

**Estudo da
Linha de Irreversibilidade
em Supercondutores do
Tipo II**

Rubens de Andrade Junior

*Este exemplar corresponde
à versão final da Tese
de Doutorado de
Sr. Rubens de Andrade Jr.*

Tese apresentada ao Instituto de Física "Gleb Wataghin", como pré-requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências.

*Oscar Ferreira de Lima
Campinas 05/06/95*

Orientador:

Oscar Ferreira de Lima
Instituto de Física "Gleb Wataghin"

Campinas
Maio de 1995

À Belinha,

cujo apoio foi indispensável

Agradecimentos

Agradeço:

- Ao professor Oscar Ferreira de Lima pela sua orientação.
- Aos colegas Marcos de Abreu Avila, Sidney Pio de Campos, Juliana Ferreira Saenger e Raquel de Almeida Ribeiro , pelo auxílio em medidas e no projeto e construção de equipamentos.
- Ao prof. Said Salem-Sugui pela amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ texturizada por fusão, utilizada neste trabalho, e por valiosas discussões.
- Aos professores: Sergio Gama, Osvaldo Frederico Schilling, Yakov Kopelevich, G. Blatter e Wilson Ortiz, por discussões que foram fundamentais não somente para este trabalho, mas também para minha formação.
- A prof. Iris Torriani pelo difratograma da amostra Nb-O e ao prof. Cicero Campos pelas informações acerca das "rocking curves".
- Aos meus colegas do Laboratório de Materiais e Baixas Temperaturas, que sempre me prestaram um grande apoio.
- A nossa secretária Maria del Carmen Zulueta e aos técnicos: Walter Antonio Valongo, Orival Florindo da Silva, Cleusa Barnabé, Célia Maria Barbutti ,José Carlos Finezzi e Carlos Pinelli, cujo apoio técnico viabilizou este trabalho.

Este trabalho foi financiado parcialmente pela FAPESP, CNPq e UNICAMP.

Sumário

1 INTRODUÇÃO.....	1
2 MODELOS RELACIONADOS COM A ORIGEM DA LINHA DE IRREVERSIBILIDADE EM SUPERCONDUTORES	5
2.1 Introdução.....	5
2.2 Conceitos Básicos.....	8
2.2.1 Introdução.....	8
2.2.2 Modelo de Estado Crítico.....	12
2.2.3 “Flux Creep” ativado termicamente.....	14
2.2.4 “Flux Flow” assistido termicamente-TAFF.....	17
2.3 “Depinning” Termicamente Ativado.....	18
2.4 Fusão da Rede de Vórtices.....	21
2.4.1 Introdução.....	21
2.4.2 Flutuações Térmicas.....	22
2.4.3 Flutuações térmicas + quânticas.....	24
2.5 Vidro Supercondutor.....	26
2.6 Vidro de Vórtices.....	27
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	30
3.1 Introdução.....	30
3.2 Medidas de Magnetização.....	31
3.2.1 Equipamento.....	31
3.2.2 Limitações do equipamento.....	36
3.3 Medidas de Susceptibilidade Magnética AC.....	42
3.4 Caracterização das Amostras Utilizadas.....	45
3.4.1 Nb Policristalino.....	45
3.4.2 Nb-O.....	48
3.4.3 YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} Texturizado por Fusão.....	51

3.5 História Termo-magnética das Curvas de M vs. T	55
4 SUPERCONDUTORES CONVENCIONAIS	58
4.1 Introdução	58
4.2 Nb Puro	60
4.2.1 Linha de Irreversibilidade e $H_{c2}(T)$	60
4.2.2 Fusão da rede de vórtices	64
4.2.3 Linha de “depinning”	66
4.3 Pó de Nb-O	69
4.3.1 Linha de Irreversibilidade e $H_{c2}(T)$	69
4.3.2 Fusão da rede de vórtices	69
4.3.3 Linha de “depinning”	71
4.4 Discussão dos resultados	71
5 YBa₂Cu₃O_{7-δ} TEXTURIZADO POR FUSÃO	74
5.1 Introdução	74
5.2 Temperatura crítica e campo crítico superior	76
5.3 Linha de irreversibilidade	80
5.4 Interpretação da linha de irreversibilidade	82
5.4.1 Fusão da rede de vórtices	82
5.4.2 Leis de potência	84
5.5 Discussão dos Resultados	86
6 CONCLUSÕES	87
REFERÊNCIAS	90

Resumo

Apresenta-se neste trabalho um estudo da linha de irreversibilidade (L.I.) em amostras de supercondutores convencionais do tipo II de baixo κ e uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ texturizada por fusão (YMT), utilizando-se de curvas M vs. T obtidas com um magnetômetro-SQUID. Os supercondutores convencionais estudados foram esferas de Nb puro ($\kappa \approx 1.5$) e pó de uma solução sólida de Nb com 1.55%at O ($\kappa \approx 6.5$) prensado em formato cilíndrico (Nb-O). As L.I. das amostras de supercondutores convencionais foram muito bem ajustadas pela equação de fusão da rede de vórtices de Houghton e col., porém com constantes de Lindemann (c_L) irrealisticamente pequenas, $c_L = 0.0036$ para a amostra de Nb e $c_L = 0.026$ para a amostra Nb-O. As L.I. destas amostras também foram muito bem ajustadas por uma lei de potências decorrente do modelo de "depinning" termicamente ativado da rede de vórtices. Neste modelo o expoente n da lei de potências também pode ser obtido a partir de medidas de corrente crítica $J_c(B, T)$ feitas em baixas temperaturas. Obtivemos $J_c(B, T)$ a partir de medidas de M vs. H usando o modelo de Bean, sendo que o expoente n obtido destas medidas concorda com o obtido do ajuste da L.I. dentro de 20% e 10% para as amostras de Nb e Nb-O respectivamente. Acreditamos que neste caso a melhor explicação para a origem da L.I. é o "depinning" termicamente ativado da rede de vórtices. A L.I. para a amostra de YMT foi obtida em 2 orientações diferentes e a equação de fusão da rede de vórtices com correções quânticas ajustou-se muito bem em ambos os casos. Neste ajuste, c_L e v foram os únicos parâmetros livres. Os valores de $T_c(H)$ foram obtidos para esta amostra a partir de uma lei de escala baseada na teoria de flutuações para sistemas 3D. O resultado deste ajuste é similar ao obtido por outros autores no estudo de monocristais sem maclas, o que sugere que a fusão da rede de vórtices em altas temperaturas é pouco influenciada pelo aumento da desordem da rede.

Summary

We present here a study of the irreversibility line (I.L.) for samples of type II conventional superconductors with low κ and for a melt textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sample (YMT), based on M vs. T measurements obtained with a SQUID-magnetometer. The samples studied were balls of pure Nb ($\kappa \approx 1.5$) and a powder of Nb containing 1.55 at% O ($\kappa \approx 6.5$) pressed into cylindrical shape (Nb-O). The melting equation due to Houghton et al. gave good fits for the I.L. of conventional superconductor samples. However, the calculated Lindemann constants (c_L) are unrealistically small, $c_L = 0.0036$ for the Nb sample and $c_L = 0.026$ for the Nb-O sample. We also obtained very good fits using a power law equation that comes from the model of thermally activated depinning of the vortex lattice. In this model the exponent n , can also be obtained from critical current $J_c(B, T)$ measurements, taken at low temperatures. We get results for $J_c(B, T)$ from M vs. H measurements, based on the Bean model. The values for the exponent n determined in this way agrees with those obtained from the fitting of the I.L., within 20% and 10% for the Nb and Nb-O samples respectively. We believe the better explanation for the I.L. in these samples is the thermally activated depinning of the vortex lattice. The I.L. for the YMT sample was determined in two orientations of the field \mathbf{H} relative to the sample \mathbf{c} axis. In both orientations we obtain good fits using the melting equation with quantum correction to describe the vortex lattice melting. We use only c_L and ν (related with quantum corrections) as free fitting parameters. We obtain the mean field critical temperature ($T_c(H)$) from a scaling analysis of the magnetization data, based on a fluctuation theory for 3D systems. Our results are similar to those found in literature for clean untwinned $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. We suggest that the vortex lattice melting in the YMT is weakly affected by the occurrence of quenched disorder in the vortex lattice.

1 Introdução

A principal característica dos supercondutores do tipo II, entre os quais estão os novos cupratos supercondutores de alta temperatura crítica, é permitir que o campo magnético penetre em seu interior, acima de um determinado campo crítico H_{c1} , na forma de linhas de fluxo magnético quantizadas (fluxóides), que são nucleadas na superfície do supercondutor. A quantidade de fluxóides no interior do supercondutor aumenta, com o aumento do campo, até que o supercondutor esteja totalmente penetrado pelo campo magnético e passe para o estado normal no campo crítico H_{c2} . Os fluxóides interagem entre si e formam uma rede, às vezes chamada de rede de Abrikosov. Num diagrama H vs. T a região entre as linhas de H_{c1} e H_{c2} define o chamado estado misto, que é o intervalo de temperaturas e campos em que a rede de fluxóides existe no interior do supercondutor do tipo II.

Na maior parte das aplicações tecnológicas, utiliza-se os supercondutores do tipo II no estado misto, devido ao campo crítico H_{c2} elevado que estes geralmente possuem. Um parâmetro de grande importância tecnológica nos supercondutores do tipo II é a densidade máxima de corrente elétrica, J_c , que ele pode transportar sem dissipar energia (com resistividade próxima de zero). A princípio, um supercondutor do tipo II no estado misto pode apresentar $J_c = 0$, porque a corrente de transporte interage com os fluxóides, movimentando-os e causando dissipação de energia. Porém, os fluxóides geralmente estão aprisionados por defeitos da rede cristalina do material e temos uma corrente crítica não nula. Devido à interação entre os fluxóides, basta que alguns estejam aprisionados para que toda a rede fique aprisionada. A intensidade desta força de aprisionamento é a responsável pela intensidade da densidade de corrente crítica.

A presença de centros de aprisionamento de fluxóides no interior do supercondutor leva à formação de um gradiente de fluxo magnético durante a penetração do campo. Este gradiente de fluxo varia conforme a história termo-magnética prévia do supercondutor, produzindo um comportamento histerético. A reversibilidade magnética em um supercondutor do tipo II, no estado misto, implica na liberdade de movimentação do fluxo magnético no seu interior e conseqüentemente em uma densidade de corrente crítica nula. Esta situação pode ocorrer por diversas razões, entre elas a existência de um potencial efetivo de aprisionamento dos fluxóides nulo e o enfraquecimento da interação entre os fluxóides, o que permitiria aos mesmos movimentarem-se independentemente daqueles que estão aprisionados.

Müller, Takashige e Bednorz [1] observaram que o cuprato supercondutor $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-y}$ apresentava um trecho reversível extenso nas curvas de magnetização, próximo ao início da transição entre o estado normal e o supercondutor. O ponto de separação entre o trecho reversível e irreversível foi denominado de ponto de irreversibilidade, dando origem a uma linha (linha de irreversibilidade) bem definida no diagrama H vs. T . Esta linha foi posteriormente observada em outros cupratos supercondutores, inclusive monocristais [2], e supercondutores convencionais de alto κ [3]. O aparecimento da reversibilidade magnética, com o conseqüente desaparecimento da corrente crítica, acima de uma determinada temperatura e campo magnético, implica que a rede de fluxóides que está aprisionada abaixo da linha de irreversibilidade torna-se livre para se movimentar acima desta. Para explicar esta mudança brusca no aprisionamento da rede de fluxóides, com uma fronteira bem demarcada, surgiram vários modelos. Contudo, a origem da linha de irreversibilidade ainda é uma questão controversa.

Dentre os modelos que procuram explicar a origem da linha de irreversibilidade, podemos destacar os seguintes:

- O modelo de vidro supercondutor (superconducting glass) de Shih, Ebner e Stroud [4], que foi sugerido como explicação da linha de irreversibilidade por Müller, Takashige e Bednorz [1] por causa da similaridade da linha de irreversibilidade do $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-y}$ com a linha de "de Almeida-Thouless". Ambas seguem uma lei de potências com expoente $3/2$.
- O modelo de vidro de vórtices (vortex glass) sugerido por Fisher [5]. Este modelo considera que abaixo da linha de irreversibilidade temos um estado de vidro de

vórtices, que se funde em um estado de líquido de vórtices acima da linha de irreversibilidade.

- Os modelos de "depinning" termicamente ativado (thermally activated depinning) [2, 6, 7], que consideram a possibilidade da ativação térmica suavizar as barreiras de aprisionamento dos fluxóides, permitindo que estes sejam liberados para movimentarem-se acima de uma determinada temperatura.
- Os modelos de fusão da rede de fluxóides (vortex lattice melting) [8, 9, 10], que partem do princípio de que a rede de fluxóides, como as redes cristalinas, pode fundir-se em uma certa temperatura devido às flutuações térmicas. Como não existem ainda modelos detalhados para a fusão da rede de fluxóides, os modelos existentes baseiam-se em um critério semi-quantitativo, considerando que a rede funde quando o deslocamento quadrático médio dos fluxóides exceder uma determinada fração (constante de Lindemann) do parâmetro da rede.

Este trabalho tem por objetivo estudar a linha de irreversibilidade em supercondutores do tipo II, tomando como base os modelos comentados acima. Focalizamos o nosso interesse no estudo da linha de irreversibilidade em dois casos: supercondutores convencionais de baixo κ (parâmetro de Ginzburg-Landau) e o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) policristalino texturizado.

O estudo da linha de irreversibilidade em supercondutores de baixo κ foi motivado pelo trabalho de Schmidt e col. [11] que obtiveram esta linha para amostras de Nb ($\kappa \approx 10$) e a ajustaram pelo modelo de fusão da rede de fluxóides, porém com uma constante de Lindemann com o valor muito abaixo do esperado. Suenaga e col. [3] haviam obtido anteriormente a linha de irreversibilidade em supercondutores convencionais e conseguido um bom ajuste do modelo de fusão com o valor da constante de Lindemann próximo ao esperado, porém em supercondutores convencionais de alto κ ($\kappa \approx 40$).

Testamos neste trabalho o modelo de fusão da rede de fluxóides em amostras de Nb de baixo κ ($\kappa \approx 1.5$) e de uma solução sólida de Nb com oxigênio ($\kappa \approx 6.5$). Apesar de termos obtido um bom ajuste com o modelo de fusão da rede de fluxóides, obtivemos valores para a constante de Lindemann muito baixos, que consideramos irrealísticos.

Testamos então um modelo de "depinning" termicamente ativado e obtivemos resultados mais consistentes.

Estudos recentes em monocristais de YBCO sem maclas mostram que sua linha de irreversibilidade é muito bem ajustada pelo modelo de fusão da rede de fluxóides com correções quânticas [12, 13]. Outro trabalho recente, de Kwok e col. [14], mostra que mesmo em monocristais de YBCO contendo uma quantidade grande de maclas a linha de irreversibilidade ainda continua associada com a fusão da rede de fluxóides. Estes estudos nos motivaram a analisar a linha de irreversibilidade de uma amostra com uma grande quantidade de defeitos, sob o ponto de vista da fusão da rede devido a flutuações térmicas e quânticas. Obtivemos a linha de irreversibilidade para uma amostra de YBCO texturizado por fusão em duas orientações diferentes (o YBCO é anisotrópico) do campo magnético. Em ambos os casos o ajuste do modelo de fusão da rede de fluxóides com correções quânticas foi muito bom [15, 16].

Esta tese está esquematizada do modo descrito a seguir. No capítulo 2 apresentamos alguns conceitos básicos acerca da dinâmica dos fluxóides e uma revisão dos principais modelos para a origem de linha de irreversibilidade. No capítulo 3 é feita um discussão das técnicas experimentais utilizadas e a caracterização das amostras. No capítulo 4 apresentamos os resultados e discussões da linha de irreversibilidade para os supercondutores convencionais. No capítulo 5 apresentamos os resultados e discussões para a amostra de YBCO texturizada por fusão. Finalmente, no capítulo 6, é feita uma conclusão geral do trabalho.

2 Modelos Relacionados com a Origem da Linha de Irreversibilidade em Supercondutores

2.1 Introdução

O estudo sistemático da linha de irreversibilidade em supercondutores teve início com os novos cupratos de alta temperatura crítica. Müller, Takashige e Bednorz [1] observaram que o $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-y}$ policristalino apresentava um trecho reversível extenso nas curvas de magnetização, cujo início dá origem a uma linha bem definida no diagrama H vs. T , a linha de irreversibilidade. Esta linha delimita 2 regiões no diagrama H vs. T : a região acima, onde há movimentação reversível de fluxo magnético e conseqüentemente corrente crítica nula e a região abaixo, onde o supercondutor tem um comportamento magnético histerético e corrente crítica não nula. Existem vários modelos que tentam explicar a origem da linha de irreversibilidade e esta ainda é uma questão controversa.

Müller, Takashige e Bednorz [1] mostraram que a linha de irreversibilidade obtida para o $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-y}$ policristalino segue uma lei de potências com expoente $3/2$. Esta lei de potências representa um comportamento similar ao da linha de “de Almeida-Thouless”, derivada da teoria de vidros de “spin” magnéticos. Müller e col. por analogia com a teoria de vidros de “spin” consideraram que a linha de irreversibilidade separava regiões metaestáveis de regiões estáveis no supercondutor. A região metaestável corresponderia a um estado de vidro supercondutor similar ao estado de vidro de “spin” magnético. Este estado de vidro supercondutor seria devido ao acoplamento fraco entre pequenos “grãos” (quando comparados com λ) em laços fechados que estariam sujeitos a frustrações [17]. Estes “grãos” supercondutores não corresponderiam necessariamente aos grãos

cristalográficos do policristal, atribuindo-se a estes materiais uma natureza intrinsecamente granular.

Yeshurun e Malozemoff [2] observaram que monocristais de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO) também apresentavam uma linha de irreversibilidade e que esta linha, quando obtida com o campo paralelo ao eixo c , também seguia uma lei de potências com expoente $3/2$. Porém, eles interpretaram esta linha de irreversibilidade como sendo devida ao “depinning” termicamente ativado dos fluxóides. Este fenômeno ocorre quando a energia de ativação térmica é suficiente para suavizar o potencial de aprisionamento (pinning potencial) dos fluxóides, permitindo que estes vençam as barreiras de aprisionamento (pinning) e se movimentem, quando sujeitos a uma força motriz. Esta força motriz pode ser um gradiente de fluxo magnético ou uma corrente de transporte. A movimentação de fluxóides devido à suavização do potencial de aprisionamento pela ativação térmica é conhecida como TAFF (Thermally Assisted Flux Flow) [6, 18].

Também com base em uma analogia com os vidros de “spin” magnéticos, Fisher [5] propôs a existência de uma fase de vidro de vórtices abaixo da linha de irreversibilidade. Neste caso, a linha de irreversibilidade representaria uma transição de fase de segunda ordem, onde esta fase se fundiria em um líquido de vórtices. O vidro de vórtices diferiria da rede de Abrikosov por não possuir uma simetria translacional de longo alcance, mas apenas coerência de longo alcance na fase do parâmetro de ordem, e por sua resistividade linear (dependência ôhmica entre do campo elétrico, E , com J) tender a zero no limite de baixas densidades de corrente ($J \rightarrow 0$).

Nelson [8] sugeriu que nos cupratos supercondutores novos estados dos fluxóides se tornariam acessíveis, devido a sua alta temperatura crítica e pequeno comprimento de coerência. Estes novos estados seriam os líquidos de vórtices, que poderiam ser formados por vórtices emaranhados (entangled) e não emaranhados (disentangled) [8]. Estes líquidos de vórtices possivelmente ocupariam boa parte do diagrama H vs. T dos novos cupratos supercondutores, tanto na região de altas temperaturas e campos, quanto na região próxima do campo crítico inferior (H_{c1}). Nelson e Seung [19] propuseram pela primeira vez o uso do critério de Lindemann para o cálculo da temperatura de fusão da rede de vórtices. Brandt [20] também previu a possibilidade da fusão da rede de vórtices em supercondutores isotrópicos, a partir de cálculos usando a teoria elástica não-local da rede de vórtices.

Posteriormente, Houghton, Pelcovitz e Sudbø [9] obtiveram uma expressão para a linha de fusão da rede de vórtices, aplicando o critério de Lindemann ao deslocamento médio quadrático dos vórtices, e a ajustaram à linha de irreversibilidade de monocristais de YBCO. Desta maneira eles relacionaram a linha de irreversibilidade com a fusão da rede de vórtices. O cálculo de Houghton e col. [9] para supercondutores com anisotropia uniaxial, foi realizado partindo da teoria elástica não-local anisotrópica da rede de vórtices.

Estudos recentes em monocristais sem maclas (untwinned) relacionaram a linha de irreversibilidade no YBCO a uma transição de fase de primeira ordem, onde a rede de vórtices se funde em um líquido de vórtices [14, 21]. Esta transição de fase foi detectada pelo aparecimento de histerese nas curvas de resistividade vs. temperatura destes monocristais. Estudos similares desenvolvidos Kwok e col. [14] em amostras de YBCO contendo uma quantidade crescente de centros de “pinning” desordenados (quenched disorder) mostraram que, embora a histerese relacionada com a transição de primeira ordem tenda a desaparecer com o aumento da desordem, a linha de irreversibilidade nas amostras com maior grau de desordem ainda estaria relacionada com a fusão da rede de vórtices.

Recentemente, Schilling e colaboradores [12] aplicaram à linha de irreversibilidade de um monocristal de YBCO sem maclas um modelo, desenvolvido por Blatter e Ivlev [10], no qual considera-se o efeito de flutuações quânticas na fusão da rede de vórtices. Este modelo ajustou-se melhor aos dados do que o modelo de fusão da rede devido somente a flutuações térmicas. Posteriormente, Blatter e Ivlev [13] mostraram que este mesmo modelo ajustava-se muito bem aos dados da linha de irreversibilidade obtidos por Safar e colaboradores [21] para monocristais de YBCO sem maclas, obtidos a partir da histerese térmica nas medidas de resistividade.

Nas seções subsequentes apresenta-se alguns conceitos básicos da dinâmica de vórtices e uma breve descrição dos modelos comentados acima.

2.2 Conceitos Básicos

2.2.1 Introdução

Os materiais supercondutores são caracterizados por duas características fundamentais: resistividade nula e diamagnetismo perfeito (efeito Meissner), que ocorrem abaixo de uma determinada temperatura crítica T_c . O comportamento dos supercondutores em relação a um campo magnético externo faz com que eles sejam classificados em duas categorias distintas, os supercondutores do tipo I e os do tipo II. Os supercondutores do tipo I, para $T < T_c$, quando submetidos a um campo magnético externo, apresentam exclusão completa do fluxo magnético do seu interior até um determinado campo crítico $H_c(T)$, figura (2.1a), no qual ele sofre um transição brusca (de primeira ordem) para o estado normal. Na superfície do supercondutor existe uma camada onde ocorre a penetração do campo magnético, que decai exponencialmente da superfície para o interior, com uma espessura da ordem de λ (profundidade de penetração de London). Já os supercondutores do tipo II apresentam diamagnetismo perfeito apenas para campos menores que um determinado campo crítico $H_{c1}(T)$. Acima deste campo crítico o campo magnético penetra no interior do material, reduzindo a sua resposta diamagnética, figura (2.1b), até um segundo campo crítico $H_{c2}(T)$ onde o supercondutor passa ao estado normal em uma transição de fase contínua (de segunda ordem). Na figura (2.2) temos um diagrama H vs. T mostrando as regiões definidas pelos campos críticos $H_{c1}(T)$ e $H_{c2}(T)$ em um supercondutor convencional do tipo II, a região abaixo de $H_{c1}(T)$ é chamada de estado Meissner e a região entre $H_{c1}(T)$ e $H_{c2}(T)$ é chamada de estado misto.

No estado misto o campo magnético penetra no interior de um supercondutor do tipo II na forma de linhas de fluxo magnético quantizadas (fluxóides) sendo que cada uma destas linhas de fluxo contém um quantum de fluxo magnético, $\phi_0 = hc/2e$. A interação entre estas linhas de fluxo leva à formação de uma rede com simetria hexagonal no plano perpendicular ao campo magnético aplicado[22, 23], denominada rede de fluxóides, de vórtices, ou de Abrikosov. Estas linhas de fluxo consistem de um núcleo no estado normal com um raio de aproximadamente ξ (comprimento de coerência de Ginzburg-Landau) que

está circundado por um vórtice de supercorrente que decai juntamente com o campo magnético local, exponencialmente, até uma distância da ordem de λ (profundidade de penetração de London).

O parâmetro de rede, a_0 , da rede de fluxóides depende apenas da intensidade de campo magnético, B , no supercondutor. Para uma rede de fluxóides com simetria hexagonal, que é a simetria mais estável [22], o parâmetro de rede é dado por:

$$a_0 = 1.075 \left(\frac{\phi_0}{B} \right)^{\frac{1}{2}} \tag{2.1}$$

O fluxóide pode interagir com alguns tipos de defeitos da rede cristalina do supercondutor e ser aprisionado (pinned) por estes defeitos. Devido à interação entre os fluxóides, o aprisionamento de alguns fluxóides pode levar ao aprisionamento da rede como um todo. A presença de centros de aprisionamento pode também introduzir defeitos na rede de fluxóides.

Os defeitos da rede de fluxóides podem ser de qualquer tipo possível em uma rede

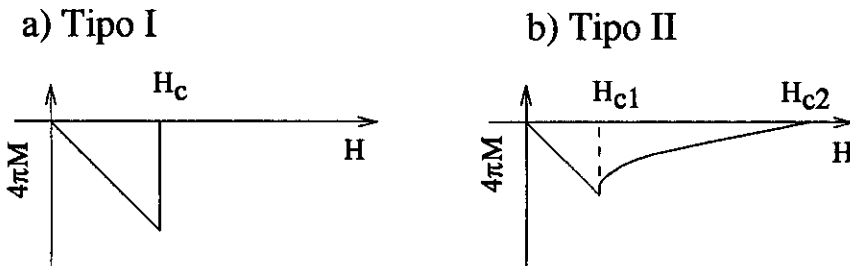


Figura (2.1) Curvas de magnetização reversível (M vs H) típicas, mostrando os campos críticos: a) supercondutor do tipo I, b) supercondutor do tipo II.

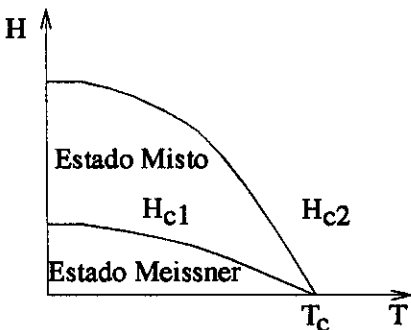


Figura (2.2) Diagrama de Fase (H vs. T) para um supercondutor do tipo II

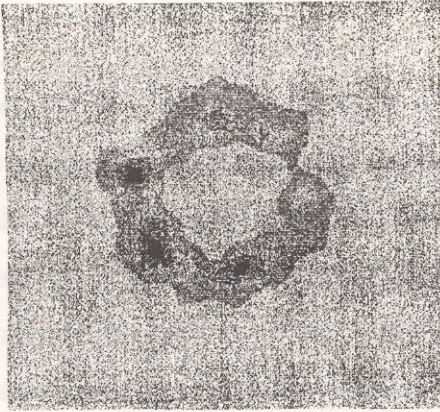


Figura (2.4) Padrão de difração de neutrons da rede de fluxóides de um monocristal de $\text{Bi}_{2.15}\text{Sr}_{1.95}\text{Ca}_2\text{O}_{8+x}$, em um campo $H = 475$ Oe e $T = 1.1$ K (extraído da ref. [26]).

Quando passamos uma corrente de transporte (\mathbf{J}_t) através do supercondutor esta interage com os fluxóides através da força de Lorentz. Esta interação ocorre entre a corrente de transporte e os vórtices de supercorrente, mas pode ser descrita como uma interação entre a corrente e o quantum de fluxo magnético existente no interior do fluxóide. A força de Lorentz exercida na rede de fluxóides, por unidade de volume, é dada por:

$$\mathbf{F} = \frac{1}{c} \mathbf{J}_t \times \mathbf{B} \quad (2.2)$$

onde \mathbf{J}_t é a densidade de corrente de transporte e \mathbf{B} é fluxo magnético médio por unidade de volume no supercondutor, $|\mathbf{B}| = B = n\phi_0$, sendo n é a densidade de fluxóides por unidade de área.

Quando não existe aprisionamento dos fluxóides, a força exercida pela corrente de transporte move a rede de fluxóides perpendicularmente à direção da corrente e do campo, o que induz um campo elétrico longitudinal, paralelo a direção da corrente, gerando um estado dissipativo, ou seja, um estado de resistência elétrica não nula. Esta movimentação dos fluxóides é conhecida como “flux flow”. Mesmo na presença de uma força de aprisionamento, toda vez que a força de Lorentz superar esta teremos um estado estacionário de movimentação de fluxóides e portanto uma resistividade não nula devido ao “flux flow”.

2.2.2 Modelo de Estado Crítico

O modelo de estado crítico foi desenvolvido originalmente por Bean [27], para explicar o comportamento histerético da magnetização em supercondutores do tipo II com centros de aprisionamento fortes, também chamados de supercondutores duros. Quando aumentamos o campo magnético aplicado acima do campo crítico inferior, H_{c1} , os fluxóides começam a penetrar no supercondutor, porém os centros de aprisionamento impedem que estes penetrem livremente, gerando um gradiente de fluxo magnético cuja intensidade depende da força de aprisionamento média exercida pelos centros de aprisionamento (pinning force).

No modelo de estado crítico adota-se uma descrição macroscópica do supercondutor representando-se o gradiente de fluxo magnético por uma densidade de corrente,

$$\mathbf{J}_c = \frac{c}{4\pi} \nabla \times \mathbf{H} \quad (2.3)$$

Aqui e no restante desta seção \mathbf{H} representa o campo magnético local e \mathbf{J}_c a densidade de corrente crítica, que equivale ao gradiente de fluxo magnético máximo que pode ser suportado pela configuração de centros de aprisionamento do supercondutor. \mathbf{J}_c pode depender do campo magnético e da temperatura e é equivalente à densidade de corrente crítica obtida a partir de medidas de transporte na configuração de campo magnético perpendicular à corrente de transporte. Entretanto, a sensibilidade da medida magnética usualmente é maior que a da medida de transporte.

O balanço entre a força de aprisionamento média exercida pela configuração de centros de aprisionamento, \mathbf{P}_V , e a força motriz exercida pelo gradiente de fluxo magnético é a base do modelo de estado crítico. Este balanço é descrito pela “equação do estado crítico”:

$$\mathbf{P}_V(B) = -\frac{1}{c} \mathbf{J}_c \times \mathbf{B} = -\frac{1}{4\pi} (\nabla \times \mathbf{H}) \times \mathbf{B} \quad (2.4)$$

Quando a pressão exercida pelo gradiente de fluxo magnético excede o limite da força de aprisionamento o fluxo penetra mais no supercondutor, diminuindo o gradiente e levando o sistema a um novo estado de equilíbrio. Este estado de equilíbrio é crítico, pois qualquer perturbação introduzida no sistema o levará a se reorganizar em um novo estado de equilíbrio.

Nas situações onde \mathbf{J} é perpendicular a \mathbf{B} a equação (2.4) pode ser rescrita na forma [28]:

$$J_c = \frac{P_v(B)}{B} = \frac{c}{4\pi} |\nabla \times \mathbf{H}| \quad (2.5)$$

A resolução da equação do estado crítico (eq. (2.4) ou (2.5)) utilizando as condições de contorno apropriadas, dadas pela geometria da amostra, nos permite conhecer a distribuição do fluxo magnético no interior do supercondutor. Para resolvê-la precisamos conhecer $P_v(B)$ ou $J_c(B)$, o que implica em conhecermos a distribuição dos centros de aprisionamento do material, em geral inacessível. A aproximação de Bean [27, 29], na qual se considera \mathbf{J}_c constante e perpendicular a \mathbf{B} , nos permite calcular a distribuição aproximada do fluxo magnético no interior do supercondutor para a maioria das geometrias. Esta aproximação é bastante útil quando J_c não varia muito no interior da amostra, o que ocorre quando a dependência de J_c com B é suave ou quando B varia pouco no interior da amostra.

A magnetização sempre pode ser calculada quando a distribuição de fluxo magnético no interior da amostra é conhecida, uma vez que $M = (B - H)/4\pi$ e B é a média do campo magnético local por unidade de volume. Porém o cálculo da J_c a partir de M é mais complexo exceto quando a aproximação de Bean pode ser utilizada.

Segundo Campbell e Evetts [28] uma série de modelos para a distribuição de centros de aprisionamento nos supercondutores convencionais podem ser sumarizados na seguinte fórmula semi-empírica para a densidade de corrente crítica:

$$J_c(B, T) = \frac{P_v}{B} = SB_{c2}^m(T) B^{r-1} \left(1 - \frac{B}{B_{c2}(T)} \right)^\delta \quad (2.6)$$

onde: S é uma constante que depende da microestrutura do material assim como os expoentes m , γ , δ , e $B_{c2}(T)$ é o campo crítico superior. A constante S e os expoentes m , γ e δ devem ser obtidos a partir dos dados experimentais $J_c(B, T)$. Em situações onde $B/B_{c2} \ll 1$ a equação (2.6) pode ser reescrita como:

$$J_c(B, T) \approx SB_{c2}^m(T)B^{\gamma-1} \quad (2.7)$$

2.2.3 “Flux Creep” ativado termicamente

Em temperaturas não-nulas ($T > 0$) a energia de ativação térmica permite que as linhas de fluxo saltem por sobre a barreira de potencial de aprisionamento, movendo-se entre os centros de aprisionamento de maneira aleatória. Na presença de uma força motriz, como uma corrente de transporte ou um gradiente de densidade de fluxo, estes saltos passam a ocorrer preferencialmente no sentido da força motriz, levando a um arraste dos fluxóides em um processo conhecido como “flux creep” ativado termicamente.

O “flux creep” ativado termicamente leva a um rearranjo dos fluxóides no estado crítico com o decorrer do tempo e a diminuição na corrente crítica de transporte em temperaturas elevadas. Este processo causa dissipação, gerando um campo elétrico longitudinal e conseqüentemente uma resistividade não nula, a qual é similar à resistividade de “flux flow”.

O modelo básico para o estudo do “flux creep” ativado termicamente é o de Anderson-Kim [30, 31], que considera o arraste de fluxo ocorrendo em pacotes de fluxóides (flux bundles), cujo volume V_c (volume de correlação) está relacionado com as constantes elásticas da rede de fluxóides. Estas por sua vez dependem da temperatura, do campo magnético e da configuração dos centros de aprisionamento na amostra [6].

A taxa, ν , com que os “flux bundles” saltam por sobre a barreira de potencial é dada pela expressão:

$$\nu = \nu_0 e^{-\frac{U}{k_B T}} \quad (2.8)$$

onde: ν_0 é a frequência de vibração do pacote de fluxo (attempt frequency) e U a altura efetiva da barreira de energia, ou seja, a energia de ativação efetiva necessária para o fluxóide vencer a barreira. A energia de ativação é dada por:

$$U = U_0 - \Delta W \quad (2.9)$$

onde: $\Delta W = |\mathbf{F}|VX$, U_0 é a altura da barreira na ausência de flutuações térmicas, \mathbf{F} é a força motriz, V o volume do “flux bundle” e X a largura geométrica efetiva da barreira de energia (pinning length).

Na ausência de uma força motriz os “flux bundles” saltam por sobre a barreira de potencial com igual probabilidade em todas as direções possíveis, quando introduzimos uma força motriz, \mathbf{F} , o salto torna-se mais favorável na direção desta força, produzindo a seguinte taxa total de saltos [22]:

$$\nu = \nu_0 e^{-\frac{U_0}{k_B T}} 2 \sinh\left(\frac{\Delta W}{k_B T}\right) \quad (2.10)$$

No caso de supercondutores convencionais, usualmente a energia de ativação térmica é pequena e a barreira de potencial elevada, $U_0/k_B T \approx 100$, fazendo com que o “flux creep” somente seja observável quando a força motriz é elevada[6]. Neste caso temos:

$$2 \sinh\left(\frac{\Delta W}{k_B T}\right) \approx \exp\left(\frac{\Delta W}{k_B T}\right) \quad (2.11)$$

e a taxa com que os “flux bundles” saltam sobre barreira de energia é dada pela equação (2.8).

A quantia de fluxo que cruza uma linha perpendicular a B e ∇B por unidade de comprimento e tempo, ou seja, a difusividade do fluxo \mathbf{D} , é dada por [32]:

$$\mathbf{D} = -\frac{\nabla B}{|\nabla B|} B d \nu_0 \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \quad (2.12)$$

onde: d é a distância média pela qual o “flux bundle” se move em um salto termicamente ativado.

A conservação do fluxo requer que a densidade de fluxo seja descrita pela seguinte equação da continuidade:

$$\frac{\partial B}{\partial t} = \nabla \cdot \mathbf{D} \quad (2.13)$$

Na ausência de ativação térmica teremos “flux flow” quando a força motriz for suficiente para anular o potencial de aprisionamento efetivo. Chamando de J_{c0} a corrente crítica na ausência de ativação térmica, temos que $J_{c0} = U_0/BVX$, portanto podemos reescrever a equação (2.9) como:

$$U = U_0 \left(1 - \frac{J}{J_{c0}} \right) \quad (2.14)$$

Da lei de indução de Faraday e das equações (2.12) - (2.14) obtemos que o campo elétrico gerado pelo processo de “flux creep” ativado termicamente é dado por [28]:

$$E = Bdv_0 \exp\left(\frac{U_0}{k_B T} \left(1 - \frac{J}{J_{c0}}\right)\right) \quad (2.15)$$

o que corresponde a uma resistividade não-linear (não-ôhmica), associada com o “flux creep” [33], ρ_{fc} , dada por :

$$\rho_{fc} = \rho_c \exp\left(-\frac{U_0}{k_B T} \left(1 - \frac{J}{J_{c0}}\right)\right) \quad (2.16)$$

onde: $\rho_c = Bdv_0/J_{c0}$

Se considerarmos E_c como sendo o critério de campo elétrico correspondente à corrente crítica J_c , então podemos reescrever a equação (2.15) para obter a corrente crítica na presença de ativação térmica [28], ou seja:

$$J_c(B, T) = J_{c0} \left[1 - \frac{k_B T}{U_0(B, T)} \ln \left(\frac{B d v_0}{E_c} \right) \right] \quad (2.17)$$

2.2.4 “Flux Flow” assistido termicamente-TAFF

No caso da energia de ativação térmica ser comparável a altura da barreira de energia, o escoamento de fluxo passa a ser significativo mesmo quando a força motriz é pequena e a possibilidade de ocorrência de saltos no sentido oposto (reverse hopping) ao da força motriz deve ser considerado [6, 22]. A este processo Kes e col. deram o nome de “flux flow” assistido termicamente (TAFF) [6]. A taxa com que os “flux bundles” saltam por sobre a barreira de energia é dada pela equação (2.10) e a difusividade de fluxo por:

$$\mathbf{D} = - \frac{\nabla B}{|\nabla B|} B d v_0 e^{-\frac{U_0}{k_B T}} 2 \sinh \left(\frac{\Delta W}{k_B T} \right) \quad (2.18)$$

No limite de pequenas densidades de corrente ($J \approx 0$) temos que $\Delta W/k_B T \approx 0$ [6] e daí:

$$2 \sinh \left(\frac{\Delta W}{k_B T} \right) \approx 2 \frac{\Delta W}{k_B T} \quad (2.19)$$

e a equação (2.18) fica:

$$\mathbf{D} = - \frac{\nabla B}{|\nabla B|} 2 B d v_0 e^{-\frac{U_0}{k_B T}} \frac{\Delta W}{k_B T} \quad (2.20)$$

Como $\rho_{TAFF} = \mu_0 |\mathbf{D}|$ [6], pode então ser obtida a seguinte resistividade linear (ôhmica), associada com o “TAFF”[33]:

$$\rho_{TAFF} = \frac{2 \rho_c U_0}{k_B T} \exp \left(- \frac{U_0}{k_B T} \right) \quad (2.21)$$

2.3 "Depinning" Termicamente Ativado

Yeshurun e Malozemoff [2] propõem o processo de "flux creep" gigante como explicação para o trecho de reversibilidade encontrado nos óxidos supercondutores de alta-T_c. Nesta descrição a linha de irreversibilidade está associada ao "depinning" termicamente ativado das linhas de fluxóides que ocorre quando a corrente crítica torna-se nula devido a ativação térmica, ou seja $J_c(B, T) = 0$. Eles usam a equação (2.17) para $J_c(B, T)$ e obtêm a seguinte condição para a linha de irreversibilidade:

$$U_0(B, T) = k_B T \ln \left(\frac{B d v_0}{E_c} \right) \quad (2.22)$$

Yeshurun e Malozemoff utilizam a fórmula de Anderson-Kim [31] para a energia de ativação:

$$U_0 = \frac{H_c^2 V}{8\pi} \quad (2.23)$$

onde: H_c é o campo crítico termodinâmico e V o volume de correlação dos fluxóides. Eles consideram que para os novos cupratos supercondutores, que são materiais de $\kappa \gg 1$ e $a_0 \ll \lambda$, o aprisionamento de fluxóides passa a ser devido a efeitos coletivos, com o volume de correlação dado por:

$$V = \frac{a_0^2 \xi}{f^2}$$

onde: a_0 é o parâmetro de rede da rede de fluxóides (eq. (2.1)), ξ é o comprimento de coerência e f é uma constante da ordem da unidade, obtendo para U_0 a seguinte expressão:

$$U_0(B, T) = \frac{2.6 \Phi_0 H_{c0}^2 \xi_0}{8\pi f^2} \frac{(1-t)^{\frac{3}{2}}}{B} \quad (2.24)$$

onde usou-se: $H_c(t) = 1.73 H_{c0}(1-t)$ e $\xi(t) = 0.74 \xi_0(1-t)^{-\frac{1}{2}}$, com $t = T/T_c$, que são resultados da teoria de campo médio de Ginzburg-Landau para o limite limpo.

Substituindo a equação (2.24) na equação (2.22) obtem-se:

$$\frac{(1-t)^{\frac{3}{2}}}{t} = \frac{k_B T_c \ln(Bd v_0 / E_c) 8\pi f^2}{2.6 \Phi_0 H_{c0}^2 \xi_0} B \quad (2.25)$$

No limite de $T \approx T_c$, Yeshurun e Malozemoff consideram que podemos escrever a seguinte lei de potência:

$$B \approx \alpha (1-t)^{\frac{3}{2}} \quad (2.26)$$

com:
$$\alpha = \frac{2.6 \Phi_0 H_{c0}^2 \xi_0}{k_B T_c \ln(Bd v_0 / E_c) 8\pi f^2}$$

Outra abordagem do problema é feita por Matsushita e col. [7], que propõem que se calcule a energia de ativação a partir de uma forma mais geral, usando a seguinte fórmula para a barreira de potencial:

$$U_0 = \frac{\alpha_L X^2 V}{2} \quad (2.27)$$

onde: α_L é o parâmetro de Labusch [34], $2X$ é o tamanho efetivo do potencial de aprisionamento e V é o volume de correlação, sendo que $\alpha_L X = J_{c0} B$.

Matsushita e col. [7, 35, 36] calculam o volume de correlação, usando resultados da teoria de "flux creep" coletivo e da teoria elástica local da rede de fluxóides, obtendo para a U_0 , a seguinte relação:

$$U_0 = A \left(\frac{\Phi_0^7 J_{c0}^2}{B} \right)^{1/4} \quad (2.28)$$

Supondo que as flutuações térmicas possam ser desprezadas para $T \ll T_c$, a equação (2.7) pode ser reescrita como:

$$J_{c0}(B, T) \approx SB_{c2}^m(T) B^{\gamma-1} \quad (2.29)$$

Finalmente, reunindo os resultados das equações (2.23) e (2.24) Matsushita e col. [7, 35] obtêm:

$$U_0 = C (B_{c2}^*(1-t))^{2m} B^{(2\gamma-3)/4} \quad (2.30)$$

onde: $C = AS^{1/2} \phi^{1/4}$ e utilizou-se a aproximação linear para $B_{c2}(t)$, $B_{c2}(t) = B_{c2}^*(1-t)$, [7, 35]. Utilizando a condição (2.22) para a linha de "depinning" termicamente ativado, e considerando $T \approx T_c$, eles obtêm a seguinte lei de potências para a linha de irreversibilidade:

$$B \approx \alpha (1-t)^n \quad (2.31)$$

$$\text{onde: } \alpha = \left[\frac{AS^{1/2} \phi^{1/4} (B_{c2}^*)^{m/2}}{k_B T_c \ln(Bd v_0 / E_c)} \right]^{4/(3-2\gamma)} \quad \text{e} \quad n = \frac{2m}{3-2\gamma}$$

A constante α depende da configuração dos centros de aprisionamento do material e de outros parâmetros característicos do material. O acesso experimental a estes parâmetros é muito difícil e Matsushita col. [35] consideram que a constante α deve ser tratada como um parâmetro de ajuste. Já o expoente n pode ser obtido a partir da medida de $J_c(B, T)$ em baixas temperaturas, onde as flutuações térmicas não têm um papel relevante e $J_c(B, T) \approx J_{c0}(B, T)$.

2.4 Fusão da Rede de Vórtices

2.4.1 Introdução

A rede de vórtices pode ter sua estabilidade destruída por flutuações térmicas e fundir do mesmo modo que uma rede cristalina. A estabilidade de uma rede de vórtices depende das constantes elásticas desta rede, que podem ser calculadas a partir da teoria de Ginzburg-Landau [9, 20] e da teoria de London anisotrópica [19]. Dependendo das características do material supercondutor as constantes elásticas podem ser tais que a temperatura de fusão da rede de vórtices esteja muito próxima da temperatura de transição para o estado normal e portanto fora do limite de acesso experimental.

No caso de supercondutores bidimensionais (2D), por exemplo filmes finos com espessura $d < \lambda$, a fusão da rede de vórtices se dá devido a flutuações 2D, sendo uma transição do tipo da de Kosterlitz-Thouless [37, 38, 39]. Nos supercondutores em camadas, com uma distância d entre as camadas da ordem de λ , pode ocorrer, em regiões diferentes, fusão da rede de vórtices devido a flutuações 2D e 3D. Na primeira região, de campos abaixo de um determinado valor característico B_{2D} , a fusão da rede de vórtices é devida a flutuações predominantemente tridimensionais (3D) e pode ser descrita por modelos derivados das teorias de Ginzburg-Landau e London anisotrópicas. Na segunda região, de campos acima de B_{2D} , ocorre a preponderância de flutuações 2D e a fusão da rede passa a ter um comportamento 2D [40]. No presente trabalho consideraremos apenas o caso 3D, uma vez que o YBCO tem comportamento 3D em todo o intervalo de campos magnéticos acessíveis [13, 18].

No momento não há nenhum modelo que permita o cálculo direto da temperatura de fusão da rede de vórtices para o caso de supercondutores sujeitos a flutuações 3D [18]. A temperatura de fusão da rede neste caso só pode ser obtida por meio de abordagens semi-quantitativas ou por simulação numérica. A abordagem semi-quantitativa baseada no critério de Lindemann é a mais utilizada [9, 19, 20, 40], com a temperatura de fusão da rede de vórtices, em função do campo magnético, sendo calculada a partir do pressuposto de que a rede funde quando o deslocamento quadrático médio dos vórtices devido as

flutuações térmicas $\langle u^2 \rangle$ atinge uma determinada fração c_L do parâmetro de rede, a_0 , ou seja:

$$\langle u^2 \rangle \approx c_L^2 a_0^2$$

onde: $a_0 = 1.075 \left(\frac{\Phi_0}{B} \right)^{\frac{1}{2}}$, e c_L é uma constante (número de Lindemann) que usualmente varia entre 0.1 e 0.3, para a rede de vórtices [18, 20].

Recentemente Blatter e Ivlev [10, 13] discutiram a possibilidade de que as flutuações originárias do tunelamento quântico dos vórtices pudessem contribuir com as flutuações térmicas, aumentando o deslocamento quadrático médio dos vórtices, e assim alterando a posição da linha de fusão da rede de vórtices. Estas correções seriam irrelevantes para compostos altamente anisotrópicos como os baseados em Bi e Tl, mas poderiam alterar significativamente a posição da linha de fusão no caso do YBCO, menos anisotrópico.

2.4.2 Flutuações Térmicas

A abordagem mais detalhada da fusão da rede de vórtices devida a flutuações térmicas, usando o critério de Lindemann, é a de Houghton, Pelcovitz e Sudbø [9]. Eles generalizam os cálculos das constantes elásticas da rede de vórtices realizados por Brandt [41] para supercondutores isotrópicos, dentro de uma aproximação não-local da teoria elástica, e calculam estas constantes para o caso de supercondutores anisotrópicos. Os cálculos são realizados a partir da teoria de Ginzburg-Landau anisotrópica. O fato deles considerarem constantes elásticas dispersivas (aproximação não-local) introduz um amaciamento da rede de vórtices, que leva a valores maiores para o deslocamento quadrático médio da rede de vórtices.

Houghton e col. calculam o deslocamento quadrático médio $\langle u^2 \rangle_{th}$ da rede de vórtices para o caso de supercondutores com anisotropia uniaxial, com o campo aplicado paralelamente ao eixo de anisotropia (eixo c), e aplicam o critério de Lindemann obtendo a seguinte condição para a fusão da rede:

$$\frac{\langle u^2 \rangle_{th}}{\alpha_0^2} \approx \frac{\sqrt{G_i}}{2\pi} \frac{t}{\sqrt{1-t}} \frac{\sqrt{b(t)}}{(1-b(t))} \left[\frac{4(\sqrt{2}-1)}{\sqrt{1-b(t)}} + 1 \right] \approx c_L^2 \quad (2.32)$$

$$\text{com: } t = \frac{T}{T_c(0)}, \quad b(t) = \frac{B}{H_{c2}(t)}, \quad H_{c2}(t) = H_{c2}(0)(1-t),$$

$$G_i = \frac{16\pi^3 K_B^2}{\phi_0^3} \frac{T_c^2 \kappa^4}{H_{c2}(0) \varepsilon^2} \approx 10^{-9} \frac{T_c^2 \kappa^4}{H_{c2}(0) \varepsilon^2} \quad \text{e} \quad \varepsilon^2 = \frac{m}{M} < 1$$

onde G_i é o número de Ginzburg e ε é o fator de anisotropia de massa. O número de Ginzburg dá o peso relativo das flutuações térmicas. Quanto maior G_i , maior o efeito das flutuações térmicas e portanto menor a temperatura de fusão da rede de vórtices, em relação à temperatura crítica de campo médio ($T_c(H)$). Em todos os cálculos realizados Houghton e col. utilizaram a aproximação linear para o campo crítico superior ($H_{c2}(T)$).

A equação (2.32) não admite solução fechada para $B_m(T)$, portanto deve ser resolvida de maneira autoconsistente. Contudo, próximo a T_c podemos expandir a equação (2.32) em termos de $\sqrt{b(t)}$ e tomar apenas os termos lineares [18], obtendo a seguinte solução aproximada para B_m :

$$B_m \approx \frac{\beta_{th}}{G_i} c_L^4 H_{c2}(0) \left(\frac{1-t}{t} \right)^2 \quad (2.33)$$

onde: $\beta_{th} = \left[2\pi / \left(4(\sqrt{2}-1) + 1 \right) \right]^2 \approx 5.6$. A variável de temperatura $((1-t)/t)$ pode ser aproximada para $(1-t)$, forma comumente utilizada na literatura, somente quando estamos muito próximos de T_c ($t > 0.95$) [13].

A aproximação utilizada para obter a equação (2.33), mesmo considerando a variável $((1-t)/t)$, é bastante restritiva. Se tomarmos a expansão da equação (2.32), em termos de $\sqrt{b(t)}$, até os termos quadráticos (de ordem "b"), obtemos a seguinte simplificação da equação (2.32):

$$\frac{\langle u^2 \rangle_{th}}{\alpha_0^2} \approx \sqrt{\frac{G_i}{\beta_{th}}} \sqrt{b^*} \frac{t}{1-t-b^*} \approx c_L^2 \quad (2.34)$$

onde: $b^* = B/H_{c2}(0)$. Esta equação simplificada admite a seguinte solução fechada [18] para a linha de fusão:

$$B_m \approx H_{c2}(0) \frac{4\Theta^2}{(1+\sqrt{1+4t_s\Theta/t})^2} \quad (2.35)$$

onde: $\Theta = c_L^2 \sqrt{\frac{\beta_{th}}{G_i} \left(\frac{T_c}{T} - 1 \right)}$ e $t_s = c_L^2 \sqrt{\frac{\beta_{th}}{G_i}}$

Para campos elevados a linha de fusão da rede tende a ficar mais próxima de $H_{c2}(T)$ e a sobreposição dos núcleos dos vórtices torna-se relevante. Cálculos simplificados do deslocamento quadrático médio dos vórtices feitos a partir da teoria de London anisotrópica, como o realizado por Glazman e Koshelev [40] e Blatter e Ivlev [10], conduzem diretamente a equação simplificada (2.33). Os cálculos baseados na equação de London anisotrópica falham por não levar em conta a supressão do parâmetro de ordem devida à sobreposição dos núcleos dos vórtices [18]. A supressão do parâmetro de ordem nestes cálculos pode ser levada em conta nestes casos substituindo-se $\lambda \rightarrow \lambda' = \lambda/[1-b(t)]^{1/2}$ [42], o que corrige estes cálculos de maneira que se pode obter a equação (2.34) diretamente da teoria de London anisotrópica [18].

2.4.3 Flutuações térmicas + quânticas

Blatter e Ivlev [10, 13] calculam o deslocamento quadrático médio devido a flutuações na posição dos vórtices provenientes do processo de tunelamento quântico macroscópico e combinam este com o deslocamento devido a flutuações térmicas, com pesos iguais, para obter por meio do critério de Lindemann a temperatura de fusão da rede de vórtices, ou seja:

$$\langle u^2 \rangle = \langle u^2 \rangle_{th} + \langle u^2 \rangle_q \approx c_L^2 \alpha_0^2$$

Blatter obtém que o deslocamento quadrático médio devido a flutuações quânticas é dado por [13]:

$$\langle u^2 \rangle_q \approx \frac{4v\xi}{\pi^2 K_F} \quad (2.36)$$

onde: K_F é o vetor de onda de Fermi, e v é um parâmetro de ajuste que relaciona a frequência de corte Ω com a energia do "gap" do supercondutor Δ , $v = h\Omega/2\pi\Delta$.

Usando a equação (2.34) para o $\langle u^2 \rangle_m$ e a equação (2.36) para $\langle u^2 \rangle_q$ Blatter e Ivlev obtém a seguinte expressão aproximada, após desprezar os termos cruzados na soma, para a linha de fusão:

$$B_m \approx H_{c2}(0) \frac{4\Theta^2}{(1 + \sqrt{1 + 4S\Theta/t})^2} \quad (2.37)$$

onde: $S = 2.4 \frac{v}{K_F \xi} + c_L^2 \sqrt{\frac{\beta_m}{G_i}}$, t é a temperatura reduzida e Θ é o mesmo que na equação (2.35).

No limite em que $\Theta \rightarrow 0$ a equação (2.37) se reduz a $B_m \approx \Theta^2$, ou seja o mesmo resultado obtido apenas considerando-se as flutuações térmicas para temperaturas próximas a T_c . Quando $\Theta > 1/S$ a eq. (2.37) simplifica-se para $B_m \approx \Theta/t/S \propto (1-t)/S$, ou seja, a dependência em t se torna linear em baixas temperaturas e os efeitos das flutuações quânticas, contidos em S , importantes. Portanto, os efeitos das flutuações quânticas só se tornam importantes para temperaturas de fusão suficientemente abaixo de T_c , ou seja para campos magnéticos elevados [18].

2.5 Vidro Supercondutor

Müller, Takashige e Bednorz [1] atribuíram aos novos supercondutores de alta temperatura crítica uma natureza intrinsecamente granular e propuseram o uso do modelo de Shih, Ebner e Stroud [4, 17], desenvolvido para os supercondutores granulares convencionais, para explicar a resposta diamagnética dos novos supercondutores de alta temperatura crítica.

No modelo proposto por Shih, Ebner e Stroud [4] o supercondutor, na presença de um campo magnético \mathbf{B} , é modelado como uma rede tridimensional de grãos supercondutores, menores que λ , fracamente acoplados e imersos em uma matriz não supercondutora, interagindo entre si por acoplamento Josephson ou efeito de proximidade. O hamiltoniano básico que descreve o sistema é dado por:

$$H = -\sum_{\langle ij \rangle} J_{ij} \cos(\phi_i - \phi_j - A_{ij}) \quad (2.38)$$

com:

$$A_{ij} = \frac{2\pi}{\phi_0} \int_i^j \mathbf{A} \cdot d\mathbf{l}$$

onde: J_{ij} é a energia de acoplamento Josephson entre os grãos vizinhos, ϕ_i é a fase do parâmetro de ordem no grão i , $\phi_0 = hc/2e$ é o quantum de fluxo e \mathbf{A} o potencial vetor. A integral de linha é tomada ao longo do caminho que liga diretamente o centro dos grãos i e j . A energia de acoplamento Josephson é considerada constante, $J_{ij} = J$, entre os primeiros vizinhos e nula entre os demais. Eles introduzem frustração no acoplamento entre os grãos supercondutores por meio dos fatores de fase A_{ij} . A frustração no acoplamento abre a possibilidade de que em um “cluster” grande de grãos supercondutores possa existir uma série de estados diferentes com aproximadamente a mesma energia. Shih, Ebner e Stroud [4] prevêem com este modelo a existência de uma fase supercondutora metaestável com comportamento similar aos vidros de “spin” magnéticos.

Müller, Takashige e Bednorz [1] sugerem que esta fase, com comportamento similar ao dos vidros de “spin”, que eles denominam de vidro supercondutor, seja a

responsável pelo comportamento diamagnético dos novos supercondutores abaixo da linha de irreversibilidade. Por analogia com os sistemas de vidros de “spin” eles consideram que a linha de irreversibilidade, que seria a linha divisória entre regiões com comportamento ergódico e não-ergódico, teria um comportamento similar ao da linha de Almeida-Thouless [43], dada por:

$$H = H_0 \left(1 - \frac{T_g}{T_g(0)} \right)^\gamma \quad (2.39)$$

com $\gamma = 3/2$. T_g representa a temperatura de transição, que seria idêntica à temperatura de irreversibilidade apenas no caso de um experimento quase estático [1].

2.6 Vidro de Vórtices

Em sistemas com uma quantidade elevada de centros de aprisionamento aleatoriamente distribuídos, o grau de desordem congelada (quenched disorder) da rede de fluxóides é elevado e pode haver a destruição da ordem translacional de longo alcance [44] desta rede. Fisher [5] propõe que neste caso seria possível a ocorrência de uma fase similar à de vidro de “spin”, que ocorre em materiais magnéticos. Esta fase apesar de não ter simetria translacional de longo alcance, teria uma coerência de longo alcance na fase do parâmetro de ordem. Fisher chama esta fase de vidro de vórtices, em analogia com a de vidro de “spin”. Esta coerência de longo alcance na fase do parâmetro de ordem formaria um padrão estático, ainda que aleatório, nas posições dos vórtices, ditado pela distribuição particular dos centros de aprisionamento na amostra [45]. A principal característica desta fase seria que no limite de baixas densidades de corrente ela teria resistividade linear (ôhmica) nula, tal como a fase Meissner. Fisher [5] considera esta uma fase verdadeiramente supercondutora tal qual a fase Meissner, no sentido literal da palavra supercondutora. Também considera que este seria um verdadeiro estado termodinâmico e não um estado metaestável. A denominação de “vidro” vem de analogia com os vidros de “spin” e não com os vidros convencionais [18].

Com o aumento da temperatura a fase de vidro de vórtices se tornaria instável face às flutuações térmicas e fundiria tal qual a rede de Abrikosov [46]. A fusão da fase de vidro de vórtices seria uma transição de fase contínua (de segunda ordem) em contraste com a fusão da rede de Abrikosov que, a princípio, seria uma transição de fase de

primeira ordem [46]. O líquido de vórtices formado seria caracterizado pela ausência completa de ordenamento, devido à movimentação dos vórtices. A linha de irreversibilidade neste modelo seria a linha de fusão da fase de vidro de vórtices [5].

Nas transições de fase contínuas ocorre um comportamento de escala crítico (critical scaling behaviour). Este comportamento pode ser atribuído à existência de um comprimento característico, ξ_{vg} , que diverge na transição seguindo uma lei de potências com um expoente crítico ν . Portanto, espera-se que ao se aproximar de T_{vg} [47]:

$$\xi_{vg} \approx |T - T_{vg}|^{-\nu} \quad (2.40)$$

Espera-se também uma redução crítica da dinâmica do sistema, com um tempo de relaxação τ divergindo com uma potência z do comprimento de correlação, onde z é chamado de expoente crítico dinâmico [47]:

$$\tau \approx \xi_{vg}^z \approx |T - T_{vg}|^{-z\nu} \quad (2.41)$$

Com base na teoria de grupos de renormalização de fenômenos críticos próximos a transições de fase de segunda ordem, que trata os expoentes críticos como números universais que caracterizam o tipo de transição, embora insensíveis a detalhes microscópicos do sistema, Fisher, Fisher e Huse [46, 47] propõem uma série de leis de escala (scaling laws). Eles predizem, por exemplo, que a resistividade linear (ôhmica) no resfriamento vai a zero, para $T \rightarrow T_{vg}$, na seguinte forma:

$$\rho_l \approx |T - T_{vg}|^{-s} \quad (2.42)$$

onde: $s = \nu(z-1)$. Predizem também que a linha de fusão da fase de vidro de vórtices, na região próxima a T_c , será dada por:

$$T_c - T_{vg} \propto H^{1/2\nu} \quad (2.43)$$

onde T_{vg} é a temperatura de fusão e o expoente crítico tem um valor esperado $\nu \approx 2/3$ [46], ou seja espera-se que a linha de irreversibilidade tenha a forma de uma lei de potências do tipo [45]:

$$H = \alpha \left(1 - \frac{T_{vg}}{T_c} \right)^{4/3} \quad (2.44)$$

onde α é um coeficiente de proporcionalidade.

3 Procedimento Experimental

3.1 Introdução

Na região de campo magnético e temperatura em que um supercondutor tem comportamento magnético irreversível, medidas de magnetização tomadas com histórias termo-magnéticas diferentes, levam a valores de magnetização diferentes. Na região em que o supercondutor tem um comportamento magnético reversível as medidas levam sempre ao mesmo valor de magnetização, independente da história termo-magnética. Portanto, o ponto de união de curvas de magnetização tomadas com histórias termo-magnéticas diferentes define, em princípio, o ponto de irreversibilidade. Existem casos em que histórias termo-magnéticas diferentes tornam-se equivalentes (veja o item 3.5). Neste trabalho obtivemos o ponto de irreversibilidade a partir de curvas M vs. T .

As medidas de magnetização utilizadas neste trabalho foram feitas em um magnetômetro com sensor SQUID (dispositivo supercondutor de interferência quântica) comercial, produzido pela QUANTUM DESIGN. A principal característica deste magnetômetro é a sua alta sensibilidade, entre 10^{-7} e 10^{-8} emu, porém ele apresenta alguns problemas de controle de temperatura e uniformidade do campo magnético que serão discutidos abaixo.

Neste trabalho estudamos em detalhe três amostras de Nb policristalino puro, uma amostra de Nb com oxigênio dissolvido intersticialmente (Nb-O) e uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ texturizada por fusão. O conteúdo de oxigênio na amostra de Nb-O foi inferido a partir de medidas da temperatura crítica e difração de raios-x. Utilizamos também de medidas de difração de raios-x para orientar a amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$

texturizada por fusão. A temperatura crítica das amostras foi medida com um susceptômetro *ac* que construímos.

3.2 Medidas de Magnetização

3.2.1 Equipamento

O magnetômetro com sensor SQUID (dispositivo supercondutor de interferência quântica) utilizado foi o modelo MPMS-5 (5.5 T), produzido pela companhia QUANTUM DESIGN. Ele é equipado com um magneto supercondutor, figura (3.1), capaz de produzir campos no intervalo de -55 a 55 kOe e com um sistema para o controle de temperatura no intervalo de 1.9 a 400 K. Na figura (3.1) temos um diagrama do equipamento, mostrando o magnetômetro juntamente com a unidade de controle. Todas as suas funções são programáveis via computador, por meio de “software” fornecido junto com o equipamento.

O sistema de detecção do magnetômetro-SQUID [48] consiste de um conjunto de bobinas de coleta (pick-up coils) que estão acopladas ao circuito sensor por meio de um transformador de fluxo. O circuito sensor é composto de um laço contendo uma junção Josephson que é acoplado a uma fonte de VHF, às bobinas de coleta e a um amplificador especial. As bobinas de coleta são enroladas em uma configuração de segunda derivada, figura (3.2), para minimizar a influência de fontes de campo magnético próximas, o que permite ao sistema funcionar sem blindagem para campos magnéticos externos. O movimento da amostra no interior das bobinas coletoras produz uma variação de fluxo magnético nestas, gerando um sinal de voltagem proporcional ao momento magnético da amostra. Este sinal é detectado pelo circuito sensor, produzindo uma voltagem proporcional ao momento magnético da amostra na saída do amplificador.

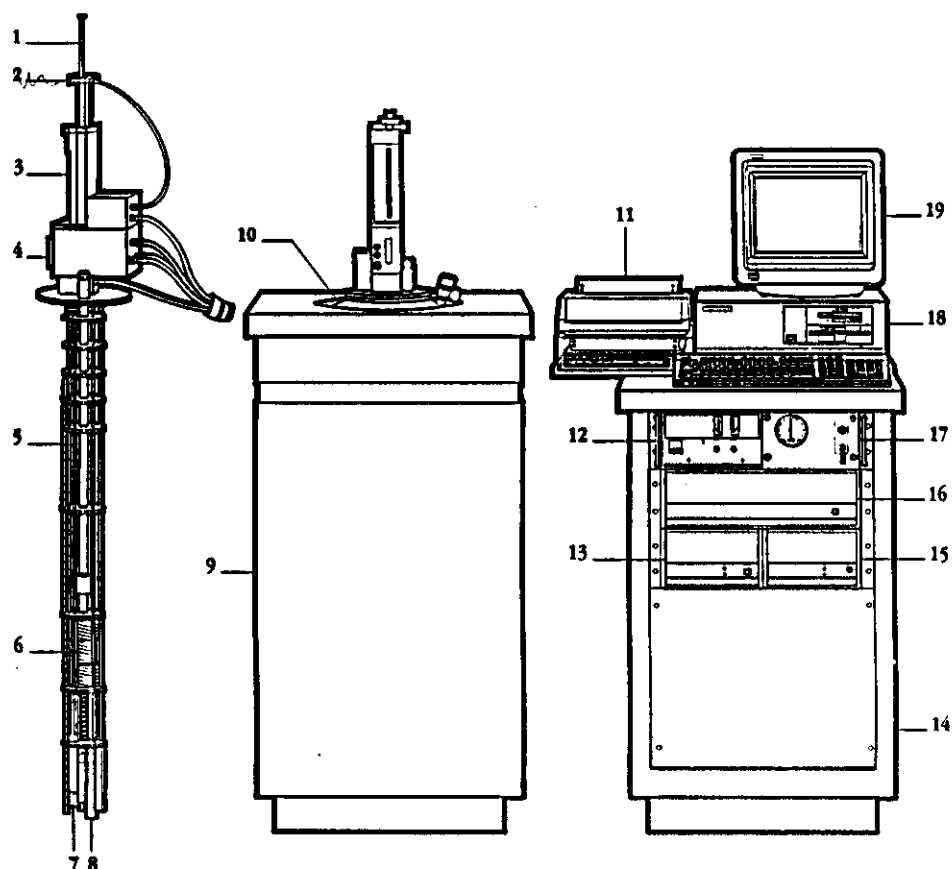


Figura (3.1) Diagrama do magnetômetro-SQUID mostrando os diversos componentes. 1)Suporte de amostra, 2)Mecanismo para girar a amostra, 3)Mecanismo para o transporte da amostra, 4)Visor, 5)Sensor de nível do He, 6)Magneto supercondutor, 7)Impedância de fluxo (para controle de temperatura), 8)Capsula do sensor SQUID, 9)Gabinete do Dewar, 10)Dewar, 11)Impressora, 12)Fonte do magneto, 13)Controlador de temperatura, 14)Gabinete, 15)Unidade de controle geral de potência, 17)Unidade de controle do fluxo de gás, 18)Computador, 19)Monitor. (extraído da ref. [48])

O processo de medida usualmente empregado neste magnetômetro é o seguinte: a amostra é posicionada abaixo das bobinas coletoras (no limite mínimo de movimento) e a tensão na saída do amplificador é lida enquanto a amostra é puxada até acima do topo das bobinas coletoras (no limite máximo de movimento). Este procedimento, mostrado na figura (3.2), é denominado de varredura (scan). O numero de pontos coletados (em função da posição da amostra), durante o transporte da amostra e a distância total percorrida pela amostra durante a varredura (scan length) são ditados pelo usuário (as distâncias entre o limite mínimo e máximo de movimentação e o centro da bobina coletora devem ser simétricas). Como o processo de leitura é muito rápido (~5 ms) pode-se tomar a média de varias leituras da tensão de saída em cada posição da amostra, aumentando assim a resolução da medida. O resultado de uma varredura é mostrado na figura (3.2). O

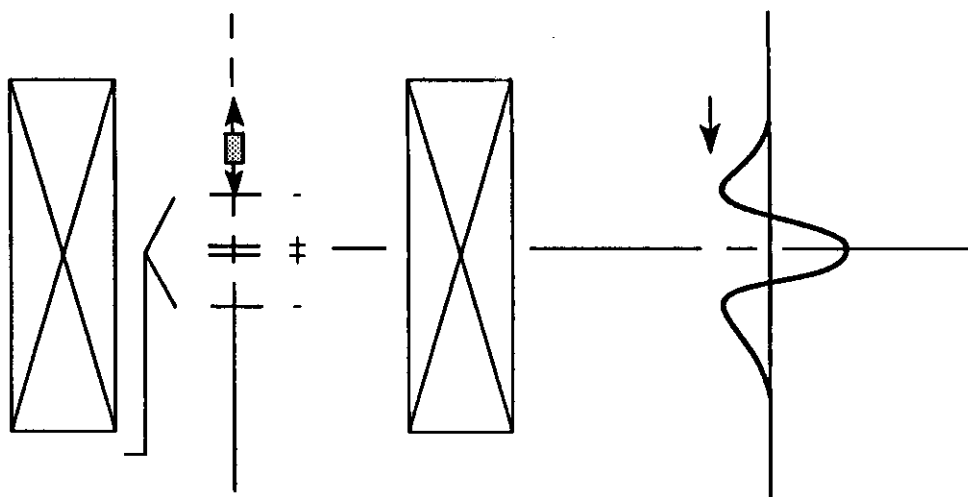


Figura (3.2) Esquema mostrando a bobina coletora do magnetômetro-SQUID e a movimentação da amostra no seu interior. Ao lado temos uma curva típica de tensão vs. posição da amostra. (extraído da ref. [48])

usuário também pode realizar uma média entre diversas varreduras tomadas em uma mesma temperatura e campo magnético, este procedimento aumenta a precisão da medida.

Os valores de voltagem coletados do modo descrito no parágrafo anterior constituem os dados crus (raw data) obtidos com o magnetômetro-SQUID. Para extrairmos o valor do momento magnético da amostra, precisamos analisá-los e compará-los com a curva de calibração, geralmente obtida da medida de um padrão de Pd, em diferentes campos magnéticos. O programa de aquisição de dados extrai em tempo real o valor do momento magnético da amostra a partir dos dados crus, para isto são oferecidos três métodos ao usuário [48].

O método básico empregado para obter o momento magnético é o de calcular a raiz quadrada da soma dos quadrados dos valores de voltagem vs. posição e normalizar o resultado com o número de pontos e os fatores de calibração anteriormente obtidos. Este processo, denominado de método de varredura completa (full scan method), minimiza os erros devido a variações no volume da amostra. A aplicação deste procedimento diretamente aos dados crus maximiza o ruído da medida, uma vez que a soma dos quadrados enfatiza os picos de ruído presentes nos dados, sendo eficaz apenas quando a relação sinal ruído é elevada. Para minimizar o ruído dois outros métodos para o cálculo

do momento magnético são oferecidos, a regressão linear e a regressão interativa. Ambos resolvem este problema ajustando aos dados de voltagem vs. posição uma curva teórica do sinal esperado, figura (3.2), e usam o melhor ajuste para calcular os valores do momento magnético pelo método da varredura completa. A regressão interativa é a mais eficiente na minimização do ruído e a linear é mais eficiente para tratar com sinais em que a amostra não está corretamente centrada [48].

O melhor desempenho do magnetômetro-SQUID é obtido a partir do balanço conveniente entre os diferentes parâmetros envolvidos. O fabricante recomenda, para maximizar o desempenho, usar de 15 a 20 leituras por ponto, 32 pontos por varredura e um comprimento de varredura de 4 a 6 cm. Após uma série de testes, com as diferentes amostras utilizadas neste trabalho, optamos por seguir a recomendação do fabricante no que diz respeito ao número de leituras por ponto e número de pontos por varredura. Porém, optamos por um comprimento de varredura (scan length) de 3.0 cm, devido à pouca uniformidade do campo magnético gerado pelo magneto supercondutor (ver próxima seção). Optamos também por utilizar uma média de 2 varreduras e pela regressão interativa como método de análise. Esta opção foi um bom compromisso entre o tempo (cada uma destas varreduras toma em média 15 s) e a precisão da medida. Tipicamente o desvio padrão desta média foi de 2 a 3 ordens de grandeza menor que o valor do momento magnético medido.

Considerando-se o conjunto de parâmetros que escolhemos para este trabalho, cada valor de momento magnético obtido representa na verdade a média de aproximadamente 1200 leituras diferentes, tomadas na mesma condição, o que nos garantiu uma alta reprodutibilidade dos dados.

Todos os métodos de análise da curva de voltagem vs. posição da amostra, partem do princípio de que a amostra pode ser vista como um dipolo magnético (fonte puntual) e de que a varredura é simétrica em relação ao centro das bobinas (o método de regressão linear corrige pequenos desvios de simetria). O fabricante [48] considera que, para a geometria das bobinas coletoras do equipamento, amostras com tamanho comparável ao da amostra padrão (cilindro circular reto de 3.0 mm diâmetro por 3.0 mm de altura) podem ser consideradas uma fonte puntual com uma acuracidade de 0.1%. Todas as amostras utilizadas neste trabalho têm dimensões menores que esta.

Para garantir que a varredura fosse simétrica em relação ao centro das bobinas, as amostras foram centradas toda vez em que foram inseridas no equipamento. O procedimento utilizado para centrar a amostra é o seguinte: inserimos a amostra no equipamento e a resfriamos abaixo de sua temperatura crítica, aplicamos um campo de ~ 100 Oe e a seguir realizamos uma varredura obtendo a curva de voltagem vs. posição. Em seguida avaliamos o quanto a amostra está deslocada do centro e a movemos, repetindo este procedimento até a amostra ficar posicionada corretamente. Este procedimento nos permitiu centrar as amostras com um desvio máximo de ± 0.3 mm ($\pm 1\%$ do comprimento de varredura), figura (3.3). O posicionamento preciso da amostra é necessário para utilizarmos o método de regressão interativa.

Quando são medidos pequenos valores de momento magnético, o suporte de amostra pode tornar-se uma fonte importante de erros. O suporte de amostra além de ter uma susceptibilidade magnética baixa, deve ser homogêneo e simétrico em relação ao centro da amostra, para evitar distorções na curva de voltagem vs. posição e conseqüentemente erros no cálculo do momento magnético da amostra. Devido à simetria do conjunto de bobinas coletoras, qualquer haste homogênea e suficientemente longa ($L \geq 10$ cm), que atravesse todo o conjunto de bobinas coletoras, aparentará um momento magnético nulo para este equipamento. Os suportes que utilizamos neste trabalho foram todos baseados nesta característica do equipamento. As amostras foram montadas no centro de tubos de PVC de parede fina (canudos de refresco) de ~ 20 cm. As amostras de supercondutores convencionais eram sustentadas no centro do tubo por pedaços de tubo colados com graxa de silicone (graxa de vácuo), colocados simetricamente em relação à amostra, figura (3.4a). No caso da amostra YMT, devido à necessidade de orientá-la, fomos obrigados a usar um suporte que não era perfeitamente simétrico, figura (3.4b). Entretanto, minimizamos o problema devido ao momento magnético do suporte fazendo a peça de sustentação em teflon (fracamente diamagnético) com o menor volume que foi possível. A peça de teflon foi usinada e em seguida atacada com uma solução de HCl, para evitar problemas devido à contaminação da peça por partículas ferromagnéticas (resíduos).

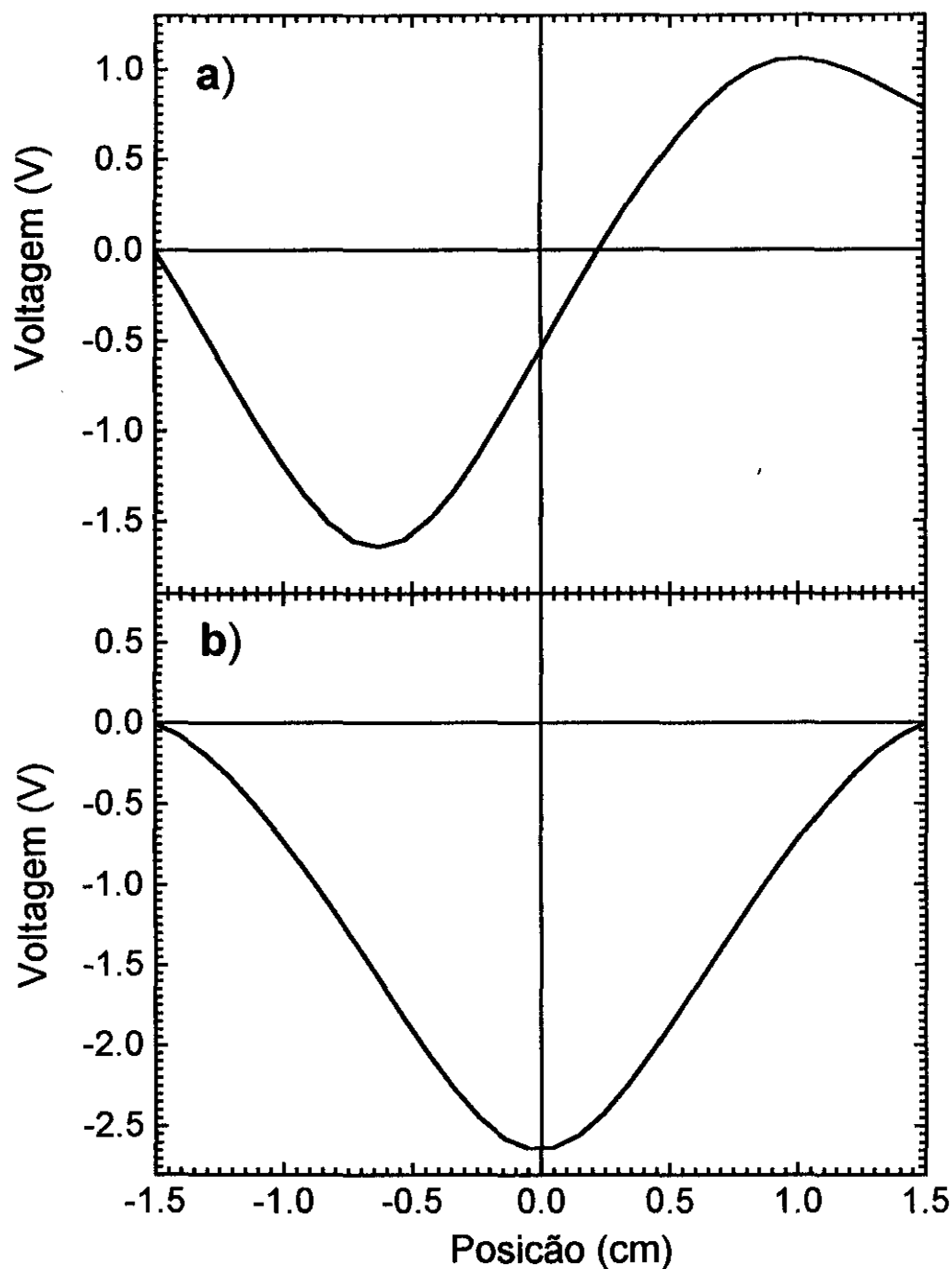


Figura (3.3) Curvas de tensão vs. posição típicas mostrando o procedimento para centrar a amostra. a) Curva de tensão vs. posição mostrando a amostra ~ 6.5 mm fora do centro das bobinas coletoras. b) Curva de tensão vs. posição da amostra corretamente centrada.

3.2.2 Limitações do equipamento

3.2.2.1 Campo Magnético

Os supercondutores do tipo II usualmente têm um comportamento fortemente histerético em relação ao campo magnético, ou seja, o valor do momento magnético de

uma amostra supercondutora sujeita a um determinado campo magnético depende da sua história termo-magnética. No processo de medida do momento magnético no magnetômetro-SQUID a amostra tem que percorrer uma distância (comprimento de varredura) razoavelmente grande (entre 2 a 6 cm) no interior do magneto. Isto exige que o magneto produza um campo magnético bastante uniforme para evitar interferências com a história termo-magnética da amostra e conseqüentemente erros sistemáticos na medida [49].

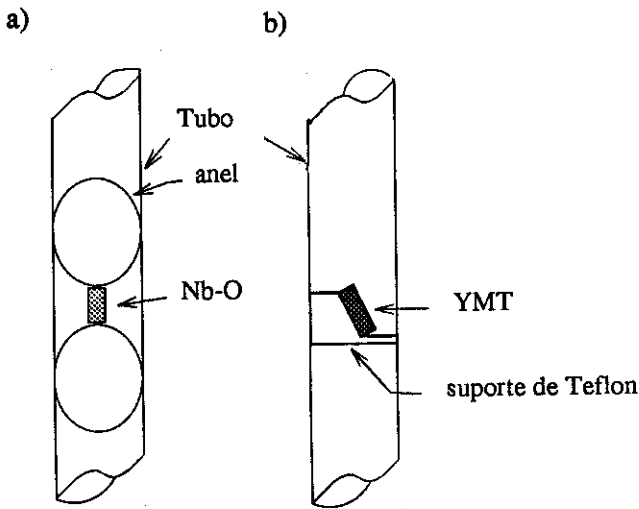


Figura (3.4) Alguns dos suportes de amostra utilizados para as medidas no magnetômetro-SQUID. a) Suporte da amostra Nb-O, similar aos utilizados com as amostras Nb-2 e Nb-3. b) Suporte da amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ (amostra YMT)

A figura (3.5) mostra o perfil do campo magnético para o magneto de 55 kOe com o qual o magnetômetro é equipado [48]. A variação total do campo magnético durante a varredura vai de 0.005%, quando utilizamos um comprimento de varredura de 2.0 cm, para 0.2%, quando utilizamos um comprimento de varredura de 4.0 cm. Para minimizar a influência da não uniformidade do campo na história termo-magnética da amostra o ideal seria utilizarmos um comprimento de varredura de 2.0 cm, porém o erro no cálculo do momento magnético aumenta muito quando utilizamos comprimentos de varredura muito pequenos. Optamos por utilizar um comprimento de varredura de 3.0 cm, o que leva a uma variação total no campo magnético de $\sim 0.05\%$ durante a varredura.

Os magnetos supercondutores são confeccionados com fios de supercondutores do tipo II, portanto eles sempre vão apresentar um campo magnético remanente após serem descarregados, isto constitui-se em um problema sério quando desejamos trabalhar

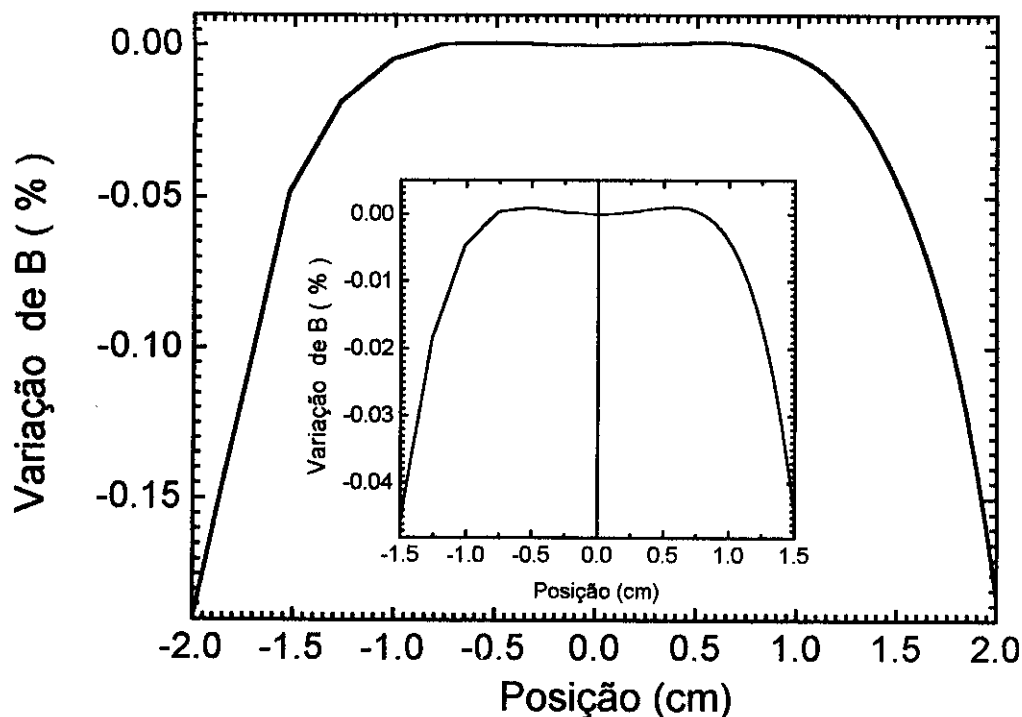


Figura (3.5) Variação do campo magnético em função da posição no magneto de 55 kOe do magnetômetro-SQUID. Na inserção temos uma ampliação mostrando a variação do campo magnético durante uma varredura de 3.0 cm. (dados extraídos da ref. [48])

com campos magnéticos pequenos. Uma maneira de eliminarmos totalmente o campo magnético remanente é aquecer o magneto acima da sua temperatura crítica, logo após este ser descarregado. Esta operação no entanto é muito custosa e não é possível adotá-la no trabalho rotineiro. Um procedimento que minimiza o campo magnético remanente é o de decrescer o campo no modo "oscilante", de maneira que o magneto atinge o valor de campo magnético final através de uma série de oscilações com amplitude decrescente. Quando o magneto é descarregado a partir de campos elevados, no modo usual, o campo remanente é da ordem de 50 G. Porém, quando descarregado no modo "oscilante", o campo remanente é de 2 a 6 G [48]. Para manter o campo remanente constante ao longo de cada série de medidas de M vs. T adotamos como procedimento padrão, carregar o magneto com 10 kOe e descarregá-lo em seguida no modo "oscilante" até 0 Oe, com a amostra ainda no estado normal, antes de iniciarmos cada medida.

O campo remanente do magneto também não é uniforme, figura (3.6), e isto pode causar erros sistemáticos [49], tais como o aparecimento de momentos "paramagnéticos" [50]. Para evitar este problema colocávamos a amostra no centro do magneto (centro das bobinas coletoras) sempre que resfriávamos a amostra abaixo da transição supercondutora

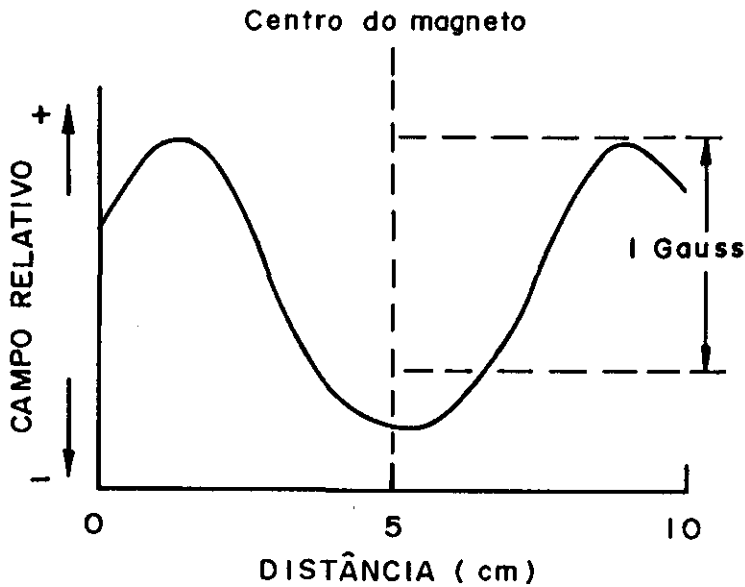


Figura (3.6) Perfil do campo remanente no magneto supercondutor de 55 kOe de um magnetômetro-SQUID do mesmo modelo que utilizamos. (extraído da ref. [49])

sem coletar dados, principalmente quando resfriávamos a amostra sem campo magnético aplicado (zfc).

Outra característica comum a todos os magnetos supercondutores é que logo após o magneto ser carregado com um determinado campo magnético e colocado no modo persistente, o campo decai devido ao “flux creep” ativado termicamente, produzindo uma pequena variação temporal logarítmica no campo magnético aplicado. No caso do presente trabalho esta variação não teve nenhuma consequência importante, porque a maioria das medidas foram de M vs. T com um campo magnético constante e com duração curta, em média de 4 horas.

3.2.2.2 Controle de Temperatura

O comportamento histerético dos supercondutores do tipo II revela-se também quando este é sujeito a variações de temperatura, uma vez que as propriedades supercondutoras e a força de aprisionamento dos fluxóides (pinning force) variam com a temperatura. Portanto, o comportamento de um supercondutor do tipo II em função da temperatura depende de sua história termo-magnética. Nas medidas de M vs. T o modo com que se varia a temperatura entre dois valores determinados é tão importante quanto o próprio controle de temperatura.

O sistema de controle de temperatura do magnetômetro-SQUID foi utilizado no presente trabalho com os ajustes originais do fabricante e não apresentou nenhum problema quanto ao controle de temperatura propriamente dito. A estabilidade da temperatura durante a medida do momento magnético da amostra é muito boa, apresentando uma variação de no máximo 0.01 K. Porém, ao variar a temperatura entre dois valores distintos o sistema de controle de temperatura submete a amostra a um ciclo térmico que em alguns casos pode comprometer a medida. O ciclo térmico ocorre porque o controlador antes de atingir a temperatura alvo leva a amostra a temperaturas acima desta (“overshoot”) ou abaixo desta (“undershoot”). A extensão do “overshoot” ou “undershoot” depende da variação de temperatura requisitada ao sistema, sendo que variações de temperatura acima de 10 K levam a “overshoot” ou “undershoot” da ordem de 1 Kelvin. Um resfriamento muito rápido, a partir de temperaturas da ordem de 100K, para temperaturas da ordem de 10K, pode resultar em um “undershoot” da ordem de 5 K. O aquecimento a partir de temperaturas abaixo de 4.2 K para temperaturas acima, ou da ordem, de 4.5 K geralmente leva a um “overshoot” de até 6 K, isto ocorre porque o sistema tem que evaporar o LHe coletado em uma antecâmara.

Este sistema de controle de temperatura tem seu melhor desempenho em baixas temperaturas. Na faixa de 2.0 a 4.2 K não ocorre praticamente nenhum ciclo térmico quando se varia a temperatura da amostra. No intervalo 4.5 a 10 K, que foi o intervalo utilizado nas medidas das amostras Nb e Nb-O, ocorre durante o aquecimento da amostra um pico de temperatura acima da temperatura alvo (overshoot) de ~ 0.1 K quando se varia a temperatura em passos de 0.1 K, figura (3.7a). No resfriamento ocorre uma queda da temperatura abaixo da temperatura alvo (undershoot) da ordem de 0.05 K para passos de 0.1 K, figura (3.7b). Estas variações de temperatura podem ser consideradas como sendo um limite superior. Provavelmente a variação de temperatura na amostra é menor que as mencionadas, principalmente o “overshoot” no aquecimento que tem duração muito curta, porque estas variações foram medidas utilizando os sensores de temperatura do próprio equipamento. O posicionamento destes sensores de temperatura próximos ao aquecedor e do fluxo de LHe, juntamente com a inércia térmica da câmara de temperatura controlada, faz com que as variações de temperatura nesta câmara sejam mais lentas do que as variações registradas pelos sensores.

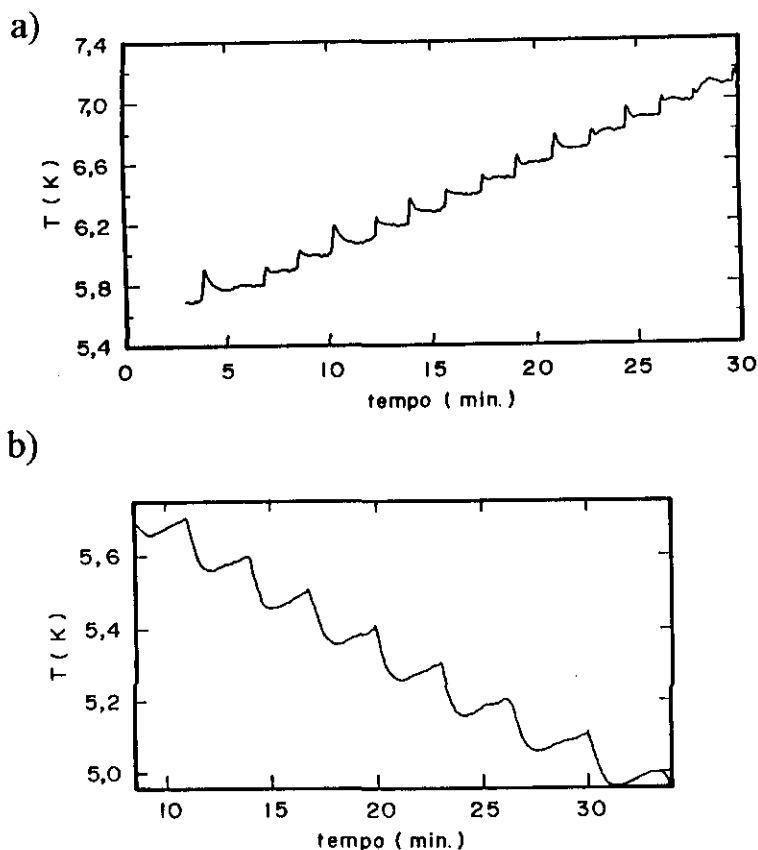


Figura (3.7) Comportamento típico da temperatura em função do tempo no magnetômetro-SQUID em baixas temperaturas (intervalo de 5-10 K), quando a temperatura é variada em passos de 0.1 K: a)aquecimento e b)resfriamento.

Em temperaturas elevadas, no intervalo entre 70 a 100 K, que foi o utilizado nas medidas da amostra YBCO, o controlador tem um desempenho bastante inferior ao desempenho em baixas temperaturas. No aquecimento da amostra apesar de praticamente não haver “overshoot” quando o passo de variação da temperatura é de 0.4 K, a temperatura faz um ciclo de ~ 0.3 K, figura (3.8a). Como no caso anterior a variação de temperatura foi medida com os sensores de temperatura do equipamento e provavelmente a variação de temperatura na amostra é menor do que isto. No resfriamento o problema é muito mais grave pois a temperatura tem um “undershoot” de ~ 1.4 K e um overshoot de ~ 0.7 K, o que resulta em um ciclo térmico de aproximadamente 2.1 K, figura (3.8b). As medidas realizadas resfriando-se a amostra realmente indicam que esta sofre um ciclo térmico.

3.3 Medidas de Susceptibilidade Magnética AC

A susceptibilidade magnética estática, ou DC, é definida como a razão entre a magnetização e o campo magnético aplicado na amostra, $\chi_{dc} = M/H$, e pode ser calculada facilmente a partir de medidas de magnetização obtidas em magnetômetros tais como o SQUID, VSM (vibrating sample magnetometer) ou a balança de Faraday. A susceptibilidade magnética complexa ou AC, χ_{ac} , é uma quantidade determinada

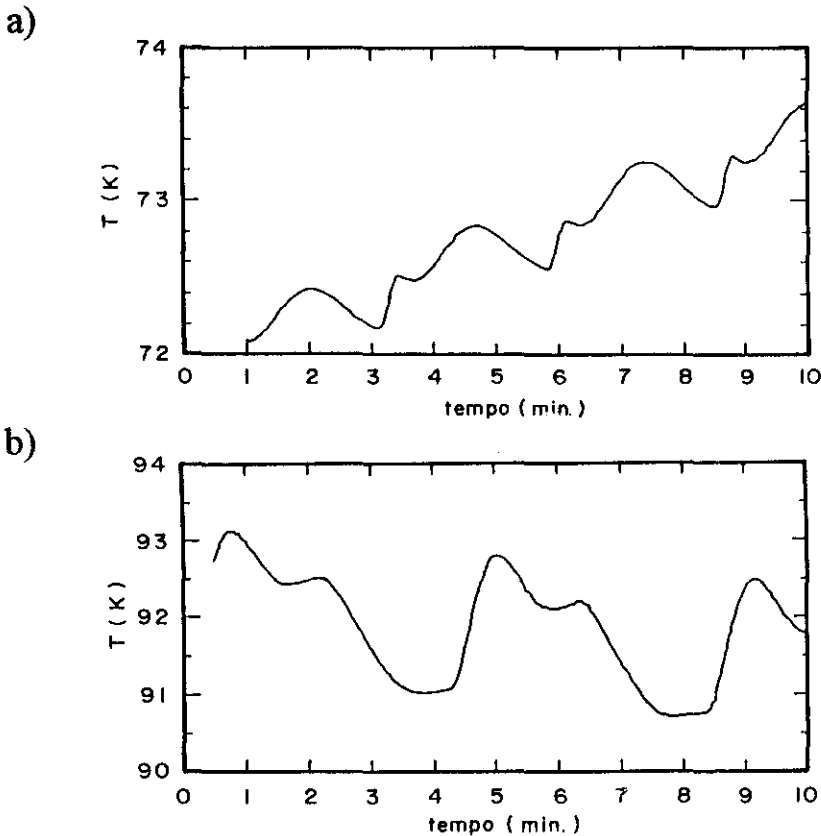


Figura (3.8) Comportamento típico da temperatura em função do tempo no magnetômetro-SQUID em altas temperaturas (intervalo de 70-100 K), quando a temperatura é variada em passos de 0.4 K: a)aquecimento e b)resfriamento. Pode-se observar que o tempo de estabilização da temperatura é muito maior no resfriamento.

experimentalmente com o auxílio de um campo magnético oscilante (geralmente sinusoidal e de pequena amplitude) sobreposto a um campo magnético contínuo:

$$H = H_0 + h_{ac} \cos(\omega t) \quad (3.1)$$

onde: H_0 é o campo magnético contínuo, h_{ac} é a amplitude do campo oscilante e $\omega = 2\pi f$ é a frequência angular do campo oscilante. A susceptibilidade AC é uma quantidade

complexa $\chi_{ac} = \chi' - i\chi''$, com uma parte real (χ') e uma imaginária (χ'') relacionada com a dissipação de energia pela amostra. No caso de materiais com susceptibilidade magnética reversível (não hysteréticos), χ' é igual a susceptibilidade magnética diferencial, $\chi_{df} = dM/dH$.

Durante a medida de χ_{ac} a amostra é submetida ao campo oscilante e portanto a magnetização de uma amostra hysterética passa por um pequeno laço de histerese. A magnetização da amostra durante o laço de histerese não será necessariamente sinusoidal e poderão surgir harmônicos de ordem superior [29]. Os harmônicos de ordem superior da parte real χ'_n e imaginária χ''_n de χ_{ac} são definidos pela transformada de Fourier da magnetização $M(t)$ [51]:

$$\chi'_n = \frac{1}{2\pi h_{ac}} \int_0^{2\pi} M(t) \cos(n\omega t) d(\omega t) \quad (3.2)$$

$$\chi''_n = \frac{1}{2\pi h_{ac}} \int_0^{2\pi} M(t) \sin(n\omega t) d(\omega t) \quad (3.3)$$

onde os harmônicos de primeira ordem ($n=1$) são χ' e χ'' .

Para realizar as medidas de susceptibilidade magnética AC (χ_{ac}) construímos um suceptômetro AC de indutância mútua com 3 bobinas coaxiais. Este tipo de sistema é o mais sensível em baixas frequências (audio-frequências), enquanto sistemas de auto indutância (1 bobina) somente têm uma boa sensibilidade na faixa de radio-frequências [52]. O conjunto de bobinas deste suceptômetro, figura (3.9), consiste de uma bobina primária longa com 96 mm de comprimento, diâmetro interno de 10 mm e ~1380 espiras de fio de cobre, calibre 36 AWG, que provê um campo magnético AC uniforme, e de 2 bobinas secundárias com 7 mm de comprimento, diâmetro interno de 3.4 mm e 1730 espiras de fio de cobre, calibre 40 AWG, aproximadamente idênticas e separadas por um tubo de cobre com 15 mm de comprimento. As bobinas secundárias foram confeccionadas com diâmetro interno pequeno e sem carretel para maximizar o fator de preenchimento (elas foram resinadas antes da montagem, para que tivessem uma boa resistência mecânica). O tubo de cobre tem por objetivo equalizar as temperaturas da amostra e das

bobinas e servir de âncora térmica para o termômetro, um "carbon glass", não encapsulado, que foi colado com verniz no centro do tubo. O conjunto de bobinas foi montado na ponta de prova de um criostato, figura (3.10), com controle de temperatura de 2 a 200 K e equipado com um magneto convencional capaz de aplicar campos magnéticos contínuos (DC) de -5 a 5 kOe.

A bobina primária do susceptômetro está ligada à saída do oscilador interno do "lock-in" e as bobinas secundárias, enroladas no mesmo sentido, estão ligadas em paralelo à entrada diferencial do mesmo "lock-in", de modo que, quando o susceptômetro está sem amostra existe apenas um pequeno sinal devido às bobinas não serem perfeitamente idênticas (descompensação). A medida é realizada colocando-se a amostra no interior de

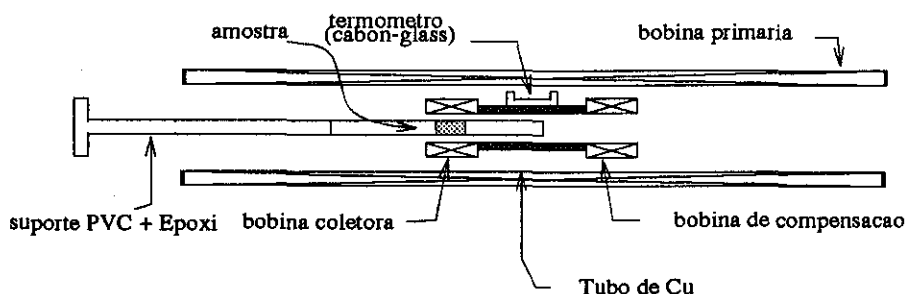


Figura (3.9) Conjunto de bobinas do susceptômetro AC com uma amostra típica inserida.

uma das bobinas. Este sistema permite medir a parte real e imaginária de χ_{ac} .

As medidas χ_{ac} apresentadas neste capítulo foram todas realizadas com uma frequência de 10 Hz, $h_{ac} \approx 0.1$ Oe e sem a aplicação de campo magnético contínuo ($H_0 = 0$ Oe). A possibilidade de aplicarmos um campo magnético contínuo foi explorada em trabalhos anteriores, onde analisamos a similaridade entre as transições entre o estado normal e o supercondutor para o pó de Nb-O ($T_c \approx 7.7$ K) e cilindros de YBCO policristalino sinterizado [53]. Também analisamos a possibilidade de um comportamento universal, associado com a nucleação de supercondutividade superficial, comparando

resultados obtidos com pós de Nb, de YBCO e um cilindro de YBCO policristalino sinterizado [54].

O principal problema do susceptômetro descrito aqui é que a temperatura das bobinas varia quando variamos a temperatura da amostra causando variações na amplitude do campo magnético AC e no ângulo de fase do sinal de descompensação. O tubo de cobre usado para equalizar a temperatura das bobinas e da amostra também é uma fonte de problemas devido às correntes de Foucault induzidas nele. Isto impõe uma limitação na faixa de frequências ($f < 500$ Hz) em que podemos utilizar o susceptômetro. Para resolver

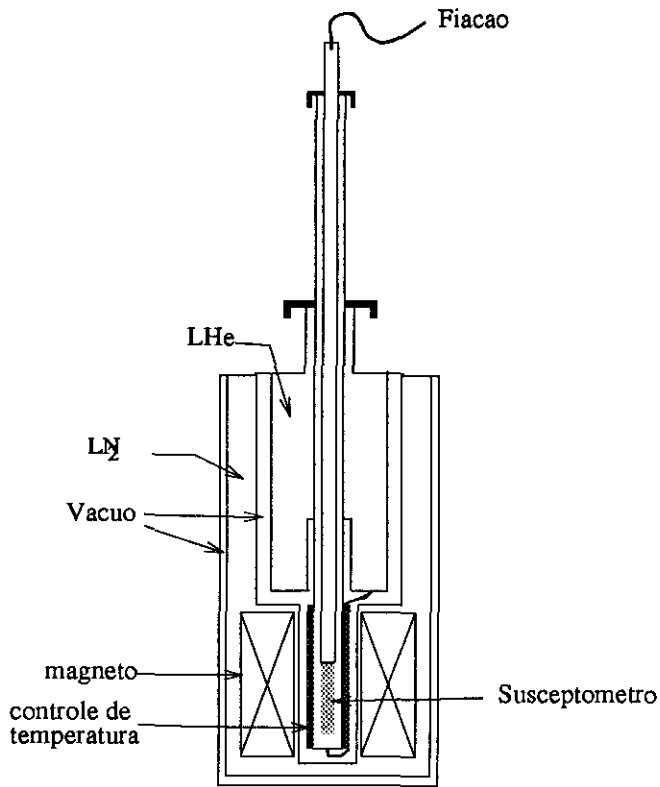


Figura (3.10) Esquema do criostato onde o susceptômetro AC é utilizado. O magneto é refrigerado com LN₂.

estes problemas projetamos outro susceptômetro que se encontra em fase final de testes e está sendo utilizado por outros membros do laboratório.

3.4 Caracterização das Amostras Utilizadas

3.4.1 Nb Policristalino

Foram estudadas neste trabalho 3 amostras de Nb puro, obtidas a partir de um mesmo lote de esferas de Nb (diâmetro médio de 0.4 mm) de alta pureza (99.9%), preparadas por um processo de centrifugação em alto vácuo que lhes confere o formato esférico, com superfície homogênea e brilhante. A amostra Nb-1 é formada por um conjunto de esferas, com massa total de 87 mg, montadas em um suporte de PVC cilíndrico com altura de 3.0 mm e diâmetro de 2.8 mm. A Nb-2 constitui-se de apenas uma esfera de Nb com diâmetro de 0.62 mm e massa de 0.86 mg. A Nb-3 constitui-se de uma esfera similar à Nb-2 com 0.46 mm de diâmetro e massa de 0.27 mg e com o brilho da superfície removido com lixa de 600 mesh (riscos $\leq 20 \mu\text{m}$). Este lixamento da superfície foi realizado por meio de um procedimento bastante cuidadoso, não havendo variação significativa do diâmetro e da massa da esfera. A temperatura crítica, T_c , destas amostras de Nb é de 9.13 K. Na figura (3.11) temos a curva de χ' vs. T, tomada com campo de 0 Oe, para a amostra Nb-1 mostrando sua transição.

Em materiais como o Nb a presença de impurezas, ainda que em pequenas quantidades, e tensões estruturais internas, advindas do processo de fabricação, podem alterar fortemente as características supercondutoras do material, como por exemplo o parâmetro de Ginzburg Landau, κ , o campo crítico superior, H_{c2} , e a própria temperatura crítica, T_c [55, 56, 57]. Para analisar a origem da linha de irreversibilidade, a partir dos

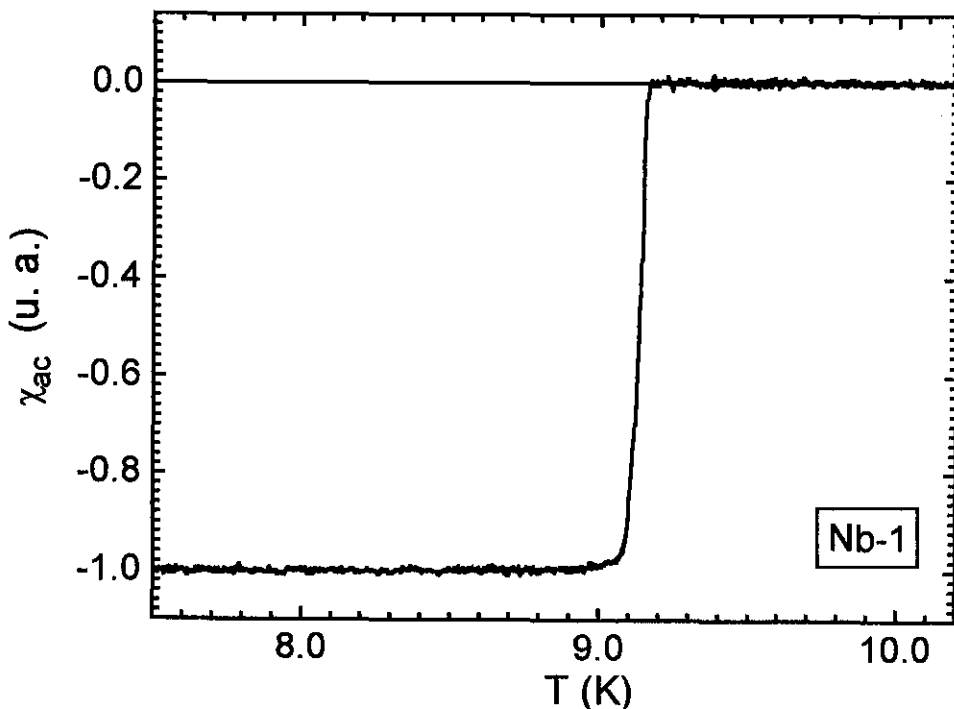


Figura (3.11) Curva de χ' vs. T da amostra Nb-1, tomada em uma frequência de 10 Hz e $h_{ac}=0.1$ Oe, na qual é indicada sua $T_c = 9.13$ K ($\Delta T_c = 0.06$ K).

modelos de fusão e “depinning” da rede de vórtices, necessitamos conhecer o κ e o $H_{c2}(T)$ do material.

Em supercondutores do tipo II temos da teoria de Ginzburg Landau [22] a seguinte relação entre κ e H_{c2} :

$$H_{c2}(T) = \sqrt{2}\kappa H_c(T) \quad (3.4)$$

onde: $\kappa = \lambda/\xi$ é o parâmetro de Ginzburg-Landau, $H_{c2}(T)$ o campo crítico superior e $H_c(T)$ o campo crítico termodinâmico, o qual está relacionado com a magnetização por [22]:

$$H_c(T) = [2 \int_0^{H_{c2}} (-4\pi M) dH]^{1/2} \quad (3.5)$$

onde M é a magnetização tomada a uma temperatura constante. Portanto, podemos obter o κ de uma amostra a partir da integral das curvas de M vs. H (magnetização vs. campo), a temperatura constante, e do valor de H_{c2} naquela temperatura, utilizando as equações (3.4) e (3.5). A magnetização considerada na equação (3.5) é a de equilíbrio, portanto o uso de curvas M vs. H de uma amostra histerética fornece apenas um valor aproximado para κ .

As curvas de magnetização foram normalizadas diretamente pela inclinação do trecho diamagnético ($4\pi M/H = -1$) para campos bem abaixo de H_{c1} . Este procedimento, além de mais simples, também corrige os efeitos devidos ao fator de desmagnetização da amostra [58]. Na figura (3.12) temos um exemplo deste procedimento para o cálculo de H_c . O valor de H_{c2} utilizado aqui foi o obtido diretamente do trecho reversível da curva M vs. H com a qual se calculou κ . Através deste procedimento encontramos $\kappa \approx 1.5$ (em $T = 7.5$ K) para a amostra Nb-1. Este valor é muito próximo ao obtido por Koch e colaboradores [56] para o Nb puro, $\kappa=1.4$. Este valor de κ , juntamente com o valor da $T_c \approx 9.13$ K confirma a pureza deste material.

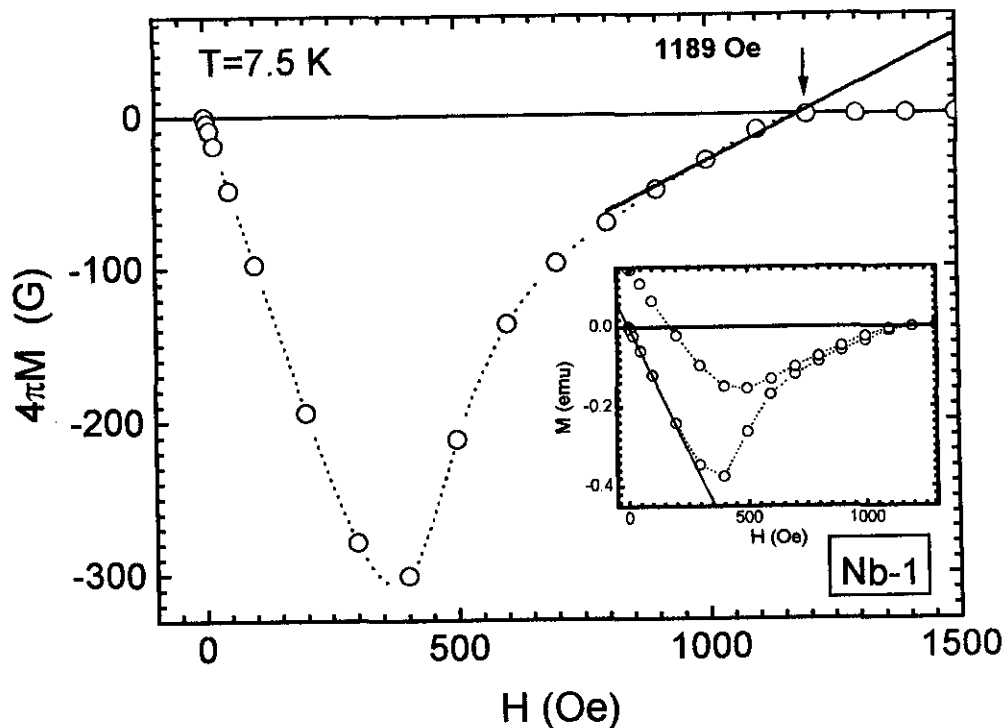


Figura (3.12) Curva de $4\pi M$ vs. H , com a magnetização dada em Gauss, tomada a temperatura constante, $T=7.5$ K, na subida do campo magnético. Esta curva foi integrada e o valor do H_c , $H_c=544$ G, obtido utilizando-se a equação (4.4). O valor de H_{c2} , $H_{c2}=1189$ Oe, também é indicado nesta curva. Na inserção temos a curva original (subida e descida), com a M dada em “emu”. A reta contínua é o ajuste dos primeiros pontos da curva de magnetização e mostra inclinação do trecho diamagnético, H_{c1} , utilizado na normalização da curva.

3.4.2 Nb-O

A amostra de Nb-O estudada aqui foi preparada a partir de pó de Nb com aproximadamente 1.55 at% de oxigênio dissolvido intersticialmente. Este pó foi prensado, com uma pressão de 1 ton./cm^2 , na forma de um cilindro, com 2.8 mm de diâmetro, 2.4 mm de altura e 87 mg de massa. Ele foi posteriormente embebido com epoxi, em vácuo, para facilitar o manuseio. Esta amostra será referida no texto como amostra Nb-O. A medida da T_c da amostra Nb-O a campo zero, figura (3.13), indica para a amostra uma temperatura crítica de 7.66 K, portanto, em torno de 17% mais baixa que o valor esperado para o Nb puro (9.20 K). O κ desta amostra foi calculado usando o mesmo procedimento descrito anteriormente, obtivemos $\kappa \approx 6.5$ (calculado em $T = 6.0$ K).

O pó de Nb utilizado na confecção da amostra foi preparado pelo método de hidrogenação-desidrogenação, a partir de Nb de alta pureza, 99.99% [59]. A absorção e difusão de oxigênio ocorreu naturalmente após um período de mais de 10 anos em que o material ficou guardado e exposto ao ar. O método de preparação do pó facilitou a

absorção de oxigênio, pois introduz uma grande quantidade de trincas nas partículas do pó que funcionam como canais para a difusão do oxigênio.

A quantidade de oxigênio dissolvida na amostra foi inferida a partir da medida da temperatura crítica e confirmada pela análise do parâmetro de rede cristalográfico do material por difração de Raios-X. O oxigênio dissolvido intersticialmente no Nb diminui a T_c e aumenta o κ , o H_{c2} e o parâmetro de rede cristalográfico do material [55, 56]. Outra possibilidade para a diminuição da T_c do material seria a absorção de nitrogênio do ar ou uma desidrogenação incompleta. Porém, a absorção de nitrogênio ou hidrogênio pelo Nb até o limite de solubilidade destes gases no Nb, levam a uma depressão na temperatura

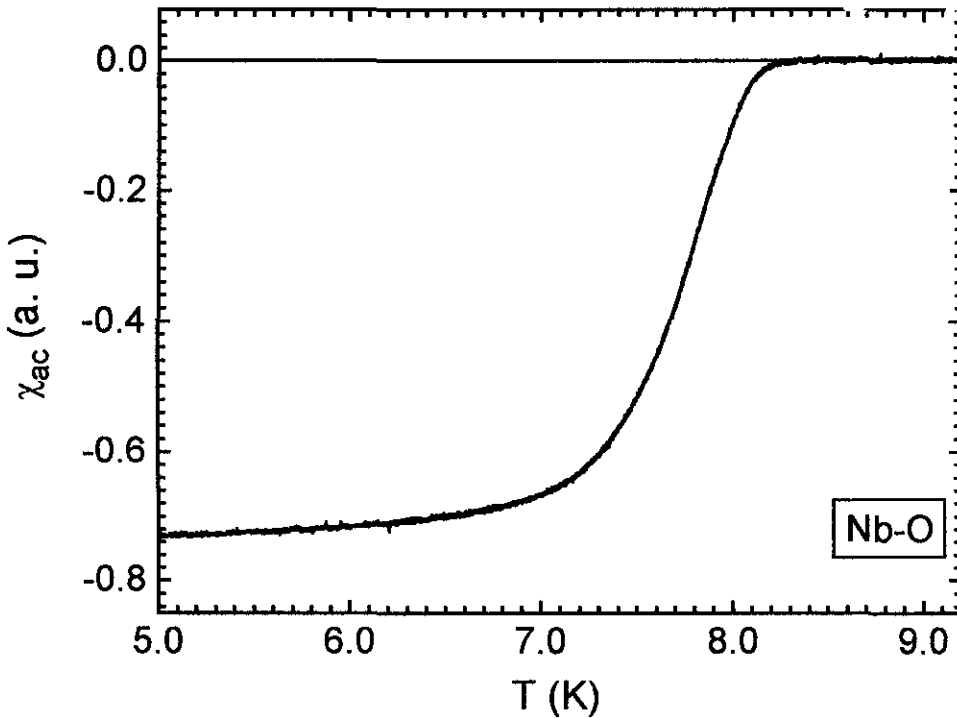


Figura (3.13) Curva de χ' vs. T da amostra Nb-O, tomada em uma frequência de 10 Hz e $h_{ac}=0.1$ Oe, na qual é indicada sua $T_c = 7.66$ K ($\Delta T_c = 0.83$ K).

crítica de no máximo 4% [55]. Como a depressão na T_c foi de 17%, concluímos que o oxigênio foi o principal gás absorvido.

O oxigênio é absorvido pelo Nb formando uma solução sólida intersticial. Esta absorção de oxigênio reduz a T_c quase linearmente [55, 56]. Da interpolação dos dados de Koch e colaboradores [56] para as soluções sólidas de oxigênio em Nb, considerando $T_c=7.66$ K para a amostra Nb-O, obtemos que a amostra contém aproximadamente 1.55 at% de O.

O difratograma de Raios-X do pó de Nb-O, figura (3.14), mostra claramente que a amostra é composta apenas por Nb, com estrutura cúbica de corpo centrado. A relação

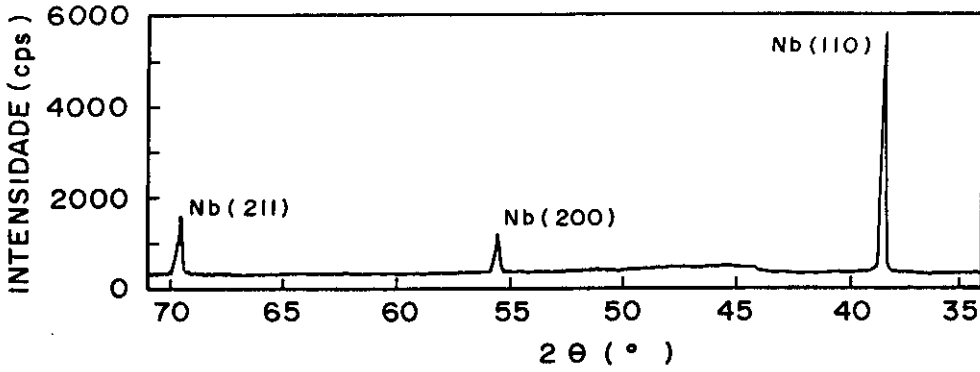


Figura (3.14) Difratoograma θ - 2θ para o pó Nb-O mostrando os principais picos de difração de raios-x.

entre o espaçamento interplanar e o parâmetro de rede para o sistema cúbico [60] é dada por:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a_0^2} \quad (3.6)$$

onde: d é o espaçamento interplanar, $(h k l)$ são os índices de Müller dos planos cristalográficos e a_0 o parâmetro de rede cristalográfico. Da análise dos picos do difratograma, tabela 4.1, obtemos que o parâmetro de rede deste material é $a_0 = 3.309 \pm 0.004 \text{ \AA}$.

Tabela 4.1

(h k l)	2θ	$d (\text{\AA})$	$a_0 (\text{\AA})$
(1 1 0)	$38.47^\circ \pm 0.05^\circ$	2.340 ± 0.003	3.309 ± 0.004
(2 0 0)	$55.53^\circ \pm 0.05^\circ$	1.655 ± 0.002	3.310 ± 0.004
(2 1 1)	$69.58^\circ \pm 0.05^\circ$	1.351 ± 0.001	3.309 ± 0.003

O parâmetro de rede do Nb com alto grau de pureza, contendo 0.02 at% de O, é de 3.3002 \AA e o do Nb com 1.55 at% de O, inferido a partir do valor da T_c , é de aproximadamente 3.307 \AA [56]. Portanto, dentro da margem de erro do experimento, este valor é coerente com o valor que obtivemos.

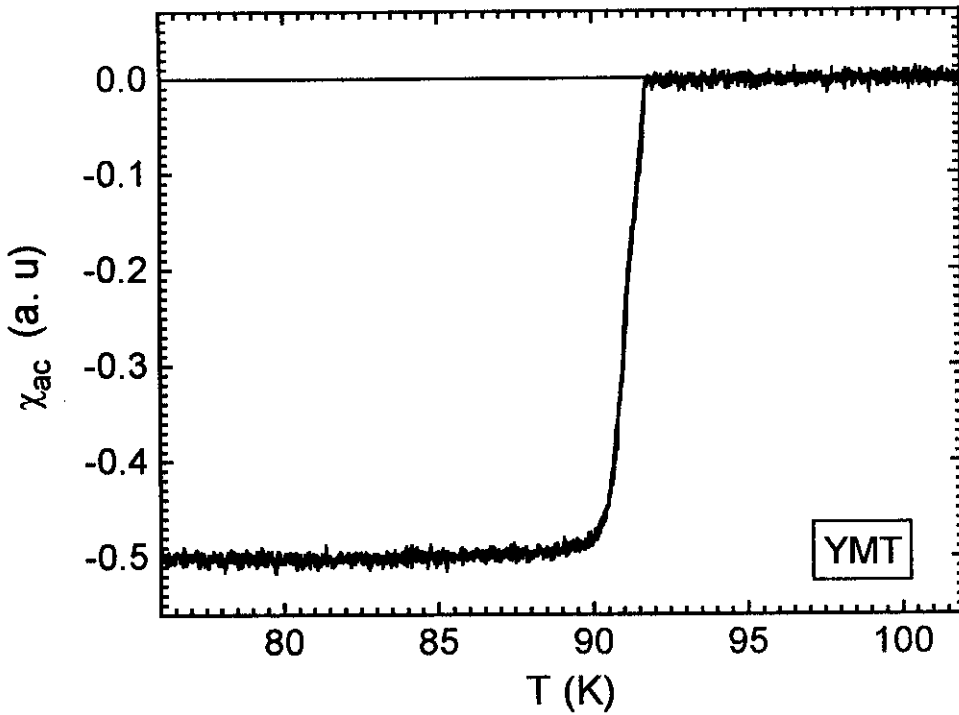


Figura (3.15) Curva de χ' vs. T da amostra YMT, tomada em uma frequência de 10 Hz e $h_{ac}=0.1$ Oe, na qual é indicada sua $T_c = 91.0$ K ($\Delta T_c = 1.18$ K).

3.4.3 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ Texturizado por Fusão

Nas amostras policristalinas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ preparadas pelos processos convencionais [61], os diferentes grãos da amostra estão orientados aleatoriamente entre si. Esta orientação aleatória dos grãos torna difícil a análise das propriedades supercondutoras que dependam da anisotropia. Portanto, o estudo de propriedades supercondutoras que dependam da anisotropia, em amostras policristalinas, só é possível em amostras texturizadas, isto é, amostras cujos diferentes grãos têm o seu eixo c alinhados entre si.

Os resultados apresentados neste trabalho referem-se a uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ policristalina texturizada por fusão (amostra YMT). Esta amostra tem o formato de um paralelepípedo, com aproximadamente $2.7 \times 2.5 \times 1.1$ mm³ e massa de 20 mg. A direção média do eixo c da amostra está inclinada aproximadamente 10° em relação a uma de suas faces, sendo que o eixo c dos diferentes grãos da amostra têm um desvio máximo da direção média de $\sim 2.5^\circ$. A medida da T_c desta amostra a campo zero, figura (3.15), indica para a amostra uma temperatura crítica de 91.0 K.

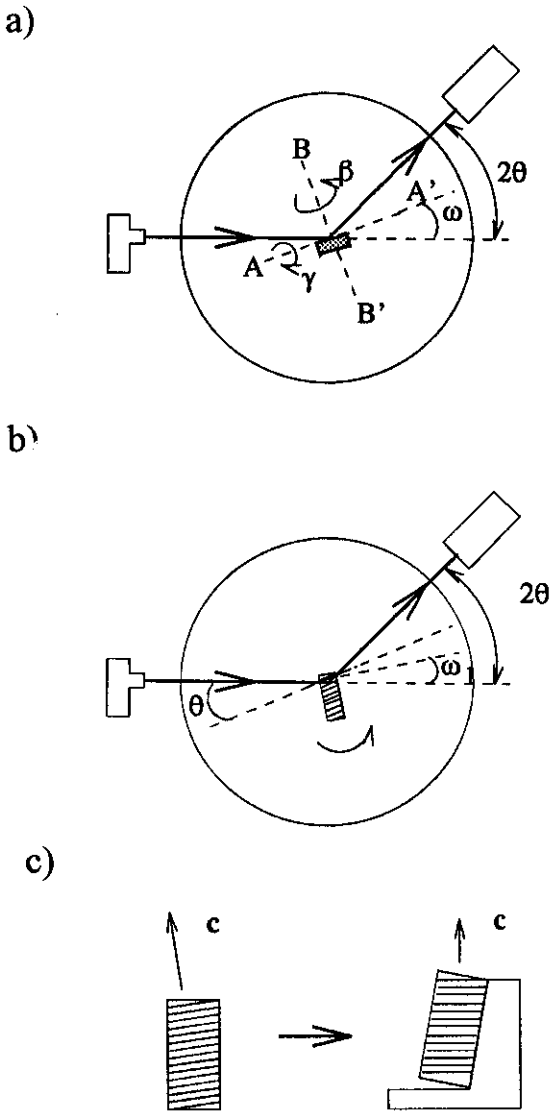


Figura (3.16) a) Esquema do método para orientação de monocristais, o detector é posicionado em um ângulo 2θ e a amostra é girada em relação aos eixos AA' , BB' e o eixo difratômetro até obter-se um máximo na intensidade do feixe difratado. b) Esquema do procedimento utilizado na localização do eixo c da amostra YMT. c) Montagem da amostra YMT, mostrando a posição do eixo c em relação às faces da amostra, as ranhuras representam a posição dos planos ab.

A texturização por fusão parcial dos grãos é obtida do seguinte modo [62, 63]: a) aquece-se o pó estequiométrico de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, previamente compactado, acima da temperatura de transformação peritética ($\sim 1150^\circ\text{C}$) b) resfria-se a amostra rapidamente para 1050°C , c) introduz-se um gradiente de temperatura de $\sim 1^\circ\text{C}/\text{mm}$, d) resfria-se a amostra até a temperatura de $\sim 930^\circ\text{C}$ com uma taxa de $\sim 0.5^\circ\text{C}/\text{h}$, e) resfria-se a amostra até a temperatura ambiente lentamente, seguindo-se o procedimento usual utilizado na preparação de amostras policristalinas. Os grãos das amostras obtidas por este processo

contém maclas, defeitos estruturais, vacâncias de oxigênio e inclusões de fases não supercondutoras [63].

A direção média do eixo c dos grãos da amostra e seu desvio máximo não eram conhecidos com precisão na amostra YMT. Determinamos estas propriedades utilizando uma seqüência de varreduras em ω (ω scans) tomadas em um difratômetro de raios-X Philips, modelo PW 1710.

Um dos métodos usados para determinar a orientação dos eixos cristalográficos de monocristais utilizando um difratômetro de raios-x é esquematizado na figura (3.16a) [60]. Posiciona-se o detetor do difratômetro em um ângulo 2θ , correspondente a uma determinada família de planos cristalográficos para o comprimento de onda da radiação utilizada, varia-se os ângulos ω , β e γ até encontrarmos o máximo de intensidade do feixe difratado. Deve-se tomar o cuidado de escolher uma família de planos que difrate o feixe com a maior intensidade possível, mas com um espaçamento interplanar que não coincida com o de nenhuma outra família de planos em outra direção cristalográfica.

Para determinar a direção média do eixo c da amostra YMT escolhemos a família de planos (005), porque esta família de planos fornece um feixe difratado intenso e seu espaçamento interplanar não coincide com o de nenhuma outra família de planos. Como a amostra YMT tem o formato de um paralelepípedo escolhemos como referência inicial uma das faces e realizamos uma varredura em ω , não obtendo nenhuma resposta acima do nível de ruído no detetor. Escolhemos então outra face da amostra e realizamos uma nova varredura, figura (3.16b) obtendo um pico com centro no ângulo ω_1 . Então, inclinamos amostra de um ângulo $\Delta\theta = \theta - \omega_1$, figura (3.16c), com o auxílio de um suporte. θ é o ângulo de difração de Bragg para o espaçamento interplanar para a família de planos na direção (005). Para certificarmos de que a amostra estava realmente orientada, realizamos uma nova varredura, tomando a face superior do suporte como referência para o ângulo de varredura, e obtivemos o centro do θ , como esperado. Para verificar que os planos não estavam inclinados também na direção perpendicular a face da amostra escolhida como referência, giramos a amostra de um ângulo β de 90° em relação ao eixo BB' (figura (3.16a)) e realizamos uma nova varredura. Encontramos novamente o pico com o centro em θ , o que mostra que não há inclinação dos planos na direção (005) em relação a face perpendicular à de referência, ou seja, a amostra estava orientada em

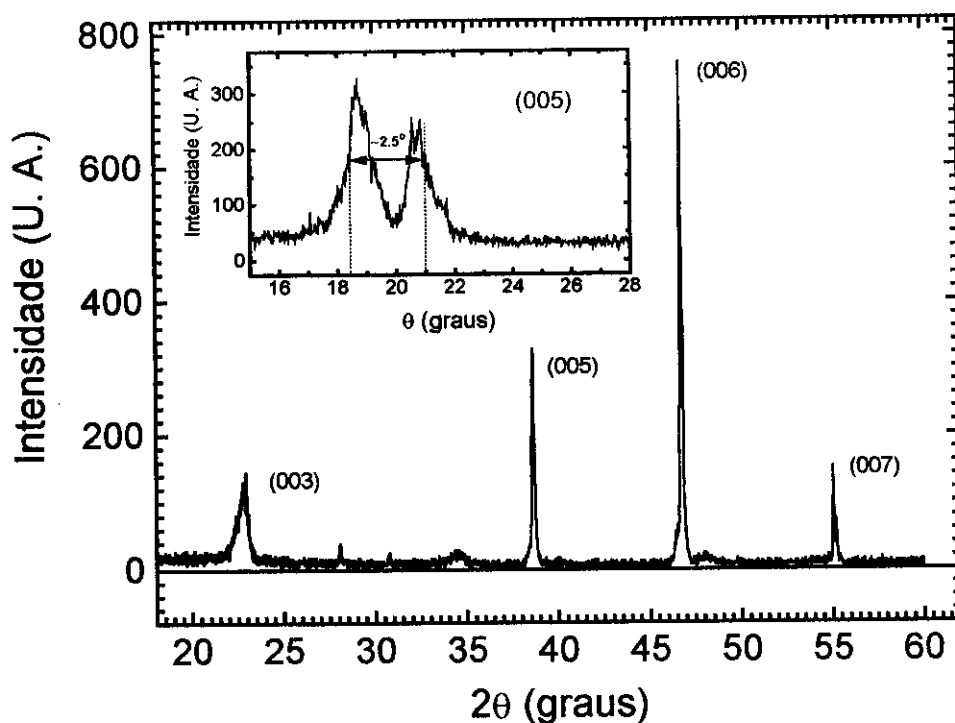


Figura (3.17) Difratoograma θ - 2θ da amostra YMT já orientada. Este difratoograma apresenta apenas picos na direção (00ℓ) , o que demonstra o bom alinhamento da amostra. Na inserção da figura temos a varredura em θ (rocking curve) da amostra já orientada, mostrando a pequena dispersão ($\Delta\theta \sim 2.5^\circ$) dos eixos c dos grãos.

relação a direção (00ℓ) . Finalmente, realizamos um difratoograma θ - 2θ com o feixe de raios-x incidindo no plano perpendicular ao eixo c, figura (3.17). Este difratoograma apresenta apenas os picos referentes às famílias de planos na direção (00ℓ) [64], o que confirma a posição média do eixo c na amostra [65].

A varredura em ω realizada com a amostra em uma orientação previamente determinada é conhecida como "rocking curve", ela permite avaliar o grau de texturização da amostra. Na inserção da figura (3.17) temos a varredura em ω (rocking curve) da amostra YMT em torno do ângulo θ (ângulo de difração de Bragg para os planos (005)). Pode-se observar a presença de 2 picos bem demarcados que indicam a existência de 2 famílias de grãos cuja orientação do eixo c diverge em aproximadamente 1.9° . Em cada uma destas famílias a divergência entre a orientação do eixo c é de aproximadamente 0.6° . O desvio máximo do eixo c dos diferentes grãos em relação a sua posição média na amostra pode ser estimado em $\sim 2.5^\circ$, conforme mostrado na inserção da figura (3.17).

3.5 História Termo-magnética das Curvas de M vs. T

A história termo-magnética de uma amostra com comportamento histerético pode definir uma série de curvas M vs. T que diferem entre si, apesar de tomadas no mesmo intervalo de temperatura e com o mesmo campo magnético aplicado. Quando a amostra supercondutora tem comportamento reversível, todas as curvas M vs. T devem coincidir, independente da sua história termo-magnética. As curvas de M vs. T com diferentes histórias termo-magnéticas mais comumente utilizadas na obtenção do ponto de irreversibilidade são: M_{zfc} (resfriada a campo zero, "zero field cooled"), M_{fcc} (resfriada com campo com dados coletados no resfriamento, "field cooled cooling"), M_{fcw} (resfriada com campo com dados coletados no aquecimento, "field cooled warming") e M_{rem} (com campo remanente, "remanent").

A curva M_{zfc} é obtida resfriando-se a amostra em campo magnético nulo até uma determinada temperatura T , abaixo da temperatura de transição entre o estado normal e o estado supercondutor, aplicando-se o campo H desejado e iniciando-se em seguida a medida da magnetização durante o aquecimento da amostra até uma temperatura acima da temperatura de transição. Em amostras supercondutoras nas quais a força exercida pelos centros de aprisionamento na rede de vórtices não é nula (gerando o comportamento histerético da amostra), este procedimento gera um gradiente de fluxo magnético no interior da amostra, com a intensidade de campo magnético decrescendo da superfície (onde a intensidade do campo magnético é igual à do campo externo) para o interior da amostra, onde pode até mesmo ser nulo. No ponto de irreversibilidade a força de aprisionamento desaparece e a intensidade de campo magnético no interior da amostra passa a ser constante.

A curva M_{fcc} é obtida aquecendo-se a amostra a uma temperatura acima da temperatura crítica de transição, aplicando-se o campo H desejado e iniciando-se a medida de magnetização durante o resfriamento da amostra até uma temperatura T . Este procedimento também gera um gradiente de fluxo magnético na amostra, porém neste caso o campo magnético decresce do interior para a superfície da amostra, podendo restar no interior da amostra fluxo retido quando é atingida a temperatura T desejada.

A curva M_{fcw} é obtida aquecendo-se a amostra acima da temperatura de transição, aplicando-se o campo H desejado, resfriando-se a amostra até uma determinada

temperatura T e a seguir iniciando-se a medida de magnetização enquanto a amostra é aquecida novamente até o estado normal. Neste caso, o perfil de campo magnético no interior da amostra é mais complexo. Próximo à temperatura T , onde se inicia a medida de magnetização, o perfil de campo magnético no interior da amostra e consequentemente a curva M vs. T é similar à M_{fcc} , porém com o aumento do campo magnético o perfil de campo e a curva M vs. T se aproximam da M_{zfc} .

A curva M_{rem} utilizada neste trabalho foi obtida aquecendo-se a amostra até uma temperatura acima da transição, aplicando-se um campo magnético elevado (tipicamente 50 kOe), maior do que o campo magnético desejado, resfriando-se a amostra até uma determinada temperatura T , mudando-se o campo para o valor desejado, H , e então iniciando-se a medida da magnetização da amostra enquanto esta é aquecida. Neste caso estamos, na verdade, monitorando o decaimento do momento remanente com o aumento da temperatura, o qual deve ser nulo quando atingirmos a temperatura de irreversibilidade. O valor do campo H aplicado determina o valor de temperatura onde tem início o trecho reversível da curva de magnetização.

Clem e Hao [66], a partir de cálculos do perfil do campo magnético em supercondutores do tipo II utilizando o modelo de Bean modificado, mostraram que

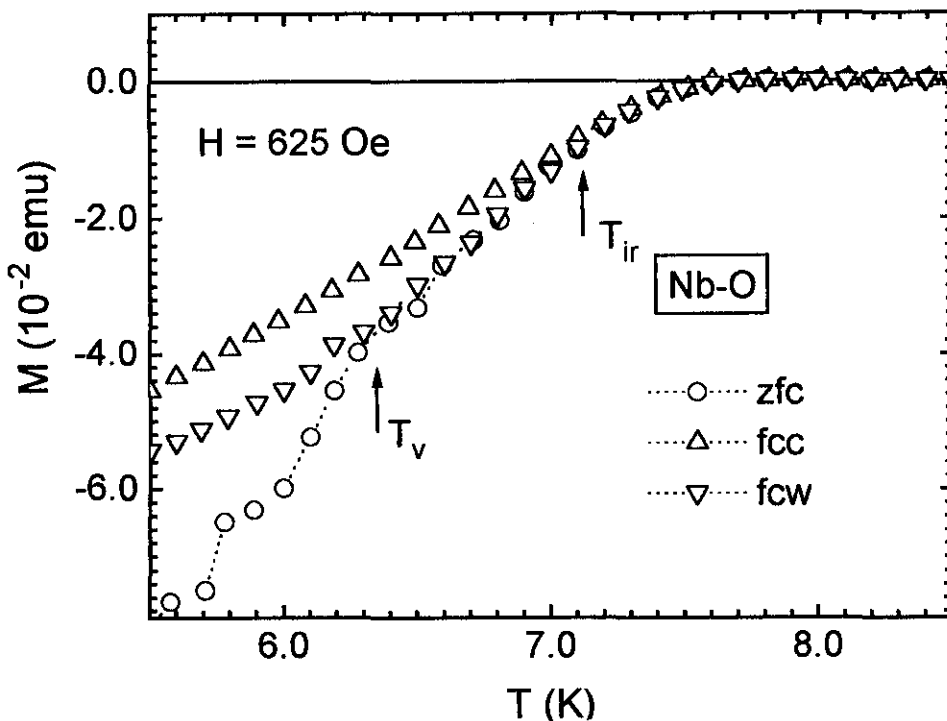


Figura (3.18) Curvas M vs. T obtidas com diferentes histórias termo-magnéticas. Amostra Nb-O com um campo aplicado de 625 Oe.

existe uma determinada temperatura T_v , abaixo da temperatura de irreversibilidade, em que as curvas M_{fcw} e M_{zfc} coincidem. Isto ocorre porque o perfil do campo magnético no interior da amostra passa a ser o mesmo. Na figura (3.18), mostramos as curvas de M_{zfc} , M_{fcc} e M_{fcw} realizadas com a amostra Nb-O, onde pode-se observar claramente o comportamento predito por Clem e Hao [66].

Nos supercondutores convencionais tomamos como ponto de irreversibilidade o ponto de união das curvas M_{zfc} e M_{fcc} . O critério para considerarmos o ponto de união das duas curvas foi de que a separação entre as curvas fosse menor que o desvio padrão da média de duas varreduras.

Os problemas de controle de temperatura em temperaturas elevadas, na faixa de 70 a 100 K (ver seção 3.2.2.2), impossibilitaram o uso das curvas M_{zfc} e M_{fcc} para obtermos o ponto de irreversibilidade. Neste caso usamos o ponto de união das curvas M_{fcw} e M_{rem} , com o mesmo critério de união das curvas utilizado nos caso dos supercondutores convencionais. Evitamos usar as curvas M_{zfc} e M_{fcw} , como fazem alguns autores, por causa dos problemas descritos acima. Como a curva M_{fcw} é mais reprodutível que a curva M_{zfc} , que é mais sensível a pequenas oscilações térmicas devido ao forte gradiente inicial de campo, optamos por utilizá-la.

4 SUPERCONDUTORES CONVENCIONAIS

4.1 Introdução

Nos supercondutores convencionais a presença de regiões extensas de temperatura e campo magnético, nas quais ocorre a movimentação reversível de fluxo magnético, foi observada em filmes finos amorfos de Mo-Ge [37], In/InO_x [38] e Nb₃Ge [39]. O início destas regiões define uma linha no diagrama H vs. T, chamada de linha de irreversibilidade. Nestes filmes finos amorfos a rede de vórtices é bidimensional e a movimentação de fluxo magnético é devida a mecanismos diferentes dos que levam à movimentação de fluxo em supercondutores maciços com rede de vórtices tridimensional [3].

Suenaga e col. [3] observaram em fios multifilamentares de Nb₃Sn ($\kappa=30$) e Nb-Ti ($\kappa=40$) regiões reversíveis extensas, em curvas de M vs. T (magnetização vs. temperatura), que definiam uma linha de irreversibilidade no plano H vs. T. Eles relacionaram esta linha de irreversibilidade com a fusão da rede de vórtices do supercondutor e obtiveram um bom ajuste da equação de Houghton, Pelcovitz e Sudb ϕ , para a fusão da rede de vórtices [9], com uma c_L (constante de Lindemann) de aproximadamente 0.065 para o Nb₃Sn e 0.1 para o Nb-Ti. Este valor da c_L obtida para o Nb-Ti é o esperado por Houghton e col. [9], já o valor obtido para o Nb₃Sn está abaixo do esperado.

Schmidt, Israeloff e Goldman [11] observaram posteriormente a existência de uma linha de irreversibilidade em filmes de Nb ($\kappa\sim 10$), a qual também relacionaram com a

fusão da rede e obtiveram um bom ajuste da equação de Houghton, Pelcovitz e Sudbφ com uma $c_L \approx 0.04$, bem abaixo do valor esperado, apesar de ser da ordem do valor encontrado por Suenaga para o Nb_3Sn . De fato, a fusão da rede de vórtices em temperaturas significativamente abaixo de T_c é prevista apenas para materiais com κ elevado ($\kappa > 10$) [9].

Com o objetivo de verificar a ocorrência e a origem da linha de irreversibilidade em supercondutores do tipo II de baixo κ , estudamos neste trabalho amostras de Nb de alta pureza com $\kappa \approx 1.5$ e de Nb contendo oxigênio dissolvido intersticialmente, Nb-O, com $\kappa \approx 6.5$. A amostra de Nb-O apresentou um trecho reversível que aumenta em função do campo magnético e define uma linha de irreversibilidade similar às observadas nos cupratos supercondutores. Nas amostras de Nb o trecho reversível começa a diminuir com o aumento do campo acima de um determinado valor, vindo a desaparecer em campos elevados. O valor de campo a partir do qual as amostras de Nb mudam de comportamento está relacionado com o estado da superfície da amostra. Quanto mais polida é a superfície da amostra menor é o campo onde ocorre a mudança de comportamento.

Consideramos duas possibilidades para a origem da linha de irreversibilidade nestes dois materiais: (a) fusão da rede de vórtices devido apenas à ativação térmica e (b) “depinning” termicamente ativado dos fluxóides. Não foi considerada a possibilidade de influência de flutuações quânticas na fusão da rede devido a alta condutividade elétrica destas amostras [13]. A possibilidade de fusão da rede de vórtices foi testada ajustando-se a equação desenvolvida por Houghton e col. [9] e a possibilidade de “depinning” termicamente ativado foi testada utilizando o procedimento desenvolvido por Matsushita e col. [7, 35, 36]. Acreditamos que a abordagem de Matsushita e col. é bastante apropriada para as amostras que estudamos (ver discussão no item 2.3).

4.2 Nb Puro

4.2.1 Linha de Irreversibilidade e $H_{c2}(T)$

Todas as amostras de Nb (Nb-1, Nb-2 e Nb-3) apresentaram um trecho reversível bem demarcado em baixos campos, figuras (4.1) e (4.2), que aumenta com o aumento do campo magnético. Porém acima de um determinado campo o trecho reversível começa a diminuir até desaparecer em campos elevados, figuras (4.3) e (4.4). O campo a partir do qual o trecho reversível começa a diminuir depende da qualidade da superfície da amostra. Na amostra Nb-2 o trecho reversível começa a diminuir acima de ~ 130 Oe enquanto que na Nb-3, que tem uma superfície mais rugosa que a Nb-2, só começa a diminuir acima de 800 Oe. A amostra Nb-1, composta por um conjunto de esferas bem polidas, teve o mesmo comportamento da amostra Nb-2, porém o trecho reversível nesta diminui mais lentamente com o aumento do campo.

O campo crítico superior H_{c2} destas amostras foi obtido a partir da extrapolação linear do trecho reversível da curva M vs. T, figura (4.2). Na figura (4.5) temos a curva de $H_{c2}(T)$ obtida para a amostra Nb-3. Os resultados para as amostras Nb-1 e Nb-2 são similares, figura (4.6).

Em campos baixos a dependência de H_{c2} com a temperatura pode ser aproximada por:

$$H_{c2}(t) = H_{c2}^*(1-t) \quad (4.1)$$

onde: $t=T/T_c$. Neste caso tanto H_{c2}^* quanto T_c são parâmetros de ajuste que podem ser usados como uma aproximação para $H_{c2}(0)$ e T_c . Chamaremos daqui por diante esta aproximação de aproximação linear para $H_{c2}(T)$.

O ponto de irreversibilidade (T_{ir}) foi tomado da maneira convencional ou seja, tomou-se o ponto onde se unem as curvas de magnetização obtidas com a amostra resfriada sem campo aplicado (zfc) e aquela da amostra resfriada com campo aplicado (fcc), figura (4.2). Foi possível aplicar este procedimento porque na faixa de temperaturas utilizadas, $5 < T < 20$ K, o "overshoot" de temperatura presente no magnetômetro SQUID durante o resfriamento, não é tão significativo, como o é para temperaturas da ordem de 100 K.

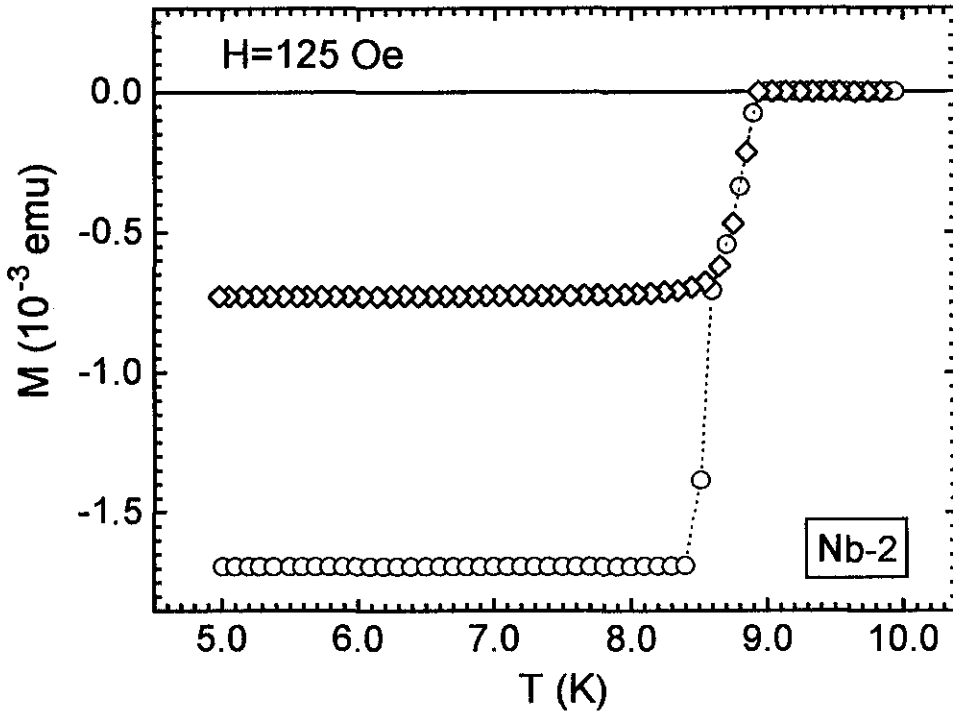


Figura (4.1) Curvas de M vs. T (zfc e fcc) para a amostra Nb-2 com um campo magnético aplicado de 125 Oe.

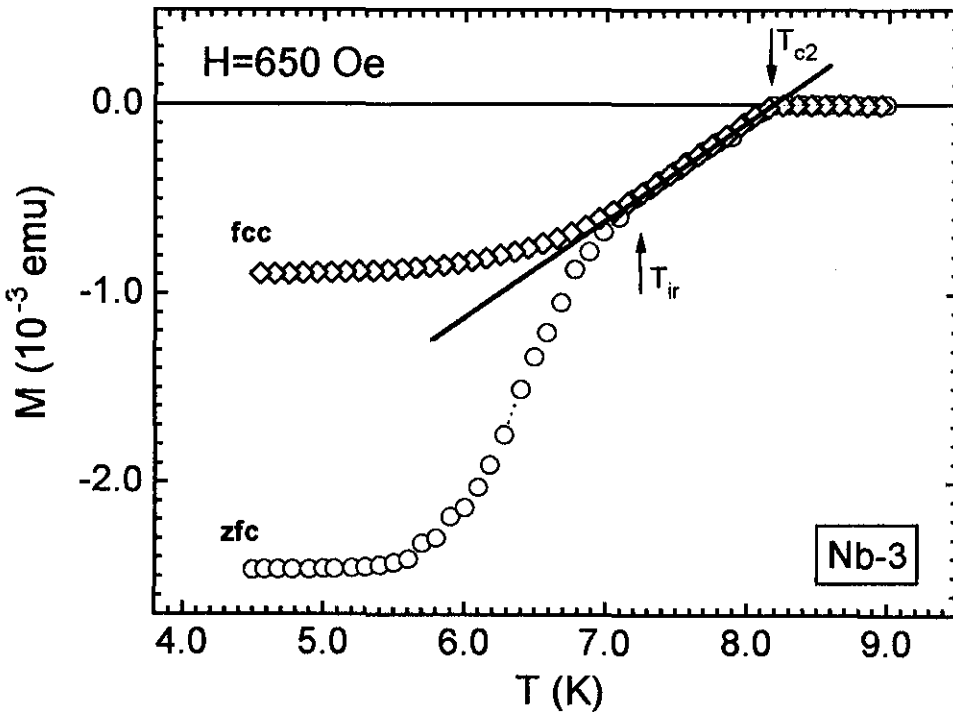


Figura (4.2) Curvas de M vs. T (zfc e fcc) para amostra Nb-3 com um campo magnético aplicado de 650 Oe, mostrando o procedimento adotado na obtenção de T_{c2} e T_{ir} .

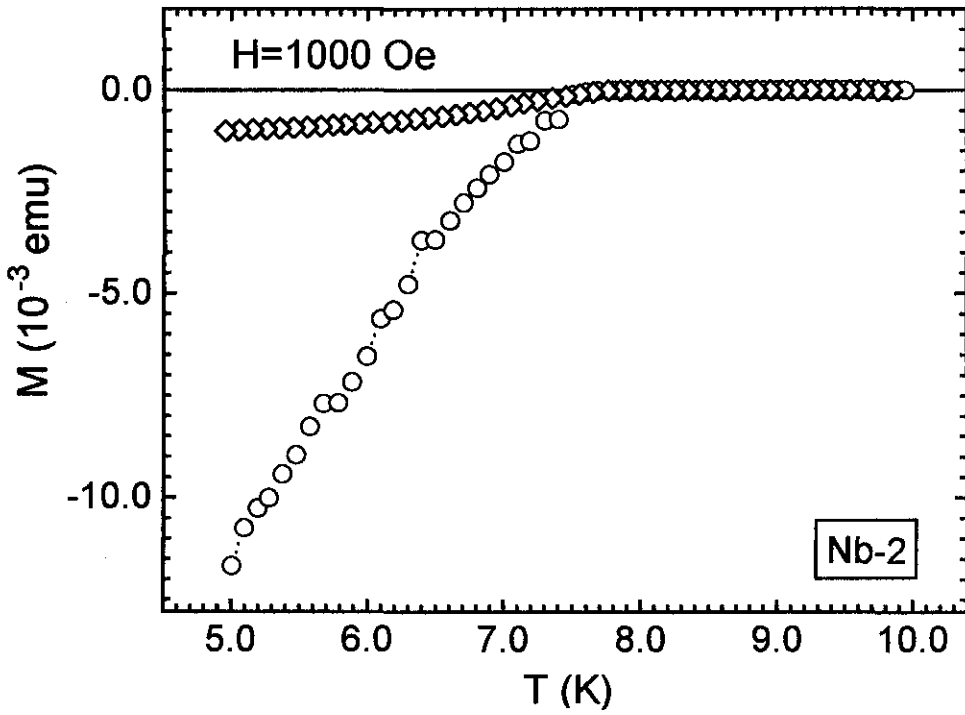


Figura (4.3) Curvas de M vs. T (zfc e fcc) para a amostra Nb-2 com um campo magnético aplicado de 1000 Oe.

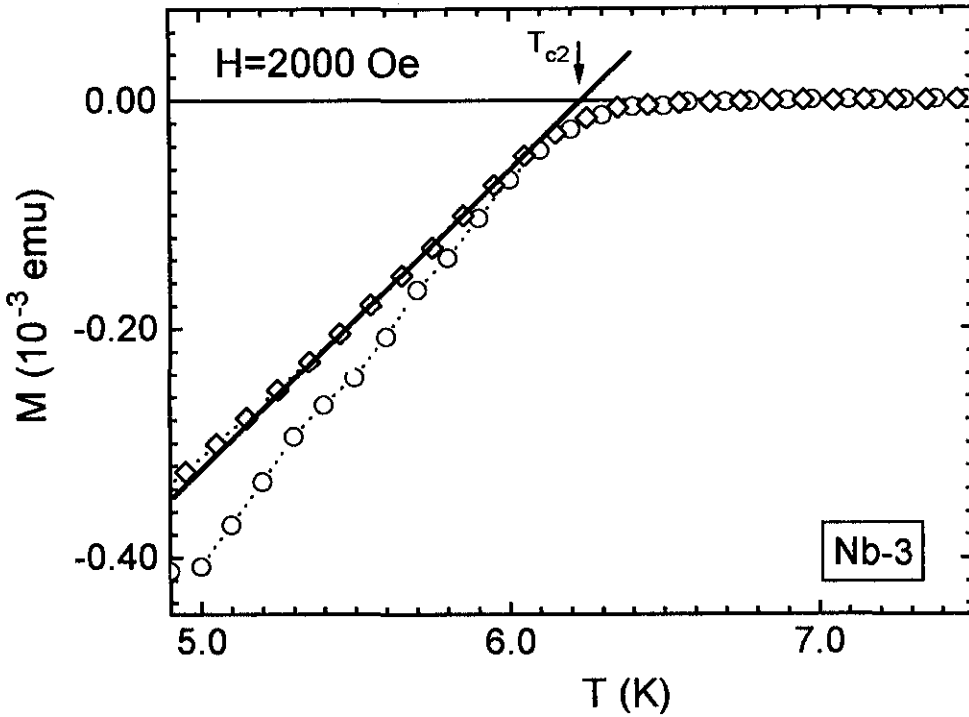


Figura (4.4) Curvas de M vs. T (zfc e fcc) para a amostra Nb-3 com um campo magnético aplicado de 2000 Oe. Na figura está indicado o critério utilizado para a tomada da T_{c2} em campos elevados.

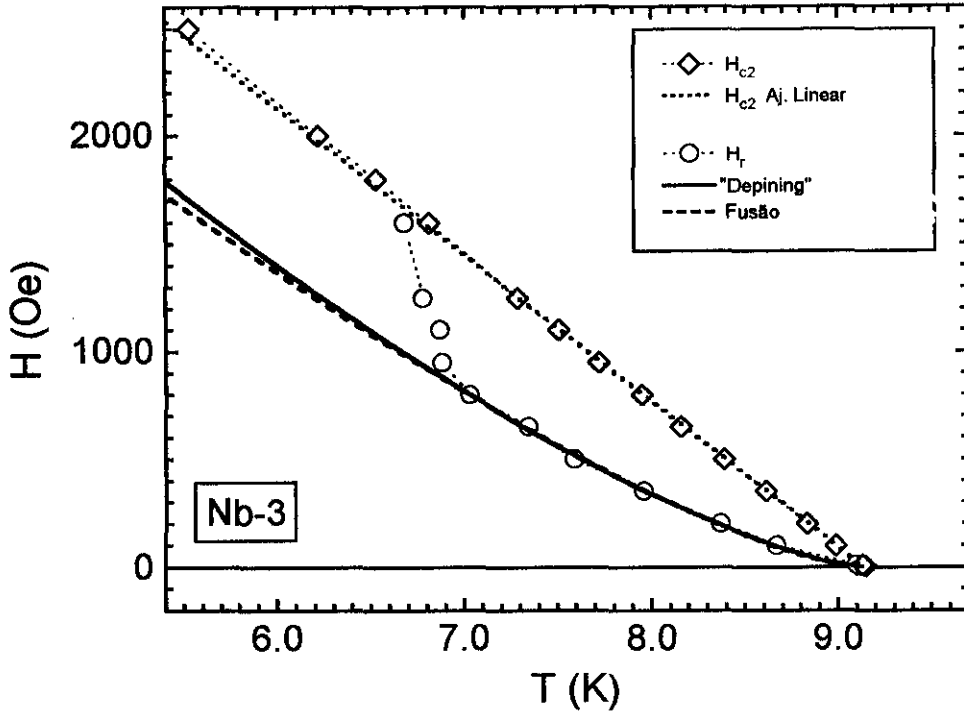


Figura (4.5) Linha de irreversibilidade (círculo) e de H_{c2} (losango) da amostra Nb-3. A linha pontilhada mostra o ajuste da aproximação linear para $H_{c2}(T)$ (eq. 4.1), com $H_{c2}^* = 6174$ Oe e $T_c = 9.13$ K. A linha tracejada mostra o ajuste da equação para a fusão da rede (eq. 2.23) ao dados da linha de irreversibilidade, com $c_L = 0.0036$ e a linha contínua mostra o ajuste da equação para o "depining" termicamente ativado (eq. 2.22), com $n = 1.40$.

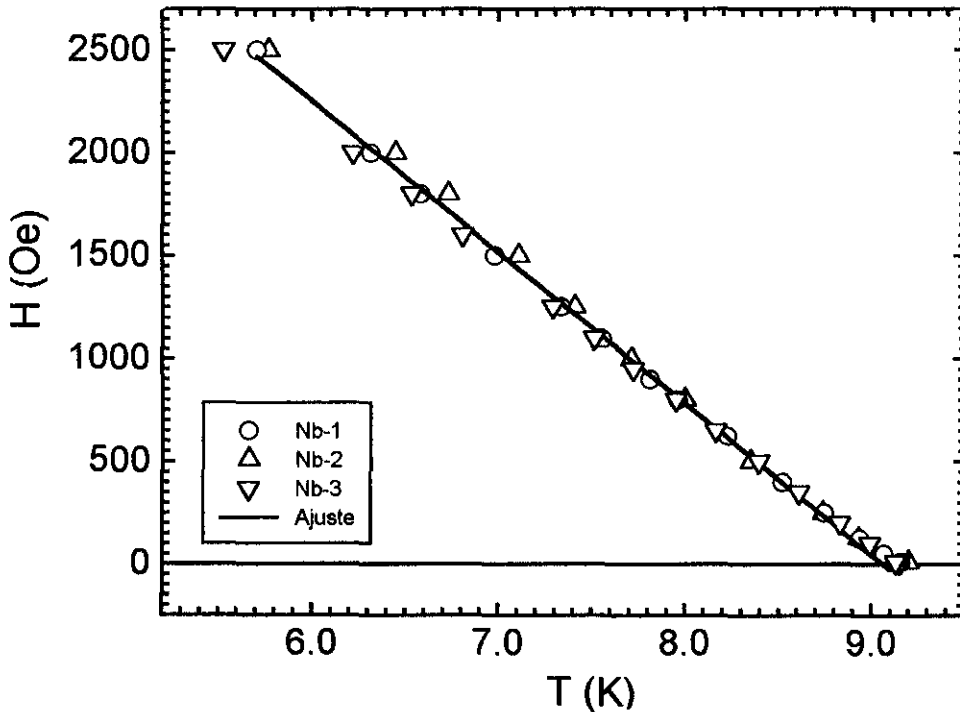


Figura (4.6) Linha de H_{c2} para as amostras Nb-1 (círculo), Nb-2 (triângulo para cima) e Nb-3 (triângulo para baixo). A linha contínua mostra o ajuste da aproximação linear para $H_{c2}(T)$ (eq. 4.1) para a amostra Nb-3, com $H_{c2}^* = 6174$ Oe e $T_c = 9.13$ K.

Na figura (4.7) temos a linha de irreversibilidade para as amostras Nb-1, Nb-2 e Nb-3 onde pode-se observar o comportamento do trecho reversível descrito anteriormente. A variação da linha de irreversibilidade com a qualidade da superfície sugere que acima de um determinado campo a entrada e saída de fluxo magnético na amostra é controlada por efeitos de superfície, ou seja pela barreira superficial. O tratamento deste problema foge aos objetivos do presente trabalho e será abordado em um trabalho futuro.

A amostra analisada em maior detalhe neste trabalho foi a Nb-3, e as análises

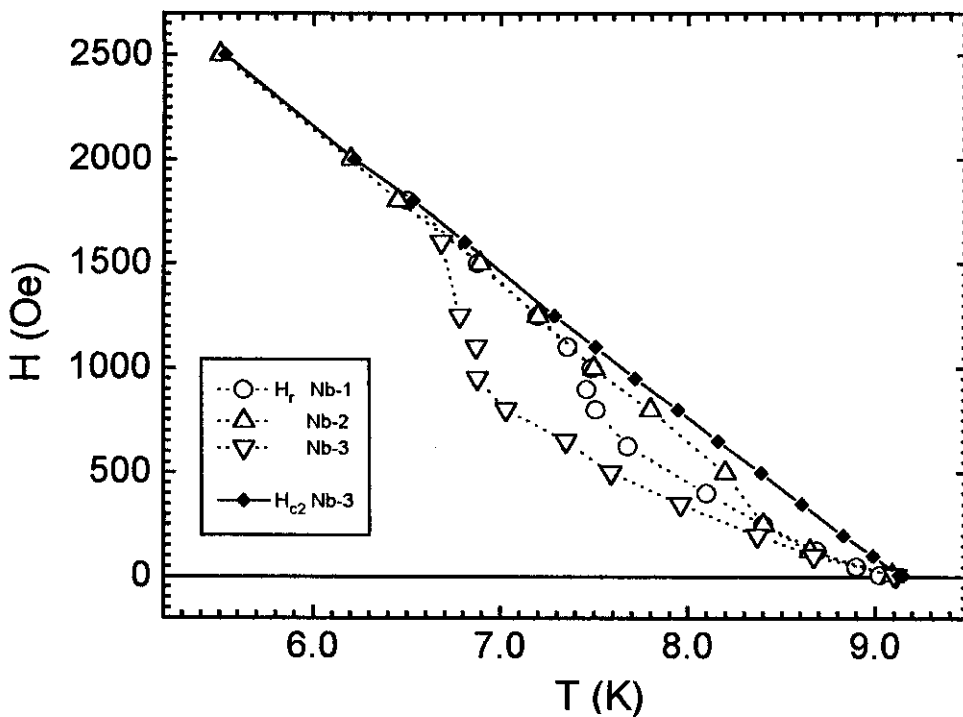


Figura (4.7) Linha de irreversibilidade para as amostras Nb-1 (circulo), Nb-2 (triângulo para cima) e Nb-3 (triângulo para baixo) e linha de H_{c2} para a amostra Nb-3 (losango preenchido).

foram realizadas considerando-se apenas campos abaixo de 800 Oe, onde a linha de irreversibilidade está bem definida. Na figura (4.5) temos a linha de irreversibilidade para a amostra Nb-3 juntamente com a linha de $H_{c2}(T)$.

4.2.2 Fusão da rede de vórtices

Com a finalidade de testar a possibilidade de que a linha de irreversibilidade do Nb em baixos campos represente a fusão da rede de vórtices, escolhemos a abordagem desenvolvida por Houghton e colaboradores [9]. Ajustamos a equação para a fusão da

rede de vórtices na forma completa, equação (2.32), de maneira autoconsistente e tendo como único parâmetro de ajuste a constante de Lindemann.

Para realizar o ajuste da equação (2.32) aos dados da linha de irreversibilidade procedemos do seguinte modo:

- (a) realizamos o ajuste da equação(4.1), aproximação linear para $H_{c2}(T)$, aos dados experimentais de $H_{c2}(T)$, obtendo assim $H_{c2}(0)$ e T_c .
- (b) calculamos o campo reduzido, $b(t)=B/H_{c2}(t)$ ($t=T/T_c$), utilizando os resultados do ajuste e a equação (4.1) para interpolar os valores de $H_{c2}(T)$.
- (c) calculamos os valores da temperatura reduzida, $t=T/T_c$, utilizando o valor da T_c obtida no ajuste.
- (d) realizamos a seguinte mudança de variáveis:

$$p = \frac{\sqrt{b(t)}}{(1-b(t))} \left(\frac{4(\sqrt{2}-1)}{\sqrt{1-b(t)}} + 1 \right), \quad x = \frac{\sqrt{1-t}}{t} \quad \text{e} \quad \alpha = 2\pi \frac{c_L^2}{\sqrt{G_i}}$$

e rescrevemos a equação (2.32) como:

$$p = \alpha x \quad (4.2)$$

- (e) ajustamos a equação (4.2) para obter a constante α .
- (f) retornamos às variáveis originais para obter a curva teórica no gráfico H vs. T.

A equação (4.1) ajustou-se bem aos dados de $H_{c2}(T)$ para as amostras de Nb puro, figura (4.6), com $H_{c2}^* = 6174$ Oe e $T_c = 9.13$ K. Estes foram os valores utilizados no procedimento descrito acima, para o ajuste dos dados da linha de irreversibilidade.

Na figura (4.5) temos a linha de irreversibilidade e o melhor ajuste obtido desta equação, representado pela linha contínua. Considerando-se $\kappa \approx 1.5$, $T_c = 9.13$ K e $H_{c2}(0) = 6174$ Oe obtemos que $G_i = 6.84 \cdot 10^{-11}$. Como o resultado do ajuste é $\alpha = 9.65$, obtemos que $c_L = 0.0036$. Apesar do ajuste ter sido muito bom, o valor encontrado para c_L é muito abaixo do esperado. Na verdade um valor irrealístico, pois significa que a fusão da rede pode ocorrer para um deslocamento médio das linhas de fluxo da ordem de 0.4% do espaçamento entre os vórtices na rede de Abrikosov.

4.2.3 Linha de “depinning”

A interpretação da linha de irreversibilidade como sendo uma linha de “depinning” termicamente ativado foi sugerida por Yeshurun e Malozemoff [2], que desenvolveram este modelo para o YBCO, considerando uma determinada configuração de “pinning” (ver seção 2.3). Matsushita e col. [7] generalizaram o trabalho de Yeshurun e Malozemoff para diferentes configurações de “pinning” e desenvolveram um procedimento utilizando uma aproximação local da teoria elástica para a rede de vórtices (ver discussão na seção 2.3). Esta abordagem, apesar de ser apropriada ao tratamento de supercondutores de baixo κ , falha no tratamento de supercondutores de alto κ [9, 20]. Portanto, consideramos que este procedimento para tratar a linha de irreversibilidade é apropriado para este caso, de supercondutores com baixo κ , apesar de não o ser para os de alto κ para os quais foi originalmente proposto.

Matsushita e col. concluem que a linha de “depinning” é descrita por uma lei de potências, equação (2.31), cujo expoente n está diretamente relacionado com a forma funcional da corrente crítica do material na ausência de flutuações térmicas, equação (2.7). Com o objetivo de testar esta hipótese ajustamos a equação (2.31) aos dados da linha de irreversibilidade da amostra Nb-3, e extraímos o comportamento da corrente crítica em função de H e T , em baixas temperaturas (para minimizar o efeito das flutuações térmicas). Do modelo de Bean [29] nós temos que corrente crítica é diretamente proporcional a ΔM quando o campo magnético está totalmente penetrado na amostra, tanto para amostras cilíndricas como para amostras esféricas [28]. Como estamos interessados apenas no comportamento da corrente crítica em função do campo e da temperatura (necessitamos apenas dos expoentes da equação (2.7)) utilizaremos ΔM diretamente. ΔM foi obtida a partir de curvas M vs. H , na figura (4.8) temos a curva de M vs. H da amostra Nb-3 para $T = 2.4$ K, onde é mostrado como se tomou ΔM .

A equação (2.31) ajustou-se muito bem aos dados experimentais, figura (4.5), obtendo-se $n = 1.40$ e $\alpha = 6288$ Oe. Na constante de proporcionalidade “ α ” estão embutidos fatores que dependem da distribuição dos centros de aprisionamento no material e cujo acesso experimental é muito difícil. Porém o modelo prevê que o expoente n está relacionado com os expoentes m e γ , da equação (2.7), pela equação:

$$n = \frac{2m}{3-2\gamma} \quad (4.3)$$

Na figura (4.9) temos ΔM vs. $(1-T/T_c)$ em escala logarítmica dupla juntamente com o melhor ajuste da equação (2.7), com $m = 3.23$. Pode-se observar que o ajuste foi muito bom para baixas temperaturas e campos magnéticos, conforme o esperado, uma vez que esta equação empírica é válida apenas na ausência de flutuações térmicas. Para temperaturas e campos maiores o efeito das flutuações térmicas faz com que a dependência da corrente crítica com a temperatura e o campo se torne mais complexa do

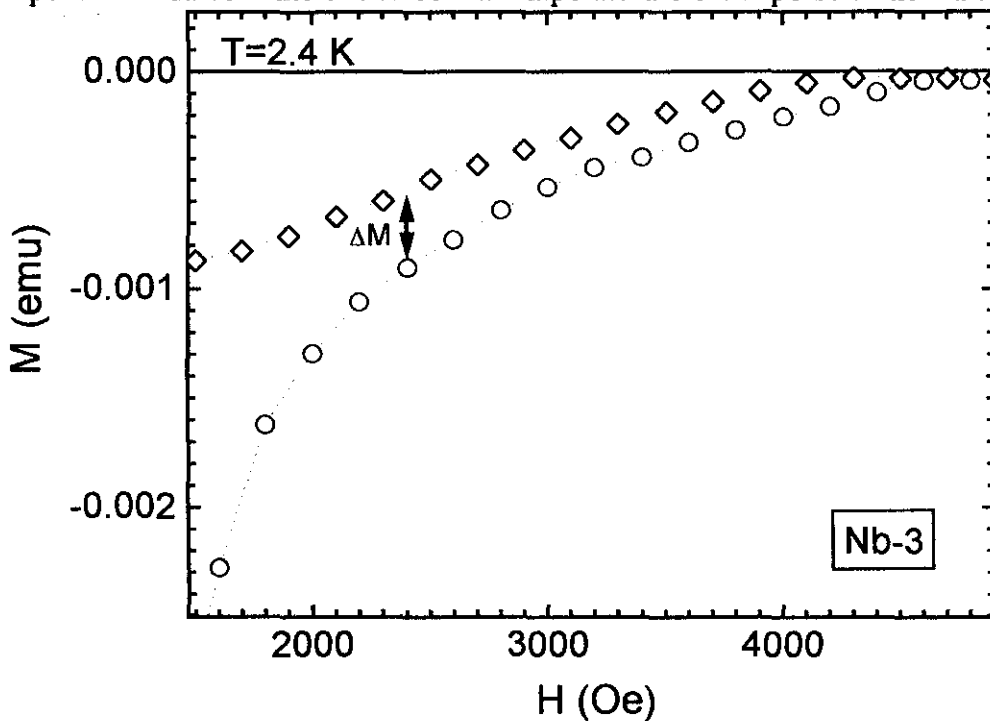


Figura (4.8) Curvas de M vs. H (subida e descida) da amostra Nb-3 tomada em temperatura constante, $T=2.4$ K, mostrando o procedimento utilizado na obtenção de ΔM .

que a dada pela equação (2.7).

Do ajuste da equação (2.7), considerando-se a temperatura constante, extraímos o expoente γ . Na figura (4.10) temos ΔM vs. $H/H_{c2}(0)$ em escala logarítmica dupla, juntamente com o resultado do melhor ajuste para γ , $\gamma = -1.26$, em diferentes temperaturas. Novamente pode-se observar que o ajuste é bom apenas para baixas temperaturas e campos magnéticos, como anteriormente.

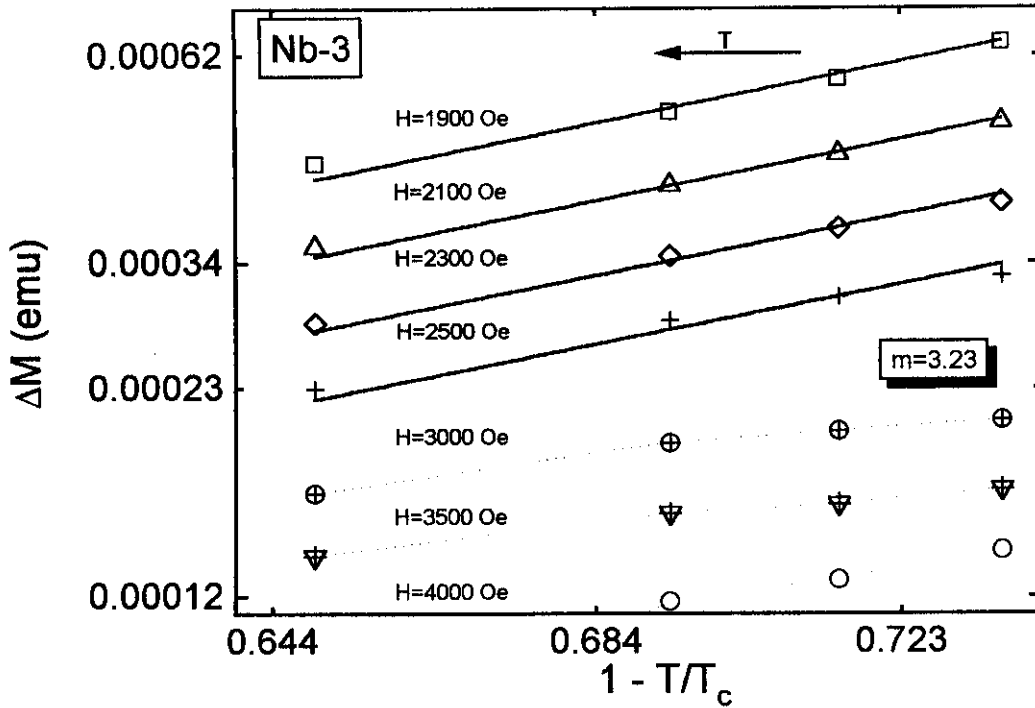


Figura (4.9) Gráfico de ΔM vs. $(1-T/T_c)$ em escala logarítmica dupla (\ln), para diferentes valores do campo magnético. As linhas cheias são paralelas e sua inclinação corresponde ao expoente m da equação (2.7), $m = 3.23$. A seta no topo do gráfico indica o sentido de aumento da temperatura.

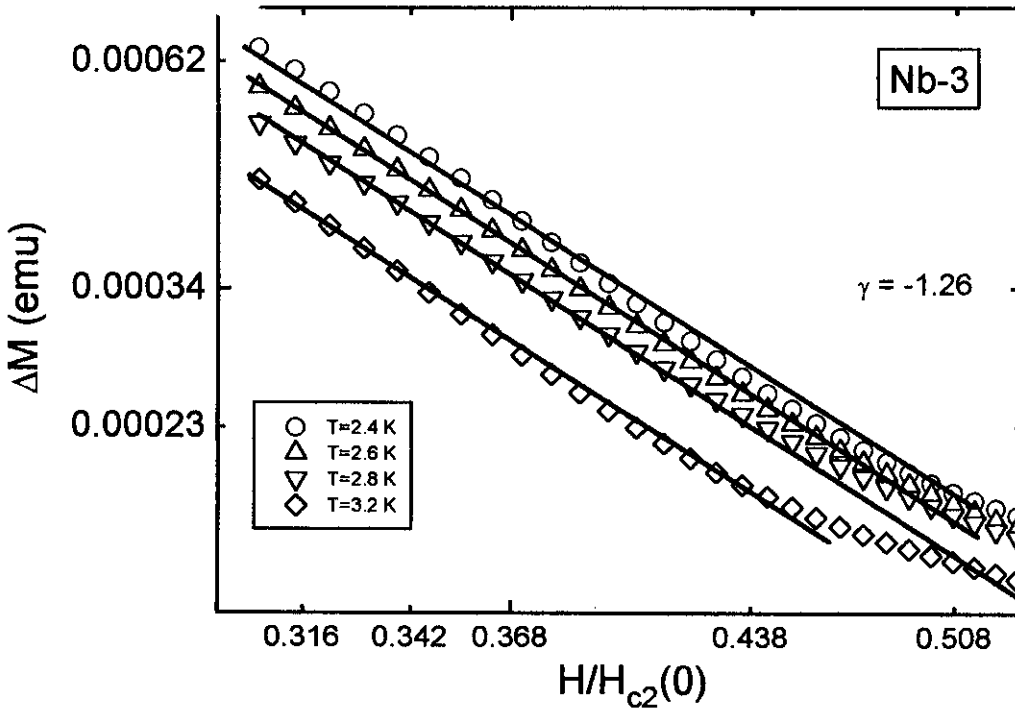


Figura (4.10) Gráfico de ΔM vs. $H/H_{c2}(0)$ em escala logarítmica dupla (\ln), para diferentes temperaturas. Como $H_{c2}(0)$ foi utilizado aqui H_{c2} obtido do ajuste da aproximação linear para H_{c2} . As linhas cheias são paralelas e sua inclinação corresponde ao expoente γ da equação (2.7), $\gamma = -1.26$.

A partir dos valores de m e γ obtidos do ajuste da equação (2.7) obtemos $n = 1.18$. Este valor difere 16% do valor $n = 1.40$, obtido do ajuste da equação (2.22), o que consideramos ser um boa concordância.

4.3 Pó de Nb-O

4.3.1 Linha de Irreversibilidade e $H_{c2}(T)$

Contrariamente às amostras de Nb a amostra Nb-O apresenta um trecho reversível que apesar de pequeno é bem demarcado e que cresce com o aumento do campo magnético em todos os campos nos quais realizamos medidas, figura (4.11) e (4.12).

Usando a aproximação linear para $H_{c2}(T)$, equação (4.1), obtivemos um bom ajuste para $H_{c2}^* = 21687$ Oe e $T_c = 7.66$ K, figura (4.12).

O ponto de irreversibilidade foi obtido a partir de curvas M vs. T , com o mesmo critério utilizado anteriormente para as amostras de Nb puro, ou seja, tomou-se o ponto onde se unem as curvas de magnetização obtidas com a amostra resfriada sem campo aplicado (zfc) e aquela da amostra resfriada com campo aplicado (fcc), figura (4.11).

A linha de irreversibilidade obtida para a amostra, figura (4.12), tem um comportamento similar ao da linha de irreversibilidade nos cupratos supercondutores, apesar do pequeno trecho reversível nas curvas M vs. T

4.3.2 Fusão da rede de vórtices

Neste caso da amostra Nb-O também utilizamos a abordagem de Houghton e col. [9], para testar a possibilidade da linha de irreversibilidade ser devida à fusão da rede de vórtices. Realizamos o ajuste autoconsistente da equação (2.32) utilizando o procedimento já descrito no item (4.2.2), usando $H_{c2}^* = 21687$ Oe e $T_c = 7.66$ K, obtidos da extrapolação linear dos dados de $H_{c2}(T)$ e deixando como único parâmetro livre para ajuste a constante de Lindemann, c_L . A equação (2.32) ajustou muito bem aos dados, figura (4.12), com $\alpha = 58.47$. Considerando que $\kappa = 6.5$, $H_{c2}(0) = 2.17$ kOe, e $T_c = 7.66$ K, temos $G_i = 4.88 \cdot 10^{-9}$ e conseqüentemente $c_L = 0.026$. Este valor obtido para a constante de Lindemann apesar de ser maior do que o obtido para o Nb ainda é muito menor que o valor esperado, $c_L \approx 0.1$ [9].

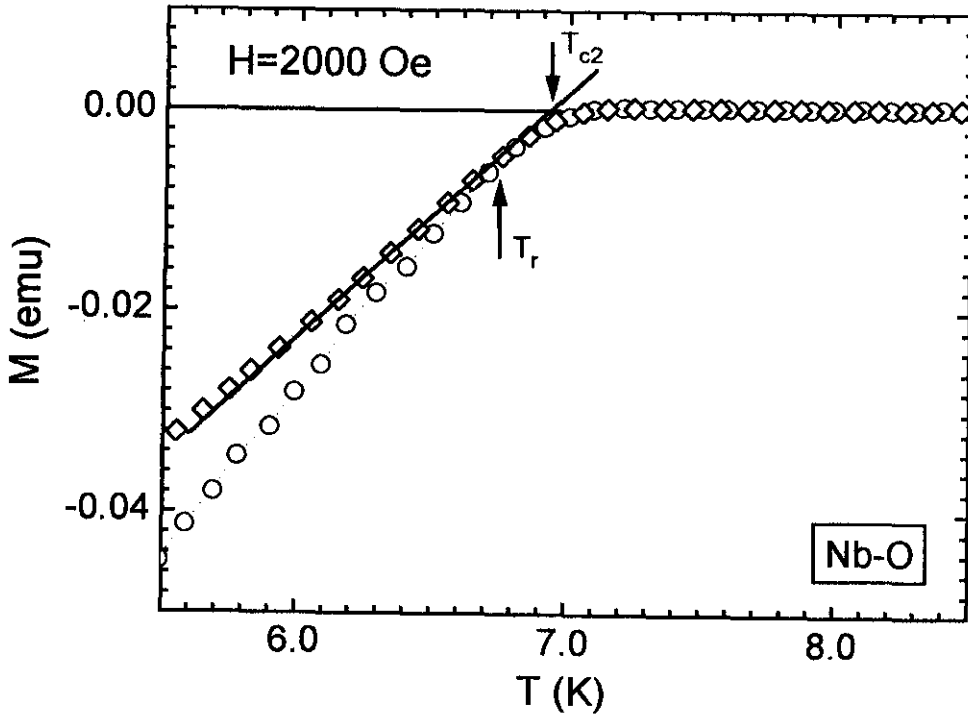


Figura (4.11) Curvas de M vs. T (zfc e fcc) para a amostra Nb-O com um campo magnético aplicado de 2000 Oe. Na figura são indicados os procedimentos para obtenção de T_{c2} e T_r .

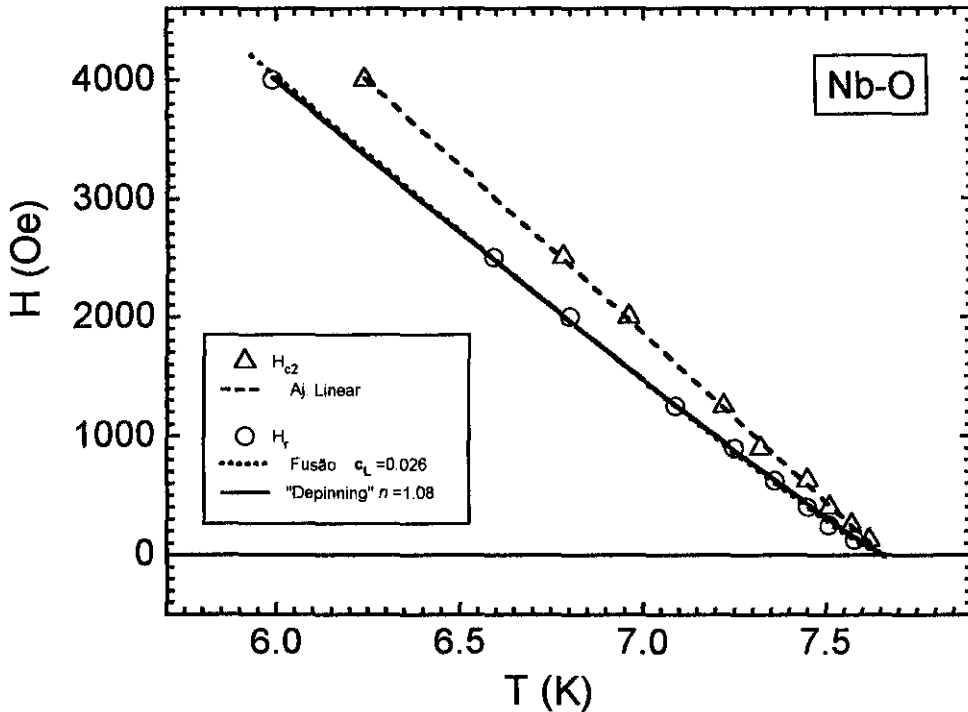


Figura (4.12) Linha de irreversibilidade (círculo) e de H_{c2} (triângulo) da amostra Nb-O. A linha tracejada mostra o ajuste da aproximação linear para $H_{c2}(T)$ (eq. 4.1), com $H_{c2}^0 = 21687$ Oe e $T_c = 7.66$ K. A linha pontilhada mostra o ajuste da equação para a fusão da rede (eq. 2.23) ao dados da linha de irreversibilidade, com $c_L = 0.026$ e a linha contínua mostra o ajuste da equação para o "depinning" termicamente ativado (eq. 2.22), com $n = 1.08$.

4.3.3 Linha de “depinning”

Para testar a possibilidade da linha de irreversibilidade ser devida ao “depinning” termicamente ativado da rede de vórtices utilizaremos também neste caso a lei de potências devida a Matsushita e col. [7], equação (2.31), uma vez que a amostra Nb-O também tem um κ baixo. O ajuste da equação (2.31) à linha de irreversibilidade desta amostra foi tão bom quanto o da equação de fusão da rede de vórtices, figura (4.12), com um expoente $n = 1.08$ e $\alpha = 20838$ Oe. Os únicos parâmetros livres no ajuste foram a constante de proporcionalidade c e o expoente n .

Uma vez que também neste caso a corrente crítica é proporcional a ΔM , o comportamento da corrente crítica da amostra Nb-O em função da temperatura e campo magnético foi obtido utilizando-se o mesmo procedimento utilizado anteriormente para amostra Nb-3.

Na figura (4.13) temos ΔM vs. $(1-T/T_c)$ em escala logarítmica dupla juntamente com o ajuste da equação (2.7), considerando-se H constante. A equação (2.7) ajustou-se muito bem aos dados experimentais em temperaturas e campos baixos, com um expoente $m=1.85$. O ajuste das curvas de ΔM vs. H pela equação (2.7), considerando-se T constante, figura (4.14), foi obtido com um expoente $\gamma=-0.07$, também para temperaturas e campos baixos, como esperado. O valor de n obtido a partir da equação (4.3) foi de 1.18, ou seja 8.5% maior que o valor obtido a partir do ajuste da equação (2.31) aos dados da linha de irreversibilidade, ou seja, uma boa concordância.

4.4 Discussão dos resultados

As linhas de irreversibilidade obtidas para as amostras Nb-3 e Nb-O podem ser interpretadas tanto pela equação de fusão da rede de vórtices [9] quanto pela lei de potência devida a Matsushita e col. [7] que a representam como uma linha de “depinning”. Porém os baixos valores obtidos para a constante de Lindemann tornam difícil a defesa de que estas linhas de irreversibilidade sejam devidas à fusão da rede de vórtices. De fato o modelo de fusão da rede de vórtices prevê que no caso de supercondutores de baixo κ ($\kappa < 10$), a linha de irreversibilidade devida a fusão da rede de vórtices deveria praticamente coincidir com a linha de H_{c2} [9, 18].

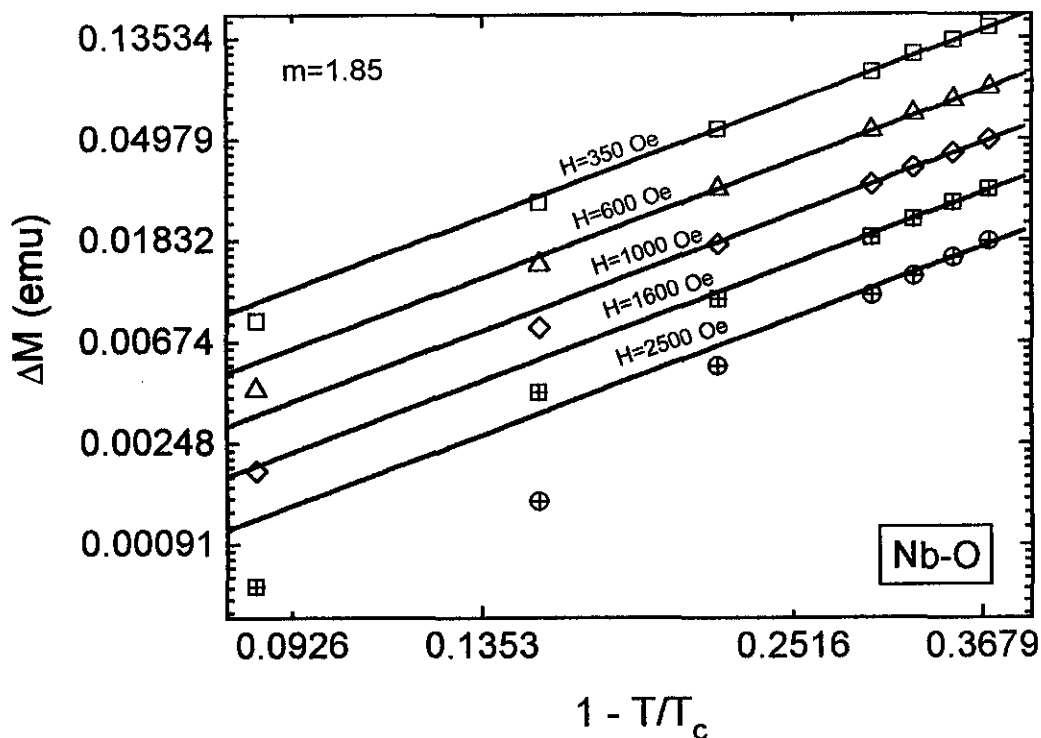


Figura (4.13) Gráfico de ΔM vs. $(1-T/T_c)$, em escala logarítmica dupla (\ln), para diferentes valores do campo magnético. As linhas cheias são paralelas e sua inclinação corresponde ao expoente m da equação (2.7), $m = 1.85$.

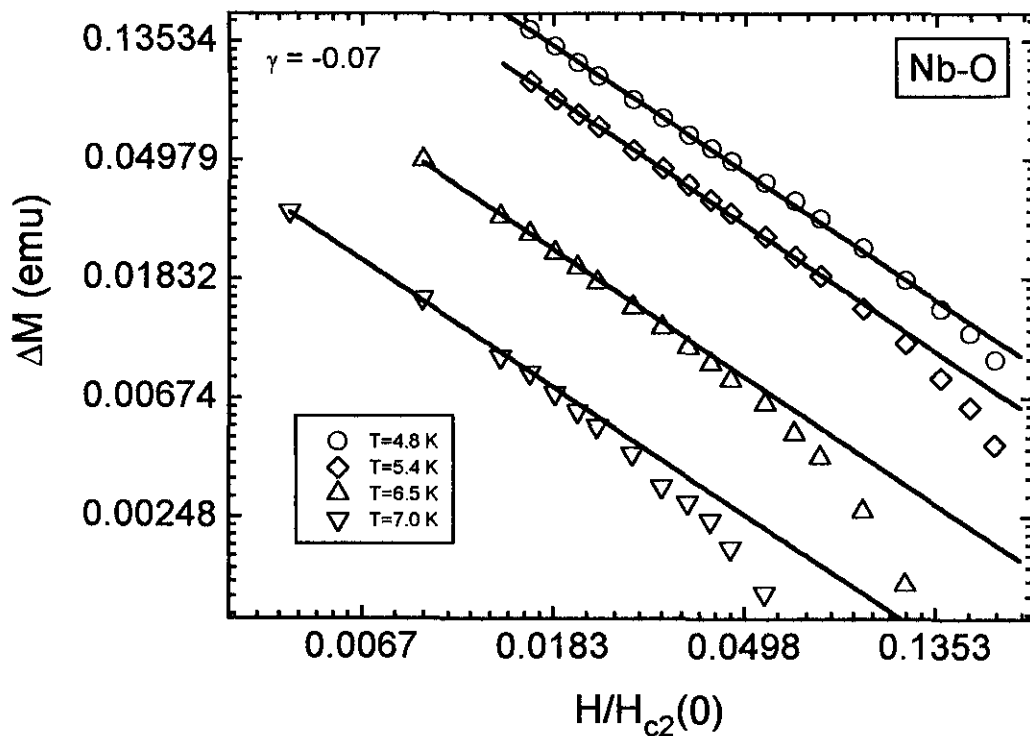


Figura (4.14) Gráfico de ΔM vs. $H/H_{c2}(0)$ em escala logarítmica dupla (\ln), para diferentes temperaturas. Como $H_{c2}(0)$ foi utilizado aqui H_{c2}' obtido do ajuste da aproximação linear para H_{c2} . As linhas cheias são paralelas e sua inclinação corresponde ao expoente γ da equação (2.7), $\gamma = -1.07$.

No caso do Nb-O e do Nb puro houve uma boa concordância, menor do que 10% e 20% respectivamente, entre os valores para o expoente n obtidos por duas técnicas diferentes, a partir dos dados da linha de irreversibilidade e dos dados de corrente crítica. Estes resultados levam-nos a concluir que provavelmente a linha de irreversibilidade em supercondutores de baixo κ é devida ao “depinning” termicamente ativado dos vórtices.

É interessante observar que o ajuste de equações envolvendo leis de potência é bastante sensível ao valor de T_c . Variações pequenas na T_c podem modificar radicalmente a qualidade do ajuste, por isto nunca utilizamos a T_c da amostra como variável livre.

5 YBa₂Cu₃O_{7-δ} Texturizado por Fusão

5.1 Introdução

O YBa₂Cu₃O_{7-δ} foi o primeiro cuprato supercondutor com temperatura crítica da ordem de 100 K a ser sintetizado [61]. Sua estrutura química, assim como a dos demais óxidos supercondutores de alta temperatura crítica, é constituída de planos de CuO₂ separados por camadas de outros elementos. Devido à importância dos planos de CuO₂ estes compostos são comumente chamados de cupratos supercondutores. No YBa₂Cu₃O_{7-δ}, figura (5.1), temos 2 planos de CuO₂ separados por átomos de Y e uma camada contendo átomos de Cu, Ba e O entre as camadas duplas de CuO₂ separadas pelo Y. Acredita-se que a supercondutividade ocorra predominantemente nestes planos de CuO₂, com as demais camadas fornecendo os portadores de carga e mecanismos de acoplamento necessários à supercondutividade [67]. A estrutura cristalográfica do YBa₂Cu₃O_{7-δ} é ortorrômbica, com o plano **ab** cristalográfico coincidindo com os planos de CuO₂ [64], figura (5.1).

A substituição do Y por outros elementos das terra-raras dá origem a uma família de supercondutores com propriedades similares as do YBa₂Cu₃O_{7-δ}. O YBa₂Cu₃O_{7-δ}, assim como os demais componentes da sua família, têm propriedades elétricas, magnéticas e supercondutoras fortemente anisotrópicas. Contudo, sua anisotropia não é tão severa quanto a das famílias de supercondutores baseados no Bi, Tl e Hg [68]. A anisotropia, no YBa₂Cu₃O_{7-δ}, ocorre na direção dos 3 eixos cristalográficos, porém as propriedades supercondutoras variam fortemente apenas na direção do principal eixo de anisotropia, o

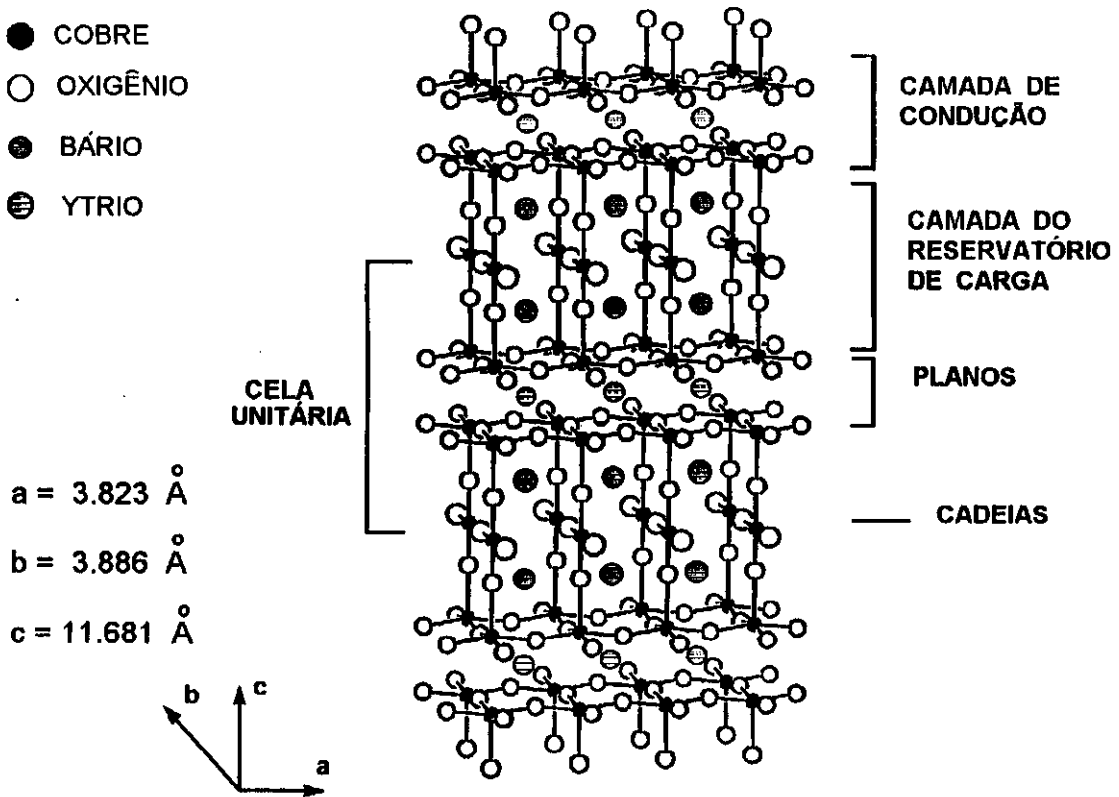


Figura (5.1) Estrutura química do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ mostrando as camadas de condução alternadas com camadas que funcionam como reservatórios de carga. As camadas de condução consistem de 2 planos de CuO_2 separados por átomos de Y. Os reservatórios de carga consistem de cadeias de CuO_x estendidas ao longo da direção b. O oxigênio contido nas cadeias de CuO_x varia entre 0 a 1.

eixo c, e pode-se considerá-la como uniaxial na maioria das situações, com um fator de anisotropia de massa, $\varepsilon = (m_{ab}/m_c)^{1/2} \approx 1/5$ [69, 70].

O $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ é um supercondutor de κ (parâmetro de Ginzburg Landau) elevado, $\kappa \approx 80$ [71], com um ξ (comprimento de coerência) pequeno, $\xi_{ab} \approx 16 \text{ \AA}$ [72], e λ (profundidade de penetração de campo) elevada, $\lambda_{ab} \approx 1400 \text{ \AA}$ [70, 73]. O κ elevado deste material, juntamente com a sua forte anisotropia e alta temperatura crítica, faz com que as flutuações térmicas influenciem fortemente seu comportamento supercondutor [74].

A origem da linha de irreversibilidade no $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$, assim como nos demais supercondutores, ainda é uma questão controversa. Estudos recentes em monocristais sem maclas (untwined) relacionaram a linha de irreversibilidade no $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ a uma transição de fase de primeira ordem, onde a rede de vórtices se funde em um líquido de vórtices [14, 21]. Esta transição de fase foi detectada pelo aparecimento de histerese nas

curvas de resistividade vs. temperatura destes monocristais. Estudos similares, desenvolvidos por Kwok e colaboradores [14] em amostras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ contendo uma quantidade crescente de centros de “pinning” desordenados (quenched disorder), mostraram que, embora a histerese relacionada com a transição de primeira ordem tenda a desaparecer com o aumento da desordem, a linha de irreversibilidade nas amostras com maior grau de desordem ainda está relacionada com a fusão da rede de vórtices.

Recentemente Schiling e colaboradores [12] aplicaram à linha de irreversibilidade de um monocristal de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sem maclas, um modelo desenvolvido por Blatter e Ivlev [13], no qual considera-se o efeito de flutuações quânticas na fusão da rede de vórtices. Este modelo ajustou-se melhor aos dados da linha de irreversibilidade do que o da fusão da rede devida somente a flutuações térmicas. Posteriormente Blatter e Ivlev [13], aplicaram este mesmo modelo aos dados de Safar e colaboradores para a linha de irreversibilidade de monocristais sem maclas, obtidos a partir da histerese térmica nas medidas de resistividade, obtendo também uma excelente concordância.

O principal objetivo deste estudo, utilizando uma amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ policristalino texturizado, foi verificar a relevância das flutuações quânticas na fusão da rede de vórtices de amostras com um grau de desordem (quenched disorder) elevado [15]. Isto foi feito ajustando-se a equação para a fusão da rede com correções quânticas desenvolvida por Blatter e Ivlev [13] à linha de irreversibilidade obtida para esta amostra. Discutimos também o resultado do ajuste da equação de Houghton e colaboradores [9] para a fusão da rede de vórtices, devida apenas a flutuações térmicas, e das leis de potência relacionadas com os modelos de vidro de vórtices e “depinning” termicamente ativado.

5.2 Temperatura crítica e campo crítico superior

Para analisar a origem da linha de irreversibilidade necessitamos conhecer a temperatura crítica de campo médio, $T_c(H)$. No caso do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, as flutuações na região de transição têm caráter tridimensional e podem ser descritas pela teoria de flutuações de Ginzburg Landau para um sistema 3D [74, 75]. Ullah e Dorsey [76] obtêm no limite de campos elevados, leis de escala para várias quantidades termodinâmicas e de transporte. A lei de escala para a magnetização pode ser escrita como [75]:

$$\frac{M}{(TH)^{2/3}} = F \left\{ \frac{T - T_c(H)}{(TH)^{2/3}} \right\} \quad (5.1)$$

onde F é uma função de escala. Esta lei de escala faz com que a região reversível próxima ao início da transição diamagnética das curvas M vs. T , tomadas em diferentes campos, colapsem em uma única curva quando traçadas em um gráfico de $M/(TH)^{2/3}$ em função de $(T - T_c(H))/(TH)^{2/3}$. O expoente $2/3$ que aparece no termo (TH) da equação está relacionado com o caráter tridimensional das flutuações. No caso bidimensional este expoente é substituído por $1/2$.

A figura (5.2a) mostra a região reversível das curvas de M vs. T , para campos de 10 a 45 kOe, aplicados paralelamente ao eixo c médio da amostra, após a subtração das contribuições à magnetização do estado normal e do suporte da amostra. Todas as curvas se cruzam em um mesmo ponto a 89.9 K. Este cruzamento é um marca característica do efeito das flutuações supercondutoras [75]. Na figura (5.2a) temos as curvas M_{rem} e M_{fcw} , para cada campo, mostrando a reversibilidade da magnetização.

Na figura (5.2b) aplicamos a lei de escala para as curvas M vs. T da figura (5.2a), mostrando que estas convergem razoavelmente bem para uma única curva no gráfico de $M/(TH)^{2/3}$ vs. $(T - T_c(H))/(TH)^{2/3}$. Ao ajustar a lei de escala aos dados utilizamos $T_c(H)$ como parâmetro livre, considerando-se a seguinte forma linear:

$$T_c(H) = T_{co} + \frac{H}{dH_{c2}/dT} \quad (5.2)$$

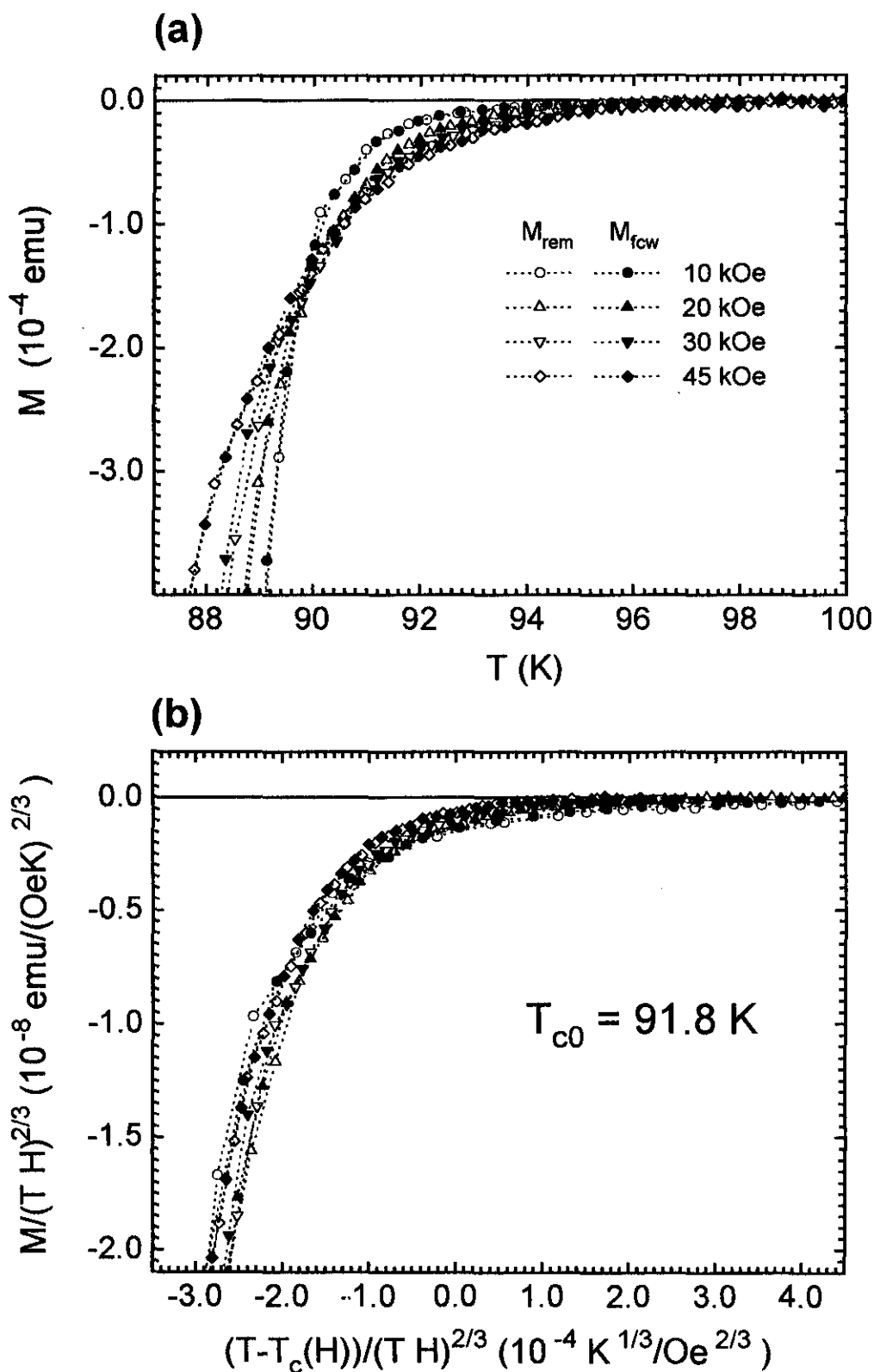


Figura (5.2)

a) Curvas M vs. T da amostra YMT, com as contribuições do estado normal já descontadas, mostrando o cruzamento que ocorre em $T \approx 89.9 \text{ K}$. b) Resultado da aplicação da lei de escala para flutuações nas curvas de M vs. T , mostrando que estas convergem para aproximadamente uma mesma curva. A região mostrada nesta figura é aproximadamente a mesma mostrada na figura (a).

onde: T_{c0} é a temperatura crítica de campo médio a campo magnético zero e dH_{c2}/dT é a inclinação do campo crítico superior. Esta forma linear para $T_c(H)$ equivale a aproximação linear para $H_{c2}(T)$, eq. (4.1), com $dH_{c2}/dT \equiv -H_{c2}^*/T_c^*$. O melhor ajuste da lei de escala foi obtido com $T_{c0} = 91.8$ K e $dH_{c2}/dT = -1.9 \cdot 10^4$ Oe/K, figura (5.2b). Estes valores para dH_{c2}/dT e T_{c0} são comparáveis aos valores usuais encontrados na literatura para monocristais $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ de boa qualidade [72, 77, 12, 13, 75]. Entretanto, a dispersão dos pontos em torno da curva média, na figura (5.2b), é maior do que a que ocorre em monocristais [74, 75]. Provavelmente isto ocorre devido ao fato de que o eixo c dos diferentes grãos da amostra YMT não estarem perfeitamente alinhados com o campo magnético. $T_c(H)$ depende da orientação do campo em relação ao eixo c [72].

Numa primeira abordagem do problema havíamos obtido $T_c(H)$ a partir da extrapolação linear do trecho reversível das curvas de M vs. T , figura (5.3), seguindo o mesmo procedimento [72] utilizado anteriormente com as amostras de Nb. O ajuste da aproximação linear para $T_c(H)$, eq. (5.2), aos dados assim obtidos, resultou em $T_{c0}^* = 90.6$ K e no mesmo valor para dH_{c2}/dT . Na figura (5.4) temos as linhas de $T_c(H)$ obtidas a partir da lei de escala para flutuações e pela extrapolação linear dos dados, com o eixo c

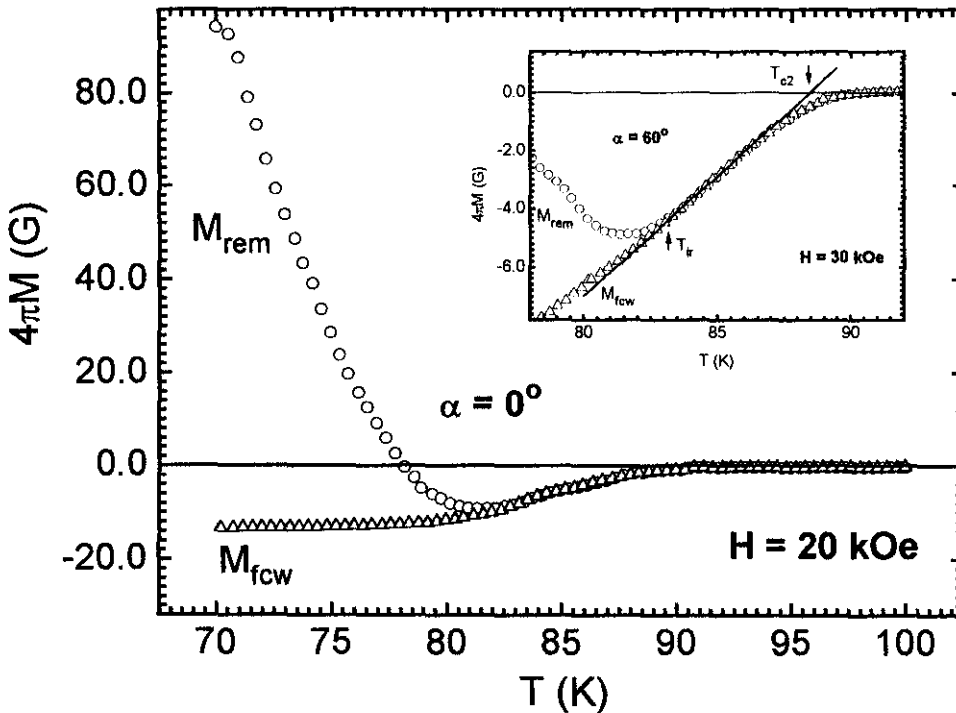


Figura (5.3) Curvas de M vs. T típicas, para a amostra YMT, tomadas com $H=20$ kOe e $H // c$, mostrando as curvas M_{rem} e M_{fcw} . Na inserção temos uma curva ampliada, tomada com $H=30$ kOe e fazendo um ângulo de 60° como o eixo c da amostra. Na inserção também são mostrados os critérios para T_{ir} e T_{c2} .

médio da amostra orientado paralelamente ao campo. Da figura (5.4) podemos observar que apesar do critério de extrapolação linear não permitir o acesso aos valores da temperatura crítica de campo médio, permite obter valores de dH_{c2}/dT similares aos obtidos por meio da lei de escala de flutuações.

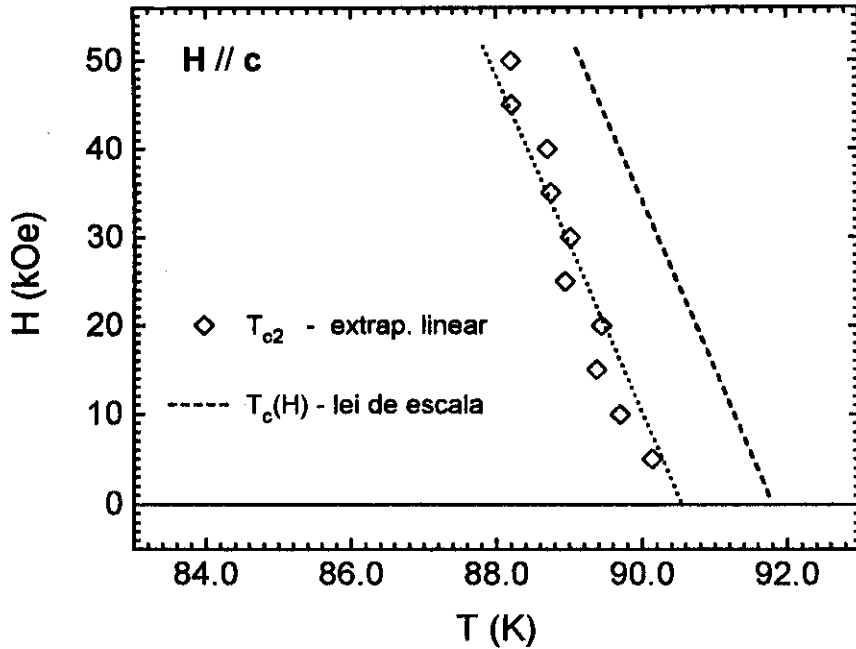


Figura (5.4) Diagrama H vs. T , para a amostra YMT, mostrando o deslocamento da linha $H_{c2}(T)$ para temperaturas mais elevadas, como resultado do ajuste da lei de escala para flutuações do parâmetro de ordem (ver seção 5.2).

5.3 Linha de irreversibilidade

A linha de irreversibilidade na amostra YMT foi obtida a partir de medidas de M vs. T , tomadas em um magnetômetro SQUID. O ponto de irreversibilidade, T_{ir} , foi tomado no ponto de união das curvas e M_{fcw} (ver item 3.5), onde tem início o trecho reversível, figura (5.3). A curva M_{rem} é tomada resfriando-se a amostra a partir de 100 K em um campo elevado (tipicamente 50 kOe) até 10 K onde o campo é reduzido para o campo H de medida. A amostra é então aquecida até 70 K e inicia-se a medida da $M_{rem}(T)$ durante o aquecimento lento da amostra, com um $\Delta T=0.4$ K. Este método é similar ao descrito por Schilling e colaboradores na ref. [78]. A curva M_{fcw} é tomada imediatamente após a M_{rem} , resfriando-se a amostra a partir de 100 K com o campo H aplicado até 70 K, onde inicia-se a medida da $M_{fcw}(T)$ durante o aquecimento lento da amostra. Todos os pontos foram tomados com um comprimento de varredura (scan length) de 3.0 cm e o seu

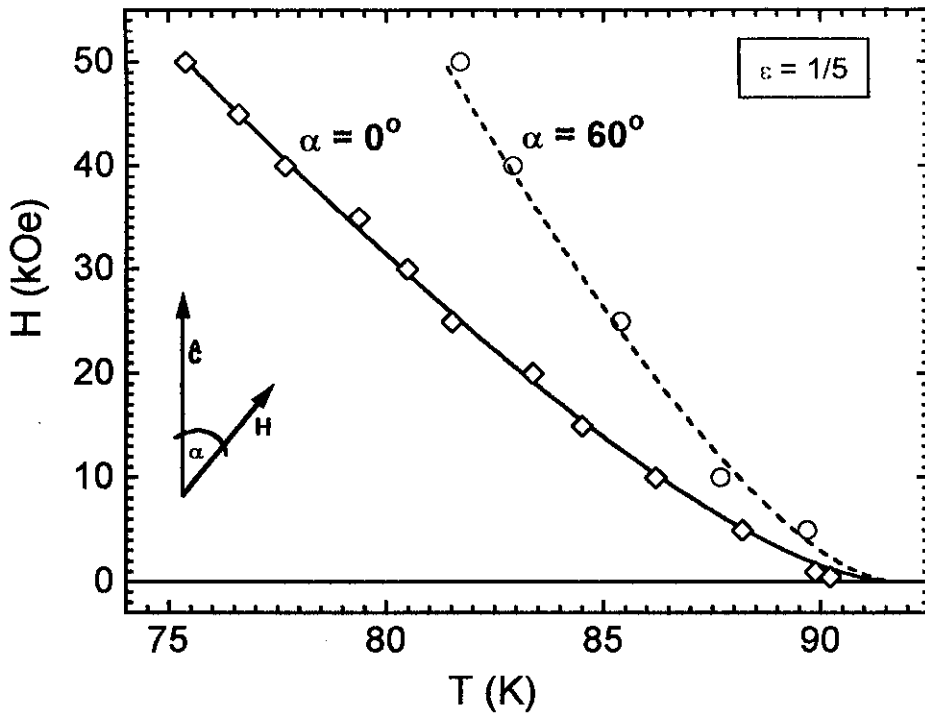


Figura (5.5) Diagrama H vs. T para amostra YMT, mostrando os dados da linha de irreversibilidade para $\alpha=0^\circ$ ($H//c$) e $\alpha=60^\circ$. A linha cheia ($\alpha = 0^\circ$) e a tracejada ($\alpha = 60^\circ$) representam os ajustes da equação de fusão com correções quânticas, de acordo com a equação (5.3).

valor é uma média de 2 varreduras. Foi considerado como ponto de união das curvas M_{rem} e M_{fcw} o ponto onde a diferença entre estas era menor que o desvio padrão da média das varreduras (ver item 3.2.1).

A linha de irreversibilidade tomada com o campo paralelo ao eixo c da amostra YMT é mostrada na figura (5.5) juntamente com a linha de irreversibilidade obtida com o campo magnético inclinado de um ângulo de 60° em relação ao eixo c da amostra. É interessante observar que a linha de irreversibilidade para a amostra texturizada está deslocada para temperaturas menores em relação a linha de irreversibilidade de monocristais sem maclas, como seria esperado devido ao maior grau de desordem (quenched disorder) presente nesta amostra [13, 14]. Por exemplo para $H=50$ kOe temos $T_{ir} \approx 75.5$ K ao invés de $T_{ir} \approx 81.0$ K como observado para monocristais sem maclas [21].

5.4 Interpretação da linha de irreversibilidade

5.4.1 Fusão da rede de vórtices

Um dos principais resultados deste estudo da linha de irreversibilidade da amostra YMT foi verificação da relevância das flutuações quânticas na fusão da rede de vórtices em uma amostra com um grau de desordem elevado. Esta análise foi feita ajustando-se a equação (2.32) para a fusão da rede devido exclusivamente a flutuações térmicas, desenvolvida por Houghton e colaboradores [9], e a equação (2.37) para a fusão da rede com correções quânticas desenvolvida por Blatter e Ivlev [13], à linha de irreversibilidade obtida para a amostra YMT.

O ajuste da equação (2.32) foi realizado de maneira autoconsistente, seguindo o mesmo procedimento utilizado anteriormente para as amostras de Nb (ver seção 4.2.2) e tendo como único parâmetro livre a constante de Lindemann, c_L . Para calcular a temperatura (t) e campo (b) reduzidos utilizamos o resultado da temperatura crítica de campo médio, T_{c0} , obtido do ajuste da lei de escala para flutuações do parâmetro de ordem (seção 5.2), ou seja, $T_c(0) = T_{c0} = 91.8$ K e $H_{c2}(0) = (dH_{c2}/dT)T_{c0} = 1.74 \times 10^6$ Oe. O número de Ginzburg utilizado na equação (2.32) foi $G_i \approx 1.06 \times 10^{-9} T_{c0}^2 \kappa^4 / [H_{c2}(0) \varepsilon^2] \approx 5.3 \times 10^{-3}$, calculado considerando-se os valores de campo médio para T_{c0} e $H_{c2}(0)$, $\kappa = 80$ e $\varepsilon = 1/5$. Para obter um bom ajuste da equação (2.32) tivemos que nos limitar a região de baixos campos. O melhor ajuste foi obtido para $H \leq 20$ kOe com uma $c_L = 0.20$, figura (5.6). O fato do ajuste ter sido bom apenas para campos baixos é consistente com a previsão de que as flutuações quânticas tornam-se mais importantes em campos mais elevados [13].

Em temperaturas próximas a T_{c0} a equação (2.32) pode ser simplificada em uma equação quadrática, eq. (2.33), na variável $(1-t)/t$, que aparece como variável natural em uma aproximação da eq. (2.32) [13]. Esta equação permite um bom ajuste dos dados experimentais para $H \leq 10$ kOe com a mesma $c_L = 0.20$ obtida do ajuste da equação completa, figura (5.6). Ou seja, a equação (2.33) descreve bem a linha de irreversibilidade apenas em campos bem baixos.

O ajuste da equação para a fusão da rede com correções devido a flutuações quânticas, eq. (2.37), foi muito bom em todo o intervalo de campo medido. O melhor ajuste, figura (5.6), foi obtido com $c_L = 0.24$ e $\nu \approx 4$. Estes valores obtidos para c_L e ν concordam quantitativamente com a análise realizada por Blatter e Ivlev [13], para a linha de irreversibilidade de monocristais de YBCO sem maclas. Na equação (2.37) foram utilizados os mesmos valores para T_{c0} , $H_{c2}(T)$, κ e ε que no ajuste anterior, e também $K_F = 0.17 \text{ \AA}^{-1}$ [13].

No desenvolvimento da equação (2.37) é utilizada uma aproximação da equação (2.32) que na ausência de correções quânticas leva à equação (2.35), que é uma forma fechada para a equação de fusão devido apenas a flutuações térmicas (ver discussão no

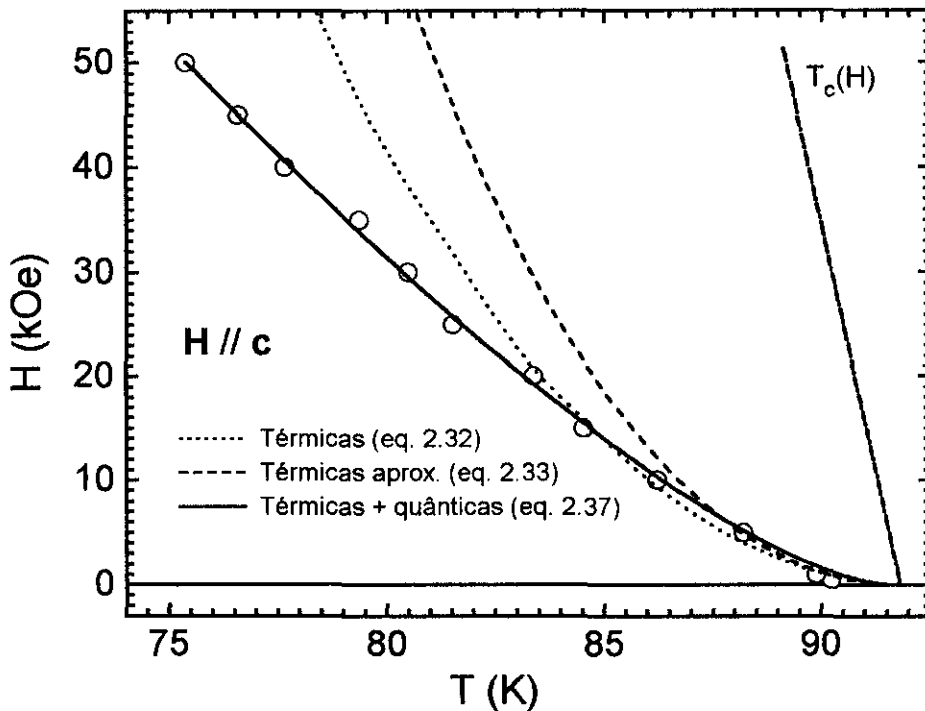


Figura (5.6) Diagrama H vs. T para a amostra YMT, mostrando os dados da linha de irreversibilidade e os ajustes das equações (2.32), (2.37) e (2.33) juntamente com a linha de $T_c(H)$ obtida a partir da lei de escala para flutuações do parâmetro de ordem.

item 2.4.2). Ajustamos a equação (2.35) à linha de irreversibilidade e obtivemos a mesma constante de Lindemenn já obtida no ajuste autoconsistente da equação (2.32), ou seja, a equação (2.35) é uma boa aproximação da equação (2.32) com a vantagem de ser uma forma fechada desta.

Para um teste adicional da hipótese de fusão da rede de vórtices, obtivemos a linha de irreversibilidade com o campo magnético fazendo um ângulo de 60° com o eixo c médio da amostra. Utilizamos a seguinte lei de escala [79, 80] para corrigir os efeitos da anisotropia na linha de fusão da rede de vórtices:

$$B_m(\alpha, T) = \frac{B_m(0, T)}{\sqrt{\varepsilon^2 \sin^2(\alpha) + \cos^2 \alpha}} \quad (5.3)$$

onde α é o ângulo entre o campo magnético H e o eixo c da amostra e ε é o fator de anisotropia de massa. Utilizando a equação (5.3), com $\varepsilon = 1/5$ e $B_m(0, T)$ dado pela equação (2.37) com os parâmetros c_L e ν obtidos do ajuste da linha de irreversibilidade obtida com $H // c$, obtivemos um ajuste perfeito aos dados da linha de irreversibilidade H fazendo um ângulo de 60° com o eixo c , linha tracejada na figura (5.5). A verificação da lei de escala (5.3), sem o uso de nenhum parâmetro livre, mostra a consistência da análise da linha de irreversibilidade desta amostra como sendo devida à fusão de rede [80].

5.4.2 Leis de potência

O estudo da linha de irreversibilidade teve início nos novos cupratos supercondutores com a observação de Müller, Takashige e Bednorz [1] de que o trecho reversível extenso, apresentado pelas curvas de magnetização do La_2BaCuO_{4-y} policristalino, dava origem a uma linha bem definida no diagrama H vs. T . Eles relacionaram a linha de irreversibilidade obtida para o La_2BaCuO_{4-y} com uma transição de fase, similar à transição que ocorre entre o estado de vidro de “spin” e o de líquido de “spin”, em vidros de “spin” magnéticos. Mostraram também que o comportamento desta linha de irreversibilidade era similar ao da linha de “de Almeida-Thouless” [1], derivada da teoria de vidros de “spin” magnéticos. O teste deste modelo resumia-se ao ajuste da seguinte lei de potências:

$$H = \alpha(1-t)^n \quad (5.4)$$

onde $t=T/T_c$, α é um fator de proporcionalidade e $n=3/2$.

Yeshurun e Malozemoff [2] observaram que a linha de irreversibilidade de um monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, obtida com o campo paralelo ao eixo c , seguia esta mesma lei de potências com expoente $3/2$, porém eles interpretaram esta linha como sendo devida ao “depinning” termicamente ativado dos fluxóides.

No modelo de vidro de vórtices [46] a linha de irreversibilidade é interpretada como sendo devida a fusão de uma fase de vidro de vórtices para uma fase de líquido de vórtices. Espera-se que a linha de irreversibilidade tenha a forma da equação (5.3), com um expoente $4/3$ [45, 46, 81].

Para temperaturas muito próximas a $T_c(H)$ a equação para a fusão da rede de vórtices, devida a Houghton e colaboradores [9], também pode ser representada de forma simplificada pela equação (5.4) com expoente $n=2$.

Na figura (5.7) mostramos diferentes ajustes da equação (5.4) à linha de irreversibilidade, obtida para a amostra YMT com o campo paralelo ao eixo c , utilizando o $T_c = T_{c0} = 91.8$ K, para os expoentes $3/2$, $4/3$ e 2 . Pode-se observar que apenas o

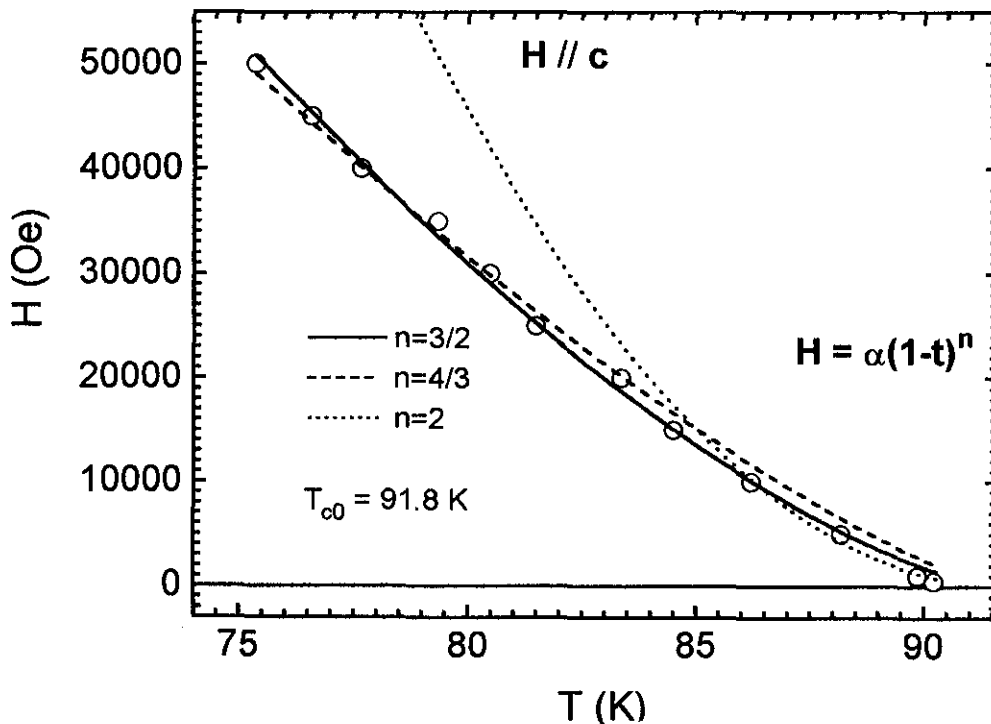


Figura (5.7) Diagrama H vs. T , para a amostra YMT, mostrando a dados da linha de irreversibilidade e os ajustes das diferentes leis de potência.

expoente $3/2$ fornece um bom ajuste para a equação (5.4). Na verdade, se utilizarmos o expoente n como parâmetro livre o melhor ajuste é obtido para $n = 1.47$.

É sabido que, em amostras de $YBa_2Cu_3O_{7-8}$, a lei de potências com expoente $3/2$, sempre se ajusta bem aos dados para a linha de irreversibilidade em campos baixos [2, 12, 13,78]. Porém temos dois modelos, que propõe origens complementemente distintas para linha de irreversibilidade, que conduzem a mesma lei de potências com expoente $3/2$. Isto que mostra que o simples ajuste de uma lei de potências não é conclusivo [13], são necessários testes adicionais que mostrem a consistência do modelo.

5.5 Discussão dos Resultados

O modelo de fusão da rede de vórtices devido a flutuações térmicas e quânticas descreve muito bem a linha de irreversibilidade obtida para a amostra YMT. Os valores encontrados para a constante de Lindemann, $c_L = 0.24$, e $\nu \approx 4$, concordam com os valores obtidos por Blatter e colaboradores para a linha de irreversibilidade de monocristais sem maclas de $YBa_2Cu_3O_{7-8}$, apesar da linha de irreversibilidade estar deslocada para temperaturas mais baixas em relação a estes monocristais. Este deslocamento da linha de irreversibilidade é esperado, devido ao grau de desordem presente nesta amostra.

A equação da fusão da rede de vórtices devida apenas a flutuações térmicas ajustou-se bem os dados experimentais para campos baixos, $H \leq 20$ kOe, com $c_L = 0.20$, menor que o valor obtido no ajuste da equação com correções quânticas. A simplificação da equação completa para fusão da rede de vórtices, considerando apenas flutuações térmicas, descreve os dados da linha de irreversibilidade apenas para $H \leq 10$ kOe. A lei de potência, considerando a variável $(I - t)$ e com expoente $n = 2$, que foi muito utilizada no passado como teste para a interpretação da linha de irreversibilidade como sendo devida a fusão da rede de vórtices, também descreve os dados da linha de irreversibilidade apenas para $H \leq 10$ kOe.

Finalmente, o fato de que a linha de irreversibilidade obtida com o campo magnético fazendo um ângulo de 60° com o eixo c da amostra tenha seguido a lei de escala angular, sem nenhum parâmetro livre, mostra a consistência dos nossos dados e da nossa interpretação.

6 Conclusões

Neste trabalho foi feito o estudo da linha de irreversibilidade em supercondutores convencionais de baixo κ e no cuprato supercondutor YBCO. Estes dois tipos de supercondutores representam casos bastante distintos. Concluímos que a origem da linha de irreversibilidade é diferente nos dois casos: no caso dos supercondutores convencionais de baixo κ a linha de irreversibilidade provavelmente é devida ao "depinning" termicamente ativado dos vórtices; no caso do YBCO a origem da linha de irreversibilidade provavelmente tem origem na fusão da rede de vórtices, devido a flutuações térmicas e quânticas. Isto mostra que não devemos esperar que um único modelo explique a origem da linha de irreversibilidade em todos os supercondutores.

Resumindo, as conclusões a que chegamos analisando a linha de irreversibilidade das amostras de supercondutores convencionais de baixo κ (Nb e Nb-O) foram as seguintes:

- A equação de fusão da rede de vórtices devido a flutuações térmicas ajusta bem os dados da linha de irreversibilidade de ambas as amostras, porém com uma constante de Lindemann irrealisticamente baixa.
- A linha de irreversibilidade para estas amostras também é muito bem ajustada pela seguinte equação $B(T) \approx A(1-T/T_c)^n$, que considera o "depinning" termicamente ativado da rede de vórtices.
- O valor do expoente " n " obtido a partir dos dados de corrente crítica tem uma boa concordância com o obtido através do ajuste à linha de irreversibilidade. A diferença

entre os valores é menor do que 20% para a amostra Nb-3 e menor do que 10% para a amostra Nb-O.

- A hipótese de que a linha de irreversibilidade neste caso seja devida ao "depinning" termicamente ativado é a mais provável.

Para o caso da amostra de YBCO texturizado, nossas conclusões foram as seguintes:

- A equação de fusão da rede de vórtices, com correções devido a flutuações quânticas, ajustou-se muito bem à linha de irreversibilidade, tanto nas medidas realizadas com o campo magnético paralelo ao eixo *c* médio da amostra quanto nas realizadas com campo inclinado de 60° em relação ao eixo *c*.
- Os valores obtidos para a constante de Lindemann e para o parâmetro ν (associado com as correções quânticas) são muito próximos aos valores obtidos por outros autores para monocristais sem maclas, apesar da linha de irreversibilidade em nosso caso estar deslocada para temperaturas mais baixas em relação a linha de irreversibilidade de monocristais sem maclas. Daí concluímos que a fusão da rede de vórtices é pouco afetada pela desordem induzida pelos defeitos da rede cristalina, ao menos na região de campos moderadamente baixos ($H < 50$ kOe) e temperaturas elevadas ($t > 0.8$) estudados aqui.
- A equação de fusão da rede de vórtices, considerando apenas flutuações térmicas, ajustou bem aos dados da linha de irreversibilidade desta amostra apenas na região de $H < 20$ kOe. Este é um resultado consistente, uma vez que é esperado que as flutuações quânticas sejam mais relevantes em temperaturas menores e consequentemente campos maiores.
- A linha de irreversibilidade obtida com o eixo *c* da amostra inclinado 60° em relação ao campo magnético foi ajustada pela equação de fusão da rede de vórtices com correções quânticas sem nenhum parâmetro livre, o que confirma a consistência desta análise e dos próprios dados experimentais.

Finalmente, vale a pena salientar que tanto no caso dos supercondutores convencionais quanto no do YBCO a temperatura crítica da amostra não foi utilizada como um parâmetro de ajuste. No caso dos supercondutores convencionais obtivemos

$T_c(H)$ (equivalente a $H_{c2}(T)$) utilizando a extrapolação do trecho linear reversível das curvas de magnetização. No caso do YBCO obtivemos $T_c(H)$ a partir de uma análise usando uma lei de escala para flutuações 3D do parâmetro de ordem supercondutor.

Referências

- [1] K. A. Müller, M. Takashige, and J. G. Bednorz, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 1143 (1987)
- [2] Y. Yeshurun and A. P. Malozemoff, *Phys. Rev. Lett.* **60**, 2202 (1988)
- [3] M. Suenaga, A. K. Ghosh, Y. Xu, and D. O. Welch, *Phys. Rev. Lett.* **66**, 1777 (1991)
- [4] W. Y. Shi, C. Ebner e D. Stroud, *Phys. Rev. B* **30**, 134 (1984)
- [5] M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 1415 (1989)
- [6] P. H. Kes, J. Aarts, J. van den Berg, C. J. van der Beek and J. A. Mydosh, *Supercond. Sci. Technol.* **1**, 242 (1989)
- [7] T. Matsushita, T. Fujioshi, K. Toko, and K. Yamafuji, *Appl. Phys. Lett.* **56**, 2039 (1990)
- [8] D. R. Nelson, *Phys. Rev. Lett.* **60**, 1973 (1988)
- [9] A. Houghton, R. A. Pelcovitz, and A. Sudbø, *Phys. Rev. B* **40**, 6763 (1989)
- [10] G. Blatter and B. I. Ivlev, *Phys. Rev. Lett.* **70**, 2621 (1993)
- [11] M. F. Schmidt, N. E. Israeloff, and A. M. Goldman, *Phys. Rev. Lett.*, 2162 (1993)
- [12] A. Schilling, R. Jin, J. D. Guo, H. R. Ott, I. Tanaka, and H. Kojima, *Physica B* **194-196**, 1555 (1994)
- [13] G. Blatter and B. I. Ivlev, *Phys. Rev. B* **50**, 10272 (1994)
- [14] W. K. Kwok, J. Fendrich, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey, and G. W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1088 (1994)
- [15] R. de Andrade Jr. and O. F. de Lima, *Phys. Rev. B* **51**, 9383 (1995)
- [16] O. F. de Lima e R. de Andrade Jr., aceito para publicação no *Physica C* (em 04/95)
- [17] C. Ebner and A. Stroud, *Phys. Rev. B* **31**, 165 (1985)
- [18] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, and V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66**, 1125 (1994)
- [19] D. R. Nelson and H. S. Seung, *Phys. Rev. B* **39**, 9153 (1989)
- [20] E. H. Brandt, *Phys. Rev. Lett.* **63**, 1106 (1989)
- [21] H. Safar, P. L. Gammel, D. A. Huse, D. J. Bishop, W. C. Lee, J. Giapintzakis, and D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. Lett.* **70**, 3800 (1993)
- [22] M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", McGraw-Hill, New York (1975)
- [23] A. A. Abrikosov, *Sov. Phys. JEPT* **5**, 1174 (1957)
- [24] U. Essmann and H. Träube, *Phys. Lett.* **24A**, 526 (1967)
- [25] G. J. Dolan, G. V. Chandrashekar, T. R. Dinger, G. Feild, and F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 827 (1989)

- [26] R. Cubitt, E. M. Forgan, G. Yang, S. L. Lee, D. Mac Paul, H. A. Mook, M. Yethiraj, P. H. Kes, T. W. Li, A. A. Menovsky, Z. Tarnawsky, and K. Mortensen, *Nature* **365**, 407 (1993)
- [27] C. P. Bean, *Phys. Rev. Lett.* **8**, 250 (1962)
- [28] A. M. Campbell and J. E. Evetts, *Adv. Phys.* **21**, 199 (1972)
- [29] C. P. Bean, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 31 (1964)
- [30] P. W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.* **9**, 309 (1962)
- [31] P. W. Anderson and Y. B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 39 (1964)
- [32] M. R. Beasley, R. Labusch, and W. W. Webb, *Phys. Rev.* **181**, 682 (1969)
- [33] E. H. Brandt, *Supercond. Sci. Technol.* **5**, 25 (1992)
- [34] R. Labusch, *Crystal Latt. Def.* **1**, 1 (1969)
- [35] T. Matsushita, E. S. Otabe, M. Kiuchi, B. Ni, T. Hikata, and K. Sato, *Physica C* **201**, 151 (1992)
- [36] T. Matsushita, *Physica C* **214**, 100 (1993)
- [37] J. M. Graybeal and M. R. Beasley, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 173 (1986)
- [38] P. L. Gammel, A. F. Hebard, and D. J. Bishop, *Phys. Rev. Lett.* **60**, 144 (1988)
- [39] P. Berghuis, A. L. F. van der Slot, and P. H. Kes, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 2583 (1990)
- [40] L. I. Glazman and A. E. Koshelev, *Phys. Rev. B* **43**, 2835 (1991)
- [41] E. H. Brandt, *J. Low Temp. Phys.* **26**, 709 (1977); **26**, 735 (1977); **28**, 263 (1977); **28**, 291 (1977)
- [42] E. H. Brandt, *Physica C* **195**, 1 (1992)
- [43] R. L. de Almeida and D. J. Thouless, *J. Phys. A* **11**, 983 (1978)
- [44] A. I. Larkin and Yu. N. Ovchinnikov, *J. Low Temp. Phys.* **34**, 409 (1979)
- [45] D. J. Bishop, P. L. Gammel, D. A. Huse, and C. A. Murray, *Science* **255**, 165 (1992)
- [46] D. S. Fisher, M. P. A. Fisher e D. S. Huse, *Phys. Rev. B* **43**, 130 (1991)
- [47] D. A. Huse, M. P. Fisher e D. S. Fisher, *Nature* **358**, 553 (1992)
- [48] MPMS System Manual, Quantum Design, Inc., San Diego, CA, USA (1990)
- [49] F. J. Blunt, A. R. Perry, A. M. Campbell, and R. S. Liu, *Physica C* **175**, 539 (1991)
- [50] W. M. Lee, Y. T. Huang, S. W. Lu, K. Chen, and P. T. Wu, *Solid State Comm.* **74**, 97 (1990)
- [51] C. J. van der Beek, Ph.D. Thesis, Leiden University, The Netherlands (1992)
- [52] R. B. Goldfarb, M. Lelethal, and C. A. Thompson, in "Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems", edited by R. A. Hein, T. L. Francavilla, and D. H. Liebenberg, Plenum Press, New York (1992)
- [53] R. Andrade Jr., M. A. Avila, S. P. de Campos, and O. F. de Lima, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **3**, 1243 (1993)
- [54] O. F. de Lima, R. Andrade Jr., and M. A. Avila, *Physica B* **194-196**, 1807 (1994)
- [55] W. DeSorbo, *Phys. Rev.* **132**, 107 (1963)
- [56] C. C. Koch, J. A. Scarbrough, and D. M. Kroeger, *Phys. Rev. B* **9**, 888 (1974)
- [57] C. Meingast and D. C. Larbalestier, *J. Appl. Phys.* **66**, 5971 (1989)
- [58] J. E. Evetts and J. M. Awade, *J. Phys. Chem. Solids* **31**, 973 (1970)
- [59] O. F. de Lima, Tese de Doutorado, Instituto de Física "Gleb Wataghin, Unicamp (1981)
- [60] B. D. Cullity, *Elements of X-Ray diffraction*, Addison Wesley, Reading, Massachusetts, 2nd ed. (1978)

- [61] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang and C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 508 (1987)
- [62] K. Salama, V. Sevamanickam, L. Gao, and K. Sun, *Appl. Phys. Lett.* **54**, 2352 (1989)
- [63] D. Shi, J. G. Chen, S. Salem-Sugui Jr., and K. Goretta, *Physica C* **185-189**, 2329 (1991)
- [64] R. J. Cava, B. Batlogg, R. B. van Dover, D. W. Murphy, S. Sunshine, T. Siegrist, J. P. Remeika, E. A. Rietman, S. Zahurak, and G. P. Espinosa, *Phys. Rev. Lett.* **58**, 1676 (1987)
- [65] J. A. Xia, H. T. Ren, Y. Zhao, C. Andrikidis, P. R. Munroe, H. K. Liu, and S. S. Dou, *Physica C* **215**, 152 (1993)
- [66] J. R. Clem and Z. Hao, *Phys. Rev. B* **48**, 13774 (1993)
- [67] J. D. Jorgensen, *Physics Today* **44**, 34 (1991)
- [68] Z. J. Huang, Y. Y. Xue, R. L. Meng, and C. W. Chu, *Phys. Rev. B* **49**, 4218 (1994)
- [69] D. E. Farrel, C. M. Williams, S. A. Wolf, N. P. Bansal, and V. G. Kogan, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2805 (1988)
- [70] D. R. Harshman, L. F. Schneemeyer, J. V. Waszczak, G. Aeppli, R. J. Cava, B. Battlogg, L. W. Rupp, E. J. Ansaldo, and D. L. Williams, *Phys. Rev. B* **39**, 851 (1989)
- [71] M. B. Salamon and J. Bardeen, *Phys. Rev. Lett.* **59**, 2615 (1987)
- [72] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, and J. Z. Liu, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 1908 (1989)
- [73] L. Krusin-Elbaum, R. L. Greene, F. Holtzberg, A. P. Malozemoff, and Y. Yeshurun, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 217 (1989)
- [74] U. Welp, S. Fleshler, W. K. Kwok, R. A. Klemm, V. M. Vinokur, J. Downey, B. Veal, and G. W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett.* **67**, 3180 (1991)
- [75] U. Welp, S. Fleshler, W. K. Kwok, J. Downey, G. W. Crabtree, H. Claus, A. Erb, and G. Müller-Vogt, *Phys. Rev. B* **47**, 12369 (1993)
- [76] S. Ullah and A. T. Dorsey, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 2066 (1990); *Phys. Rev. B.* **44**, 262 (1991)
- [77] H. Safar, P. L. Gammel, D. A. Huse, D. J. Bishop, J. P. Rice, and D. M. Ginsberg, *Phys. Rev. Lett.* **69**, 824 (1992)
- [78] A. Schilling, H. R. Ott, and Th. Wolf, *Phys. Rev. B* **46**, 14253 (1992)
- [79] G. Blatter, V. B. Geshkenbein, and A. I. Larkin, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 875 (1992)
- [80] R. G. Beck, D. E. Farrel, J. P. Rice, D. M. Ginsberg, and V. G. Kogan, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 1594 (1992)
- [81] P. L. Gammel, L. F. Shneemeyer, and D. J. Bishop, *Phys. Rev. Lett.* **66**, 953 (1991)