

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS  
INSTITUTO DE FÍSICA E MATEMÁTICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**



Dissertação

**Título: Comportamento da irreversibilidade magnética e da resistência elétrica em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado mediante campos magnéticos pulsados.**

**Jakeline Rabelo Lima**

Pelotas, 2018



**Jakeline Rabelo Lima**

**Comportamento da irreversibilidade magnética e da resistência elétrica  
em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado mediante campos  
magnéticos pulsados**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Instituto de Física e Matemática da Universidade Federal de Pelotas, como Requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Fábio Teixeira Dias

Coorientador: Valdemar das Neves Vieira

Pelotas, 2018



**Jakeline Rabelo Lima**

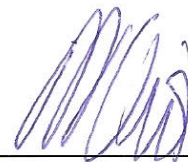
Título: Comportamento da irreversibilidade magnética e da resistência elétrica em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado mediante campos magnéticos pulsados

Dissertação aprovada, como requisito parcial, para obtenção do grau de Mestre em Física, Programa de Pós-Graduação em Física e Matemática, Universidade Federal de Pelotas

Data da Defesa: 15 de fevereiro de 2018

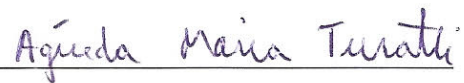
Banca examinadora:

Fábio Teixeira Dias (Orientador)



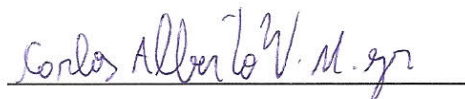
Univ. Federal de Pelotas

Águeda Maria Turatti



Univ. Federal de Rio Grande

Carlos Alberto Vaz de Moraes Junior



Univ. Federal de Pelotas



Guardemos firme a confissão da esperança,  
sem vacilar, pois quem fez a promessa é fiel.

Hebreus 10:23.





Para meu pai, Zózimo Lima,  
e minha mãe, Lucilene Lima.



## AGRADECIMENTOS

- A Deus, pela vida, pela saúde e por estar sempre comigo.
- A minha família, pelas orações, pelo amor, pelo carinho, pelo apoio financeiro e que sempre apoiou as minhas decisões e me deram forças para nunca desistir.
- Ao meu orientador, professor Dr. Fábio Teixeira Dias, pela confiança, pelo incentivo, pelas disciplinas ministradas, pelos ensinamentos, e principalmente pela paciência e prontidão dedicadas a este trabalho.
- Ao meu coorientador, professor Dr. Valdemar das Neves Vieira, pelo tempo disposto para tirar dúvidas, e a disciplina ministrada, o que contribuiu muito para o andamento deste trabalho.
- Aos professores, Dr. Werner Sauter, Dr. Alexandre Diehl e Dr. Fernando Simões, pelas disciplinas ministradas.
- Ao meu amigo, Andrew Oliveira, por ter “atravessado” o Brasil comigo e ter encarado mais esse desafio.
- Aos professores Dr. Jorge Pimentel e Dra. Águeda Turatti e ao técnico em Rudmar Krumreick, da Universidade Federal do Rio Grande (FURG), pelas medidas de microscopia eletrônica de varredura, realizadas no laboratório do Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-Sul)
- Ao pesquisador Joan Josep Roa Rovira, do Departamento de Ciência dos Materiais e Engenharia Metalúrgica da Universidade de Barcelona, na Espanha, pelo envio da amostra.
- Aos pesquisadores, Frederik Wolff-Fabris e Erik Kampert do *Dresden High Magnetic Field Laboratory*, localizado no *Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR)*, em Dresden, na Alemanha, pela colaboração nas medidas elétricas e magnéticas.
- Aos colegas do Grupo de Estudos em Supercondutividade e Magnetismo e aos colegas de mestrado pela troca de conhecimentos e pela boa convivência.
- À CAPES, pela bolsa de mestrado, necessária para realização desse trabalho.



## RESUMO

LIMA, Jakeline Rabelo. **Comportamento da irreversibilidade magnética e da resistência elétrica em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado mediante campos magnéticos pulsados**, 137p. Dissertação (Mestrado em Física) – Programa de Pós-Graduação em Física, Departamento de Física, Instituto de Física e Matemática, Universidade Federal de Pelotas, 2018.

Neste trabalho foi investigado o comportamento elétrico e magnético em uma amostra texturizada do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  mediante campos magnéticos pulsados de até 60 T. A amostra foi crescida pela técnica Bridgman e com a adição de 30 % em peso da fase Y211, tendo sido cedida pelo *Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica da Universitat Politècnica de Catalunya* em Barcelona, na Espanha. As medidas elétricas e magnéticas com campos pulsados foram realizadas no *Dresden High Magnetic Field Laboratory*, localizado no *Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR)*, em Dresden, na Alemanha. A amostra foi caracterizada morfológicamente utilizando um microscópio eletrônico de varredura do Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-Sul) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG), onde foi possível observar a presença um alinhamento cristalográfico característico do processo de texturização, além da presença dos grãos da fase Y211 distribuídos na matriz supercondutora. As medidas de momento magnético foram realizadas em duas configurações de campo magnético aplicado,  $H // ab$  e  $H // c$ . Através dessas medidas foi possível determinar o campo de irreversibilidade magnética,  $H_{irr}(T)$ , e obter a linha de irreversibilidade magnética para as duas configurações de campo magnético aplicado, as quais foram ajustadas pelo modelo *flux creep* gigante até uma determinada região de campo magnético. As medidas de magnetocondutividade elétrica foram realizadas aplicando campo magnético e corrente elétrica em 4 diferentes configurações de campo-corrente, sendo que para cada pulso de campo magnético aplicado foi determinado o respectivo campo magnético associado à temperatura de resistência nula. Os resultados mostraram que para medidas com configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano  $ab$  a transição supercondutora foi menos afetada com o aumento do campo magnético aplicado, uma vez que foram obtidos maiores valores de campo magnético associado a temperatura de coerência em comparação com os resultados das medidas feitas com aplicação de campo magnético paralelo ao eixo  $c$ , cujos valores de campo magnético foram menores. A partir dos resultados de  $H_{irr}(T)$  e  $H(T_{c0})$  foi feita uma correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula, onde podemos observar que a resistência nula ocorre abaixo do limite de irreversibilidade magnética em todas as configurações de campo-

corrente analisadas. Os valores de resistência nula deste trabalho também foram obtidos somente em temperaturas abaixo ou próximas do limite de irreversibilidade magnética. A anisotropia da irreversibilidade magnética e da resistência nula pode ser observada, conforme o esperado para uma amostra texturizada de boa qualidade. Os resultados de magnetocondutividade elétrica que sofreram influência da força de Lorentz apresentaram menores valores de  $H(T_{c0})$ , levando à suposição de uma alteração na dinâmica de vórtices da amostra.

**Palavras-Chave:** supercondutor  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ , campos magnéticos pulsados, irreversibilidade magnética, resistência nula.



## ABSTRACT

LIMA, Jakeline Rabelo. **Electrical and magnetic behavior in a textured sample of the  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductor through pulsed magnetic fields up to 60T**, 137p. Dissertation (Master Degree in Physics) – Programa de Pós-Graduação em Física, Departamento de Física, Instituto de Física e Matemática, Universidade Federal de Pelotas, 2018.

In this work the electrical and magnetic behavior in a textured sample of the  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductor through pulsed magnetic fields up to 60T was investigated. The sample was grown by the Bridgman technique and with the addition of 30% by weight of the Y211 phase, obtained from the Department of Materials Science and Metallurgical Engineering of the Universitat Politècnica de Catalunya in Barcelona, Spain. Electrical and magnetic measurements with pulsed fields were performed at Dresden Magnetic Field Laboratory located at the Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR) in Dresden, Germany. The sample was morphologically characterized using a scanning electron microscope from the Electron Microscopy Center (CEME-Sul) of the Federal University of Rio Grande (FURG), where it was possible to observe the presence of a crystallographic alignment characteristic of the texturing process, besides the presence of the Y211 phase grains distributed in the superconducting matrix. The magnetic moment measurements were performed in two applied magnetic field configurations,  $H // ab$  e  $H // c$ . By means of these measurements it was possible to determine the field of magnetic irreversibility,  $H_{irr}$  (T), and obtain the magnetic irreversibility line for the two configurations of the applied magnetic field, which were adjusted by the giant *flux creep* model until a certain magnetic field region. The measurements of electrical magnetoconductivity were performed by applying magnetic field and electric current in 4 different field-current configurations and for each applied magnetic field pulse the respective magnetic field associated to the zero resistance temperature was determined. The results showed that for measurements with applied magnetic field parallel to the  $ab$  plane, the superconducting transition was less affected with the increase of the applied magnetic field, since larger values of magnetic field were obtained, associated to the coherence temperature in comparison with the results of the measurements made with application of magnetic field parallel to axis  $c$ , whose values of magnetic field were smaller. From the results of  $H_{irr}$  (T) e  $H(T_{c0})$  a correlation was made between the magnetic irreversibility and the null resistance lines, where we can observe that the null resistance occurs below the limit of magnetic irreversibility in all field-current configurations. The zero resistance values of this work were also obtained only at temperatures below or close to the limit of magnetic irreversibility. The anisotropy of magnetic irreversibility and zero resistance can be observed, as expected for a textured sample of good quality.



The results of electrical magnetoconductivity that were influenced by the Lorentz force presented lower values of  $H(T_{c0})$  leading to the assumption of a change in the vortex dynamics in the sample.

**Keywords:**  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductor, pulsed magnetic fields, magnetic irreversibility, zero resistance.



## SUMÁRIO

### LISTA DE FIGURAS

### LISTA DE TABELAS

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	35
<b>1 O SUPERCONDUTOR YBCO</b> .....	37
1.1 Descoberta da supercondutividade .....	37
1.1.1 Estrutura Cristalina.....	38
1.2 Técnicas de crescimento.....	39
1.2.1 Sinterização convencional.....	39
1.2.1.1 Microestrutura de amostras sinterizadas .....	41
1.2.2 Texturização do YBCO.....	42
1.2.2.1 Método da semente.....	42
1.2.2.2 Método Bridgman .....	43
1.2.2.3 Microestrutura de amostras texturizadas.....	45
1.2.2.4 A importância da fase Y211 .....	49
1.3 Propriedades de transporte em amostras texturizadas .....	50
1.4 Propriedades magnéticas de amostras texturizadas .....	52
1.5 Aplicações tecnológicas .....	53
1.5.1 Aplicações em pequena escala.....	54
1.5.2 Aplicações em grande escala.....	54
<b>2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b> .....	55
2.1 Comportamento elétrico do supercondutor YBaCuO.....	55
2.1.1 Anisotropia planar do supercondutor YBaCuO .....	55
2.1.2 Granularidade e desordem.....	56
2.1.3 Comportamento nas proximidades da resistência zero .....	57
2.1.4 Efeito do campo magnético na resistência elétrica mediante campos magnéticos contínuos .....	58
2.1.5 Resistência elétrica mediante campos magnéticos pulsados .....	59
2.2 Comportamento magnético do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	60
2.2.1 Aspectos gerais.....	60
2.2.1.1 Diagrama de fases dos supercondutores do tipo I e do tipo II .....	61
2.2.1.2 Vórtices e estado misto .....	62
2.2.1.3 Vórtices de Abrikosov.....	63

2.2.1.4 Vórtices de Josephson .....	64
2.2.1.5 Aprisionamento de vórtices .....	67
2.2.3 Linha de irreversibilidade magnética .....	67
2.2.3.1 Anisotropia planar da linha de irreversibilidade magnética .....	69
2.2.3.2 Linha de irreversibilidade magnética mediante campos magnéticos pulsados .....	70
2.2.4 Modelos teóricos .....	71
2.2.4.1 <i>Flux Creep</i> Gigante .....	71
2.2.4.2 Fusão da rede de vórtices ( <i>Vortex Melting</i> ) .....	72
2.2.4.3 Vidro supercondutor ( <i>Superconducting Glass</i> ) .....	73
2.2.4.4 Vidro de vórtices ( <i>Vortex Glass</i> ) .....	76
2.2.4.5 Vidro de Bose ( <i>Bose Glass</i> ) .....	77
2.2.5 Resultados experimentais .....	78
<b>3 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS</b> .....	<b>83</b>
3.1 Crescimento da amostra .....	83
3.2 Caracterização microscópica .....	84
3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (SEM – <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	85
3.2.2 Espectroscopia de energia dispersiva (EDS - <i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> ) .....	88
3.3 Caracterização elétrica e magnética .....	90
3.4 Descrição dos equipamentos .....	92
3.4.1 Banco de capacitores .....	92
3.4.2 Preparação da amostra para as medidas de magnetocondutividade elétrica .....	94
3.4.2.1 Procedimentos e equipamento de medida de magnetocondutividade elétrica .....	95
3.4.3 Preparação da amostra para as medidas magnéticas .....	97
3.4.3.1 Medidas magnéticas .....	97
<b>4 COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO SUPERCONDUTOR <math>\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}</math> MEDIANTE CAMPOS MAGNÉTICOS PULSADOS</b> .....	<b>98</b>
4.1 Introdução .....	98
4.2 Determinação do campo de irreversibilidade magnética .....	98
4.2.1 Campo magnético aplicado ao longo do plano ab .....	101
4.2.2 Campo magnético aplicado ao longo do eixo c .....	104
4.3 Linha de irreversibilidade magnética .....	106

4.3.1 Linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado ao longo do plano ab .....	106
4.3.2 Linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado ao longo do eixo c.....	107
4.3.3 Comparação das linhas de irreversibilidade magnética.....	108
4.4 Discussão dos resultados .....	109
<b>5 COMPORTAMENTO ELÉTRICO DO SUPERCONDUTOR <math>\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}</math> MEDIANTE CAMPOS MAGNÉTICOS PULSADOS .....</b>	<b>114</b>
5.1 Introdução .....	114
5.2 Determinação da resistência nula .....	114
5.3 Medidas de magnetocondutividade elétrica para pulsos de campo magnético aplicados ao longo do plano ab .....	115
5.3.1 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // ab$ e $I // ab$ ( $H \perp I$ ) .....	115
5.3.2 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // ab$ e $I // c$ .....	116
5.4 Medidas de magnetocondutividade elétrica para campos magnéticos aplicados ao longo do eixo c .....	118
5.4.1 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // c$ e $I // c$ .....	118
5.4.2 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // c$ e $I // ab$ .....	119
5.5 Discussão dos resultados .....	121
5.6 Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética .....	122
5.7 Discussão dos resultados .....	123
<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>126</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>130</b>



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Queda abrupta da resistividade elétrica em função da temperatura numa amostra de mercúrio em 4,2K .....	37
Figura 1.2	Estrutura cristalina do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	38
Figura 1.3	Amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sinterizada calcinada (a) uma vez e (b) três vezes. Os valores de $J_c$ são de $5 \text{ A/cm}^2$ para amostra da esquerda (a) e de $1000 \text{ A/cm}^2$ para a amostra da direita (b).....	40
Figura 1.4	Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra de sinterizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , mostrando a presença de rachaduras ao longo da fronteira de grão.....	41
Figura 1.5	Microscopia ótica de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sinterizada, onde observa-se uma forte desordem dos grãos supercondutores.....	41
Figura 1.6	Ilustração do processo de texturização pelo método da semente.....	43
Figura 1.7	Amostra de YBCO (Y123) texturizado crescida utilizando uma semente de $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	43
Figura 1.8	Texturização pelo método Bridgman.....	44
Figura 1.9	Microestrutura de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado.....	45
Figura 1.10	Microscopia da amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ mostrando o empilhamento das placas supercondutoras ao longo do eixo c.....	46

Figura 1.11	Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , texturizada onde é possível observar grãos correspondentes às fases Y123 e Y211.....	46
Figura 1.12	Amostra de $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado apresentando macrorrachaduras.	47
Figura 1.13	Representação de uma interface de macla paralela à direção [110].....	47
Figura 1.14	Microestrutura eletrônica de transmissão de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ onde se observam duas falhas de empilhamento.....	48
Figura 1.15	Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução na interface 123/211 com direção (a) paralela e (b) perpendicular ao eixo c.....	48
Figura 1.16	Imagens de microscopia da fase Y211 (a) sem e (b) com a adição de 5% de $\text{CeO}_2$ .....	50
Figura 1.17	Medida de resistividade para uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . O <i>inset</i> apresenta os detalhes da transição nas proximidades da resistividade nula.....	50
Figura 1.18	Dependência de $J_c$ com a inclusão da fase Y211 em amostras texturizadas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	51
Figura 1.19	Medidas de magnetorresistência elétrica em função da temperatura para uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ em várias intensidades de campo magnético aplicado nas configurações de (a) $H // ab$ com $I // ab$ e (b) $H // c$ com $I // c$ .....	52
Figura 1.20	Medidas de momento magnético para uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ com aplicação de campos magnéticos paralelos ao eixo c..	52
Figura 1.21	Curvas de histerese para uma amostra de texturizada $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ com 0% e 15% da fase Y211.....	53



Figura 2.1	Resistividade elétrica nas direções a, b, e c para uma amostra monocristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	56
Figura 2.2	(a) Medida de resistividade elétrica em função da temperatura e sua (b) derivada para uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	58
Figura 2.3	Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura para uma amostra policristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ no regime de (a) baixos e (b) altos campos magnéticos aplicados.....	59
Figura 2.4	Medidas de resistência elétrica para uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ em diferentes temperaturas com a aplicação de campos magnéticos pulsados.....	60
Figura 2.5	Diagrama de fases para um supercondutor do (a) tipo I e (b) tipo II.....	61
Figura 2.6	Estrutura de um vórtice.....	62
Figura 2.7	Estrutura de um vórtice isolado, onde pode ser observada a variação da densidade de superpartículas e da indução magnética a partir do centro da estrutura.....	63
Figura 2.8	Arranjo em rede para os vórtices de Abrikosov.....	64
Figura 2.9	Interação entre dois vórtices.....	64
Figura 2.10	Representação esquemática dos vórtices intragranulares e intergranulares.....	65
Figura 2.11	Ilustração do efeito Josephson entre dois supercondutores separados por uma barreira (isolante ou metálica).....	66

Figura 2.12	Medida do momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC....	68
Figura 2.13	Diagrama H-T de um supercondutor do tipo II, ilustrando a linha de irreversibilidade magnética no estado misto.....	69
Figura 2.14	Anisotropia na irreversibilidade magnética para uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .....	69
Figura 2.15	Medidas de histerese magnética para $H // c$ em $T = 30 \text{ K}$ , $T = 35 \text{ K}$ e $T = 52 \text{ K}$ . <i>Inset</i> : Determinação de campo de irreversibilidade para $T = 35 \text{ K}$ ....	71
Figura 2.16	Ilustração das fases do modelo de fusão da rede de vórtices. (a) rede de vórtices de Abrikosov, (b) líquido de vórtices desemaranhado e (c) líquido de vórtices emaranhado.....	73
Figura 2.17	Ajuste do tipo Almeida-Thouless da linha de irreversibilidade magnética para uma amostra de $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$ no regime de baixos campos magnéticos.....	75
Figura 2.18	Diagrama de fases para o modelo vidro de vórtices, onde $T_g$ é considerada a temperatura de irreversibilidade magnética.....	77
Figura 2.19	Ilustração do aprisionamento das linhas de vórtices para (a) a fase líquido de fluxo, (b) a fase vidro de Bose e (c) a fase isolante de Mott.....	78
Figura 2.20	Resultados de resistência elétrica para (a) um filme fino de YBCO e para (b) uma amostra texturizada de YBCO mediante a aplicação de campos magnéticos pulsados. A inserção em (a) mostra a comparação dos resultados obtidas para $H = 50 \text{ T}$ e $25 \text{ T}$ .....	79

Figura 2.21	Dependência do campo de irreversibilidade magnética em diferentes temperaturas para uma amostra de filme fino de YBCO em comparação com uma amostra de YBCO texturizado. As linhas azul (para região de baixas temperaturas) e a vermelha (para região de altas temperaturas) são as linhas de ajuste com a lei de potência segundo o modelo <i>flux creep gigante</i> .....	80
Figura 2.22	Diagrama de fases para uma amostra de YBCO (Y123) texturizada aplicando H // ab e H // c. A linha de irreversibilidade magnética para H // c: triângulos preenchidos – resistência elétrica em campo pulsados, triângulos abertos – resistência elétrica em campos magnéticos estáticos, círculos preenchidos – magnetização em campos magnéticos pulsados e círculos abertos – magnetização em campos magnéticos estáticos. As linhas tracejadas mostram o campo crítico superior para H // ab e H // c determinados a partir do critério de 50% da curva de resistência elétrica no estado normal.....	81
Figura 2.23	Linha de irreversibilidade magnética para uma amostra texturizada de YBCO com H // c. A linha tracejada representa o ajuste dos resultados com a lei de potência do modelo <i>flux creep gigante</i> .....	82
Figura 3.1	Microscópio eletrônico de varredura, Jeol, JSM – 6610LV.....	84
Figura 3.2	Porta amostra usado no microscópio eletrônico de varredura do CEME-Sul.....	85
Figura 3.3	Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , mostrando uma fratura devido à clivagem.....	86
Figura 3.4	Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde é possível observar placas supercondutoras empilhadas ao longo do eixo c.....	86

Figura 3.5	Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ onde é possível observar os grãos que supomos ser da fase Y211 distribuídos na superfície da matriz supercondutora Y123.....	87
Figura 3.6	Imagem de microscopia eletrônica de varredura para superfície da amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde observa-se o tamanho máximo dos grãos e o que supomos ser os grãos da fase Y211.....	88
Figura 3.7	Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde é possível observar as duas regiões selecionadas para análise de EDS.....	89
Figura 3.8	Espectro de energia dispersiva da amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde podemos observar o espectro da região 1 e 2 da amostra.....	90
Figura 3.9	Medida de resistência elétrica em função da temperatura para a amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ em campo magnético nulo e corrente aplicada paralela ao plano ab.....	91
Figura 3.10	Medidas de momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC na configuração $H // ab$ com um campo magnético aplicado de 100 Oe...	91
Figura 3.11	Sala do banco de capacitores do Dresden High Magnetic Field Laboratory.....	93
Figura 3.12	Forma típica de um pulso de campo magnético.....	94
Figura 3.13	Ilustração da montagem dos contatos elétricos para as medidas de magnetocondutividade elétrica.....	95
Figura 3.14	Amostra rompida durante aplicação de um pulso de campo magnético...	96

Figura 3.15	Resistômetro empregado nas medidas elétricas deste trabalho.....	96
Figura 3.16	Magnetômetro empregado nas medidas magnéticas deste trabalho.....	97
Figura 4.1	Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para um pulso de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab em uma temperatura de $T = 84,3$ K.....	99
Figura 4.2	Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para um pulso de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c em uma temperatura de $T = 62,2$ K.....	99
Figura 4.3	Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para $H // ab$ em $T = 70$ K utilizando o método de extrapolação.....	100
Figura 4.4	Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para $H // c$ em $T = 84,5$ K utilizando método de extrapolação.....	100
Figura 4.5	Pulso de campo magnético para $H // ab$ em $T = 84,8$ K.....	101
Figura 4.6	Pulso de campo magnético para $H // ab$ em $T = 82,5$ K.....	102
Figura 4.7	Pulso de campo magnético para $H // ab$ em $T = 83,7$ K.....	102
Figura 4.8	Pulso de campo magnético para $H // ab$ em $T = 78$ K.....	103
Figura 4.9	Pulso de campo magnético para $H // c$ em $T = 75,9$ K.....	104
Figura 4.10	Pulso de campo magnético para $H // c$ em $T = 31,1$ K.....	104
Figura 4.11	Pulso de campo magnético para $H // c$ em $T = 87,2$ K.....	105

Figura 4.12	Pulso de campo magnético para $H // c$ em $T = 54,3 \text{ K}$ .....	105
Figura 4.13	Linha de irreversibilidade magnética para amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao plano $ab$ . A linha preenchida representa a região de campo magnético ajustada com lei de potência descrita pelo modelo teórico <i>flux creep gigante</i> .....	107
Figura 4.14	Linha de irreversibilidade magnética para a amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao eixo $c$ . A linha contínua representa a região de campos magnéticos ajustada a lei de potência descrita pelo modelo <i>flux creep gigante</i> .....	108
Figura 4.15	Comparação da linha de irreversibilidade magnética para amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano $ab$ e paralelo ao eixo $c$ .....	109
Figura 5.1	Medida de magnetocondutividade elétrica mostrando a determinação do campo magnético associado a temperatura de resistência nula na configuração de $H // c$ e $I // ab$ .....	115
Figura 5.2	Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético e corrente elétrica paralelos ao plano $ab$ e perpendiculares entre si ( $H \perp I$ ). Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético numa determinada temperatura.....	116
Figura 5.3	Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético paralelo ao plano $ab$ e corrente elétrica paralela ao eixo $c$ . Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético em uma temperatura fixa.....	117

Figura 5.4	Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético e corrente elétrica paralelos ao eixo c. Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético em uma temperatura fixa.....	118
Figura 5.5	Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético paralelo ao eixo c e corrente elétrica paralela ao plano ab. Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético numa determinada temperatura.....	119
Figura 5.6	Correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula para amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Os triângulos representam o $H(T_{c0})$ para $H // ab$ sendo os abertos para $I // ab$ ( $H \perp I$ ) e os fechados $I // c$ . Os círculos representam o $H(T_{c0})$ para $H // c$ sendo os abertos para $I // c$ e os fechados para $I // ab$ . Os retângulos representam os resultados experimentais das linhas de irreversibilidade magnética para $H // c$ (retângulos abertos) e para $H // ab$ (retângulos fechados), enquanto que a linha contínua junto aos resultados de irreversibilidade magnética representam o ajuste baseado no modelo <i>flux creep</i> gigante.....	123





## LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1	Valores dos parâmetros de ajuste $H_0$ (T), $\alpha$ e $T_{irr}$ (0) com base no modelo teórico <i>flux creep gigante</i> .....	110
------------	---	-----



## INTRODUÇÃO

O supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  foi descoberto em 1987 [5] e entrou para história como um dos materiais mais investigados cientificamente. O estudo das propriedades elétricas e magnéticas do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  são importantes para explorar o seu potencial tecnológico. Existem diversos estudos sobre o comportamento elétrico e magnético no regime de baixos campo magnéticos em amostras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizadas [29, 38, 49, 65, 75], porém há poucos resultados existentes na literatura sobre o comportamento irreversível e o comportamento da transição resistiva [39, 64] no regime de altos campo magnéticos, próximos de 60 T.

Um dos elementos motivadores deste trabalho foi o estudo da correlação entre a linha de resistência zero e a linha de irreversibilidade magnética com utilização de campos magnéticos pulsados de até 60 T.

### **O texto está dividido em cinco capítulos:**

O capítulo 1 apresenta um breve histórico da supercondutividade, a estrutura cristalina do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , as técnicas de crescimento de amostras, como a sinterização convencional e as principais técnicas de texturização, além de aspectos microestruturais. Neste capítulo também será abordada a importância da fase  $\text{Y}211$ , as propriedades elétricas e magnéticas em amostras texturizadas, bem como um breve resumo de alguns exemplos de aplicações tecnológicas em supercondutividade.

O capítulo 2 trata da fundamentação teórica com ênfase nas propriedades elétricas e magnéticas do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Neste capítulo será abordado o comportamento resistivo do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , a anisotropia planar, os efeitos da granularidade e desordem, e o comportamento da resistência elétrica próximo a resistência nula. Também serão abordados alguns aspectos da resistência elétrica obtida mediante campos magnéticos contínuos e pulsados. Em relação ao comportamento magnético, serão discutidos os vórtices e o estado misto, além da linha de irreversibilidade magnética com ênfase na anisotropia planar mediante campos magnéticos

contínuos e pulsados. Finalizando, será feita uma breve descrição dos principais modelos teóricos empregados para explicar a linha de irreversibilidade magnética, e também alguns resultados experimentais da literatura com a utilização de campos magnéticos pulsados.

O capítulo 3 abordará a técnica experimental utilizada para o crescimento da amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado, bem como a descrição dos equipamentos usados nas medidas elétricas e magnéticas, e também na caracterização morfológica. Além disso, serão apresentados os resultados da caracterização morfológica e os resultados de análise de EDS para a amostra investigada nesse trabalho.

No capítulo 4 serão apresentados e discutidos os resultados das medidas magnéticas em para as duas configurações de campo magnético aplicado, isto é,  $H // ab$  e  $H // c$ . Os resultados das medidas magnéticas serão apresentados primeiramente para aplicação de campo magnético aplicado paralelo ao plano  $ab$  e posteriormente para aplicação de campo magnético paralelo ao eixo  $c$ . As linhas de irreversibilidade magnética para as duas configurações, obtidas através de resultados experimentais do campo de irreversibilidade magnética,  $H_{irr}$  (T), serão discutidas com base no modelo teórico *flux creep gigante*.

No capítulo 5 será apresentado o método de determinação do campo magnético associado a temperatura de resistência nula. Também serão apresentados e discutidos os resultados de magnetocondutividade elétrica para as quatro configurações de campo-corrente aplicadas. Ao final deste capítulo será feita uma discussão acerca da correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula.

Ao final do trabalho serão apresentadas as principais conclusões do mesmo.

# 1 O SUPERCONDUTOR YBCO

## 1.1 Descoberta da supercondutividade

A supercondutividade foi descoberta em 1911 por Heike Kamerlingh Onnes, no seu laboratório em Leiden, Holanda [1]. Em seus experimentos Onnes estudava as propriedades elétricas dos metais em baixas temperaturas, utilizando hélio líquido para fazer o resfriamento. Num determinado experimento utilizou uma amostra de mercúrio para medir a resistência elétrica em função da temperatura, e acabou obtendo resistência zero a uma temperatura de aproximadamente 4,2 K, denominada posteriormente de temperatura crítica ou,  $T_c$  [1], como mostra a Figura 1.1. Estava sendo descoberta a supercondutividade.

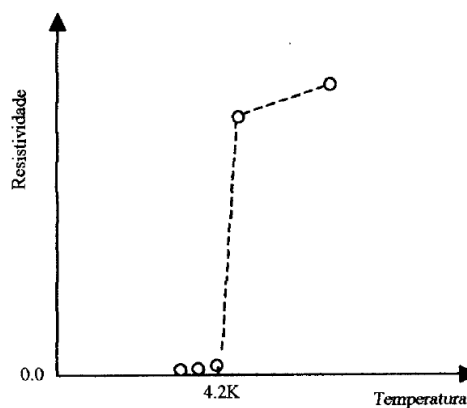


Figura 1.1 - Queda abrupta da resistividade elétrica em função da temperatura numa amostra de mercúrio em 4,2 K [2].

O aumento da temperatura crítica em novos materiais após a descoberta da supercondutividade aconteceu lentamente, chegando a atingir 23,2 K com a liga supercondutora  $Nb_3Ge$ , em 1973 [3]. Em 1986, surgiram os primeiros supercondutores óxidos de alta temperatura crítica, chamados de cupratos supercondutores, descobertos por Muller e Bednorz, no composto cerâmico formado por lantânio, bário, cobre e oxigênio,  $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ , com temperatura crítica por volta de 30 K [4]. No ano seguinte, Wu e colaboradores [5], substituíram lantânio por ítrio na fórmula de Muller e Bednorz, e obtiveram um aumento da temperatura crítica para aproximadamente 90K. Nascia o composto cerâmico YBaCuO, o qual foi o primeiro supercondutor com uma temperatura crítica acima da temperatura de ebulição do nitrogênio líquido (77 K). Estudos mais detalhados mostraram que a fase responsável pela supercondutividade em

temperaturas elevadas era a fase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [6], onde  $\delta$  representa o desvio da estequiometria ideal do oxigênio.

### 1.1.1 Estrutura Cristalina

A estrutura cristalina do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO), ou simplesmente Y123, é do tipo perovskita com simetria ortorrômbica, como ilustra a Figura 1.2, cujos parâmetros de rede são:  $a = 3,82 \text{ \AA}$ ,  $b = 3,89 \text{ \AA}$  e  $c = 11.69 \text{ \AA}$  [7]. A característica fundamental dos cupratos supercondutores é a presença de planos duplos de  $\text{Cu-O}_2$  separados por íons de ítrio [1]. Nesses planos duplos estão localizados os pares de Cooper, e por isso também são chamados de planos de condução. As camadas que separam os planos de condução são denominadas de reservatório de carga, como mostra a Figura 1.2.

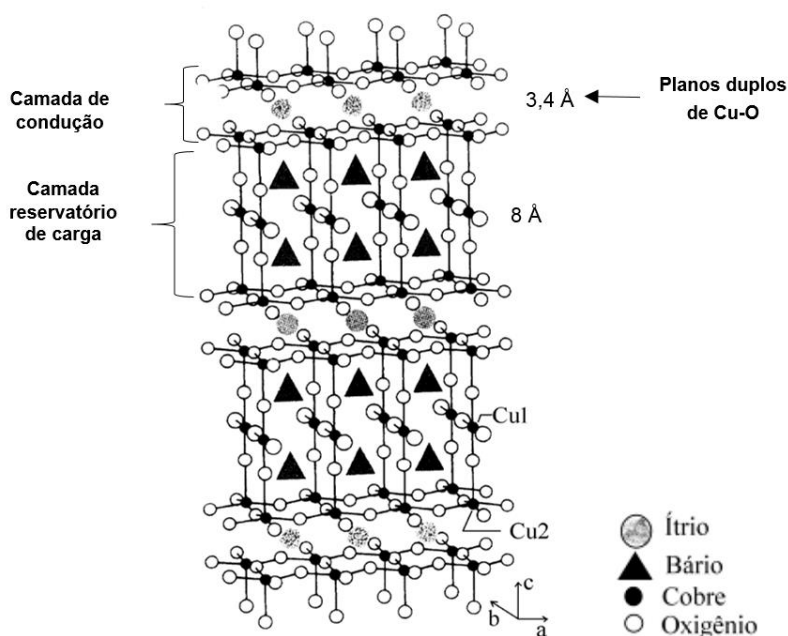


Figura 1.2 - Estrutura cristalina do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Adaptado de [1].

Os reservatórios de cargas possuem átomos de bário, cobre e oxigênio, na sua estrutura atômica, formando uma estrutura  $\text{BaO} - \text{Cu-O} - \text{BaO}$ , localizados ao longo do eixo cristalográfico  $c$ . As cadeias  $\text{Cu} - \text{O} - \text{Cu}$ , localizadas ao longo do eixo  $b$ , formam as cadeias lineares de  $\text{Cu-O}$ , e são importantes para descrever as propriedades eletrônicas do YBCO, sendo que sofrem influência do

movimento dos portadores de carga, localizados nos planos Cu-O<sub>2</sub> [1]. Os planos duplos de Cu-O<sub>2</sub> são separados por uma distância de aproximadamente 3,4 Å, e as demais distâncias dos planos de condução são da ordem de 8 Å [7]. A acentuada anisotropia planar do supercondutor YBCO é justificada pela sua estrutura cristalina, como pode ser visto na Figura 1.2.

A estrutura cristalina do supercondutor YBCO varia com a quantidade de oxigênio. Quando  $0,65 < \delta < 1$  e com a temperatura acima de 750°C, a estrutura é tetragonal e não supercondutora, mas quando  $\delta < 0,65$  e com a temperatura abaixo de 750°C, a estrutura é ortorrômbica e o sistema passa para o estado supercondutor. Para  $\delta = 0,07$  ocorre o maior valor de temperatura crítica no YBCO, chegando a aproximadamente 93 K [8].

## **1.2 Técnicas de crescimento**

### **1.2.1 Sinterização convencional**

Das técnicas de produção de amostras, a sinterização, devido a sua relativa simplicidade, é a mais utilizada na produção de materiais cerâmicos. Outra vantagem dessa técnica é que as amostras podem ser fabricadas com formato bem definido.

Uma amostra sinterizada pode ser produzida através de uma reação de estado sólido. Por outro lado, embora através dessa técnica valores de temperatura crítica elevados possam ser facilmente alcançados, em contrapartida tem-se baixos valores de densidade de corrente crítica ( $J_c$ ). Devido ao baixo valor de  $J_c$ , os materiais sinterizados não apresentam uma boa performance para fins tecnológicos [9].

A preparação de amostras sinterizadas pode ser feita inicialmente misturando-se pós de alta pureza de óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ), carbonato de bário ( $BaCO_3$ ), e óxido de carbono ( $CuO$ ). Feito isso, os pós são calcinados a uma temperatura entre  $850\text{ }^\circ\text{C}$  e  $900\text{ }^\circ\text{C}$  por um período de até 24 horas. O processo de calcinação geralmente é repetido mais vezes para melhorar a qualidade do material no processo final de sinterização, como mostra a Figura 1.3 [9].

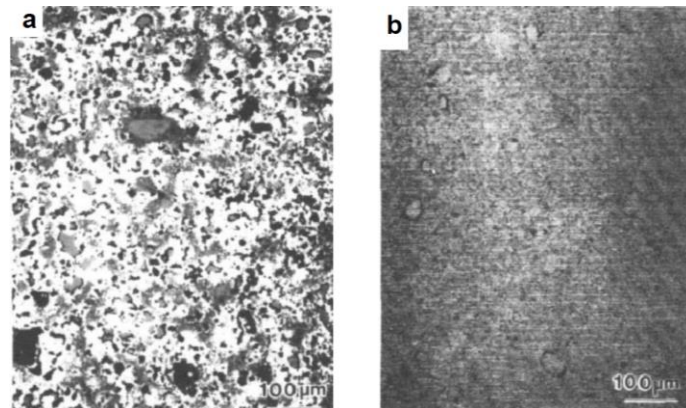


Figura 1.3 - Amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  sinterizada calcinada (a) uma vez e (b) três vezes. Os valores de  $J_c$  são de  $5\text{ A/cm}^2$  para amostra da esquerda (a) e de  $1000\text{ A/cm}^2$  para a amostra da direita (b) [9].

A Figura 1.3 (a) mostra a estrutura de uma amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  sinterizada por 24 horas a uma temperatura de  $900\text{ }^\circ\text{C}$ , no qual os pós foram calcinados apenas uma vez. Os diferentes contrastes observados na Figura 1.3 (a) evidenciam o caráter inhomogêneo da amostra. Apesar do valor de temperatura crítica atingido pela amostra ser acima de  $90\text{ K}$ , o valor de  $J_c$  é menor que  $5\text{ A/cm}^2$  a  $77\text{ K}$  e em campo nulo. A inhomogeneidade pode ser melhorada repetindo-se o processo de calcinação, como observa-se na Figura 1.3 (b).



### 1.2.1.1 Microestrutura de amostras sinterizadas

A microestrutura de amostras sinterizadas normalmente apresenta rachaduras na fronteira dos grãos, como ilustra a Figura 1.4, sendo que essas rachaduras surgem, muitas vezes, durante a prensagem e compactação do pó precursor.

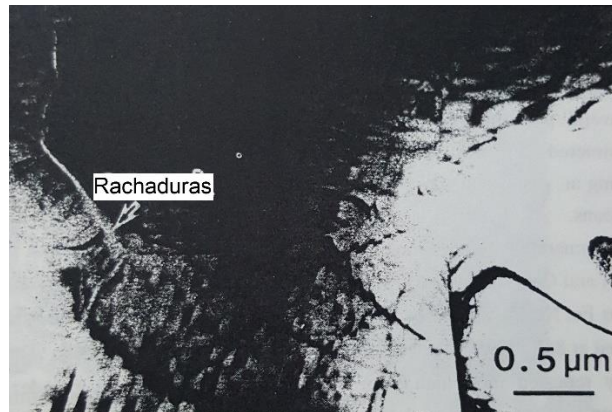


Figura 1.4 - Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra de sinterizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , mostrando a presença de rachaduras ao longo da fronteira de grão [9].

As amostras sinterizadas também apresentam uma alta porosidade e grãos supercondutores distribuídos de maneira aleatória, como mostra a Figura 1.5.

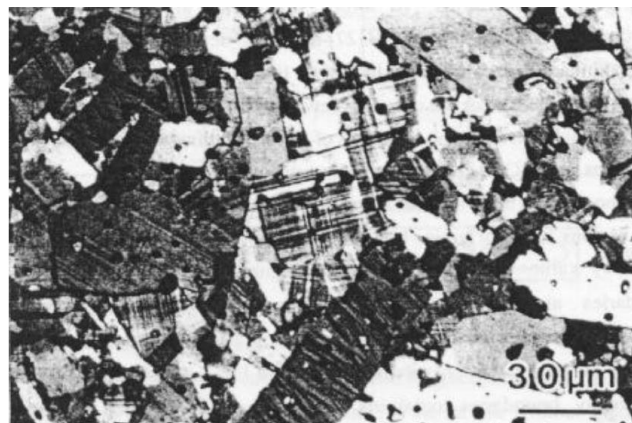


Figura 1.5 - Microscopia ótica de uma amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  sinterizada, onde observa-se uma forte desordem dos grãos supercondutores [9].

## 1.2.2 Texturização do YBCO

A técnica de texturização foi desenvolvida para melhorar o problema de baixos valores de densidade de corrente crítica em amostras sinterizadas através da formação de uma textura cristalográfica. Em maio 1988, S. Jin e colaboradores [10] publicaram um trabalho utilizando um método de texturização por fusão no crescimento de amostras policristalinas de YBCO altamente orientadas. Com isso, os valores de densidade de corrente crítica chegaram a  $7400 \text{ A/cm}^2$  em campo nulo e temperatura de  $77 \text{ K}$ , contra  $500 \text{ A/cm}^2$  de uma amostra sinterizada na mesma condição de temperatura e campo nulo. Existem várias técnicas de texturização, como a texturização por fusão (métodos da semente e Bridgman) [11], texturização por alinhamento magnético [12], e texturização mecânica [13].

### 1.2.2.1 Método da semente

O método da semente (TSMT – top seeding melt-texturing) [14] consiste em colocar no topo da amostra a ser texturizada um monocristal (semente), que age como centro de nucleação para o crescimento do monodomínio texturizado, como ilustra a Figura 1.6. Um fator importante é que a semente tenha uma temperatura de fusão acima da temperatura da amostra a ser texturizada, caso contrário a semente irá fundir com a amostra precursora, e conseqüentemente a orientação cristalográfica será perdida. No  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  a temperatura de fusão, por vezes chamada de temperatura peritética, ou simplesmente  $T_p$ , é  $1010 \text{ }^\circ\text{C}$ , e assim, as sementes monocristalinas ou texturizadas geralmente empregadas são de  $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $T_p = 1060 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $T_p = 1085 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Outro fator importante no processo de texturização é que a semente escolhida tenha parâmetros de rede similares aos da amostra precursora. Assim, durante o processo de solidificação a semente poderá induzir uma orientação preferencial dos grãos na amostra precursora [15].

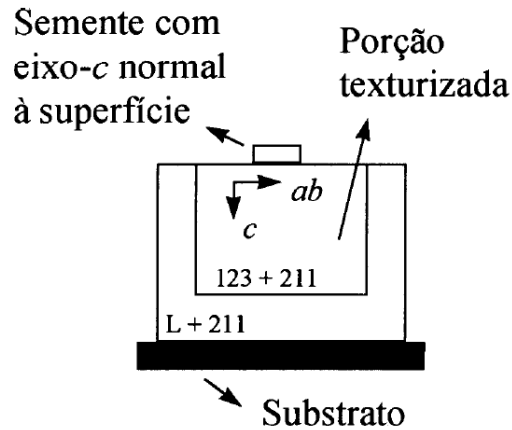


Figura 1.6 - Ilustração do processo de texturização pelo método da semente [15].

A Figura 1.7 mostra o processo final de uma amostra texturizada crescida pelo método da semente, onde se observa a formação de um monodomínio de Y123 em torno da semente.

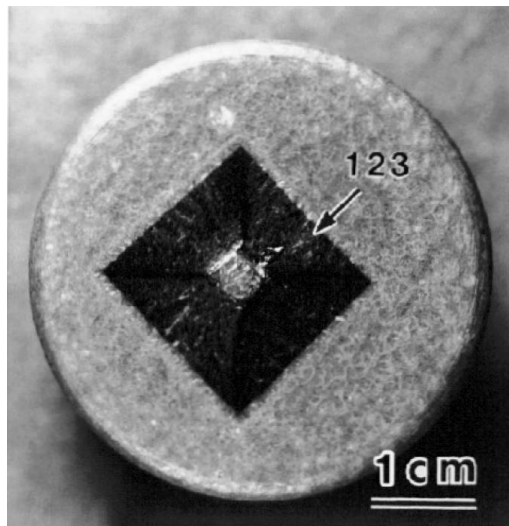


Figura 1.7 - Amostra de YBCO (Y123) texturizado crescida utilizando uma semente de  $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [16].

### 1.2.2.2 Método Bridgman

O método Bridgman consiste em um método de solidificação direcional muito utilizado para texturizar amostras de boa qualidade. O crescimento pelo método Bridgman pode ser feito utilizando uma amostra já sinterizada ou com pó

compactado. O forno pode ser colocado tanto na posição horizontal quanto na posição vertical para o deslocamento da amostra no interior do mesmo [17].

A amostra dentro do forno fica sujeita a um gradiente térmico longitudinal na zona de aquecimento, o qual é responsável pela orientação durante o crescimento. A velocidade de solidificação empregada geralmente é lenta, com uma taxa de excursão da amostra no interior do forno variando tipicamente entre 1 e 3 mm/h [18]. Este fator contribui para o alto alinhamento dos grãos da amostra. A Figura 1.8 ilustra o princípio de texturização pelo método Bridgman [18].

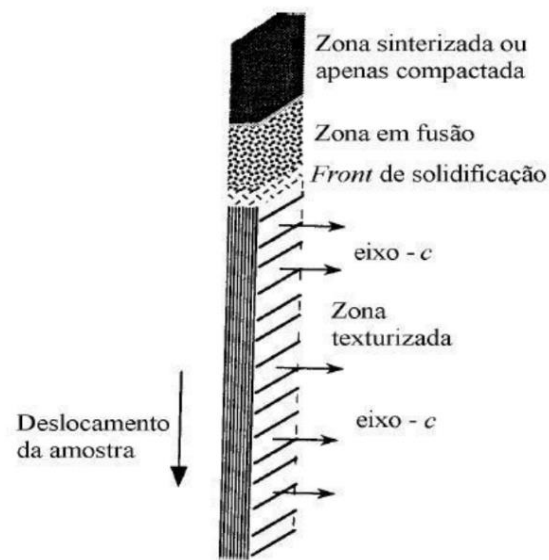


Figura 1.8 - Texturização pelo método Bridgman [18].

### 1.2.2.3 Microestrutura de amostras texturizadas

A microestrutura de amostras texturizada é bastante complexa, e pode ser observada através da caracterização microestrutural, como ilustra a Figura 1.9. A maior parte de amostras, até mesmo os monocristais, contém fases secundárias e defeitos, como micro e macrorrachaduras, maclas e falhas de empilhamentos [9].

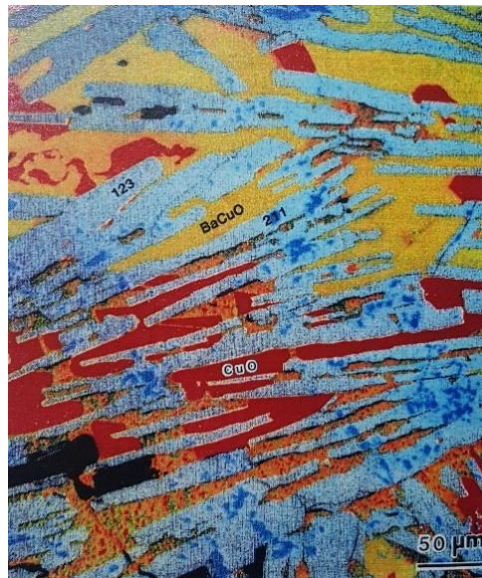


Figura 1.9 - Microestrutura de uma amostra de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7.5</sub> texturizado [9].

A microestrutura característica de uma amostra texturizada consiste na presença de grãos alongados com uma orientação cristalográfica preferencial. Através dessa técnica são formadas placas supercondutoras empilhadas paralelamente umas sobre as outras ao longo do eixo c, como ilustra a Figura 1.10 [8].

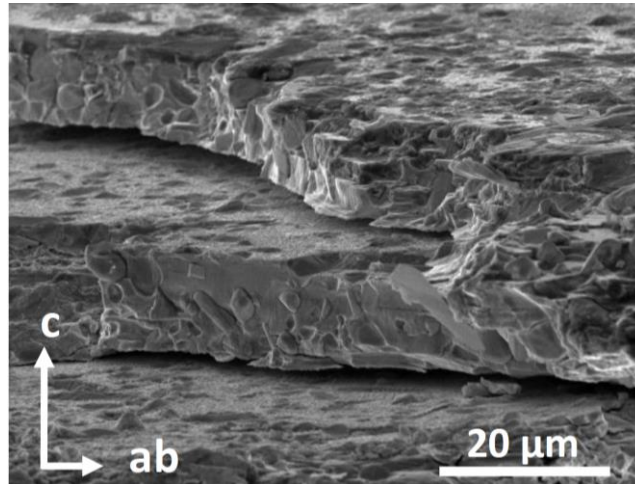


Figura 1.10 - Microscopia da amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  mostrando o empilhamento das placas supercondutoras ao longo do eixo c [8].

A Figura 1.11 mostra a microestrutura de uma amostra policristalina texturizada, onde observamos a inclusão da fase Y211 na matriz supercondutora Y123. A microestrutura apresentada na Figura 1.11, com a presença da fase Y211, é comumente encontrada em amostras texturizadas, independentemente do método de crescimento utilizado [19].



Figura 1.11 - Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , texturizada onde é possível observar grãos correspondentes às fases Y123 e Y211 [19].

Durante o resfriamento ocorre uma mudança na estrutura cristalina da amostra (tetragonal-ortorrômbica), e devido a isso são observadas a presença de micro e macrorrachaduras na amostra, como ilustra a Figura 1.12 [9].

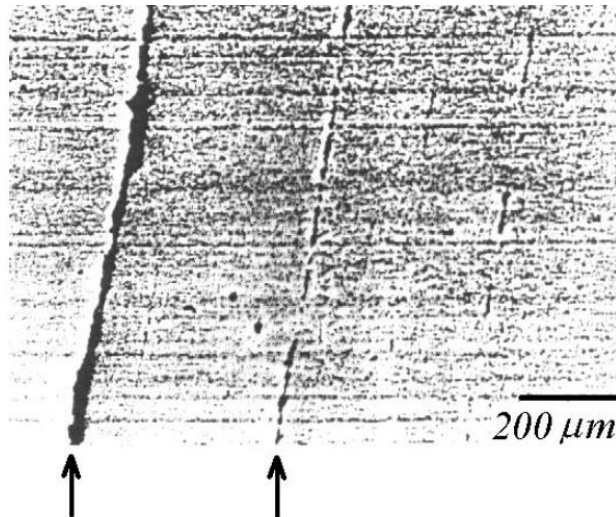


Figura 1.12 - Amostra de  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$  texturizado apresentando macrorrachaduras.

As maclas constituem um dos tipos de imperfeições mais comuns encontrados em amostras supercondutoras policristalinas e monocristalinas. Maclas são distorções na rede cristalina que torna uma determinada região do cristal um espelho da região adjacente, como ilustra a Figura 1.13. Um exemplo de monocristais em que há presença de maclas é no supercondutor YBCO (Y123), que tem estrutura ortorrômbica no estado supercondutor. Nesse cuprato de alta temperatura crítica observa-se a presença maclas paralelas aos planos (110) [20]. O surgimento de maclas na amostra ocorre devido à mudança de fase tetragonal para ortorrômbica durante a etapa de crescimento [21].

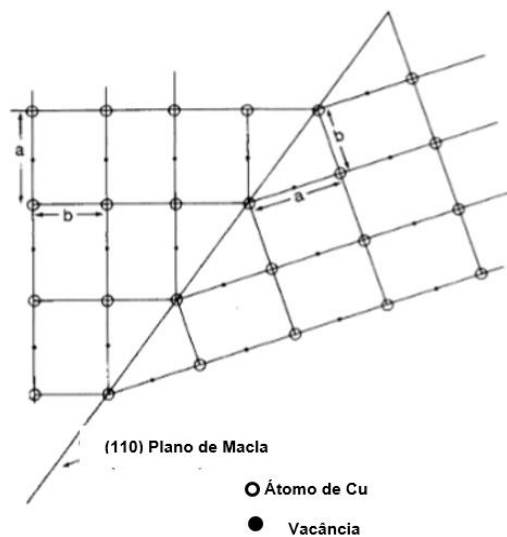


Figura 1.13 - Representação de uma interface de macla paralela à direção [110]. Adaptado de [21].

A presença de falhas de empilhamento é outra característica comum em amostras texturizadas, podendo surgir devido a inclusão ou ausência de planos na amostra. A Figura 1.14 mostra falhas de empilhamento devido a inclusão de planos extras de CuO [22].

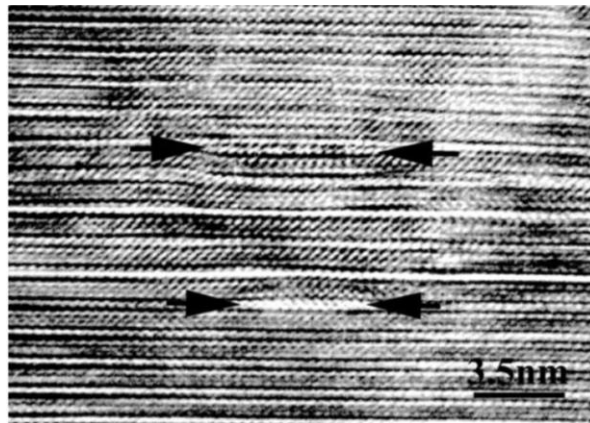


Figura 1.14 - Microestrutura eletrônica de transmissão de uma amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  onde se observam duas falhas de empilhamento [22].

O alinhamento cristalográfico é muito importante no transporte de corrente elétrica pelo material, pois quanto melhor o alinhamento, melhor será o caminho do fluxo de corrente elétrica na amostra. A imagem de microscopia eletrônica de transmissão da Figura 1.15 mostra que a interface 123/211 para a amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  é limpa e ausente de defeitos nas vizinhanças, característico de uma amostra bem orientada [23].

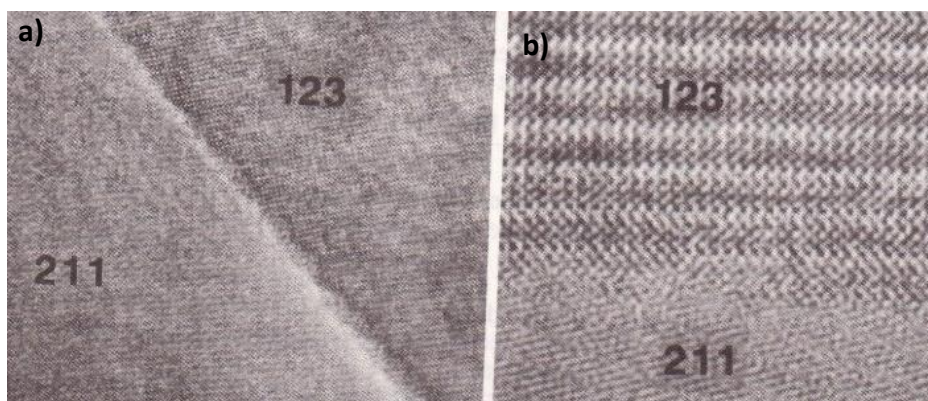


Figura 1.15 - Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução na interface 123/211 com direção (a) paralela e (b) perpendicular ao eixo c [23].



#### 1.2.2.4 A importância da fase Y211

Na texturização por fusão do  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  a temperatura peritética ( $T_p$ ) ou temperatura de fusão/solidificação situa-se em torno de 1010 °C. Em temperaturas mais elevadas, ocorrem duas importantes decomposições no  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , a saber:

1) 1010 °C < T < 1300 °C



2) 1300 °C < T < 1500 °C



Sendo assim, logo acima do ponto de fusão (1010 °C) a fase Y123 se decompõe em duas fases, uma líquida e outra sólida, com estequiometria  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ . Esta fase é a Y211, também chamada de fase verde devido a sua coloração, a qual decompõe-se em 1300 °C e não exibe propriedades supercondutoras [9].

A inclusão dessa fase, na produção de amostras supercondutoras de YBCO (Y123), tem por objetivo criar centros de aprisionamento de fluxo magnético dentro do material, contribuindo para o aumento dos valores de densidade de corrente crítica, além de melhorar a cinética do processo de texturização fazendo com que a perda de líquido rico em  $\text{Y}_2\text{O}_3$  seja minimizada [24].

A fase secundária Y211 surge na matriz Y123 através da reação peritética não-clássica, sendo que o seu formato varia de acordo com a quantidade de impurezas adicionadas na amostra. As impurezas são muitas vezes adicionadas para promover um refinamento das partículas da fase Y211, sendo o cério ( $\text{CeO}_2$ ) [25], a platina ( $\text{PtO}_2$ ) [26], e o zirconato de bário ( $\text{BaZrO}_3$ ) [27], as impurezas mais utilizadas. A Figura 1.16 compara amostras texturizadas de YBCO (a) sem e (b) com a adição de  $\text{CeO}_2$ , onde podemos constatar o refinamento das partículas de Y211 com a sua adição.

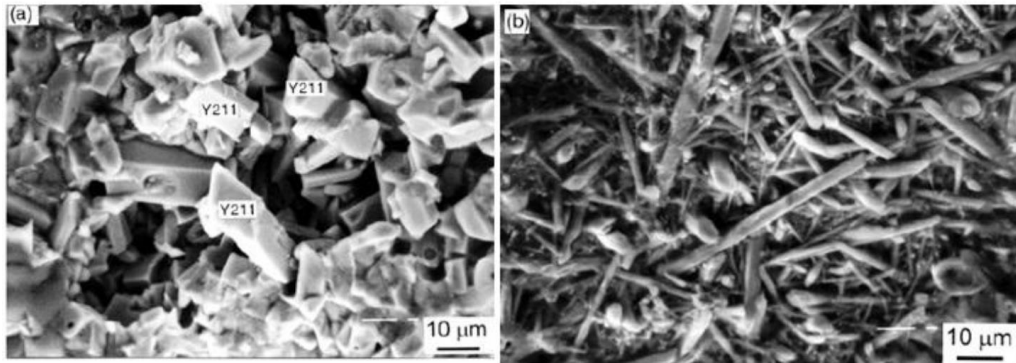


Figura 1.16 - Imagens de microscopia da fase Y211 (a) sem e (b) com a adição de 5% de  $\text{CeO}_2$  [28].

### 1.3 Propriedades de transporte em amostras texturizadas

No trabalho de Meslin e Noudem [29], podemos observar o comportamento da resistividade elétrica para uma amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  crescida pela técnica da semente, onde  $T_c$  é aproximadamente 92 K e a curva de transição normal-supercondutora mostra-se bastante estreita.

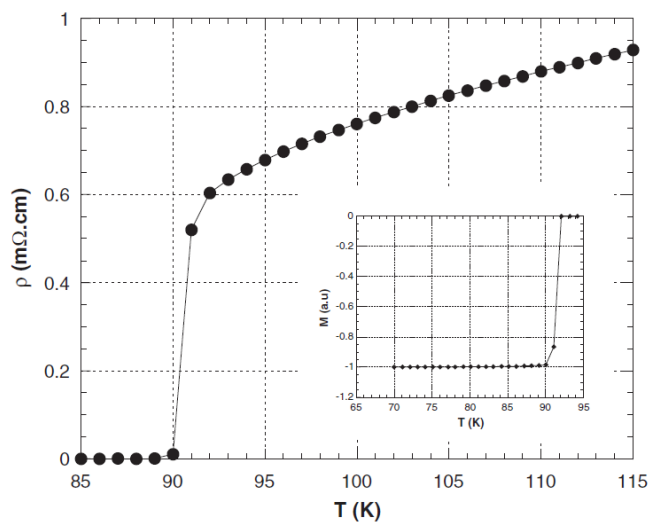


Figura 1.17 - Medida de resistividade para uma amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . O inset apresenta os detalhes da transição nas proximidades da resistividade nula. Adaptado de [29].

Como mencionado na seção 1.2.2.4, a inclusão da fase Y211 provoca um aumento de densidade de corrente crítica ( $J_c$ ) em amostras texturizadas, já que atua como centro de aprisionamento de fluxo magnético. A Figura 1.18 mostra a dependência de  $J_c$  em amostras com diferentes concentrações da fase Y211

para três amostras de YBCO texturizada, onde é possível observar que o valor de  $J_c$  cresce com o aumento da concentração da fase Y211 [9].

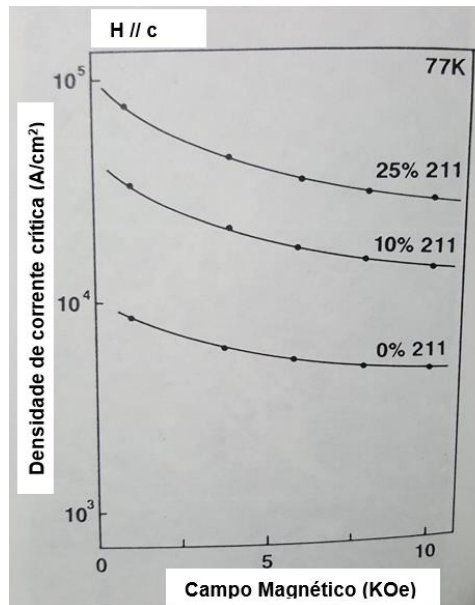


Figura 1.18 - Dependência de  $J_c$  com a inclusão da fase Y211 em amostras texturizadas de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Adaptado de [9].

As medidas de transporte elétrico em amostras texturizadas de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  podem ser feitas em diferentes configurações de campo magnético e corrente elétrica, devido ao forte caráter anisotrópico oriundo do alinhamento cristalográfico. A Figura 1.19 apresenta resultados de magnetorresistência elétrica em diferentes configurações de campo magnético e corrente elétrica, onde se observa que o campo magnético tende a alargar moderadamente a transição supercondutora, independente da orientação em que for aplicado [30].

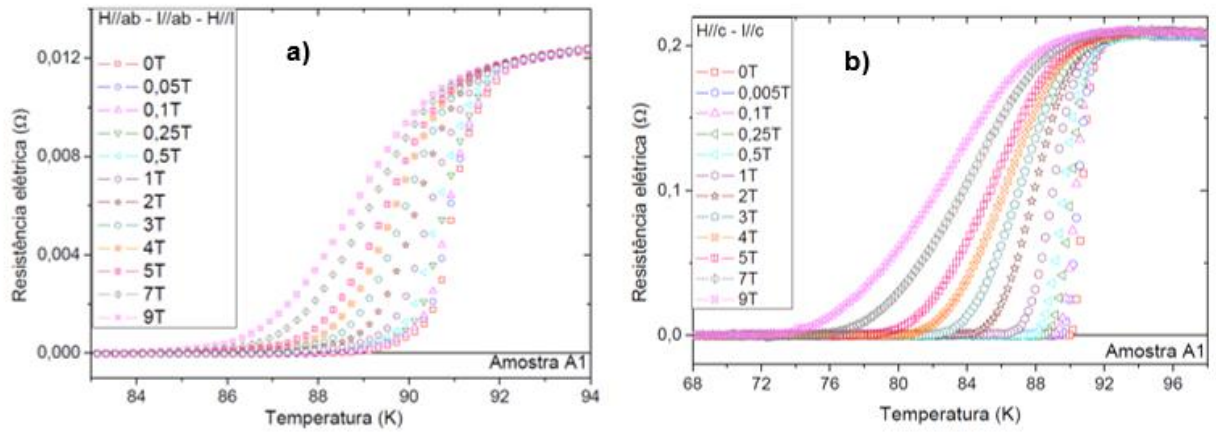


Figura 1.19 - Medidas de magnetorresistência elétrica em função da temperatura para uma amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  em várias intensidades de campo magnético aplicado nas configurações de (a)  $H // ab$  com  $I // ab$  e (b)  $H // c$  com  $I // c$  [30].

#### 1.4 Propriedades magnéticas de amostras texturizadas

Medidas magnéticas podem ser feitas através de medidas do momento magnético em função da temperatura em campo fixo [31]. Através dessas medidas é possível observar que o aumento do campo magnético aplicado tende diminuir a temperatura de transição supercondutora, como ilustra a Figura 1.20, porém, nota-se na também que a transição magnética é bastante estreita, similar ao comportamento observado em monocristais [30].

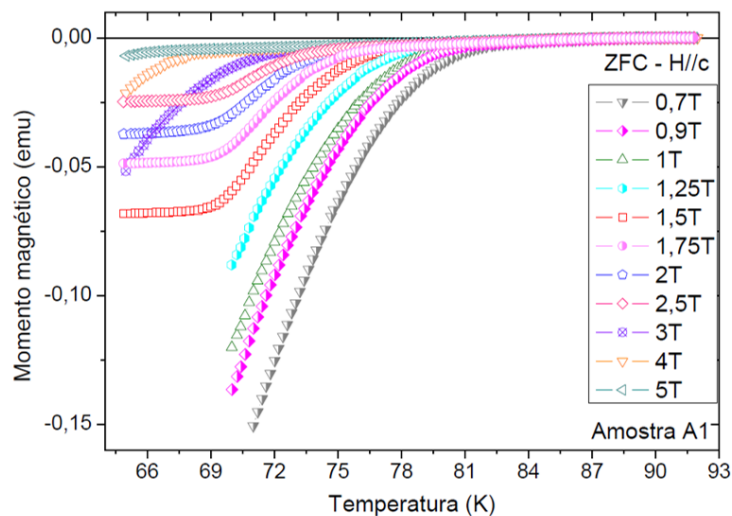


Figura 1.20 - Medidas de momento magnético para uma amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  com aplicação de campos magnéticos paralelos ao eixo  $c$  [30].

As propriedades magnéticas de amostras texturizadas também são afetadas com inclusões da fase Y211 na matriz supercondutora, fazendo com que o potencial de aprisionamento de linhas de fluxo magnético seja aumentado. Sendo assim, ao adicionar a fase Y211 ocorre um aumento na largura da curva de histerese em baixos campos magnéticos, como mostra a Figura 1.21 [32].

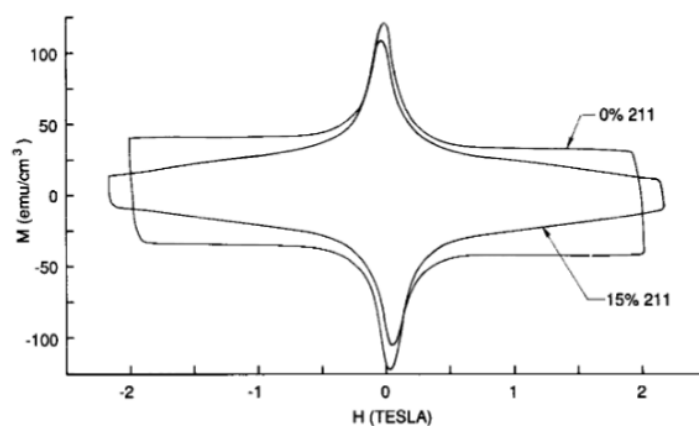


Figura 1.21 - Curvas de histerese para uma amostra de texturizada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  com 0% e 15% da fase Y211 [32].

## 1.5 Aplicações tecnológicas

A maior parte de aplicações tecnológicas em supercondutividade requerem que três parâmetros críticos sejam levados em consideração, sendo eles os valores de densidade de corrente crítica ( $J_c$ ), temperatura crítica ( $T_c$ ) e campo crítico ( $H_c$ ) [20].

Os materiais supercondutores, apesar do grande potencial tecnológico, ainda não podem competir em termos econômicos com materiais semicondutores e nem ferromagnéticos, por exemplo, pois esses materiais funcionam a temperatura ambiente, o que não é o caso dos supercondutores que precisam de um permanente resfriamento para seu funcionamento [33].

As aplicações tecnológicas dos supercondutores podem ser classificadas em dois tipos: aplicações em pequena escala, as quais utilizam pequenas quantidades de energia e baixos valores de campo magnético, e em grande escala, as quais utilizam grandes quantidades de energia e elevados valores de campo magnético [33].

### **1.5.1 Aplicações em pequena escala**

As aplicações em pequena escala são relativamente mais econômicas que as aplicações de grande escala, em função do menor volume a ser refrigerado. As aplicações da supercondutividade em pequena escala podem ocorrer em áreas como biomedicina, geofísica, meteorologia, processamento digital e dispositivos como sensores e detectores.

### **1.5.2 Aplicações em grande escala**

Já entre as aplicações em grande escala estão os magnetos multifilamentares (aplicações em física de altas energias), ressonância magnética, reatores de fusão nuclear, usinas de armazenamento de energia, além de outras importantes aplicações, como motores elétricos, cabos e fios supercondutores de transmissão, e trens de levitação magnética.

## 2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 2.1 Comportamento elétrico do supercondutor YBaCuO

Nesta seção serão abordadas algumas propriedades de transporte elétrico dos supercondutores óxidos de alta temperatura crítica, dando ênfase ao comportamento elétrico na transição supercondutora do supercondutor YBaCuO.

#### 2.1.1 Anisotropia planar do supercondutor YBaCuO

Os óxidos supercondutores de alta temperatura crítica apresentam um forte caráter anisotrópico devido às suas estruturas cristalinas. Nestes materiais, como o YBaCuO por exemplo, existem planos de  $\text{CuO}_2$  localizados ao longo do plano ab, os quais são bons condutores de corrente elétrica, separados por camadas isolantes que são fortemente resistivas ao longo do eixo cristalográfico c. Este caráter anisotrópico pode ser evidenciado em medidas de resistividade elétrica em função da temperatura. Os resultados de resistividade elétrica obtidos em uma amostra monocristalina de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , como apresentados na Figura 2.1, mostram que a resistividade ao longo do eixo c é maior que no plano ab, sendo que a resistividade é menor no eixo b em comparação ao eixo a. Com isso, temos uma condutividade elétrica maior ao longo do eixo b. A condução elétrica é maior ao longo do eixo b devido à presença de cadeias lineares de CuO [34].

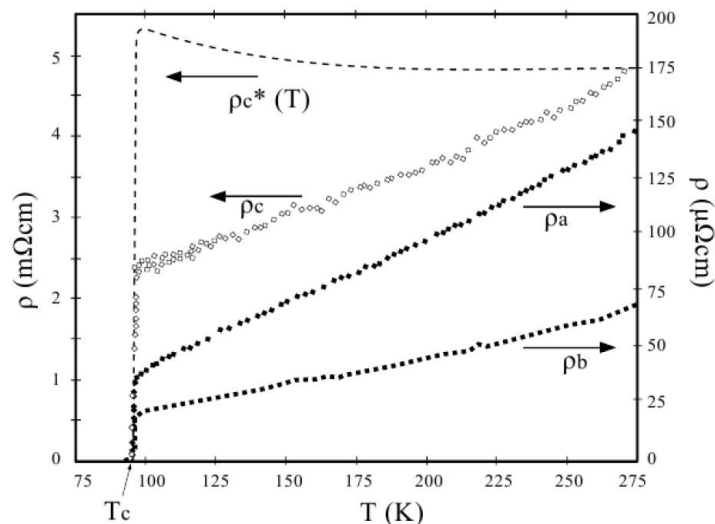


Figura 2.1 Resistividade elétrica nas direções a, b, e c para uma amostra monocristalina de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [34].

### 2.1.2 Granularidade e desordem

O estudo da granularidade e desordem são de extrema importância quando se trabalha com supercondutores óxidos de alta temperatura crítica. O caráter granular é essencial na caracterização das propriedades de magnéticas e transporte elétrico, já que amostras com alto grau de desordem possuem uma granularidade intrínseca e complexa, além do fato que as presenças de vários níveis de defeitos geram uma topologia complexa para o parâmetro de ordem supercondutor. A inhomogeneidade do estado supercondutor é refletida nas propriedades de transporte elétrico e nas propriedades magnéticas do material.

Os materiais são classificados como supercondutores do tipo II extremo quando apresentam comprimento de coerência ( $\xi$ ) bem pequeno, com tamanho comparável ao tamanho de uma célula unitária, enquanto o comprimento de penetração de London ( $\lambda_L$ ) é da ordem de  $1000 \text{ \AA}$  [35]. Este é o caso dos supercondutores de alta temperatura crítica.

As estimativas do comprimento de coerência em campo magnético nulo para o supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ao longo do eixo c variam entre 1 a  $3 \text{ \AA}$ , enquanto que ao longo do plano ab variam entre 12 a  $20 \text{ \AA}$  [35]. Através dessas características é possível classificar o supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  como supercondutor do tipo II extremo.



Os supercondutores granulares de alta temperatura crítica possuem defeitos estruturais intrínsecos em escalas microscópicas, mesoscópicas e macroscópicas. Os defeitos microscópicos e mesoscópicos podem influenciar as propriedades supercondutoras em escalas intragrão. Os defeitos em escala macroscópica são defeitos estruturais da ordem do comprimento de coerência ou maiores. As impurezas, vacâncias de oxigênio e desordem químicas são exemplos de defeitos estruturais microscópicos. Como exemplo de defeitos mesoscópicos temos as falhas de empilhamento, maclas, defeitos colunares e deslocamentos. Já entre os defeitos macroscópicos estão a fase secundária Y211, fronteiras de grão e precipitados [36].

### **2.1.3 Comportamento nas proximidades da resistência zero**

A Figura 2.2 (a) mostra uma medida de resistividade elétrica em função da temperatura e os picos da Figura 2.2 (b) a respectiva derivada em função da temperatura. Em cupratos supercondutores granulares de alta temperatura crítica a transição ocorre em duas etapas. O pico de maior temperatura representa a transição de pareamento, quando os grãos da amostra se tornam supercondutores, enquanto que no pico de menor temperatura temos um efeito percolativo na região entre os grãos. Esta região é formada basicamente por junções fracas, sendo que o estabelecimento da transição de coerência (quando a região entre os grãos se torna supercondutora) ocorre via ativação térmica, levando ao estabelecimento da resistência nula em toda a amostra [37].

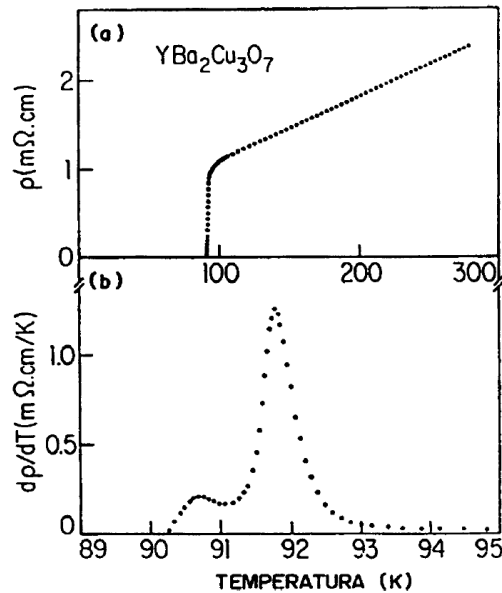


Figura 2.2 - (a) Medida de resistividade elétrica em função da temperatura e sua (b) derivada para uma amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  [37].

#### 2.1.4 Efeito do campo magnético na resistência elétrica mediante campos magnéticos contínuos

Quando um material está no estado supercondutor ocorrem mudanças profundas no comportamento elétrico ao ser aplicado um campo magnético externo. Na Figura 2.3 podemos observar o comportamento da resistividade elétrica com aplicação de diferentes valores de campos magnético. Em baixos campos magnéticos aplicados, as ligações entre os grãos são enfraquecidas, sendo assim, é possível observar uma diminuição na temperatura de resistência nula, também chamada de temperatura de coerência ( $T_{c0}$ ), entretanto a transição de pareamento é pouco afetada, como podemos observar na Figura 2.1 (a). Para campos magnéticos mais elevados (Figura 2.1 (b)) ocorre um maior deslocamento para a região de baixas temperaturas tanto na transição paracoerente como na transição coerente, alargamento esse que ocorre pelo fato da dinâmica de vórtices desempenhar um efeito dissipativo mais intenso neste caso [38].

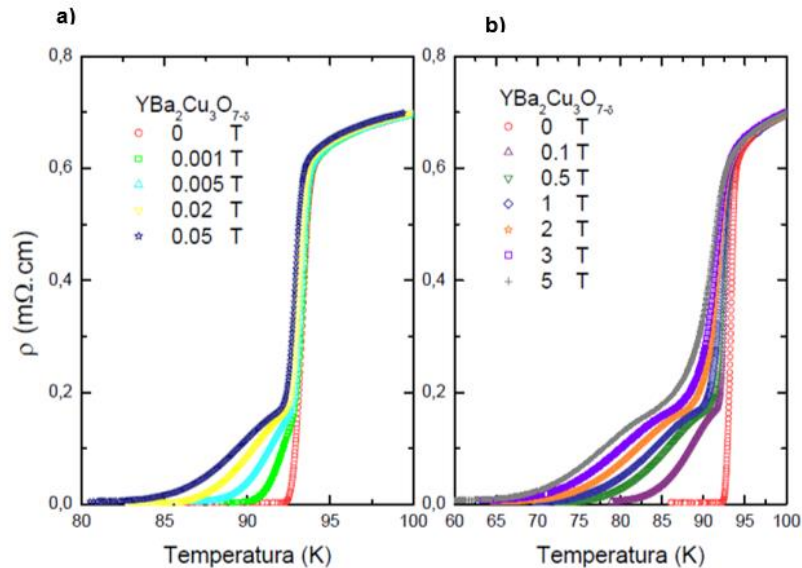


Figura 2.3 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura para uma amostra policristalina de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  no regime de (a) baixos e (b) altos campos magnéticos aplicados [38].

### 2.1.5 Resistência elétrica mediante campos magnéticos pulsados

A investigação da resistência elétrica com a utilização de campos magnéticos pulsados pode ser feita através de medidas de resistência elétrica ( $R$ ) em função do pulso de campo magnético ( $H$ ) aplicado em uma temperatura fixa ( $T$ ) [39], diferentemente das medidas de resistência elétrica mediante campos magnéticos contínuos, abordadas na seção 2.1.3. No trabalho de Skourski e colaboradores [39], como mostra a Figura 2.4, podemos observar o comportamento da resistência elétrica  $R(H)$  para uma amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado em várias temperaturas e com um pulso máximo de campo magnético aplicado próximo de 50 T na configuração  $H // c$ . Os resultados mostram que a transição supercondutora é fortemente afetada com o aumento do campo magnético aplicado e também com a temperatura [39]. Para a temperatura de 95 K, pode-se observar que não houve a queda da resistência elétrica para zero, ou seja, não ocorreu transição de fase em função dessa temperatura estar acima da temperatura crítica do YBCO.

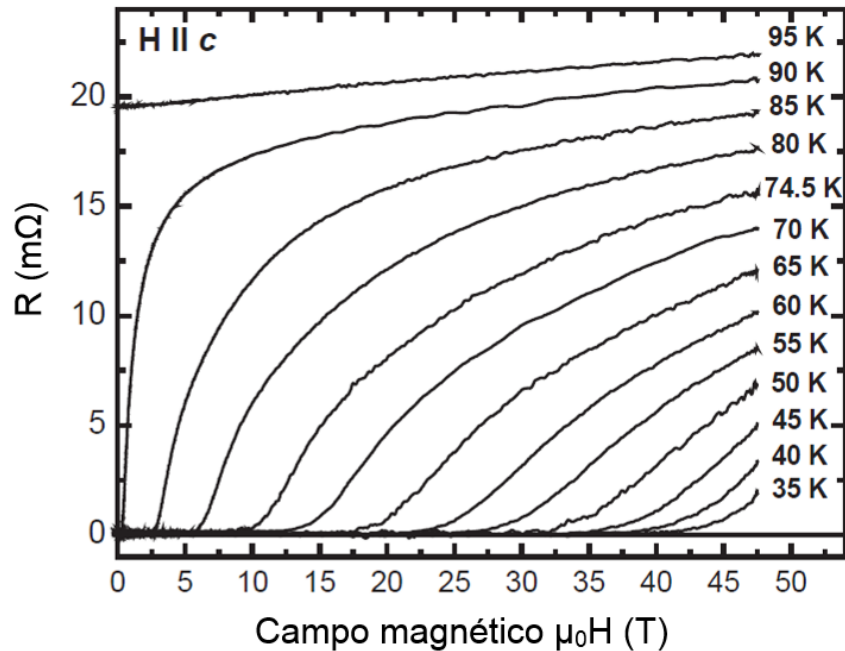


Figura 2.4 - Medidas de resistência elétrica para uma amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  em diferentes temperaturas com a aplicação de campos magnéticos pulsados. Adaptado de [39].

## 2.2 Comportamento magnético do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Nesta seção serão abordadas algumas propriedades magnéticas do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , com destaque para a dinâmica de vórtices e a irreversibilidade magnética.

### 2.2.1 Aspectos gerais

As características necessárias para que um material seja considerado supercondutor são duas: a resistência nula, que ocorre quando o material atinge a temperatura crítica, e o diamagnetismo perfeito (efeito Meissner) caracterizado pela expulsão total de fluxo magnético do interior do material, devido as correntes superficiais induzidas na amostra. De acordo com o comportamento que os materiais supercondutores apresentam devido à presença de campo magnético externo, os supercondutores podem ser classificados em dois tipos, a saber, supercondutor do tipo I e supercondutor do tipo II, como ilustra a Figura 2.5. A seguir será feito uma breve descrição dos dois tipos de supercondutores.

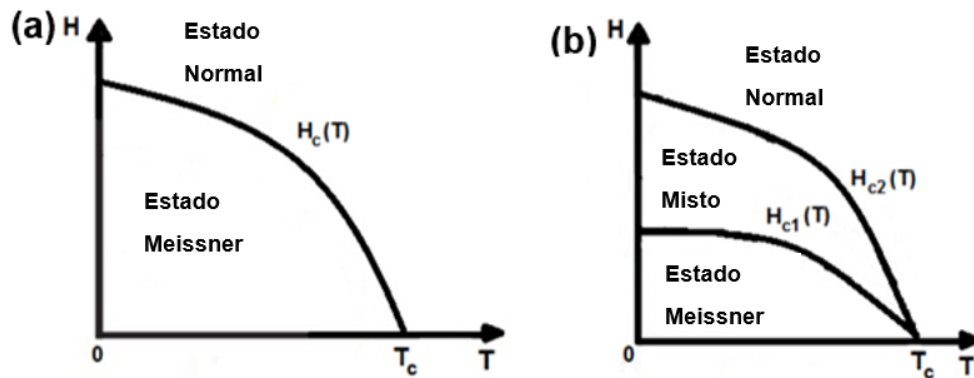


Figura 2.5 - Diagrama de fases para um supercondutor do (a) tipo I e (b) tipo II. Adaptado de [8].

### 2.2.1.1 Diagrama de fases dos supercondutores do tipo I e do tipo II

Os supercondutores do tipo I apresentam os estados normal e Meissner. No estado Meissner ocorre a expulsão total do fluxo magnético do interior da amostra, com o estado supercondutor permanecendo até um certo valor de campo magnético, chamado de campo crítico, ou  $H_c$ . Acima de  $H_c$  a supercondutividade é suprimida e ocorre a transição para o estado normal. Os supercondutores do tipo II apresentam três estados, Meissner, misto (estado de vórtices) e normal, além de dois campos críticos,  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ . Em campos acima de  $H_{c1}$ , temos o estado misto, onde o efeito Meissner é incompleto, e o campo magnético penetra a amostra na forma de finos filamentos retilíneos, denominados de vórtices. Os vórtices na região mista aumentam com a aplicação do campo magnético externo, de modo que a supercondutividade vai sendo gradualmente suprimida até o campo crítico ( $H_{c2}$ ), onde então ocorre a transição da fase supercondutora para a fase normal [40].

### 2.2.1.2 Vórtices e estado misto

No estado misto o efeito Meissner é incompleto, sendo que nesse estado encontram-se estruturas magnéticas denominadas de vórtices, como mencionado na seção anterior. Os vórtices são estruturas cilíndricas, onde dentro de cada vórtice existe exatamente um quantum de fluxo magnético, dado por:

$$\phi = \frac{h}{2e} \sim 2 \cdot 10^{-15} \text{ T} \cdot \text{m}^2 \quad (2.1)$$

Ao redor de cada vórtice circulam supercorrentes de blindagem que se distribuem numa espessura  $\lambda$  (comprimento de penetração). O raio de um vórtice é aproximadamente igual ao comprimento de coerência de Ginzburg - Landau ( $\xi$ ). O número de vórtices no estado misto aumenta gradualmente com o aumento do campo magnético aplicado. A Figura 2.6 mostra de forma esquemática a estrutura de um vórtice [20].

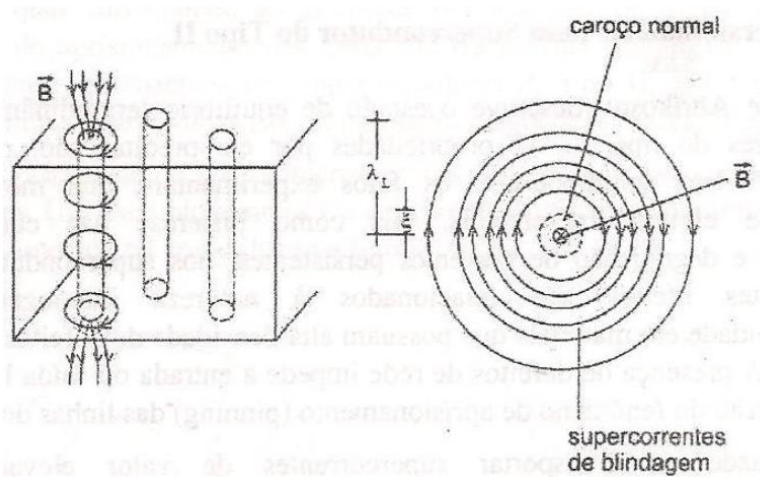


Figura 2.6 - Estrutura de um vórtice [1].

A Figura 2.7 ilustra a relação do comprimento de coerência e a densidade de superpartículas para um vórtice isolado. Também podemos observar a relação entre o comprimento de penetração e a indução magnética, onde a densidade de fluxo magnético decresce com a distância ao centro do vórtice. No centro de

cada vórtice a supercondutividade é suprimida, já que o valor de campo magnético é máximo neste local [34].

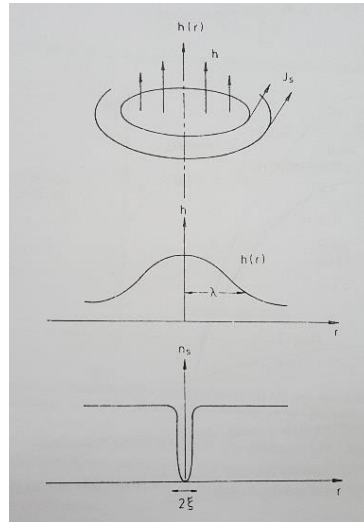


Figura 2.7 - Estrutura de um vórtice isolado, onde pode ser observada a variação da densidade de superpartículas e da indução magnética a partir do centro da estrutura [34].

### 2.2.1.3 Vórtices de Abrikosov

Os vórtices em supercondutores homogêneos, quando estão no nível de mais baixa energia, são ordenados num arranjo em forma triangular ou hexagonal, como ilustra a Figura 2.8. Este arranjo é chamado de rede de Abrikosov. Esses vórtices se localizam no interior dos grãos supercondutores, e por isso são também chamados de vórtices intragranulares, como também ilustra a Figura 2.10, sendo separados por uma distância  $a_{\Delta}$  [41].

$$a_{\Delta} = 1.075 \sqrt{\frac{\Phi_0}{B}} \quad (2.2)$$

onde  $a_{\Delta}$  é o valor do parâmetro de rede.

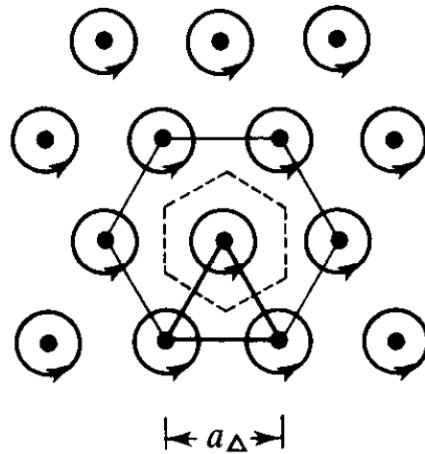


Figura 2.8 - Arranjo em rede para os vórtices de Abrikosov [41].

A distância entre os vórtices diminui com o aumento do campo magnético aplicado, sendo que, quando a distância entre eles for da ordem do comprimento de coerência, os vórtices começam a se sobrepor e o volume supercondutor tende a zero [20].

Os vórtices interagem repulsivamente uns com os outros devido as supercorrentes de blindagem na sua superfície, como ilustra a Figura 2.9 [1].

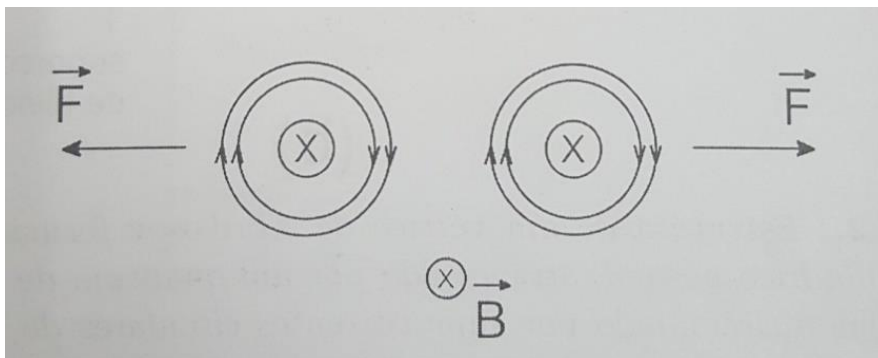


Figura 2.9 - Interação entre dois vórtices [1].

#### 2.2.1.4 Vórtices de Josephson

Como abordado anteriormente, no estado misto o campo magnético penetra na forma de vórtices, porém, em supercondutores granulares existem dois tipos de vórtices, a saber: vórtices de Abrikosov e vórtices de Josephson. Os vórtices de



Josephson localizam-se na região entre os grãos, por isso também são chamados de vórtices intergranulares, como mostra a Figura 2.10.

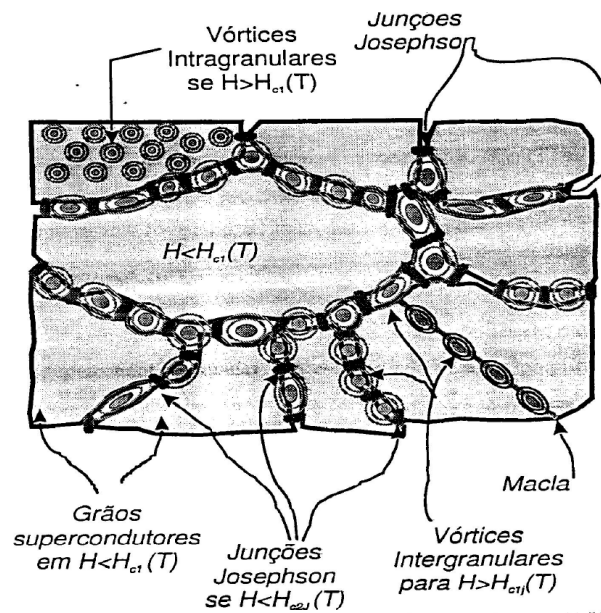


Figura 2.10 - Representação esquemática dos vórtices intragranulares e intergranulares [42].

Os vórtices de Josephson são uma consequência do estado quântico macroscópico, sendo descrito em termos do efeito Josephson. O efeito Josephson acontece quando existe um tunelamento de pares de Cooper entre dois supercondutores separados por uma fina barreira isolante ou um metal normal, como ilustra a Figura 2.11. O tunelamento ocorre devido a penetração da barreira e a transmissão do parâmetro de ordem do supercondutor 1 ( $S_1$ ) para o supercondutor 2 ( $S_2$ ). A penetração do parâmetro de ordem supercondutor na barreira metálica ou isolante e sua transmissão ocorre via efeito de proximidade [43].

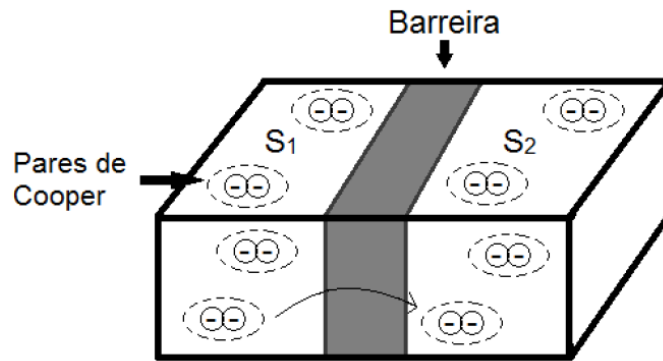


Figura 2.11 - Ilustração do efeito Josephson entre dois supercondutores separados por uma barreira (isolante ou metálica) [8].

Em supercondutores granulares o acoplamento entre os grãos ocorre devido as ligações que podem transmitir a coerência de fases para o sistema. Com base nisso, Clem [44] propôs um modelo no qual considera que o supercondutor seja um material formado por uma matriz de grãos supercondutores anisotrópicos, onde os grãos vizinhos são acoplados por junções Josephson idênticas e com uma densidade de corrente crítica de Josephson  $J_{0J}$ .

Através de medidas experimentais em materiais supercondutores foi possível observar que em baixos campos magnéticos, onde  $H < H_{c1J}$  ( $H_{c1J}$  é o campo crítico associado as junções Josephson), há correntes de blindagem induzidas na superfície da amostra devido ao campo magnético aplicado. Entretanto, quando tivermos campos entre  $H_{c1J}(T) < H < H_{c1}(T)$  o campo magnético penetrará o material supercondutor granular na forma de vórtices de Josephson [45]. Quando o supercondutor se encontra no estado misto, ou seja, com  $H$  acima de  $H_{c1}(T)$ , ao aplicar campo magnético são formados primeiramente vórtices na região entre os grãos supercondutores. Como as ligações entre os grãos são fracas (sensíveis à aplicação de campo magnético), os acoplamentos intergranulares são fracos, logo o campo magnético penetra mais facilmente nessa região até atingir um certo comprimento de penetração, denominado de  $\lambda_J$  [46]. A supercondutividade intragranular sofre uma mudança do estado supercondutor para o estado normal quando o campo crítico é maior que  $H_{c2J}(T)$  [46].

### 2.2.1.5 Aprisionamento de vórtices

O aprisionamento de vórtices pode ocorrer nos defeitos presentes na rede cristalina do supercondutor. Os centros de aprisionamento são consequência de variações locais do comprimento de coerência ( $\xi$ ) e do comprimento de penetração ( $\lambda$ ), os quais podem ser causados por defeitos estruturais. O parâmetro de ordem supercondutor ( $\Psi$ ) determina localmente se o material está no estado supercondutor ou não. No centro de cada vórtice o parâmetro de ordem é localmente suprimido, sendo que as regiões mais favoráveis à formação de vórtices são aquelas em que o parâmetro de ordem esteja naturalmente enfraquecido. Desta forma, o aprisionamento de vórtices é mais favorável nos defeitos existentes no material, em diferentes escalas.

O aprisionamento de apenas alguns vórtices são suficientes para aprisionar a rede como um todo. Quando um vórtice se localiza aprisionado em um defeito do material, o sistema ganhará uma energia de aprisionamento ( $U_p$ ) que será igual a energia de condensação do volume do vórtice ( $V$ ), dada por [41,47]:

$$U_p = \Delta E x V = \frac{1}{8\pi} H_c^2 V \quad (2.3)$$

sendo  $V$  o volume aprisionado do vórtice,  $H_c$  o campo crítico e  $\Delta E$  é a energia de condensação por unidade de volume, igual a  $\Delta E = \frac{1}{8\pi} H_c^2$ .

### 2.2.3 Linha de irreversibilidade magnética

Nas medidas de momento magnético em função da temperatura sem e com campo magnético aplicado, chamados de procedimentos ZFC (Zero Field Cooled) e FC (Field Cooled) respectivamente, nota-se um comportamento irreversível a partir de uma certa temperatura, chamada de temperatura de irreversibilidade magnética ( $T_{irr}$ ), a qual varia com o campo magnético aplicado. A temperatura de irreversibilidade magnética ( $T_{irr}$ ) é obtida na região em que ocorre a divergência das medidas dos procedimentos ZFC e FC, como mostra a Figura 2.12 [48].

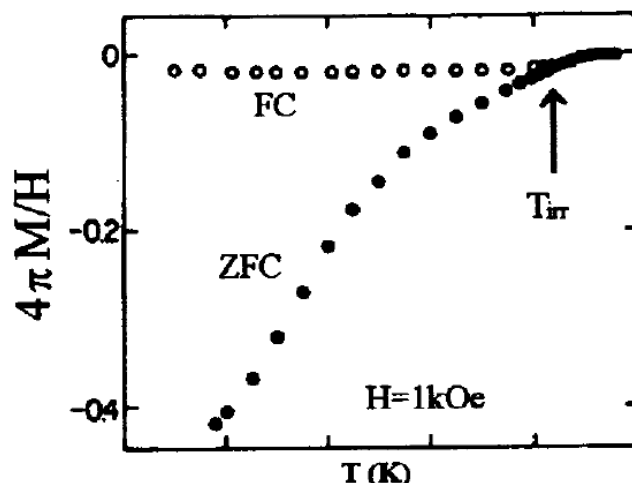


Figura 2.12 - Medida do momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC [48].

A medida ZFC é feita na amostra partindo-se de uma temperatura acima da temperatura crítica ( $T > T_c$ ). Em seguida a amostra é resfriada até baixas temperaturas ( $T < T_c$ ) em campo magnético nulo. Depois é aplicado campo magnético, e mede-se o momento magnético devido às supercorrentes de blindagem na superfície da amostra.

Já uma medida FC pode ser feita na amostra de duas maneiras, ou pelo procedimento FCC (*Field Cooled Cooling*) durante a descida da temperatura, ou procedimento FCW (*Field Cooled Warming*) durante a subida da temperatura. Através dessa medida é possível medir o momento diamagnético resultante devido a expulsão do fluxo magnético do interior da amostra, o efeito Meissner. A linha de irreversibilidade magnética divide o estado misto em um estado denominado líquido de vórtices e outro denominado sólido de vórtices, como ilustra a Figura 2.13. Acima da temperatura de irreversibilidade magnética ( $T_{irr}$ ), no estado líquido de vórtices, ou simplesmente região reversível, existe resistência a passagem de corrente elétrica, pois os vórtices se movimentam livremente nessa região. Abaixo da  $T_{irr}$ , na região sólido de vórtices ou região irreversível, os vórtices têm sua mobilidade diminuída, em razão das forças de aprisionamento, e uma corrente elétrica pode percorrer a amostra sem resistência elétrica [42].

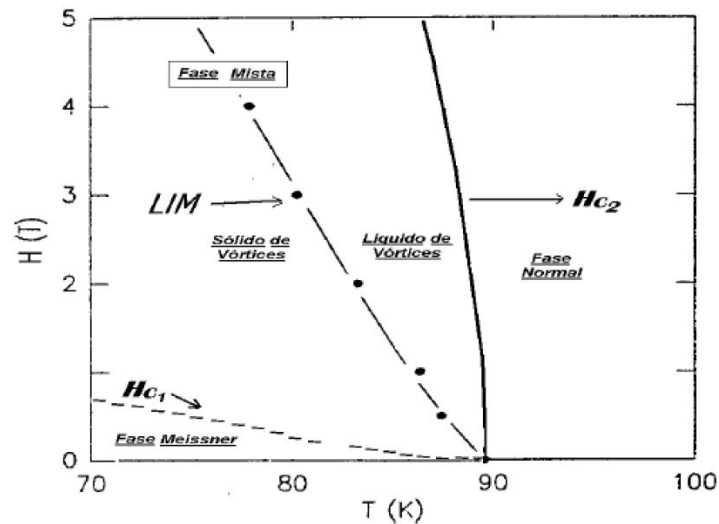


Figura 2.13 - Diagrama H-T de um supercondutor do tipo II, ilustrando a linha de irreversibilidade magnética no estado misto [42].

### 2.2.3.1 Anisotropia planar da linha de irreversibilidade magnética

A Figura 2.14 apresenta duas linhas de irreversibilidade magnética para uma amostra de YBaCuO texturizada, as quais podem ser obtidas a partir de medidas do tipo ZFC e FC, como ilustra a Figura 2.14, aplicando-se o campo magnético paralelo ao eixo c ou ao longo do plano ab. Observa-se ainda uma forte anisotropia na irreversibilidade magnética devido a estrutura planar intrínseca dos óxidos supercondutores de alta temperatura crítica [49].

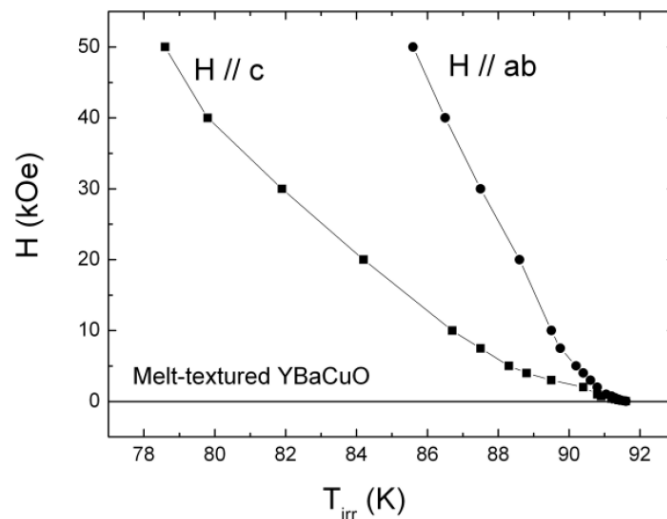


Figura 2.14 - Anisotropia na irreversibilidade magnética para uma amostra de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> [49].

Quando aplicamos o campo magnético paralelo ao eixo  $c$ , temos o aprisionamento de vórtices ao longo dos planos de condução, dando origem a vórtices bidimensionais ou vórtices panqueca, os quais são fracamente acoplados. Para baixas temperaturas os vórtices panqueca estabilizam-se num arranjo tridimensional, porém com o aumento da temperatura os vórtices conseguem superar as forças de *pinning* (aprisionamento) e devido isso ocorre uma mudança de um arranjo tridimensional para um arranjo bidimensional [50]. Como o efeito de aprisionamento nessa configuração de campo magnético não é tão eficaz, temos uma região reversível maior, como ilustra a Figura 2.14, e conseqüentemente uma maior dissipação de energia.

Por outro lado, quando aplicamos campo magnético paralelo ao plano  $ab$ , ou seja, paralelo aos planos de condução, temos vórtices localizados nas camadas isolantes. Nesta configuração de aplicação de campo magnético o movimento dos vórtices fica restrito nas camadas isolantes, por esse motivo temos um eficaz mecanismo de *pinning* intrínseco para os vórtices ao longo do plano  $ab$  [51]. Disso resultam temperaturas de irreversibilidade magnética maiores, como pode ser observado na Figura 2.14.

### **2.2.3.2 Linha de irreversibilidade magnética mediante campos magnéticos pulsados**

A linha de irreversibilidade magnética mediante campos magnéticos pulsados é obtida através de resultados experimentais de campo de irreversibilidade magnética ( $H_{irr}$ ). Embora a linha de irreversibilidade magnética mediante campos magnéticos pulsados seja obtida de maneira diferente em relação à aplicação de campos contínuos, esta apresenta o mesmo significado físico, ou seja, o campo de irreversibilidade magnética divide o estado misto em uma região líquida de vórtices (reversível) e região sólida de vórtices (irreversível).

O campo de irreversibilidade magnética para campos magnéticos pulsados é determinado através de medidas de momento magnético em função do pulso de campo magnético aplicado na amostra em temperatura fixa, o que é equivalente a uma medida de histerese magnética, como ilustra a Figura 2.15. No *inset* da Figura 2.15 é possível observar com maior detalhamento a região de

determinação do campo de irreversibilidade referente à temperatura da medida [39].

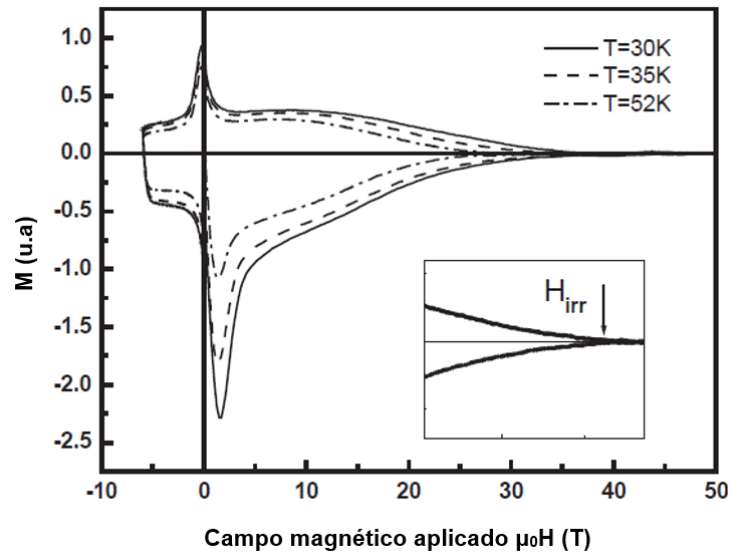


Figura 2.15 - Medidas de histerese magnética para  $H // c$  em  $T = 30\text{ K}$ ,  $T = 35\text{ K}$  e  $T = 52\text{ K}$ . *Inset*: Determinação de campo de irreversibilidade para  $T = 35\text{ K}$ . Adaptado de [39].

## 2.2.4 Modelos teóricos

Existem vários modelos teóricos para descrever a linha de irreversibilidade magnética, dentre os quais destacam-se: *flux creep* gigante, vidro supercondutor, fusão da rede de vórtices, vidro de vórtices e vidro de Bose. Estes modelos serão abordados nesta seção.

### 2.2.4.1 Flux Creep Gigante

O modelo *flux creep* gigante foi proposto em 1988 por Yeshurun e Malozemoff [52] baseado inicialmente no modelo de Anderson e Kim [53] para supercondutores do tipo II convencionais. O modelo de Anderson e Kim prevê que os vórtices aprisionados nos defeitos cristalinos da amostra podem ser ativados termicamente sobre uma barreira de *pinning*, mesmo que a força de *pinning* seja maior que a força de Lorentz. Em supercondutores de alta temperatura crítica este modelo é chamado de *flux creep* gigante. As diferenças

entre o modelo *flux creep* e o modelo *flux creep* gigante são a baixa energia de aprisionamento dos vórtices ( $U_0$ ) e os elevados valores de temperatura crítica nos supercondutores de alta temperatura crítica [52].

Segundo Yeshurun e Malozemoff a linha de irreversibilidade magnética no diagrama H-T é descrita por uma lei de potência do tipo

$$H = H_0(1 - t)^\alpha \quad (2.4)$$

onde  $t$  é a temperatura reduzida, dada por  $t = \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr(0)}}$ ,  $T_{irr}$  a temperatura de irreversibilidade magnética e  $\alpha = 1,5$ .

A linha de irreversibilidade magnética de acordo com o modelo *flux creep* gigante pode ser interpretada como uma linha de *depinning* no plano H-T. Na região abaixo desta linha os vórtices estão aprisionados e por esta razão temos valores finitos de densidade de corrente crítica. Acima desta linha os vórtices se movimentam livremente, e por esse motivo temos um valor nulo ou próximo a zero para a densidade de corrente crítica.

#### 2.2.4.2 Fusão da rede de vórtices (*Vortex Melting*)

A linha de irreversibilidade magnética neste modelo é explicada em termos da fusão da rede de vórtices de Abrikosov proveniente de flutuações termodinâmicas. Nas proximidades da temperatura de fusão da rede ( $T_M$ ) ocorre uma instabilidade na rede de vórtices devido as flutuações termodinâmicas, e isso acaba gerando uma transição de segunda ordem nesta rede.

Os principais fatores responsáveis pelo fenômeno de *flux melting* são os valores pequenos de constantes elásticas da rede de vórtices que estão associados ao pequeno valor de comprimento de coerência e ao elevado valor de temperatura crítica [54,55].

De acordo com Nelson e colaboradores [54], quando ocorrem colisões entre vórtices, surgem no estado líquido de vórtices dois novos regimes de fluxo, o regime desemaranhado (*desentangled flux liquid*) e o emaranhado (*entangled flux liquid*), como ilustra a Figura 2.16. No estado líquido de vórtices



desemaranhado tem-se baixa densidade de linhas de vórtices e temperaturas mais elevadas. Já no estado líquido de vórtices emaranhado tem-se um entrelaçamento entre as linhas de vórtices devido à grandes amplitudes de deslocamento.

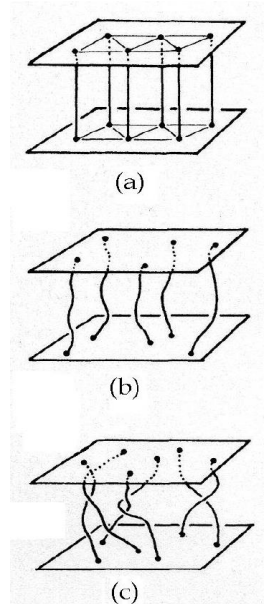


Figura 2.16 - Ilustração das fases do modelo de fusão da rede de vórtices. (a) rede de vórtices de Abrikosov, (b) líquido de vórtices desemaranhado e (c) líquido de vórtices emaranhado [54].

### 2.2.4.3 Vidro supercondutor (*Superconducting Glass*)

Para explicar o comportamento da linha de irreversibilidade magnética em amostras supercondutoras de  $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$ , Müller e colaboradores [56] propuseram um modelo chamado vidro supercondutor. Este modelo foi baseado no modelo de Ebner e Stroud [57] que explica o comportamento da susceptibilidade diamagnética em *clusters* supercondutores.

O modelo de Müller e colaboradores parte do princípio que existe um arranjo desordenado de grãos supercondutores, os quais possuem dimensões menores que o comprimento de penetração e são fracamente acoplados por tunelamento Josephson ou por efeitos de proximidade. Para descrever o estado supercondutor cujo o sistema de grãos é fracamente acoplado é utilizado o seguinte Hamiltoniano:

$$H = \sum_{\langle i,j \rangle} J_{ij} (\vec{r}_{ij}, \vec{B}, T) \cos(\theta_i - \theta_j - A_{ij}) \quad (2.5)$$

sendo  $J_{ij}$  a energia de acoplamento entre grãos  $i$  e  $j$ , e é dado por:

$$J_{ij} = \frac{\hbar}{2e} I_{ij} \quad (2.6)$$

$\theta_i$  e  $\theta_j$  são as fases do parâmetro de ordem de Ginzburg-Landau entre os grãos  $i$  e  $j$ . Os  $A_{ij}$  são deslocamentos de fase causado pelo campo magnético entre os respectivos grãos e são dados por:

$$A_{ij} = \frac{2\pi}{\phi_0} \int_i^j (\vec{H} \cdot \overrightarrow{dl}) \quad (2.7)$$

sendo  $\phi_0$  o quantum de fluxo magnético dado por:  $\phi_0 = (\hbar c / 2e)$ .

O modelo de Müller e colaboradores prevê a existência de uma fase de baixas temperaturas, chamada de vidro supercondutor, onde o fenômeno de frustração predomina devido à presença de desordem e de acoplamentos de fase conflitantes.

Devido ao fator de fase  $A_{ij}$  o fenômeno de frustração é introduzido, causando um deslocamento de fase entre os grãos. Como os grãos são multiconectados, não existe uma configuração de fase que minimize as energias entre todos os pares de grãos de forma simultânea. Desta forma, a linha de irreversibilidade magnética determinada experimentalmente pode ser interpretada por este

modelo como sendo uma linha que separa as fases de vidro supercondutor e um sistema de grãos desacoplados [58].

Segundo Müller e colaboradores a lei de potência usada para descrever linha de irreversibilidade magnética para amostras supercondutoras de  $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$  é muito semelhante à funcionalidade utilizada para interpretar a linha de irreversibilidade magnética em sistemas de vidro de spin [56]. Através dessa analogia os autores afirmaram que para supercondutores de alta temperatura crítica o comportamento da linha de irreversibilidade magnética no limite de baixos campos magnéticos obedece à lei de potência do tipo Almeida-Thouless (AT) [59], dada por:

$$H = H_0 \left( 1 - \frac{T_g(H)}{T_g(0)} \right)^\gamma \quad (2.8)$$

sendo  $\gamma = \frac{3}{2}$ ,  $H_0$  uma constante dependente do material, e  $T_g(H)$  seria a temperatura de congelamento, podendo ser interpretada como sendo a  $T_{irr}(H)$  em supercondutores, como foi proposto por Müller e colaboradores, e conforme podemos observar na Figura 2.17.

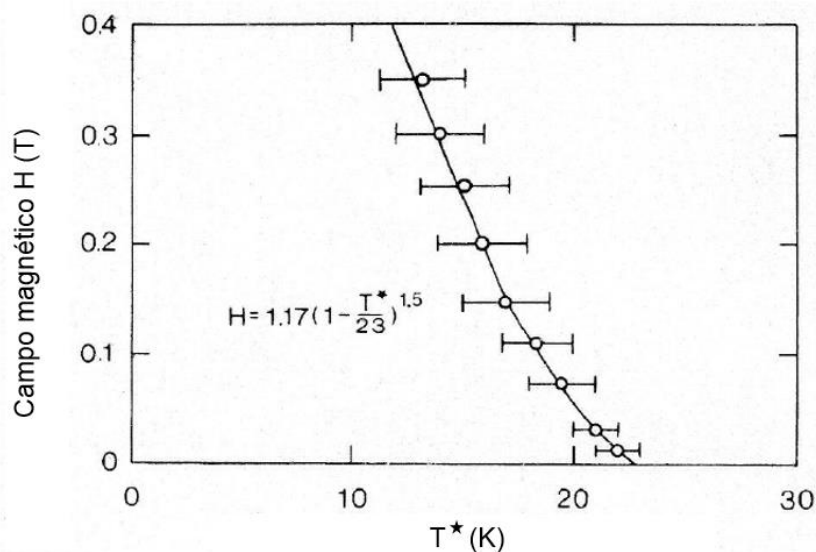


Figura 2.17 - Ajuste do tipo Almeida-Thouless da linha de irreversibilidade magnética para uma amostra de  $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$  no regime de baixos campos magnéticos. Adaptado de [59].

Em campos magnéticos um pouco mais elevados, da ordem de alguns kOe tem-se um *crossover* do regime Almeida-Thouless para um regime do tipo Gabay-Toulouse [60], onde a linha de irreversibilidade magnética passa a obedecer à seguinte lei de potência:

$$H = \beta \left(1 - \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(0)}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

sendo  $\beta$  uma constante,  $T_{irr}(H)$  a temperatura de irreversibilidade com campo magnético aplicado e  $T_{irr}(0)$  a temperatura de irreversibilidade na ausência de campo magnético aplicado.

#### **2.2.4.4 Vidro de vórtices (*Vortex Glass*)**

Este modelo foi desenvolvido por Fisher [61] e é utilizado para explicar o comportamento da linha de irreversibilidade magnética no estado misto de supercondutores de alta temperatura crítica, tendo como base os efeitos de desordem.

Segundo Fisher este modelo apresenta uma fase de vidro de vórtices entre os estados Meissner e a linha de congelamento  $T_g(H)$ , a qual pode ser interpretada como a linha de irreversibilidade magnética, como ilustra a Figura 2.18.

Na região vidro de vórtices a rede de vórtices de Abrikosov congela em uma rede 2D e apresenta somente ordem de curto alcance. Neste modelo a transição de fases para a fase vidro de vórtices em materiais supercondutores é similar a uma transição de fases para a fase vidro de spin em sistemas magnéticos [62]. Com isso, temos que a desordem e a frustração neste modelo estão diretamente relacionadas com a distribuição aleatória dos centros de aprisionamento.

O aumento da temperatura faz com que a fase vidro de vórtices se torne instável, podendo vir a fundir ao longo da linha de irreversibilidade magnética. Acima da linha de irreversibilidade magnética tem-se o estado líquido de vórtices, o qual apresenta-se como uma fase magneticamente reversível, como ilustra a Figura 2.18.

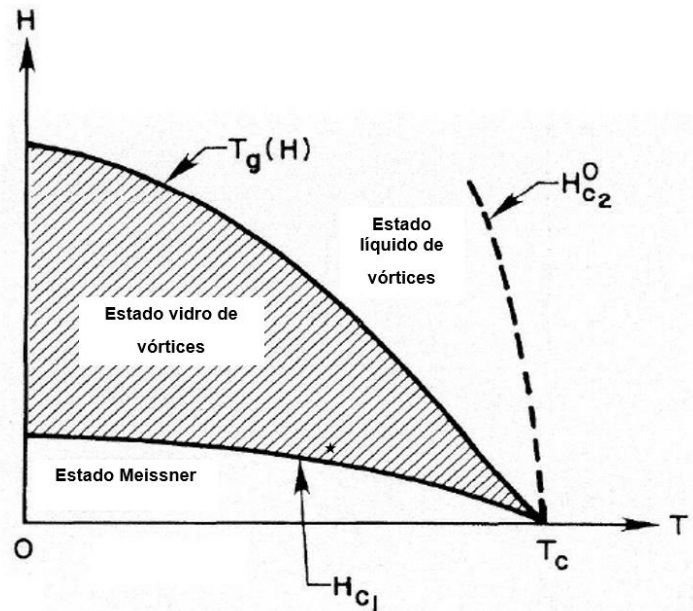


Figura 2.18 - Diagrama de fases para o modelo vidro de vórtices, onde  $T_g$  é considerada a temperatura de irreversibilidade magnética. Adaptado de [61].

#### 2.2.4.5 Vidro de Bose (*Bose Glass*)

O modelo foi desenvolvido por Nelson e Vinokur [63] para explicar os efeitos da dinâmica de fluxo devido o aprisionamento de vórtices por defeitos correlacionados, como fronteiras de grãos, maclas, defeitos colunares, dentre outros.

Segundo Nelson e Vinokur [63] o diagrama H-T para este modelo está dividido em líquido de fluxo ou superfluido, vidro de Bose e isolante de *Mott* (*Mott insulator*). A fase líquido de fluxo ocorre nas temperaturas mais elevadas do diagrama H-T, onde os vórtices se movimentam de maneira a saltar livremente de um defeito para outro da amostra. A fase vidro de Bose ocorre logo abaixo de uma certa temperatura, denominada de temperatura de vidro de Bose ( $T_{Bg}$ ), e nesta fase as linhas de fluxo magnético ficam aprisionadas nos defeitos colunares. Esta fase ocorre abaixo da temperatura  $T_{Bg}$ , e é experimentalmente identificada como a temperatura de irreversibilidade magnética. A fase vidro de Bose é caracterizada por apresentar um aprisionamento de vórtices fortemente anisotrópico, oriundos dos defeitos estendidos. Já a fase isolante de *Mott* ocorre em temperaturas mais baixas que a fase de vidro de Bose, sendo caracterizada

por apresentar uma densidade de vórtices igual à densidade de centros de *pinning* correlacionados. A Figura 2.19 ilustra o esquema de aprisionamento das linhas de vórtices para cada uma das fases previstas neste modelo.

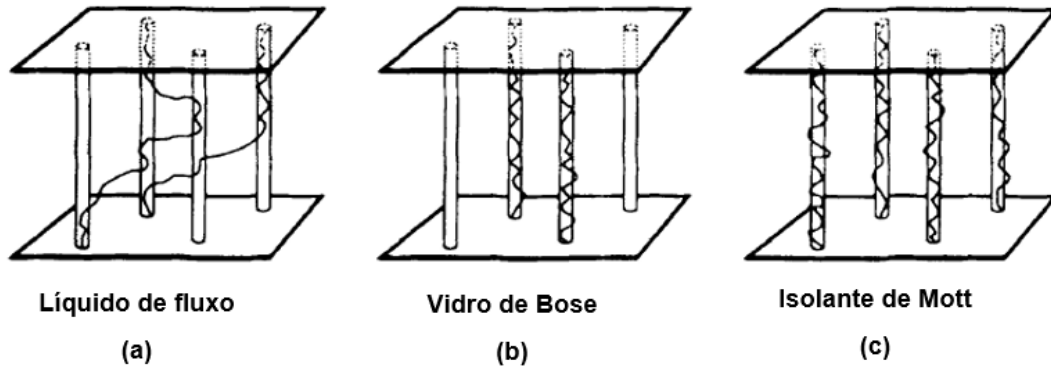


Figura 2.19 - Ilustração do aprisionamento das linhas de vórtices para (a) a fase líquido de fluxo, (b) a fase vidro de Bose e (c) a fase isolante de *Mott*. Adaptado de [63].

## 2.2.5 Resultados experimentais

No trabalho de Hänish e colaboradores [64] foi analisado comportamento da resistência elétrica para amostras de filmes finos de YBCO em baixas temperaturas mediante campos magnéticos pulsados, comparando com resultados obtidos em amostras texturizadas de YBCO do trabalho de Skourski e colaboradores [39]. As medidas de resistência elétrica foram feitas em várias temperaturas e com pulsos de campo magnético de até 50 T.

Os resultados mostram que para ambas amostras, como representado na Figura 2.20, o campo magnético aplicado tende a alargar a transição resistiva, fazendo com que a temperatura de transição do estado normal para o estado supercondutor diminua com o aumento deste.

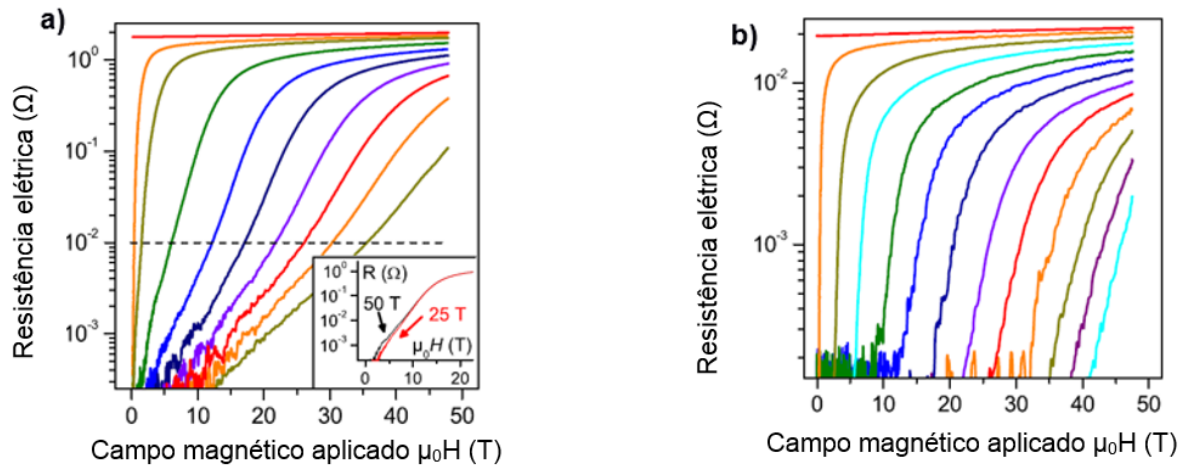


Figura 2.20 - Resultados de resistência elétrica para (a) um filme fino de YBCO e para (b) uma amostra texturizada de YBCO mediante a aplicação de campos magnéticos pulsados. A inserção em (a) mostra a comparação dos resultados obtidas para  $H=50$  e  $25$  T. Adaptado de [64].

Na Figura 2.21 podemos observar duas regiões, correspondentes a amostra de filme fino de YBCO e a amostra de YBCO texturizado, onde em temperaturas mais elevadas os dados se ajustam a lei de potência  $H_{irr}(1 - T/T_c)^\beta$ , com um expoente  $\beta= 1,6$ , de acordo com os modelos teóricos da fusão de rede de vórtices e *flux creep* descritos na seção 2.2.4.

O valor de  $\beta$  está de acordo com resultados da literatura para filmes finos de YBCO [41], porém para amostra texturizada de YBCO o valor de  $\beta$  é um pouco maior, sendo normalmente 1,5 [52]. Para temperaturas menores que 65 K os dados só puderam ser ajustados para valores de  $\beta$  menores que 1,24 ou por uma dependência linear. O comportamento linear da linha de irreversibilidade magnética já foi encontrado para amostras texturizadas [39].

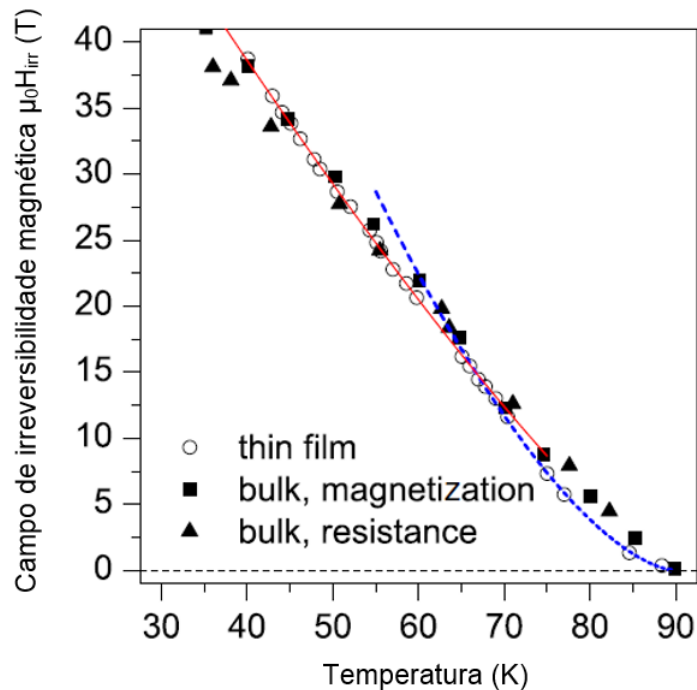


Figura 2.21 - Dependência do campo de irreversibilidade magnética em diferentes temperaturas para uma amostra de filme fino de YBCO em comparação com uma amostra de YBCO texturizado. As linhas azul (para região de baixas temperaturas) e a vermelha (para região de altas temperaturas) são as linhas de ajuste com a lei de potência segundo o modelo *flux creep* gigante. Adaptado de [64].

No trabalho de Skourski e colaboradores [39] foram feitas medidas de momento magnético em função do pulso de campo magnético aplicado em temperatura fixa, nas configurações  $H // ab$  e  $H // c$ , para uma amostra de YBCO texturizada. Através desses resultados os autores obtiveram a linha de irreversibilidade magnética para as duas configurações de campo aplicado. A Figura 2.22 mostra a diferença nas linhas de irreversibilidade para  $H // ab$  e  $H // c$ , onde pode ser evidenciado o forte caráter anisotrópico no comportamento magnético.

Para determinar o campo crítico superior ( $H_{c2}$ ) com campos magnéticos pulsados, Skourski e colaboradores fizeram medidas de resistência elétrica em função do pulso de campo aplicado em temperatura fixa, e compararam com medidas feitas com campos magnéticos estáticos, para certificar qual critério deveriam utilizar. Sendo assim, o critério escolhido por eles para determinar o  $H_{c2}$  mediante campos magnéticos pulsados, foi de 50 % da curva de resistência elétrica, pois o mesmo coincidiu na mesma região da curva de resistência elétrica com o valor de  $H_{c2}$  para campos magnéticos estáticos. Dessa forma eles determinaram o campo crítico superior mediante campos magnéticos pulsados.



Na Figura 2.22 podemos também observar que a anisotropia da amostra de YBCO texturizada pode ser evidenciada nessas medidas.

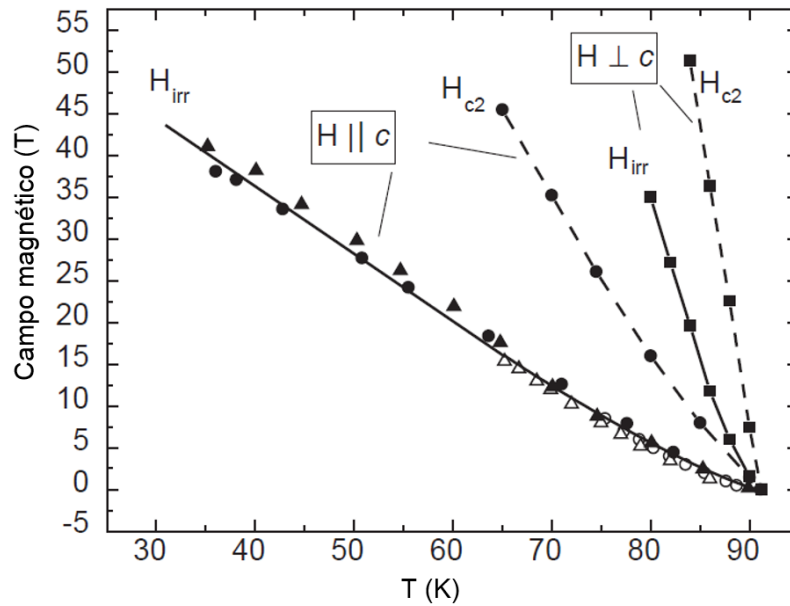


Figura 2.22 - Diagrama de fases para uma amostra de YBCO (Y123) texturizada aplicando  $H // ab$  e  $H // c$ . A linha de irreversibilidade magnética para  $H // c$ : triângulos preenchidos – resistência elétrica em campo pulsados, triângulos abertos – resistência elétrica em campos magnéticos estáticos, círculos preenchidos – magnetização em campos magnéticos pulsados e círculos abertos – magnetização em campos magnéticos estáticos. As linhas tracejadas mostram o campo crítico superior para  $H // ab$  e  $H // c$  determinados a partir do critério de 50% da curva de resistência elétrica no estado normal. Adaptado de [39].

Os resultados das medidas de magnetização com campos magnéticos pulsados (círculos fechados) para  $H // c$  foram comparados com os resultados obtidos através de medidas com campos magnéticos estáticos (círculos abertos), como mostra a Figura 2.23. O ajuste da linha de irreversibilidade magnética para foi feito utilizando a lei de potência  $H_{irr} \propto (1 - T/T_c)^{1,4}$ .

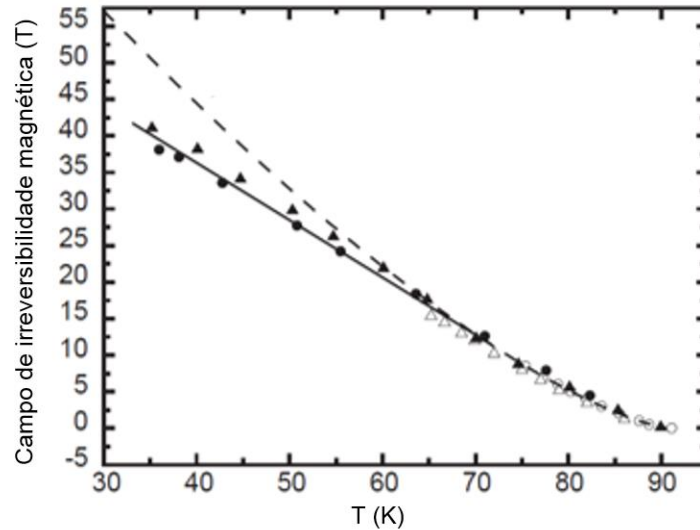


Figura 2.23 - Linha de irreversibilidade magnética para uma amostra texturizada de YBCO com  $H // c$ . A linha tracejada representa o ajuste dos resultados com a lei de potência do modelo *flux creep* gigante. Adaptado de [39].

Os resultados mostraram que para campos magnéticos abaixo de 20 T o campo de irreversibilidade magnética pode ser explicado tanto pelo modelo *flux creep*, quando ativado termicamente [52], como também pela transição de fases de vidro de vórtices para fase líquido de vórtices [61]. Para campos magnéticos maiores que 20 T os resultados experimentais apresentam uma dependência quase linear, porém nesta região de campos magnéticos o comportamento da linha de irreversibilidade magnética segundo os autores não pode ser descrito por nenhum modelo teórico.

A anisotropia encontrada nestes resultados para amostra de YBCO texturizada mediante campos magnéticos pulsados está de acordo com a literatura para amostra de YBCO texturizada mediante campos magnéticos contínuos [65]. Os resultados mostraram que os modelos teóricos da linha de irreversibilidade não se ajustaram as medidas realizadas com campos magnéticos acima de 20 T, tornando assim motivador o estudo do comportamento da linha de irreversibilidade magnética mediante campos magnéticos intensos.

### 3 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão abordados o processo de crescimento da amostra, preparação para a caracterização microestrutural e para as medidas de magnetocondutividade elétrica e momento magnético, bem como uma descrição dos equipamentos utilizados nas medidas.

#### 3.1 Crescimento da amostra

Neste trabalho, investigamos o comportamento elétrico e magnético de uma amostra texturizada do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  crescida mediante a técnica Bridgman. A amostra foi cedida pelo Departamento de Ciência dos Materiais e Engenharia Metalúrgica da Universidade de Barcelona, na Espanha (<https://cmem.upc.edu/es>), em colaboração com o pesquisador Joan Josep Roa Rovira. Consequentemente, não foi possível acompanhar o crescimento da amostra, entretanto será feita uma breve descrição acerca do crescimento da mesma.

A amostra precursora de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  foi preparada inicialmente por uma reação de estado sólido tendo óxido de ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), carbonato de bário ( $\text{BaCO}_3$ ) e óxido de cobre ( $\text{CuO}$ ) misturados na proporção 1Y:2Ba:3Cu. Foi adicionado 30% em peso da fase Y211 com o intuito de melhorar as propriedades supercondutoras da amostra. A seguir, o pó resultante foi misturado, macerado e prensado, ficando na forma de uma pastilha cilíndrica. Após, a pastilha cilíndrica (amostra) foi sinterizada a uma temperatura de 950 °C por 16h em uma atmosfera de oxigênio. Feito isso, a amostra foi suspensa verticalmente em um forno do tipo Bridgman, o qual foi aquecido a uma temperatura acima da temperatura peritética do  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (1010 °C) em atmosfera de oxigênio, ocorrendo a decomposição da fase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . A taxa de excursão da amostra pelo forno foi de 1 mm/h, através de um gradiente de temperatura longitudinal da ordem de 20 °C/cm [15].

Durante o resfriamento a amostra foi deslocada pelo forno e mantida até atingir uma temperatura de 900 °C. Em seguida foi feito um novo resfriamento, porém lento, até 400 °C, necessário para que a transição estrutural (tetragonal-

ortorrômbica) seja completa, a qual ocorre em torno de 700 °C. Feito isso, a amostra foi mantida em fluxo de oxigênio a uma temperatura de 400 °C por cerca de 72h, para oxigenação. E, por fim, foi feito um resfriamento lento até atingir a temperatura ambiente [15].

### 3.2 Caracterização microscópica

A caracterização morfológica foi realizada no Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-Sul), da Universidade Federal de Rio Grande (FURG) (<http://cemesul.furg.br/index.php>). Para a caracterização microscópica da amostra foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca Jeol, modelo JSM – 6610LV. A resolução máxima do microscópio é de 3nm e opera em uma tensão de 0,1 até 30 kV. Com a utilização do MEV também foi feita uma análise através da técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS - *Energy Dispersive Spectroscopy*) [66]. Através da caracterização microscópica da amostra foi possível observar a orientação cristalográfica e a distribuição dos grãos da fase secundária Y211 na matriz supercondutora. A Figura 3.1 mostra o equipamento utilizado para fazer caracterização morfológica da amostra.

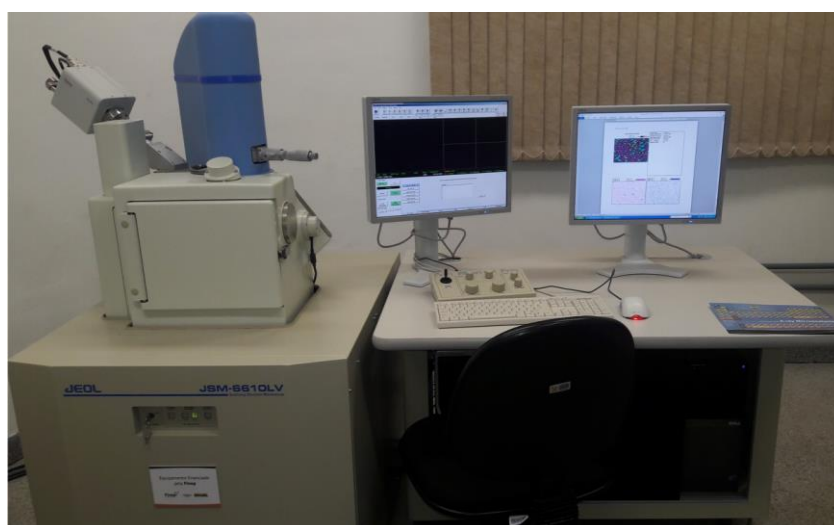


Figura 3.1 - Microscópio eletrônico de varredura, Jeol, JSM – 6610LV [67].

A amostra texturizada foi cortada em 3 pedaços, com o auxílio de uma serra diamantada circular, na forma de pequenos paralelepípedos para medidas elétricas e na forma circular para medidas magnéticas. A Figura 3.2 ilustra os pedaços da amostra instalados no microscópio eletrônico de varredura.



Figura 3.2 - Porta amostra usado no microscópio eletrônico de varredura do CEME-Sul.

O microscópio eletrônico de varredura funciona através de uma emissão de feixes de elétrons que são acelerados por uma diferença de potencial que pode variar entre 0,5 V e 30 KV. O feixe de elétrons passa por lentes condensadoras que são responsáveis por alinhar os mesmos em direção a lente objetiva. A função da lente objetiva é de ajustar o feixe de elétrons antes de atingir a amostra analisada. O microscópio eletrônico de varredura produz imagens virtuais de alta ampliação e resolução [68].

### **3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (SEM – *Scanning Electron Microscopy*)**

A Figura 3.3 mostra que o material sofreu um processo de clivagem, muito comum em amostras texturizadas, devido ao empilhamento de placas supercondutoras característico do processo de fusão texturizada.

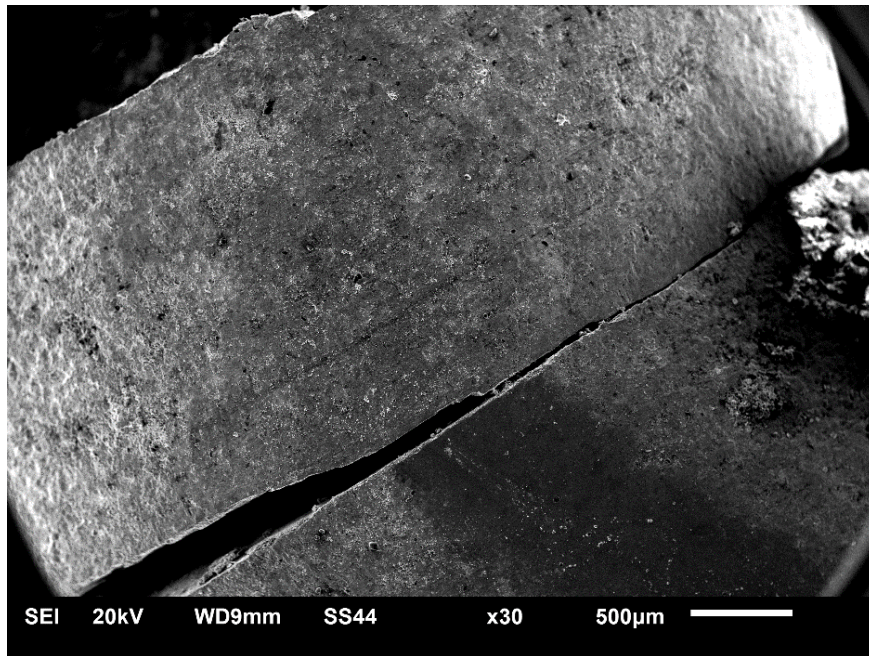


Figura 3.3 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , mostrando uma fratura devido à clivagem.

A Figura 3.4 mostra uma região da superfície da amostra onde é possível observar placas supercondutoras empilhadas ao longo do eixo c, característico de uma amostra texturizada [8].

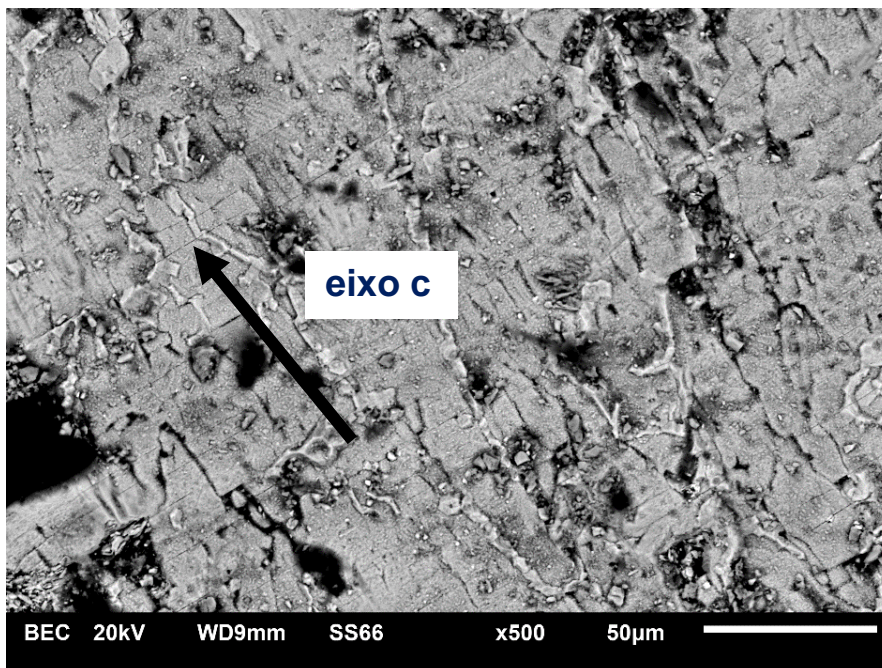


Figura 3.4 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde é possível observar placas supercondutoras empilhadas ao longo do eixo c.

Na imagem de microscopia eletrônica de varredura da Figura 3.5 verifica-se a presença de duas regiões distintas uma que supomos ser os grãos a fase Y211 e a outra a matriz supercondutora Y123 [19].

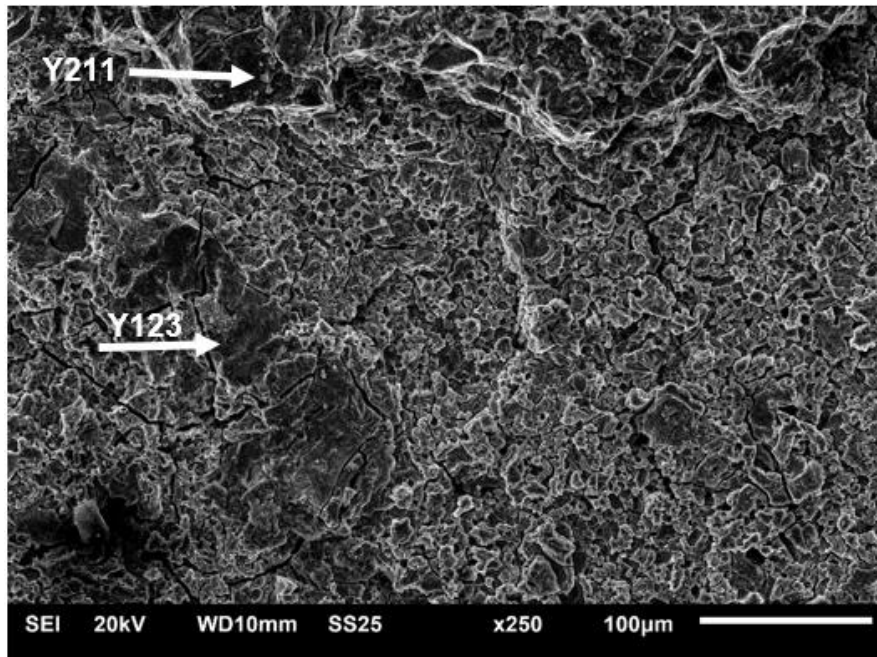


Figura 3.5 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  onde é possível observar os grãos que supomos ser da fase Y211 distribuídos na superfície da matriz supercondutora Y123.

Na imagem da Figura 3.6 vemos que o tamanho máximo dos grãos da amostra é da ordem de  $5\mu\text{m}$ , onde é possível também observar a presença de alguns grãos menores que supomos ser os grãos correspondentes a fase Y211.

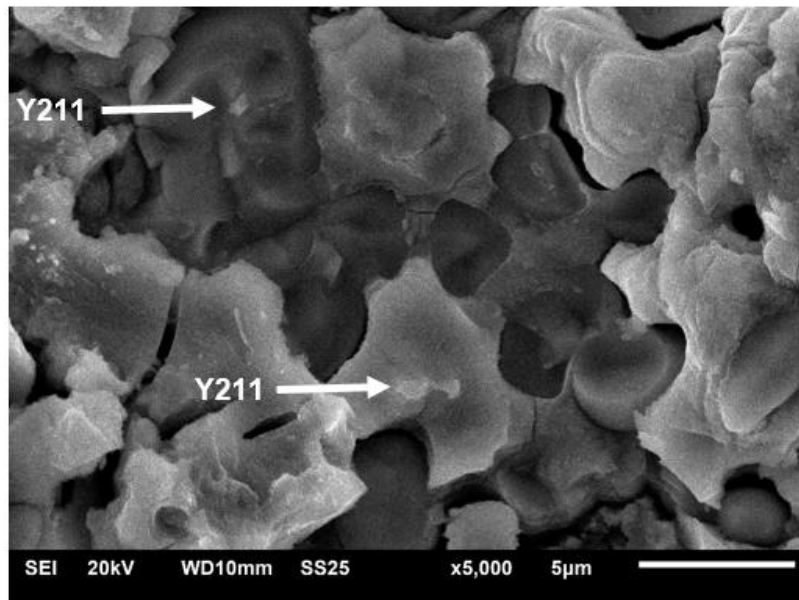


Figura 3.6 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura para superfície da amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde observa-se o tamanho máximo dos grãos e o que supomos ser os grãos da fase Y211.

### 3.2.2 Espectroscopia de energia dispersiva (EDS - *Energy Dispersive Spectroscopy*)

A análise de EDS foi feita em duas regiões distintas da amostra, como mostra a Figura 3.7.



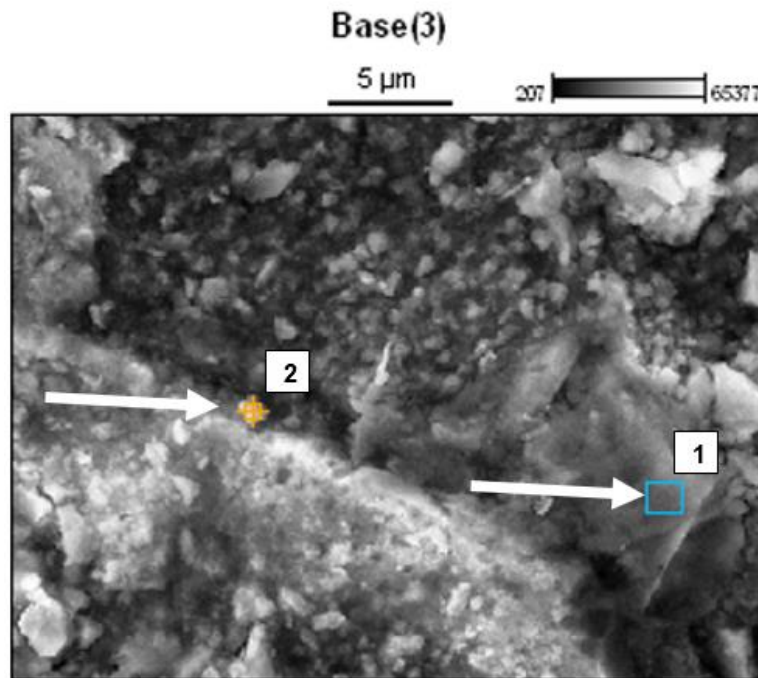


Figura 3.7 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura para amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde é possível observar as duas regiões selecionadas para análise de EDS.

A análise na região 1 foi feita na superfície de um grão supercondutor, onde, através do espectro de EDS 1 da Figura 3.8, observamos os elementos pertencentes a amostra conforme o esperado. A análise na região 2 foi feita em cima de um dos grãos de coloração mais clara da amostra, como mostra a Figura 3.7, pois poderia se tratar de uma possível contaminação na amostra. Porém, o EDS 2 da Figura 3.8 mostrou que os elementos pertencentes correspondem aos elementos esperados para a fase Y211, por isso supomos que os grãos com coloração mais clara sejam os grãos da fase Y211.

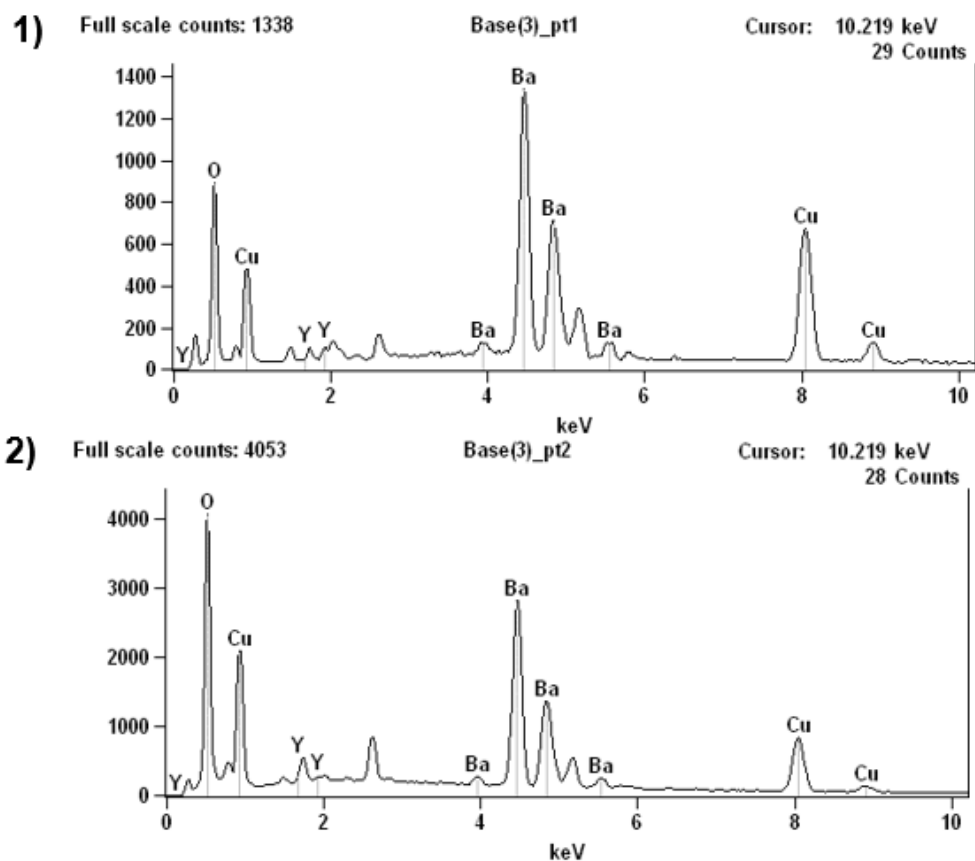


Figura 3.8 - Espectro de energia dispersiva da amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , onde podemos observar o espectro da região 1 e 2 da amostra.

### 3.3 Caracterização elétrica e magnética

A caracterização elétrica e magnética foi realizada através de medidas de resistência elétrica e magnetização utilizando um equipamento multimidas do tipo PPMS (*Physical Properties Measurement System*). Através dessas caracterizações foi possível analisar se a amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  deste trabalho apresentava propriedades supercondutoras, para assim realizar os estudos envolvendo os campos magnéticos pulsados previstos no projeto.

A caracterização elétrica foi feita através de medidas de resistência elétrica em função da temperatura em campo nulo e com uma corrente elétrica de 2 mA aplicada paralela ao plano ab. A Figura 3.9 mostra a curva de resistência elétrica, onde observa-se que transição normal-supercondutora é estreita, característica de uma amostra texturizada de boa qualidade.

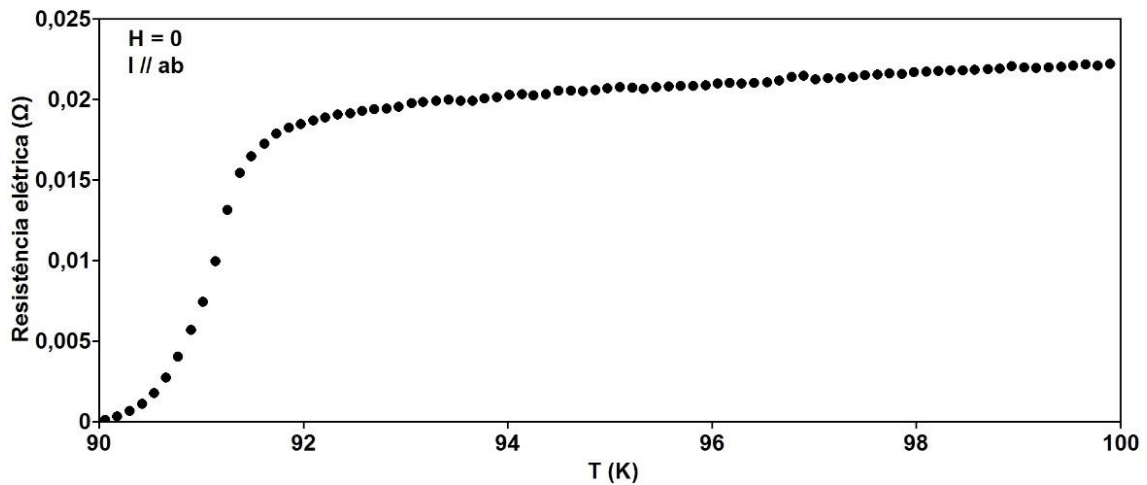


Figura 3.9 - Medida de resistência elétrica em função da temperatura para a amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  em campo magnético nulo e corrente elétrica de 2 mA aplicada paralela ao plano ab.

A caracterização magnética foi feita através de medidas de momento magnético em função da temperatura para um campo magnético aplicado de 100 Oe, segundo os procedimentos ZFC e FC abordado na seção 2.2.3 do capítulo 2. A Figura 3.10 mostra a resposta diamagnética devido a expulsão total de fluxo magnético do interior da amostra, característico de um material no estado supercondutor (procedimento FC), bem como o momento diamagnético devido ao efeito de blindagem criado pelas supercorrentes na superfície da amostra (procedimento ZFC). Na Figura 3.10 podemos também observar que o momento magnético FC é menor que o momento magnético ZFC, em função dos efeitos de aprisionamento de vórtices.

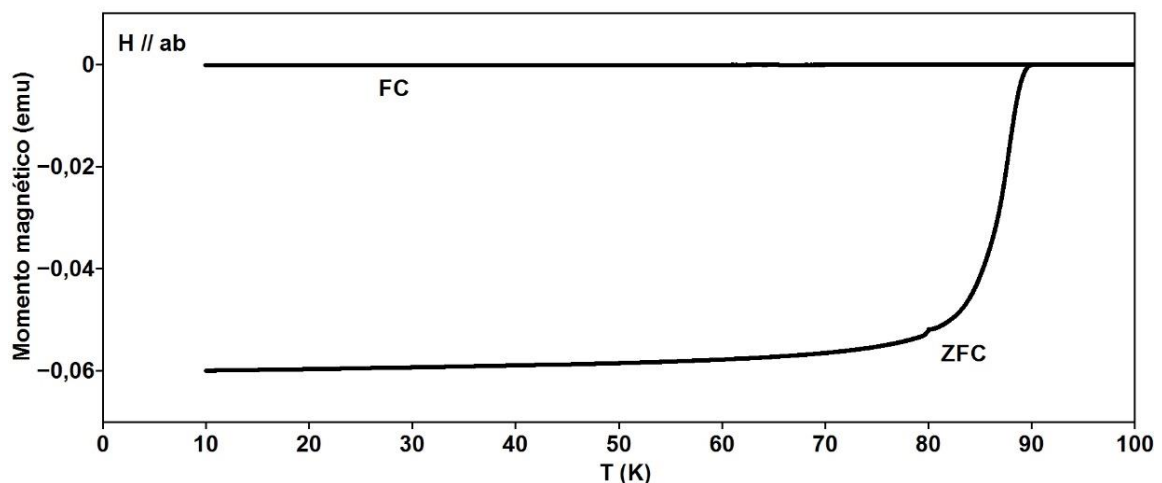


Figura 3.10 - Medidas de momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC na configuração  $H // ab$  com um campo magnético aplicado de 100 Oe.

Os resultados da caracterização elétrica e magnética permitem concluir que a amostra apresenta as duas características necessárias de um material no estado supercondutor (resistência nula e efeito Meissner), conforme discutido na seção 2.2.1 do capítulo 2.

### **3.4 Descrição dos equipamentos**

As medidas elétricas e magnéticas com a aplicação de campos magnéticos pulsados foram realizadas no *Dresden High Magnetic Field Laboratory* (<https://www.hzdr.de/db/Cms?pNid=580>), localizado no *Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR)*, em Dresden, na Alemanha, em colaboração com os pesquisadores, Frederik Wolff-Fabris e Erik Kampert.

O *Dresden High Magnetic Field Laboratory* é dividido basicamente em três espaços principais [69]. Num primeiro espaço ficam os computadores de controle e medidas dos equipamentos, os quais comandam a potência do banco de capacitores e os sistemas de medidas. Num segundo espaço fica o sistema de energia, onde fica o banco de capacitores. Esta sala normalmente se encontra fechada, sendo aberta para eventuais serviços de manutenção. A terceira sala contém as bobinas que ficam protegidas por estruturas em madeira e concreto. Os equipamentos do laboratório permitem fazer medidas de magnetização, magneto transporte, e ressonância magnética nuclear, sendo que neste trabalho foram utilizados um resistômetro e um magnetômetro, respectivamente para as medidas de magnetocondutividade e de magnetização.

#### **3.4.1 Banco de capacitores**

O banco de capacitores do *Dresden High Magnetic Field Laboratory* é composto por vinte módulos, com uma energia variando de 0,9 a 2,9 MJ, sendo considerado o maior banco de capacitores de uso civil do mundo atualmente. Através da descarga elétrica desse banco de capacitores é possível gerar campos magnéticos intensos de até 100 T ou mais, dada a alta energia de armazenamento do mesmo. Este banco de capacitores alimenta quatro bobinas

para realização de diferentes experimentos disponíveis, porém a aplicação de um pulso de campo magnético é feita em uma bobina por vez. As bobinas são ligadas ao banco de capacitores através de um interruptor eletromecânico, e durante cada medida o sistema é acionado em torno de 3 ms antes do pulso de campo magnético ser produzido [69]. Ao ser aplicado um pulso é necessário um intervalo de tempo de duas horas para recarregar e resfriar o banco de capacitores, para a conseqüente aplicação de um novo pulso, caso necessário. Entretanto, é importante enfatizar que as bobinas operam em banho de hélio e nitrogênio líquidos [69]. Cada aplicação de pulso magnético nas medidas deste trabalho correspondeu a uma medida de momento magnético ou resistência elétrica em função da variação do campo produzido pelo respectivo pulso, em uma determinada temperatura fixa. A Figura 3.11 mostra o banco de capacitores do *Dresden High Magnetic Field Laboratory* [70].

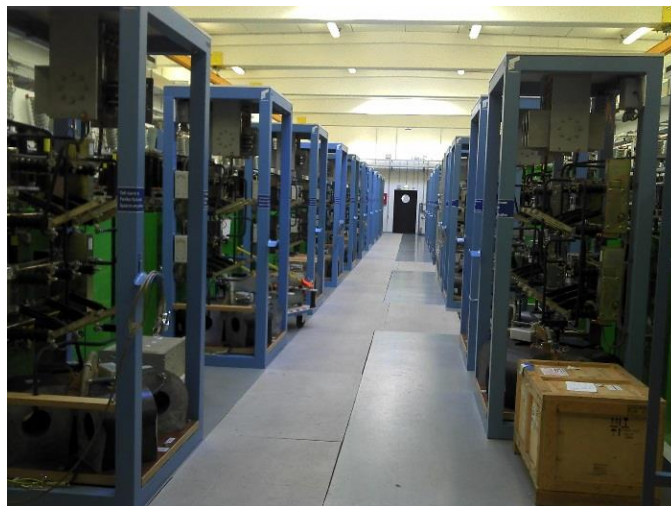


Figura 3.11 - Sala do banco de capacitores do *Dresden High Magnetic Field Laboratory* [70].

A descarga elétrica através do banco de capacitores para geração de um pulso de campo magnético tem duração típica em torno de 10 milissegundos (ms). A Figura 3.12 ilustra o comportamento típico de um pulso de campo magnético [64].

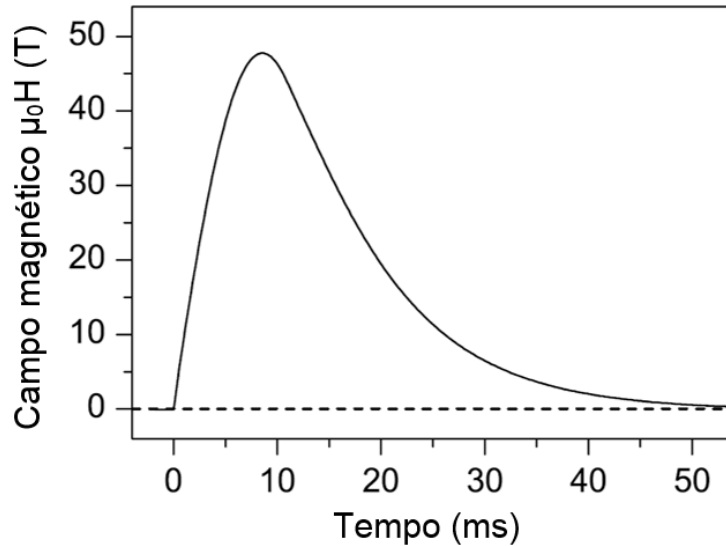


Figura 3.12 - Forma típica de um pulso de campo magnético. Adaptado de [64].

### 3.4.2 Preparação da amostra para as medidas de magnetocondutividade elétrica

Para as medidas de magnetocondutividade elétrica a amostra foi cortada em dois pedaços em forma de paralelepípedo e preparadas para a utilização do método das quatro pontas. Um pedaço foi utilizado para aplicação de corrente elétrica ao longo do plano ab e o outro para a corrente elétrica aplicada ao longo do eixo c. As dimensões dos dois pedaços utilizados foram:

- $2,0 \times 2,0 \times 3,0 \text{ mm}^3$  para medidas com corrente elétrica aplicada ao longo do eixo c, sendo a dimensão maior ao longo do eixo c;

- $2,0 \times 2,0 \times 3,0 \text{ mm}^3$  para medidas com corrente elétrica aplicada ao longo do plano ab, sendo a dimensão menor ao longo do eixo c.

A amostra foi cortada com essas dimensões para adequação ao espaço disponível no porta amostra.

Durante o preparo as amostras foram primeiramente limpas com etanol em banho de ultrassom. Depois foram depositadas quatro tiras condutoras de cola prata de forma paralela à superfície de cada amostra. Em seguida, por 1h e numa temperatura de  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  foi feito o processo de cura. Feito isso, fios de ouro foram dispostos sobre as quatro tiras e recobertos com cola prata. Por fim, o processo de cura foi novamente realizado para fixar os fios aos contatos elétricos. Nos

contatos da extremidade foi injetado corrente elétrica e a leitura da tensão foi feita nos contatos internos, como ilustra a Figura 3.13.

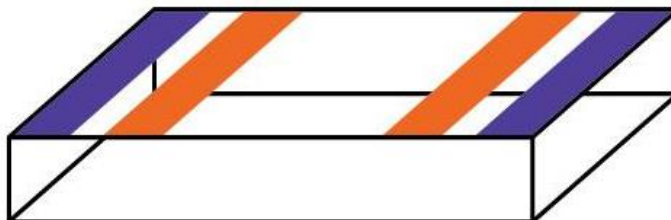


Figura 3.13 - Ilustração da montagem dos contatos elétricos para as medidas de magnetocondutividade elétrica.

#### **3.4.2.1 Procedimentos e equipamento de medida de magnetocondutividade elétrica**

Depois da etapa de montagem dos contatos elétricos, as amostras foram revestidas com verniz para melhor fixação na cana de medidas. Feito isso, as amostras foram colocadas no porta amostra para a realização das medidas de magnetocondutividade elétrica. Essa etapa foi bastante delicada, especialmente na montagem dos contatos elétricos, pois mesmo em um curto intervalo de tempo, da ordem de ms, a intensidade do pulso de campo magnético gera uma alta pressão magnética no interior do criostato, e por consequência na amostra, podendo levar ao rompimento dos contatos elétricos, inviabilizando o experimento. Como exemplo, para um pulso de campo magnético de 100 T a pressão estimada é de 4GPa [71]. Outro fator que deve ser levado em consideração quando são utilizados sistemas com campos magnéticos intensos, é o caso da amostra poder sofrer um deslocamento no interior do criostato devido ao alto torque magnético provocado pela aplicação do pulso de campo, podendo levar assim ao rompimento da mesma e a consequente necessidade de utilização de uma nova amostra. A Figura 3.14 ilustra esta situação, em que uma das amostras utilizadas nas medidas de magnetocondutividade elétrica deste trabalho sofreu uma quebra causada pelo forte torque magnético durante a aplicação de um pulso de campo magnético.

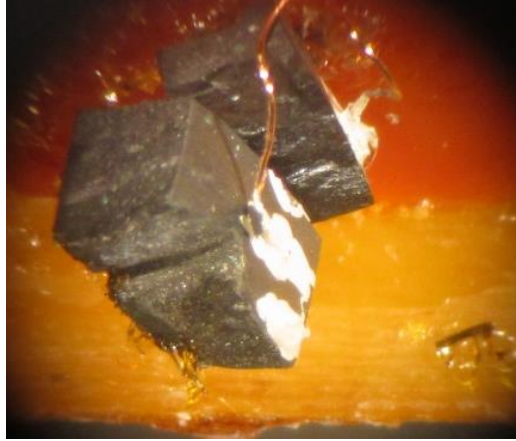


Figura 3.14 - Amostra rompida durante aplicação de um pulso de campo magnético.

As medidas magnetocondutividade foram feitas utilizando o resistômetro da Figura 3.15, onde mediu-se a resistência elétrica em função do pulso (variação) de campo magnético aplicado em uma temperatura fixa. Foram feitas medidas com aplicações de campos magnéticos pulsados e corrente elétrica em diferentes configurações ao longo do plano ab e ao longo do eixo c, com uma corrente padrão na amostra de 2 mA em todos os casos. Para as medidas realizadas neste trabalho foram aplicados pulsos até 60 T em diferentes temperaturas.



Figura 3.15 - Resistômetro empregado nas medidas de magnetocondutividade elétrica deste trabalho.



### 3.4.3 Preparação da amostra para as medidas magnéticas

Para as medidas de momento magnético em função do pulso de campo aplicado em temperatura fixa a amostra foi cortada em um pedaço com dimensões 1,0 x 2,0 x 3,0 mm<sup>3</sup>. A amostra foi fixada num porta amostra com auxílio de verniz antes de ser colocada no interior do magnetômetro para realização das medidas.

#### 3.4.3.1 Medidas magnéticas

As medidas magnéticas foram feitas utilizando-se um magnetômetro, onde os valores de temperatura e pulsos de campo foram semelhantes aos das medidas de magnetocondutividade elétrica. A utilização do magnetômetro permitiu medir o momento magnético em função do pulso de campo magnético em temperatura fixa. A Figura 3.16 mostra o magnetômetro utilizado para realizar as medidas.

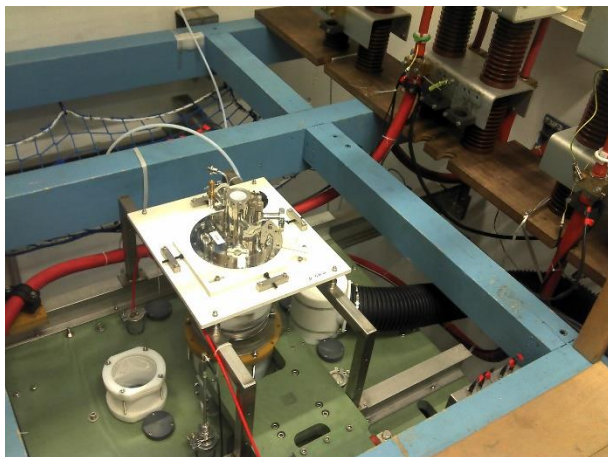


Figura 3.16 - Magnetômetro empregado nas medidas magnéticas deste trabalho.

## **4 COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO SUPERCONDUTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ MEDIANTE CAMPOS MAGNÉTICOS PULSADOS**

### **4.1 Introdução**

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados experimentais de medidas magnéticas mediante campos magnéticos pulsados intensos. As medidas magnéticas foram realizadas aplicando campo magnético paralelo ao plano ab e também paralelo ao eixo c. Este capítulo abordará também os critérios usados para determinar o campo de irreversibilidade magnética. A linha de irreversibilidade magnética para as duas configurações de campo magnético será apresentada e discutida com base no modelo teórico *flux creep* gigante.

### **4.2 Determinação do campo de irreversibilidade magnética**

Como dito anteriormente, as medidas magnéticas foram feitas com aplicação do campo magnético paralelo ao plano ab e também paralelo ao eixo c da amostra. Os campos de irreversibilidade magnética foram determinados através de medidas experimentais de momento magnético em função do pulso (variação) do campo magnético aplicado em uma temperatura fixa, o que corresponde a uma medida do tipo histerese magnética.

A Figura 4.1 apresenta uma medida para um pulso de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab numa temperatura de  $T = 84,3 \text{ K}$ , enquanto que a Figura 4.2 apresenta uma medida para um pulso de campo magnético aplicado ao longo do eixo c em  $T = 62,2 \text{ K}$ . O campo de irreversibilidade magnética foi determinado na região de campo em que as curvas divergem, como ilustram as Figuras 4.1 e 4.2, com base no trabalho de Skourski e colaboradores [39].

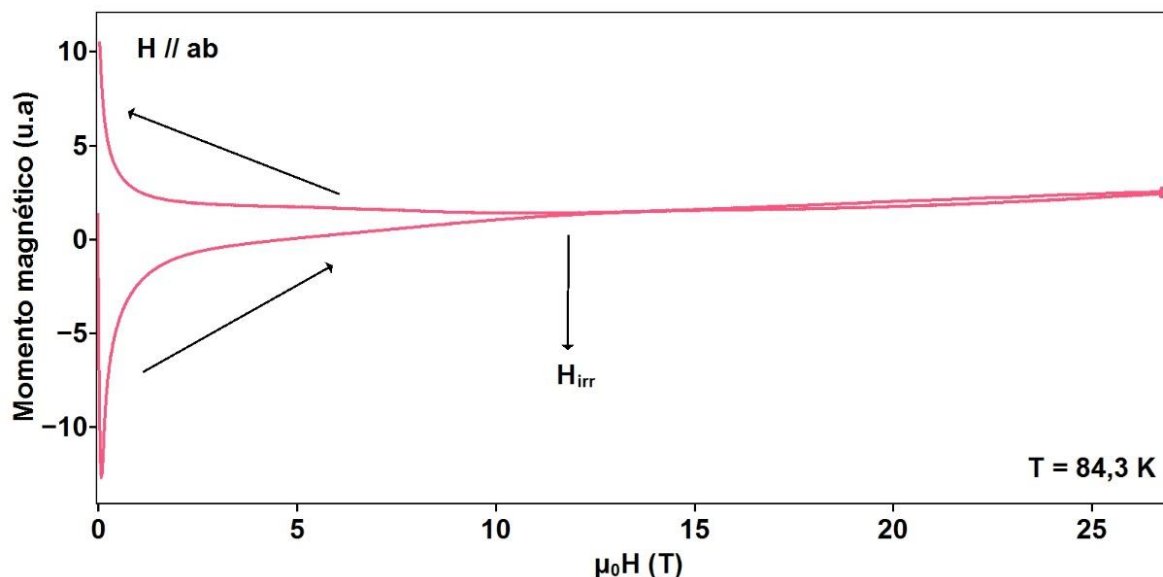


Figura 4.1 - Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para um pulso de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab em uma temperatura de  $T = 84,3$  K.

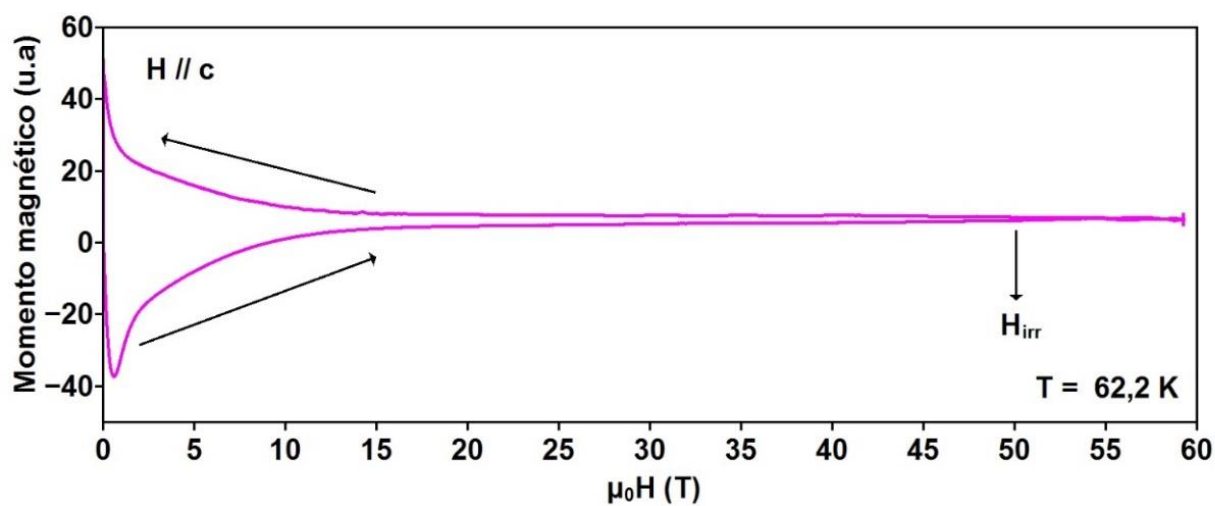


Figura 4.2 - Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para um pulso de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c em uma temperatura de  $T = 62,2$  K.

O campo de irreversibilidade magnética assim obtido também foi confirmado através da extrapolação das curvas de histerese magnética, como pode ser observado na Figura 4.3 para configuração  $H // ab$ , e na Figura 4.4 para  $H // c$ .

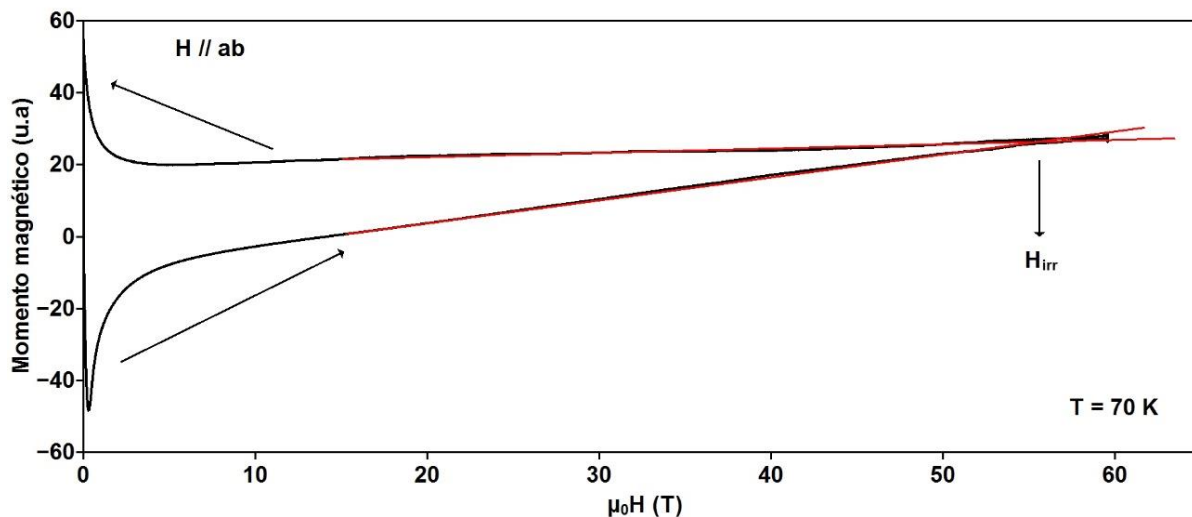


Figura 4.3 - Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para H // ab em T = 70 K utilizando o método de extrapolação.

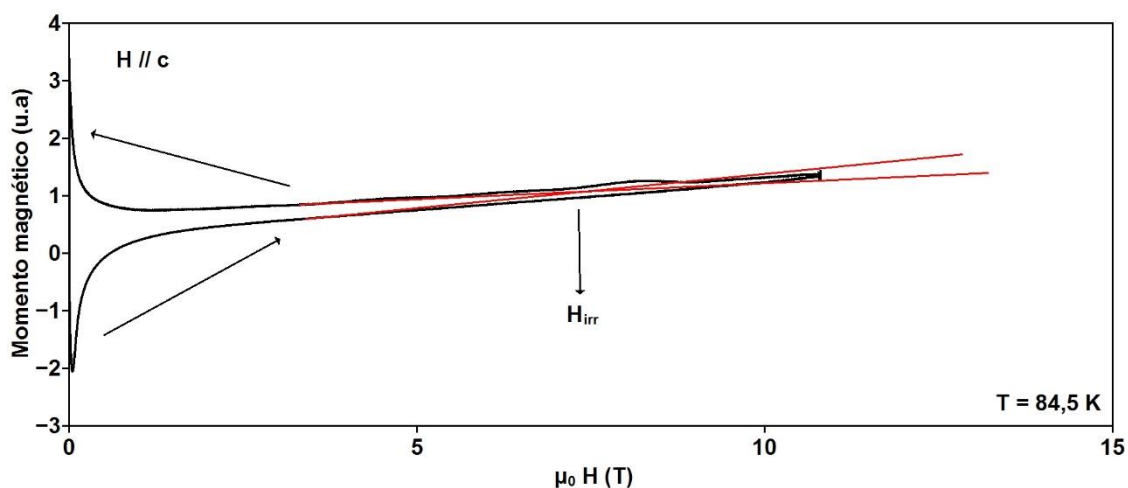


Figura 4.4 - Ilustração da determinação do campo de irreversibilidade magnética para H // c em T = 84,5 K utilizando método de extrapolação.

O campo de irreversibilidade magnética divide o estado misto em uma região líquido de vórtices (reversível) e uma região sólido de vórtices (irreversível), conforme discutido na seção 2.2.3.2. As medidas de momento magnético com utilização de campos magnéticos pulsados são feitas de maneira diferente das medidas de momento magnético utilizando campo magnético contínuo. Enquanto que nas medidas envolvendo pulsos de campo magnético determina-se o campo de irreversibilidade magnética  $H_{irr}$  (T), nas medidas envolvendo campos magnéticos contínuos normalmente determina-se a temperatura de

irreversibilidade magnética  $T_{irr}$  (H). Entretanto, ambos os procedimentos conduzem aos mesmos resultados.

As medidas com campos magnéticos pulsados foram bastantes ruidosas, afetando com isso a determinação do campo de irreversibilidade magnética. A seguir serão apresentados alguns resultados representativos para pulsos de campo magnético aplicados paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c. Através desses resultados, junto a outros não apresentados aqui, foi possível determinar a linha de irreversibilidade magnética para as duas configurações de pulso de campo magnético aplicado.

#### 4.2.1 Campo magnético aplicado ao longo do plano ab

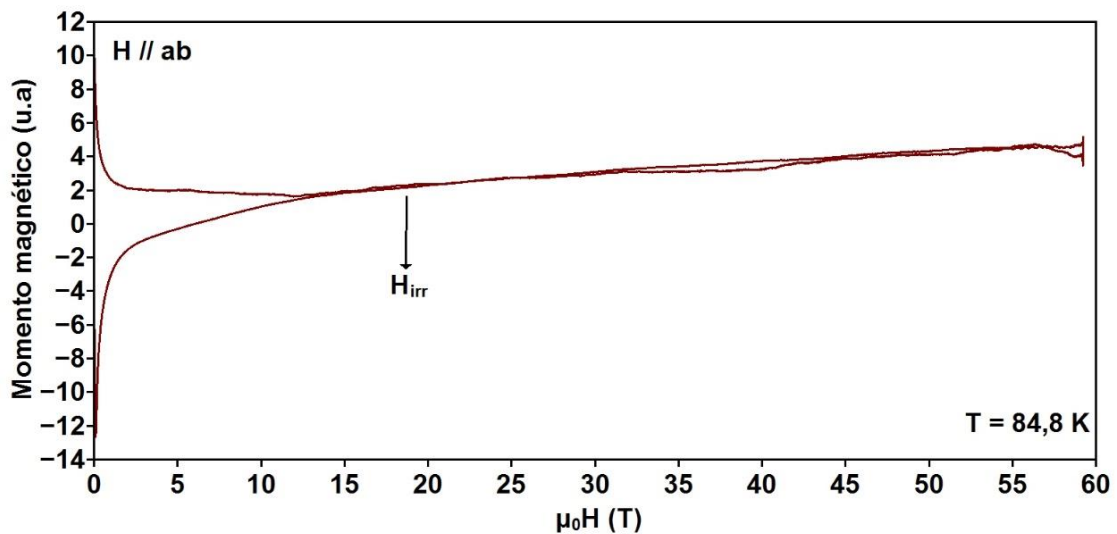


Figura 4.5 - Pulso de campo magnético para  $H // ab$  em  $T = 84,8$  K.

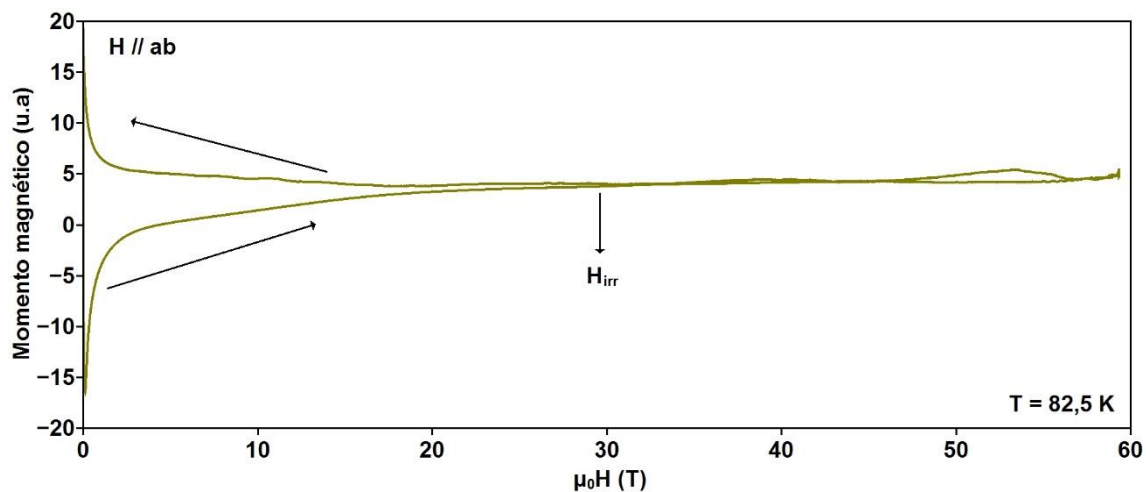


Figura 4.6 - Pulso de campo magnético para H // ab em T = 82,5 K.

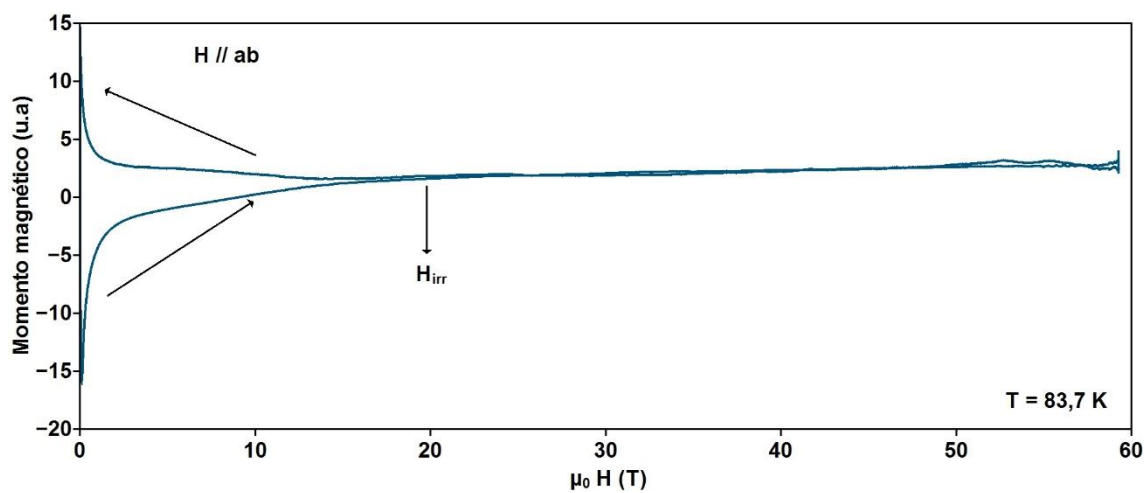


Figura 4.7 - Pulso de campo magnético para H // ab em T = 83,7 K.

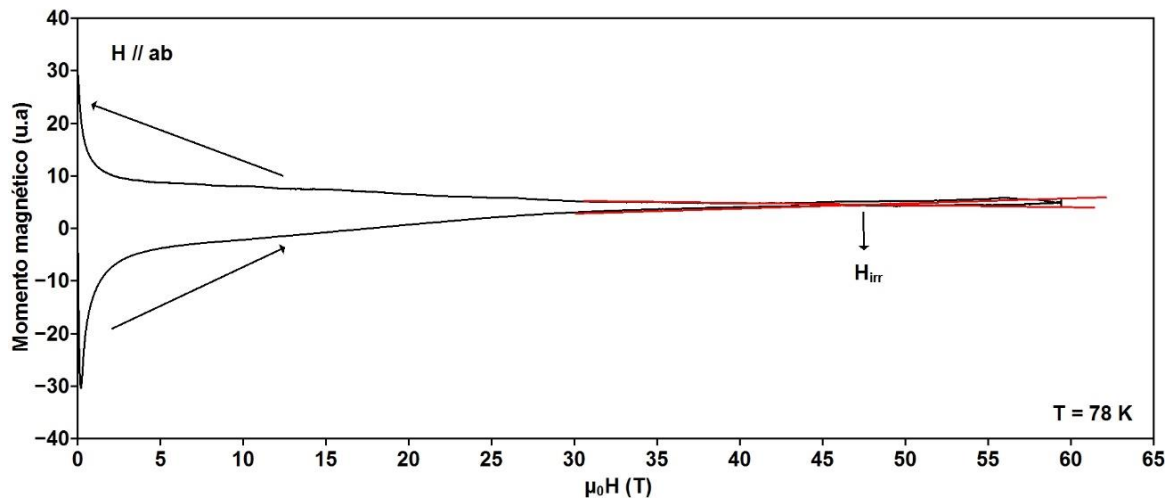


Figura 4.8 - Pulso de campo magnético para H // ab em T = 78 K.

Para termos uma ideia do comportamento do campo de irreversibilidade magnética nesta configuração de campo magnético aplicado, vamos fazer duas comparações. Comparando a medida de momento magnético da Figura 4.5 com a da Figura 4.8, podemos observar que, para 78 K, o campo de irreversibilidade magnética está situado em torno de 47,5 T contra 19 T em 84,8 K da Figura 4.8. Os resultados mostram uma grande variação do campo de irreversibilidade magnética frente a uma pequena variação da temperatura. Através desses resultados podemos constatar um forte efeito de *pinning* para esta configuração de campo magnético aplicado, dada a pequena variação no intervalo de temperatura em relação ao aumento do campo de irreversibilidade ( $H_{irr}$ ).

#### 4.2.2 Campo magnético aplicado ao longo do eixo c

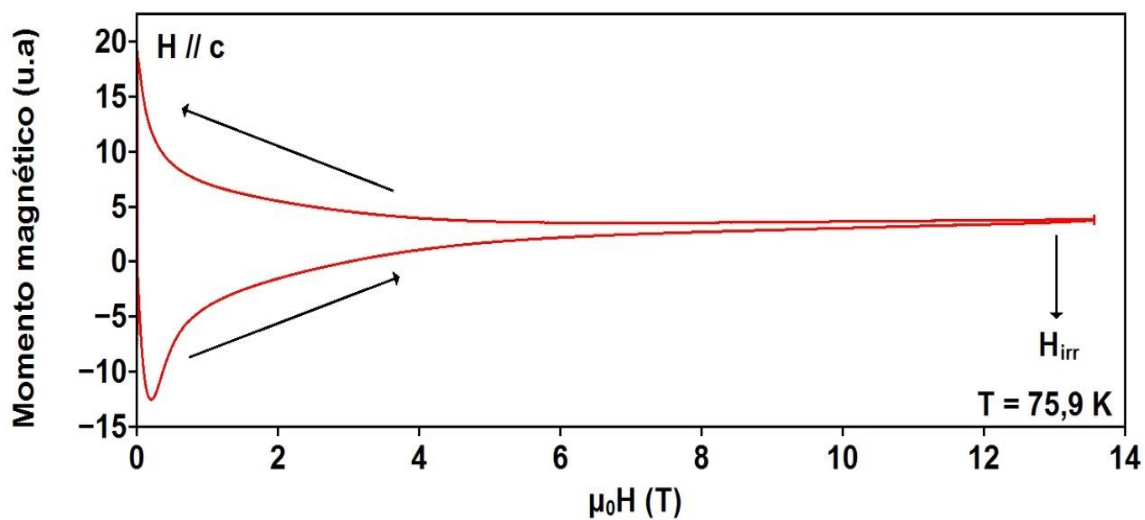


Figura 4.9 - Pulso de campo magnético para H // c em  $T = 75,9$  K.

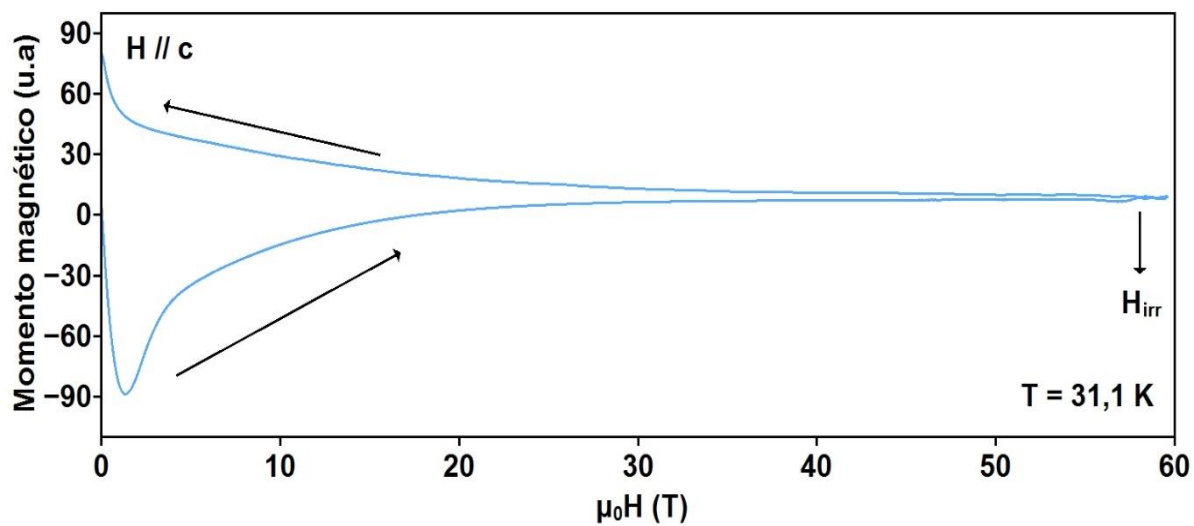


Figura 4.10 - Pulso de campo magnético para H // c em  $T = 31,1$  K.



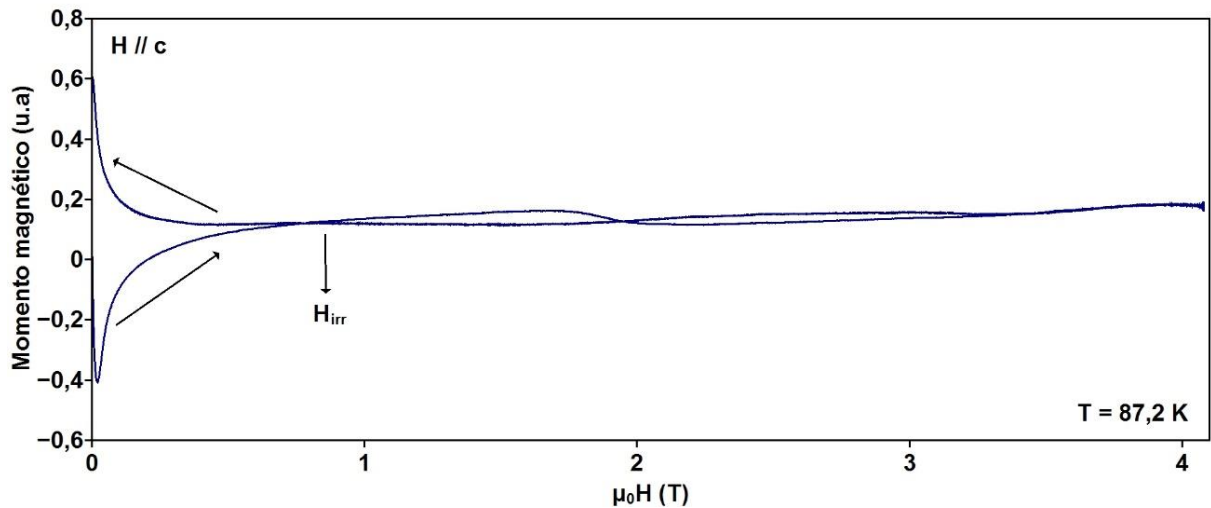


Figura 4.11 - Pulso de campo magnético para  $H // c$  em  $T = 87,2$  K.

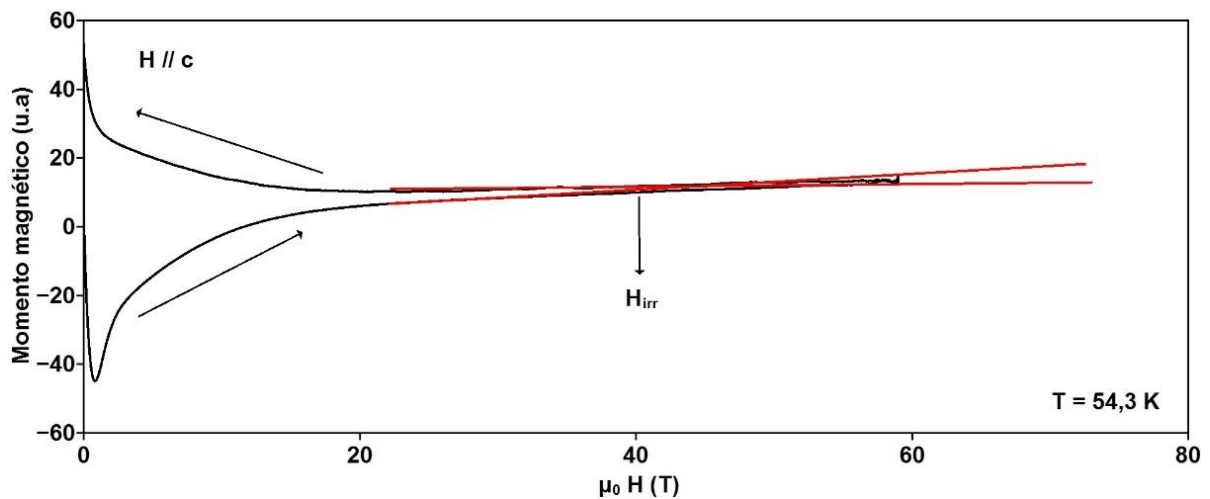


Figura 4.12 - Pulso de campo magnético para  $H // c$  em  $T = 54,3$  K.

As medidas de histerese magnética para configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo  $c$  mostraram uma grande variação do campo de irreversibilidade magnética. Para o maior valor de temperatura fixa durante as medidas, no caso  $87,2$  K, obteve-se um valor de  $0,9$  T de campo de irreversibilidade magnética, como mostra a Figura 4.11. Entretanto, para a medida de histerese magnética feita em valor de temperatura de  $31,1$  K, foi obtido um valor de campo de irreversibilidade magnética de  $57,7$  T, como mostra a Figura 4.10. A grande variação do campo de irreversibilidade magnética e a grande variação da temperatura nos resultados das medidas de momento magnético podem ser justificadas pelo fato do *pinning* não ser tão eficaz para

esta configuração de campo magnético aplicado. Com isso, podemos constatar uma maior dissipação de energia dos vórtices com o aumento do campo magnético aplicado, como esperado para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c.

Agora vamos comparar duas medidas de histerese magnética entre  $H // c$  e  $H // ab$ , feitas num intervalo próximo de temperatura durante as medidas. Para configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c a medida foi feita em 87,2 K, tendo sido determinado um valor de campo de irreversibilidade magnética de 0,9 T. Já a medida de histerese magnética feita em configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab, o valor de temperatura foi de 84,8 K, onde foi obtido um campo de irreversibilidade de 19 T. Com essa comparação, nós podemos comprovar que o motivo do valor de campo de irreversibilidade magnética ser maior para  $H // ab$ , foi associado ao fato de que para esta configuração o *pinning* dos vórtices ser mais eficaz, em função da contribuição do *pinning* intrínseco.

### **4.3 Linha de irreversibilidade magnética**

Nesta seção serão apresentados os resultados da linha que irreversibilidade magnética obtida através de pontos experimentais de  $H_{irr}(T)$ , como abordado na seção 4.2. A linha de irreversibilidade magnética divide o estado misto em duas regiões, conforme apresentado na seção 2.2.3.

A seguir serão apresentados os resultados experimentais das linhas de irreversibilidade magnética nas orientações de campo aplicado paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c.

#### **4.3.1 Linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado ao longo do plano ab**

A Figura 4.13 apresenta a linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado paralelo plano ab. Foi feito um ajuste dos pontos experimentais referentes ao campo irreversibilidade magnética com a lei de potência prevista pelo modelo teórico *flux creep* gigante. Na Figura 4.13

podemos observar que os pontos experimentais de  $H_{irr}$  (T) se ajustam até 45,7 T, em 80,1 K. O ajuste da linha de irreversibilidade magnética está representado pela linha contínua junto aos pontos experimentais, e a linha tracejada representa uma extrapolação na região de  $H_{irr}$  (T) em que não foi possível fazer o referido ajuste. Os valores dos parâmetros encontrados experimentalmente serão apresentados e discutidos mais adiante.

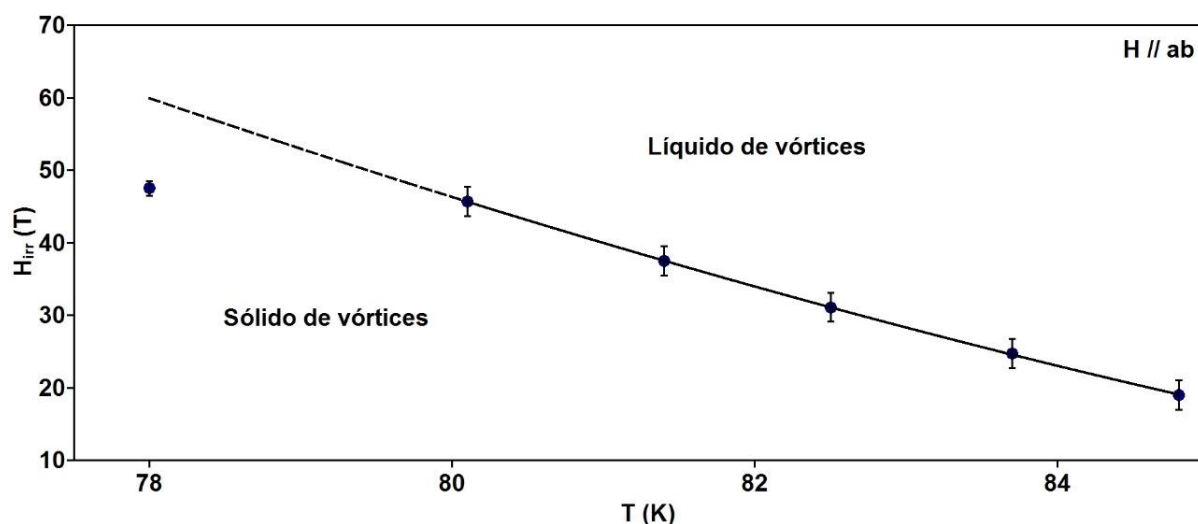


Figura 4.13 - Linha de irreversibilidade magnética para amostra texturizada de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab. A linha preenchida representa a região de campo magnético ajustada com lei de potência descrita pelo modelo teórico *flux creep* gigante.

#### 4.3.2 Linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado ao longo do eixo c

A Figura 4.14 representa a linha de irreversibilidade magnética para campo magnético aplicado ao longo do eixo c. Na Figura 4.14 podemos observar uma linha contínua junto aos valores experimentais de  $H_{irr}$  (T). Esta linha representa o ajuste matemático da linha de irreversibilidade magnética descrito pela lei de potência segundo o modelo *flux creep* gigante, a exemplo do apresentado na Figura 4.13. A linha de irreversibilidade magnética segue de acordo com o modelo *flux creep* gigante até a região de campo magnético ao redor de 58,5 T em 40,4 K. A exemplo do caso anterior, os valores dos parâmetros encontrados experimentalmente serão apresentados e discutidos mais adiante.

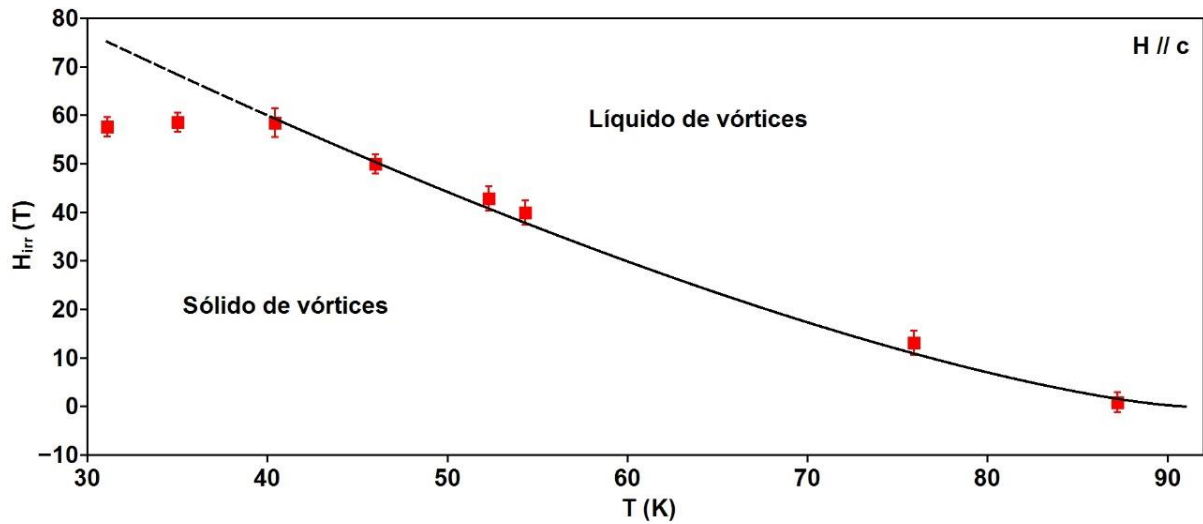


Figura 4.14 - Linha de irreversibilidade magnética para a amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$  na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao eixo  $c$ . A linha contínua representa a região de campos magnéticos ajustada a lei de potência descrita pelo modelo *flux creep* gigante.

#### 4.3.3 Comparação das linhas de irreversibilidade magnética

A Figura 4.15 representa o ajuste da linha de irreversibilidade magnética feito para  $H // ab$  e  $H // c$  de acordo com equação (2.4). A Figura 4.15 também mostra a comparação entre as linhas de irreversibilidade magnética para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano  $ab$  e paralelo ao eixo  $c$ , onde podemos observar um forte caráter anisotrópico. A forte anisotropia encontrada nos resultados das medidas magnéticas é uma das principais características dos supercondutores de alta temperatura crítica e uma forte evidência de uma boa orientação cristalográfica dos grãos supercondutores da amostra.

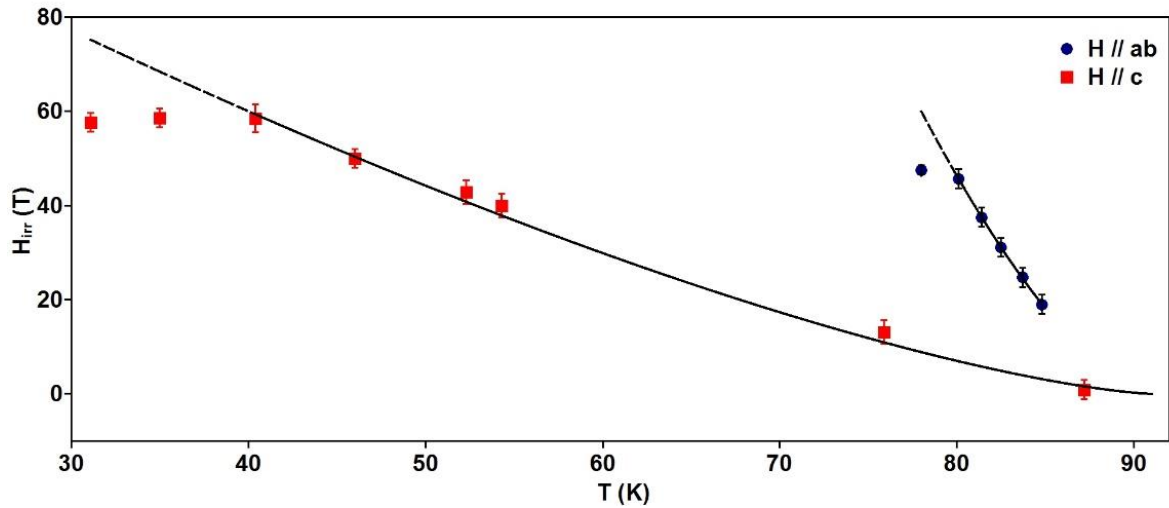


Figura 4.15 - Comparação das linhas de irreversibilidade magnética para amostra texturizada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e paralelo ao eixo c.

#### 4.4 Discussão dos resultados

Na seção anterior foram apresentados os resultados das linhas de irreversibilidade magnética nas orientações  $H // ab$  e  $H // c$ , além de uma comparação destas linhas para as duas configurações de campo magnético.

Para a amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  investigada neste trabalho as linhas de irreversibilidade magnética para  $H // ab$  e  $H // c$  obedecem a lei de potência prevista pelo modelo teórico *flux creep* gigante até uma certa região de campo magnético, como ilustram as Figuras 4.13 e 4.14, a qual é descrita através da seguinte equação:

$$H = H_0(1 - t)^\alpha, \quad (2.4)$$

onde  $t$  é a temperatura reduzida dada por  $t = \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(0)}$ , sendo  $T_{irr}(H)$  a temperatura de irreversibilidade magnética em campo magnético aplicado,  $T_{irr}(0)$  a temperatura de irreversibilidade magnética em campo magnético nulo,  $H_0(T)$  o campo magnético em temperatura nula e  $\alpha$  o expoente crítico os parâmetros do ajuste.

A Tabela 5.1 apresenta os parâmetros do ajuste obtido para as linhas de irreversibilidade magnética da amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_2\text{O}_{7-\delta}$  deste trabalho, para as duas configurações de campo magnético aplicado e com base no modelo *flux creep* gigante.

Tabela 5.1 - Valores dos parâmetros de ajuste  $H_0$  (T),  $\alpha$  e  $T_{\text{irr}}$  (0) com base no modelo teórico *flux creep* gigante.

Configuração	$H_0$ (T)	$\alpha$	$T_{\text{irr}}$ (0) (K)
H // ab	$119,92 \pm 0,01$	$1,53 \pm 0,22$	$90,95 \pm 0,12$
H // c	$135,00 \pm 0,03$	$1,40 \pm 0,48$	$91,00 \pm 0,84$

A Tabela 5.1 mostra que o valor experimental do expoente crítico obtido para as duas configurações de campo magnético aplicado neste estudo estão próximos do valor previsto pelo modelo *flux creep* gigante, no qual  $\alpha \sim 1,5$  [31,52]. Na Figura 4.15 nota-se que em ambas configurações de campo magnético o ajuste não foi feito em todos os pontos experimentais acima de uma determinada região de campo magnético elevado.

O ajuste para configuração de campo aplicado paralelo ao eixo c foi feito até um valor de campo magnético de 58,5 T. Com isso podemos supor que acima dessa região de campo magnético ocorre um enfraquecimento do *pinning*, dado o alto valor de campo magnético aplicado na amostra, o qual aparentemente obedece a uma outra dinâmica que não àquela prevista pelo modelo *flux creep* gigante.

O  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , como abordado nas seções 2.1.1 e 2.2.1.4, é um supercondutor de alta temperatura crítica, inhomogêneo e formado por um conjunto de grãos supercondutores acoplados por junções Josephson. Com isso, temos a contribuição de duas dinâmicas de vórtices, a saber: a intragranular (vórtices de Abrikosov) e intergranular (vórtices de Josephson), porém, como neste estudo estamos trabalhando com altos valores de campo magnéticos, predomina a dinâmica de vórtices de Abrikosov.

A região de campo de irreversibilidade magnética em que ocorreu o ajuste da linha de irreversibilidade magnética dos resultados experimentais com o modelo *flux creep* gigante é característico de amostras que apresentam fraca

granularidade e formadas por regiões supercondutoras bem conectadas entre si, ou seja, os vórtices de Abrikosov comportam-se como se estivessem em um meio homogêneo, sendo isto muito importante na dinâmica de vórtices em alto regime de campo magnético. Como abordado na seção 2.2.1.1, a penetração de campo magnético no estado misto dos supercondutores do tipo II ocorre na forma de vórtices. Os vórtices de Abrikosov são separados por uma distância média que diminui com o aumento do campo magnético aplicado. Sendo assim, podemos supor que a razão do enfraquecimento do *pinning* está ligada ao fato de que para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c, o efeito de *pinning* não é tão eficaz, ocasionando assim maior dissipação de energia dos vórtices, como podemos ver na Figura 4.14. Para os nossos resultados o ajuste com a lei de potências do modelo *flux creep* gigante foi feito até um limite de campo de irreversibilidade magnética de 58,5 T. Acima deste valor, nossos resultados mostraram que ocorre uma alteração na dinâmica de enfraquecimento do *pinning* para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c.

Antes de discutirmos os resultados da linha de irreversibilidade magnética, em especial para a configuração  $H // ab$ , cabe discutir alguns aspectos relevantes. Quando existem monodomínios orientados ocorrem efeitos direcionais do *pinning* devido a existência de maclas que se estendem ao longo dos planos  $[110]$  ou  $[1\bar{1}0]$ , as quais atuam como defeitos correlacionados e são de natureza desordenada. Estes defeitos correlacionados relacionados aos planos de maclas tem origem durante o crescimento de monocristais, principalmente para amostras da família YBaCuO (Y123) [42].

O *pinning* isotrópico ocorre apenas em um ponto da amostra e o mesmo causa um deslocamento na linha de irreversibilidade magnética para altos valores de temperatura e campo magnético. O *pinning* anisotrópico oriundo dos defeitos correlacionados é mais eficaz que o *pinning* isotrópico, pois os vórtices são aprisionados nesses defeitos ao longo de um comprimento considerável. Com isso temos uma dependência angular da linha de irreversibilidade magnética provenientes do *pinning* anisotrópico [72].

O estudo dos defeitos colunares na dinâmica e aprisionamento de vórtices em amostras supercondutoras de alta temperatura crítica, tanto texturizadas, como

monocristalinas ou filmes finos, pode ser feito através de medidas de magnetização [73]. Resultados de estudos como estes mostram a presença de duas novas fases no regime de altos campos magnéticos, a saber, a fase vidro de vórtices e a fase vidro de Bose [72]. O surgimento dessas duas novas fases no regime de altos campos magnéticos são consequências do *pinning* isotrópico e anisotrópico fortemente direcionados.

Com base no *pinning* isotrópico e no *pinning* anisotrópico Sanfilippo e colaboradores [72] fizeram o estudo do comportamento da linha de irreversibilidade magnética em um monodomínio de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado, sendo as dimensões do plano ab menores que no eixo c, com configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab.

O estudo foi feito através de medidas de magnetização até um limite de campo magnético da ordem de 8 T, tendo os planos de maclas direcionados entre 0 e 45° com o campo magnético aplicado. Para  $\Phi = 0$  ( $\Phi$  – ângulos dos planos de maclas com o campo magnético aplicado) os planos de maclas ficaram alinhados a 8° com o campo magnético aplicado ( $H // ab$ ), e devido a isso os autores chamaram de ângulo crítico,  $\Phi_c$ .

Para valores de  $\Phi < \Phi_c$ , a linha de irreversibilidade magnética se ajusta a lei de potências do modelo *flux creep* gigante em todo regime de campo estudo, porém para  $\Phi > \Phi_c$  no regime de campo de 3 T em 87 K ocorre um *kink* na linha de irreversibilidade magnética, mudando assim, segundo os autores, o mecanismo de *pinning* da amostra. Com isso, eles puderam concluir que nesta região de campo magnético e temperatura acabam surgindo duas fases de vórtices em função de  $\Phi$  para  $H // ab$ , a saber: a fase vidro de vórtices ( $\Phi > \Phi_c$ ) e vidro de Bose ( $\Phi \leq \Phi_c$ ).

Com base nesse estudo pudemos supor que o comportamento da linha de irreversibilidade magnética deste trabalho pode estar relacionado aos defeitos correlacionados associados a dependência angular dos planos de maclas com o campo magnético aplicado, tendo em vista que a coexistência de duas regiões (vidro de Bose e vidro de vórtices) só pode ser observada ao aplicar campo magnético paralelamente aos planos de maclas. Entretanto, no nosso trabalho não foi feito um acompanhamento do crescimento dos monodomínios da amostra, nem a variação angular de aplicação do campo magnético em relação



aos planos de maclas para afirmarmos o comportamento da linha de irreversibilidade magnética para esta configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab. O ajuste da linha de irreversibilidade magnética para esta configuração foi feito até um regime de 45,7 T. Para podermos confirmar nossas hipóteses nesta região de campos magnéticos intensos é necessário fazer estudos mais detalhados. Uma proposta seria fazer um acompanhamento do crescimento de um monodomínio texturizado, de tal forma que o eixo c seja maior que o plano ab e além disso tivesse um controle do ângulo de aplicação do campo magnético em relação aos planos de maclas. Dessa forma poderíamos ter certeza se o comportamento da linha de irreversibilidade magnética no regime de altos campos magnéticos, como aplicados neste trabalho, apresentam o mesmo comportamento encontrado por Sanfilippo e colaboradores.

Para anisotropia das linhas de irreversibilidade magnética feitas no regime de baixos campos magnéticos, observa-se que o campo magnético tende a afetar a temperatura de irreversibilidade magnética, fazendo com que a  $T_{irr}$  diminua com o aumento do campo magnético [30]. Nos resultados experimentais para campos magnéticos pulsados obtidos neste trabalho, observa-se similarmente que  $H_{irr}$  é maior para medidas feitas em valores de temperatura mais baixos. Este resultado já era esperando, pois o aumento do campo magnético tende a alargar a transição normal-supercondutora. Os valores mais elevados encontrados para a temperatura de irreversibilidade com  $H // ab$  se justificam pelo efeito do *pinning* ser mais eficaz nessa configuração em função da contribuição do *pinning* intrínseco, no qual o efeito dissipativo dos vórtices é menor. Consequentemente temos um alargamento da região irreversível para  $H // ab$ . Para  $H // c$  temos uma região maior de vórtices livres, já que o efeito de *pinning* não é tão eficaz, e consequentemente temos menores valores de temperatura de irreversibilidade para essa configuração de campo magnético.

## **5 COMPORTAMENTO ELÉTRICO DO SUPERCONDUTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ MEDIANTE CAMPOS MAGNÉTICOS PULSADOS**

### **5.1 Introdução**

Neste capítulo serão apresentados os resultados das medidas de magnetocondutividade elétrica juntamente com a discussão sobre a transição supercondutora para as diferentes configurações de campo magnético e corrente elétrica aplicados na amostra. Além disso, será feita uma correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e a linha formada pelo campo magnético associado à temperatura de resistência nula,  $H(T_{c0})$ .

### **5.2 Determinação da resistência nula**

A Figura 5.1 apresenta uma medida de magnetocondutividade elétrica em função do pulso de campo magnético aplicado em uma temperatura de 77,6 K. Na figura é possível observar o método utilizado para determinar a transição de coerência, ou seja, o valor de campo magnético associado à temperatura de resistência nula,  $H(T_{c0})$ , o qual coincide com o primeiro valor de campo magnético em que a resistência elétrica cai a zero. Para cada pulso de campo magnético aplicado em uma dada temperatura nas diferentes configurações de campo-corrente haverá um valor diferente de  $H(T_{c0})$ . Foram feitas medidas com campos magnéticos pulsados aplicados ao longo do plano ab e ao longo do eixo c, para uma corrente elétrica padrão de 2 mA aplicada na amostra. As medidas de magnetocondutividade elétrica realizadas com campos magnéticos pulsados também foram bastante ruidosas e podem ser observadas nos resultados da amostra, como ilustram as Figuras 5.2, 5.3, 5.4 e 5.5 a seguir.

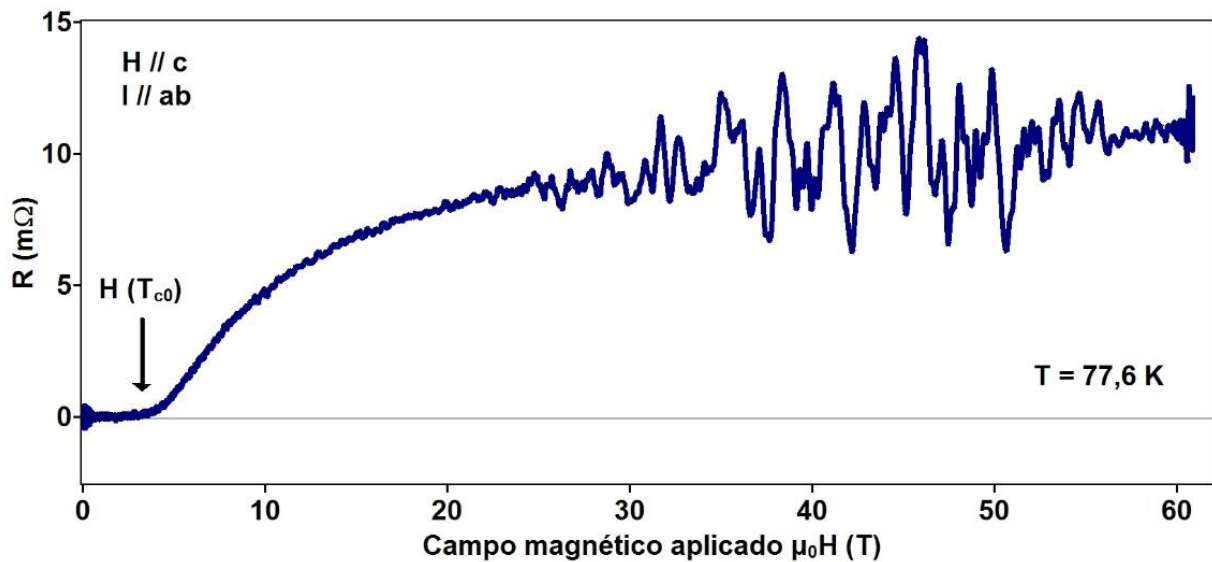


Figura 5.1 - Medida de magnetococondutividade elétrica mostrando a determinação do campo magnético associado a temperatura de resistência nula na configuração de  $H // c$  e  $I // ab$ .

### 5.3 Medidas de magnetococondutividade elétrica para pulsos de campo magnético aplicados ao longo do plano ab

As medidas de magnetococondutividade para pulsos de campo magnético aplicados ao longo do plano ab foram feitas nas seguintes configurações de campo-corrente: corrente elétrica e campo magnético paralelos ao plano ab, porém perpendiculares entre si ( $H // ab, I // ab, H \perp I$ ), e corrente elétrica paralela ao eixo c e campo magnético aplicado ao longo do plano ab ( $H // ab, I // c$ ).

#### 5.3.1 Medidas de magnetococondutividade elétrica para $H // ab$ e $I // ab$ ( $H \perp I$ )

A Figura 5.2 é representativa das medidas de magnetococondutividade elétrica para a configuração de campo magnético e corrente elétrica aplicados ao longo do plano ab, porém perpendiculares entre si. As medidas foram realizadas para quatro valores de temperatura fixa, variando entre 72,2 K e 83,7 K.

Para os resultados desta configuração de campo-corrente utilizados durante as medidas, podemos observar que ocorre uma degradação na transição normal-supercondutora com o aumento do campo magnético aplicado, mas não tão acentuado como comumente observamos em amostras sinterizadas [74].

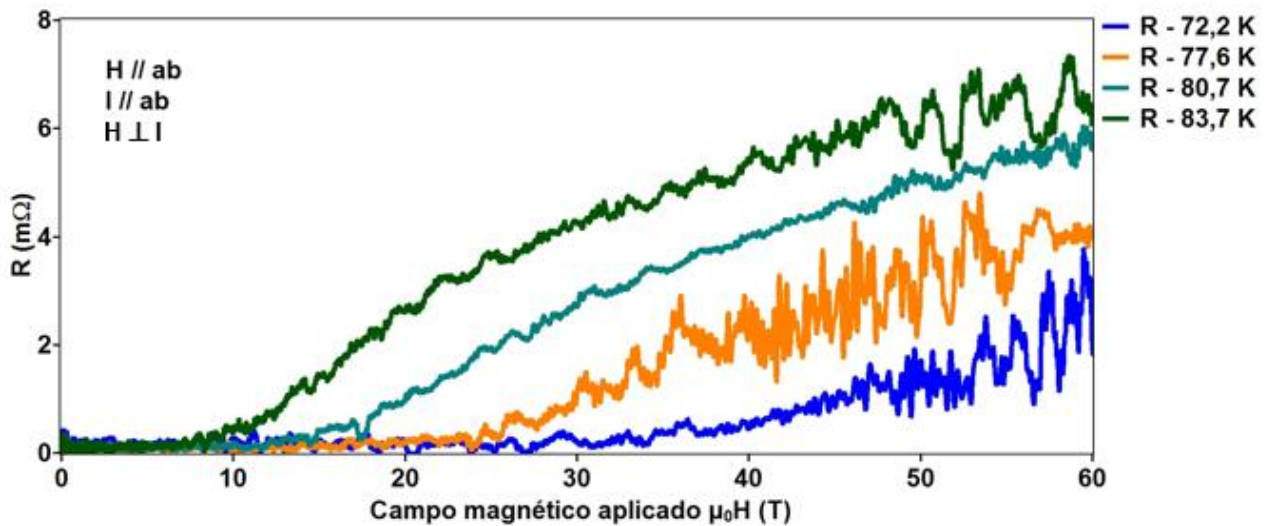


Figura 5.2 - Medidas de magnetococondutividade elétrica para a configuração de campo magnético e corrente elétrica paralelos ao plano ab e perpendiculares entre si ( $H \perp I$ ). Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético numa determinada temperatura.

### 5.3.2 Medidas de magnetococondutividade elétrica para $H // ab$ e $I // c$

A Figura 5.3 ilustra a transição resistiva da amostra para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e corrente elétrica aplicada paralela ao eixo c em quatro valores de temperatura fixa.

Para os resultados da configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e corrente paralela ao eixo c, podemos observar que ocorre uma degradação da transição normal-supercondutora com o aumento do campo magnético aplicado.

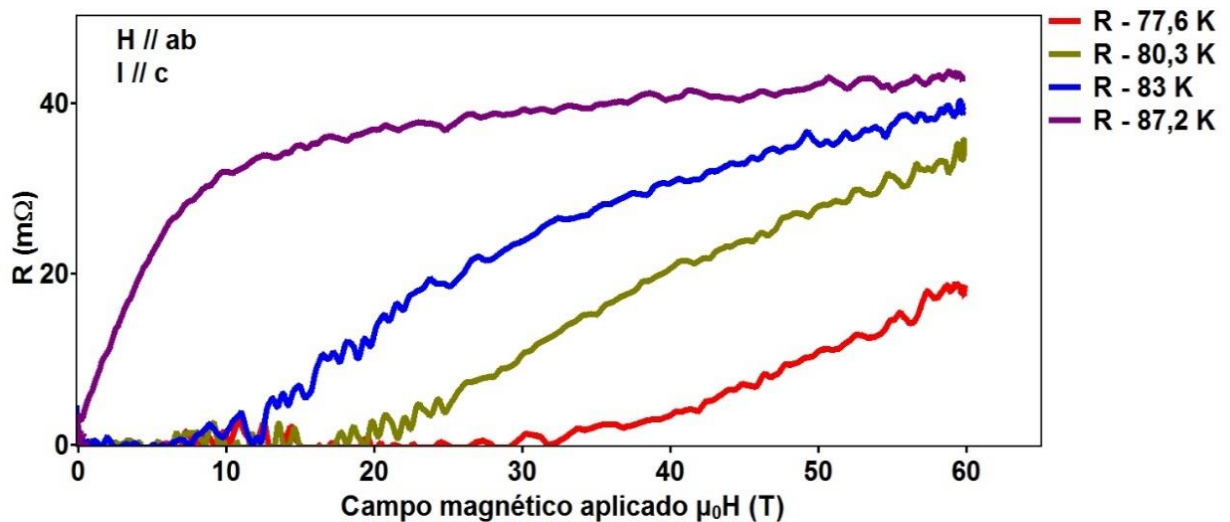


Figura 5.3 - Medidas de magnetococondutividade elétrica para a configuração de campo magnético paralelo ao plano ab e corrente elétrica paralela ao eixo c. Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético em uma temperatura fixa.

Para fazer a comparação das medidas de magnetococondutividade elétrica com aplicação de campo magnético paralelo ao plano ab, vamos relacionar duas medidas para ambas configurações de campo-corrente aplicadas. Na Figura 5.2 e 5.3 podemos observar duas medidas de magnetococondutividade feitas em mesmo valor de temperatura, a saber, 77,6 K. Ao comparar essas medidas podemos observar que o campo magnético foi maior para configuração de campo-corrente  $H // ab$  e  $I // c$ , sendo 33,7 T contra 21 T para medida feita aplicado campo magnético paralelo ao plano ab e corrente elétrica paralela ao eixo c, sendo ( $H \perp I$ ). A razão do campo magnético ser maior para a configuração  $H // ab$  e  $I // c$  está no fato do aprisionamento de vórtices ser mais eficaz, ou seja, a dinâmica de vórtices desempenhou um efeito dissipativo menos intenso neste caso.

Agora, vamos comparar outras duas medidas para as mesmas Figuras 5.2 e 5.3. Para a configuração campo-corrente  $H // ab$  e  $I // ab$  ( $H \perp I$ ) vamos observar a medida de magnetococondutividade elétrica feita em 80,7 K, e para a configuração campo-corrente  $H // ab$  e  $I // c$ , vamos analisar a medida feita em 80,3 K, ou seja, em temperaturas bastante próximas. O mesmo comportamento foi encontrado nessas medidas, isto é, o campo magnético foi maior para  $H // ab$  e  $I // c$ , sendo 20 T, ante 12,3 T para  $H // ab$  e  $I // ab$  ( $H \perp I$ ). Analisando as outras medidas

podemos também notar o mesmo comportamento. Sendo assim, podemos concluir que o efeito de *pinning* para configuração  $H // ab$  e  $I // c$  foi mais eficaz. A razão para isso será explicada de maneira mais detalhada após a correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e a linha de resistência nula na seção 5.7.

#### 5.4 Medidas de magnetocondutividade elétrica para campos magnéticos aplicados ao longo do eixo c

Para as medidas de magnetocondutividade com campo magnético aplicado ao longo do eixo c foram utilizadas as seguintes configurações de campo-corrente: corrente elétrica paralela ao eixo c e campo magnético paralelo ao eixo c e corrente elétrica paralela ao plano ab e campo magnético aplicado ao longo do eixo c.

##### 5.4.1 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // c$ e $I // c$

A Figura 5.4 representa a transição resistiva da amostra para a configuração de campo magnético e corrente elétrica aplicados ao longo do eixo c. As medidas para esta configuração de campo-corrente foram feitas sete valores de temperaturas fixas.

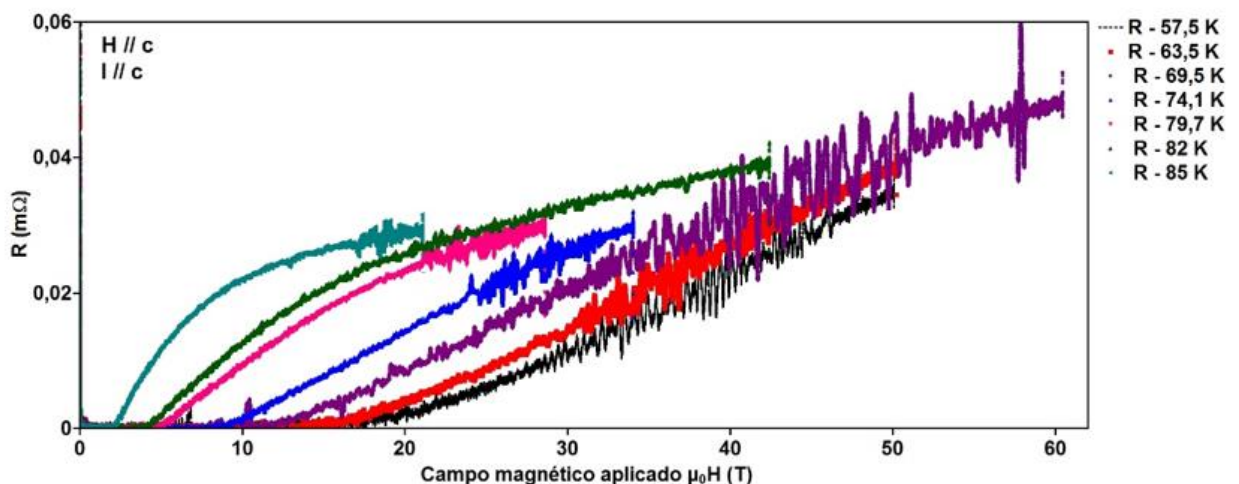


Figura 5.4 - Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético e corrente elétrica paralelos ao eixo c. Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético em uma temperatura fixa.

Para esta configuração de campo-corrente podemos observar que a resistência elétrica caiu a zero nas medidas com campo magnético entre 2 e 16,7 T. A transição normal-supercondutora em menores valores de temperatura nas medidas apresentaram maior valor de campo magnético,  $H(T_{c0})$ , ou seja, a medida de magnetocondutividade elétrica feita em 57,5 K apresentou um campo magnético,  $H(T_{c0})$  de 16,7 T, e a medida feita em 85 K apresentou um  $H(T_{c0})$  de 2 T, como podemos observar na Figura 5.4. A razão para isso é que medidas feitas em maiores valores de temperatura apresentam maior dissipação de energia por parte dos vórtices.

#### 5.4.2 Medidas de magnetocondutividade elétrica para $H // c$ e $I // ab$

A Figura 5.5 apresenta medidas feitas na configuração campo magnético aplicado paralelo ao eixo c com a corrente elétrica aplicada paralela ao plano ab. Para esta configuração as medidas de magnetocondutividade foram feitas em sete valores de temperatura fixas.

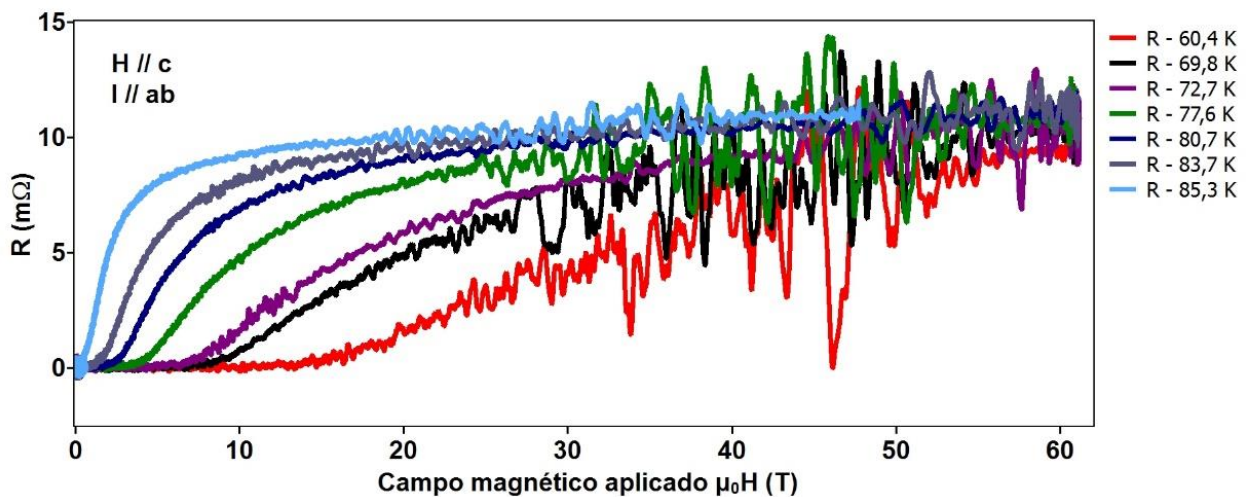


Figura 5.5 - Medidas de magnetocondutividade elétrica para a configuração de campo magnético paralelo ao eixo c e corrente elétrica paralela ao plano ab. Cada medida corresponde a aplicação de um pulso de campo magnético numa determinada temperatura.

Os resultados de magnetocondutividade elétrica para campo magnético aplicado paralelo ao eixo c e corrente paralela ao plano ab mostraram que a transição resistiva ocorreu em valores de campo magnético entre 0,4 T e 14,1 T. Através

dos resultados da Figura 5.5 podemos observar um enfraquecimento da transição normal-supercondutora com o aumento do campo magnético. Para comprovarmos esse resultado também vamos comparar as medidas feitas em maior e menor valor de temperatura fixa nesta configuração de campo-corrente. Na medida feita em 60,4 K o valor de campo magnético,  $H(T_{c0})$  foi de 14,1 T, contra 0,4 T para medida feita em valor de temperatura de 85,3 K. Esse comportamento já era esperado, pois podemos observar através desses resultados que ocorre um alargamento na transição mediante a aplicação de pulsos de campo magnético em temperaturas mais elevadas.

Para fazer a comparação das medidas de magnetocondutividade elétrica feitas nestas duas configurações de campo-corrente no qual foi aplicado campo magnético paralelo ao eixo c, vamos analisar resultados das Figuras, 5.4 e 5.5. Quando observamos a medida de magnetocondutividade elétrica feita para configuração campo-corrente  $H // c$  e  $I // c$  em 69,5 K o valor de campo magnético,  $H(T_{c0})$  foi de 13,5 T, porém para medida com configuração campo corrente  $H // c$  e  $I // ab$  em 69,8 K o valor de campo magnético,  $H(T_{c0})$  foi de 8,9 T. Agora, vamos comparar outras duas medidas, para  $H // c$  e  $I // c$  em 85 K o campo magnético,  $H(T_{c0})$ , foi de 2 T, contra 0,4 T para  $H // c$  e  $I // ab$  feita em 85,3 K. A razão para escolher esses valores de temperatura para fazer a comparação foi porque essas medidas foram feitas em valores próximos de temperatura. O mesmo comportamento pode ser comprovado nas outras medidas, basta observarmos os resultados das Figuras 5.4 e 5.5. O aumento do campo magnético afetou fortemente a região próxima ao estado de resistência nula para duas configurações de campo-corrente, fazendo com que ocorresse um alargamento na região coerente. O alargamento que ocorreu na região coerente está associado a dinâmica dos vórtices nesta região, ou seja, através dessas comparações, podemos observar que o efeito dissipativo dos vórtices foi maior para configuração campo-corrente  $H // c$  e  $I // ab$ , isto ocorreu porque para esta configuração a força de *pinning* foi menor que a força de Lorentz que atua nos vórtices. Para  $H // c$  e  $I // c$ , podemos observar maiores valores de  $H(T_{c0})$ , pois neste caso não houve influência da força de Lorentz sobre os vórtices.



Na próxima seção vamos discutir os resultados de magnetocondutividade elétrica para as quatro configurações de campo-corrente utilizadas nas medidas deste trabalho.

## 5.5 Discussão dos resultados

Como trabalhamos numa região de campos magnéticos intensos, a transição supercondutora sofreu um forte alargamento com o aumento do campo magnético aplicado, pois os vórtices desempenharam um efeito fortemente dissipativo, reduzindo drasticamente o  $H(T_{c0})$  em determinadas configurações de campo-corrente, como mostram as Figuras 5.2 5.3, 5.4 e 5.5.

Para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab observa-se que a transição normal-supercondutora ocorreu em temperaturas mais elevadas em comparação com a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c. Para confirmarmos esses resultados vamos observar o intervalo de temperatura em que foram realizadas as medidas. Para a configuração de campo-corrente  $H // ab$  e  $I // ab$ , com  $H \perp I$ , o intervalo de temperatura foi entre 72,2 K e 83,7 K, como mostra a Figura 5.2 e para a configuração de campo-corrente  $H // ab$  e  $I // c$  o intervalo de temperatura foi entre 77,6 K e 87,2 K, como podemos observar na Figura 5.3. As medidas de magnetocondutividade elétrica para configuração de campo-corrente  $H // ab$  e  $I // c$ , ocorreram em um intervalo de temperatura entre 60,4 K e 85,3 K, como mostra a Figura 5.4 e para configuração de campo-corrente  $H // c$  e  $I // c$  o intervalo de temperatura foi entre 57,5 K e 85 K, como vemos na Figura 5.5. Assim sendo, podemos concluir que o fato das transições resistivas na orientação de campo magnético aplicado paralelo aos planos de condução ocorrerem em temperaturas mais elevadas está associada a contribuição do *pinning* intrínseco que existe nesta configuração, o que contribuiu para que o aprisionamento de vórtices fosse particularmente mais eficaz.

Como sabemos, quando temos campo magnético perpendicular à corrente elétrica os vórtices sofrerão efeito da força de Lorentz, fazendo com que os mesmos se movam coletivamente na orientação perpendicular a corrente elétrica, e como esse movimento causa forte dissipação de energia, tem-se

menores valores de temperatura de transição normal-supercondutora, isto é, a temperatura de coerência,  $T_{c0}$ . Nos resultados deste trabalho, quando comparamos as configurações campo-corrente para  $H // ab$  podemos observar a influência da força de Lorentz nas duas configurações de campo-corrente aplicadas, porém a influência da força de Lorentz foi maior para  $H // ab$  e  $I // ab$  ( $H \perp I$ ), pois a força de Lorentz desempenhou um papel mais relevante na transição resistiva desta configuração, como abordado na seção 5.3.1. Com isso, podemos concluir que os centros de *pinning* no aprisionamento de vórtices, e consequentemente a força de *pinning*, não foram tão eficazes quanto a força de Lorentz para a configuração campo corrente  $H // ab$  e  $I // ab$  sobre os vórtices. Para configuração de campo-corrente  $H // ab$  e  $I // c$ , apesar de também terem sofrido influência da força de Lorentz, apresentaram maior valor de campo magnético associado à temperatura de resistência nula,  $H(T_{c0})$ , como mostra a Figura 5.3.

Para configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo  $c$ , podemos observar na Figura 5.5 que o comportamento da transição resistiva para a configuração de campo-corrente  $H // c$  e  $I // ab$  apresentaram menores valores de  $H(T_{c0})$ . Este resultado se deve principalmente devido ao efeito da força de Lorentz para esta configuração. Por outro lado, quando temos  $H // c$  e  $I // c$ , temos maiores valores de temperatura de transição em comparação a configuração campo-corrente  $H // c$  e  $I // ab$ , pois, para esta configuração, não existe força de Lorentz atuando sobre os vórtices.

## 5.6 Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética

Nesta seção será apresentado uma correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e a linha de resistência nula para amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  investigada neste trabalho, onde será feito uma discussão comparativa entre o comportamento das linhas de irreversibilidade magnética e de resistência zero.

A Figura 5.6 representa a correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e a linha de resistência nula. A irreversibilidade magnética e a resistência nula da amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  deste trabalho foram obtidas conforme os métodos apresentados nas seções 4.2 e 5.2. Na Figura 5.6 os retângulos abertos

representam a linha de irreversibilidade magnética para  $H // c$ , os retângulos fechados a linha de irreversibilidade magnética para  $H // ab$ , as linhas contínuas junto aos pontos experimentais representam o ajuste de acordo com a lei de potência do modelo *flux creep* gigante, e as linhas tracejadas representam a região extrapolada em que não foi possível fazer o ajuste com este modelo. Os triângulos fechados representam os resultados de resistência elétrica nula para  $H // ab$  e  $I // c$ , enquanto que os triângulos abertos representam  $H (T_{c0})$  para  $H // ab$  e  $I // ab$  ( $H \perp I$ ). Os círculos abertos representam os resultados de campo de resistência nula para  $H // c$  e  $I // c$ , enquanto que os círculos fechados representam os resultados de  $H (T_{c0})$  para a configuração  $H // c$  e  $I // ab$ .

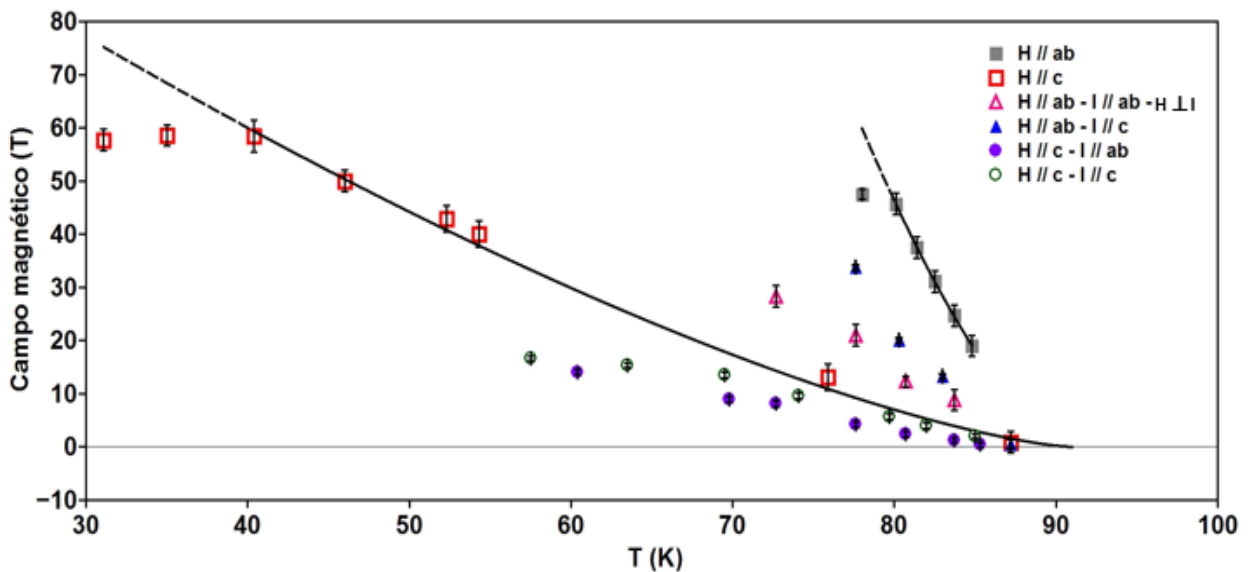


Figura 5.6 - Correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula para amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Os triângulos representam o  $H (T_{c0})$  para  $H // ab$  sendo os abertos para  $I // ab$  ( $H \perp I$ ) e os fechados  $I // c$ . Os círculos representam o  $H (T_{c0})$  para  $H // c$  sendo os abertos para  $I // c$  e os fechados para  $I // ab$ . Os retângulos representam os resultados experimentais das linhas de irreversibilidade magnética para  $H // c$  (retângulos abertos) e para  $H // ab$  (retângulos fechados), enquanto que a linha contínua junto aos resultados de irreversibilidade magnética representam o ajuste baseado no modelo *flux creep* gigante.

## 5.7 Discussão dos resultados

Através da Figura 5.6 é possível observar que as linhas de resistência nula estão abaixo do limite de irreversibilidade magnética, tanto para configuração de campo aplicado paralelo ao plano  $ab$  quanto para configuração de campo aplicado paralelo ao eixo  $c$ , como o esperado. O comportamento entre as linhas

de resistência nula e de irreversibilidade magnética deste trabalho corroboram com resultados recentes encontrados na literatura em sistemas texturizados no regime de baixos campos magnéticos [65,75], ou seja, os valores de resistência nula obtidos com este trabalho também foram obtidos somente em temperaturas abaixo ou próximas do limite de irreversibilidade magnética. A razão para isso é que abaixo do limite irreversível temos vórtices fortemente aprisionados, de modo que a amostra neste estado apresenta resistência nula.

Para as linhas de resistência nula na configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo  $c$ , a linha de  $H(T_{c0})$  para a configuração campo-corrente aplicado  $H // c$  e  $I // ab$ , apresentaram menores valores de  $H(T_{c0})$  em relação a configuração  $H // c$  e  $I // c$ , a razão pela qual isto ocorreu foi pelo fato de que para configuração  $H // c$  e  $I // ab$  tem-se a contribuição da força de Lorentz, fazendo com que a rede de vórtices passem a derivar lateralmente com a corrente elétrica aplicada, ocasionando maior efeito dissipativo de energia.

Na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao plano  $ab$ , tanto a linha de resistência nula para  $(H // ab, I // c)$ , quanto  $(H // ab, I // ab, H \perp I)$  sofrem influência da força de Lorentz, sendo que essa influência é maior para a configuração  $(H // ab, I // ab, H \perp I)$ , pois apresentam os menores valores de campo magnético em resistência nula,  $H(T_{c0})$ .

Analisando as linhas de irreversibilidade magnética apresentadas nas seções 4.3.1 e 4.3.2 do capítulo 4, podemos observar que as mesmas foram descritas até uma certa região de campo magnético pelo modelo *flux creep* gigante. A linha de irreversibilidade magnética no diagrama  $H$ - $T$  define o comportamento reversível e irreversível do supercondutor, como abordado na seção 2.2.3. Acima desta linha o transporte elétrico apresenta um comportamento resistivo devido ao movimento dos vórtices nesta região. Nos supercondutores granulares de alta temperatura crítica, como é o caso da amostra de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  deste trabalho, a irreversibilidade magnética e a resistência elétrica apresentam dependências diferentes na amostra. A irreversibilidade magnética só é obtida quando os *clusters* de grãos da amostra estiverem bem acoplados e os vórtices forem aprisionados, entretanto a resistência elétrica depende do arranjo de grãos de toda da amostra e irá cair a zero somente quando uma ordem de longo alcance for obtida, sendo que assim a corrente elétrica percorrerá a amostra sem

resistência. Com isso, temos que a resistência nula só pode ser obtida abaixo do limite de irreversibilidade magnética, o que foi o caso dos resultados de magnetocondutividade elétrica para as quatro configurações de campo-corrente analisadas, e que seguem de acordo com trabalhos similares da literatura no regime de baixo campo magnético [65,75].

A amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  investigada apresenta uma forte anisotropia, como o esperado para uma amostra que apresenta um bom alinhamento cristalográfico, como é o caso de uma amostra texturizada. A anisotropia nas linhas de irreversibilidade magnética apresenta um valor de 18,1 T de separação de  $H_{\text{irr}}$  (T), para medidas feitas em 87,2 K para  $H // c$  e 84,8 K para  $H // ab$ . A explicação para isso, como discutido na seção 4.4, está no fato do arranjo dos vórtices ser dependente da configuração em que o campo magnético for aplicado na amostra, ou seja, se o campo magnético for aplicado paralelo ao eixo  $c$  os vórtices irão se formar ao longo dos planos de condução, atravessando as camadas isolantes e sendo fracamente acoplados, conduzindo a menores valores de temperatura de irreversibilidade.

Por outro lado, se o campo magnético for aplicado paralelamente ao plano  $ab$  os vórtices se formarão ao longo das camadas isolantes, com seu movimento restrito a esta camada e sob a ação do *pinning* intrínseco presente neste arranjo, e com isso, teremos maiores valores de temperatura de irreversibilidade magnética. Já em relação a anisotropia das linhas de  $H(T_{c0})$ , podemos observar que para a configuração de campo magnético aplicado ao longo do plano  $ab$  as linhas de  $H(T_{c0})$  apresentam valores acima das linhas de  $H(T_{c0})$  para campo magnético aplicado paralelo ao eixo  $c$ , como mostra a Figura 5.6. A razão para isso também está associada ao fato do *pinning* ser mais eficaz para o campo magnético aplicado paralelo ao plano  $ab$ , ou seja, a contribuição do *pinning* intrínseco colabora para o aprisionamento eficaz dos vórtices, o que não ocorre quando o campo magnético é aplicado paralelo ao eixo  $c$ , pois neste caso não se tem a contribuição do *pinning* intrínseco. Por esse motivo, observamos maiores valores de  $H(T_{c0})$  para as configurações campo-corrente com  $H // ab$ .

## CONCLUSÃO

Neste trabalho foi investigado o comportamento elétrico e magnético e a correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e a resistência nula em uma amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizada mediante campos magnéticos pulsados. A amostra investigada foi crescida pela técnica Bridgman e através de medidas de magnetocondutividade elétrica foi possível determinar o campo magnético associado à temperatura de resistência nula  $H(T_{c0})$  e por meio de medidas de momento magnético foi determinado o campo de irreversibilidade magnética  $H_{irr}(T)$  em diferentes temperaturas. Com isso, apresentaremos a seguir as conclusões de maneira resumida desta dissertação:

### 1) Caracterização microscópica da amostra

- Na caracterização microscópica foi possível observar a presença de placas supercondutoras empilhadas ao longo do eixo c, evidenciando uma boa orientação dos grãos da amostra.
- A análise por meio da microscopia eletrônica de varredura indicou a presença de duas regiões distintas, uma clara em menor quantidade que supomos ser os grãos da fase Y211 e outra mais escura em maior quantidade correspondentes a matriz supercondutora Y123.
- A amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  sofreu um processo de clivagem, o que é muito comum ocorrer em amostras texturizadas, durante o manuseio perder uma lâmina e clivar, devido ao empilhamento de placas supercondutoras.
- O espectro EDS feito em duas regiões distintas da amostra mostrou os elementos químicos esperados pertencentes à amostra.
- Foi possível observar que o tamanho máximo dos grãos da amostra é da ordem de  $5 \mu\text{m}$ .

### 2) Medidas de momento magnético

- Os resultados das medidas com a aplicação de campo magnético paralelo ao plano ab mostraram uma grande variação do campo de

irreversibilidade magnética frente a uma pequena variação da temperatura. Através desses resultados podemos constatar um forte efeito de *pinning* para esta configuração de campo magnético aplicado, dada a pequena variação no intervalo de temperatura em relação ao aumento do campo de irreversibilidade magnética ( $H_{irr}$ ).

- As medidas para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c mostraram uma grande variação do campo de irreversibilidade magnética durante as medidas para uma também grande variação de temperatura. Com isso podemos constatar uma maior dissipação de energia dos vórtices com o aumento do campo magnético aplicado, como esperado para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c.
- Comparando as medidas para  $H // c$  e  $H // ab$  podemos constatar que a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab apresentou os maiores valores de campo de irreversibilidade magnética em relação aos resultados com aplicação de campo paralelo ao eixo c. Com isso, comprovamos que o *pinning* dos vórtices é mais eficaz para  $H // ab$ , resultado este devido à contribuição do *pinning* intrínseco.

### 3) Linha de irreversibilidade magnética

- O ajuste dos valores experimentais de  $H_{irr}$  (T) para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c foi descrito pela lei de potência segundo o modelo *flux creep* gigante. A linha de irreversibilidade magnética segue de acordo com o modelo *flux creep* gigante até a região de campo magnético ao redor de 58,5 T. Acima dessa região de campo magnético ocorre um provável diferente mecanismo ligado ao enfraquecimento do *pinning*, o qual aparentemente obedece a uma outra dinâmica que não àquela prevista pelo modelo *flux creep* gigante.
- Os pontos experimentais referentes ao campo irreversibilidade magnética para aplicação de campo magnético paralelo ao plano ab se ajustaram a lei de potência prevista pelo modelo teórico *flux creep* gigante, ao redor de 45,7 T. Acima deste valor, supomos que possa ter ocorrido o surgimento de duas novas fases no regime de alto campo magnético, a

fase vidro de Bose e a fase vidro de vórtices, pois tal comportamento só pode ser observado em estudos sobre o comportamento irreversível aplicando campo magnético paralelo ao plano ab, combinado com outras técnicas não desenvolvidas neste trabalho.

#### 4) Medidas de magnetocondutividade elétrica

- Como trabalhamos numa região de campos magnéticos intensos, a transição supercondutora sofreu um forte alargamento com o aumento do campo magnético aplicado, já que a dinâmica de vórtices desempenhou um efeito fortemente dissipativo, reduzindo drasticamente o campo magnético associado à temperatura de resistência nula.
- Nos resultados para as configurações campo-corrente com  $H // ab$  podemos observar a influência da força de Lorentz nas duas configurações investigadas, sendo que essa influência foi maior para a configuração campo-corrente  $H // ab$  e  $I // ab$ , sendo  $(H \perp I)$ , do que para  $H // ab$  e  $I // c$ , pois esta última, apesar de também ter sofrido influência da força de Lorentz, apresentou maiores valores de campo magnético associado à temperatura de resistência nula,  $H(T_{c0})$ .
- Nos resultados para as configurações de campo-corrente para campo magnético aplicado paralelo ao eixo c podemos constatar que o comportamento da transição resistiva para a configuração de campo-corrente  $H // c$  e  $I // ab$  apresentaram menores valores de  $H(T_{c0})$ , devido ao efeito da força de Lorentz para esta configuração. Por outro lado, para configuração campo-corrente  $H // c$  e  $I // c$  foram obtidos maiores valores de  $H(T_{c0})$  em comparação com a configuração campo-corrente  $H // c$  e  $I // ab$ , em função da ausência da força de Lorentz atuando sobre os vórtices com  $H // I$ .



## 5) Correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula

- Os resultados da correlação mostraram que as linhas de resistência nula estão abaixo do limite de irreversibilidade magnética, tanto para configuração de campo aplicado paralelo ao plano ab quanto para configuração de campo aplicado paralelo ao eixo c, como o esperado.
- A amostra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  investigada apresenta uma forte anisotropia, como o esperado para uma amostra que apresenta um bom alinhamento cristalográfico, como é o caso de uma amostra texturizada.
- A partir das linhas de  $H(T_{c0})$  o caráter anisotrópico da amostra também pode ser constatado. Os resultados de  $H(T_{c0})$  para campo magnético aplicado paralelo ao plano ab apresentaram maiores valores do que os resultados de  $H(T_{c0})$  para campo magnético aplicado paralelo ao eixo c. A razão para isso, está associada ao fato do *pinning* ser mais eficaz para o campo magnético aplicado paralelo ao plano ab, ou seja, a contribuição do *pinning* intrínseco colabora para o aprisionamento mais eficaz dos vórtices, o que não ocorre quando o campo magnético é aplicado paralelo ao eixo c, pois neste caso não se tem a contribuição do *pinning* intrínseco. Por esse motivo, observamos maiores valores de  $H(T_{c0})$  para as configurações campo-corrente com  $H // ab$ .

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] OSTERMANN, F; PUREUR, P. **Supercondutividade**. São Paulo: Livraria da Física, 2005.
- [2] BALSEIRO, C.; CRUZ, F. de. Supercondutividade. **Ciência Hoje**, São Paulo, v.9, n.49, p. 27-35, dez, 1988.
- [3] GAVALER, J. R. Superconductivity in Nb–Ge films above 22 K. **Applied Physics Letters**, v. 23, n. 8, p. 480-482, Oct, 1973.
- [4] BEDNORZ, J. G.; MÜLLER, K. A. Possible high Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O. **Zeitschrift für Physik B**, Berlin, v. 64, n.2, p. 189-193, Sept, 1986.
- [5] WU, M. K. et al. Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. **Physical Review Letters**, v. 58, n. 9, p. 908-910, Mar. 1987.
- [6] CAVA, R. J. et al. Bulk superconductivity at 91K in single phase oxygen deficient perovskite Ba<sub>2</sub>YCu<sub>3</sub>O<sub>9-δ</sub>. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 58, n. 16, p. 1676-1679, Apr. 1987.
- [7] JORGENSEN, J. D. Defects and superconductivity in the cooper oxides. **Physics Today**, v. 44, n. 6, p. 34 - 40, 1991.
- [8] Garcia, E. L. **Estudo da correlação magnética em supercondutores de YBaCuO que exibem o efeito Meissner paramagnético**. Dissertação (Mestrado em Física) – Instituto de Física e Matemática, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2003.
- [9] MURAKAMI, M. **Melt processed high-temperature superconductors**. Singapore: World Scientific, 1992.
- [10] JIN, S. et al. Melt-textured growth of polycrystalline YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> with high transport Jc at 77K. **Physical Review B**, Woodbury, v. 37, n. 13, p. 7850-7853, May, 1988.

[11] FARREL, D. E.; CHANDRASEKHAR, B. S. Superconducting properties of aligned crystalline grains of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . **Physical Review B**, v. 36, n. 7, p. 4025 - 4027, 1987.

[12] WU, X. J.; IKENO, Y.; KAKIMOTO, K.; HORICHI, S., Microstructures of Ag-sheathed Y-Ba-Cu-O superconducting tapes. **Physical C: Superconductivity**, v. 174, n. 4, p. 423 - 430, 1991.

[13] DESGARDIN, G.; MONOT, I.; RAVEAU, B., Texturing of high- $T_c$  superconductors. **Superconductor Science and Technology**, v. 12, n. 7, p. R115 - R133, 1999.

[14] SALAMA, K. e Lee, D. F. Progress in melt texturing of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  superconductor. **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v.7, p. 177-193, Mar. 1994.

[15] DIAS, F. T. **Efeito meissner paramagnético e magnetocondutividade em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado**. Tese (doutorado em ciências) - Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

[16] MURAKAMI, M.; SAKAI, N.; HIGUCHI, T.; YOO, S. I. Melt-processed light rare earth element-Ba-Cu-O. **Superconductor Science and Technology**, v. 9, n. 12, p. 1015 - 1032, 1996.

[17] SANDIUMENGE, F. et al. Microstructure of directionally solidified high-critical current  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7\text{-Y}_2\text{BaCuO}_5$  composites. **Physical Review B**, Woodbury, v. 50, n. 10, p. 7032-7045, Set. 1994.

[18] BARBUT, J. M. et al. Courant critique continu supérieur à 1 000 A dans un supraconducteur texturé par fusion de zone sous champ magnétique. **Journal de Physique III**, v. 4, n. 11, p. 2149-2157, Nov. 1994.

[19] Murakami, M. et al. Critical currents and flux creep in melt processed high  $T_c$  oxide superconductors. In: **Melt processed high  $T_c$  superconductors: M. Murakami et al.** Cryogenics , v.30, p.390-396, May, 1990.

[20] PUREUR, P. **Estado sólido**, 2<sup>o</sup> edição, Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.

[21] PANDE, C. S. et al. Domainlike defects observed in the high-temperature superconductor Y-Ba-Cu-O. **Physical Review B**, Woodbury, v. 36, n. 10, p. 5669-5671, Oct. 1987.

[22] S K Chen, et al. Microstructure of bulk PMP YBCO with submicrometre Y<sub>2</sub>BaCuO<sub>5</sub> particles. **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v. 14, n. 8, p. 618-623, 2001.

[23] JIN, S. **Processing and properties of high-TC superconductors**. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, 1993.

[24] DUBIEL, A. da S. **Propriedades mecânicas de junções supercondutoras de YBCO**. Dissertação (mestrado em física) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.

[25] DELAMARE, M. P., MONOT I., WANG J., DESGARDIN G., PROVOST J. Influence of CeO<sub>2</sub>, BaCeO<sub>3</sub> or PtO<sub>2</sub> additions on the microstructure and the critical current density of melt processed YBCO samples Superconductor. **Science and Technology**, v.9, n.7, p. 534-542, Fev. 1996.

[26] KAMMLOTT, G. W., TIEFEL, T. H., JIN, S. Recovery of 90 K superconductivity in transition-metal-doped Y-Ba-Cu-O. **Applied Physics Letters**, v.56, n.24, p.2459, Apr. 1990.

[27] JUANG, J. Y. et al. Effects of ZrO<sub>2</sub> on the texturing and properties of melt-processes YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>. **Applied Physics Letters**, vol. 64, n. 17, p. 2306-2309, 1994.

[28] KIM, C. J.; HONG, G. W. Defect formation, distribution and size reduction of Y<sub>2</sub>BaCuO<sub>5</sub> in melt-processed YBCO superconductors. **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v. 12, n. 3, p. R27-R41, Mar, 1999.

[29] MESLIM, J.; NOUDEM, J. G. Infiltration and top seeded grown mono-domain YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> bulk superconductor. **Institute of Physics Publishing**, v. 17, p. 1324-1328, 2004.

- [30] Nunes, S. E. **Correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência elétrica em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$** . Dissertação (Mestrado em Física), Instituto de Física e Matemática, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2013.
- [31] SCHAF, J. et al. Correlation between the magnetic irreversibility limit and the zero resistance point in different granular  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductors. **Physical Review B**, v. 77, n. 13, p. 134503-1-8, Apr. 2008.
- [32] MCGINN, P. et al. Microstructure and critical current density of zone melt textured  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$  with  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  additions. **Physica C**, North-Holand, v.176 p. 203 – 208, Feb, 1991.
- [33] LUIZ, A. M. **Aplicações dos supercondutores na tecnologia e na medicina**. São Paulo: Livraria da Física, 2012.
- [34] CYROT, M.; PAVUNA, D., **Introduction to superconductivity and high- $T_c$  materials**. Singapore: World Scientific, 1992.
- [35] BRÉZIN, E.; et al. Fluctuation effects near  $\text{Hc}_2$  in type-II superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 31, n. 11, p. 7124-7132, June 1985.
- [36] BLATTER, G.; FEIGEL'MAN, M. V.; GESHKENBEIN, V. B.; LARKIN, A. I.; VINOKUR, V. M. Vortices in high-temperature superconductors. **Reviews of Modern Physics**, v. 66, n. 4, p. 1125 - 1388, 1994.
- [37] PUREUR, P.; SCHAF, J.; KUNZLER, J. V. Electric and magnetic measurement on the high- $T_C$  oxide superconductors  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ,  $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  and  $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . In: NICOLSKY, R. (Eds.) et al. **Latin-american conference on high temperature superconductivity**. Singapore: World Scientific, 1988.
- [38] FABRIS, F. W. **Efeitos de ordenamento chiral em supercondutores e sistemas magnéticos desordenados**. 2004. Tese (Doutorado em Ciências), Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004.
- [39] SKOURSKI, Y. et al. Magnetization and magneto-resistance measurements of bulk  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  in pulsed magnetic fields up to 50T. **Physica B: Condensed Matter**, v. 346-347, p. 325-328, 2004.

[40] PUREUR, P., **Supercondutividade e materiais supercondutores**. Porto Alegre: Instituto de Física – UFRGS, 2004.

[41] TINKHAM, M. **Introduction to superconductivity**. New York: Dover Publications, 1996.

[42] VIEIRA, V. N. **Efeitos das substituições químicas na irreversibilidade magnética e magnetocondutividade do supercondutor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$** . Tese (Doutorado em Ciências), Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004.

[43] ANDERSON, D. W. et al. Photoneutron cross-section resonances in  $\text{O}16$ . **Physical Review Letters**, New York, v. 10, n. 6, p. 250-253, Mar. 1963.

[44] CLEM, J. R., Granular and superconducting glass properties of the high-temperature superconductors. **Physica C**, v. 153-155, p. 50 - 55, 1988.

[45] JUNG, J.; ISAAC, I.; MOHAMED, M. A-K. Effect of the intergrain junctions and flux pinning on transport critical currents in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  granular superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 48, n. 10, p. 7526-7536, Sept. 1993.

[46] FILHO, J. P. S. **Deppining do fluxo de Josephson em compósitos de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta/\text{Ag}}$** . (Mestrado em Ciências) Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1997.

[47] ROSE-INNES, A. C; RHODERICK, E.H. **Introduction to superconductivity**. Grã-Betanha: Pergamon Press, 1988.

[48] PUREUR, P. et al. Breaking of ergodicity in high- $T_c$  superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . **Solid State Communications**, Oxford, v. 66, n. 9, p. 931-935, June 1988.

[49] DIAS, F. T. **Magnetic irreversibility and resistive transition in  $\text{YBaCuO}$  superconductors: interpretations and possible correlations**. Cap. 10 In: **SUPERCONDUCTORS – PROPERTIES, TECHNOLOGY, AND APPLICATIONS**. Edited by Yury Grigorashvili, 2012.

[50] JIN, S. et al. Critical currents and magnetization in c-axis textured Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors. **Applied Physics Letters**, Woodbury, v. 58, n. 8, p. 868-870, Fev. 1991.

[51] VINOKUR, V. M.; KES, P. H.; KOSHELEV, A. E. Flux pinning and creep in the very anisotropic high temperature superconductors. **Physica C**, Amsterdam, v. 168, n. 1-2, p. 29-39, June. 1990.

[52] YESHURUN, Y.; MALOZEMOFF, A. P. Giant flux creep and irreversibility in an Y-Ba-Cu-O crystal: an alternative to the superconducting-glass model. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 60, n. 21, p. 2202-2205, May, 1988.

[53] ANDERSON, P. W.; KIM, Y. B. Hard superconductivity: theory of the motion of Abrikosov flux lines. **Reviews of Modern Physics**, New York, v. 36, n. 1, p.39-43, Jan. 1964.

[54] NELSON, D. R.; SEUNG, H. S. Theory of melted flux liquids. **Physical Review B**, Woodbury, v. 39, n. 13, p. 9153-9174, May, 1989.

[55] HOUGHTON, R. A.; PELCOVITS, R. A.; SUDBO, A. Flux lattice melting in high-T<sub>c</sub> superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 40, n. 10, p. 6763-6770, Oct, 1989.

[56] MULLER, K. A.; TAKASHIGE, M.; BEDNORZ, J. G. Flux trapping and superconductive glass state in La<sub>2</sub>CuO<sub>4-y</sub>: Ba. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 58, n. 11, p. 1143-1146, Mar, 1987.

[57] EBNER C.; STROUD, D. Diamagnetic susceptibility of superconducting clusters: spin-glass behavior. **Physical Review B**, Woodbury, v. 31, n. 1, p. 165- 171, Jan, 1985.

[58] CAMPBELL, A. M.; EVETTS, J. E. Flux vortices and transport currents in type II superconductors. **Advanced Physics**, London, v. 21, n. 89-94, p. 199-428, Mar. 1972.

[59] ALMEIDA, J. R. L., THOULESS, D. J. Stability of the Scherrington-Kirkpatrick solution of a spin glass model. **Journal of Physics A**, Bristol, v. 11, n. 5, p. 983-990, May 1978.

[60] GABAY, M.; TOULOUSE, G. Coexistence of spin-glass and ferromagnetic orderings. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 47, n. 3, p. 201-204, July 1981.

[61] FISHER, M. P. A. Vortex-glass superconductivity: a possible new phase in bulk high-T<sub>c</sub> oxides. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 62, n. 12, p. 1415-1418, Mar, 1989.

[62] HUSE, D. A.; SEUNG, H. S. Possible vortex-glass transition in a model random superconductor. **Physical Review B**, Woodbury, v. 42, n. 1, p. 1059-1061, July, 1990.

[63] NELSON, D., & Vinokur, V. Boson localization and pinning correlated disorder in high-temperature superconductors. **Physical Review Letters**, v. 68, n.15, p. 2398-2401, Apr, 1992.

[64] HÄNISH, J. et al. Determination of irreversibility field of YBCO thin films from pulsed high-field measurements. **Institute of Physics Publishing**, v. 20, p. 228-231, Jan, 2007.

[65] Dias, F. T. et al. Magnetic irreversibility: An important amendment in the zero-field-cooling and field-cooling method. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 55, 023101, 2016.

[66] Disponível em:  
<<http://cemesul.furg.br/images/phocadownload/MANUAL%20CEME%20-%20verso%20sem%20fotos.pdf>>. Acesso em 08 de Julho de 2017.

[67] Disponível em:  
<<http://cemesul.furg.br/index.php/o-ceme-sul/infraestrutura.html>> Acesso em 05 de Julho de 2017.

[68] Disponível em: <<http://www.degeo.ufop.br/laboratorios/microlab/mev.htm>> Acesso em 20 de Junho de 2017.

[69] KOZLOVA, N. **Magnetotransport measurement system and investigations of different materials in pulsed magnetic fields up to 60 T**. Dissertação - Faculdade de Matemática e Ciências Naturais, Universidade Técnica de Dresden, Dresden, 2005.



[70] Disponível em: <<https://www.hzdr.de/db/Cms?pNid=2367>> Acesso em 09 de Julho de 2017.

[71] DIAS, F. T. Crescimento de amostras supercondutoras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  Projeto de pesquisa, Pelotas, Jun, 2012.

[72] SANFILIPPO, S. et al. Experimental evidence of twin-planes in the ab plane studied in large c-axis  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  samples. **Physical Review B**, Woodbury, v. 58, n. 22, p. 15189-15197, Dec. 1998.

[73] KRUSIN-ELBAUM, L. et al. Bose-glass melting in  $\text{YBaCuO}$  crystals with correlated disorder. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 72, n. 12, p. 1914-1917, Mar. 1994.

[74] MELLEKH, A. et al. Nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  particle addition effects on  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  superconducting properties. **Solid state communications**, v. 140, p. 318-323, Sept, 2006.

[75] DIAS, F. T. et al. Comparison between the magnetic irreversibility and zero resistance of high-quality melt-processed  $\text{YBaCuO}$  superconductors. **IEEE Transactions on Applied Superconductivity**, v. 26, n. 3, Apr, 2016.