che descrive il moto del centro di massa della coppia di elettroni.
- $\psi$ si annulla nella fase normale e cresce nella fase superconduttiva:

$$\psi = 0 \quad T > T_c \tag{1.3.22}$$

$$\psi \neq 0 \quad T < T_c \tag{1.3.23}$$

Imponendo la condizione di equilibrio termodinamico, ovvero che  $f_s$  sia minima, dall'Eq.(1.3.21) si trova

$$\psi^2 = -\frac{\alpha}{\beta} \equiv |\psi_{\infty}|^2 \tag{1.3.24}$$

a  $T = T_c$  il valore di equilibrio  $|\psi_{\infty}|^2$  si annulla e pertanto  $\alpha(T)$  cambia segno nel punto di transizione. La variazione di  $\alpha$  con la temperatura in prossimità di  $T_c$  si assume sia proporzionale a  $(T - T_c)$  per cui  $\alpha$  diviene positivo a  $T > T_c$ e la densità di energia libera dell'Eq.(1.3.21) risulta minima a  $\psi = 0$ .

In presenza di un campo magnetico esterno, per considerare l'accoppiamento del campo con le correnti nel campione si deve procedere come nella meccanica quantistica, e nella densità di energia libera Eq.(1.3.21) si deve aggiungere un contributo cinetico che assume la seguente forma:

$$\frac{1}{m^*} |(\frac{\hbar}{i} \nabla - e^* \mathbf{A})\psi|^2 \tag{1.3.25}$$

per assicurare l'invarianza di gauge riscriviamo la densità di energia libera come:

$$f_s = f_{n0} + \alpha(T)|\psi(r,T)|^2 + \frac{\beta}{2}|\psi(r,T)|^4 + \frac{1}{2m^*}|(\frac{\hbar}{i}\nabla - e^*\mathbf{A})\psi|^2 + \frac{\mu_0}{2}h^2 \quad (1.3.26)$$

dove **A** è il potenziale vettore per il campo magnetico locale microscopico **h**,  $f_{n0}$  densità di energia libera dello stato normale in campo nullo. Se si impone la condizione di minimo per l'energia libera rispetto alle variazioni di  $\psi$  ed A, si trovano le equazioni di *Ginzburg e Landau* per  $\psi(r)$  e per il potenziale vettore  $\mathbf{A}(r)$ :

$$\frac{1}{2m^*} \left(\frac{\hbar}{i} \nabla - e^* \mathbf{A}\right)^2 \psi + \beta |\psi|^2 \psi = -\alpha(T)\psi \qquad (1.3.27)$$

$$\mathbf{j} = \frac{e^* \mu_0}{m^*} \frac{\hbar}{i} (\psi^* \nabla \psi - \psi \nabla \psi^*) - \frac{e^* \mu_0^2}{m^*} \psi^* \psi \mathbf{A}$$
(1.3.28)

Le due equazioni ottenute consentono, una volta risolte con le assegnate condizioni al contorno, di conoscere l'andamento del parametro d'ordine e la distribuzione delle correnti superconduttive.

#### Lunghezze caratteristiche di G-L

Le proprietà elettromagnetiche in un superconduttore sono determinate da due lunghezze caratteristiche, *la lunghezza di coerenza*  $\xi$  e *la profondità di penetrazione*  $\lambda$ , che definiscono rispettivamente le scale di variazione spaziale di  $\psi(r) \in B(r)$ .

Per variazioni spaziali del parametro d'ordine sufficientemente lente,  $|\psi(r)|^2$ può essere sostituito con  $\psi_{\infty}$ , dove  $\psi_{\infty}$  è il valore di  $\psi$  all'equilibrio definito dalla 1.3.24. Ricorrendo all'Eq.(1.3.28) di G-L per le correnti e prendendo il rotore di **j** si ottiene:

$$\mathbf{j} = -\frac{\mu_0 e^{*2}}{m^*} |\psi_{\infty}|^2 \mathbf{A}$$
(1.3.29)

ovvero, la teoria generale di G-L si riduce alla relazione di proporzionalità tra  $\mathbf{j}$  ed  $\mathbf{A}$  postulata da London quando il parametro d'ordine non varia nello spazio.

Da questa relazione trova conferma l'identificazione del modulo del parametro d'ordine  $|\psi_{\infty}|^2$  con la densità di coppie superconduttive  $n_s$ , e si può dedurre l'equazione di smorzamento del campo magnetico con *la profondità di penetrazione* 

$$\lambda = \sqrt{\frac{m^*}{\mu_0 e^{*2} |\psi_{\infty}|^2}}$$
(1.3.30)

Vicino  $T_c$ ,  $|\psi_{\infty}|^2$  risulta proporzionale a  $(T_c - T)$  e  $\lambda$  varia proporzionalmente a  $(T_c - T)^{-\frac{1}{2}}$  e diverge a  $T = T_c$ .

Dovendo considerare le variazioni spaziali del parametro d'ordine  $\psi$ , si introduce la funzione normalizzata  $\chi = \frac{\psi(r)}{\psi_{\infty}}$ , dove  $\psi_{\infty}$  è il valore all'equilibrio. Supponendo nullo il campo locale ( $\mathbf{A} = 0$ ) per una geometria unidimensionale l'Eq. (1.3.27) si riscrive come

$$\xi^2 \frac{d^2 \psi}{dx^2} + \psi - |\psi|^2 \psi = 0 \tag{1.3.31}$$

dove  $\xi$  è una lunghezza caratteristica detta lunghezza di coerenza data da

$$\xi = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m^*|\alpha|}} \tag{1.3.32}$$

Il parametro d'ordine varia nello spazio su una distanza comparabile a  $\xi$  che aumenta come  $(T_c - T)^{-\frac{1}{2}}$  in prossimità di  $T_c$ .

Il rapporto tra le due lunghezze caratteristiche è detto parametro di Ginzburg

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \tag{1.3.33}$$

adimensionale e approssimativamente indipendente dalla temperatura, infatti, vicino a  $T_c$ ,  $\lambda$  diverge come  $(T_c - T)^{-\frac{1}{2}}$  e  $\xi$  come indicato nell'Eq.(1.3.32). La classificazione in superconduttori del tipo-I e tipo-II dipende dal valore di questo parametro.

Consideriamo infatti l'energia superficiale  $\Sigma_{n,s}$  associata all'interfaccia di separazione tra una regione normale ed una superconduttiva in presenza di un campo magnetico H. Nel passare da una regione all'altra, l'induzione magnetica e il parametro d'ordine variano spazialmente su lunghezze dell'ordine di  $\lambda$ e  $\xi$  rispettivamente; la diversa variazione spaziale dei due contributi determina la formazione di un'energia  $\Sigma_{n,s}$  all'interfaccia pari alla somma algebrica dell'energia di condensazione, calcolata a T = 0K, e dell'energia di magnetizzazione

$$\Sigma_{n,s} = \frac{1}{2}\mu_0 H_c^2 \xi - \frac{1}{2}\mu_0 H^2 \lambda \tag{1.3.34}$$

Nel caso in cui  $\lambda > \xi$  (in un superconductore di tipo-II) può esistere un valore di campo  $H < H_c$  per cui l'energia superficiale è negativa, ed è energeticamente favorevole trovarsi in uno stato con numerose zone d'interfaccia normale/superconductore.

A seconda che  $\kappa$  sia minore o maggiore dell'unità, l'energia superficiale può risultare rispettivamente positiva o negativa.  $\Sigma_{n,s}$ , è positiva per  $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$  nei superconduttori di tipo-I, poiché in una regione di spessore  $\delta \sim (\xi - \lambda)$ , dell'ordine di  $10^{-5} - 10^{-4}$  cm, avviene l'espulsione completa del campo magnetico per qualsiasi temperatura inferiore a  $T_c$ , con un incremento dell'energia complessiva del sistema.

Al contrario, per  $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$  l'energia superficiale è negativa, e pertanto superato un determinato campo magnetico  $H_{c1}$ , per il superconduttore è energeticamente favorevole dividersi in una fitta alternanza di domini normali e superconduttivi, in modo che la comparsa di interfacce di separazione determini l'abbassamento dell'energia totale. Questo è quanto accade in un superconduttore di tipo-II, in cui  $\lambda$  è più grande di  $\xi$ ; infatti, per  $H_{c1}(T) < H < H_{c2}(T)$ il campo magnetico può penetrare in domini normali, mantenendo l'ordine superconduttivo nel resto del sistema (*Stato misto*).

Riassumendo si ha:

$$\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}} \quad \Sigma_{n,s} > 0 \Rightarrow superconductori \quad tipo - I$$
(1.3.35)

$$\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}} \quad \Sigma_{n,s} < 0 \Rightarrow superconductori \quad tipo - II$$
(1.3.36)

# 1.4 Proprietà magnetiche

Una proprietà caratteristica dei superconduttori di tipo-II in campo magnetico è che il flusso magnetico risulta quantizzato su scala macroscopica. Nel seguito ci riferiremo alla *linea di flusso* per indicare il flusso magnetico quantizzato. In questo paragrafo viene descritto il comportamento dei superconduttori di tipo II nello stato misto rivogendo una particolare attenzione alle proprietà di trasporto elettrico; pertanto, vengono considerate la dinamica e le forze principali che agiscono sui vortici.

#### 1.4.1 Il ruolo dei flussoni

In superconductore di tipo-II al quale venga applicato un campo magnetico di intensità compresa tra i due valori critici  $H_{c1} \in H_{c2}$  (nello stato misto), coesistono regioni superconductive e regioni normali.

Ciascuna regione normale è costituita da un flussone che viene schermato da un vortice di correnti anulari superconduttive di raggio  $\xi$ : questa zona è chiamata *core del flussone*; allontanandosi dal centro dell'anello di supercorrente, il materiale è nello stato superconduttivo e quindi il campo magnetico decade esponenzialmente con la lunghezza caratteristica  $\lambda$ . In un materiale isotropo ideale, i flussoni sono cilindri con l'asse parallelo al campo magnetico esterno e, per l'esistenza di questa supercorrente locale di schermaggio, vengono anche chiamati *vortici*.

Nell'ambito della trattazione di G-L, si possono determinare il parametro d'ordine e l'induzione magnetica *B* associate ad un vortice. Consideriamo un vortice isolato che in coordinate cilindriche  $(r, \theta, z)$  ha l'asse *z* concidente con l'asse del flussone; il profilo di  $\psi \doteq \psi(r) = \psi_{\infty} f(r) e^{i\theta}$ , essendo  $\psi_{\infty}$  il valore di volume del parametro d'ordine e  $f(r) \simeq \tanh(\frac{r}{\xi})$  [37];  $\psi(0) = 0$  lungo l'asse del flussone e la fase del parametro d'ordine varia di  $2\pi$  intorno al vortice. Da quest'ultima proprietà, integrando la seconda equazione di G-L sufficientemente lontano dal flussone (in modo che la densità della supercorrente di vortice *J* sia trascurabile) si ottiene che ogni vortice trasporta un quanto di flusso del valore

$$\phi_0 = n \frac{h}{2e} = 2.0679 \cdot 10^{-15} Tm^2 \tag{1.4.1}$$

Per  $\kappa \gg 1$  e  $r > \xi$  il profilo del campo associato risulta [38]:

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}) = \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} K_0(\frac{r}{\lambda})\widehat{\mathbf{z}}$$
(1.4.2)

dove  $K_0$  è la funzione di Hankel di ordine zero con argomento complesso. Per  $r \gg \lambda$  si ha  $B \sim e^{-\frac{r}{\lambda}}$ . Gli andamenti delle funzioni sono riportati in



Figura 1.12: Diagramma di un vortice che illustra la profondità di penetrazione  $\lambda$  e la lunghezza di coerenza  $\xi$ .

Fig.1.12. L'energia libera per unità di lunghezza del vortice si può allora calcolare considerando il contributo cinetico delle supercorrenti di vortice e l'energia del campo, trascurando il contributo dell'energia di condensazione di core che costituisce una piccola area di raggio  $\xi$ 

$$\varepsilon_{fl} = \frac{\mu_0}{2} \int [B(r)^2 + \lambda^2 |\nabla \times \mathbf{B}(r)|^2] dS \qquad (1.4.3)$$

dove l'integrale è esteso alla superficie reticolo.

Usando l'espressione (1.4.2) per il profilo del campo, l'Eq.(1.4.3) sopra diviene

$$\varepsilon_{fl} = \frac{\phi_0^2}{4\pi\mu_0\lambda^2}\ln\kappa\tag{1.4.4}$$

Se l'intensità del campo aumenta, cresce proporzionalmente anche la densità dei flussoni. Quando i vortici cominciano ad essere sufficientemente vicini risentono dell'interazione repulsiva a corto raggio generata dalle correnti superconductive di schermo e, al fine di minimizzare l'energia, si dispongono su una matrice triangolare bidimensionale, ortogonale al campo applicato, detta *reticolo flussonico*.

In questa configurazione la distanza media tra i centri di due flussoni vale [37]:

$$a_{fl} = \sqrt[4]{\frac{4}{3}} \sqrt{\frac{\phi_0}{B}}$$
(1.4.5)

Nel 1964 fu osservato per la prima volta in modo diretto l'arrangiamento dei vortici in un reticolo, previsto teoricamente da Abrikosov, in un esperimento di decorazione magnetica accoppiata alla microscopia elettronica.



Figura 1.13: Foto di un campione nello stato misto, in cui la tecnica di decorazione rivela le posizioni dei flussoni tramite particelle ferromagnetiche orientate localmente.

Nello stato misto, nel limite di flussoni sufficientemente distanti tra loro  $(a_{fl} \gg \xi)$ , un vortice isolato  $\phi_0$ , in presenza di una densità di corrente di trasporto, subisce una forza per unità di lunghezza che tende a traslarlo in direzione ortogonale alla direzione della corrente. Lo spostamento del flussone si può comprendere considerando l'interazione repulsiva di un flussone con le correnti di schermo che generano un altro flussone parallelo. Considerando due flussoni con gli assi lungo **z** posizionati in  $\mathbf{r}_1 \in \mathbf{r}_2$ , il campo si ottiene per sovrapposizione come

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}) = [\mathbf{B}(\mathbf{r} - r_1) + \mathbf{B}(\mathbf{r} - \mathbf{r}_2)]\hat{\mathbf{z}}$$
(1.4.6)

Il risultato consiste in due termini di energia del singolo flussone, Eq.(1.4.4), sommati ad un termine d'interazione:

$$\varepsilon_{int} = \frac{\phi_0^2}{2\pi\mu_0\lambda^2} K_0(\frac{|\mathbf{r} - \mathbf{r}_1|}{\lambda}) \tag{1.4.7}$$

che corrisponde ad un'interazione repulsiva. La forza per unità di lunghezza esercitata dal flussone 2 sul flussone 1 si può ottenere calcolando la derivata di  $\varepsilon_{int}$ , che in forma vettoriale diviene:

$$\overrightarrow{\mathbf{f}_{L,21}} = \overrightarrow{\mathbf{J}(\mathbf{r}_1)} \times \overrightarrow{\Phi_0}$$
(1.4.8)

dove il vettore  $\Phi_0$  è diretto lungo l'asse del vortice e ha modulo pari a  $\phi_0$ , mentre **J** è la densità di corrente del flussone 2. Per una distribuzione arbitraria di

vortici, la forza totale sul singolo vortice risulta dalla somma di tutte le densità di corrente:

$$\overrightarrow{\mathbf{f}_L} = \overrightarrow{\mathbf{J}} \times \overrightarrow{\Phi_0} \tag{1.4.9}$$

tale forza che agisce sui flussoni è detta forza di Lorentz.



Figura 1.14: Direzione della forza di Lorentz agente sui flussoni del reticolo.

Al crescere dell'intensità del campo esterno i flussoni cominciano a sovrapporsi rendendo così la distanza tra due primi vicini minore della lunghezza di penetrazione. Per  $a_{fl} = \xi$  si arriva alla sovrapposizione dei core dei vortici e il campione non è più in grado di mantenersi nello stato superconduttivo. Considerando i core dei vortici di sezione  $\approx \pi \xi^2$  che forniscono un'induzione uniforme  $\phi_0/(2\pi\xi^2) = \mu_0 H_{c2}$ , si può stimare il campo critico superiore

$$H_{c2} = \frac{\phi_0}{2\mu_0 \pi \xi^2} = H_c \sqrt{2}\kappa \tag{1.4.10}$$

Come si vede, a lunghe distanze di coerenza corrispondono bassi campi critici superiori, e viceversa; nei SATT, a causa dei valori molto bassi della lunghezza di coerenza, il campo  $H_{c2}$  è molto alto (oltre 100T) e non accessibile con le odierne tecniche sperimentali.

Finora è stato considerato un reticolo ideale di flussoni trascurando i diversi fattori che possono modificarne la regolare configurazione. Nel prossimo paragrafo viene presentata la complessa dinamica dei sistemi di vortici.

### 1.4.2 Approccio di scaling BGL per i superconduttori anisotropi

L'approccio convenzionale per interpretare i risultati fisici in un superconduttore anisotropo è quello di introdurre il tensore di massa efficace definito dall'espressione (1.1.1) nelle equazioni di Ginzburg-Landau (teoria di GL anisotropa) (par.1.3.2) e ripetere i calcoli come nel caso isotropo. Un diverso approccio di riscalamento (*scaling*) fu proposto da Blatter, Geshkenbein e Larkin [31]. Il nuovo approccio permette di mappare i risultati ottenuti al primo livello delle equazioni di GL per i superconduttori isotropi ai materiali anisotropi applicando direttamente delle regole di scala, come schematizzato nella Fig.1.15.



Figura 1.15: Illustrazione schematica dell'approccio di scaling BGL e di quello tradizionale per risolvere un problema anisotropo. Nell'approccio di scaling le quantità anisotrope possono essere ottenute direttamente da quelle isotrope usando le regole di scala ricavate al livello delle equazioni di base.

L'energia libera di Gibbs per un superconduttore anisotropo si riferisce alle equazioni di base di GL per un superconduttore isotropo riscalando le coordinate, il potenziale vettore e il campo magnetico

$$\mathbf{r} = (\widetilde{x}, \widetilde{y}, \widetilde{z}/\gamma) \tag{1.4.11}$$

$$\mathbf{A} = (\widetilde{A}_x, \widetilde{A}_y, \gamma \widetilde{A}_z) \tag{1.4.12}$$

Minimizzando l'energia del campo magnetico ottenuta in questo modo, si trova

$$\mathbf{B} = (\gamma \widetilde{B_x}, \gamma \widetilde{B_y}, \widetilde{B_z}) \tag{1.4.13}$$

ovvero, nel sistema riscalato, il campo magnetico si riduce a  $\widetilde{B} = \varepsilon_{\theta} B$  rispetto al campo nel sistema originario, con

$$\varepsilon_{\theta} = \sqrt{\cos^2(\theta) + \frac{1}{\gamma^2} \sin^2(\theta)}$$
(1.4.14)

in cui  $\theta$  è l'angolo tra il campo magnetico applicato e l'asse-c e  $\gamma$  è il parametro di anisotropia di massa definito dall'eq.1.1.2.



Figura 1.16: Sistema di riferimento.

In queste espressioni, la tilde indica le quantità isotrope.

Gli effetti del pinning puntiforme vengono introdotti come disordine scalare nel coefficiente  $\alpha$  delle equazioni di GL (eq.1.3.26), tramite una funzione di correlazione statistica  $\alpha = \alpha_0 + \delta\alpha(r) \operatorname{con} \langle \delta\alpha \rangle = 0$ , e  $\langle \delta\alpha(r)\delta\alpha(r') \rangle = \chi \delta(r - r')$ .

Minimizzando l'energia libera, si ottiene la regola di scaling per mappare una quantità anisotropa in quella Q isotropa  $\widetilde{Q}$  corrispondente

$$Q(\theta, H, T, \xi, \lambda, \gamma, \chi) = s_Q \widetilde{Q}(\varepsilon_{\theta} H, \gamma T, \xi, \lambda, \gamma \chi)$$
(1.4.15)

I fattori di scala sono  $s_Q = 1/\gamma$  per il volume, l'energia e la temperatura,  $s_B = 1/\varepsilon_{\theta}$  per il campo magnetico,  $s_{\rho} = 1$  per la resistività in piano, ovvero  $\rho_{ab}(\theta, B) = \rho_{ab}(\epsilon_{\theta} B).$ 

Ci si aspetta che le grandezze scalino secondo questo approccio e si definiscono *intrinseche* se il pinning a cui sono legate è puntiforme; le grandezze non scalano se il pinning è rappresentato da difetti artificiali estesi (*grandezze estrinseche*).

# 1.5 Dinamica dei vortici e pinning

In un superconductore l'applicazione di una densità di corrente di trasporto esterna  $\mathbf{J}$  determina il moto dei vortici poiché esercita una forza di Lorentz per un'unità di lunghezza pari a  $\overrightarrow{\mathbf{f}}_L = \overrightarrow{\mathbf{J}} \times \overrightarrow{\Phi}_0$ .

Il moto dei vortici è responsabile della resistività

$$\rho = \lim_{J \to 0} \frac{E(J)}{J} \tag{1.5.1}$$

in quanto, un vortice che si muove ad una velocità  $\mathbf{v}_L$  genera un campo elettrico

$$\overrightarrow{\mathbf{E}} = \overrightarrow{\mathbf{B}} \times \overrightarrow{\mathbf{v}_L} \tag{1.5.2}$$

Questo risultato comporta un forte impatto sulle proprietà conduttive del superconduttore nello stato misto in cui si misura una resistività finita. Da un punto di vista applicativo, per limitare tale dissipazione, si è osservato che le impurezze puntiformi ed imperfezioni strutturali dei superconduttori possono impedire il moto dei flussoni (meccanismo d'ancoraggio o di pinning). Questo processo viene descritto fenomenologicamente attraverso una forza di pinning  $F_p$  che impedisce il moto dei flussoni limitando la dissipazione. Ciò riveste un'importanza notevole poiché permette di utilizzare i superconduttori di tipo-II anche all'interno dello stato misto per le applicazioni che impiegano campi magnetici elevati. La dinamica è così definita dalla competizione tra la forza di pinning  $F_p$  e la forza di Lorentz  $F_L$  e, a seconda dell'intensità di una forza rispetto all'altra, si distinguono vari regimi dissipativi: flux flow, flux creep.

#### 1.5.1 Regime di flux flow e viscosità di vortice

L'equazione del moto per un vortice in assenza di pinning risulta  $f_L + f_{amb} = 0$ , in cui  $f_{amb}$  rappresenta la forza per unità di lunghezza che l'ambiente esercita sul vortice. Tale forza può essere rappresentata da una forza viscosa

$$f_{amb} = -\eta v_L \tag{1.5.3}$$

in cui  $\eta$  è detta viscosità di vortice.

L'origine microscopica della viscosità fu discussa da Bardeen e Stephen (BS)[40] per i superconduttori convenzionali. La potenza dissipata per l'unità di lunghezza del vortice,  $W = f_{amb} \cdot v_L = \eta(v_L)^2$ , viene trasferita alle correnti normali che fluiscono nei core dei vortici (si assume che il core del flussone sia un cilindro completamente normale di raggio  $\sim \xi$ ) e si richiudono esternamente. Quando un vortice si muove sotto l'azione di una corrente di trasporto, le quasi-particelle poste all'interno della zona normale del vortice non si spostano mentre le coppie di Cooper di portatori, lungo la direzione del moto, vengono convertite in quasi-particelle con un dispendio d'energia. Il moto del vortice



Figura 1.17: Rappresentazione di una sezione del vortice in moto.

comporta allora una dissipazione poiché solo una parte dell'energia viene restituita dalle quasi-particelle quando ritornano nello stato condensato. L'energia dissipata  $(v_L^2 \phi_0^2)/(2\pi \xi^2 \rho_n)$  (dove  $\rho_n$  rappresenta la resistività dello stato normale), uguagliata a W, fornisce la seguente espressione per la viscosità (BS):

$$\eta = \frac{\phi_0 B_{c2}}{\rho_n} \tag{1.5.4}$$

Per ottenere un'espressione della resistività in questo regime, occorre prima osservare che, per i superconduttori nello stato misto, essa dipende dall'angolo  $\alpha$  tra la corrente di trasporto **J** e il campo magnetico **H**. Inoltre, nei campioni fortemente orientati, come i film o i cristalli singoli, si deve considerare anche un altro importante parametro, l'angolo  $\theta$  tra il l'asse *c* del film ed **H**. Poniamoci nella configurazione con la forza di Lorentz massima: la corrente giace nel piano superconduttivo ed è diretta da un lato all'altro del campione lungo l'asse *y*, mentre il campo magnetico è applicato lungo *z* e forma un angolo  $\alpha = \frac{\pi}{2}$  con **J**. Combinando la relazione (1.5.2) con l'Eq.(1.5.4), dall'Eq.(1.5.1) si ottiene la *resistività di flux flow* 

$$\rho_{ff} = \frac{\partial E}{\partial J} = \frac{\phi_0 B}{\eta} = \frac{\rho_n B}{B_{c2}} \tag{1.5.5}$$



Figura 1.18: Configurazione con la forza di Lorentz massima.

#### 1.5.2 Regime di flux creep

Per ridurre la dissipazione dovuta al moto dei vortici, è necessario introdurre nei materiali superconduttori difetti (centri di pinning) per ancorare le linee di flusso. In un materiale superconduttore reale le impurezze o i difetti possono modificare localmente la distribuzione spaziale del campo magnetico o del parametro d'ordine  $\psi$ , tali che l'effetto del pinning può essere descritto in termini di un potenziale d'interazione locale U.

Se si applica una densità di corrente **J** si verifica una asimmetrizzazione del potenziale, con un abbassamento delle barriere di potenziale, risentite dal flussone, nel verso in cui è diretta la forza di Lorentz, ovvero ortogonale alla corrente (si veda la Fig.1.19). Se  $\Delta U$  è l'incremento di energia potenziale dovuto alla forza di Lorentz, allora l'altezza della barriera diviene  $U_0 - \Delta U$  per spostamenti nel verso concorde alla forza ( $U_0$  è l'altezza della barriera nel sito considerato), e risulta aumentata a  $U_0 + \Delta U$  nel verso opposto.

Comunque, non s'instaura alcun moto flussonico finché  $F_p > F_L$ , ovvero la corrente applicata non eccede il valore di *corrente critica*  $\mathbf{J}_c$ 

$$\overrightarrow{F_p} = \overrightarrow{-F_L} = \overrightarrow{B} \times \overrightarrow{J_c} \tag{1.5.6}$$

che dipende dalla temperatura, dal campo magnetico e dalla densità di difetti, e oltre il quale si misura nuovamente una dissipazione. Come evidenziato nel modello di Anderson e Kim [41], questo è vero solo a T = 0K. A temperatura finita  $T < T_c$ , l'attivazione termica può permettere ad ogni flussone vincolato di saltare le barriere del potenziale di pinning U, anche se  $F_L < F_p$ ; questo



Figura 1.19: Effetto della forza di Lorentz sul potenziale di pinning: (a) corrente nulla, il potenziale è in media simmetrico in ogni direzione; (b) - (c) corrente non nulla, l'altezza della barriera di potenziale diminuisce nel verso in cui è applicata la forza fino al libero flux flow.

fenomeno è detto di *flux creep* e descritto, in assenza di corrente, in termini di una frequenza di salto attivata termicamente:

$$\nu_{fc} = \nu_s e^{-U_0/(k_B T)} \tag{1.5.7}$$

dove  $\nu_s$  è una frequenza caratteristica del processo. Applicando una densità di corrente J si determina l'asimmetrizzazione della barriera di potenziale di una quantità  $U_L \propto J$  pertanto la frequenza di salto nella direzione della corrente risulta:

$$\nu_{fc} = \nu_s e^{-(U_0 - U_L)/(k_B T)} - \nu_s e^{-(U_0 + U_L)/(k_B T)}$$
(1.5.8)

#### 1.5.3 Diagramma di fase H-T

Il reticolo di Abrikosov è un modello semplificato rispetto alla grande varietà di configurazioni *stato di vortici* in cui possono presentarsi i flussoni nel diagramma di fase H-T; la complessità di questo stato è dovuta alla competizione tra i seguenti fattori:

- gli alti valori della profondità di penetrazione  $\lambda$  comportano una bassa elasticità del reticolo e della tensione di linea dei flussoni;
- la forte anisotropia del materiale e le temperature sufficientemente elevate favoriscono la distorsione delle linee di flusso. Poiché la struttura del reticolo di vortici dipende dal grado di accoppiamento tra i piani superconduttivi rispetto all'energia termica, ogni vortice può separarsi in una pila di vortici bidimensionali (pancake), accoppiati solo magneticamente, ciascuno dei quali può muoversi singolarmente dissipando energia;
- il disordine ricopre un ruolo importante: i centri di pinning risultano efficaci quando le loro dimensioni spaziali sono dell'ordine di ~ ξ. Nei SATT, visti i piccoli valori di ξ, anche i difetti di dimensioni nanometriche possono risultare importanti;
- gli effetti termici tendono a disaccoppiare le linee di flusso provocando una distorsione del reticolo ed un deancoraggio dai centri di pinning.



Figura 1.20: Diagramma di fase con la rappresentazione pittorica delle fasi di vortici.

Dall'azione combinata di questi effetti ne risulta il diagramma di fase di Fig.1.20. Il reticolo di vortici di Abrikosov è limitato ad una regione a bassi valori di H e T: il sistema di flussoni ha un'ordine a lungo raggio e le linee di flusso risultano mutuamente interagenti. Aumentando la temperatura il sistema subisce una transizione alla fase liquida in cui l'energia termica è sufficientemente elevata da permettere ai flussoni di muoversi liberamente. Nella fase di *liqui*do i vortici sono mobili e hanno correlazioni spaziali a corto raggio; le linee di flusso si muovono sotto l'azione di una corrente producendo una resistività non nulla,  $\rho > 0$ . A più basse temperature le interazioni tra i vortici favoriscono l'instaurarsi di una struttura reticolare mentre i difetti del materiale, disposti casualmente, tendono a fissare le linee in altre posizioni rispetto alla struttura reticolare (interazione vortice-reticolo) destabilizzando il reticolo e sostituendolo con una fase disordinata, detta vetro di vortici. Queste nuove



Figura 1.21: Diagramma di fase con la rappresentazione della linea d'irreversibilità.

fasi termodinamiche si sostituiscono al reticolo di Abrikosov nel diagramma di fase H-T e sono separate dalla *linea di irreversibilità* che rappresenta una vera e propria transizione del secondo ordine, distinta dalla transizione superconduttiva.

Le prestazioni della corrente critica e della linea di irreversibilità sono controllate dal comportamento dei vortici; per ottenere valori più alti possibile della corrente critica che della linea di irreversibilità, la ricerca di base ha bisogno di comprendere e controllare le configurazioni statiche e dinamiche dello stato di vortici.

# 1.6 Superconduttori reali

La maggior parte dei superconduttori devono funzionare in campi magnetici abbastanza intensi che determinano alte densità di vortici.

Per evitare le consequenze legate al moto dei vortici si ricorre alla manipolazione dello stato dei vortici. Nel prossimo paragrafo sono discussi i concetti che riguardano i meccanismi del moto dei vortici e regimi di pinning nei materiali superconduttori reali per illustrare i benefici dei moderni meccanismi di manipolazione dello stato dei vortici tesi a migliorarne le prestazioni in termini di densità di corrente. Ciò sembra possibile visto che i valori più alti di densità a campo nullo  $J_c(0,T)$  misurati nell'YBCO sono ancora lontani dal limite massimo fissato dalla teoria [42] (pari a ~ 10 – 20% della corrente di disaccoppiamento  $J_0$ ), come da Fig.1.22.



Figura 1.22: I valori di densità  $J_c(0,T)$ , a campo nullo, misurati nell'YBCO sono ancora lontani dal limite massimo fissato dalla teoria pari a ~ 10 - 20% della corrente di disaccoppiamento  $J_0$ .

# 1.7 Meccanismi di pinning nei superconduttori reali

Come discusso, il moto dei vortici in presenza di centri di pinning può essere descritto come il moto in un determinato potenziale. L'efficacia del pinning

#### 1.7 Meccanismi di pinning nei superconduttori reali

può essere studiata con sonde dc; in tal caso, si ha il deancoraggio completo delle linee di flusso trascinate a lunghe distanze e la dinamica del moto viene determinata principalmente dall'altezza delle buche di potenziale di pinning. Diversamente, sotto l'azione di una corrente alternata, il vortice esegue piccole oscillazioni nelle buche e quindi un'analisi a microonde testa piuttosto la ripidità delle buche di potenziale. Per piccoli spostamenti del flussone nella buca, in regime armonico, la forza di richiamo di pinning si può descrivere in termini dello spostamento  $F_p = k_p x$ , dove il coefficiente  $k_p$  è detto la costante di pinning o parametro di Labusch. La forza di pinning totale sull'intero volu-



Figura 1.23: Il moto dei vortici nelle buche di potenziale di pinning; sotto l'azione di una corrente alternata, il vortice esegue piccole oscillazioni nelle buche testandone la ripidità.

me è ottenuta come somma sulle forze di pinning elementari  $f_p$  (meccanismo d'interazione del flussone con il centro di pinning) o definita dalla stabilità del reticolo delle linee di flusso ancorate (meccanismo d'interazione tra le linee di flusso). Entrambi questi meccanismi vengono illustrati di seguito. In generale, i meccanismi di pinning e di moto delle linee di flusso nei superconduttori SATT reali possono essere discussi in quattro Fasi:

- 1. l'interazione tra il singolo centro di pinning ed il vortice sta alla base del pinning;
- 2. l'interazione tra i vortici determina la formazione del reticolo di vortici e ne definisce le proprietà di reazione alla forza di trascinamento ed al pinning elementare;
- 3. con la corretta somma degli effetti calcolata su molti centri di pinning disposti in posizioni casuali si tiene conto dell'interazione tra vorticecentro di pinning e di quella vortice-vortice fornendo una stima della massima forza di pinning di volume  $F_{p,max}$  del sistema;

4. infine, i meccanismi risultanti del moto e del pinning di vortice devono tener conto dell'omogeneità del materiale superconduttivo sulla scala delle lunghezze caratteristiche superconduttive stesse.

Di seguito si descrivono le quattro Fasi in dettaglio.

Fase 1 L'interazione elementare vortice-centro di pinning dipende dal tipo di difetto. Questa si origina tra il vortice ed i difetti presenti nel materiale superconduttore. I superconduttori reali possiedono sempre dei difetti naturali (ad esempio bordi grano, dislocazioni, precipitati) che limitano la corrente critica ad un valore finito.

Le interazioni vortice-centro di pinning si possono classificare nelle seguenti categorie:

- *interazione geometrica o morfologica* (dovuta alla variazione dello spessore e della superficie del campione);
- interazione magnetica associata all'interfaccia tra materiale superconduttivo e non (come il vuoto e i precipitati estesi) parallelamente al campo magnetico applicato. Tale interazione è determinata dal gradiente del campo nel superconduttore (e quindi dalla profondità di penetrazione  $\lambda$ );
- interazione di core che nasce dall'accoppiamento delle proprietà locali distorte del superconduttore con la variazione del parametro d'ordine superconduttivo. Trascurando il caso complicato del pinning dovuto alle variazioni spaziali della superficie di Fermi o delle proprietà magnetiche, esistono solo due meccanismi predominanti per il pinning di core:  $\delta T_c$ -pinning (variazioni spaziali della densità, dell'elasticità del materiale) e  $\delta \kappa$ -pinning (variazione del libero cammino medio dell'elettrone).

Nei SATT, la lunghezza di penetrazione magnetica  $\lambda$  è maggiore della lunghezza di coerenza superconduttiva  $\xi$ . Pertanto, in questi materiali l'interazione magnetica non ricopre un ruolo rilevante per il pinning di vortice, mentre domina il pinning di core (trattato in Appendice A, e sopprattutto il  $\delta\kappa$ -pinning).

La situazione cambia nel caso di difetti introdotti artificialmente. Per le applicazioni a film sottili tra i candidati principali di difetti artificiali vi sono i difetti ottenuti per deposizione, come colonnari ed altre strutture, i difetti ottenuti per irradiazione, i punti magnetici (dots). A seconda della dimensione dei difetti artificiali (alcuni più grandi di  $\xi$  e spesso anche di  $\lambda$ ), della scelta del tipo di materiale (vuoto, isolante, metallo, magnetico) e della forma, saranno presenti i diversi tipi d'interazione (geometrica, magnetica, di core) o una combinazione di queste.

- Fase 2 L'interazione tra vortici porta alla costituzione di reticoli di vortici. In presenza di una forza di trascinamento minore della forza di pinning, il reticolo di vortici potrà essere deformato per l'interazione vortice-centro di pinning. La deformazione potrà essere elastica o plastica. I meccanismi che intervengono sono paragonabili a quelli che si verificano nei solidi soggetti a tensioni interne. Se le tensioni sono piccole, il reticolo di vortici può raggiungere una posizione di equilibrio rispetto alla distribuzione di centri di pinning senza che avvenga una deformazione plastica del reticolo stesso; altrimenti dalla deformazione discenderanno un certo numero di difetti.
- Fase 3 Una corretta somma degli effetti su molti centri di pinning distribuiti in posizioni casuali porta alla definizione della forza di pinning di volume massima  $F_{p,max}$ , avendo considerato le interazioni elementari dei vortici, la distribuzione e la densità dei centri di pinning, il tipo di deformazione del reticolo di vortici. Notiamo come tale forza massima  $F_{p,max}$  non sia automaticamente pari alla forza di pinning  $F_p = J_c B$ , associata invece all'avvio del moto dei vortici. Il problema della somma può essere risolto considerando il caso più semplice in cui ogni centro di pinning esercita la sua forza di ancoraggio massima,  $f_p$ , sul reticolo di vortici; in tal caso la forza di pinning è pari alla somma diretta

$$F_{p,DS} = -F_{p,max} = \sum (\frac{f_p}{V})$$
 (1.7.1)

A bassa intensità di campo magnetico, nel caso in cui il parametro del reticolo  $a_0 \gg \lambda$ , la somma diretta è appropriata, in quanto l'interazione vortice-vortice risulta trascurabile. A campi magnetici moderati o forti lo scenario cambia. La forza di pinning deve essere allora valutata considerando adeguatamente nella somma le interazioni elementari vortice-centro di pinning. Questo problema è stato a lungo dibattuto e dapprima risolto secondo le teorie di pinning collettivo [43, 44, 45, 46]. Successivamente sono state introdotte alcune modifiche a queste teorie di pinning collettivo proprio per tener conto delle peculiarità dei SATT [47], assumento un sistema di centri di pinning di dimensioni confrontabili con  $\xi$  [50, 51, 52], come trattato nel successivo par.(1.7.1).

**Fase 4** Il meccanismo di moto dei flussoni determina l'inizio della dissipazione in presenza di una forza di trascinamento. Tale meccanismo definisce una

forza di pinning sperimentale  $F_p$  tale che

$$\overrightarrow{F}_{p} = \overrightarrow{J}_{c} \times \overrightarrow{B} \quad con \quad F_{p} \le F_{p,max} \tag{1.7.2}$$

ovvero, come già osservato, la forza critica  $F_p$  può differire dal valore massimo della forza di pinning  $F_{p,max}$ . Essa dipende (1) dalla relazione d'interazione vortice-vortice e vortice-centro di pinning e (2) dall'omogeneità del superconduttore su una scala di lunghezza maggiore della lunghezza di coerenza. Così, il meccanismo di moto dei vortici dipende dall'intensità, dalla distribuzione dei centri di pinning, ma anche dalla risposta elastica o plastica del reticolo di vortici, e dall'omogeneità del materiale superconduttivo. Questi fattori combinati generano due diversi meccanismi di dinamica: *pin breaking e flux-line shear*. Il *pin breaking* avviene se le differenze tra le forze di deancoraggio dei vortici primi vicini sono minori in confronto all'interazione tra vortici, allora il reticolo verrà ancorato o non ancorato [43]. Il volume di pinning viene allora calcolato come somma statistica delle interazioni elementari in un *volume di correlazione*  $V_c = L_c R_c^2$  [46] in cui esiste un ordine a corto raggio e i vortici risultano disposti periodicamente:

$$F_p = F_{p,PB} = F_{p,max} = \sqrt{\frac{n\langle f_p^2 \rangle}{V_c}} = \sqrt{\frac{W(0)}{V_c}}$$
 (1.7.3)

dove  $L_c$  and  $R_c$  sono le lunghezze di correlazione perpendicolare e parallela alla direzione del campo magnetico, n denota la densità di centri di pinning e W(0) reppresenta il parametro di pinning collettivo.

Quando la forza di pinning locale varia apprezzabilmente su lunghezze confrontabili o maggiori della distanza tra vortici, i vortici iniziano a muoversi indipendentemente finché la forza di trascinamento supera la condizione di flusso di tensione del reticolo di vortici. In questa condizione definita di *flux-line shear*, la forza di pinning è determinata dall'interazione tra vortici, dalle proprietà plastiche di separazione del reticolo [53, 54, 55, 56],

$$F_p = F_{p,FLS} = GC_{66} \propto \frac{B_{c2}^2}{w} b(1-b)^2$$
 (1.7.4)

dove  $C_{66} \propto B_{c2}^2 b(1-b)^2$  rappresenta il modulo di separazione del reticolo di vortici, G un fattore geometrico,  $b = B/B_{c2}$  il campo ridotto, e  $B_{c2}$  il campo ridotto, e  $B_{c2}$  il campo ridotto.

#### 1.7.1 Regimi di pinning in presenza di difetti correlati

Il modello di vetro di vortici descrive correttamente la risposta di un superconduttore nel caso in cui il disordine sia non correlato, come vacanze di ossigeno o difetti puntiformi (par.1.5.3). In presenza di *disordine correlato*, come dislocazioni o difetti colonnari, le proprietà della transizione cambiano e il sistema viene descritto come un Vetro di Bose. I difetti colonnari sono un tipo di disordine correlato che può essere prodotto artificialmente introducendo nanoinclusioni nei target di deposizione. La concentrazione  $n_d$  delle colonne nel campione può essere controllata variando la percentuale d'inclusioni nei target. Il campo a cui la densità dei vortici è pari a  $n_d$  è noto come campo di matching,  $B_{\phi} = n_d \phi_0$  e rappresenta una configurazione in cui vi è una corrispondenza uno ad uno tra i vortici e i siti colonnari.

Il potenziale di pinning  $U_P$  è rappresentato da una matrice di difetti posti ad una distanza media  $d_r$  che rappresentano le buche di potenziale in cui vengono ancorati i vortici.

Si consideri dapprima il regime di campo magnetico in cui l'interazione tra i vortici non sia abbastanza forte da provocare un allontanamento, della linea di vortice dal difetto, superiore allo spazio medio  $d_r$  tra le colonne.

La transizione solido-liquido nei superconduttori con difetti colonnari ed il campo applicato lungo la direzione delle colonne è stata studiata secondo l'analogia tra il sistema di vortici e la localizzazione dei bosoni quantistici in due dimensioni [48, 49]; il risultato è un diagramma di fase in cui, a bassa temperatura, esiste un Vetro di Bose, separato da una brusca transizione di fase alla temperatura  $T_{BG}$ , da un liquido di vortici. A differenza della fase di vetro di vortici disordinata, in cui le linee di flusso si muovono per adattarsi al potenziale di pinning, nel Vetro di Bose i vortici sono localizzati sui difetti colonnari. Quando viene applicata una corrente elettrica ortogonale al campo magnetico applicato alcune parti delle linee di vortice (loop) possono venire eccitate allontanandosi dai difetti colonnari. La forma e grandezza dei *loop* sono determinate dal bilancio tra l'energia elastica delle linee di vortice,  $\tilde{\varepsilon}_l r^2/z$ , l'energia di pinning  $U_p z$  e l'energia immagazzinata dovuta alla forza di Lorentz,  $\phi_o j z r$ , dove  $\tilde{\varepsilon}$  è l'energia della linea di vortice,  $U_p$  è l'energia di pinning per unità di lunghezza, z è la lunghezza della porzione di vortice che viene allontanato e r è la dimensione trasversa del loop. Dal bilancio tra l'energia di pinning e l'energia dovuta alla forza di Lorentz si trova che la dimensione trasversa r dei loop decresce al crescere della densità di corrente

$$r = \frac{U_p}{j\phi_0} \tag{1.7.5}$$

Per correnti sufficientemente basse i loop potrebbero raggiungere un difetto vicino, formando un doppio nodo (kink). Consideriamo il caso in cui i difet-

ti colonnari ed il campo magnetico siano paralleli all'asse-c, un'illustrazione schematica della struttura di vortice nella fase di vetro di Bose è riportata in Fig.1.24. Il vetro di Bose è descritto da due lunghezze di correlazione legate alla grandezza dei loops di vortici. Le linee di vortice possono allonatanarsi dal difetto fino ad una distanza pari alla lunghezza di localizzazione  $\xi_{\perp}$ , che definisce la lunghezza di correlazione perpendicolare al campo magnetico applicato. Questa diverge alla temperatura di vetro di Bose  $T_{BG}$ :

$$\xi_{\perp}(T) \sim |T - T_{BG}|^{-\nu_{\perp}}$$
 (1.7.6)

con  $\nu_{\perp} \geq 1$ . Esiste anche una lunghezza di correlazione parallela al campo magnetico,  $\xi_{\parallel}$ , che diverge a  $T_{BG}$  ma con un diverso esponente:

$$\xi_{\parallel}(T) \sim |T - T_{BG}|^{-\nu_{\parallel}}$$
 (1.7.7)

dove  $\nu_{\parallel} = 2\nu_{\perp}$ . Il tempo di rilassamento delle fluttuazioni è dato da  $\tau \sim \xi_{\perp}^z$ .  $\nu$  e z sono gli esponenti critici costanti statico e dinamico. La forma della *linea* 



Figura 1.24: Quando si applica una corrente in direzione trasversale, le linee di vortice possono essere eccitate al di fuori dei difetti colonnari. Ad alte correnti i loop sono piccoli e non raggiungono i difetti vicini (a). A basse densità di correnti l'eccitazione cresce e le linee di vortice dendono ad ancorarsi su colonne adiacenti (b).

del Vetro di Bose che corrisponde alla transizione vetro-liquido nel diagramma di fase, dipende dal campo magnetico. Larkin and Vinokur hanno studiato questa dipendenza e proposto la seguente illustrazione [49]. A campi bassi, dove la distanza tra i vortici è più grande della profondità di penetrazione, la linea del vetro di Bose segue

$$B_{BG} \propto \left(\frac{T_c - T}{T}\right)^4 \tag{1.7.8}$$

in cui  $T_c$  è la temperatura di transizione in campo nullo. A campi più alti, deve essere considerata l'interazione tra i vortici. La forma della linea di melting  $B_m(T)$  caratteristica di un campione puro si trasforma allora nella linea di transizione vetro di Bose in presenza di disordine correlato rappresentato dai difetti colonnari e segue l'espressione  $B_{BG} \propto (T_c - T)^6$  o  $B_{BG} \propto (T_c - T)^3$  a seconda della quantità di disordine [49]. La prima espressione vale a temperature al di sopra di una temperatura caratteristica  $T_{dp}$  alla quale la grandezza delle fluttuazioni termiche in direzione ortogonale è confrontabile alla lunghezza di coerenza, mentre la seconda è valida a  $T < T_{dp}$ . Un diagramma di fase schematizzato è mostrato in Fig.1.25.



Figura 1.25: Schema del diagramma di fase per i superconduttori con alta concentrazione di difetti colonnari e campi applicati paralleli alle colonne, su cui sono indicati il campo di matching  $B_{\phi}$  e la linea di Vetro di Bose.Diagramma di pinning di un superconduttore ad alta temperatura considerando le fluttuazioni termiche e il disordine correlato (difetti colonnari)

Nella fase di vetro di Bose il campo  $B_{rb}$  separa la porzione del piano H-T in cui i vortici sono ancorati individualmente (*pinning individuale* da una o più colonne) a bassi campi e temperature, dalla regione a temperature più alte in cui la concentrazione dei vortici è maggiore e ci sono molti vortici per centro di pinning (*pinning collettivo*); le linee di flusso vengono ancorate collettivamente in *bundle* di vortici. Inoltre, a campi  $B < B_{rb}$ , il numero delle colonne supera quello dei vortici, quindi ogni vortice può sistemarsi nel potenziale di pinning (per spostamenti medi  $u < d_r/2$ ) senza interferire con gli altri vortici presenti nel sistema [50].

A campi intermedi  $B_{rb} < B < B_{BG}$ , i vortici formano un reticolo, e l'interazione tra le linee di flusso è dominante, conducendo sia a pinning collettivo di bundle o a pinning plastico.

Consideriamo ora il caso in cui varia l'angolo tra il campo magnetico e le colonne. Il vetro di Bose è stabile per piccole inclinazioni, ovvero, le linee di vortice rimangono bloccate sui difetti colonnari perfino quando il campo applicato non è parallelo alle colonne. Questo fenomeno conosciuto come effetto Meissner trasverso è stato osservato sperimentalmente nelle misure di magnetizzazione. Questo stato permane stabile fino ad un angolo critico d'inclinazione  $\theta_L$  che per l'YBCO pari a  $\theta_L \approx 2$ . Non appena il campo magnetico viene inclinato



Figura 1.26: Variazione dell'angolo tra il campo magnetico e le colonne dirette lungo l'asse-c .(a) per angoli  $\theta < \theta_L$  le linee di vortice sono bloccate sulle colonne. (b) per angoli  $\theta_L < \theta < \theta_a$  i vortici si accomodano sui difetti colonnari formando una struttura a scala. (c) Ad angoli  $\theta > \theta_a$  i kink scompaiono e i vortici prendono la direzione parallela al campo applicato.



Figura 1.27: Aumento del pinning di vortice nel diagramma di fase  $T, \theta, H$ con un angolo maggiore di  $\theta_L$  si origina nel solido una struttura di vortici kink.

I loop delle linee di vortice vengono intrappolati in difetti vicini, connessi tramite kink, e assumono una struttura a scala (*staircase structure*). In questa fase la resistività aumenta in confronto alla fase in cui sono allineati lungo l'asse-c e risultano bloccati, poiché i kink possono muoversi lungo i difetti colonnari. Tale fase persiste fino all'angolo d'accomodamento  $\theta_a$ , determinato dalla competizione tra l'energia della linea di vortice,  $\tilde{\varepsilon}_l$ , e l'energia di pinning per unità di lunghezza,  $U_P$ , dove

$$\tan \theta_a \approx \left(\frac{U_P}{\tilde{\varepsilon}_l}\right)^{1/2} \tag{1.7.9}$$

Questa espressione è valida a bassi campi magnetici, in cui l'interazione tra i vortici ed i difetti colonnari è più importante dell'interazione vortice-vortice. Ad angoli superiori a  $\theta_a$  i kink scompaiono e la linea di vortice segue la direzione media tra quella parallela al campo applicato e le deviazioni dovute alle fluttuazioni termiche.

Per le applicazione tecnologiche di questi dispositivi è allora opportuno distinguere i diversi contributi al pinning che modificano il diagramma di fase  $T, \theta, H$ : il pinning intrinseco che si origina dalla struttura stratificata dell'YB-CO e si misura a campi allineati ai piani ab ( $\theta = 90^{\circ}, B \parallel ab$ ), il pinning correlato lungo l'asse-c ( $\theta = 0^{\circ} B \parallel c$ ) ma che si allarga anche ad angoli più alti.

## **1.8** In conclusione

Nei paragrafi precedenti si è mostrato come l'elettrodinamica dei superconduttori nello stato misto sia particolarmente complessa a causa della dissipazione legata al moto delle linee di flusso del campo magnetico quantizzato e delle interazioni flussoni-difetti del materiale. Inoltre sono state presentate le possibili applicazioni tecnologiche di questi materiali e le limitazioni legate alla loro complessità strutturale. Il capitolo successivo è dedicato ad una breve rassegna sulle principali tecniche ingegneristiche, a livello internazionale, per la crescita dei materiali con difetti artificiali che conducono a riduzione di tale dissipazione e quindi ad un innalzamento delle proprietà critiche per il trasporto di corrente.

# Capitolo 2

# SATT: dai difetti naturali alle nanostrutture

L'applicazione dei superconduttori nei dispositivi di potenza o nei cavi dipende dalla capacità di ancorare i vortici e la regione d'applicabilità, in termini di temperatura e campo magnetico è diversa a seconda delle realizzazioni.

La manipolazione dei film superconduttori con la nanoingegneria ha l'obiettivo di ancorare i vortici tramite l'introduzione di centri di pinning artificiali (APC), rappresentati ad esempio da centri di pinning estesi, che riducono la dissipazione dovuta al moto dei vortici. Quando si vogliono modificare le proprietà del profilo di potenziale di pinning, si cerca una risposta a domande del tipo: cosa controlla il potenziale di pinning dei vortici? Come e quanto costa alzare i valori della corrente critica  $J_c$  e della linea di irreversibilità? Le nanostrutture possono aumentare  $J_c$  ad alti campi?

Nei paragrafi seguenti sono illustrate le diverse metodologie per la realizzazione di nanostrutture proposte da differenti gruppi di ricerca internazionali, e discussi i relativi risultati sperimentali.

# 2.1 Nanoparticelle

Il gruppo di ricercatori dell'Università di Cambridge (UK) e del Laboratorio Nazionale di Los Alamos (USA) [24] è stato il primo a presentare la possibilità di aumentare il pinning nell'YBCO suggerendo l'inclusione di una *seconda fase* epitassiale di BZO. Le ragioni principali che hanno determinato la scelta del BZO sono state le seguenti:

1. può crescere epitassialmente con l'YBCO, e sebbene vi sia un grande mismatch tra i reticoli ( $\sim 9\%$ ), comunque questa seconda fase può introdurre dei difetti che aumentano il pinning nel superconduttore; 2. l'elemento Zr non si sostituisce nella struttura dell'YBCO.

In Fig.2.1 sono mostrati i risultati per un YBCO puro ed un YBCO-BZO con percentuale di inclusioni di BZO pari a 5mol%, con una temperatura critica leggermente più bassa rispetto al campione puro. Un campo magnetico applicato viene ruotato nel piano perpendicolare alla direzione del flusso di corrente di un certo angolo  $\theta$  rispetto all'asse-c del film (si veda Fig.2.5b). In Fig.2.1a viene presentato  $J_c/J_c^{sf}$  (in autocampo, ovvero senza campo esterno) in funzione al campo magnetico (H||c) per due film di YBCO-BZO di diverso spessore con uno puro, cresciuti su substrati di STO; in Fig.2.1b i campioni confrontati sono stati realizzati con una tecnica di deposizione diversa (IBAD) su MgO. Il risultato principale della ricerca è uno spostamento verso valori più l'alti di



Figura 2.1: Densità di corrente critica a 75.5 K rispetto al campo magnetico applicato all'asse c per un YBCO puro e film di YBCO/BZO depositati su differenti substrati. In inserto: dipendenza angolare di Jc a 1 T, i simboli aperti si riferiscono all'YBCO puro i pieni per l'YBCO/BZO.

 $J_c$  nel caso dei campioni di YBCO-BZO. L'aggiunta di BZO aumenta chiaramente il campo di irreversibilità. Nell'inserto in Fig.2.1a, viene presentata la dipendenza dall'angolo di  $J_c$  ad 1T; uno spostamento verso l'alto della curva dell'YBCO-BZO, in particolare in corrispondenza del picco lungo l'asse-c, è indicativo del forte contributo al pinning da parte dei difetti inclusi di BZO;  $J_c$  aumenta rispetto al campione puro nell'intervallo angolare da 0° a ~ 80°. Dalle immagini al microscopio a forza atomica (AFM) dell'YBCO-BZO su STO (Fig.2.2a), si vedono chiaramente le nanoparticelle distribuite sulla superficie del film YBCO-BZO, non presenti invece nel puro. L'immagine a contrasto di fase Fig.2.2b mostra come queste nanoparticelle siano composte da una fase diversa rispetto a quella dell'YBCO. Le sezioni trasversali osservate al



Figura 2.2: Le immagini AFM dell'YBCO-BZO su STO mostrano nanoparticelle distribuite sulla superficie del film YBCO-BZO, non presenti invece nel puro. L'immagine a contrasto di fase mostra come queste nanoparticelle siano composte da una fase diversa dall'YBCO.



Figura 2.3: Le sezioni trasversali al TEM confermano la presenza di nanoparticelle incassate nel reticolo dell'YBCO. Sono inoltre presenti dislocazioni allineate lungo c e distanziate meno di 50 nm, indicate dalle frecce nere.

microscopio a trasmissione elettronica (TEM) confermano la presenza di nanoparticelle inserite nel reticolo dell'YBCO. Sono inoltre presenti dislocazioni allineate lungo c e distanziate meno di 50 nm, indicate dalle frecce nere in Fig.2.3. La densità minima di difetti colonnari misurata nell'YBCO-BZO è  $400\mu m^{-2}$ , in confronto a ~  $80\mu m^{-2}$ , misurata nell'YBCO cresciuto per PLD. Le dislocazioni formano una famiglia di difetti correlati lineari che producono un pinning uniassiale lungo l'asse-c, consistente con l'aumento di  $J_c$  in questa direzione.

In generale, nei campioni superconduttori con nanoinclusioni si è registrata una riduzione della temperatura di transizione superconduttiva  $T_c$ , ponendo pertanto un limite massimo alla percentuale di inclusioni che è possibile introdurre. La chimica dei materiali può aiutare nella scelta di queste nanoparticelle per migliorare la riproducibilità dei risultati, ponendo attenzione alla



Figura 2.4: Le misure di resistenza in temperatura mostrano che aggiungendo la fase  $Gd_3TaO_7$ , 18 mol%  $T_c$  non diminuisce. Le immagini al TEM del campione YBCO + 5mol% ErTaO mostrano la formazione di nanofili molto sottili lungo l'asse-c e di nanoparticelle orientate casualmente, indicate dalle frecce.

loro nucleazione e crescita. Per queste ragioni, recentemente, lo stesso gruppo di ricerca si è focalizzato sullo studio di un composto cubico del tantalio,  $RE_3TaO_7$  (RTO), come un possibile candidato per includere pinning correlato nell'YBCO [57]. Il buon matching tra i reticoli del RTO e dell'YBCO e le caratteristiche strutturali simili, hanno permesso di determinare un controllo migliore sulla crescita e l'assemblaggio delle nanoparticelle.

I target di deposizione sono costituiti da polveri di YBCO con  $Ta_2O_5 \in RE_2O_3$ (RE = Gd, Er, Yb) in percentuali 1, 1.5, 3, 5 e 8 mol%; i film sono depositati tramite PLD su substrati (001) di STO.

Le temperature critiche  $T_c$  sono pari a 91 ± 1K, prossime a quella dell'YBCO puro (Fig.2.4), dimostrando come questa *seconda fase*, non perturbi il reticolo dell'YBCO.

Le immagini al TEM del campione YBCO + 5mol% ErTaO, Fig.2.4, mostrano la formazione di nanofili molto sottili ( $\sim 5nm$ ) lungo l'asse-c e di nanoparticelle di grandezza 5-25nm orientate casualmente, indicate dalle frecce. L'estremità delle colonne pari a 10 - 20nm corrisponde ad un campo di matching di 3.8 T. Le colonne sono lineari e si estendono su tutto lo spessore del film.

La Fig.2.5a mostra un aumento significativo di  $J_c$  per campi paralleli all'asse-c nei campioni con RTO pari a 1.5 e 5 mol% rispetto all'YBCO puro. A campi più alti, il valore di  $J_c$  per i due campioni a 5 mol% è maggiore di quello del puro e a 1.5 mol%, risultato indicativo di una densità maggiore di nanofili. I campioni con l'aggiunta di inclusioni pari a 8 mol% non mostrano alcun miglioramento rispetto al campione a 5 mol% a 77 K. In Fig.2.5c viene presentata la misura di  $J_c$  in angolo a 1 T per i film YBCO + RTO con 1.5 e 5 mol%


Figura 2.5: Densità di corrente critica in funzione del campo magnetico applicato lungo l'asse-c nei campioni con RTO pari a 1.5 e 5 mol% rispetto all'YBCO puro. A campi più alti, il valore di  $J_c$  per i due campioni a 5 mol% è maggiore di quello del puro e a 1.5 mol%, risultato indicativo di una densità maggiore di nanofili. Dalla misura di  $J_c$  in angolo a 1 T per i film YBCO + RTO con 1.5 e 5 mol% di inclusioni di RTO, risulta evidente l'ottimo miglioramento ottenuto nei film YBCO + RTO nell'intero intervallo angolare. La stessa misura ripetuta a 3 T mostra come la forma dei dati in angolo sia simile a quanto osservato per i film YBCO + BZO ad eccezione di uno spostamento generale verso l'alto per l'effetto combinato del forte pinning correlato lungo l'asse-c e del pinning casuale.

di inclusioni di RTO. I dati sono stati confrontati con un film puro di YB-CO cresciuto con PLD di spessore  $0.5\mu m$ , e un film YBCO + BZO di simile spessore. Risulta evidente l'ottimo miglioramento ottenuto nei film YBCO + RTO nell'intero intervallo angolare. La stessa misura ripetuta a 3 T (Fig.2.5d) mostra come la forma dei dati in angolo sia simile a quanto osservato per i film YBCO + BZO ad eccezione di uno spostamento generale verso l'alto per l'effetto combinato del forte pinning correlato lungo l'asse-c e del pinning casuale. Con le inclusioni di RTO si osserva un pinning più forte, misurando  $J_c$  pari a  $0.86MAcm^{-2}$  a 1 T e  $0.38MAcm^{-2}$  a 3 T senza riduzione di  $T_c$ . Passando da 1 a 3 T, si vede come il picco, dovuto al pinning correlato dei nanorod di RTO, inizi a dominare solo a campi più alti ad un angolo pari a  $\theta = 0^{\circ}$ .

## 2.2 Nanorod

La seguente attività di ricerca è stata svolta in Italia nell'ambito di un contratto di ricerca attivo tra il Centro Ricerche ENEA di Frascati, l'Università Roma Tre.

I film superconduttori realizzati sono YBCO di alta qualità con una percentuale di polveri sub-micrometriche di BaZrO<sub>3</sub> (BZO) pari a 0% (campione puro), 2.5%, 5%, 7%, 10% mol, tramite i quali è stato studiato l'aumento della densità di corrente critica  $J_c$  in dc in presenza di intensi campi magnetici [113, 114] e condotta un'analisi complementare alle microonde oggetto di questa tesi.

I film 0%, 2.5%, 5%, 7%, sono stati cresciuti tramite deposizione a laser (PLD), mentre gli altri due campioni con percentuali 0% e 10% di BZO mediante deposizione chimica a metallo-organico da trifluoroacetato (TAF-MOD) con ridotti tempi del processo di pirolisi. I campioni si presentano come strisce lunghe 1mm e di larghezza  $30\mu m$ , cresciute su substrati (001) di SrTiO<sub>3</sub> (STO), dello spessore  $t_d = 120 - 150$  nm.

Lo spettro di diffrazione a raggi X rivela una crescita epitassiale dei film orientati lungo l'asse-c con una rocking curve FWHM sul picco (005) pari a  $0.2^{\circ}$ per l'YBCO puro e  $0.16^{\circ}$  nei campioni di YBCO-BZO.

La densità di centri di pinning è stata valutata tramite osservazioni al SEM dopo aver sottoposto i film ad un processo di etching di 1 vol.% di Br in una soluzione di etanolo. Questa tecnica risulta efficace per valutare quantitati-vamente la densità dei difetti lineari nei film sottili. Come si vede in Fig.2.6, il film di YBCO puro presenta tracce dell'etching più grandi e meno dense se confrontato con l'YBCO-BZO a 5%mol. Assumendo che la densità delle tracce sulla superficie del film corrisponda alla densità dei difetti lineari all'interno della struttura del film, mediando su tutta l'area osservata, si trova una densità di difetti pari a  $n_{def} = 10 - 20$  e  $600 \mu m^{-2}$  nell'YBCO puro e nell'YBCO-BZO, rispettivamente. Il valore risultante per il campione puro è in accordo con la densità di dislocazioni misurate in genere nei film sottili superconduttori [59], mentre il valore più alto trovato per l'YBCO-BZO è l'evidenza diretta dell'introduzione di una grande quantità di difetti associati alle inclusioni di BZO.

Il valore di temperatura critica  $T_c$  nei film YBCO-BZO è vicino a quello dell'YBCO puro. I valori di  $T_c$ , misurati sui film con contenuto di BZO che varia da 2.5 a 7 mol %, sono compresi nell'intervallo 89.7 – 90.5K, avendo agito sulle condizioni di crescita dei film, quali la temperatura del substrato e la pressione d'ossigeno in camera di deposizione.

La Fig.2.7a mostra un confronto tra la dipendenza in campo della densità di corrente critica  $J_c$  misurata a 77K per i film puro e YBCO-BZO, in cui si osserva chiaramente un incremento delle prestazioni in campo all'aumentare del contenuto di BZO; per quantificarle sono stati valutati i rapporti  $J_c(3T)/J_{c0}$  e



Figura 2.6: Lo spettro di diffrazione a raggi X  $\theta - 2\theta$  rivela una crescita epitassiale dei film YBCO/BZO orientati lungo l'asse-c. Dalle analisi al SEM sul campione YBCO/BZO si osserva una superficie piatta e liscia; dalle immagini in sezione al TEM si può valutare la dimensione delle particelle.

% BZO	$T_{c0,min}(\mathbf{K})$	$T_{c0,max}(\mathbf{K})$	$\Delta\omega$	$J_{c0}(A/cm^2)$	$J_c(3T)/J_{c0}$	$J_c(5T)/J_{c0}$
0	90.0	91.0	$0.16^{\circ}$	4.1	0.017	0.0025
2.5	89.2	90.3	$0.12^{\circ}$	2.2	0.039	0.0083
5	90.0	90.6	0.09°	3.7	0.052	0.0125
7	89.7	90.2	$0.08^{\circ}$	1.6	0.109	0.0410

Tabella 2.1: Parametri sperimentali legati alla caratterizzazione dei campioni con diverso contenuto di BZO.  $T_{c0,min}$  e  $T_{c0,max}$ , temperature massima e minima a resistenza nulla;  $\Delta \omega$  è la FWHM dalla diffrazione a raggi X sul picco di riflessione (005); densità di corrente critica  $J_c$  misurata a 77K per i film puro e YBCO-BZO: per quantificare l'incremento delle prestazioni in campo all'aumentare del contenuto di BZO, si considerano i rapporti  $J_c(3T)/J_{c0}$  e  $J_c(5T)/J_{c0}$ , dove  $J_{c0}$  è il valore a campo nullo.

 $J_c(5T)/J_{c0}$ , dove  $J_{c0}$  è il valore a campo nullo. L'introduzione del BZO porta ad un aumento progressivo di tali rapporti, da 0.017 e 0.0025 per YBCO puro a campi 3 e 5 T rispettivamente, a 0.109 e 0.0410 per l'YBCO-BZO 7%mol (i dati riferiti agli altri campioni sono riportati in Tabella). Qualitativamente, l'andamento di  $J_c$  non cambia, rispetto al puro, con l'introduzione di BZO a 2.5%, mentre si nota un cambiamento a bassi campi con un *plateau* fino a 1 T nei film a 5 e 7%. Questo risultato suggerisce come l'introduzione del BZO non solo migliora l'efficienza del pinning ma comporta anche l'attivazione di diversi meccanismi di pinning.

Ciò viene confermato anche dall'analisi della dipendenza in angolo di  $J_c$  mostrata in Fig.2.7b, in cui  $\theta$  è l'angolo tra la direzione del campo magnetico e l'asse-c del film (si veda Fig.2.5c). L'YBCO puro e YBCO-BZO 2.5% presen-



Figura 2.7: Dipendenza dal campo magnetico della densità di corrente critica misurata sull'YBCO (cerchi) e sui film di BZO-YBCO (2.5 mol.% quadrati, 5 mol.% rombi, 7 mol.% triangoli) a 77 K e  $\theta = 0$  (campo magnetico parallelo all'asse-c). Nell'inserto la regione a bassi campi ingrandita. A destra: la dipendenza dall'angolo della densità di corrente critica misurata a 77 K e  $\mu_0 H = 1T$  per tutti i film.

tano l'andamento caratteristico dovuto al pinning standard isotropo con due picchi evidenti a  $\theta = \pm 90^{\circ}$  che corrisponde al pinning intrinseco. Al contrario, i campioni a 5% e 7% presentano un largo picco centrato in  $\theta = 0^{\circ}$ , indice della presenza di pinning correlato. Questo risultato conferma come il *plateau* a bassi campi presente nelle curve  $J_c(H)$  misurate nei film YBCO-BZO 5% e 7% possa essere attribuito al contributo di difetti colonnari estesi paralleli all'asse-c (*nanorod*).

Dall'evoluzione in temperatura (da 10 a 85 K) della  $J_c$  per YBCO-BZO 5 mol.%, riportata in Fig.2.8a, si evince la presenza dei due diversi contributi di pinning. A campi bassi, il plateau nelle curve  $J_c(H)$  si può descrivere secondo la legge  $J_c \sim H^{-\beta}$ , con  $\beta = 0.28$  a 77 K, prossimo al valore 0.3, come riportato per i film di YBCO che presentato una seconda fase. Invece, in questo caso il coefficiente  $\beta$  dipende dalla temperatura e varia da 0.34 a 0.11, a 85 K e 10 K, rispettivamente. Calcolando la derivata della dipendenza di  $J_c$  rispetto ad H, si trova un minimo in valore assoluto a 0.9 T per ogni valore di temperatura. Il valore di questo campo di transizione suggerisce un cambiamento nella dinamica del reticolo di flussoni, qualunque sia la temperatura, ad una determinata densità di flussoni che corrisponde appunto a  $\mu_0 H = 0.9$ T. Questo comportamento suggerisce l'occorrenza di un fenomeno di campo di matching: la mobilità dei flussoni si riduce occupando centri di pinning forte in una configurazione in cui vi è una corrispondenza uno ad uno tra i vortici e i siti colonnari. Il campo di matching è stato valutato pari a  $B_{\phi} = K n_{def} \phi_0$ , dove il fattore geometrico pari a K < 1 tiene conto del fatto che due difetti lineari



Figura 2.8: A sinistra: Dipendenza dal campo magnetico della densità di corrente misurata a  $\theta = 0$  per il film 5 mol.% BZO-YBCO a diverse temperature da 10 K a 85 K. A destra: Dipendenza dal campo magnetico della densità di corrente sullo stesso film ma a diversi angoli:  $\theta = 0^{\circ}$  (campo parallelo all'asse-c, cerchi),  $\theta = 50^{\circ}$  (quadrati) e  $\theta = 90^{\circ}$  (campo parallelo alla superficie del campione, triangoli). Nell'inserto la regione a bassi campi ingrandita.

più vicini della profondità di pentrazione  $\lambda$  non si possono agire come centri di pinning distinti. Ponendo  $n_{def} \sim 600 \mu m^{-2}$ , valutato con le analisi SEM, si ottiene un valore del campo di matching  $B_{\phi} = B_m = 0.85$ T per K = 0.71, consistente col fattore K = 0.7 stimato per il campo di matching dovuto alle dislocazioni nei film di YBCO.

L'effetto dei difetti colonnari sulle proprietà di trasporto del campione YBCO-BZO a 5 mol.% ha maggiore evidenza misurando le curve  $J_c(H)$  a diversi angoli  $\theta$ , poiché le misure di trasporto al variare dell'angolo sono uno strumento d'indagine efficace nel discriminare il pinning standard isotropo da quello correlato. In Fig.2.8b si presentano le dipendenze di  $J_c(H)$  a 77K e diversi angoli. L'andamento che si osserva sulle curve nella configurazione del campo parallelo all'asse-c (ovvero per  $\theta = 0^{\circ}$ ), dove il pinning è dovuto ai difetti colonnari, non è presente sulle altre. La curva che corrisponde a  $\theta = 90^{\circ}$  è determinata dal meccanismo di pinning intrinseco tipico dei superconduttori SATT a strati come l'YBCO. Si osserva come l'effetto dei centri di pinning correlati sia attivo su un esteso intervallo angolare, fino a  $\theta = 50^{\circ}$ ; una possibile spiegazione potrebbe risiedere in un allargamento della distribuzione angolare dei difetti colonnari.

## 2.3 Architetture a multistrati

Nel gruppo di ricerca giapponese dei Dipartimenti di Scienze della Materia ed Ingegneria Elettrica ed Elettronica, le colonne di BZO nei film superconduttori sono realizzate tramite impilamento durante la deposizione dei film con PLD utilizzando target con nanoinclusioni [60]. La densità delle colonne di BZO nei film viene controllata variando il contenuto di BZO nel target. L'aggiunta di BZO comporta due conseguenze sulla superconduttività: un miglioramento della forza di pinning ed una degradazione di  $T_c$ .

La lunghezza delle colonne di BZO viene controllata usando due tipi di target: YBCO puro e uno misto di YBCO-BZO. Sono stati preparati due tipi di film a multistrati, in cui sono alternati strati di YBCO puro e di YBCO/BZO con difetti. Il film A ha un'architettura di 13 strati dello spessore di 15 nm di YBCO-BZO a 1.5 wt%, separate da 12 strati di spessore 15 nm di YBCO puro; l'altro film (B) ha un'architettura di 4 strati di spessore 60 nm di YBCO-BZO a 1.5 wt%, separate da 3 strati di spessore 15 nm di YBCO puro. La schematizzazione dei due campioni denominati A e B è presentata in Fig.2.9. La



Figura 2.9: Architettura schematica dei campioni A (a) e B (b). Le regioni scure rappresentano l'YBCO con BZO; quelle chiare l'YBCO.

Fig.2.10 mostra una sezione al TEM delle architetture dei campioni a multistrati A e B. Nel campione A, la distribuzione degli strati dà origine a difetti di tipo nanoparticelle piuttosto che colonne come accade invece nel campione B. Le colonne sono al più parallele alla direzione dell'asse-c ma con una distribuzione in angolo pari a 20° rispetto a tale direzione. La Fig.2.11 mostra la dipendenza di  $J_c$  dal campo magnetico al variare dell'angolo d'inclinazione rispetto all'asse-c, per i due campioni A e B. Non si osserva alcun picco a  $\theta = 0^{\circ}$ (si veda Fig.2.5b) per valori del campo tra 1 e 7 T, stando ad indicare come non esistano nel campione A centri di pinning forte correlato lungo l'asse-c. Questo risultato è consistente con l'osservazione della microstruttura del BZO che nel campione A si aggrega in nanoparticelle piuttosto che colonne. Picchi allargati, che corrispondono ai centri di pinning correlato lungo l'asse-c, si osservano invece nel campione B a campi pari a 1 e 3 T e scompaiono a campi



Figura 2.10: Sezioni al TEM dei film di YBCO/BZO. (a) Campione A con l'architettura a 13 regioni di spessore 15 nm di YBCO/BZO 1.5 wt%, separate da 12 regioni di spessore 15 nm di YBCO; (b) campione B con l'architettura a 4 regioni di spessore 60 nm di YBCO/BZO 1.5 wt%, separate da 3 regioni di spessore 15 nm di YBCO puro.

più alti.

Questo gruppo di ricerca ha recentemente provato ad introdurre inclusioni diverse dal BZO nell'YBCO [61, 62]. Le prestazioni dei film migliorano incorporando nanorod di  $BaSnO_3$  (BSO) nella matrice di YBCO. I film YBCO-BZO a 4 wt% e YBCO-BSO a 4 wt% sono stati cresciuti per PLD su substrati a cristallo singolo di STO. In Fig.2.12 sono mostrate le immagini al TEM delle sezioni di film di YBCO con BZO e BSO. In entrambi i casi il risultato consiste nella formazione di colonne estese, anche se, a parità di concentrazione di inclusioni e di condizioni di deposizione, cambia la morfologia delle colonne. Le colonne di BZO sono più dense e di diametro più piccolo rispetto a quelle di BSO. La densità di nanorod è  $1 \times 10^{15} m^{-2}$  per il BZO e  $7 \times 10^{14} m^{-2}$  per il BSO. La caratteristica più importante è che le colonne di BZO sono curvate, con una forte deviazione rispetto alla direzione cristallografica dell'asse-c del film, mentre quelle di BSO sono diritte e parallele all'asse. In entrambi i campioni si misura una depressione di  $T_c$  rispetto al puro pari a: 87.74 K nell'YBCO-BZO e 88.57 K nell'YBCO-BSO. In Fig.2.13 viene presentata  $J_c$  rispetto a B (65K, 77 K,  $B \parallel c$ ) per questi film. Le prestazioni del campione con BSO sono superiori non solo a quelle del campione puro ma anche dell'YBCO-BZO, in tutto l'intervallo di temperatura e campi fino a 9 T. Nella stessa Fig.2.13 sono anche riportate le dipendenze in angolo normalizzate di  $J_c$  per i film YBCO-BZO e YBCO-BSO. Tutte le curve presentano un picco stretto a campi allineati ai piani ab  $(\theta = 90^\circ, B \parallel ab)$ , attribuito al pinning intrinseco che si origina dalla struttura stratificata dell'YBCO. Entrambi i campioni presentano poi un picco allargato vicino a  $\theta = 180^{\circ} (B \parallel c)$ , tipico del pinning correlato forte lungo



Figura 2.11: Dipendenza in campo magnetico di  $J_c$  al variare dell'angolo d'inclinazione rispetto all'asse-c, per i due campioni A e B. Quando il campo viene applicato in direzione parallela all'asse-c non si osserva alcun picco per valori del campo tra 1 e 7 T, stando ad indicare come non esistano nel campione A centri di pinning forte correlato lungo l'asse-c. Picchi allargati, che corrispondono ai centri di pinning correlato lungo l'asse-c, si osservano invece nel campione B a campi pari a 1 e 3 T e scompaiono a campi più alti.

l'asse-c, consistente con la presenza delle colonne osservate al TEM. Nel caso del film di YBCO-BSO il picco correlato lungo c è più pronunciato che nel film di YBCO-BZO.



Figura 2.12: Immagini al TEM con sezioni dei campioni: (a) YBCO/BZO e (b) YBCO/BSO.



Figura 2.13:  $J_c$  rispetto a B (65K, 77 K,  $B \parallel c$ ) per i film YBCO/BZO, YBCO/BSO e puro. Le prestazioni del campione con BSO sono superiori agli altri. Le curve di  $J_c$  in angolo presentano un picco stretto a campi allineati ai piani ab, attribuito al pinning intrinseco. Entrambi i campioni presentano poi un picco allargato vicino a  $\theta = 180^{\circ}$  ( $B \parallel c$ ), tipico del pinning correlato forte lungo l'asse-c.

## 2.4 Decorazione del substrato tramite nanodot

Il lavoro del gruppo di ricercatori dell'Università di Birmingham (UK) e dell'Instituto Nazionale di Fisica della Materia di Bucharest (Romania) ha proposto una tecnica di nanoingegneria per aumentare  $J_c$ , combinando due metodi già noti [63, 64]. Il primo metodo si interessa di risolvere il problema dei bassi valori di  $J_c$  in campo lungo l'asse-c, crescendo nanorod estesi di BZO. Una complicazione di cui tener conto è l'allargamento della distribuzione angolare delle colonne e la produzione di una quantità considerevole di grandi particelle isolate di BZO che influenzano la  $J_c$  in piano. Un altro svantaggio di questo metodo è la riduzione della temperatura critica  $(T_c)$  rispetto ai campioni puri. Il secondo metodo consiste nella libera crescita di colonne di YBCO attivata dalla decorazione del substrato, ad esempio con nanoparticelle (dot) di Ag. I campioni cresciuti con tale metodo presentano invece  $T_c$  vicina a quella del film di YBCO puro. Allora, l'integrazione dei due metodi permette di preservare e migliorare le caratteristiche positive di entrambi.



Figura 2.14: Immagini AFM che dimostrano la crescita di colonne di YBCO sui substrati decorati Au (a), Ag (b).

Film YBCO/BZO/Ag vengono cresciuti tramite PLD su substrati (100) STO da un target che contiene nanoparticelle di BZO al 4%. Per ottenere la crescita colonnare dell'YBCO, i nanodot di Ag vengono depositati sul substrato prima della crescita del film superconduttore. L'altezza media dei nanodot è di 2.8 nm con un diametro medio pari a 10.7 nm. Vengono realizzati una grande varietà di film a diverso spessore in questa semplice configurazione o sotto forma di superreticoli, in cui la deposizione degli strati di nanodot di Ag viene alternata alla crescita di strati di YBCO/BZO di un determinato spessore. Lo spessore totale dei film e dei superreticoli è tra 0.4 e 5.8  $\mu m$ .

La crescita di nanocolonne di BZO è un metodo ben consolidato per aumentare il valore di  $J_c$  in campi orientati lungo l'asse-c nei film di YBCO. La crescita colonnare dell'YBCO stesso è invece un metodo meno noto. La Fig.2.14 riporta le immagini al AFM che mostrano la crescita di colonne di YBCO su substrati decorati con nanodot di Au (a) e Ag (b). Le colonne di YBCO sono evidenti nella sezione dei film.

In Fig.2.15a viene mostrata la dipendenza di  $J_c$  dal campo (parallelo all'asse-c) per i due campioni preparati con la tecnica di deposizione Ag/BZO/YBCO: uno costituito da uno strato singolo di BZO/YBCO depositato su uno strato di nanoparticelle di Ag, con spessore pari a 1.8  $\mu m$ , l'altro un superreticolo (di spessore 5.8  $\mu m$ ) composto da tre strati di Ag e tre strati di BZO/YBCO, confrontati con un film spesso (0.75  $\mu m$ ) di BZO-YBCO ed un film di YBCO puro di spessore intermedio (2.4  $\mu m$ ). Tutti i film realizzati tramite tecniche di nanoingegneria hanno valori più alti di  $J_c$  rispetto all'YBCO puro. È impor-



Figura 2.15: (a) Dipendenza dal campo della densità di corrente critica a 77.3 K di un campione spesso Ag/BZO/YBCO (cerchi pieni blu), di uno strato triplo Ag/BZO/YBCO (quadrati rossi pieni), di un film di YBCO/BZO (punti verdi) e di un film spesso di YBCO preso a riferimento (triangoli neri vuoti). (b) Dipendenza dal campo della densità di corrente critica per centimetro di spessore  $J_{c-w}$  degli stessi campioni della figura (a).

tante comunque considerare la corrente critica per centimetro  $J_{c-w} = J_c d$  del film di spessore d. Il cambiamento di posizione delle curve di  $J_{c-w}$  è evidente (Fig.2.15b). Sebbene tutti i film ottenuti per nanoingegneria hanno correnti critiche più alte di quello puro YBCO a campi alti, il film di YBCO con nanocolonne di BZO ha bassi valori di  $J_{c-w}$ . Nei film prodotti con la metodologia proposta, la decorazione di Ag e l'aumento dello spessore accrescono  $J_{c-w}$ , e l'applicazione dell'approccio a multistrato accresce  $J_{c-w}$  a bassi campi, aspetto rilevante per l'impiego dei nastri superconduttori in diverse applicazioni [21]. Per capire da cosa dipende l'aumento di  $J_c$ , vengono confrontate le immagini al TEM dei diversi campioni (Fig.2.16). La nanostruttura in sezione del campione Ag/BZO/YBCO è diversa da quella del BZO/YBCO. Infatti, tramite la tecnica di decorazione del substrato proposta, il campione Ag/BZO/YBCO è costituito da densi agglomerati di BZO e da catene di YBCO di dimensione nanometrica che scorrono nell'intero spessore del campione. La formazione di questa struttura è legata alle proprietà dei nanodot di Ag che dissolvono l'YB-CO e ne promuovono la crescita epitassiale locale. Le catene di YBCO hanno larghezza pari a 10-20  $\mu m$  ed in Fig.2.16 sono state opportunamente evidenziate (nelle aree scure). Nella stessa figura sono anche mostrate le colonne di un campione BZO/YBCO che risultano disperse nella matrice di YBCO. Il contenuto di BZO è lo stesso per entrambi i campioni, da cui si evince una significativa differenza nella nanostruttura.

In conclusione i diversi meccanismi di crescita, con la formazione di nanocolonne di BZO e di YBCO, risultano complementari e permettono di realizzare



Figura 2.16: Immagini al TEM che mostrano la sezione di un campione di Ag/BZO/YBCO con le catene di YBCO (evidenziate). Le inclusioni lunghe e scure sono catene di BZO. L'immagine al TEM in sezione dell'BZO/YBCO mostra i nanorod di BZO incorporati nella matrice di YBCO. La freccia indica la direzione dell'asse-c dell'YBCO.

campioni spessi con intenso pinning correlato.

## 2.5 Nanocompositi

Il gruppo di ricercatori dell'Instituto dei materiali di Barcellona (Spagna) si è concentrato nella realizzazione di film sottili *nanocompositi* con nanodot di BZO orientati casualmente nella matrice di YBCO, cresciuti da soluzioni complesse metallo-organiche [65]. I nanocompositi YBCO/BZO derivati chimicamente hanno un'unica microstruttura molto efficace nel bloccare i vortici. Coesistono due tipi di nanodots di BZO: quelli che nucleano eterogeneamente all'interfaccia con il superconduttore e mantengono la crescita epitassiale, ed altri posti nel volume del film che risultano orientati casualmente. La nucleazione omogenea del BZO avviene prima che la crescita epitassiale del film di YBCO sia completata. Invece, i nanodot nel volume del film rimangono orientati casualmente perché quando avanza la crescita dell'YBCO ne rimangono intrappolati.

Dalle immagini al (TEM) dei nanocompositi si distinguono i nanodot di BZO distribuiti casualmente nella matrice di YBCO, con alcuni che invece nucleano all'interfaccia con il substrato. Raramente si osservano difetti estesi associati ai nanodot all'interfaccia (Fig.2.17).

L'aumento generale di  $J_c$  in campo si può vedere più semplicemente se si considera la dipendenza dal campo della forza di pinning  $F_p$  rappresentata in



Figura 2.17: Immagine in sezione al TEM del film nanocomposito in cui si distinguono chiaramente i nanodot di BZO.

Fig.2.18. Sono riportati i dati corrispondenti al film nanocomposito a 77 e 65K e, per confronto, i dati di un film di YBCO-TFA a 65K e il valore più alto misurato per la forza di pinning nei fili di NbTi a 4.2 K. Per il nanocomposito di BZO/YBCO a  $B \sim 2T$  e 77 K si è misurato un valore molto alto  $\sim 21GNm^{-3}$ con un aumento del  $\sim 175\%$  rispetto all'YBCO e del  $\sim 60\%$  rispetto a NbTi a 4.2 K. Una forza di pinning ancora più impressionante  $\sim 78GNm^{-3}$  è stata misurata a 65 K nell'intervallo esteso di campo tra  $\sim 3 - 6T$ , pari ad un aumento del  $\sim 500\%$  rispetto al NbTi a 4.2 K che illustra chiaramente quali siano le prospettive di applicazione di questi film.

## 2.6 In conclusione

In questo capitolo sono stati illustrati le diverse tecniche di manipolazione per l'introduzione, in fase di crescita, di centri di pinning artificiali nei superconduttori cuprati al fine di alzarne i valori critici di campo e corrente. Inoltre, i risultati presentati dalle precedenti analisi convenzionali in continua forniscono indicazioni complementari rispetto all'indagine a microonde effettuata nell'ambito di questa tesi. Tale informazioni contribuiscono costruttivamente ad una maggiore comprensione della fisica delle interazioni flussoni-difetti per superare le limitazioni che si presentano nelle applicazioni tecnologiche dei superconduttori.



Figura 2.18: Dipendenza della forza di pinning  $F_p$  a 77 e 65 K per un nanocomposito con BZO a 10%mol, confrontato con un YBCOTAF cresciuto per deposizione chimica a metallo-organico da trifluoroacetato a 65 K e con un cavo di NbTi a 4.2 K. Dipendenza dal campo di Jc misurata a diverse temperature e campi sul nanocomposito con BZO a 10%mol, confrontata con un film YBCO-TAF a 65 K.

## Capitolo 3

# Elettrodinamica nello stato misto

La risposta elettromagnetica dei superconduttori ad alta  $T_c$  nello stato misto è di grande interesse sia per lo studio dei principi fisici che per le applicazioni tecnologiche. In questa tesi la risposta ad alta frequenza è usata come sonda per studiare la fisica dei superconduttori d'interesse applicativo, grazie alla possibilità (vedi oltre) di separare la risposta intrinseca del materiale da quella modificabile attraverso ingegnerizzazione.

Nei successivi paragrafi vengono introdotti i diversi modelli di campo medio comunemente usati per descrivere il moto dei vortici nell'intervallo delle microonde; le espressioni risultanti verranno poi rielaborate per ottenere la resistività complessa in un'unica formulazione.

## 3.1 La resistività di vortice

Considerando un'onda incidente su una superficie piana di separazione tra un mezzo generico ed un superconduttore, la risposta al campo elettromagnetico è data dall'impedenza superficiale  $Z_s$  [66, 67, 79].

Nel caso di un campione spesso rispetto alla profondità di penetrazione del campo, questa quantità può essere scritta nelle due forme equivalenti:

$$Z_s = i\omega\mu_0\tilde{\lambda} = \sqrt{i\omega\mu_0\tilde{\rho}} \tag{3.1.1}$$

in cui  $\lambda$  è una lunghezza di schermo complessa e  $\tilde{\rho}$  la resistività complessa. La resistività complessa  $\tilde{\rho}$  (o equivalentemente  $\tilde{\lambda}$  o  $Z_s$ ) di un superconduttore nello stato misto include i contributi dovuti al reticolo di vortici in movimento,  $\rho_{vm}$ , e ai due tipi di portatori di carica, normali e superconduttivi,  $\rho_{2f}$ . Numerosi modelli sono stati proposti per descrivere l'intera dinamica, a vari gradi di complessità [67, 68, 69, 74, 70, 71, 72, 73], trattando il caso in cui le correnti a microonde fluiscano in un piano isotropo del superconduttore (il piano (ab) nei cuprati), con il campo d'induzione magnetica **B** perpendicolare a tale piano e alle correnti alternate.

La resistività del moto di vortice  $\tilde{\rho}$  mette in relazione la densità di corrente alternata **J** con il campo elettrico indotto dai vortici in movimento  $\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \mathbf{v}$ (si veda Fig.1.14).

Quando lo spostamento del vortice è sufficientemente piccolo da assicurare la validità del limite locale (approssimazione comunque verificabile aumentando la frequenza), la velocità di vortice  $\mathbf{v}$  è determinata riscrivendo l'equazione dinamica di bilanciamento delle forze (per unità di lunghezza) esercitate su un singolo vortice:

$$\eta \mathbf{v} + \alpha_H \hat{\mathbf{n}} \times \mathbf{v} + \nabla U = \mathbf{J} \times \hat{\mathbf{n}} \phi_0 + \mathbf{F}_{termica} \tag{3.1.2}$$

in cui  $\hat{\mathbf{n}}$  è il versore lungo il vortice e  $\phi_0$  è il quanto di flusso.

La densità di corrente **J** esercita la forza di Lorentz  $\mathbf{J} \times \hat{\mathbf{n}}\phi_0$ , le fluttuazioni termiche generano una forza stocastica  $\mathbf{F}_{termica}$ . La dissipazione di energia dei vortici in movimento è rappresentata dalla forza viscosa  $\eta \mathbf{v}$ , dove il coefficiente di forza viscosa  $\eta$  è associato ai processi di diseccitazione delle quasiparticelle, pertanto tale quantità è connessa allo stato elettronico microscopico (come trattato al par.1.5.1). La forza perpendicolare di Hall su un vortice in movimento,  $\alpha_H \hat{\mathbf{n}} \times \mathbf{v}$  è descritta dal coefficiente di Hall  $\alpha_H$ . L'angolo di Hall è  $\theta_H = \arctan(\alpha_H/\eta)$ . Gli effetti del pinning sono rappresentati dalla forza  $-\nabla U$ , dove U è la funzione spaziale che descrive il potenziale di pinning.

In un regime armonico  $e^{i\omega t}$ , ad una frequenza angolare  $\omega$  sufficientemente alta, sono coinvolte solo le piccole oscillazioni intorno alla posizione di equilibrio. Nell'approssimazione  $\nabla U \simeq k_p u$ , in cui  $k_p$  è la costante di pinning (anche indicata in letteratura come parametro di Labusch  $\alpha$ ) e  $u = \mathbf{v}/(i\omega)e^{i\omega t}$  è lo spostamento del vortice dalla posizione di equilibrio. La forza è la risultante delle interazioni singole tra i centri di pinning e i vortici, dell'interazione collettiva tra l'arrangiamento dei centri di pinning e la materia dei vortici. Nella parte sinistra dell'Eq.(3.1.2) il bilancio delle diverse forze che agiscono sul vortice in movimento è fortemente dipendente dalla frequenza. Un'importante frequenza caratteristica è quella angolare di depinning  $\omega_p = k_p/\eta$ , che segna il passaggio da un moto elastico fuori fase, dominante a basse frequenze, a un moto puramente dissipativo, a frequenze più alte.

L'Eq.(3.1.2) rappresenta il punto di inizio per molti modelli teorici [81, 74, 75, 76, 77, 70]. Diverse espressioni di  $\tilde{\rho}$  si possono derivare a seconda delle proprietà fisiche contenute nei termini dell'Eq.(3.1.2). Di seguito vengono descritti alcuni modelli specifici per la resistività di vortice e dimostrato che possono essere tutti ridotti in un'unica espressione analitica.

#### 3.1.1 Modello di Gittleman e Rosemblum (GR)

Nel seguente paragrafo viene proposto un semplice modello che descrive la risposta elettrodinamica dei vortici considerando gli effetti dovuti al movimento dei flussoni sotto l'azione di una corrente di trasporto, in presenza della viscosità flussonica e del potenziale di pinning. Questo semplice modello interpreta correttamente i dati nei superconduttori a bassa  $T_c$ , mentre trascura contributi potenzialmente importanti nei SATT, quali il flux creep e le eccitazioni di QP (ovvero  $\mathbf{F}_{termica} = 0$ ) e il termine di Hall ( $\alpha_H = 0$ ). L'equazione del moto (3.1.2) nell'approssimazione elastica per uno spostamento u dalla posizione di equilibrio diviene:

$$\eta \dot{\mathbf{u}} + k_p \mathbf{u} = \mathbf{F}_L \tag{3.1.3}$$

Il termine  $k_p \mathbf{u}$  rappresenta la forza di pinning, che nel limite di piccoli spostamenti vale  $k_p = d^2 U(u)/du^2|_{u=0}$ . Alle frequenze delle microonde tale limite è valido poiché lo spostamento massimo del vortice per azione del campo a microonde è tipicamente pari a ~ 1Å [80]. Considerando una densità di corrente alternata  $Je^{i\omega t}$ , con frequenza  $\nu = \omega/2\pi$ , perpendicolare all'induzione magnetica statica **B**, l'Eq.(3.1.3) diviene

$$(\eta + \frac{k_p}{i\omega})\dot{\mathbf{u}} = \mathbf{J} \times \hat{\mathbf{n}}\phi_0 \tag{3.1.4}$$

Moltiplicando a sinistra entrambi i membri dell'equazione per  $(\mathbf{B} \times)$  e sosti-



Figura 3.1: Rappresentazione schematica delle correnti che agisono sul flussone.

tuendo  $\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \dot{\mathbf{u}}$ , si ottiene

$$(\eta + \frac{k_p}{i\omega})\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \mathbf{J} \times \hat{\mathbf{n}}\phi_0 \tag{3.1.5}$$

che fornisce l'espressione della resistività complessa di vortice di Gittleman e Rosemblum (GR) [81]

$$\rho_{vm,GR} = \frac{\phi_0 B}{\eta} \frac{1}{1 - i\frac{k_p}{\eta\omega}} = \rho_{ff} \frac{1}{1 - i\frac{\omega_p}{\omega}}$$
(3.1.6)

in cui  $\rho_{ff} = \phi_0 B/\eta$  è la resistività di scorrimento libero (flux-flow),  $\nu_p = \omega_p/(2\pi)$  è la frequenza di depinning. Nell'ipotesi che  $\eta$  e kp siano indipendenti da **B**, si ottine una resistività flussonica lineare in B, sia nella componente reale che immaginaria.

Pertanto, in questo modello  $\eta \in \omega_p$  possono essere calcolate direttamente dai dati con una semplice inversione.

Si vuole inoltre sottolineare l'importanza che ricopre il parametro  $r = \frac{\Im(\rho_{vm,GR})}{\Re(\rho_{vm,GR})}$ [78]: in generale, fornisce una misura del peso relativo della risposta reattiva rispetto a quella resistiva, ovvero della risposta elastica rispetto a quella dissipativa del vortice. Il parametro r è una quantità sperimentale importante nella successiva discussione dei dati, e in questo modello è immediato ottenere  $r = \frac{\omega_p}{\omega}$ .

Nel limite di alte frequenze ( $\omega \gg \omega_p$ )  $\rho_{vm,GR} \rightarrow \rho_{ff}$ . Quindi, mediante le misure ad alta frequenza, si può misurare  $\rho_{ff}$ , grandezza intrinseca, senza superare i valori critici dei parametri (come la corrente critica) e senza deancorare i flussoni dalle buche di potenziale.

L'Eq.(3.1.6) è stata per molti anni la base teorica per l'interpretazione dei dati ottenuti dagli esperimenti sui *SATT* alla frequenza delle microonde.

### 3.1.2 Modello di Coffey-Clem (CC)

Considerando il caso in cui la  $\mathbf{F}_{termica}$  sia non trascurabile, ed assumendo un potenziale di pinning sinusoidale U, Coffey e Clem calcolarono la resistività di vortice come [74, 75, 76, 77]:

$$\rho_{vm,CC} = \frac{\phi_0 B}{\eta} \frac{\epsilon + i \frac{\omega}{\omega_0}}{1 + i \frac{\omega}{\omega_0}}$$
(3.1.7)

dove  $\epsilon$  è un fattore di creep adimensionale. Assumendo un potenziale di pinning periodico uniforme di altezza  $U_0$  e definendo un'altezza normalizzata della barriera di energia  $u = U_0(T, B)/(k_B T)$  ( $k_B$  è la costante di Boltzmann), si ottengono le seguenti espressioni:

$$\epsilon = [I_0(u/2)]^{-2} \tag{3.1.8}$$

$$\omega_0 = \omega_p \frac{1}{1 - \epsilon} \frac{I_1(u/2)}{I_0(u/2)}$$
(3.1.9)



Figura 3.2: Rappresentazione schematica del potenziale e dei parametri di pinning in relazione ai differenti fenomeni.

dove  $I_0 \,\mathrm{e} \, I_1$  sono le funzioni di Bessel modificate di ordini  $0 \,\mathrm{e} \, 1$  rispettivamente. L'Eq.(3.1.8) impone che  $0 \leq \epsilon \leq 1$ . Nel limite in cui  $\epsilon \to 0$ ,  $\omega_0 \to \omega_p$ , l'Eq.(3.1.7) converge ai risultati del modello di GR, Eq.(3.1.6). Per  $\epsilon \to 1$ (ovvero  $U_0 \to 0$ ),  $\rho_{vm,CC} \to \rho_{ff}$  come accade vicino alla temperatura critica  $T_c$ ; il creep termico annulla completamente il pinning ad ogni frequenza.

### 3.1.3 Modello di Brandt (B)

Nel modello proposto da Brandt vengono considerati gli effetti del creep introducendo una costante di pinning di rilassamento termico fenomenologica  $k_{p,t}(t) = k_p e^{-t/\tau_r}$  così che la resistività di vortice corrispondente risulta [70]:

$$\rho_{vm,B} = \frac{\phi_0 B}{\eta} \frac{\epsilon' + i\omega\bar{\tau}}{1 + i\omega\bar{\tau}}$$
(3.1.10)

dove  $\epsilon' = \frac{\tau_p}{\tau_p + \tau_r}$  prende il ruolo di un parametro di creep,  $\bar{\tau} = \frac{\tau_p \tau_r}{\tau_p + \tau_r}$ ,  $\tau_r = \tau_p e^{(U_0/K_B T)}$ , essendo  $\tau_p = 1/\omega_p$  il tempo caratteristico di depinning e  $U_0$  l'altezza della barriera di potenziale di pinning. È importante notare che nel modello vale la seguente condizione algebrica  $0 \le \epsilon' \le 1/2$  [78].

Questo modello non richiede nessuna specifica assunzione sulle caratteristiche del potenziale di pinning, permettendo quindi di includere altri meccanismi come il flux creep quantistico. Comunque, non può essere usato per valori troppo alti di creep  $(U_0 \rightarrow 0 \Leftrightarrow \epsilon' \rightarrow 0.5)$ , altrimenti non è più soddisfatto il valore limite per  $\rho_{ff}$ , sia a frequenza finita che nulla.

## 3.2 Espressione generalizzata

Tutti i precedenti modelli per  $\rho_{vm}$  possono essere ricompresi nella seguente unica espressione analitica [78]:

$$\rho_{vm} = \rho_{vm,1} + i\rho_{vm,2} = \rho_{ff} \frac{\epsilon_{eff} + i(\omega\tau_{eff})}{1 + i\omega\tau_{eff}}$$
(3.2.1)

dove  $\rho_{ff} = \phi_0 B / \eta_{eff}$  rappresenta la resistività di flux flow legata alla sola viscosità efficace di vortice  $\eta_{eff}$ ,  $\tau_{eff}$  è la costante di tempo caratteristica che governa le oscillazioni di vortice (di solito associata alla frequenza caratteristica di pinning) e il parametro adimensionale  $0 \le \epsilon_{eff} \le 1$  è una misura del peso del fenomeno di creep.

Questa espressione di  $\rho_{vm}$  verrà applicata per l'analisi ed interpretazione dei dati al capitolo 5, in cui si è anche riportata la discussione in dettaglio dei limiti statistici di validità dei parametri coinvolti.

## 3.3 Resistività di flux flow anisotropa

Parte del lavoro di questa tesi ha riguardato lo studio dell'effetto della direzionalità del pinning dovuto ai difetti elongati sulla dissipazione. Un aspetto rilevante per questa tesi è che varia l'angolo tra il campo H (ovvero i flussoni) e la corrente (si veda par.4.4). In questo caso, a causa della distribuzione circolare delle correnti a microonde  $J_{\mu w}$  indotte sulla superficie del campione (coincidente con il piano (*ab*), la forza di Lorentz sulle linee di flusso varia anch'essa con l'angolo. La trattazione teorica risulta molto complessa ed è stata sviluppata nello stato di flux flow da Hao, Hu e Ting (HHT) [85].

Nell'ambito della teoria di GL dipendente dal tempo (TDGL), la trattazione di HHT deriva un'espressione per la resistività di flux flow  $\rho_{ff}$  per i superconduttori anisotropi [85].

Nella trattazione teorica HHT la resistività di flux-flow anisotropa viene ricavata da un procedimento a due passi, considerando separatamente la dipendenza angolare del campo magnetico dall'effetto dovuto alle correnti di trasporto [83].

Nel primo passo [83], nell'ambito della teoria di GL dipendente dal tempo (TDGL), si considera che la densità di corrente di trasporto dissipativa  $\mathbf{J}^T$  è legata ad  $\mathbf{E}$  da

$$J_i^T = \sigma_{ij} E_j \tag{3.3.1}$$

dove  $\sigma_{ij}$  è il tensore di conducibilità di flux flow. L'inversa di questa relazione definisce il tensore di resistività  $\rho_{ij} = \sigma_{ij}^{-1}$ :

$$E_i = \rho_{ij} J_j^T \tag{3.3.2}$$

In coordinate sferiche, con  $c \parallel z$ ,  $\theta$  è l'angolo tra H e z e  $\phi$  è l'angolo tra xe la proiezione di H sul piano, in un superconduttore uniassiale con  $J \parallel x$ . In questo sistema di coordinate il tensore di resistività di flux flow  $\bar{\rho}$  risulta antisimmetrico, ovvero  $\rho_{ij} = -\rho_{ji}$  per  $i \neq j$ , e solo gli elementi diagonali  $\rho_{ii} \neq 0$  sono dissipativi. In generale, questi elementi del tensore resistività di flux flow risultano definiti in termini del campo ridotto  $h = H/H_{c2}$  [86, 87, 40] (nell'approssimazione di London, in cui  $B \simeq \mu_0 H$ ),  $\rho_{ii}(B, \theta, \phi)/\rho_{ii}^n = f(B/B_{c2}(\theta, \phi))$ , in cui  $\rho^n$  è la resistività dello stato normale. Il modello di Bardeen-Stephen (BS) [40] predice una linearità con il campo del tipo  $\rho_{ff} = \rho^n h$ .

Nel modello anisotropo 3D di Ginzburg-Landau (si veda par.1.4.2), il campo critico ha una dipendenza angolare del tipo  $H_{c2}(\theta) = H_{c2}(0)\varepsilon(\theta)$ , con  $\epsilon(\theta) = \left[\cos^2\theta + \gamma^{-2}\sin^2\theta\right]^{1/2}$  con  $\gamma = H_{c2}(90^\circ)/H_{c2}(0^\circ) = \sqrt{m_c/m_{ab}}$  (nell'ambito di questa tesi, si considera il solo caso particolare di anisotropia uniassiale



Figura 3.3: Sistema di riferimento con la definizione degli angoli.

dell'YBCO in cui  $m_a \approx m_b \Rightarrow \rho_a \approx \rho_b$ ). Allora, gli elementi del tensore di resistività di flux flow si riscrivono come

$$\rho_{ii}(H,\theta) = \rho^n H / H_{c2}(0)\varepsilon(\theta) \tag{3.3.3}$$

Il secondo passo [84, 85] rappresenta il calcolo della resistività di flux flow realmente misurata tramite un apparato sperimentale in cui viene imposta una corrente esterna  $\vec{J}^{ext}$ .

Si considerino i seguenti aspetti:

- vengono assegnati una corrente esterna  $\vec{J}^{ext}$  e un campo magnetico  $\vec{B} = B(\sin\theta\cos\phi, \sin\theta\sin\phi, \cos\phi);$
- la corrente esterna  $\vec{J}_{ext}$  sia non necessariamente coincidente con la corrente di trasporto interna  $\vec{J^T}$ , ovvero  $\vec{J^{ext}}$  è la somma vettoriale di due componenti

$$\vec{J}^{ext} = \vec{J}^T + \vec{J}^S, \tag{3.3.4}$$

una componente  $\vec{J}^{S}$  della corrente non dissipativa parallela a  $\vec{B}$   $(\vec{J}_{s}//\vec{B})$ , che corrisponde ad una traslazione uniforme dell'intero superfluido lungo  $\vec{B}$ ; una parte dissipativa  $\vec{J}^{T}$  che determina  $\vec{E} = \bar{\rho}\vec{J}^{T}$ , dall'Eq.3.3.2, che deve essere perpendicolare a  $\vec{B}$ , ovvero  $\vec{E} \cdot \vec{B} = 0$ .

Ciò comporta un vincolo sull'orientazione relativa tra $\vec{J^T}$ e $\vec{B},\,\vec{J^T}$ 

$$\rho_{ij}B_iJ_j^T = 0 \tag{3.3.5}$$

per cui vale la seguente condizione:

$$\rho_{11}J_1^T B_1 + \rho_{22}J_2^T B_2 + \rho_{33}J_3^T B_3 = 0$$
(3.3.6)

Da cui

$$\rho_{ff}(B,\theta,\phi) = \rho_{11}(\theta) \frac{\rho_{11}(\theta)\sin^2(\theta)\sin^2(\phi) + \rho_{33}(\theta)\cos^2(\theta)}{\rho_{11}(\theta)\sin^2(\theta) + \rho_{33}(\theta)\cos^2(\theta)}$$
(3.3.7)

Sostituendo l'Eq.(3.3.3) nell'Eq.((3.3.7)) e considerando che  $\rho_{11}/\rho_{33} = \gamma^{-2}$ sono le resistività di flux flow intrinseche nel piano a, b e lungo l'asse c, si ottiene

$$\rho_{ff}(B,\theta,\phi) = \rho_{ab}(\theta = 0^{\circ}) \frac{\gamma^{-2} \sin^2 \theta \sin^2 \phi + \cos^2 \theta}{(\gamma^{-2} \sin^2 \theta + \cos^2 \theta)^{1/2}}$$
(3.3.8)

Poiché nelle nostre misure le correnti a microonde hanno percorsi circolari, si deve mediare l'Eq.(3.3.8) su tutti gli angoli  $\phi$  che i flussoni formano con le correnti per ottenere la  $\rho_{ff}$  misurata:

$$\rho_{ff}(B,\theta) = \langle \rho_{ff}(\theta,\phi) \rangle_{\phi} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \rho_{//}(\theta,\phi) d\phi \qquad (3.3.9)$$

Nella configurazione sperimentale adottata, per la resistività misurata di flux flow vale la legge di scala:

$$\rho_{ff}(B,\theta) = \rho_{ab}(\theta = 0^{\circ}) \frac{\frac{1}{2}\gamma^{-2}\sin^2\theta + \cos^2\theta}{(\gamma^{-2}\sin^2\theta + \cos^2\theta)^{1/2}} = \rho_{ff}(B/f(\theta))$$
(3.3.10)

in cui  $1/f(\theta)$  è data dalla frazione nell'Eq.(3.3.10),  $\rho_{ab}(0^{\circ}) = B\Phi_0/\eta_{ab}^{(c)}$  è la resistività di flux flow intrinseca nel piano (ab), e  $\eta_{ab}^{(c)}$  è la viscosità dei flussoni aventi l'asse parallelo a c e che si muovono con una certa velocità nel piano (ab).

### 3.3.1 In conclusione

Nei paragrafi precedenti abbiamo considerato i diversi modelli di campo medio che descrivono la dinamica di vortice, e mostrato che possono essere ricondotti ad un'unica espressione generale (si veda l'Eq.3.2.1).

Rispetto agli approcci convenzionali questa analisi permette di estrarre le informazioni relative ai parametri di vortice dalle misure sperimentali di resistività complessa. Nel seguito della tesi verrà descritto l'apparato sperimentale, verranno presentate le misure di risposta elettrodinamica dei film di YBCO e con inclusioni di BZO ed interpretate alla luce dei risultati teorici fin qui esposti. \_\_\_\_\_

## Capitolo 4

# Tecnica di misura e apparato sperimentale

In questo capitolo si descrive la tecnica impiegata per misurare l'impedenza superficiale di un superconduttore alla frequenza delle microonde in funzione della temperatura e del campo magnetico statico applicato. Si introdurranno dapprima le proprietà principali che caratterizzano la tecnica di misura a risonanza utilizzata in questa tesi, si definiranno poi le relazioni che legano le quantità fisiche, quali la resistenza superficiale  $R_s$  e la reattanza superficiale  $X_s$ , ai parametri caratteristici di un risonatore; in ultimo, verranno descritti l'apparato sperimentale a 48GHz, le misure dei parametri caratteristici del risonatore dielettrico utilizzato e la procedura che permette di determinare la resistività dei campioni a partire dalle quantità misurate.

## 4.1 Introduzione

La porzione di spettro elettromagnetico nell'intervallo 1–100 GHz viene definito come "radiazione alle microonde". In questo intervallo di frequenza la risposta elettromagnetica è data da funzioni di risposta complesse. La quantità fisica qui d'interesse, misurabile direttamente negli esperimenti a microonde, è *l'impedenza superficiale efficace*  $Z_s$ . Considerando un campo elettromagnetico incidente su una superfici di separazione tra un mezzo generico e il superconduttore, l'impedenza superficiale efficace è definita come  $Z_s = E_{\parallel}/H_{\parallel}$ , dove  $E_{\parallel}$ e  $H_{\parallel}$  sono le componenti del campo elettrico e magnetico parallele alla superficie, rispettivamente.

Nel caso di materiali superconduttori  $Z_s$  è data nel limite locale dalla seguente

espressione [66, 79]:

$$Z_s = R_s + iX_s = \sqrt{\frac{i\omega\mu_0}{\tilde{\sigma}_s}}$$
(4.1.1)

dove  $\omega$  è la frequenza angolare del campo elettromagnetico,  $\tilde{\sigma}_s$  è la conducibilità complessa del superconduttore,  $R_s$  e  $X_s$  sono la resistenza e la reattanza superficiale, rispettivamente. Nel caso dei film superconduttori sottili, il campo elettromagnetico si propaga attraverso il film sondando anche il substrato sottostante. In tal caso, sia lo spessore finito del film, che l'effetto del substrato, dovranno essere considerati, fornendo una espressione più complessa dell'impedenza superficiale efficace.

Per poter misurare  $Z_s$  sperimentalmente vi sono diversi metodi. Nell'ambito di questa tesi si è utilizzata la tecnica di risonanza che impone di lavorare a fissati valori di frequenze. Il vantaggio principale di questo metodo è dato dalla alta sensibilità che si può raggiungere [90]. Di seguito, pertanto, verranno riassunte le caratteristiche principali dei risonatori, mentre in Appendice B sono riportate le espressioni per i campi elettromagnetici presenti all'interno del risonatore e per le frequenze di risonanza.

## 4.2 Misure a microonde

Un risonatore è una struttura capace di contenere una radiazione elettromagnetica oscillante su modi stazionari. In generale tali modi si restringono su un insieme discreto di frequenze, dette *frequenze di risonanza*, i cui valori dipendono sostanzialmente dalla geometria del risonatore. In un risonatore reale metallico si può ottenere un'eccitazione apprezzabile entro un intervallo attorno alla frequenza di risonanza. I modi si ottengono dalla soluzione dell'equazione di Helmholtz con opportune condizioni al contorno definite dalla geometria stessa del risonatore ([79]). Ad una certa frequenza di risonanza  $\nu_0$ , i campi elettromagnetici associati a tali modi possono essere ordini di grandezza più intensi di quelli eccitati, fuori risonanza, da una sorgente esterna. La corrispondente alta densità di energia elettromagnetica immagazzinata rappresenta la ragione della grande sensibilità di tali sistemi. Parte di questa energia viene persa ad ogni ciclo di oscillazione per dissipazione interna o perdite esterne: all'equilibrio, l'accoppiamento con una sorgente esterna garantisce un livello costante di potenza.

Si definisce il fattore di merito intrinseco unloaded  $Q_U$  (in cui"unloaded" sta ad indicare che le perdite esterne non vengono considerate) come misura di questo processo:

$$Q_U = \frac{2\pi\nu_0 W}{P} \tag{4.2.1}$$

in cui W rappresenta l'energia totale immagazzinata e P è la potenza dissipata (mediate nel tempo).

Considerando anche le perdite esterne  $P_E$  dovute all'accoppiamento con il generatore di microonde, si ottiene il *fattore di merito loaded*  $Q_L$ , quello che solitamente si ottiene in una misura:

$$Q_L = \frac{2\pi\nu_0 W}{P + P_E}$$
(4.2.2)

Tali parametri si ottengono da una procedura di fit sulla curva sperimentale di risonanza (si veda par.(4.3.1)). Il fattore di merito  $Q_U$  e la frequenza di risonanza  $\nu_0$  forniscono la parte reale ed immaginaria dell'impedenza superficiale del superconduttore inserito o facente parte del risonatore. Per un campione superconduttore di impedenza superficiale  $Z_s$ , vale la relazione:

$$\Delta R_s + i\Delta X_s = G_s \left( \Delta \frac{1}{Q_U} - 2i \frac{\Delta \nu_0}{\nu_0} \right) - background \qquad (4.2.3)$$

in cui  $\Delta A = A(x) - A(x_{rif})$  rappresenta la variazione di una quantità fisica generica A rispetto al valore di riferimento  $A(x_{rif})$  dovuta alla variazione di un determinato parametro x (che potrebbe essere la temperatura, il campo magnetico esterno applicato o l'intensità del campo a microonde eccitato nel risonatore).  $G_s$  è il fattore geometrico e rappresenta il contributo del campione alle perdite totali e l'energia reattiva immagazzinata. Per dedurre il fattore geometrico è necessario conoscere la configurazione del campo elettromagnetico nel risonatore. Con un'opportuna calibrazione del background, si può determinare  $Z_s$  del superconduttore. Nel par.(4.4) sono descritte le caratteristiche dei risonatori utilizzati in questa tesi.

### 4.3 Tecnica di misura

In questo paragrafo si considera la risposta di un risonatore dielettrico chiuso rappresentato in figura B.1. Consiste di un cilindro dielettrico uniassiale anisotropo ( $r \leq a$ , regione 1) circondato da aria o vuoto ( $a < r \leq b$ , regione 2) coassialmente chiuso in un involucro metallico. Se il risonatore è ideale, ovvero privo di perdite, un modo oscilla all'infinito con frequenza  $\nu_0$ . Questo risonatore dielettrico permette di determinare l'impedenza superficiale di un superconduttore  $Z_s$  secondo le seguenti espressioni (ricavate da (B.1.7) e (B.1.8), come riportato in Appendice B.1):

$$R_s(T,H) = \frac{G_s}{Q_U(T,H)} - G_s\left[\left(\frac{1}{G_0} - \frac{1}{G_s}\right)R_m(T) + \frac{1}{Q_d(T)}\right]$$
(4.3.1)



Figura 4.1: Risonatore dielettrico schermato in coordinate cilindriche.

$$\Delta X_s(T,H) = X_s(T,H) - X_s(\bar{T},\bar{H}) = -2G_s \frac{\nu_0(T,H) - \nu_0(\bar{T},\bar{H})}{\nu_0(\bar{T},\bar{H})} + 2G_s \left[ \left( \frac{1}{G_0} - \frac{1}{G_s} \right) \left( X_m(T,H) - X_m(\bar{T},\bar{H}) \right) + \frac{\nu_0(T) - \nu_0(\bar{T})}{\nu_0(\bar{T})} \Big|_{diel} \right]$$

$$(4.3.2)$$

dove sono esplicitate la dipendenza dalla temperatura T e dal campo H. Nell'espressione di  $X_s$ ,  $\overline{T} \in \overline{H}$  rappresentano i valori di riferimento della temperatura e del campo rispetto ai quali vengono valutate le variazioni di  $X_s$ . Nelle equazioni (4.3.1) e (4.3.2) compaiono le seguenti quantità:

- $Q_U(T, H) \in \nu_0(T, H)$  sono il fattore di merito e la frequanza di risonanza misurati del risonatore che contiene il campione,  $Q_d(T)$  è il fattore di merito misurato nel dielettrico;
- $G_s$  è il fattore geometrico della superficie del superconduttore; combinando i fattori geometrici relativi alle diverse superfici si ottiene quello risultante  $G_0^{-1} = \sum_i G_i^{-1}$ , da calcolarsi mediante espressioni analitiche (vedere Appendice B);
- i termini tra le parentesi quadre rappresentano i contributi dovuti al background, dati rispettivamente dall'impedenza superficiale delle pareti metalliche,  $R_m(T) + iX_m(T)$ , dalla permeabilità del dielettrico e dall'espansione termica del risonatore. Il background non dipende dal campo magnetico H ma solo dalla temperatura. Di conseguenza, le variazioni indotte dal campo sulla impedenza superficiale del superconduttore  $\Delta Z_s = Z_s(T, H) - Z_s(T, \bar{H})$ , a fissata T, possono essere determinate direttamente e con precisione come

$$\Delta R_s(T, H) = G_s \left( \frac{1}{Q_U(T, H)} - \frac{1}{Q_U(T, \bar{H})} \right)$$
(4.3.3)

$$\Delta X_s(T,H) = -2G_s\left(\frac{\nu_0(T,H) - \nu_0(T,\bar{H})}{\nu_0(T,\bar{H})}\right)$$
(4.3.4)

dove solo  $G_s$  dovrà essere calcolato.

Una volta valutato il background, si può determinare il valore assoluto di  $R_s$ , mentre sperimentalmente si possono determinare le sole variazioni di  $\Delta X_s$ . Per ottenere il valore assoluto di  $X_s$  si deve assumere un punto di riferimento. Ad esempio si può assumere il limite di Hagens-Rubens, per cui  $\Im(\sigma) = 0$  sopra  $T_c$ . Seguendo tale approccio occorre prestare attenzione ad alcune eccezioni che derivano dalle peculiarità fisiche degli SATT [92] o dalla configurazione elettromagnetica [93].

#### 4.3.1 Risposta del risonatore

Il risonatore utilizzato in questa tesi funziona come elemento ad una porta in riflessione, accoppiato al sistema esterno attraverso una sola porta: le microonde incidenti e riflesse sono misurate sulla stessa porta, ricavando  $\nu_0$ ,  $Q_L$  ed *il coefficiente di accoppiamento*  $\beta$  [79] che permette di calcolare  $Q_U = Q_L/(1+\beta)$ . Il



Figura 4.2: Schema a blocchi delrisonatore ad una porta. Le frecce indicano il verso in cui l'onda si propaga nei tratti di guida.

meccanismo di accoppiamento (antenna) eccita la risonanza desiderata. Nello stesso tempo, accoppia il sistema d'eccitazione con il risonatore stesso. La corrispondente potenza dissipata esternamente  $P_E$  si aggiunge alle perdite interne, da cui risulta l'espressione delle perdite totali  $P_L = P + P_E$ . Il corrispondente fattore di merito loaded  $Q_L$  è legato a quello unloaded  $Q_U$  dal coefficiente

d'accoppiamento  $\beta = P_E/P > 0$ :

$$Q_L = \frac{Q_U}{1+\beta} \tag{4.3.5}$$

Nei risonatori sottoaccoppiati, le perdite esterne risultano minori di quelle interne e  $\beta < 1$ , così che  $Q_L$  non è troppo diverso da  $Q_U$ . Nei risonatori sovraccoppiati,  $\beta > 1$  e  $Q_L$  può ridursi notevolmente: questa situazione viene generalmente evitata poiché le alte perdite esterne mascherano quelle interne, riducendo il rapporto tra il segnale e il rumore. Per massimizzare il valore di  $Q_L$  i risonatori vengono fatti operare sottoaccoppiati.

Nella sezione di linea a microonde immediatamente esterna al risonatore, il modulo quadro del coefficiente di riflessione  $\Gamma$  risulta:

$$|\Gamma(\nu)|^{2} = \frac{P_{r}(\nu)}{P_{i}(\nu)}$$
(4.3.6)

in cui  $P_i(\nu)$  e  $P_r(\nu)$  sono la potenza riflessa e quella incidente sul risonatore (dipendenti dalla frequenza). Nell'intervallo di frequenze vicino alla frequenza di risonanza del modo considerato, e sufficientemente distanti da altre risonanze,  $|\Gamma(\nu)|^2$  è descritta da una curva Lorentziana [79]:

$$|\Gamma(\nu)|^2 = 1 - \frac{1 - |\Gamma(\nu_0)|^2}{1 + [2Q_L(\nu/\nu_0 - 1)]^2}$$
(4.3.7)

in cui  $|\Gamma(\nu_0)| = (1-\beta)/(1+\beta)$ . Tale funzione descrive una funzione con un massimo a  $\nu_0$  pari a  $|\Gamma(\nu_0)|^2$  e una larghezza a mezza altezza pari a  $\Delta \nu_{FWHM}/\nu_0 = Q_L^{-1}$ . I parametri del risonatore vengono ottenuti mediante una rampa in frequenza intorno alla frequenza di risonanza  $\nu_0$  del modo d'interesse e facendo un fit di  $|\Gamma(\nu)|^2$  con l'Eq.(4.3.7). I parametri  $Q_L$ ,  $\nu_0 \in \beta$  che risultano dal fit forniscono le quantità d'interesse tramite l'Eq.(4.2.3).

### 4.4 **Risonatore dielettrico**

I risonatori dielettrici, rispetto ai risonatori metallici, sono caratterizzati da una riduzione significativa delle perdite di background (da cui ne deriva la più alta sensibilità) e delle dimensioni geometriche. Nei risonatori dielettrici i campi elettromagnetici vengono confinati mediante "*l'effetto lente*" di un materiale ad alta costante dielettrica  $\varepsilon_r$  circondato da un materiale a bassa  $\varepsilon_r$ (come l'aria o il vuoto). Un risonatore dielettrico di questo tipo è costituito ad esempio da un cilindro dielettrico posto tra due piatti conduttivi (risonatore di Hakki-Coleman [91]), schermato lateralmente da ulteriori pareti conduttive



Figura 4.3: Risonatore dielettrico. a: Risonatore schermato di Hakki-Coleman. b: Percorso delle correnti a microonde indotte sul film e la loro dipendenza radiale (c).

#### (Fig.4.3a).

Con un appropriato progetto, la potenza dissipata in questi risonatori è dovuta principalmente alle perdite del dielettrico, fornendo un alto valore per  $Q_U$  (fino a 10<sup>6</sup> con entrambi i piatti superconduttivi [94]) se confrontato con altri sistemi. Di conseguenza i risonatori dielettrici risultato largamente utilizzati per la misura di resistenza superficiale  $R_s$  dei film SATT [95, 96], poiché aumenta la sensibilità del sistema e si riducono nello stesso tempo le dimensioni del risonatore; il loro impiego nelle misure in campo magnetico è invece meno diffuso. I principali vantaggi che si hanno dal loro impiego sono:

- un'alta sensibilità, dovuta ad un incremento del fattore di merito  $Q_U$  ed a una diminuzione del fattore geometrico del campione  $G_s$ ;
- alta stabilità del risonatore e ripetibilità della misura: il volume del risonatore è definito dal cilindro dielettrico, pertanto non si ha rilassamento meccanico;
- le ridotte dimensioni permettono di misurare anche campioni relativamente piccoli (oppure di utilizzare criostati e magneti più piccoli ed efficienti);
- riduzione delle aree analizzate: viste le ridotte dimensioni del risonatore, vengono analizzati campioni più piccoli o aree minori di campioni più grandi.

Nonostante ciò, nei risonatori dielettrici non è possibile una misura dell'intera transizione dallo stato normale a quello superconduttivo visto l'alto valore di resistenza per i SATT nello stato normale, che determina una perturbazione così forte al modo risonante, che il segnale viene perso. Di seguito sono descritti gli aspetti principali della tecnica di misura, dell'apparto sperimentale e del risonatore dielettrico utilizzato nelle misure di questa tesi.

Il risonatore è costituito da un cilindro metallico chiuso che contiene un dielettrico cilindrico coassiale di raggio a e altezza h, avente l'asse c lungo l'asse del cilindro (si veda la Fig.4.3). Come dielettrico è stato scelto uno zaffiro, visti i valori molto bassi delle perdite, valutate secondo la tangente di perdita pari a tan  $\delta = \varepsilon_{r2}/\varepsilon_{r1} \approx 10^{-6}$ , nell'intervallo delle frequenze delle microonde alla temperatura dell'azoto liquido. Lo zaffiro risulta anisotropo (con  $\varepsilon_{r1,ab} \simeq 9.27$ sui piani a - b e  $\varepsilon_{r1,c} = 11.345$  lungo l'asse c ad una temperatura prossima a 77 K) [97]. In generale, si migliora la stabilità del risonatore rispetto a quello metallico poiché lo zaffiro ha bassi valori dei coefficienti termici, sia per l'espansione termica che per la dipendenza dalla temperatura della costante dielettrica.

Le basi superiore ed inferiore del risonatore sono in contatto con lo zaffiro nella configurazione schermata di Hakki-Coleman. Il campione da studiare occupa una delle basi. È stato scelto il modo risonante  $TE_{011}$  considerati i vantaggi dovuti all'impiego dei modi  $TE_0$ : un alto valore di  $Q_U$ , correnti circolari sulle basi con nessuna componente del campo elettrico normale alla base, ben separato dagli altri modi.

Nei prossimi paragrafi sono riportate le relazioni tra l'impedenza superficiale  $Z_s$  del superconduttore e i parametri del risonatore dielettrico utilizzati per la valutazione di  $\Delta Z_s(H)$ .

### 4.4.1 Misura di $Z_s$ tramite il risonatore dielettrico

Il fattore di merito unloaded  $Q_U$  di un risonatore dielettrico schermato viene determinato dalle perdite ohmiche sulle pareti superconduttive e dalle perdite dielettriche. Una trattazione completa degli aspetti elettromagnetici riguardanti i risonatori dielettrici è riportata nell'Appendice B.

L'espressione completa della resistenza superficiale del campione superconduttivo  $R_s$  può essere determinata da (B.1.7) ottendo una versione particolare per (4.3.1):

$$R_s = \frac{G_{base}}{Q_U} - G_{base} \left( \frac{R_{bm}}{G_{base}} + \frac{R_{lm}}{G_{lat}} + \eta \tan \delta \right)$$
(4.4.1)

dove:

- $G_{base} \in G_{lat}$  sono i fattori geometrici della base e delle pareti laterali;
- $R_{bm}$  e  $R_{lm}$  sono le resistenze superficiali della base e dei conduttori laterali, in generale diverse;

- $\tan \delta \in \eta$  sono la tangente di perdita nel dielettrico ed il fattore di riempimento dell'energia del campo elettrico;
- non sono state esplicitate le dipendenze dalla temperatura e dal campo.

Un importante elemento che quantifica l'accuratezza di misura del risonatore è il fattore di riempimento delle perdite  $F_r$  (filling factor), definito come rapporto tra le perdite sul campione rispetto a quelle totali. Nel caso in cui tutte le pareti e le basi siano costituite dallo stesso metallo ("risonatore omogeneo"), si ha  $R_s = R_{bm} = R_{lm} = R_m$ , per cui il filling factor in questa configurazione risulta:

$$F_{r0} = \frac{R_m/G_{base}}{2R_m/G_{base} + R_m/G_{lat} + \eta \tan \delta}$$
(4.4.2)

In una situazione ideale, nella quale sia le perdite dielettriche che quelle ohmiche sulle pareti laterali si possono trascurare,  $F_{r0}$  dovrebbe avere come valore massimo  $F_{r0}^{max} = 1/2$ .

Le variazioni di reattanza superficiale del superconduttore si possono ricavare dall'equazione (B.1.8) considerando il contributo del dielettrico:

$$\Delta X_s = -2G_{base} \frac{\Delta \nu_0}{\nu_0} - G_{base} \left[ \frac{\Delta X_{bm}}{G_{base}} + \frac{\Delta X_{lm}}{G_{lat}} + \left( \eta \frac{\Delta \varepsilon_{r1,a-b}}{\varepsilon_{r1,a-b}} + 2\sum_k |p_{d_k}| \frac{\Delta d_k}{d_k} \right) \right]$$
(4.4.3)

La risoluzione, sensibilità e accuratezza del risonatore dielettrico sono allora definite da:

- un  $Q_U$  più alto possibile: tale fattore di merito determina infatti la risoluzione di  $R_s$  (tramite  $Q_U^{-1}$ ) e di  $\Delta X_s$  (poiché  $\Delta X_s \propto \Delta \nu_0 / \nu_0 \propto \Delta \nu_{FWHM} / \nu_0 \propto Q_U^{-1}$ );
- il fattore geometrico del campione  $G_s$ , che ha un ruolo primario nella determinazione della sensibilità del sistema risonante viste le variazioni di  $Z_s$ , considerate in (4.4.1) e (4.4.3),  $\Delta Z_s(H) = G_s[\Delta(1/Q_U) 2i\Delta\nu_0/\nu_0]$ .

Poiché  $F_r \in Q_U$  dipendono da  $Z_s$ , che varia di diversi ordini di grandezza nella transizione superconduttiva, per valutare le prestazioni del risonatore ci si può riferire alla configurazione omogenea che rappresenta una condizione media.

### 4.4.2 Configurazione omogenea

In un risonatore il contributo del background alla misura di  $Z_s$  del superconduttore (si vedano le Eq.(4.3.1) e (4.3.2)) contiene solo i termini riferiti alle pareti metalliche. Tali contributi si possono determinare mediante una misura in cui il campione viene sostituito con un disco di argento (*risonatore in configurazione omogenea*), ovvero:

$$R_m(T) = \frac{G_0}{Q_{U,omog}(T)}$$
(4.4.4)

$$\Delta X_m(T) = X_m(T) - X_m(\bar{T}) = -2G_0 \frac{\nu_{0,omog}(T) - \nu_{0,omog}(T)}{\nu_{0,omog}(\bar{T})}$$
(4.4.5)

Sostituendo tali espressioni nelle Eq.(4.3.1) e (4.3.2) si ottiene:

$$R_s(T,H) = \frac{G_s}{Q_U(T,H)} - \frac{G_s - G_0}{Q_{U,omog}(T)}$$
(4.4.6)

$$\Delta X_s(T,H) = X_s(T,H) - X_s(\bar{T},\bar{H}) = -2G_s \frac{\nu_0(T,H) - \nu_0(\bar{T},\bar{H})}{\nu_0(\bar{T},\bar{H})} + 2G_s \left(1 - \frac{G_0}{G_s}\right) \frac{\nu_{0,omog}(T) - \nu_{0,omog}(\bar{T})}{\nu_{0,omog}(\bar{T})}$$
(4.4.7)

Per un risonatore reale occorre sottolineare che vi sono altri meccanismi che possono dare luogo ad una variazione della frequenza di risonanza, come ad esempio la dilatazione o contrazione termica delle pareti con la temperatura, che comportano un cambiamento delle dimensioni geometriche del risonatore. Durante una misura della variazione di  $\Delta Z_s(H)$  in campo magnetico questi problemi non si presentano: poiché il sistema è tenuto a temperatura fissata, il background si cancella esattamente e la calibrazione della linea può essere fatta una sola volta.

### 4.4.3 Dimensioni del risonatore

Le dimensioni del risonatore, il raggio del cilindro dielettrico a e l'altezza h ed il raggio della schermatura metallica b, sono state definite dal bilancio tra prestazioni e vincoli sperimentali (secondo quanto riportato in [98]). In questo caso i requisiti principali sono:

- 1. una frequenza di risonanza vicina a 48 GHz a  $\sim$  77 K poiché è stato inserito in un circuito preesistente;
- 2. la riduzione dell'area investigata del campione dal risonatore (definita da 2a nelle dimensioni lineari);
- 3. il diametro esterno 2b dovrebbe essere sufficientemente maggiore di 2a al fine di ridurre le perdite sulle pareti laterali, ma nello stesso tempo non troppo grande per limitare le dimensioni generali del risonatore.

Dal punto 2 si ha  $2a \simeq 2$  mm. Per soddisfare i punti 3 e 4 ed evitare l'uso di maschere metalliche per i film di dimensioni  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ , si è scelto 2b=9 mm, che richiede  $h \simeq 2.5$  mm. Le dimensioni  $a \in h$  non sono indipendenti, come richiesto dal punto 1: usando  $\varepsilon_{r1,a-b} = 9.27$  a 77 K, variando sull'unico grado di libertà dato dal rapporto 2a/h, si è trovata l'ottimizzazione dei valori di  $Q_U$ ,  $F_{r0} \in G_s$ .

In Fig.4.4 si sono riportati  $Q_U$  in funzione del rapporto 2a/h e le dimensioni h e a (pannello destro) per assicurare il valore richiesto di  $\nu_0$ . La scelta di 2a/h è



Figura 4.4: Parametri di progetto del risonatore con b=4.5 mm.  $a: Q_U \in F_{r0}$  rispetto al rapporto 2a/h.  $b: a \in h$  rispetto al rapporto 2a/h.

limitata verso il basso dal taglio del modo risonante e verso l'alto dalle dimensioni del risonatore che dipendono da h e a (si veda la Fig.4.4). In Fig.4.4a sono stati riportati anche due fattori omogenei di riempimento delle perdite:  $F_{r0}$ da (4.4.2), relativo alla superficie della base intera, and  $F_{r0,ridotto} = \frac{G_s}{G_{ridotto}}F_{r0}$ , relativo alla superficie ridotta  $S_r = \pi \text{ mm}^2$  (per campioni di dimensioni lineari pari a ~2 mm). Si possono dedurre due caratteristiche: i valori assoluti migliori per  $Q_U$  si ottengono per piccoli valori del rapporto 2a/h, mentre sia  $F_{r0}$  che  $F_{r0,ridotto}$  aumentano con 2a/h. Secondo queste considerazioni è stato scelto 2a/h = 0.6, per essere lontani dalla condizione di cutoff e poter compensare le possibili tolleranze geometriche e fisiche. Di conseguenza, si ottiene h=2.889mm, a=0.8667 mm,  $F_{r0} \simeq 0.5$  e  $F_{r0,ridotto} \simeq 0.24$ .

Infine si è verificata la posizione del modo principale in frequenza per assicurarsi che i modi più vicini siano sufficientemente lontani (la carta dei modi si trova su [99]).

Si è scelto uno zaffiro con raggio nominale pari a a=0.874 mm e altezza h=2.918

mm. Un calcolo fornisce per tale risonatore a 77 K e  $TE_{011}$ :  $\nu_0=47.580$  GHz,  $\eta = 0.86, G_{base} = 1995 \Omega, G_{lat} = 8.44 \times 10^4 \Omega, G_0 = (2G_{base}^{-1} + G_{lat}^{-1}) = 985 \Omega.$ I modi spuri calcolati hanno le seguenti frequenze  $\nu_0(HEM_{111})=37.137$  GHz,  $\nu_0(TM_{011})=48.749$  GHz,  $\nu_0(HEM_{112})=48.561$  GHz.

### 4.4.4 Struttura del risonatore

Uno schema del risonatore dielettrico utilizzato è riportato in figura 4.5. Il campione superconduttore è bloccato da un disco metallico dello spessore di 4 mm, in cui è inserito un sensore di temperatura al Pt. Lo zaffiro è pressato



Figura 4.5: Struttura del risonatore dielettrico.

sul campione tramite una molla forzata da un pistone. Sul disco metallico vi sono i due avvolgimenti resistivi anti-induttivi che operano come riscaldatori. La superficie finale del pistone e il sottile disco metallico utilizzato per la calibrazione del risonatore vengono lucidati per migliorarne i valori di resistenza superficiale.

L'accoppiamento tra il risonatore e la linea esterna a microonde è ottenuto tramite una *antenna* di accoppiamento, rappresentata da un sottile filo metallico (0.2 mm) che penetra nel sistema metallico per una lunghezza pari a  $\simeq 1.5$  mm (Fig.4.6). I campi a microonde della sonda si accoppiano con il campo elettrico azimutale  $E_{\phi}$  all'interno del risonatore: pertanto, al fine di massimizzare l'effetto d'accoppiamento, l'antenna è posizionata in un piano a metà dell'altezza del risonatore, dove  $E_{\phi}$  ha il suo valore massimo in funzione di z.

Per la calibrazione della linea è stato realizzato un particolare meccanismo di desintonizzazione (par.4.3). Un ago metallico, di diametro 0.5 mm, viene inserito ed estratto attraverso un piccolo foro praticato sulla parete laterale (si veda Fig.4.6). La sintonizzazione e desintonizzazione vengono realizzate dall'e-


Figura 4.6: Vista in sezione del risonatore dielettrico che mostra l'antenna d'accoppiamento.



Figura 4.7: Foto del risonatore dielettrico.

sterno del criostato tramite un'asta. Il movimento dell'ago è tale che, quando è completamente inserito, si perturba pesantemente il modo risonante, sopprimendolo totalmente. Tale sistema permette una buona ripetibilità del processo di calibrazione della linea, in cui si cancella qualsiasi contributo spurio nelle misure in frequenza. Nella Fig.4.7 è riportata una foto del risonatore, nella Fig.4.8 la curva di risonanza del risonatore dielettrico misurata a temperatura ambiente, fornendo i seguenti valori:  $Q_U=5950$ ,  $\beta=0.13$  e  $\nu_0=47.38$  GHz (in buon accordo con il valore teorico di 47.30 GHz calcolato con  $\varepsilon_{r1,a-b} = 9.4$ ).



Figura 4.8: Curva di risonanza del risonatore dielettrico a temperatura ambiente. A sinistra:  $P_r \in P_i$  registrati. A destra : la curva lorentziana misurata (simboli aperti) e fit (linea).

#### 4.4.5 Accuratezza della misura

Gli andamenti misurati in temperatura per  $Q_U e \nu_0$  sono riportati in Fig.4.9. A 80 K si misura  $Q_U \sim 10000$ . La frequenza di risonanza (Fig.4.9a) decresce regolarmente con la temperatura senza salti in coincidenza dei momenti di calibrazione della linea (nella stessa figura è mostrato un ingrandimento intorno a 97 K).



Figura 4.9: Dipendenza dalla temperatura dei parametri del risonatore dielettrico in configurazione omogenea. A sinistra:  $Q_U$  (con  $\beta$  nell'inserto); A destra:  $\nu_0$ . nell'inserto: un ingrandimento su  $\nu_0$  in corrispondenza del processo di sintonizzazione e desintonizzazione. La linea sottile è stata aggiunta come guida visiva.

Per valutare l'accuratezza del risonatore nel determinare l'impedenza superficiale di un SATT,  $Z_s$ , si mostra una misura caratteristica su un campione



Figura 4.10: Risonatore dielettrico in configurazione omogenea: confronto tra il cambiamento nella frequenza misurata  $\Delta \nu_0 / \nu_0$  e  $\Delta X_{bm} / G_{base}$ . Il secondo è stato moltiplicato per un fattore 10 per rendere semplice il confronto.

superconduttore. Viene di seguito descritta la procedura eseguita per ricavare  $Z_s$  tramite la calibrazione del background del risonatore dielettrico. Nell'Eq.(4.4.1) i contributi dovuti al background comprendono le perdite sulle basi metalliche, le perdite sulle pareti laterali e le perdite nel dielettrico: solo le prime risultano significative, poiché le perdite sullo zaffiro (0.1–1 m $\Omega$ , con bassa tangente di perdita [97]) sono inferiori ai valori di dissipazione ohmica sul metallo e il fattore geometrico sulle pareti laterali  $G_{lat}$  è maggiore di quello della base  $G_{base}$ . Allora  $R_s$  risulta:

$$R_s \cong \frac{G_{base}}{Q_U} - R_{bm} \cong \frac{G_{base}}{Q_U} - \frac{1}{2} \frac{G_{base}}{Q_{U,omog}}$$
(4.4.8)

Nell'ultima uguaglianza si è usato  $R_{bm} \cong G_{base}/(2Q_{U,omog})$ , che si può ricavare tramite una misura del risonatore omogeneo con le stesse approssimazioni usate sopra.

Nella determinazione di  $X_s$  si può di nuovo trascurare il contributo sulle pareti laterali. D'altra parte, lo spostamento in frequenza indotto dal dielettrico non si può trascurare ed è dovuto principalmente alle variazioni termiche sulla permeabilità.

In configurazione omogenea, assumendo come validita della condizione di Hagen-Rubens per un metallo  $(R_{bm}=X_{bm})$ , il contributo alla reattanza del metallo, per variazioni  $\Delta \nu_0 / \nu_0$  indotte dalla temperatura, si può valutare come

$$\frac{\Delta X_{bm}}{G_{base}} = \frac{\Delta R_{bm}}{G_{base}} = \Delta \frac{1}{2Q_{U,omog}} \tag{4.4.9}$$

In Fig.4.10 è stata confrontata la quantità misurata  $\Delta \nu_0/\nu_0$  tra 80K e 160K al contributo metallico così valutato  $\Delta X_{bm}/G_{base}$ . Su un intervallo di tem-

peratura di 10K,  $\Delta X_{bm}/G_{base} \lesssim 10^{-6}$  mentre  $\Delta \nu_0/\nu_0 \simeq 10^{-4}$ . In ogni caso, anche se la reattanza del metallo dà un piccolo contributo allo spostamento in frequenza, non può essere trascurata. Infatti,  $\Delta X_{bm} \simeq 0.26 \ \mu\Omega$  per ogni K confrontabile con la sensibilità del risonatore su  $\Delta X_s$  dell'ordine di 1 m $\Omega$ . Si può inoltre usare lo spostamento in frequenza misurato in condizione omogenee:

$$\frac{\Delta\nu_{0,hom}}{\nu_{0,hom}} = -\frac{\Delta X_{bm}}{G_{base}} - \frac{\Delta\nu_0}{\nu_0}\Big|_{diel}$$
(4.4.10)

insieme alla stima (4.4.9) per  $X_{bm}$  al fine di ottenere il seguente valore calibrato di  $\Delta X_s$  da (4.4.3):

$$\Delta X_s = -2G_{base} \frac{\Delta \nu_0}{\nu_0} + 2G_{base} \frac{\Delta \nu_{0,hom}}{\nu_{0,hom}} + G_{base} \frac{1}{2} \Delta \frac{1}{Q_{U,hom}}$$
(4.4.11)

E importante ricordare che le misure in campo magnetico a temperatura fissata sono libere da errori di calibrazione, essendo soggette solo alla variazione su  $Q_U$ (~ 1 m $\Omega$  su  $\Delta R_s$ ) e ad un piccolo spostamento osservato su  $\nu_0$  solo a campi più alti (~ 1 m $\Omega$  on  $\Delta X_s$  su tutta la rampa in campo); pertanto la resistenza e la variazione di reattanza con il campo magnetico sono dovute solo alla risposta del film superconduttore.

# 4.4.6 Estrazione della resistività nell'approssimazione di film sottile

I campioni superconduttori analizzati in questo lavoro di tesi sono stati realizzati in film sottili. Per estrarre la resistività complessa dei campioni a partire dalla misura di impedenza superficiale  $Z_s$ , è necessario analizzare la risposta della configurazione a strati di cui fanno parte. Infatti, la struttura formata dal film superconduttivo e dal substrato è poggiata su un supporto di metallo alla base del risonatore. Nel caso di film sufficientemente sottili occorre considerare che il campo elettromagnetico decadrebbe esponenzialmente su una lunghezza maggiore dello spessore del film stesso, e quindi penetrerebbe nel substrato, fino ad arrivare allo strato metallico del supporto. Pertanto la grandezza  $Z_s$ , definita nella Eq.4.1.1, riferita ad un campione di spessore infinito, è in generale diversa dall'impedenza della struttura a strati. Per calcolare tale impedenza consideriamo un'onda piana incidente sul film come mostrato in Fig.4.11. Se il film superconduttivo con impedenza superficiale  $Z_s$  e costante di propagazione  $\gamma_s$  è cresciuto su un substrato con impedenza efficace  $Z_d$  e costante di propagazione  $\gamma_s$ , allora l'impedenza superficiale efficace  $Z'_s$  che si sta cercando, vista dall'onda nell'attraversare la struttura a strati, risulta [79]:

$$Z'_{s} = Z_{s} \frac{Z_{d} + iZ_{s} \tan(\gamma_{s} t_{s})}{Z_{s} + iZ_{d} \tan(\gamma_{s} t_{s})}$$

$$(4.4.12)$$



Figura 4.11: Struttura stratificata che risulta su un SATT in una misura a microonde.

dove  $t_s$  è lo spessore del film sottile.

Quando è soddisfatta la condizione  $|\gamma_s t_s| \ll 1$ , cioè la profondità di penetrazione dell'onda è più grande rispetto allo spessore del film, si può semplificare l'Eq.4.4.12 ed ottenere l'approssimazione di film sottile [101, 102, 103, 104]:

$$\frac{1}{Z'_s} \simeq \frac{1}{Z_{fs}} + \frac{1}{Z_d} - \frac{\imath \mu_0 \omega t}{Z_d^2}$$
(4.4.13)

Nel limite di film sottile quindi  $Z'_s$  è data dal parallelo di tre impedenze: l'impedenza del film sottile  $Z_{fs}$ , l'impedenza del substrato  $Z_d$  e quella della base metallica. Se la perdita dissipativa nel substrato e nello strato metallico è trascurabile rispetto a quella nel film, cioè le relative impedenze sono molto maggiori di  $Z_{fs}$ , l'impedenza vista dall'onda incidente è semplicemente pari a quella del film sottile

$$Z'_s \simeq Z_{fs} = \frac{\widetilde{\rho}}{t_s} = \frac{\rho'}{t_s} + \imath \frac{\rho''}{t_s} \tag{4.4.14}$$

Questa espressione è estremamente utile per ottenere direttamente le componenti della resistività del film a partire dalla misura di  $Z'_s$ :

$$Z'_s \simeq R_s = \Re \frac{\widetilde{\rho}}{t_s} \qquad \Delta X_s = \Delta \Im \frac{\widetilde{\rho}}{t_s}$$
(4.4.15)

I substrati dielettrici presentano impedenze assai alte, pertanto l'approssimazione di film sottile per  $Z'_s$  funziona bene, tranne nel caso in cui la permeabilità del dielettico ha grandi variazioni termiche, come nel caso del SrTiO<sub>3</sub> che presenta fenomeni di risonanza a determinate temperature [105, 101, 104].

### 4.5 Apparato sperimentale

Nel seguente paragrafo verrà descritto l'apparato sperimentale utilizzato nelle misure di impedenza superficiale a 48GHz, composto da:

- un circuito a microonde, collegato al risonatore dielettrico,
- da una linea da vuoto,
- da un'interfaccia tra la strumentazione e il computer per l'acquisizione dei dati.

#### 4.5.1 Calibrazione della linea

Le potenze incidente e riflessa vengono misurate sufficientemente lontano dal risonatore. La potenza  $P_m$ , misurata dal rivelatore e quella riflessa  $P_r$  dal risonatore risultano pertanto diverse. Assumendo che il circuito abbia solo un coefficiente di attenuazione dipendente dalla frequenza  $k(\nu)$ , si ottiene:

$$P_m(\nu) = k(\nu)P_r(\nu) = k(\nu)|\Gamma(\nu)|^2P_i(\nu)$$
(4.5.1)

dove l'ultima uguaglianza deriva dall'Eq.(4.3.6). Per ricavare  $|\Gamma(\nu)|^2$  è necessaria una calibrazione della linea. La soluzione consiste nel desintonizzare (portare fuori risonanza) il risonatore attraverso un opportuno meccanismo. Posto il risonatore fuori risonanza, il coefficiente di riflessione vale  $\Gamma(\nu) = -1$ . La corrispondente potenza riflessa  $P'_m(\nu)$  risulta:

$$P'_{m}(\nu) = k(\nu)|-1|^{2}P_{i}(\nu) = k(\nu)P_{i}(\nu)$$
(4.5.2)

$$\frac{P_m(\nu)}{P'_m(\nu)} = \frac{k(\nu)|\Gamma(\nu)|^2 P_i(\nu)}{k(\nu)P_i(\nu)} = |\Gamma(\nu)|^2$$
(4.5.3)

ovvero la curva di risonanza sperimentale desiderata nella (4.3.7).

#### 4.5.2 Sistema di misura a 48 GHz

Per raggiungere temperature inferiori alla  $T_c$  dei campioni superconduttori (~ 90K), si è utilizzato un sistema criogenico costituito da un criostato a bagno d'azoto liquido/solido a uno stadio, realizzato in acciaio non magnetico, con sezione decrescente verso il basso per consentirne l'inserimento tra le espansioni di un magnete. Il criostato è diviso in tre camere: quella più interna accoglie il risonatore con il tratto di guida d'onda che la collega al banco di



Figura 4.12: Sistema a 48 GHz: criostato ed elettromagnete. A destra, in grigio è rappresentato il campione superconduttore (con gli assi cristallografici a, b, c) nella posizione che assume nel risonatore; è qui rappresentata la configurazione (utilizzata in misura) in cui H è ortogonale alla densità di corrente J.

microonde, quella intermedia contiene il bagno d'azoto mentre l'intercapedine esterna serve per l'isolamento termico (si veda Fig.4.12). Nella camera in cui è posto il risonatore viene mantenuta una pressione di elio gassoso pari a circa 0.2 mbar), per avere un debole accoppiamento termico con il bagno d'azoto contenuto nella camera contigua. Temperature inferiori a quelle di liquefazione dell'azoto (77.35K per azoto puro alla pressione di 1013 mbar), pari a circa 60K, sono state raggiunte pompando sull'azoto stesso, in modo da ridurne la pressione di vapore, favorendone il congelamento. Per raggiungere temperature così basse rispetto a quella ambiente è indispensabile un buon disaccoppiamento termico tra il bagno d'azoto e l'esterno, reso possibile praticando un vuoto sufficientemente elevato nell'intercapedine esterna attraverso una pompa turbomolecolare.

Per minimizzare l'ingresso di calore attraverso la guida d'onda, la parte terminale, quella a contatto con il risonatore, è realizzata riducendo gradualmente fino a pochi  $\mu m$  lo spessore del conduttore metallico all'interno; tale struttura è stata poi rinforzata meccanicamente ricoprendola di fibra di carbonio.

La temperatura del campione viene rilevata attraverso un termometro al platino posto all'interno del corpo del risonatore. Esso dista circa 2mm dal campione ed è inserito a molla in un cilindro cavo di rame la cui base è a contatto termico con il campione superconduttore.

Dal momento che tale sistema è destinato anche a misure in funzione del campo magnetico, si è posta molta cura nel realizzare un dispositivo che consenta di stabilizzare la temperatura al valore desiderato. A tal fine si sono disposti due riscaldatori quanto più possibile vicino alla superficie del risonatore, costituiti da avvolgimenti antiinduttivi in costantana, di resistenza circa pari a  $25\Omega$ , che permettono di variare la temperatura del campione rispetto a quella del bagno d'azoto. I riscaldatori sono alimentati da una sorgente di corrente controllata da un computer attraverso un programma di retroazione apposito, che regola con continuità il valore di corrente nel riscaldatore in base alla temperatura rilevata e a quella impostata. In questo modo è possibile stabilizzare la temperatura entro un intervallo di  $\pm 5$ mK intorno al valore prescelto. Tale sistema di retroazione permette anche un controllo dinamico della temperatura, potendo decidere la velocità di crescita della temperatura mediante i riscaldatori.

Le misure magnetiche sono state svolte utilizzando un elettromagnete convenzionale dotato di due bobine principali capaci di generare un campo di induzione statico massimo pari a 0.75T. Tra le espansioni è posto il criostato. La corrente che circola negli avvolgimenti viene erogata da un alimentatore che fornisce fino a 30Å e può essere controllata con continuità e velocità variabile. L'elettromagnete è dotato anche di piccole bobine, dette di controcampo, coassiali con quelle principali, in grado di generare un debole campo che possa annullare quello residuo delle bobine principali. In tale modo è possibile effettuare delle *rampe in campo* (ovvero una misura a temperatura fissata, all'aumentare dell'intensità del campo magnetico) a partire da un valore nominalmente nullo. Il magnete è in grado di ruotare intorno a un asse verticale, in modo da poter variare la direzione del campo generato. Il campo viene misurato per mezzo di un gaussimetro dotato di una sonda a effetto Hall, situata in prossimità del risonatore ma esternamente al criostato.

Nella Fig.(4.13) è stata schematizzata la disposizione dei componenti del circuito a microonde utilizzato; i vari dispositivi sono connessi tra loro mediante un sistema di guide d'onda rettangolari, aventi l'orientazione necessaria per potersi raccordare ai diversi elementi circuitali.



Figura 4.13: Schema a blocchi dell'apparato sperimentale a 48GHz. Le frecce indicano il verso in cui l'onda si propaga nei tratti di guida.

#### 4.5.3 Acquisizione dei dati

Durante una misura l'acquisizione dei dati ed il controllo degli strumenti avviene come riportato nello schema generale di Fig.4.14. L'apparato è costituito da una serie di strumenti predisposti alla lettura delle grandezze fisiche quali l'intensità di campo magnetico, la temperatura del campione, la corrente per i riscaldatori e le bobine di controcampo; i dati raccolti dal termometro e dal gaussimetro vengono acquisiti dal computer attraverso un'interfaccia standard IEEE488. Il calcolatore è anche fornito di una scheda di acquisizione analogico digitale DAQ che permette la lettura dei segnali di tensione. Ogni rampa in frequenza, con durata di 0.1 s, è inizializzata da un trigger primario software inviato alla sorgente HP 83751B. La sorgente genera allora la rampa in frequenza e simultaneamente emette 1601 trigger secondari separati in frequenza: ognuno agisce sul DAQ affinché legga la potenza rilevata dal diodo crystal. Al momento della misura sul calcolatore girano concorrentemente più programmi, in ambiente LabView, sia per l'acquisizione dei dati d'interesse che per il controllo della corrente erogata ai riscaldatori per gestire le rampe in campo magnetico. I dati sono acquisiti e visualizzati sul pannello di controllo in tempo reale in modo da consentire, se necessario, l'intervento dell'operatore sulla strumentazione. I medesimi programmi calcolano i parametri del risonatore, secondo la procedura che li estrae dalla curva Lorentziana.

### 4.6 In conclusione

Con questo capitolo si è conclusa la parte iniziale di presentazione degli aspetti fenomenologici e teorici della superconduttività e dell'apparato sperimentale



Figura 4.14: Sistema a 48 GHz: schema di acquisizione dati. Linee sottili: segnali analogici. Linee spesse: segnali digitali (IEEE-488 bus).

utilizzato. Nel prossimo capitolo sono riportate le misure di resistività sui film superconduttori, oggetto di questo lavoro di tesi, con le relative interpretazioni in base al modello teorico generalizzato discusso precedentemente.

# Capitolo 5 Presentazione delle misure

In questo capitolo vengono presentati e discussi i risultati ottenuti in questa tesi di Dottorato dalle misure su film superconduttori di YBCO ed YBCO/BZO, realizzati nell'ambito di un contratto di ricerca attivo tra l'Università Roma Tre, il Centro Ricerche ENEA di Frascati (EURATOM). Il capitolo è strutturato nei seguenti paragrafi:

- 5.1 si presentano i campioni superconduttori studiati sperimentalmente ed i modelli teorici proposti per l'analisi dei dati;
- 5.2 si presenta la caratterizzazione a microonde in campo magnetico nullo, mostrando come l'aggiunta di inclusioni di BZO non peggiori le proprietà superconduttive dei campioni;
- **5.3** viene descritta la procedura tramite la quale a partire dalle *grandezze misurate* si ricavano le *grandezze derivate* che completano il quadro della risposta elettrodinamica del superconduttore;
- 5.4.1 e 5.4.2 si riportano le misure in campo magnetico perpendicolare, per studiare la riduzione delle perdite per effetto delle inclusioni di BZO;
- 5.4.3, 5.4.4 e 5.4.5 si presentano le *rampe in campo* magnetico e le *rotazioni* angolari sullo stesso campione per determinare le proprietà di anisotropia intrinseche dell'YBCO e le proprietà direzionali dovute ai nanorod di BZO;
- 5.4.6 e 5.4.7 si mostra la risposta dei vortici in campioni cresciuti per via chimica, tecnica di deposizione che presenta dei vantaggi per possibili sviluppi nel processo di produzione dei coated conductor su scala industriale.

% BZO	Tecnica	Campione	$T_{\mu w}(\mathbf{K})$	Spessore(nm)	$T_{c,dc}(\mathbf{K})$	Inclusioni
0	PLD	$puro_{0,P}$	90.4	120	91.0	_
2.5	PLD	$BZO_{2.5,P}$	89.5	120	90.3	nanorod
5	PLD	$BZO_{5,P}$	90.6	120	90.6	nanorod
7	PLD	$BZO_{7,P}$	90.5	120	90.2	nanorod
0	MOD	$puro_{0,M}$	90	230	89.8	nanoparticelle
10	MOD	$BZO_{10,M}$	89	230	89.3	nanoparticelle

Tabella 5.1: Definizione dei campioni studiati: contenuto di BZO, denominazione del campione, temperatura di transizione, spessore, tipo di inclusioni.

## 5.1 Campioni: caratterizzazione

I film studiati sono campioni di YBCO cresciuti epitassialmente su substrati (001) di  $SrTiO_3$  con un diversa percentuale di polveri sub-micrometriche di BZO nei target di deposizione, 0% (campione puro,  $puro_{0,P}$ ), 2.5% ( $BZO_{2.5,P}$ ), 5%  $(BZO_{5,P})$ , 7%  $(BZO_{7,P})$ , cresciuti tramite deposizione laser (PLD), e altri due campioni con percentuali 0% (puro<sub>0.M</sub>) e 10% di BZO (BZO<sub>10.M</sub>), cresciuti mediante deposizione chimica a metallo-organico trifluoroacetato (TAF-MOD) con ridotti tempi del processo di pirolisi. La scansione a raggi X sul picco (005) rivela film orientati lungo l'asse c con una rocking curve stretta per tutti i campioni (la larghezza FWHM risulta inferiore a  $\Delta \omega < 0.2^{\circ}$  ed i valori si riducono da  $0.16^{\circ}$  nel  $puro_{0,P}$  fino a  $0.07^{\circ}$  per il  $BZO_{7,P}$ ). Questa caratteristica indica un miglioramento della cristallinità promossa dalle inclusioni di BZO [116]. I parametri caratteristici di ogni campione studiato sono riportati in tabella (contenuto di BZO, denominazione del campione, temperatura di transizione, spessore, tipo di inclusioni).  $T_{\mu w}$  è la temperatura in cui il fattore Q nella transizione a microonde si riduce del 10% rispetto al suo valore a 65K e rappresenta una misura della temperatura di transizione. La temperatura critica dei dati a microonde è compresa nell'intervallo (89.5-90.6)K come riportato in tabella.  $T_{c,dc}$  è la massima temperatura a resistenza nulla misurata in dc; tali temperature non diminuiscono significativamente aumentando il contenuto di BZO, stando ad indicare come le inclusioni non degradino le proprietà superconduttive. Lo spessore è stato misurato con un profilometro su diversi punti dei campioni. I risultati dell'analisi complementare in dc e le osservazioni al TEM sugli stessi campioni sono state presentata al par.2.2.

# 5.2 Caratterizzazione a microonde a campo magnetico nullo

Le caratterizzazioni a microonde in campo magnetico nullo sono state effettuate partendo dalla temperatura di 60K sino a  $T_c$  ben sotto, aumentando la temperatura ad una velocità di circa 0.2K/min con il risonatore a 48GHz. Tutte le misure sono state eseguite in un ampio intervallo di temperature in modo da poter valutare con accuratezza l'impedenza superficiale del campione nello stato superconduttivo. La tecnica di misura non permette di raccogliere informazioni anche nello stato normale, dove il segnale si annulla vista l'elevata dissipazione misurata sul campione nello stato normale. La ripetibilità della misura è stata controllata effettuando più transizioni resistive sullo stesso campione. Dall'andamento generale delle transioni resistive e dai valori delle temperature critiche si evidenzia come l'aggiunta di inclusioni di BZO non peggiori le proprietà superconduttive dei campioni. Infatti, nella Fig.5.1a sono riportate le misure di Q in funzione del contenuto di BZO a diverse temperature. A 65K, 77K e 85K Q risulta sostanzialmente costante, ovvero le perdite assolute sono costanti indipendentemente dal BZO [109]. Si conclude che il BZO non rappresenta una sorgente significativa di degradazione in campo nullo delle perdite a microonde.

Nella Fig.5.1b è stato infatti riportato l'andamento in temperatura dell'inverso del fattore di merito del risonatore con diversi film montati. I picchi sono dovuti alle risonanze nel substrato di STO su cui vengono depositati i film superconduttori e possono falsare i risultati della misura [109]. Pertanto, le misure in campo magnetico devono essere effettuate in intervalli di temperatura sufficientemente lontani dai picchi; è stato possibile spostare la posizione dei picchi con l'inserimento di un distanziatore dielettrico, allungando difatto il percorso elettromagnetico del segnale incidente.

# 5.3 Procedura di analisi dei dati

Di seguito viene illustrata la procedura d'analisi dei dati tramite la quale a partire dalle grandezze misurate si ricavano le grandezze derivate che completano il quadro della risposta elettrodinamica del superconduttore; tale procedura si basa sull'applicazione del modello universale descritto al par.3.2. Le misure, considerate come esempio d'applicazione della procedura, si riferiscono al film sottile  $BZO_{7,P}$ .

In Fig.5.2b è riportata la variazione della resistività a microonde in campo  $\Delta \rho$ . Tale grandezza viene identificata con la resistività complessa  $\rho_{vm}$  indotta dal moto dei vortici. In Fig.5.2a viene mostrata la quantità  $r = \rho_{vm,2}/\rho_{vm,1}$ , vista



Figura 5.1: a: Dipendenza dlle perdite assolute a micoonde in funzione del contenuto di BZO nei film YBCO/BZO in campo nullo a tre diverse temperature. Dipendenza in temperatura del fattore di merito 1/Q del risonatore con diversi film montati. I picchi sono dovuti alle risonanze nel substrato STO. In inserto: con l'inserimento di un distanziatore dielettrico è possibile spostare le risonanze del substrato per misurare l'impedenza superficiale reale.

l'importanza di tale parametro nell'analisi successiva. Il peso della componente reattiva risulta significativo poiché si misura  $r \ge 1$ .  $\rho_{vm,1}(H)$  è lineare in H, andamento consistente con il caso più semplice in cui il flux creep si può ritenere trascurabile [78].

Applicando l'analisi convenzionale dei dati, secondo il modello GR in assenza di creep, invertendo l'Eq.(3.1.6), che si riporta per comodità di lettura

$$\rho_{vm,GR} = \frac{\phi_0 B}{\eta} \frac{1}{1 - i\frac{k_p}{\eta\omega}} = \rho_{ff} \frac{1}{1 - i\frac{\omega_p}{\omega}}$$
(5.3.1)

si ottengono direttamente dalle grandezze misurate  $\rho_{vm}$ , le grandezze derivate  $\eta_{GR} \in k_{p,GR}$  (in Fig.5.2c e Fig.5.2d rispettivamente); in Fig.5.2d si osserva che  $k_{p,GR}$  risulta costante e  $\eta_{GR}$  debolmente dipendente dal campo. Per valutare quanto questi andamenti possano essere un artefatto legato a questo tipo di analisi, è opportuno ripercorrere l'analisi secondo il metodo universale che permette di valutare l'affidabilità dei calcoli e ricavare i parametri di vortice con la fisica che sottendono.

La riduzione di diversi modelli ad un'unica espressione analitica, Eq.(3.2.1), permette di dividere concettualmente l'intera analisi dei dati ed interpretazione in due passi:

• dapprima, usando la sola assunzione di dinamica standard di vortice, si possono derivare dai dati sperimentali le quantità indipendenti dal modello quali:  $\eta_{eff}$ ,  $\tau_{eff}$ ,  $\epsilon_{eff}$  (si veda il par.3.2);



Figura 5.2: La resistività di vortice  $\rho_{vm}$  rispetto al campo applicato nel campione di YBCO/BZO a T=70.9K. (a): parametro  $r = \rho_{vm,2}/\rho_{vm,1}$ . (b):  $\rho_{vm,1} \in \rho_{vm,2}$ . (c): il parametro viscosità di vortice  $\eta_{GR}$ . Nell'inserto (d): la costante di pinning  $k_{p,GR}$ .

• successivamente e separatamente, l'interpretazione fisica dei parametri efficaci viene effettuata sulla base di un modello specifico. Questo secondo passo può condurre a risultati parzialmente diversi in base allo specifico modello scelto ed è pertanto molto delicato. All'interno dei singoli modelli, a partire dall'espressione universale (3.2.1) si ricavano le limitazioni sui diversi parametri derivati necessarie per l'analisi dei risultati sperimentali.

#### 5.3.1 Il fattore di creep

Il fattore di creep  $\epsilon_{eff}$  è una grandezza che non può essere ottenuta direttamente dalle misure, ma è possibile ottenerne solo un limite superiore  $\epsilon_{eff,max}$ [78].

Consideriamo l'equazione universale Eq.(3.2.1) per la resistività di vortice  $\rho_{vm}$ e il rapporto r tra le grandezze che si misurano sperimentalmente:

$$r = \frac{\Im(\rho_{vm})}{\Re(\rho_{vm,1})} = \frac{\rho_{vm,2}}{\rho_{vm,1}} = \bar{\omega} \frac{1 - \epsilon_{eff}}{1 + \bar{\omega}^2 \epsilon_{eff}}$$
(5.3.2)

ovvero, il rapporto tra la parte immaginaria e reale della resistività complessa misurate, dove  $\bar{\omega} = 1/(\omega \tau_{eff})$ .

Rielaborando l'espressione precedente si ottiene:

$$(r\epsilon_{eff})\bar{\omega}^2 + (\epsilon_{eff} - 1)\bar{\omega} + r = 0$$
(5.3.3)

Affinché abbiano un significato fisico si deve imporre che  $\bar{\omega} \ge 0$  e  $0 \le \epsilon_{eff} \le 1$ . Dall'Eq.(5.3.3) ne discende il seguente vincolo:

$$\epsilon_{eff} \le \epsilon_{eff,max}(r) = 1 + 2r^2 - 2r\sqrt{1 + r^2}$$
 (5.3.4)

che rappresenta il limite superiore per il fattore di creep in termini delle grandezze misurate. La funzione  $\epsilon_{eff,max}(r)$  decresce monotonamente da 1 a 0 per r che varia nell'intervallo  $[0,\infty]$ . In Fig.5.3a è riportato  $\epsilon_{eff,max}$  per l'YB-CO/BZO a 70.9K; come si vede è una funzione crescente del campo (e anche della temperatura, consistentemente con la sua origine termica).



Figura 5.3: Parametri di vortice dipendenti dal modello per l'YBCO/BZO a 70.9K. In alto: il valore massimo del fattore di creep  $\epsilon_{eff,max}$ . Nell'inserto: il valore minimo d'energia  $U_{min}$  di potenziale secondo il modello CC (simboli pieni) e B (simboli vuoti). A destra:  $\eta_{GR}$  nell'ipotesi di creep nullo (simboli pieni), il valor medio atteso (cerchi vuoti), il valore minimo (quadrati).

#### 5.3.2 L'energia minima di attivazione

Dal valore del fattore di creep massimo  $\epsilon_{eff,max}$ , espresso nell'Eq.(5.3.4), è possibile derivare l'energia minima della barriera di potenziale di pinning  $U_{0,min}$  secondo l'espressione

$$\epsilon_{eff,max} = e^{-U_{0,min}/k_B T} \tag{5.3.5}$$

ma per farlo occorre scegliere un modello specifico [78]. I modelli utilizzati più di frequente sono quelli di Coffey-Clem (*CC* si veda par.3.1.2) e Brandt (*B* si veda par.3.1.3), che conducono a risultati simili, nell'intervallo in cui il modello di Brandt può essere applicato (con  $\epsilon_{eff,max} < 0.5$ , per cui  $r \ge 0.35$ ). Come mostrato in Fig.5.3b, la principale differenza consiste in una brusca traslazione verticale che deriva da un diversa stima del contributo di creep. I valori ottenuti sono  $U_{0,min}(\mu_0 H = 0.2T) \simeq 20 \text{meV}$  e 40 meV nei modelli B e CC, rispettivamente.

#### 5.3.3 Il coefficiente di viscosità di vortice

La viscosità di vortice  $\eta$  risulta definita nel seguente intervallo [78]

$$\eta_{GR} \frac{1 + \epsilon_{eff,max}}{2} < \eta < \eta_{GR} \tag{5.3.6}$$

i cui estremi sono definiti, indipendentemente dal modello scelto, in termini delle quantità  $\eta_{GR} = \frac{\phi_0 B}{\rho_{ff}}$  e  $\epsilon_{eff,max}$  ricavate direttamente dalle grandezze misurate secondo le relazioni (3.1.6) e (5.3.4), rispettivamente (in Fig.5.3c). Come si vede dall'Eq.(5.3.6), i valori ottenuti usando il modello *GR* rappresentano sempre un limite superiore per  $\eta$ , quindi la migliore approssimazione per  $\eta$  quando i creep  $\epsilon_{eff,max}$  è sufficientemente grande, ovvero ad alte temperature. A bassa temperatura, dove il creep è sufficientemente piccolo o trascurabile,  $\eta$  si stima con maggiore incertezza. In tal caso, la stima su  $\eta$ deve essere accompagnata da barre di incertezza. Tale incertezza può essere ridotto seguendo un approccio statistico e notando che l'incertezza sul fattore di creep,  $0 \leq \epsilon_{eff} \leq \epsilon_{eff,max}$ , non si riflette uniformemente su  $\eta$ . Il risultato principale è che, nel caso peggiore,  $\langle \eta \rangle \pm 20\%$  rappresenta il 90% dell'intervallo di confidenza, dove  $\langle \eta \rangle$  è il valore atteso di  $\eta$ . I risultati finora ottenuti, derivati dall'espressione generale (3.2.1) hanno quindi un'alta affidabilità indipendententemente dal modello specifico adottato.

#### 5.3.4 La costante di pinning

L'incertezza nella determinazione di  $k_p$  si comporta in modo opposto rispetto a quanto accade sul coefficiente di forza viscosa  $\eta$ : il valore calcolato secondo il modello GR, ovvero  $k_{p,GR}$ , rappresenta il limite inferiore, mentre dai valori finiti del creep  $\epsilon_{eff}$  si ricavano i valori superiori per  $k_p$ , fino ad un valore massimo  $k_{p,max}$  che dipende dalla scelta del modello.

Un'interpretazione dei dati sperimentali con il modello di Brandt fornisce  $k_{p,max} \simeq (k_{p,GR})$ , con un'incertezza trascurabile; questa incertezza deriva numericamente dalla cancellazione delle incertezze di  $\eta \in \omega_p$ , per valori di r sufficientemente alti essendo  $k_p = \omega_p/\eta$ .

Un'interpretazione delle stesse misure con il modello CC fornisce invece un'incertezza significativa poiché non avviene la stessa cancellazione.

La scelta del modello ricopre un ruolo molto importante nella determinazione di  $k_p$  dai dati sperimentali, pertanto si deve procedere con molta cura prima di giungere alle conclusioni sull'analisi di  $k_p$ . Per illustrare questo effetto si è riportata in Fig.5.4b la deviazione massima di  $k_{p,max}/k_{p,GR}$  in funzione di r calcolata con entrambi i modelli. È evidente come per  $r \ge 1$  i risultati ottenuti dai modelli Brandt e GR sono quasi coincidenti  $(k_{p,max}/k_{p,GR} \simeq 1)$ , mentre l'incertezza sul valore CC risulta maggiore. Questa proprietà vantaggiosa del modello di Brandt è controbilanciata dalla limitazione che si presenta a regimi in cui il creep non è troppo alto, invece l'approccio CC è capace di ottenere buoni risultati sia a regimi di creep basso che alto.

Comunque nel caso del campione studiato, come si vede in Fig.5.4a, indipendentemente dalla scelta del modello (CC o B),  $k_p$  risulta costante. L'interpretazione di questo andamento sarà affrontata nel par.5.4.4.



Figura 5.4: A sinistra:  $k_p$  secondo il modello CC (valore massimo a simboli pieni), B (valore massimo a simboli vuoti), GR triangoli rovesciati. A destra:  $k_p$  normalizzato su  $k_{p,GR}$  in funzione di r; è evidente la dipendenza dal modello. modello CC (linea spessa); modello B (linea tratteggiata); la linea sottile rappresenta la coincidenza con il modello GR.

# 5.4 Misure in campo magnetico

Le misure di dissipazione in campo magnetico sono state eseguite:

- in campo magnetico perpendicolare (ovvero a  $\theta = 0^{\circ}$ ), per studiare la riduzione delle perdite e l'andamento dei parametri di vortice per effetto del contenuto percentuale di inclusioni di BZO (si vedano i par.5.4.1 e 5.4.2);
- con *rampe in campo* e *rotazioni angolari*, sullo stesso campione, per determinare l'effetto della direzionalità del pinning ed l'anisotropia (si vedano i par. 5.4.5, 5.4.6, 5.4.7).

• la risposta dei vortici in campioni cresciuti per via chimica (si vedano i par. 5.4.8 e 5.4.9).

### 5.4.1 Riduzione delle perdite per effetto del contenuto di BZO

Le misure in campo magnetico perpendicolare, presentate in [109], mostrano lo studio sistematico sui campioni  $puro_{0,P}$ ,  $BZO_{2.5,P}$ ,  $BZO_{5,P}$ ,  $BZO_{7,P}$ .



Figura 5.5: Parti reale ed immaginaria della resistività a microonde, in funzione del campo applicato, per T = 63, 77 and 83 K (le temperature leggermente differenti sono indicate in figura) e differente contenuto di BZO. Si vede che quantità maggiori di inclusioni di BZO riducono significativamente le perdite in campo.

Nei pannelli (a), (b), (c) della Fig.5.5 è riportata  $\Delta R_s$  in funzione di H per tutti i campioni studiati ad alcune temperature. L'YBCO/BZO presenta una riduzione della variazione della resistenza superficiale di un fattore ~ 3, in funzione del campo magnetico applicato, rispetto al  $puro_{0,P}$  [109]. Tale riduzione si estende fino a temperature prossime a  $T_c$ , indicando come l'efficacia dei centri di pinning sia cresciuta per effetto dell'introduzione delle particelle di BZO.

I cambiamenti indotti dal campo sulla reattanza  $\Delta X_s$  (pannelli (d), (e), (f) della Fig.5.5) mostrano nell'YBCO/BZO una riduzione meno drammatica rispetto ai cambiamenti sulla resistenza a basse temperature, ma con una forte

persistenza vicino a  $T_c$ , indicando come il pinning associato al BZO rimanga forte a più alte temperature.

La risposta del campione  $BZO_{2.5,P}$  è simile a quella del  $puro_{0,P}$ , suggerendo come piccole percentuali di BZO non inducano una crescita significativa e strutturata di difetti allungati lungo l'asse-c.

Nelle Fig.5.6a,b si confronta, con maggiore dettaglio, la risposta del campione  $BZO_{7,P}$  con quella del  $puro_{0,P}$ , da cui si evince che, nei film con alto contenuto di BZO, sia  $R_s$  che  $X_s$  presentano una curvatura verso il basso nella dipendenza da H [106]. Nel campione  $puro_{0,P}$  (Fig.5.6c,d)si ha una curvatura verso



Figura 5.6: Le variazioni della dipendenza in campo della resistenza superficiale,  $\Delta R'_s(H) = \Delta \rho_1(H)/d$ , nell'YBCO/BZO (pannello in alto) e nel  $puro_{0,P}$  (pannello in basso). Nell'YBCO/BZO la dissipazione viene ridotta di un fattore ~ 3 o maggiore. Persino a 87 K, vicino a  $T_c$ , l'aumentare della dissipazione in campo del  $BZO_{7,P}$  rimane comunque minore dell'YBCO (in inserto). Le variazioni della dipendenza in campo della reattanza superficiale,  $\Delta X'_s(H) = \Delta \rho_2(H)/d$ , nell'YBCO/BZO (pannello in alto) e nel  $puro_{0,P}$  (pannello in basso). Nell'YBCO/BZO la reattanza rimane alta fino a  $T \approx T_c$ , suggerendo la persistenza del pinning.

l'alto in  $R_s(H)$  che è di solito un'indicazione della presenza di flux creep. I dati suggeriscono pertanto che l'introduzione di BZO, oltre ad un forte pinning, porta ad una riduzione del creep ad alte temperature.

Il rapporto  $r = \frac{\Delta X_s}{\Delta R_s}$ , che rappresenta il bilancio tra la risposta elastica e dissipativa, aumenta regolarmente al crescere del contenuto di BZO (nelle Fig.5.7a,b,c), indicando come le inclusioni di BZO influiscano non solo sull'aumento della forza di ancoraggio dei flussoni (che dovrebbe essere principalmente legata alla reattanza) ma sui meccanismi stessi di dissipazione in tutto



l'intervallo di temperature studiate [107]. Di nuovo è evidente la differenza di

Figura 5.7: Parametro di pinning r in funzione del campo applicato a diverse temperature e percentuali di BZO. I dati sono riportati sopra a  $\mu_0 H = 0.2$  T per evitare la dispersione dovuta alle elaborazioni numeriche. Il parametro di pinning r preso a  $\mu_0 H = 0.5$  T in funzione del contenuto di BZO per T = 63, 77 e 83 K. Si vede come il pinning aumenti con il contenuto di BZO.

comportamento tra i campioni  $puro_{0,P}$  e quelli a più alto contenuto di BZO. I valori assoluti di r sono più alti nell'YBCO/BZO, stando ad indicare un pinning più forte. La dipendenza dal campo è più debole nell'YBCO/BZO. Questo aspetto è particolarmente significativo a temperature più alte: perfino a 87 K, vicino a  $T_c$ , r satura ad un valore ~ 0.5 nell'YBCO/BZO, mentre nel  $puro_{0,P}$  r decresce sotto al valore ~ 0.2.

Nella Fig.5.7d è riportato l'andamento del parametro r, valutato ad un campo pari a  $\mu_0 H = 0.5$  T, in funzione del contenuto di BZO ed a diverse temperature. Si noti come l'YBCO/BZO esibisca valori maggiori di r rispetto al  $puro_{0,P}$  a tutte le temperature, incluse quelle vicine alla transizione, indicando come il pinning addizionale introdotto con il BZO sia abbastanza forte per sopravvivere alle eccitazioni termiche; questo implica che, le inclusioni di BZO determinino nell'YBCO/BZO buche di potenziale sia profonde che ripide, che modificano il profilo di potenziale di pinning rispetto al film  $puro_{0,P}$  [109]. Scegliendo per l'analisi dei dati il modello teorico di Coffey Clem [74, 75, 76, 77],



Figura 5.8: A sinistra: valori minimi permessi dell'altezza dell barriera di potenziale del potenziale di vortice,  $U_{min}$ , calcolata a  $\mu_0 H = 0.5$  T in funzione del contenuto di BZO e a T = 63, 77 and 83 K. Come si vede  $U_{min}$  dipende dal contenuto di BZO e satura a 5% mol. BZO. A destra: dipendenza dalla temperatura di r a  $\mu_0 H = 0.5$  T nel  $puro_{0,P}$  (simboli vuoti) e nel  $BZO_{7,P}$  (simboli pieni) a diversa temperatura.

dal valore massimo del fattore di creep, applicando l'Eq.(5.3.4), si ricava l'energia minima della barriera di potenziale di pinning  $U_{min}$ . In Fig.5.8a è riportato l'andamento di  $U_{min}$ , calcolato a  $\mu_0 H = 0.5$  T, in funzione del contenuto di BZO a tre diverse temperature [109]. Da questo risultato è chiaramente visibile come l'altezza minima delle buche di potenziale aumenti monotonamente con l'introduzione del BZO fino alla percentuale pari a 5%.

La spiegazione più naturale è che ciascun vortice abbia trovato una posizione preferenziale sul singolo difetto di BZO. Ad un contenuto intermedio di inclusioni di BZO i flussoni possono ancora scegliere di ancorarsi sui difetti naturali; invece, al crescere del contenuto di BZO, ogni linea di flusso si alloca in una buca di pinning che si è creata in corrispondenza di un difetto colonnare di BZO. Tale scenario è consistente con l'andamento dell'altezza minima  $U_{min}$  che satura a 5% mol. BZO: a  $\mu_0 H = 0.5$  T la densità areale delle linee di flusso è dell'ordine di ~  $\mu_0 H/\Phi_0 \simeq 250 \ \mu m^{-2}$ , dove  $\Phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-15} \text{ Tm}^2$ . Questo numero dev'essere confrontato la densità  $n_d$  di difetti colonnari introdotti dal BZO. Utilizzando un metodo di etching si è trovato che nel campione  $BZO_{5,P}$ risulta  $n_d \sim 600 \ \mu m^{-2}$  [58], in buon accordo con il fatto che  $U_{min}$  saturi: a questo valore di campo (quindi di densità di linee di flusso), tutte le linee di flusso risultano ancorate per l'*effetto di matching* (si veda par.1.7.1) sui difetti introdotti artificialmente visto che il loro numero è minore di quello dei difetti di BZO presenti. In Fig.5.8b si è riportata la dipendenza dalla temperatura di r a  $\mu_0 H = 0.5$  T nel  $puro_{0,P}$  e nel  $PLD_7$  a diversa temperatura [110]. Come si vede, il campione  $PLD_7$  esibisce valori maggiori di r a tutte le temperature, stando ad indicare che il BZO rappresenta un pinning ulteriore sufficientemente forte da sopravvivere agli effetti termici.

#### 5.4.2 Campioni PLD: parametri di vortice

Dall'impedenza superficiale complessa dei campioni si derivano i parametri di vortice, la costante di pinning  $k_p$  e la viscosità di vortice  $\eta$ , che forniscono informazioni sulla dinamica dei flussoni alle microonde.



Figura 5.9: Parametri viscosità di vortice  $\eta$  e constante di pinning (parametro di Labusch)  $k_p$  in funzione di contenuto di BZO a  $T \simeq 65$  K calcolati usando l'espressione GR, a diversi campi magnetici.

Facendo riferimento all'Eq.(3.2.1), dalla dipendenza in campo osservata su r si possono identificare le dipendenze dal campo di ciascun parametro di vortice. Dapprima, senza fare alcuna assunzione sul fattore di creep, lo si lascia variare tra i suoi valori limite, definiti nel par.5.3.1, ovvero  $0 \le \epsilon \le \epsilon_{eff,max}$ . In questo modo, sia  $k_p$  che  $\eta$  (e quindi il loro rapporto  $\omega_p$ ) varieranno tra i corrispondenti limiti.

Al crescere del contenuto di BZO, i valori della viscosità  $\eta$  e della costante di pinning  $k_p$  risultano di un fattore ~ 2 e 3 rispettivamente, al di sopra di quelli ottenuti per  $puro_{0,P}$ . Il simultaneo aumento dei parametri  $\eta$  e  $k_p$  con il contenuto di BZO, come mostrato da Fig.5.9b, suggerisce che la riduzione delle perdite a microonde in campo derivi principalmente da un miglioramento delle proprietà di pinning, ma viene anche influenzata positivamente da un cambiamento dei processi intrinseci di dissipazione [108].

Inoltre, come si osserva in Fig.5.9, l'aumento del contenuto di BZO riduce la variazione percentuale di  $k_p$  in campo magnetico; tale riduzione suggerisce che il regime di pinning corrisponde a vortici ancorati individualmente. Questo risultato è in accordo con quanto osservato precedentemente, ovvero che nel campione  $BZO_{5,P}$  la densità areale dei difetti di BZO risulta dello stesso ordine del numero di flussoni  $B \sim 1T$  [117].

# 5.4.3 Viscosità di vortice $\eta$ al variare della percentuale di BZO

La viscosità di vortice esibisce valori assoluti che rientrano nell'intervallo di quelli comunemente riportati in letteratura [43]. Tuttavia, al crescere della concentrazione di BZO presenta un interessante cambiamento di andamento, da un valore standard costante nel campione  $puro_{0,P}$  e a basso contenuto di BZO ( $BZO_{2.5,P}$ ), ad una funzione crescente con il campo a concentrazioni più alte di BZO, come rappresentato nella Fig.5.10 a due diverse temperature (pannello a 68K e pannello b 77K). È opportuno sottolineare che, mentre vi



Figura 5.10: La viscosità di vortice  $\eta$  ottenuta dai dati sui campioni a diverso contenuto di BZO a ~ 67K e ~ 77K.  $\eta$  risulta costante solo a basso contenuto di BZO.

sono numerosi modelli che descrivono una viscosità decrescente con il campo [118, 119], una viscosità crescente risulta più difficile da comprendere. Questa dipendenza di  $\eta$  dal campo magnetico, non prevista in letteratura, ha costitui-to pertanto un aspetto nuovo nell'analisi dei dati.

Dal punto di vista microscopico, questo andamento può essere indice di un

aumento del tempo di scattering delle quasi-particelle nel nucleo del flussone e si correla bene con il miglioramento della cristallinità nei campioni con BZO osservato nelle analisi microstrutturali condotte all'ENEA [108] (si veda Fig.2.6).

La viscosità di vortice  $\eta$  rispetto ad H a diverse temperature, derivata secondo il modello di Coffey-Clem, è riportata nelle Fig.5.11 per il  $puro_{0,P}$  e Fig.5.12a per il campione  $BZO_{5,P}$  e Fig.5.12b per il campione  $BZO_{7,P}$ . Quanto osser-



Figura 5.11: La viscosità di vortice  $\eta$  ottenuta dai dati sul campione  $puro_{0,P}$  a diverse temperature.



Figura 5.12: La viscosità di vortice  $\eta$  ottenuta dai dati sui campioni  $BZO_{5,P} \in BZO_{7,P}$ .

vato sull'andamento della viscosità nella Fig.5.10 si estende a tutto l'intervallo di temperature come si vede in Fig.5.12: l'YBCO/BZO presenta una viscosità crescente fin da campi bassi rispetto al  $puro_{0,P}$ , che invece rimane costante al crescere dell'intensità del campo magnetico. Tale andamento della viscosità indica che il pinning dovuto all'introduzione delle inclusioni di BZO compete con il pinning intrinseco della matrice di YBCO nell'ancorare i flussoni e rimane efficace fino ad alte temperature.

# 5.4.4 Costante di pinning $k_p$ al variare della percentuale di BZO

In Fig.5.13 sono stati riportati, per i campioni  $BZO_{5,P}$  e  $puro_{0,P}$ , l'intervallo di valori permessi per il parametro di pinning  $k_p(H)$  (rappresentato dalle fasce grigie) e le curve limiti di GR (rappresentate dai simboli), a due diverse temperature, calcolate in base alla procedura del par.5.3.4. Mentre i valori assoluti



Figura 5.13: 2. Intervallo di valori ammessi (aree ombreggiate) e limiti GR (simboli) per  $k_p(H)$  a temperature scelte per l'YBCO puro e l'YBCO/BZO.

di  $k_p$  nel  $puro_{0,P}$  sono allineati con quelli ottenuti da altre misure alle stesse frequenze delle microonde [43], nel  $BZO_{5,P}$  risultano maggiori, specialmente a basse temperature, evidenziando una risposta reattiva molto differente.

Inoltre, tra i due campioni confrontati, si osserva un'evidente cambiamento di andamento di  $k_p$  rispetto al campo: mentre nell'YBCO puro il parametro di pinning  $k_p$  decresce rapidamente al crescere del campo magnetico (nelle Fig.5.13a,c), con pendenza maggiore a basse temperature, nel  $BZO_{5,P}$   $k_p(H)$ rimane approssimativamente costante, con una tendenza a crescere a bassi campi quando si considerano temperature più alte (nelle Fig.5.13a,b). Questa diversa dipendenza in campo definisce pertanto il passaggio tra due differenti regimi di pinning: in presenza di difetti diluiti o poco efficaci, come nel campione  $puro_{0,P}$ , le linee di flusso vengono ancorate su una matrice di difetti puntiformi, che ancora molti vortici per difetto (*regime di pinning collettivo*) e l'andamento di  $k_p$  in funzione del campo è quello riportato in [43], [50]. Ad alta concentrazione di difetti o in presenza di pinning correlato, i vortici vengono ancorati individualmente o in piccoli aggregati (*bundle*) sui difetti di BZO (*regime di pinning singolo*). Infatti nel  $BZO_{5,P}$ , le inclusioni colonnari di BZO rappresentano siti di pinning forte, cosicché, nell'intervallo di campo studiato, ogni flussone viene ancorato individualmente. Di conseguenza,  $k_p$  risulta constante o leggermente crescente con H e le linee di flusso agiscono essenzialmente come strutture rigide. L fisica dei regimi di pinning è richiamata brevemente in 1.7.1.

Tali ipotesi sono state verificate estendendo lo studio agli altri campioni a diverse concentrazioni di BZO. In Fig.5.14 si è riportato l'andamento in campo della costante di pinning  $k_p$  a basse temperature (~68 K, pannello (a) e ~77 K pannello (b)) nei quattro campioni,  $puro_{0,P}$ ,  $BZO_{2.5,P}$ ,  $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$ . Il parametro  $k_p$  mostra un cambiamento nella dipendenza in campo magneti-



Figura 5.14: Dipendenza della costante di pinning  $k_p$  in funzione del campo applicato a ~ 68Ke77K. Si vede che essa decresce rapidamente quando il campo aumenta nel  $puro_{0,P}$ ,  $BZO_{2.5,P}$ , mentre è approssimativamente costante in campo, con una tendenza a salire a bassi campi, nel  $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$ .

co al crescere del contenuto di BZO, e tale caratteristica permane nell'intero intervallo di temperature osservate (si vedano le Fig.5.15, 5.16). Questo risultato ottenuto alle diverse concentrazioni di BZO conferma quando affermato precedentemente. La costante di pinning  $k_p(H)$  decresce rapidamente quando il campo aumenta nel  $puro_{0,P}$ ,  $BZO_{2.5,P}$ , mentre risulta approssimativamente costante, con una tendenza ad aumentare a campi bassi, nel  $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$ .

Se l'origine del meccanismo di pinning è la stessa nei campioni con il BZO,  $k_p(H)$  dovrebbe avere la stessa dipendenza funzionale; per verificarlo si è applicato uno scaling sulle curve alle diverse temperature: se le curve scalano tutte su un'unica curva rappresentativa (*curva master*), il meccanismo risulta il medesimo. Le curve di  $k_p(H,T)$  possono essere descritte dalla seguente



Figura 5.15: A sinistra: dipendenza dal campo di  $k_p$  nel  $puro_{0,P}$  in tutto l'intervallo di temperature studiate.  $k_p$  decresce rapidamente quando il campo aumenta. A destra: le curve scalate di  $k_p$  nel  $puro_{0,P}$ .

espressione sia nel campione puro che nell'YBCO/BZO:

$$k_p(\bar{H},T) = k_{p0}(T)F(H/H'_{sm}(T))$$
(5.4.1)

nella quale  $F(H/H'_{sm})$  è la curva master in funzione del campo magnetico ridotto  $H/H'_{sm}$ ; la curva master riflette le proprietà intrinseche del potenziale di pinning, differenti nel  $puro_{0,P}$  rispetto ai film con difetti colonnari di BZO. La funzione  $k_{p0}(T)$  dipende dalla temperatura tramite la funzione g(T) e dal contenuto nominale di difetti di BZO, dipendenza espressa in  $g_0 = k_{p00}(\delta)$ . Secondo queste considerazioni, l'Eq.(5.4.1) diviene

$$k_p(H,T) = k_{p00}(\delta)g(T)F(H/H'_{sm}(T))$$
(5.4.2)

Nella Fig.5.15a sono riportate le curve  $k_p(H,T)$  per il campione puro e nella Fig.5.15b quelle riscalate secondo l'Eq.(5.4.2), da cui scaturisce una buona sovrapposizione su un'unica curva master  $F(H/H'_{sm})$  decrescente in funzione del campo in tutto l'intervallo di temperature.

Osserviamo che in un sistema con difetti diluiti, il parametro di pinning  $k_p$  dovrebbe decrescere secondo l'espressione  $H^{-\alpha}$ , con  $\alpha \sim \frac{1}{2}$  [43]. Il campione puro (ed anche l' $BZO_{2.5,P}$ ) presenta una dipendenza dal campo più debole,  $k_p \sim H^{-0.4}$  (rappresentata da una curva continua in Fig.5.14a), ma non inconsistente con il modello a difetti puntiformi diluiti, ed anche in accordo con altri risultati ottenuti per pinning collettivo alle frequenze delle microonde [120]. Il campione a 5 mol.% mostra invece una possibile tendenza a tale comportamento solo al di sopra di  $\mu_0 H = 0.6$ T, mentre il campione  $BZO_{7,P}$  non mostra alcuna tendenza ad una decrescita di  $k_p$ .



Figura 5.16: Dipendenza dal campo di  $k_p$  nel  $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$  in tutto l'intervallo di temperature studiate.  $k_p$  è approximativamente costante, solo in prossimità della transizione appaiono alcune differenze.

Nei campioni  $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$  le curve di  $k_p$  (Fig.5.16a e 5.16b rispettivamente) scalano su un'unica curva master quasi costante con il campo magnetico per temperature minori di T = 84K, mentre lo scaling fallisce a temperature maggiori (come riportato nelle Fig.5.17a,b). Questo risultato trova una naturale spiegazione nel pinning individuale dei vortici o bundle di piccole dimensioni sulle inclusioni di BZO; una linea di flusso appartenente ad un bundle diviene flessibile e si accomoda in un potenziale modificato dalla presenza di difetti di BZO: la linea può essere allora risultare ancorata su una colonna di BZO per parte della sua lunghezza ed per un altro tratto accomodarsi su un'inclusione vicina (kink) o trovarsi in equilibrio nelle regioni interstiziali della matrice di YBCO [50].

A temperature maggiori, vicino a  $T_C$ , si osserva il passaggio ad un regime di pinning diverso poiché le curve  $k_p(H,T)$  non collassano più sulla stessa curva master presumibilmente per l'attivazione di contributi termici.

Altre interessanti osservazioni emergono studiando separatamente le funzioni presenti nell'Eq.(5.4.2). Nella Fig.5.18a viene riportata la dipendenza dalla temperatura della funzione g(T); come si vede l'andamento è ben rappresentato, per tutti i campioni, dalla curva  $g(T) = g(0)(1-t)^{4/3}(1+t)^2$  proposta in [43]. La funzione g(T) rappresenta, nella forza di pinning, l'effetto per cui, per risparmiare l'energia di condensazione, i flussoni vengono ancorati sui centri di pinning; tale effetto è lo stesso al variare della temperatura per ogni meccanismo di pinning.

Il risultato soddisfacente del fit permette di estrapolare il valore a temperatura nulla della costante di pinning  $k_{p00}$ . I valori di  $k_{p00}$  risultano dello stesso ordine di quelli riportati in [43]; in Fig.5.18b vengono presentati i valori di  $k_{p00}$  in



Figura 5.17: Curve scalate di  $k_p$  per l' $BZO_{5,P}$  e  $BZO_{7,P}$ . per temperature T < 84K e in prossimità della transizione (in inserto). Per entrambi i campioni la curva master sembra al più constante a temperature minori di T = 84K, mentre le curve sono leggermente crescenti quando vengono considerate temperature maggiori.

funzione del contenuto nominale ( $\delta$ ) di BZO per tutti i campioni. Il valore più alto osservato per  $k_{p00}(\delta)$  è quello relativo al campione  $BZO_{5,P}$ , consistente con quanto osservato nelle misure in dc per il valore massimo della forza di pinning [113]; non si osserva invece alcun miglioramento per il campione a 2.5 mol.% di BZO.

### 5.4.5 Effetto della direzionalità del pinning ed anisotropia

I risultati finora discussi sono coerenti con quanto trovato dallo studio in angolo della resistività complessa  $\Delta \rho(H, \theta)$  dei film  $BZO_{5,P}$ : le colonne di BZO risultano efficaci centri di pinning anche quando il campo magnetico è applicato ad un angolo  $\theta$  rispetto all'asse-c (direzione delle colonne stesse) come discusso nel seguito di questo paragrafo.

L'obiettivo delle misure in angolo è quello di distinguere le grandezze fisiche intrinseche (dipendenti dalla struttura elettronica dell'YBCO) e quelle estrinseche (che risentono della direzionalità del pinning dovuta ai nanorod di BZO). I contributi dovuti all'anisotropia del pinning naturale intrinseco, dovuto alla struttura stratificata dell'YBCO (o l'anisotropia di massa elettronica intrinseca) seguono la regola di scaling  $H/H_{c2}(\theta)$ , dove  $H/H_{c2}(\theta) = H/\epsilon(\theta)$  (par.1.4.2). Le misure magnetiche a microonde sono state condotte su due parti dello stesso campione  $BZO_{5,P}$  a diversi angoli  $\theta$  rispetto all'asse-*c* variando l'intensità del campo fino a  $\mu_0 H \leq 0.8$  T a T = 81 K (rampe in campo nella parte I), o



Figura 5.18: Dipendenza della g(T) dalla temperatura per tutti i campioni; l'andamento è ben rappresentato dalla funzione  $g(T) = g(0)(1-t)^{4/3}(1+t)^2$ . Da g(0) si estrae una valutazione di  $k_{p00}(\delta)$ . La dipendenza di  $k_{p00}(\delta)$  dal contenuto di BZO presenta il valore massimo a 5 mol.% coerentemente con quanto si osserva con le misure in dc sulla forza di pinning.

fissando il valore del campo a  $\mu_0 H_1 = 0.4$ T e  $\mu_0 H_2 = 0.6$ T a T=80K<sup>1</sup> Le misure sono state condotte alle temperature indicate, che è un buon compromesso tra la condizione di T sufficientemente al di sotto di  $T_c$  e la scomparsa del segnale nel rumore ad angoli  $\theta \to 90^\circ$  a più basse temperature. La risposta angolare risulta simmetrica rispetto ai piani (ab). I dati sperimentali forniscono  $\Delta \rho(H,\theta)/d = \left[\rho(H,\theta) - \rho(H=0)\right]/d = \left[\Delta \rho_1(H,\theta) + i\Delta \rho_2(H,\theta)\right]/d,$ in cui  $\rho = \rho_1 + i\rho_2$  è la resitività complessa e d è lo spessore del film. Nelle Fig.5.19a, b si riporta la dipendenza dal campo di  $\Delta \rho_1/d \in \Delta \rho_2/d$  ai diversi angoli  $\theta$  nella parte I. Come ci si aspettava,  $\Delta \rho(H)$  decresce all'aumentare dell'angolo, andamento dovuto all'anisotropia di massa intrinseca dell'YBCO ed all'effetto ridotto della forza di Lorentz sulle linee di flusso (quando  $\theta = 0^{\circ}$ ,  $H \perp J_{mw}$ , mentre quando  $\theta = 90^{\circ}$  solo una parte delle linee di corrente a microonde risultano perpendicolari al campo, riducendo così l'efficacia netta della forza di Lorentz, si veda il par.1.5). La Fig.5.19c in inserto mostra che la risposta generale diviene più dissipativa per  $\theta \to 90^{\circ}$ , visto che il rapporto  $r = \Delta \rho_2 / \Delta \rho_1$  risulta r < 1.

Applicando lo scaling come descritto al par.1.4.2 la resistività complessa  $\Delta \rho(H, \theta)$ non scala in angolo poiché comprende sia contributi intrinseci dovuti al moto libero dei vortici espressi dalla resistività di flux flow  $\rho_{ff}$  (ovvero  $\eta$ , come descritto in dettaglio al par.5.4.6) che estrinseci legati al pinning correlato. Nei paragrafi seguenti questi contributi verranno studiati separatamente con-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Rotazioni angolari nella parte II diverso tempo dopo rispetto a quando sono state fatte le misure sulla parte I.



Figura 5.19: Variazioni indotte dal campo sulla parte reale (a) ed immaginaria (b) della resitività a T = 81K e diversi angoli  $\theta$  tra il campo de e l'asse-c. Nell'inserto in Fig.(a) è riportata una schematizzazione del percorso della corrente a microonde e la definizione dell'angolo  $\theta$ . Inserto (c), dipendenza dal campo di  $r = \Delta \rho_2 / \Delta \rho_1$  a selezionati angoli.

siderando la dipendenza angolare della resistività di flux-flow  $\rho_{ff}(H,\theta)$  e di Campbell  $\rho_C$  (ovvero  $k_p$ ).

#### 5.4.6 Scaling 3D della resistività di flux-flow

Dai dati sperimentali di  $\Delta \rho(H, \theta)$  del campione I si ricava la dipendenza dal campo della resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  (si veda par.3.1.1) ai diversi angoli  $\theta$  a temperatura fissata, come riportato in Fig.5.20.

Applicando l'approccio di scaling secondo l'Eq.(3.3.9) si ottiene che le curve collassano su un'unica curva in funzione del campo ridotto  $H/f(\theta)$ , secondo la funzione di scala determinata sperimentalmente  $f(\theta)$ . In Fig.5.20b sono state riportate le curve riscalate di  $\rho_{ff}$  vs  $H/f(\theta)$  ed in Fig.5.20c in inserto la funzione di scala  $f(\theta)$ . Come si vede il rapporto di anisotropia  $f(90^\circ)/f(0^\circ)$ risulta significativamente più grande, pari a 12, dei valori comunemente accettati per l'anisotropia intrinseca di massa dell'YBCO ( $\gamma = 5 \div 8$ ), se si applica direttamente l'Eq.(3.3.8). Questa discrepanza è in realtà alla dovuta simultanea variazione della forza di Lorentz, mediando l'Eq.(3.3.8) su  $\phi$  si ottiene

l'Eq.(3.3.9). La funzione di scala, che corrisponde a  $f(90^{\circ}) = 12$ , fissa allora il valore di  $\gamma = 6$  che rientra nell'intervallo dei valori comunemente accettati per l'YBCO.



Figura 5.20: (a)  $\rho_{ff}(H)$  a vari angoli  $\theta$ , derivata dalle misure di  $\Delta \rho$ . (b) Scaling angolare  $\rho_{ff}(H/f(\theta))$  per i dati in (a). (c) Funzione sperimentale di scaling  $f(\theta)$  (quadrati) e funzione anisotropa di scaling corretta con la riduzione della forza di Lorentz (linea continua) con  $\gamma = 6$ ; la dimensione dei quadrati rappresenta una misura delle bande di errore.

Un ottimo scaling si ottiene non solo dalle rampe in angolo ma anche dalle rotazioni in angolo a campo fisso. Nelle Fig.5.21a,b si riporta la dipendenza dall'angolo  $\theta$  di  $\Delta \rho_1/d \in \Delta \rho_2/d$  ai valori fissati del campo pari a  $\mu_0 H_1=0.4$ T e  $\mu_0 H_2=0.6$ T a T=80K. Nella Fig.5.21c vengono riportate le  $\rho_{ff}$  riscalate secondo le funzioni di scaling angolare determinate sperimentalmente per le rampe (parte I, simboli quadrati), rotazioni al valore di campo  $\mu_0 H_1=0.4$ T (parte II, cerchi aperti) e rotazioni al valore di campo  $\mu_0 H_2=0.6$ T (parte II, croci); come si vede chiaramente le  $\rho_{ff}$  descrivono un'unica curva in quanto rappresentano la stessa parte intrinseca che dipende solamente dalla struttura elettronica. Nella Fig.5.21f, in inserto d, è rappresentata con la linea continua la funzione  $f(\theta)$  per  $\gamma = 6$ : l'accordo è eccellente.

Concludendo, i risultati sperimentali, consistenti con il modello definito dall'Eq.(3.3.9), dimostrano che la resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  è una proprietà in-



Figura 5.21: A sinistra: rotazioni angolari a campo fissato  $\mu_0 H_1 = 0.4$ T e  $\mu_0 H_2 = 0.6$ T. A destra: resistività di flux-fow derivata da  $\Delta \rho$ . (a): dipendenza angolare di  $\rho_{ff}$  nella parte II; (b): scaling dei dati sulla curva  $\rho_{ff}(H, \theta^{\circ})$  secondo il campo scalato  $H/f(\theta)$ ; (c) simile scaling ottenuto dalle rampe a diversi angoli per la parte I; (d):  $f(\theta)$  sperimentale e confronto con l'espressione teorica.

trinseca dettata solo dall'anisotropia di massa elettronica dell'YBCO, perché segue la legge di scala  $Q(H, \theta) = Q(H/\epsilon(\theta))$  secondo un solo campo di scaling come descritto al par.1.4.2.

#### 5.4.7 Resistività di Campbell e pinning correlato

A differenza di  $\rho_{ff}$ , le proprietà estrinseche possono dipendere da diversi campi di scaling (come il campo di matching) e da direzioni preferenziali di pinning (difetti colonnari orientati ad un certo angolo). Come già verificato nel precedente paragrafo per la resistività complessa  $\Delta \rho(H, \theta)$ , anche le altre proprietà legate al pinning correlato, come la resistività di Campbell  $\rho_C$  (ovvero  $k_p$ ) e  $J_c$ , non collassano su un'unica curva semplicemente riscalando il campo; ciò dimostra direttamente la natura direzionale del pinning dovuto ai nanorod di BZO in quasi tutto l'intervallo angolare nei campioni YBCO/BZO cresciuti con PLD.



Figura 5.22:  $k_p$  rispetto ad H agli stessi angoli. In questo caso lo scaling angolare non è possibile. Differenti dipendenze dal campo indicano diversi meccanismi di pinning, a seconda della regione angolare.

In Fig.5.22 vengono riportati i dati relativi al parametro di Labusch (o costante di pinning)  $k_p$  rispetto a H a vari  $\theta$  riferiti al campione I. Al variare dell'angolo si distinguono diversi regimi di pinning:

- tra  $0^{\circ} \leq \theta \leq 45^{\circ}$ ,  $k_p$  è praticamente constante (un'analisi più attenta rileva che  $k_p$  aumenta leggermente con il campo) ed è quantitativamente lo stesso;
- tra  $60^{\circ} \leq \theta \leq 80^{\circ}$  la dipendenza dal campo resta la stessa, ma  $k_p$  cresce in valore assoluto;
- aumentando ancora l'angolo, per  $\theta \ge 85^\circ$ ,  $k_p$  acquisisce una forte dipendenza dal campo, decrescendo velocemente quando H aumenta.

Confrontando questi risultati con gli andamenti in campo magnetico studiati a  $\theta = 0^{\circ}$  (si veda il par.5.4.4), si deduce che fino a  $\theta = 45^{\circ}$  l'effetto del pinning è determinato dal BZO; ad angoli maggiori, visto che  $k_p$  acquisisce una dipendenza decrescente col campo, si può affermare, da un punto di vista qualitativo, che il meccanismo di pinning per campi quasi paralleli ai piani (*ab*) (ovvero a  $\theta \sim 90^{\circ}$ ), anche nei campioni con BZO, sia lo stesso che nell'YBCO puro (con il campo lungo l'asse *c*), ovvero determinato solo dall'anisotropia intrinseca. In questo scenario, ad angoli intermedi,  $60^{\circ} \leq \theta \leq 85^{\circ}$ , la risposta risulta allora da una concomitanza di effetti dovuti al pinning correlato di BZO e all'anisotropia intrinseca. Estraendo dalle rampe i valori a  $\mu_0 H = 0.6T$  si ricava l'andamento di  $k_p$  in angolo (Fig.5.23a) adottando il modello GR, da cui si conclude che non si può descrivere sulla base della semplice ansotropia di massa per il contributo significativo dovuto al BZO.



Figura 5.23:  $k_{(p,GR)}$  in angolo presenta un massimo a  $\theta \sim 90^{\circ}$ ; in  $J_c$  è evidente un ulteriore intenso picco a  $\theta = 0^{\circ}$ , assente nei risultati di  $k_p$ .

Un confronto tra le misure a microonde e quelle in dc di  $J_c$  permette di ottenere informazioni di dettaglio sulle buche di potenziale di pinning del BZO (che contribuiscono al pinning direzionale) rispetto a quelle dovute alla struttura a strati. Nella Fig.5.23b è stata riportata la dipendenza angolare di  $J_c$  per diversi valori del campo. In  $J_c$  è evidente un intenso picco a  $\theta = 0^\circ$ , assente nei risultati di  $k_p$  in angolo che presenta invece un picco a  $\theta = 90^\circ$  ed un innalzamento generale dei valori tra  $\theta = 0^\circ$  e  $\theta \sim 80^\circ$ . Mentre  $J_c$  è una misura della profondità delle buche del potenziale di pinning associato ai nanorod di BZO,  $k_p$  è una misura della loro rididità. Di conseguenza, si conclude che le buche di pinning originate dai nanorod di BZO sono più profonde di quelle originate dalla struttura a strati, dimostrato dal fatto che  $J_c(\theta = 0^\circ) > J_c(\theta = 90^\circ)$ . Invece la rididità del profilo di pinning intrinseco è più grande di quella delle buche di potenziale del BZO, dimostrato dal fatto che  $k_p(\theta = 0^\circ) < k_p(\theta = 90^\circ)$ .

Per approfondire ulteriormente l'analisi, invece di riferirsi al parametro  $k_p$ , si introduce una rappresentazione alternativa della forza di pinning tramite la resistività di Campbell  $\rho_C$ :

$$\rho_C = \omega \mu_0 \lambda_C^2 = \frac{\Phi_0 B}{k_p} \omega \tag{5.4.3}$$

dove  $\lambda_C$  è la lunghezza di penetrazione di Campbell e l'uguaglianza vale solo nel modello GR. Vale allora il parallelismo tra  $\rho_C$ , che rappresenta il pinning attraverso  $k_p$ , e  $\rho_{ff}$ , che rappresenta la dissipazione dei vortici tramite  $\eta$ , e per
le quali vale la stessa legge di scaling con  $s_{\rho} = 1$ 

$$\lambda_C^2 = \frac{\Phi_0 B}{k_p \mu_0} = \frac{\rho_{ff}}{\omega_p \mu_0}$$
(5.4.4)

Per pesare il contributo estrinseco al pinning dovuto al BZO a bassi angoli, si



Figura 5.24:  $\rho_C(H)$  a diversi angoli nel campione  $BZO_{5,P}$  a 80 K. Il rapporto r tra le resistività decresce da  $\theta = 0^\circ$  con un picco allargato dovuto alle inclusioni di BZO che si estende fino a 90°

considera il rapporto p tra le resitività

$$p = \nu_p / \nu = \rho_{ff} / \rho_C \tag{5.4.5}$$

che rappresenta la variazione dell'intensità di pinning normalizzata rappresentativa dei soli fattori estrinseci. In Fig.5.24b viene riportato p a 0.6T per il campione I (estratto dalle rampe in campo); il valore massimo di p si ha a  $\theta = 0^{\circ}$ , poi decresce con un picco allargato dovuto alle inclusioni di BZO che si estende fino a 90°. Tale andamento rappresenta lo smorzamento in angolo dell'intensità del pinning riferita ai soli contributi estrinseci (pinning direzionale del BZO), che risulta maggiore a  $\theta = 0^{\circ}$  essendo  $p(h, \theta \to 0^{\circ}) > p(h, \theta \to 90^{\circ})$ . A differenza di  $\rho_{ff}$ , in  $\rho_C(H, \theta)$  intervengono non solo i contributi intrinseci dovuti al pinning puntiforme, ma anche quelli estrinseci a  $\theta \sim 0^{\circ}$ , associati al pinning correlato di BZO; a  $\theta \sim 90^{\circ}$  il pinning puntiforme si impone come il contributo dominante, rafforzato rispetto a quello intrinseco dell'YBCO puro per il contributo addizionale dovuto ai nanorod: nelle misure in angolo, l'asse dei flussoni (determinato dalla direzione del campo applicato) viene gradualmente inclinato rispetto all'orientazione lungo l'asse-c dei nanorod, e per effetto dell'accomodamento *staircase* dei flussoni sul difetto lineare, i nanorod, attraversati trasversalmente dai flussoni, vengono anche loro progressivamente visti come difetti puntiformi.

Graficando  $\rho_C(H)$  in angolo, come riportato in Fig.5.24a, si osserva che  $\rho_C(H)$ è lineare a bassi valori d'angolo e diviene curva con una convessità verso l'alto ad angoli prossimi ai piani (ab), per  $\theta \geq 75^{\circ}$ , seguendo lo stesso andamento del  $puro_{0,P}$  perché determinata a questi valori dell'angolo solo dal pinning intrinseco.

#### 5.4.8 Risposta dei vortici in campioni cresciuti per via chimica (MOD)

Tra gli obiettivi tecnologici principali del progetto di ricerca affrontato durante questo Dottorato vi è stata la caratterizzazione di film YBCO/BZO cresciuti per via chimica tramite deposizione metallo-organica da trifluoroacetato (TAF-MOD) con brevi tempi del processo di pirolisi; questa tecnica di deposizione che presenta dei vantaggi per possibili sviluppi nel processo di produzione dei coated conductor su scala industriale.

I film realizzati contengono concentrazioni di BZO, pari a 0 e 10 mol.% ( $puro_{0,M}$  e  $BZO_{10,M}$ ). Mentre nei film cresciuti per PLD il BZO si autoassembla in *nanorod* del diametro di ~ 5nm e 30 – 150 nm di lunghezza, orientati perpendicolari al piano del film, ovvero lungo l'asse-c, nei film cresciuti con metodi chimici, le stesse inclusioni di BZO danno origine a nanoparticelle.

Nella Fig.5.25 sono riportate  $\Delta R_s \in \Delta X_s$  in funzione di H a diverse temperature per i campioni  $puro_{0,M}$  (pannelli a, b) e  $BZO_{10,M}$  (pannelli c, d);  $R_s(H)$ presenta una curvatura verso l'alto presente nel campione puro cresciuto per PLD ma non negli altri film YBCO/BZO/PLD, indicazione della presenza di possibili meccanismi di flux creep (si veda la Fig.5.26a,c); la variazione di reattanza  $\Delta X_s$  cresce linearmente a basse temperature (Fig.5.26b)), si curva descrescendo a temperature più alte, non raggiungendo pertanto i valori ottenuti per i campioni con BZO cresciuti per PLD (Fig.5.26d)).

Di seguito vengono confrontati i risultati ottenuti per i film  $puro_{0,M} e BZO_{10,M}$ con i due campioni cresciuti per PLD con concentrazione di inclusioni minima e massima (ovvero  $puro_{0,P} e BZO_{7,P}$ ). I risultati di resistività complessa a 77K sono mostrati in Fig.5.27. I dati relativi al campione  $BZO_{10,M}$  risultano simili a quelli dei due campioni puri (sia quello depositato per MOD che quello per PLD), ovvero in tutti e tre i campioni intervengono gli stessi meccanismi di pinning con gli stessi pesi relativi (Fig.5.27a,b,c). Differente è invece la situazione nel  $BZO_{7,P}$  caratterizzato dalla presenza di un pinning forte dovuto ai difetti colonnari (Fig.5.27d).



Figura 5.25: Dipendenza dal campo della resistenza e reattanza superficiale dei film  $puro_{0,M} \in BZO_{10,M}$ . Si osserva una curavatura verso l'alto in  $R_s$ , indicazione di flux creep.

In Fig.5.28a è riportata la dipendenza dalla temperatura del parametro r, valutata a  $\mu_0 H = 0.5$ T; vista la somiglianza tra i campioni puri, nella discussione successiva verrà tralasciato il confronto con i risultati del campione puro depositato via MOD. Su tutto l'intervallo di temperature, i valori di r maggiori si registrano per il film  $BZO_{7,P}$  per la presenza del pinning correlato di BZO. Il film puro e  $BZO_{10,M}$  presentano valori simili per r, minori di circa un fattore ~ 2 rispetto al  $BZO_{7,P}$ , osservazione confermata estendendo l'analisi sugli altri campioni con un diverso contenuto di BZO (Fig.5.28b).

#### 5.4.9 Campioni MOD: parametri di pinning

Per esaminare l'efficacia sulla dinamica dei flussoni delle nanoparticelle di BZO nei campioni depositati con tecnica MOD, sono stati analizzati i parametri di pinning, quali la viscosità di vortice  $\eta$  e la costante di pinning  $k_p$ . Dal confronto, alle temperature ~ 63K (nella Fig.5.29a,c) e ~ 77K (nella Fig.5.27b,d), emerge di nuovo una somiglianza tra l' $BZO_{10,M}$  e il campione



Figura 5.26: Dipendenza dal campo della resistenza e reattanza superficiale dei film  $puro_{0,P} \in BZO_{7,P}$ .  $R_s$  presenta una curvatura verso il basso nel  $BZO_{7,P}$ , indicazione di come l'introduzione del BZO porti ad una riduzione del creep. In questo stesso campione la reattanza rimane considerevole fino a  $T \simeq T_c$  dipendendo dalla persistenza del pinning.

 $puro_{0,P}$ , poiché i parametri di pinning presentano valori assoluti confrontabili. Da uno studio completo, su tutto l'intervallo di temperatura, si nota che i valori assoluti dei parametri di pinning del campione  $BZO_{10,M}$  sono simili a quelli del puro presenta degli andamenti, in funzione del campo, che cambiano in temperatura:

- la viscosità di vortice  $\eta$  presenta un andamento crescente simile al film  $BZO_{7,P}$  a basse temperature e diviene costante come l' $puro_{0,P}$  al di sopra di  $T_{dp} \sim 70 \text{K}$  (Fig.5.30a);
- il parametro di pinning  $k_p$  è costante in campo a basse temperature come si osserva nel film  $BZO_{7,P}$ , mentre a temperature maggiori di  $T_{dp}$  decresce rapidamente come l'YBCO puro (Fig.5.30b).

Questo cambiamento del regime di pinning indica che nell'YBCO/MOD 10 mol.% il pinning dovuto alle nanoparticelle non si è ben strutturato per essere



Figura 5.27: Confronto tra gli andamenti in campo dell'impedenza superficiale nei due campioni puri e nel  $BZO_{10,M}$  e  $BZO_{7,P}$  a 77K.

efficace come i difetti colonnari del  $BZO_{7,P}$  e capace di sopravvivere alle eccitazioni termiche al di sopra di una certa temperatura caratteristica  $T_{dp}$ .

In prossimità della transizione superconduttiva, a  $T_{del} \sim 84$ K, la risposta del campione  $BZO_{10,M}$  rimane simile a quella del puro ma i valori assoluti dei parametri di pinning peggiorano.

Pertanto, dal confronto tra i campioni YBCO/BZO, si conclude che: i risultati migliori si osservano nei campioni YBCO/PLD a più alto contenuto di BZO  $(BZO_{5,P} \in BZO_{7,P})$ ; le prestazioni dei campioni YBCO/MOD, alle concentrazioni di BZO finora studiate, rimangono simili a quelle di un film puro. Questo risultato evidenzia come l'efficacia del BZO non dipenda solo dalla concentrazione nominale nel target di deposizione (che è massima nel  $BZO_{10,M}$ ), ma principalmente dalle proprietà del pinning dei diversi tipi di difetti nucleati durante la crescita in nanorod (colonnari) o nanoparticelle.

#### 5.5 In conclusione

In questo capitolo sono stati presentati i dati sulla risposta a microonde di film sottili di YBCO con diversa percentuale di inclusioni di difetti di BZO e cresciuti con differenti tecniche di deposizione. È stato mostrato come i



Figura 5.28: A sinistra: dipendenza dalla temperatura di  $r = \mu_0 H = 0.5$ T nel YBCO puro, nel YBCO/PLD a 7 mol.% e YBCO/MOD 10 mol.%. Dependence of the r parameter upon the BZO content. A destra: dipendenza di r dalla concentrazione di BZO.

risultati possono essere interpretati secondo un modello generalizzato che permette di ricavare i parametri di vortice dalle grandezze misurate. I difetti di BZO risultano efficaci centri di pinning quando si autoassemblano, durante la crescita del film, in colonne lungo l'asse-c piuttosto che in nanoparticelle; le proprietà superconduttive osservate nelle misure lungo l'asse-c risultano coerenti con quanto trovato dallo studio in angolo, e vengono definite intrinseche quelle dettate dalla sola anisotropia di massa del superconduttore ed estrinseche quelle che risentono della natura direzionale del pinning associato alle colonne di BZO.

Ulteriori studi dovranno essere condotti su film depositati con MOD, per ottimizzare le prestazioni dei campioni cresciuti con tale tecnica di deposizione, considerati i vantaggi che la rendono molto attraente per la produzione su larga scala.



Figura 5.29: Dipendenza della costante di pinning  $k_p$  e della viscosità di vortice  $\eta$  in funzione del campo ~ 63K e 77K nei campioni  $puro_{0,P}$ ,  $BZO_{7,P}$  e  $BZO_{10,M}$ . I valori assoluti del  $BZO_{10,M}$  sono simili a quelli del  $puro_{0,P}$ .



Figura 5.30: Dipendenza della costante di pinning  $k_p$  e della viscosità di vortice  $\eta$  in funzione del campo nel campione  $BZO_{10,M}$  in tutto l'intervallo di temperature; pur avendo valori assoluti dei parametri di pinning simili a quelli del  $puro_{0,P}$ , i regimi di pinning cambiano in temperatura.

Presentazione delle misure

## Capitolo 6 Conclusioni e prospettive future

Nel corso della presente tesi sono state effettuate misure di resistività complessa su film di YBCO, superconduttori ad alta temperatura di transizione (SATT), puri e con nanoinclusioni di BZO, alloggiati in un risonatore caricato a dielettrico operante alla frequenza di 47.7GHz. L'obiettivo è stato di studiare i meccanismi dissipativi dovuti al moto dei quanti di flusso (o vortici), ai fini di una riduzione del loro peso, mediante opportune tecniche di crescita del materiale. Numerosi studi hanno dimostrato come le inclusioni di BZO si possano assemblare in colonne (nanorod) orientate lungo l'asse-c del campione e determinare un pinning di vortice correlato, efficace sia in dc che alle alte frequenze delle microonde. La natura dell'ancoraggio (o *pinning*) può essere sottoposta a valutazione in diversi regimi. Nell'ambito di questa tesi, i superconduttori sono stati studiati ad alte frequenze, nell'intervallo delle microonde, regime in cui le oscillazioni a corto raggio sondano la parte bassa delle buche del potenziale di pinning. Mentre l'analisi in de rappresenta una misura della profondità delle buche del potenziale di pinning modificato dalla presenza dei nanorod di BZO, quella a microonde è una misura della loro ripidità.

I film di YBCO, con contenuto di BZO a diverse percentuali, sono stati cresciuti tramite deposizione a laser (PLD) e deposizione chimica a metallo-organico trifluoroacetato (TAF-MOD) con ridotti tempi del processo di pirolisi. Dai dati raccolti si è ricavata la parte reale della resistività nonché la variazione della parte immaginaria di  $\rho$ , su un ampio intervallo di temperature e in presenza di un campo magnetico statico applicato, H < 0.8T. I dati relativi alle transizioni in temperatura hanno permesso di valutare con accuratezza l'impedenza superficiale dei campioni nello stato superconduttivo.

Il corpo principale dei dati è stato raccolto in funzione del campo magnetico applicato. In queste condizioni la resistività si può misurare da basse temperature sino a  $T_c$ .

Le misure in campo magnetico sono state eseguite applicando, a temperatura

costante, un campo magnetico statico inclinato di un certo angolo  $\theta$  rispetto all'asse-c d'intensità crescente fino a 0.8T (*rampa in campo*), oppure fissando il valore dell'intensità di campo e variando l'angolo (*rotazione angolare*).

I risultati delle misure in campo perpendicolare (ovvero a  $\theta = 0^{\circ}$ ) hanno mostrato come l'YBCO/PLD ad alto contenuto di BZO presenti una riduzione della resistenza superficiale di un fattore ~ 3, in funzione del campo magnetico applicato, rispetto all'YBCO puro. Tale riduzione si estende fino a temperature prossime a  $T_c$ , indicando come l'efficacia dei centri di pinning sia cresciuta per effetto dell'introduzione delle inclusioni di BZO. I cambiamenti indotti dal campo sulla reattanza  $\Delta X_s$  mostrano nell'YBCO/PLD/BZO una riduzione meno drammatica rispetto ai cambiamenti sulla resistenza a basse temperature, ma con una forte persistenza vicino a  $T_c$ , indicando come il pinning associato al BZO rimanga forte a più alte temperature.

La risposta del campione a 2.5 mol.% risulta simile a quella del puro, suggerendo come piccole percentuali di BZO non inducano una crescita significativa e strutturata di difetti allungati lungo l'asse-c.

Da queste grandezze misurate, interpretate secondo un modello generalizzato, è stato possibile determinare i parametri di vortice, quali il coefficiente di forza viscosa  $\eta$  e la costante di pinning  $k_p$ . Al crescere del contenuto di BZO, i risultati sulla viscosità di vortice, con il campo magnetico allineato all'asse-c, hanno mostrato aspetti nuovi rispetto ai modelli convenzionali di letteratura. I risultati sulla costante di pinning hanno dato importanti informazioni sulla natura dei siti di pinning. La diversa dipendenza in campo osservata su  $k_p$ definisce la separazione tra due differenti regimi di pinning: in presenza di difetti diluiti o poco efficaci, come nel campione puro, le linee di flusso vengono ancorate su una matrice di difetti puntiformi, che ancora molti vortici per difetto (*regime di pinning collettivo*). Ad alta concentrazione di difetti o in presenza di pinning correlato, i vortici vengono ancorati individualmente o in piccoli aggregati (*bundle*) sui difetti di BZO (*regime di pinning singolo*).

I risultati sono coerenti con quanto trovato sperimentalmente dallo studio in angolo della resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  (contributo di scorrimento libero) e della resistività di Campbell  $\rho_C$  (contributo di richiamo elastico) nel film di YBCO/BZO/PLD al 5 mol %: le colonne di BZO risultano efficaci centri di pinning anche quando il campo magnetico è applicato ad un angolo diverso da zero rispetto alla direzione dei nanorod. I risultati dimostrano che la resistività di flux-flow  $\rho_{ff}$  è una proprietà intrinseca dettata solo dall'anisotropia elettronica di massa dell'YBCO, mentre la resistività di Campbell  $\rho_C$  risente della natura direzionale del pinning dovuto ai nanorod di BZO in quasi tutto l'intervallo angolare. Si è potuto quindi ottenere l'importante conclusione (per le ricadute applicative) che da  $\theta = 0^{\circ}$  fino a  $\theta = 45^{\circ}$ , l'effetto del pinning è determinato dal BZO; ad angoli quasi paralleli ai piani (ab) (ovvero a  $\theta \sim 90^{\circ}$ ) il meccanismo di pinning, anche nei campioni con BZO, è lo stesso che nell'YB-CO puro (con il campo lungo l'asse-c), ovvero determinato solo dall'anisotropia intrinseca. In questo scenario, ad angoli intermedi,  $60^{\circ} \leq \theta \leq 85^{\circ}$ , la risposta risulta allora da una concomitanza di effetti dovuti al pinning correlato di BZO e all'anisotropia intrinseca.

Le prestazioni dei campioni YBCO/MOD, alle concentrazioni di BZO finora studiate, rimangono invece simili a quelle di un film puro, inferiori a quanto finora discusso per i campioni YBCO cresciuti tramite PLD a più alto contenuto di BZO, probabilmente perché le inclusioni non si sono strutturate in difetti colonnari. Questo risultato evidenzia come l'efficacia del BZO non dipenda solo dalla concentrazione nominale nel target di deposizione (che è massima nel YBCO/BZO/MOD 10 mol.%), ma principalmente dalle proprietà di pinning dei diversi tipi di difetti nucleati durante la crescita in nanorod (colonnari) o nanoparticelle.

Si ritiene che i risultati dallo studio condotto fino a questo punto possano essere rilevanti ai fini dell'ingegnerizzazione di nastri superconduttori per applicazioni di potenza, orientando le decisioni in fase di deposizione con PLD per ottimizzare la crescita di difetti orientati di BZO; ulteriori studi dovranno essere condotti su film depositati con MOD, a differenti percentuali di BZO, considerati i vantaggi che la rendono molto attraente per possibili sviluppi nel processo di produzione dei nastri superconduttori su larga scala.

# Appendice A Pinning di core

Ai fini della comprensione del meccanismo d'interazione tra flussone e centro di pinning, s'introduce di seguito l'analisi teorica dell'interazione di core che nasce dall'accoppiamento delle proprietà locali del superconduttore con la variazione del parametro d'ordine superconduttivo.

Il pinning di core si origina quando il core di un vortice si blocca su un inclusione di stato normale. Poiché l'energia di condensazione viene persa nel core del vortice, una parte di questa energia viene guadagnata per effetto di questo bloccaggio. Per comprenderne il significato fisico, consideriamo che l'energia di core venga persa fino ad una distanza pari a  $2\xi$  dal centro del flussone. Un pinning di core ottimale si raggiunge allora con un difetto della stessa grandezza.

Assumendo che il difetto sia lineare (o planare) e uguagliando l'energia per unità di lunghezza di core  $\mu_0 H_c^2 \xi^2/8$  [124] (in cui  $H_c$  è il campo critico termodinamico) a l'energia elastica  $k_p \xi^2/2$  [125], la costante di pinning di core risulta

$$(k_p^{max})_{core} \approx 0.25 \mu_0 H_c^2(t)$$
 (A.0.1)

Questa semplice stima cambia se si considera l'elasticità di vortice. Infatti nel caso limite di vortici rigidi, la costante di pinning rapprenta la curvatura del potenziale di pinning nella parte inferiore della buca di potenziale, ovvero  $(k_p)_{rigido} \approx L_c^{-1} (d^2 U_c/dx^2)_{x=0}$ ; in cui,  $U_c$  è il potenziale di pinning e  $L_c$  è la distanza media tra i centri di pinning.

Nell'altro estremo di vortici flessibili e molti centri di pinning forti, la costante di pinning si può stimare in analogia con un la forza elastica come  $(k_p)_{elastica} \sim e_1/L_c^2$ , in cui  $e_1$  rappresenta la tensione di linea di vortice [50, 37]

$$e_1 = \frac{\mu_0 H_{c1} \phi_0}{4\pi \lambda^2}$$
(A.0.2)

In generale, la costante di pinning viene determinata dall'interazione del vortice con i centri di pinning, considerandone pure l'elasticità. Nel caso generale una stima del potenziale di pinning e della lunghezza di correlazione sono pari a [50]:

$$U_c = \mu_0 H_c^2 \varepsilon \xi^3 (\frac{\delta}{\varepsilon})^{1/3} \tag{A.0.3}$$

$$L_c = \varepsilon \xi (\frac{\delta}{\varepsilon})^{-1/3} \tag{A.0.4}$$

in cui  $\varepsilon$  è un parametro di anisotropia e  $\delta/\varepsilon$  è un parametro adimensionale che dipende dal potenziale di pinning. Assumendo un potenziale a corto raggio (ad esempio di raggio  $r_p \approx \xi$ ) si può stimare il limite superiore della costante di pinning come  $(k_p)^{massima} \approx U_c/\xi^2 L_c = \mu_0 H_c^2 (\frac{\delta}{\varepsilon})^{2/3}$ . Nel caso di un meccanismo di pinning forte si ottiene per l'YBCO [50]  $\delta/\varepsilon \approx (10^{-2} - 10^{-3})(1-t)^{-1/2}$ , dove  $t = T/T_c$  (a differenza della relazione A.0.1, questa stima include sia il pinning di core che elettromagnetico). Poiché  $H_c(t) = H_c(0)(1-t^2)^2$  dalle equazioni A.0.3 e A.0.4 si ottiene

$$k_p = (0.01 - 0.05)\mu_0 H_c(0)^2 (1 - t)^{4/3} (1 + t)^2$$
(A.0.5)

una stima realistica molto più piccola di quella semplice fornita da A.0.1. Tale espressione del pinning di core è rilevante per l'analisi dei dati.

## Appendice B

## Risonatori elettromagnetici

### B.1 Parametri del risonatore e impedenza superficiale

Un modo in un risonatore ideale privo di perdite oscilla all'infinito con frequenza  $\nu_0$ . In condizioni reali, considendo finita l'energia di dissipazione, il modo si smorza esponenzialmente con una costante di tempo pari a  $Q/(2\pi\nu_0)$ , in cui Q è il fattore di merito. Considerando la potenza interna dissipata P, il fattore unloaded  $Q_U$  è definito come:

$$Q_U = \frac{2\pi\nu_0 W}{P} \tag{B.1.1}$$

in cui W è l'energia elettromagnetica media dissipata nel volume del risonatore V.

La potenza dissipata è  $P = P_{\Omega} + P_d$ , in cui  $P_{\Omega}$  è un contributo di superficie derivante dalla dissipazione ohmica nei conduttori a conducibilità finita e  $P_d$  è un contributo di volume derivante da dissipazione per perdite di polarizzazione nel dielettrico. Se le superfici del superconduttore  $S_i$ , con  $S = \bigcup_i S_i$ , hanno resistenze superficiali differenti  $R_{s,i}$ , l'integrale si può scomporre in:

$$P_{\Omega} = \sum_{i} \frac{1}{2} R_{s,i} \int_{S,i} |\mathbf{H}_t|^2 dS \tag{B.1.2}$$

Le perdite nel dielettrico sono:

$$P_d = \frac{1}{2}\omega_0 \int_{V_d} \varepsilon_0 \varepsilon_{r2} |\mathbf{E}|^2 dV$$
(B.1.3)

in cui  $\varepsilon_{r2}$  è la parte immaginaria della permeabilità del materiale dielettrico. Usando tali espressioni, si possono ricavare i fattori di merito parziali. Il fattore di merito ohmico  $Q_{\Omega}$  può essere espresso come:

$$\frac{1}{Q_{\Omega}} = \sum_{i} \frac{R_{s,i}}{G_i} \tag{B.1.4}$$

in cui il fattore geometrico  $G_i$  della superficie  $S_i$  è definito come:

$$G_i = \frac{\omega_0 W}{\frac{1}{2} \int_{S,i} |\mathbf{H}_t|^2 dS}$$
(B.1.5)

I fattori geometrici  $G_i$  si combinano fornendo quello risultante  $G_0^{-1} = \sum_i G_i^{-1}$ . Il fattore di merito dielettrico  $Q_d$  si può scrivere come:

$$\frac{1}{Q_d} = \frac{W_{e,d} \tan \delta}{W_e} = \eta \tan \delta \tag{B.1.6}$$

in cui tan  $\delta = \varepsilon_{r2}/\varepsilon_{r1}$  è la tangente di perdita dielettrica e  $\eta = W_{e,d}/W_e \lesssim 1$  è il fattore di immagazzinamento dell'energia elettrica. Il fattore di merito totale  $Q_U$  in (B.1.1) può essere riscritto come:

$$\frac{1}{Q_U} = \frac{P_\Omega + P_d}{\omega_0 W} = \frac{1}{Q_\Omega} + \frac{1}{Q_d} = \sum_i \frac{R_{s,i}}{G_i} + \eta \tan \delta$$
(B.1.7)

Le condizioni non ideali hanno effetto sulla frequenza di risonanza. Consideriamo la componente immaginaria nell'equazione di perturbazione del risonatore [126], e trattiamo separatamente le diverse sorgenti di perturbazione, la variazione della frequenza di risonanza risulta:

$$\frac{\Delta\nu_0}{\nu_0} = -\sum_i \frac{\Delta X_{s,i}}{2G_i} - \frac{\Delta\nu_0}{\nu_0} \bigg|_{diel}$$
(B.1.8)

in cui  $\left.\frac{\Delta\nu_0}{\nu_0}\right|_{diel}$  rappresenta il contributo del dielettrico

$$\frac{\Delta\nu_0}{\nu_0}\bigg|_{diel} = \frac{1}{2}\eta \frac{\Delta\varepsilon_r}{\varepsilon_r} + \sum_k |p_{d_k}| \frac{\Delta d_k}{d_k}$$
(B.1.9)

Nelle ultime equazioni  $\Delta A$  rappresenta la variazione della quantità A rispetto al suo valore di riferimento A,  $\Delta X_{s,i}$  è la reattanza superficiale del superconduttore che occupa la superficie  $S_i$ ,  $d_k$  sono le dimensioni lineari del dielettrico e  $p_{d_k}$  il corrispondente fattore di merito (riempimento). Ogni  $p_{d_k}$ può essere calcolato ricorrendo alla sua espressione (derivata dall'equazione di perturbazione del risonatore) o secondo la regola incrementale [123] come  $|p_{d_k}| = |\partial \nu_0 / \partial d_k| (d_k / \nu_0)$ . L'equazione (B.1.8) è comunemente usata per estrarre la variazione della reattanza superficiale dalle misure di varazione di frequenza.

### B.2 Modi associati ai campi in un risonatore dielettrico

In questo paragrafo viene studiata la struttura elettromagnetica rappresentata in figura B.1 (nel sistema di coordinate cilindriche) [122, 121]. Questa struttura consiste di un cilindro dielettrico uniassiale anisotropo ( $r \leq a$ , regione 1) circondato da aria o vuoto ( $a < r \leq b$ , regione 2) coassialmente chiuso in un involucro metallico. Consideriamo il caso del modo  $TE_{011}$ , di seguito si



Figura B.1: Risonatore dielettrico schermato in coordinate cilindriche.

riportano le espressioni dei campi complete e quella del fattore di merito del risonatore dielettrico usata in questo lavoro. Le espressioni dei campi sono:

$$H_{z1} = H_0 J_0(k_h r) \sin \beta z$$

$$H_{z2} = H_0 \frac{J_0(k_h a)}{P_{H,0}(k_2 a)} P_{H,0}(k_2 r) \sin \beta z$$

$$E_{\theta 1} = -H_0 \frac{i\omega \mu_0}{k_h} J_1(k_h r) \sin \beta z$$

$$E_{\theta 2} = -H_0 \frac{i\omega \mu_0}{k_h} \frac{J_1(k_h a)}{P'_{H,0}(k_2 a)} P'_{H,0}(k_2 r) \sin \beta z$$

$$H_{r1} = -H_0 \frac{\beta}{k_h} J_1(k_h r) \cos \beta z$$

$$H_{r2} = -H_0 \frac{\beta}{k_h} \frac{J_0(k_h a)}{P_{H,0}(k_2 a)} [-k_1(k_2 r) + \frac{k_1(k_2 b)}{I_1(k_2 b)}) I_1(k_2 r)] k_2$$

$$E_z = E_r = 0, \ H_\theta = 0$$
(B.2.1)

in cui  $H_0$  è un fattore di scala generale ridefinito e

$$P_{E,m} = K_m(k_2 r) - \frac{K_m(k_2 b)}{I_m(k_2 b)} I_m(k_2 r)$$
(B.2.2)

$$P_{H,m} = K_m(k_2 r) - \frac{K'_m(k_2 b)}{I'_m(k_2 b)} I_m(k_2 r)$$
(B.2.3)

in cui m, n, e p sono gli indici dei modi nelle direzioni azimutali, radiali e assiali, respettivamente;  $J_m(x)$ ,  $I_m(x) e K_m(x)$  sono le funzion di Bessel del primo ordine, le funzioni di Bessel modificate del primo e secondo ordine, respettivamente; l'apice sulle funzioni di Bessel e sulle  $P_{E|H,m}(x)$  denota una differenziazione rispetto all'argomento x. Le quantità di energia elettrica immagazzinata nelle regioni 1 e 2, richieste per calcolare  $\eta$  e quindi  $Q_d$ , sono:

$$W_{e1} = \frac{\varepsilon_{t}\varepsilon_{0}\pi}{8}ha^{2}|H_{0}|^{2}\text{IntJ}$$

$$W_{e2} = \frac{\varepsilon_{0}\pi}{8}ha^{2}|H_{0}|^{2}\text{IntP}$$

$$\text{IntJ} = J_{0}(x_{h})^{2} - \frac{2}{x_{h}}J_{0}(x_{h})J_{1}(x_{h}) + J_{1}^{2}(x_{h})$$

$$\text{IntP} = \left[\frac{J_{1}(x_{h})}{P'_{H,0}(y)}\right]^{2}\left[P_{H,0}^{2}(y) - \frac{2}{y}P_{H,0}(y)P'_{H,0}(y) - P'_{H,0}^{2}(y) - \left(y\frac{b}{a}\right)^{2}P_{H,0}^{2}\left(y\frac{b}{a}\right)\right]$$

I fattori geometrici  $G_{base}$  e  $G_{lat}$ , rrispettivamente per la base e le pareti laterali sono:

$$G_{base} = 4\pi Z_0 \left(\frac{\nu_0 h}{c}\right)^3 \frac{\varepsilon_t \text{IntJ} + \text{IntP}}{\text{IntJ} + \text{IntP}}$$
(B.2.5)

$$G_{lat} = 4\pi^{3} Z_{0} \left(\frac{\nu_{0}}{c}\right)^{3} \frac{a^{4}}{b} \frac{1}{y^{2}} \frac{\varepsilon_{t} \text{IntJ} + \text{IntP}}{\left(\frac{J_{1}(x_{h})}{P'_{H,0}(y)}\right)^{2} P_{H,0}^{2}(yb/a)}$$
(B.2.6)

con  $Z_0 = \sqrt{\mu_0/\varepsilon_0}$  che rappresenta l'impedenza carattere<br/>istica a vuoto. Infine, il fattore geometrico generale può essere calcolato com<br/>e $G_0^{-1} = 2G_{base}^{-1} + G_{lat}^{-1}$ .

## Bibliografia

- [1] A.Gopnik, A.N. Meltzoff e P.K. kuhl
- [2] J. Schwartz, T. Effio, X. Liu, Q. V. Le, A. L. Mbaruku, H. J. Schneider-Muntau, T. Shen, H. Song, U. P. Trociewitz, X. Wang and H. W. Weijers, High Field Superconducting Solenoids Via High Temperature Superconductors, IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 18, No. 2, pp. 70-81, 2008.
- [3] H. Maeda, P. V. P. S. S. Sastry, U. P. Trociewitz, J. Schwartz, K. Ohya, M. Sato, W. P. Chen, K.Watanabe, and M. Motokawa, Effect of magnetic field strength in melt-processing on texture development and critical current density of Bi-oxide superconductors, Physica C Supercond., Vol. 386, pp. 115121, 2003.
- [4] S. A. Gourlay, G. Sabbi, F. Kircher, N. Martovetsky, and D. Ketchen, Superconducting magnets and their applications, Proceedings of the IEEE, Vol. 92, No. 10, pp. 16751687, Oct. 2004.
- [5] M. Tsuchiya, T. Wakuda, K. Maki, T. Shiino, N. Saho, H. Tsukamoto, S. Kido, K.Takeuchi, M. Okada and H. Kitaguchi, Development of Superconducting Split Magnets for NMR Spectrometer, IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 18, No. 2, pp. 840-843, 2008.
- [6] M. S. Zisman, Technical Challenges and Scientific Payoffs of Muon Beam Accelerators for Particle Physics, IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 18, No. 2, pp. 82-91, 2008.
- [7] H. Yumura, Y. Ashibe, H. Itoh, M. Ohya, M. Watanabe, T. Masuda, C.S. Weber, Phase II of the Albany Cable Project, IEEE Trans.Appl. Supercon, Vol. 19, No. 3, pp. 1698–1701, 2009
- [8] A. Kudymow, C. Schacherer, M. Noe, W. Goldacker, experimental Investigation of Parallel connected YBCO Coated conductors for Resistive Fault Current Limiters, IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol 19, No.3, pp 1806–1809, 2009.
- [9] A.B. Abrahamsen, N. Mijatovic, E. Seiler, M.P. Sorensen, M. Koch, P.B. Norgard, N.F. Pedersen, C. Traeholt, N.H. Andersen, J. Ostergard, Design Study of 10 kW Superconducting Generator for Wind Turbine Applications, IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 19, No.3, pp. 1678-1692, 2009.

- [10] S.W. Schwenterly, E. Pleva, HTS Transformer Development, presented at the 2008 DOE High Temperature Superconductivity Program Peer Review, Arlington, Virginia. July 30, 2008
- [11] K. Shikimachi, N. Hirano, S. Nagaya, H. Kawashima, K. Higashikawa, T. Nakamura, System Coordination of 2GJ Class YBCO SMES for Power System Control, IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 19, No. 3, pp. 2012 2018, 2009
- [12] Y. Chen and V. Selvamanickam, Metal Organic Chemical Vapor Deposition for the Fabrication of YBCO Superconducting tapes in Flux Pinning and AC Loss Studies on YBCO Coated Conductors, (Nova Science Publishers, New York, 2007), pp.205-216
- [13] Y. Iijima, N. Kaneko, S. Hanyu, Y. Sutoh, K. Kakimoto, S. Ajimura, T. Saitoh, Development of IBAD/PLD process for long length Y-123 conductors in Fujikura, Physica C, vol. 445-448, pp. 509-514, 2007.
- [14] H. C. Freyhardt, YbaCuO and REBaCuO HTS for Applications, Int. J. Appl. Ceram. Technol., vol. 4, pp. 203-216, 2007.
- [15] Y Shiohara, M Yoshizumi, T Izumi and Y Yamada, Present Status and Future Prospects of Coated Conductor and its Application in Japan, Supercond. Sci. Technol. 21, 034002, 2008.
- [16] P.Komarek, Potential and desire for HTS application in thermonuclear fusion, Fusion Engineering and Design 81 (2006), 2287
- [17] W. Goldacker, et al., Status of high transport current ROEBEL assembled coated conductor cables, Supercond. Sci. Technol. 22 (2009), 034003
- [18] Y.Iijima et al., Physica C 185-189 (1991), 1959-1960 (2009), 034003
- [19] Y.-Y. Xie, Status of 2G HTS Wire Technology Development and Manufacturing at SuperPower, presented at 21stInternational Symposium on Superconductivity (ISS2008), Tsukuba, Japan, October 2008
- [20] D.Hazelton, YY.Xie, V.Selvamanickam, R.Anthony, JC.Llambes and T.Lehner, High-Performance 2G HTS Wire for Efficient and Reliable Electricity Supply, (2010) IEEE Conf on Innovative Technologies for Efficient and Reliable Electricity Supply September 27-29, Waltham, MA

- [21] A. P. Malozemoff, et al., Progress in high temperature superconductor coated conductors and their applications, Supercond. Sci. Technol.(2008), 21 034005
- [22] D. Larbalestrier, et al., High-Tc superconducting materials for electric power applications, Nature (2001), 414, 368 28
- [23] L. Civale, A. D. Marwick, T. K. Worthington, M. A. Kirk, J. R. Thompson, L. Krusin-Elbaum, Y. Sun, J. R. Clem, F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* 67, 648 (1991)
- [24] J.L. MacManus-Driscoll, et al., Strongly enhanced current densities in superconducting coated conductors of YBa2Cu3O7-x+BaZrO3, (2004), Nat. Mat. 3, 439 6
- [25] M. Peurla, H. Huhtinen, M. A. Shakhov, K. Traito, Yu. P. Stepanov, M. Safonchik, P.Paturi, Y. Y. Tse, R. Palai, R. Laiho, *Phys. Rev. B* 75, 184524 (2007)
- [26] V. Galluzzi et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., vol.17, pp. 3628–3631, 2007
- [27] Deutscher G, 2010 Appl. Phys. Lett. 96 122502
- [28] Pomar A, Vlad V R, Llordes A, Palau A, Gutierrez J, Ricart S, Puig T, Obradors X, Usoskin A 2009 IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond. 19 3
- [29] Puig T, Gutierrez J, Pomar A, Llordes A, Gazquez J, Ricart S, Sandiumenge F, Obradors X, 2008 Supercond. Sci. Technol. 21 034008
- [30] Gutierrez J, Puig T, Gibert M, Moreno C, Roma N, Pomar A, Obradors X, 2009 Appl. Phys. Lett. 94 172513
- [31] G. Blatter, V. B. Geshkenbein, and A. I. Larkin, From isotropic to anisotropic superconductors: a scaling approach, Phys. Rev. Lett. 68, 875 (1992).
- [32] Kamerling Onnes H 1911 Leiden Comm. 120b, 122b, 124c
- [33] Meissner W and Ochsenfeld W 1933 Naturwissenschaften 21 787
- [34] London F and London H 1935 Proc. R. Soc. A149 71
- [35] Landau L D, Lifsits M, Pitaevskij L P 1977 Fisica Statistica, Editori Riuniti (in italian)

- [36] Ginzburg V L and Landau L D 1950 Zh. Eksperim. i Teor. Fiz. 20 1064
- [37] Tinkham M 1996 Introduction to Superconductivity, (2nd Edition), McGraw-Hill
- [38] de Gennes P G 1965 Superconductivity of Metals and Alloys, Addison Wesley Publishing Company, Inc.
- [39] Poole C P Jr, Farach H A, Creswick R J 1995 Superconductivity, Academic Press Inc.
- [40] Bardeen J and Stephen M J 1965 Phys. Rev. **140** A1197
- [41] Anderson P W and Kim Y B 1964 Rev. Mod. Phys. 36 39
- [42] J. Figueras et al, Nature Phys. 2, 402407 (2006)
- [43] Golosovsky M, Tsindlekht and Davidov D 1996 Supercond. Sci. Technol. 9 1
- [44] Powell J R, Porch A, Wellhofer F, Humphreys R G and Gough C E 1996 Czech. J. of Physics 46 1089
- [45] Larkin A I and Ovchinnikov Yu N, in Nonequilibrium Superconductivity, edited by Langenberg D N and Larkin A I (North Holland, Amsterdam, 1986)
- [46] A.I. Larkin, N. Yu, J. Ovchinnikov, Low Temp. Phys. 34, 409 (1979)
- [47] H. Kronmuller, M. Fahnle, M. Domann, G. Grimm, R. Grimm, B. Groger, J. Magn. Magn. Mater. 13, 53 (1979)
- [48] D. R. Nelson and V. M. Vinokur, Phys. Rev. B 48, 13060 (1993)
- [49] A. I. Larkin and V. M. Vinokur, Phys. Rev. Lett. 75, 4666 (1995)
- [50] G. Blatter, M.V. Feigelman, V.B. Geshkenbein, A.I. Larkin, V.M. Vinokur, Rev. Mod. Phys. 66, 1125 (1994)
- [51] P.H. Kes, J. van den Berg, in Studies of High Temperature Superconductors, vol. 5, ed. by A. Narlikar (NOVA Science Publishers, New York, 1990), p.83
- [52] E.H. Brandt, U. Essmann, Phys. Status Solidi B 144, 13 (1987)
- [53] E.J. Kramer, J. Nucl. Mater. 72, 5 (1978)

- [54] A. Pruymboom, P.H. Kes, E. van der Drift, S. Radelaar, Appl. Phys. Lett. 52, 662 (1988); Phys. Rev. Lett. 60, 1430 (1988)
- [55] D.O. Welch, J. Adv. Sci. 4, 81 (1992) 27.
- [56] R. Wordenweber, Phys. Rev. B 46, 3076 (1992)
- [57] S A Harrington et al., Supercond. Sci. Technol. 22 (2009) 022001
- [58] Augieri A, Galluzzi V, Celentano G, Angrisani A A, Mancini A, Rufoloni A, Vannozzi A, Silva E, Pompeo N, Petrisor T, Ciontea L, Gambardella U and Rubanov S 2009 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* 19 3399
- [59] B. Dam et al., Nature, vol. 399, pp. 439442, 1999
- [60] Ataru Ichinose et al., Supercond. Sci. Technol. 20 (2007) 11441150
- [61] P. Mele et al., Supercond. Sci. Technol. 21 (2008) 032002
- [62] P. Mele et al., Supercond. Sci. Technol. 21 (2008) 125017
- [63] P Mikheenko et al., Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 125007
- [64] P Mikheenko et al., J Supercond Nov Magn (2011) 24: 10591064
- [65] J. Gutierrez et al., Nature materials VOL 6 MAY 2007
- [66] Jackson J D 1962 Classical Electrodynamics, Wiley
- [67] Portis A M, Blazey KW, Muller K A and Bednorz J G Europhys. Lett. 1988 5 467
- [68] Sonin E B, Tagantsev A K Zh. Eksp. Teor. Fiz. 1989 95 994; [Sov. Phys.-JETP 1989, 68 572]
- [69] Marcon R, Fastampa R, Giura M and Silva E 1991 Phys. Rev. B 43 2940
- [70] Brandt E H 1991 Phys. Rev. Lett. 1991 67 2219
- [71] Sonin E B, Tagantsev A K and Traito K B 1992 Phys. Rev. B 46 R5830
- [72] Plaçais B, Mathieu P, Simon Y, Sonin E B, Traito K B 1996 Phys. Rev. B 54 13083
- [73] Ong N P and Wu H 1997 Phys. Rev. B 56 458

- [74] Coffey M W and Clem J R 1991 Phys. Rev. Lett. 67 386
- [75] Coffey M W and Clem J R 1992 Phys. Rev. B 45 10527
- [76] Coffey M W and Clem J R 1992 Phys. Rev. B 46 11757
- [77] Coffey M W and Clem J R 1993 Phys. Rev. B 48 342
- [78] Pompeo N and Silva E 2008 Phys. Rev. B 78 94503
- [79] Collin R E 1992 Foundation for Microwave Engineering, McGraw-Hill International Editions
- [80] Tomasch W J, Blackstead H A, Ruggiero S T, McGinn P J, Clem J R, Shen K, Weber W and Boyne D 1988 Phys. Rev. B 37 9864
- [81] Gittleman J I and Rosenblum B 1996 Phys. Rev. Lett. 16 734
- [82] S. Sarti, M. Giura, E. Silva, R. Fastampa, V. Boffa, Phys. Rev. B 55 (1997) R6133.
- [83] Z. Hao, C-Ren Hu, Phys. Rev. B 48, 16818 (1993)
- [84] Z. Hao, C-Ren Hu, C.-S. Ting, *Phys. Rev. B* **51**, 9387 (1995)
- [85] Z. Hao, C-Ren Hu, C.-S. Ting, *Phys. Rev. B* 52, R13138 (1995)
- [86] A. I. Larkin and Yu. N. Ovchinnikov, in *Nonequilibrium Superconductivity*, ed. by D. N. Langenberg and A. I. Larkin, 1986, Elsevier, Amsterdam.
- [87] R. J. Troy and A. T. Dorsey, Phys. Rev. B 47 (1993) 2715, and references therein.
- [88] M. Okuya, T. Kimura, R. Kobayashi, J. Shimoyama, K. Kitazawa, K. Yamafuji, K. Kishio, K. Kinoshita and T. Yamada, J. Supercond. 7 (1994) 313.
- [89] M. Oda, Y. Hidaka, M. Suzuki, and T. Murakami, Phys. Rev. B 38 (1988) 252.
- [90] Maeda A, Kitano H and Inoue R 2005 J. Phys.: Condens. Matter 17 R143
- [91] Hakki B W and Coleman P D 1960 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 8 402

- [92] Kusko C, Zhai Z, Hakim N, Markiewicz R S, Sridhar S, Colson D, Viallet-Guillen V, Forget A, Nefyodov Yu A, Trunin M R, Kolesnikov N N, Maignan A, Daignere A, Erb A 2002 Phys. Rev. B 65 132501
- [93] Peligrad D -N, Nebendahl B, Mehring M, Dulčić Phys. Rev. B 64 224505
- [94] Shen Z -Y, Wilker C H, Pang Ph, Holstein W L, Face D and Kountz D J 1992 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 40 2424
- [95] Krupka J, Klinger M, Kuhn M, Baranyak A, Stiller M, Hinken J and Modelski J 1993 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* **3** 3043; Tellmann N, Klein N, Dähne U, Scholen A, Schulz H and Chaloupka H 1994 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* **4** 143; Lee S Y, Soh B J, Ahn J W, Cho J Y, Park B H, Jung C S, Fedorov V B, Denisov A G, Kim Y H, Hahn T S, Choi S S, Oh B and Moon S H 1997 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* **7** 2013; Parker N J, Kharel A P, Powell J R, Smith P A, Evans P D and Porch A 1999 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* **9** 1928; Klein N, Zuccaro C, Dähne U, Schulz H, Tellmann N, Kutzner R, Zaitsev A G and Wördenweber R 1995 *J. Appl. Phys.* **78** 6683; Hashimoto T and Kobayashi Y 2003 *IEICE Trans. Electron.* **E86-C** 30; Lee S Y and Oh B 2003 *J. Supercond.* **16** 823
- [96] Kobayashi Y, Imai T and Kayano H 1990 IEEE MTT-S Digest I-4 281; Klein N, Jin B B, Wördenweber R, Lahl P, Kang W N, Kim H -J, Choi E -M, Lee S -I, Dahm T and Maki K 2003 IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond. 13 3253; Kobayashi Y and Yoshikawa H 1998 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 46 2524; Jin B B, Klein N, Kang W N, Kim H -J, Choi E -M, Lee S -I, Dahm T, Maki K 2002 Phys. Rev. B 66 104521; Chen L J and Lue J T 1998 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 46 1251; Andreone A, Cassinese A, Gianni L, Iavarone M, Palomba F and Vaglio R 2001 Phys. Rev. B 64 100505(R); Lee J H, Yang W I, Kim M J, Booth J C, Loeng K, Schima S, Rudman D and Lee S Y 2004 5MJ09 1
- [97] Krupka J, Derzakowski K, Tobar M, Hartnett J and Geyger R G 1999 Meas. Sci. Technol. 10 387
- [98] Mazierska J and Wilker C 2001 IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond. 11 3127; Mazierska J 1997 Asian Pacific Microwave Conference 2P01-7 125; Krupka J and Mazierska J 1998 IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond. 8 164

- [99] Kobayashi Y and Tanaka S 1980 IEEE Trans. Microwave Theory Tech.
  28 1077; Kobayashi Y and Tomohiro S 1993 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 41 2198
- [100] Ceremuga J, Barton M, Miranda F Supercond. Sci. Technol. 1994 7 855
- [101] Silva E, Lanucara M and Marcon R 1996 Supercond. Sci. Technol. 9 934
- [102] Pompeo N, Marcon R and Silva In Applied Superconductivity 2003 Proc. of VI European Conference on Applied Superconductivity, Sorrento, Italy, 14-18 September 2003; Editors: Andreone A, Pepe G P, Cristiano R, Masullo G; 2004 Institute of Physics, Conference Series 181 2629
- [103] Sridhar S 1988 J. Appl. Phys. 63 159
- [104] Hartemann P 1992 IEEE Trans. Appl. Supercond 2 228
- [105] Klein N, Chaloupka H, Müller G, Orbach S, Piel H, Roas B, Schultz L, Klein U and Peiniger M 1990 J. Appl. Phys. 67 6940; Hein A M, Strupp M, Piel H, Portis A M and Gross R 1994 J. Appl. Phys. 75 4581
- [106] Pompeo N, Rogai R, Silva E, Augieri A, Galluzzi V and Celentano G 2007 Appl. Phys. Lett. 91 182507
- [107] N. Pompeo, V. Galluzzi, R. Rogai, G. Celentano, E. Silva , Physica C 468, 745 (2008)
- [108] Pompeo, R. Rogai, V. Galluzzi, A. Augieri, G. Celentano, L. Ciontea, T. Petrisor, E. Silva, IEEE Trans. Applied Superconductivity 19, 2917 (2009)
- [109] Pompeo N, Rogai R, Silva E, Augieri A, Galluzzi V and Celentano G 2009 J. Appl. Phys. 105 013927
- [110] Pompeo N, Galluzzi V, Augieri A, Fabbri F, Celentano G, Petrisor T, Rogai R and Silva E 2008 J. Phys.: Conf. Series 97 012173
- [111] E. Silva, N. Pompeo, R. Rogai, A. Augieri, V. Galluzzi, G. Celentano J. of Physics: Conf. Series 234, 012040 (2010)
- [112] N. Pompeo, R. Rogai, K. Torokhtii, A. Augieri, G.Celentano, V. Galluzzi, E. Silva, Physica C (2011)
- [113] A. Augieri, G. Celentano, V. Galluzzi, A. Mancini, A. Vannozzi, A. Angrisani Armenio, T. Petrisor, L. Ciontea, S. Rubanov, E. Silva, N. Pompeo, J. Appl. Phys. 108 (2010) 063906.

- [114] Augieri A, Galluzzi V, Celentano G, Angrisani A A, Mancini A, Rufoloni A, Vannozzi A, Silva E, Pompeo N, Petrisor T, Ciontea L, Gambardella U and Rubanov S 2009 *IEEE Trans. Microwave Appl. Supercond.* 19 3399
- [115] N. Pompeo, R. Marcon, E. Silva, J. Supercond. and Novel Magnetism 20 (2007) 71.
- [116] A. Augieri et al., J. Phys.: Conf. Series, vol. 97, pp. 012209-1-6, 2008.
- [117] A. Augieri *et al.*, "Transport properties improvement in BZO added PLD YBCO thin films," ASC 2008, paper 5MX06.
- [118] Larkin A I and Ovchinnikov Yu N, in *Nonequilibrium Superconductivity*, edited by Langenberg D N and Larkin A I (North Holland, Amsterdam, 1986).
- [119] Kunchur M N 2002 Phys. Rev. Lett. 89 137005; Kunchur M N, Ivlev B
   I and Knight J M 2001 Phys. Rev. Lett. 87 177001
- [120] Powell J R, Porch A, Wellhöfer F, Humphreys R G and Gough C E 1996 Czech. J. of Physics 46 1089
- [121] Kobayashi Y and Senju T 1993 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. 41 2198
- [122] Kajfez D and Guillon P, Editors Dielectric Resonators 1986, Artech House, Inc.
- [123] Kobayashi Y, Aoki Y and Kabe Y 1985 IEEE Trans. Microwave Theory Tech. MTT-33 1361
- [124] Hebard A F, Gammel P L, Rice C E and Levi A F J 1989 Phys. Rev. B 40 5243
- [125] Wu D H and Sridhar S 1990 Phys. Rev. Lett. 65 2074
- [126] Staelin D H, Morgenthaler A W, Kong J A 1994 Electromagnetic waves, Prentice Hall International Editions

## Lista delle pubblicazioni

- 1. N. Pompeo, R. Rogai, K. Torokhtii, A. Augieri, G. Celentano, V. Galluzzi, E. Silva Angular dependence of the high-frequency vortex response in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  thin film with self-assembled  $BaZrO_3$  nanorods sottoposto per la pubblicazione a Physica C (2011)
- N. Pompeo, R. Rogai, M. Ausloos, R. Cloots, A. Augieri, G. Celentano, E. Silva Microwave properties of DyBCO monodomain in the mixed state and comparison with other RE-BCO systems. in stampa su Physica C (2011), doi:10.1016/j.physc.2011.05.073, arXiv:1103.0858v1 [cond-mat.supr-con]
- E. Silva, N. Pompeo, R. Rogai, A. Augieri, V. Galluzzi, G. Celentano Effect of nanosize BaZrO<sub>3</sub> inclusions on vortex parameters in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> J. of Physics: Conf. Series, 234, 012040 (2010), arXiv:0910.5263v1 [cond-mat.supr-con]
- N. Pompeo, R. Rogai, V. Galluzzi, A. Augieri, G. Celentano, L. Ciontea, T. Petrisor, E. Silva Effect of BaZrO<sub>3</sub> inclusions on the microwave surface impedance of YBCO films in a magnetic field, IEEE Trans. Applied Superconductivity 19, 2917 (2009)
- 5. N. Pompeo, R. Rogai, E. Silva, A. Augieri, V. Galluzzi, G. Celentano Reduction of the field-dependent microwave surface resistance in  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ with sub-micrometric  $BaZrO_3$  inclusions as a function of BaZrO3 concentration, J. Appl. Phys. 105, 013927 (2009)
- N. Pompeo, V. Galluzzi, R. Rogai, G. Celentano, E. Silva Change of strength of vortex pinning in YBCO due to BaZrO<sub>3</sub> inclusions, Physica C 468, 745 (2008)
- N. Pompeo, V. Galluzzi, A. Augieri, G. Celentano, T. Petrisor, R. Rogai, E. Silva Strong reduction of the field-dependent microwave surface resistance in YBCO with BaZrO<sub>3</sub> inclusions J. of Physics: Conference Series 97, 012173 (2008)

- 8. N. Pompeo, R. Rogai, E. Silva, A. Augieri, V. Galluzzi, G. Celentano Strong reduction of field-dependent microwave surface resistance in  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  with sub-micrometric  $BaZrO_3$  inclusions Appl. Phys. Lett. 91, 182507 (2007)
- N. Pompeo, R. Rogai, S. Sarti, E. Silva Microwave properties of cuprate superconductors in external magnetic fields Proc. of the Sixth International Symposium on Physics and Engineering of Microwaves, Millimeter and subMillimeter Waves (MSMW'07), Institute of Electrical and Electronics Engineers, Kharkov (UA), 25-30/07/2007, ISBN: 1-4244-1237-3, pp. 73-75 (2007)