

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

CORRELAÇÃO ENTRE A IRREVERSIBILIDADE MAGNÉTICA E A RESISTÊNCIA
NULA EM SUPERCONDUTORES DE $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ *

Sabrina Esperança Nunes

Dissertação realizada sob orientação do Prof. Dr. Fábio Teixeira Dias e apresentada ao Instituto de Física e Matemática da UFPel em preenchimento parcial dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Física.

Pelotas, julho de 2013

* Trabalho Financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

Aos meus pais, Alvanir e Neli

Agradecimentos

- Em primeiro lugar a Deus, pela saúde e por ter permitido a conquista deste título de mestre;
- Aos meus pais, Neli e Alvanir, às irmãs Mariana e Débora, que sempre me motivaram a estudar, compreenderam minha ausência durante inúmeros dias, pelo carinho, amor, admiração, apoio nos momentos difíceis. Aos queridos sobrinhos Bruno e Manuela por tornarem minha vida mais alegre com inumeras gargalhadas;
- Ao Maurício, pelo amor, carinho, dedicação, paciência compreensão e incentivo em todos os momentos;
- Ao meu orientador, prof. Dr. Fábio Teixeira Dias, pela confiança, por toda dedicação, paciência, incentivo, pelos ensinamentos experimentais e teóricos e pelo profissionalismo;
- Aos pesquisadores Dr. Xavier Obradors e Dra. Teresa Puig, do *Institut de Ciència de Materials de Barcelona*, Espanha pelo envio de uma das amostras utilizadas neste trabalho.
- Aos pesquisadores Dr. Joan Josep Roa Rovira, da *Université de Poitiers*, França, pelo envio de uma das amostras investigadas neste trabalho;
- Aos pesquisadores Dr. Paulo Pureur e Dr. Jacob Schaf, do Laboratório de Magnetismo e Supercondutividade da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, pelas medidas realizadas no laboratório e discussão dos resultados obtidos;

➤ Aos pesquisadores Dr. Frederik Wolff Fabris e Dr. Erik Kampert, do *Dresden High Magnetic Field Laboratory*, em Dresden, na Alemanha, pela colaboração na realização de parte das medidas magnéticas;

➤ Aos pesquisadores Bráulio Archanjo, Andréa Campos e Cristol Gouvêa do Laboratório de Microscopia Eletrônica da Divisão de Metrologia de Materiais, do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro) pela análise por microscopia eletrônica nas amostras utilizadas neste trabalho;

➤ À CPG e aos professores Alexandre Diehl, Douglas Langie e Paulo Pureur, pelas disciplinas ministradas durante a pós-graduação; Em especial aos profs. Dr. Valdemar pelo incentivo, apoio e ensinamento durante as aulas e tardes na sala da PG e Dra Leticie Ferreira pelos ensinamentos e apoio durante a iniciação científica.

➤ Aos colegas do Grupo de Estudos em Supercondutividade e Magnetismo pelas discussões durante os seminários, os quais contribuíram muito para o desenvolvimento do trabalho;

➤ Aos colegas da graduação e do mestrado, em especial: Ana Paula, Fernanda, Andreia, Rosalia, Cristol, Maurício, Leonardo, Rován, Lutiene, Bruno, Kellen, Luís, Yuri, Fábio, Daniela, Catiane, Eduardo, Larrisa, Tiago, Msc. Sandra, Msc. Moisés e Msc. Lucia;

➤ A CAPES, pelo fornecimento da bolsa de mestrado, imprescindível para a realização deste mestrado;

➤ Aos familiares e amigos que não fazem à mínima ideia do que está escrito nesta dissertação, mas que me apoiaram em todos os momentos;

Resumo

Este trabalho consiste de um estudo experimental das propriedades elétricas e magnéticas em duas amostras texturizadas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescidas pelas técnicas Bridgman e da semente, com diferentes concentrações da fase Y_2BaCuO_5 (Y211). As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica, na qual foi verificada a dispersão da fase Y211 na matriz supercondutora e a orientação cristalográfica das mesmas.

Medidas de magnetoresistência elétrica foram realizadas com o campo magnético aplicado ao longo do plano ab e do eixo c em cinco diferentes configurações de campo-corrente. Os resultados apresentaram uma transição resistiva estreita e moderadamente afetada pelo campo magnético.

As medidas de momento magnético foram realizadas segundo os protocolos ZFC e FC nas orientações $H//ab$ e $H//c$. Nas medidas ZFC observou-se que a blindagem magnética enfraquece com o aumento do campo magnético, e os resultados das medidas FC mostraram a ocorrência do efeito Meissner paramagnético. Através das medidas magnéticas foi possível determinar a linha de irreversibilidade magnética, de modo que na amostra Bridgman o comportamento foi descrito unicamente pelo modelo *flux creep* gigante, porém na amostra crescida pelo método da semente o comportamento foi descrito com base no modelo *flux creep* gigante em altos campos e pelo modelo do vidro supercondutor em campos baixos e intermediários, apontando para um caráter mais granular desta amostra.

A análise da correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética mostrou que as temperaturas de resistência nula (T_{c0}) ocorrem em temperaturas menores que o limite irreversível para todas as configurações de campo-corrente. Foi observada uma forte anisotropia tanto no comportamento das linhas de irreversibilidade quanto para as linhas de resistência nula. A análise das linhas de T_{c0} nas configurações com $H//l$ e $H\perp l$ permite concluir que a força de Lorentz pouco influencia na dinâmica de vórtices das amostras investigadas.

Testes realizados permitiram concluir que a temperatura de irreversibilidade magnética (T_{irr}) depende fortemente da amplitude na qual a amostra excursiona no interior do magnetômetro, de modo que regiões de campo magnético inhomogêneo podem deslocar consideravelmente a temperatura de irreversibilidade magnética.

Abstract

This work consists in an experimental study concerning electric and magnetic properties in two melt-textured YBaCuO samples grown by Bridgman and top-seeding techniques with different contents of the Y211 phase added during the growth. The samples were characterized by electron microscopy, which was verified the presence of the Y211 phase into the superconducting matrix besides the crystallographic orientation.

Electric magnetoresistance measurements were performed with the magnetic field applied along the *ab* plane and the *c*-axis in five different field-current configurations. The results showed a narrow transition moderately affected by magnetic field.

Magnetic measurements were performed based on ZFC and FC procedures with the magnetic field applied along the *ab* plane and the *c*-axis. The ZFC measurements showed a decrease of the shielding effect when the magnetic field is augmented and the FC measurements showed the paramagnetic Meissner effect. The irreversibility line was determined in both samples. The irreversibility line for Bridgman sample was described by flux creep model, and for top-seeding sample it was described by superconducting glass model, pointing out to a granular behavior in relation to this sample.

The correlation between the irreversibility line (T_{irr}) and the zero resistance line (T_{c0}) showed the zero resistance state occurring into the reversible region for all field-current configurations. The results also showed a strong anisotropy concerning the irreversibility lines and the zero resistance lines for both samples. In our results, the Lorentz force influence apparently was not decisive in the vortex dynamics observed.

Were performed additional experiments in order to verify the influence of the oscillating amplitude of the sample into the magnetometer during magnetic measurements. The results pointed out to a strong influence of this parameter to the determination of the irreversibility temperature.

Índice

Introdução

1	O $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado	
1.1	O sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	1
1.2	Técnicas de processamento do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	3
1.2.1	Sinterização convencional	3
1.2.2	Texturização	7
1.2.2.1	Método Bridgman	8
1.2.2.2	Método da semente	9
1.2.2.3	Microestrutura de amostras texturizadas	11
1.2.2.4	A importância da fase Y211	14
1.2.3	Filmes finos	15
1.3	Propriedades magnéticas de amostras texturizadas	17
1.4	Propriedades de transporte em amostras texturizadas	19
1.5	Aplicações tecnológicas	20
2	Fundamentos teóricos	
2.1	Comportamento resistivo do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	22
2.1.1	Anisotropia no estado normal	23
2.1.2	Granularidade e desordem	24
2.1.3	Comportamento nas proximidades da resistência nula	24
2.1.4	Flutuações termodinâmicas	25
2.1.5	Efeito do campo magnético	26
2.2	Comportamento magnético do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	27
2.2.1	Aspectos gerais	28
2.2.1.1	Diagrama de fases	28
2.2.1.2	Vórtices e estado misto	29
2.2.1.3	Protocolo ZFC e FC	36

2.2.2	Irreversibilidade magnética.....	37
2.2.2.1	Aspectos gerais.....	37
2.2.2.2	Modelos teóricos.....	39
2.2.3	Correlação entre a irreversibilidade magnética e a transição resistiva.....	44
2.2.3.1	Aspectos gerais.....	44
2.2.3.2	Resultados experimentais.....	45
3	Técnicas experimentais	
3.1	Crescimentos de amostras.....	49
3.1.1	Amostra crescida pela técnica Bridgman.....	50
3.1.2	Amostra crescida pela técnica da semente (TSMT).....	50
3.2	Caracterização microscópica.....	51
3.2.1	Microscopia eletrônica de varredura (SEM – Scanning electron microscopy)	52
3.2.2	Microscopia eletrônica de transmissão (TEM – Transmission electron microscopy).....	54
3.3	Preparação para as medidas de magnetoresistência elétrica.....	56
3.3.1	Descrição do equipamento e procedimento de medida.....	57
3.3.1.1	PPMS.....	57
3.4	Preparação para as medidas do momento magnético.....	59
3.4.1	Descrição do equipamento e procedimento de medida.....	59
3.4.1.1	SQUID.....	60
3.4.1.2	PPMS.....	61
4	Análise da transição resistiva e do comportamento magnético do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado	
4.1	Introdução.....	62
4.2	Comportamento resistivo do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado.....	62
4.2.1	Efeito do campo magnético.....	63
4.2.1.1	Campo magnético aplicado ao longo do plano ab.....	63

4.2.1.1.1	Amostra crescida pelo método Bridgman	63
4.2.1.1.2	Amostra crescida pelo método da semente.....	65
4.2.1.2	Campo magnético aplicado ao longo do eixo-c	67
4.2.1.2.1	Amostra crescida pelo método Bridgman	67
4.2.1.2.2	Amostra crescida pelo método da semente.....	69
4.2.2	Discussão dos resultados.....	70
4.3	Comportamento magnético do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado	72
4.3.1	Efeito do campo magnético	72
4.3.1.1	Campo aplicado ao longo do plano ab	72
4.3.1.1.1	Amostra crescida pelo método Bridgman	73
4.3.1.1.2	Amostra crescida pelo método da semente.....	75
4.3.1.2	Campo aplicado ao longo do eixo-c.....	77
4.3.1.2.1	Amostra crescida pelo método Bridgman	77
4.3.1.2.2	Amostra crescida pelo método da semente.....	79
4.3.2	Discussão dos resultados.....	81
4.3.3	Influência da amplitude de medida e tratamento dos dados	82
4.3.4	Irreversibilidade magnética nos comportamentos ZFC e FC	85
4.3.4.1	Determinação da temperatura de irreversibilidade magnética	86
4.3.4.2	Linha de irreversibilidade magnética	87
4.3.4.2.1	Amostra crescida pelo método Bridgman	87
4.3.4.2.2	Amostra crescida pelo método da semente.....	88
4.3.5	Discussão dos resultados.....	90

5 Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética

5.1	Introdução	94
5.2	Determinação da resistência nula	94
5.3	Amostra crescida pelo método Bridgman	95
5.3.1	Influência da amplitude de medida	96
5.3.2	Discussão dos resultados.....	98
5.4	Amostra crescida pelo método da semente	101
5.4.1	Discussão dos resultados.....	102

Conclusões

Referências Bibliográficas

Introdução

O supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ foi descoberto em 1987 e desde então vem sendo amplamente estudado, podendo ser sintetizado de diferentes formas. O $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescido pela técnica de texturização apresenta geralmente grãos bem conectados, baixa porosidade e orientação cristalográfica, o que resulta em elevadas densidades de corrente crítica.

A investigação e o conhecimento das propriedades elétricas e magnéticas do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ fazem-se extremamente necessários, em virtude do enorme potencial de aplicação tecnológica deste supercondutor. O conhecimento da dinâmica de vórtices e o comportamento da transição supercondutora permitem estabelecer os limites de aplicabilidade destes materiais, bem como fornecer importantes informações a nível de pesquisa básica.

Esta Dissertação de Mestrado trata de um estudo sobre o comportamento elétrico e magnético do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado através da investigação da transição supercondutora e da irreversibilidade magnética, com a consequente correlação entre ambos os comportamentos. Este trabalho encontra-se dividido da seguinte forma:

O capítulo 1 inicialmente trata sobre a estrutura cristalina dos supercondutores de alta temperatura crítica, em especial do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, incluindo uma discussão sobre as técnicas de crescimento de amostras sinterizadas, texturizadas e filmes finos, bem como uma abordagem sobre a microestrutura destes materiais. O capítulo 1 também contempla a apresentação de resultados acerca de propriedades magnéticas e de transporte, finalizando com um breve resumo sobre aplicações tecnológicas.

O capítulo 2 apresenta a fundamentação teórica sobre as propriedades elétricas e magnéticas pertinentes ao supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Inicialmente serão abordadas as propriedades de transporte elétrico, tais como: anisotropia planar das medidas de transporte, transição resistiva e flutuações termodinâmicas. Sobre as propriedades magnéticas a abordagem incluirá uma discussão sobre vórtices e estado misto, a linha de irreversibilidade magnética e os modelos conhecidos para descrevê-la. Neste capítulo também será apresentada uma discussão sobre a

correlação entre a resistência nula e o limite irreversível com a apresentação de alguns resultados experimentais disponíveis na literatura.

O capítulo 3 detalha as técnicas de crescimento empregadas no crescimento das amostras investigadas neste trabalho, bem como a apresentação dos resultados de caracterização obtidos por microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, com a discussão dos aspectos morfológicos e estruturais presentes nas amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. O capítulo 3 ainda contempla as técnicas experimentais e os equipamentos utilizados para as medidas de transporte elétrico e momento magnético.

No capítulo 4 serão apresentados e discutidos os resultados experimentais para as medidas de magnetoresistência elétrica nas diferentes configurações de campo-corrente empregadas, e também para as medidas magnéticas realizadas nas diferentes configurações de campo magnético aplicado. Estes resultados estão organizados em função da orientação de campo magnético ($H//ab$ ou $H//c$), bem como organizados também de acordo com a amostra em questão. O capítulo 4 inclui também a apresentação e discussão dos resultados de irreversibilidade magnética, além da discussão sobre a influência da amplitude de oscilação da amostra no interior do magnetômetro.

O capítulo 5 irá abordar a correlação entre as linhas de irreversibilidade magnética e de resistência nula para todas as configurações empregadas nas amostras investigadas neste trabalho. Os resultados obtidos e a discussão estão organizados de acordo com a amostra em questão. Será feita uma discussão acerca do comportamento anisotrópico das respectivas linhas, a influência da amplitude de oscilação e da dinâmica de vórtices envolvida.

Ao final serão apresentadas as principais conclusões obtidas com este trabalho.

1 O $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado

1.1 O sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

O trabalho de Müller e Bednorz ^[1] em 1986 apresentou a descoberta dos óxidos supercondutores de alta temperatura crítica, através do composto $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$, cuja temperatura crítica situa-se em torno de 30 K. Estes óxidos são também chamados cupratos supercondutores.

Com o crescente interesse científico e tecnológico por estes materiais, em 1987 Wu e col. ^[2] substituíram o lantânio (La) pelo ítrio (Y) na fórmula original de Müller e Bednorz, e com isso a temperatura crítica elevou-se para aproximadamente 90 K, dando origem ao sistema YBaCuO . Este entrou para a história como sendo o primeiro material supercondutor com temperatura crítica acima do ponto de ebulição do nitrogênio líquido (77 K). Estudos posteriores identificaram a fase responsável pela supercondutividade em alta temperatura como sendo $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ^[3], onde δ representa o desvio à estequiométrica ideal do oxigênio.

A descoberta deste composto causou grande expectativa quanto ao desenvolvimento de aplicações tecnológicas com grande impacto econômico e social, o que acabou estimulando a busca pelas propriedades físicas deste material.

A estrutura cristalina do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ é do tipo perovskita com simetria ortorrômbica, e a principal característica destes cupratos supercondutores é a acentuada anisotropia planar. Os parâmetros de rede típicos para este composto são $a=3,82 \text{ \AA}$, $b=3,89 \text{ \AA}$ e $c=11,68 \text{ \AA}$ ^[4]. A estrutura cristalina ortorrômbica do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pode ser observada na Fig. 1.1 ^[5].

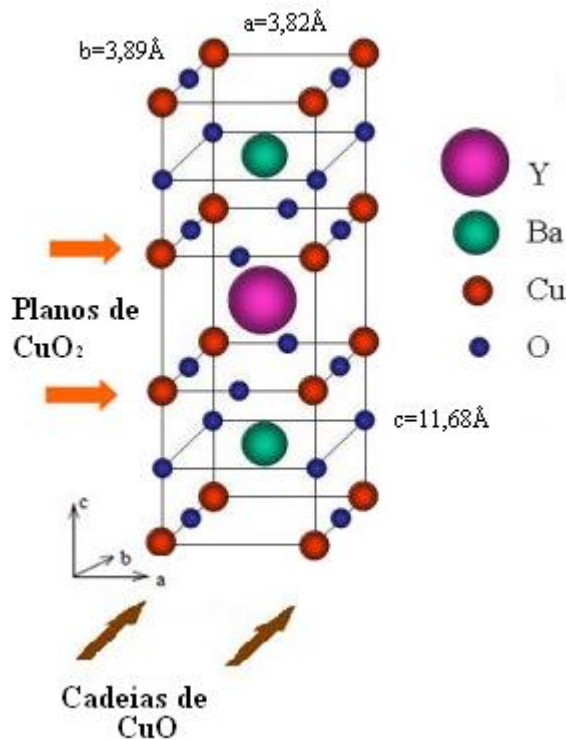


Figura 1.1: Estrutura cristalina do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ^[5] (adaptada).

Na Fig. 1.1 verifica-se a ocorrência de planos atômicos de composição CuO_2 , os quais caracterizam os cupratos supercondutores, e no caso do sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ estes ocorrem duplamente, onde localizam-se os pares de Cooper responsáveis pela supercondutividade. Estes planos são formados por camadas de CuO_2 e separados por átomos de Y (ítrio), sendo chamados de planos de condução. As estruturas atômicas que separam os planos de CuO_2 são denominadas de reservatório de carga e possuem átomos de bário, cobre e oxigênio. O átomo de cobre desempenha dois papéis distintos. Dois átomos de cobre (Cu_2) por célula unitária encontram-se em cada plano de CuO_2 , fortemente ligados a cinco átomos de oxigênio. Um terceiro átomo de cobre (Cu_1), ligado a quatro átomos de oxigênio, forma as chamadas “cadeias unidimensionais de CuO ” ao longo do eixo b do cristal.

O conteúdo de oxigênio pode variar de $\delta \sim 0$ (O_7) à $\delta = 1$ (O_6). A estrutura cristalina do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ é tetragonal quando o sistema está desoxigenado, ou seja, $\delta = 1$, e com o aumento da oxigenação esta estrutura passa a ser ortorrômbica. No $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ quando $\delta = 0,07$ ocorre a maior temperatura crítica, em torno de 93 K.

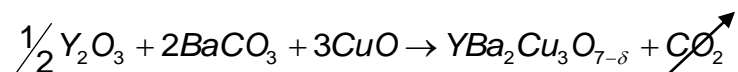
1.2 Técnicas de processamento do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

O supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pode ser processado de diferentes formas, resultando em amostras monocristalinas, policristalinas (sinterizados e texturizados), filmes finos, fios e fitas. As amostras monocristalinas são constituídas por um arranjo periódico da estrutura cristalina, sendo estas geralmente obtidas em pequenas dimensões, o que as tornam inviáveis para aplicações tecnológicas. As amostras policristalinas podem ser crescidas pelas técnicas de sinterização convencional ou texturização, sendo esta última útil em aplicações tecnológicas, já que amostras policristalinas sinterizadas apresentam baixa densidade de corrente crítica ^[6]. Filmes finos de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, geralmente apresentam elevados valores de densidade de corrente crítica ^[7], sendo atrativos tanto para aplicações científicas quanto tecnológicas.

1.2.1 Sinterização convencional

As amostras sinterizadas são de fácil processamento, podendo ser produzidas com formatos precisos, o que as tornam interessantes para aplicações práticas.

Amostras sinterizadas podem ser obtidas por reação de estado sólido envolvendo uma mistura de precursores de alta pureza de óxido de ítrio (Y_2O_3), carbonato de bário (BaCO_3) e monóxido de cobre (CuO), com a seguinte estequiometria:



Depois de misturados os precursores, ocorre o processo de calcinação entre 850 °C e 950 °C num intervalo de 1 até 24 horas, com várias moagens intermediárias para melhorar a homogeneidade da amostra. Geralmente o processo de calcinação é repetido diversas vezes, o que minimiza a presença de fases

espúrias na amostra e também melhora as propriedades físicas. A Fig. 1.2 ilustra as alterações microestruturais causadas pela calcinação. A seguir é feita a sinterização da amostra em temperaturas ao redor de $950\text{ }^\circ\text{C}$ (no ar ou em atmosfera de O_2), e para otimizar a temperatura crítica é feita, posteriormente, uma oxigenação em torno de $500\text{ }^\circ\text{C}$.

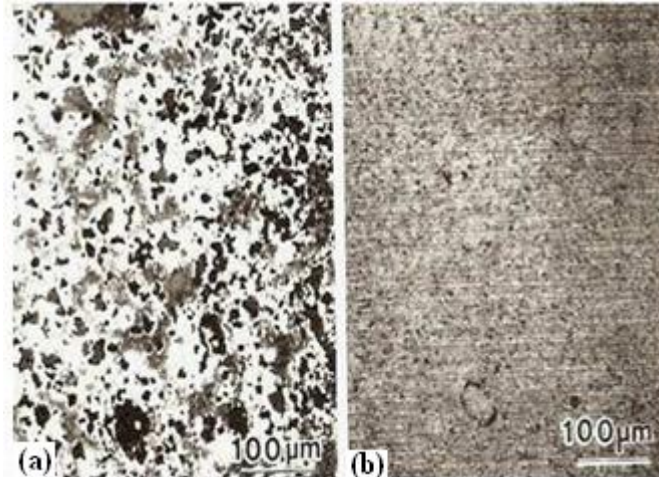


Figura 1.2: Amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ calcinada a) uma vez e b) três vezes ^[8].

Na Fig. 1.2 (a), na qual a amostra foi calcinada apenas uma vez, é possível observar uma estrutura inhomogênea, com grãos bastante irregulares. Porém, na Fig. 1.2 (b), onde a amostra foi calcinada três vezes, observa-se uma estrutura de grãos bem mais homogênea.

Em temperaturas próximas de $700\text{ }^\circ\text{C}$ ocorre uma transição de fase estrutural tetragonal para ortorrômbica, a qual envolve a aquisição de um átomo de oxigênio por célula unitária. Devido à fase de alta temperatura ser isolante, a amostra deve ser resfriada lentamente durante a transição estrutural para garantir a transformação completa para a fase ortorrômbica supercondutora. Com esta transição, em geral, os cristais apresentam uma estrutura de maclas, o que dificulta a obtenção de amostras monocristalinas.

O tamanho médio dos grãos em amostras sinterizadas pode variar de alguns μm até, no máximo, dezenas de μm , sendo caracterizadas por uma elevada porosidade e inúmeras rachaduras, como mostra a Fig. 1.3, além de uma orientação aleatória dos grãos supercondutores, conforme apresentado pela Fig. 1.4.

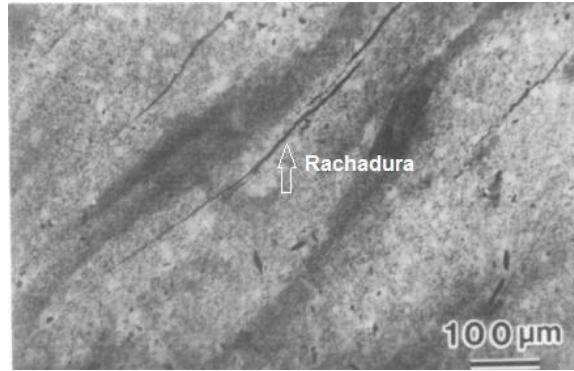


Figura 1.3: Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra sinterizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ mostrando a presença de rachaduras ao longo dos contornos de grão (adaptada) ^[9].

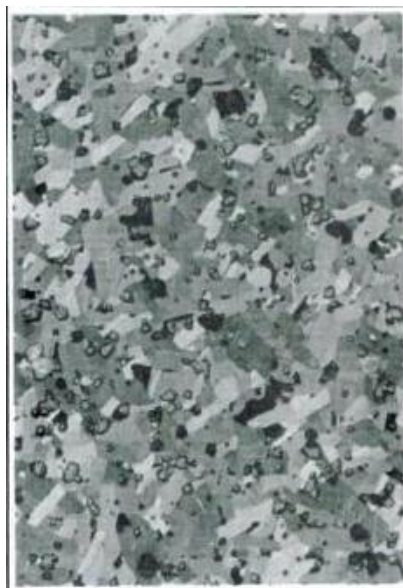


Figura 1.4: Microscopia eletrônica de varredura para uma amostra sinterizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ mostrando a presença de poros na matriz e aleatoriedade dos grãos ^[10].

Além destas características, podem-se incluir na descrição microestrutural do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sinterizado o pequeno tamanho dos grãos e a fraca conectividade entre os mesmos, os quais afetam diretamente as propriedades de transporte elétrico. Assim sendo, os sistemas sinterizados se tornam pouco atrativos para aplicações tecnológicas devido aos baixos valores obtidos para a densidade de corrente crítica (J_c) ^[6], conforme mostra a Fig. 1.5, a qual apresenta uma comparação da densidade de corrente crítica em função do campo magnético aplicado para uma amostra sinterizada e um monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ na temperatura de 77 K.

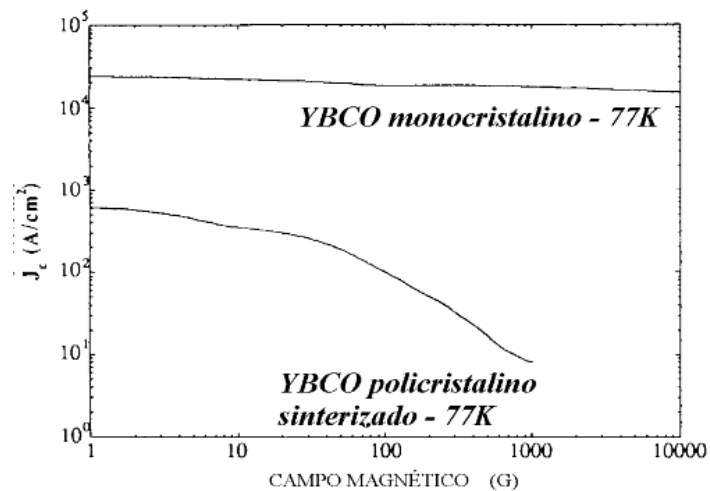


Figura 1.5: Comparação da densidade de corrente crítica em função do campo magnético aplicado para uma amostra sinterizada e um monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ na temperatura de 77 K (adaptada) ^[6].

Na Fig. 1.5 observa-se que para o monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ a variação da densidade de corrente crítica é pouco afetada com o aumento do campo magnético externo. Já na amostra policristalina sinterizada a densidade de corrente crítica é reduzida drasticamente com o aumento do campo magnético.

A diferença entre as densidades de corrente crítica obtidas para estes dois tipos de materiais levaram muitos pesquisadores a buscar soluções para os problemas que limitam as propriedades de transporte de corrente nestes materiais.

A solução encontrada para sanar este problema, ou pelo menos reduzi-lo, foi induzir a formação de uma textura cristalográfica na amostra. O método de texturização para o crescimento de amostras policristalinas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ foi proposto por S. Jin e col. no trabalho titulado “*Melt-textured growth of polycrystalline $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ with high transport J_C at 77 K*” ^[11], em maio de 1988. Com este tipo de amostra os valores de densidade de corrente crítica aumentaram significativamente, saltando de $500 \text{ A}/\text{cm}^2$ para valores da ordem de $7400 \text{ A}/\text{cm}^2$ em 77 K e em campo nulo ^[11]. O tamanho médio dos grãos nas amostras texturizadas é consideravelmente maior do que em amostras sinterizadas, podendo atingir $3000 \mu\text{m}$ de comprimento com largura de aproximadamente $20 \mu\text{m}$ ^[11]. A Fig. 1.6 ilustra a diferença microestrutural entre amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescidas por sinterização convencional e texturização.

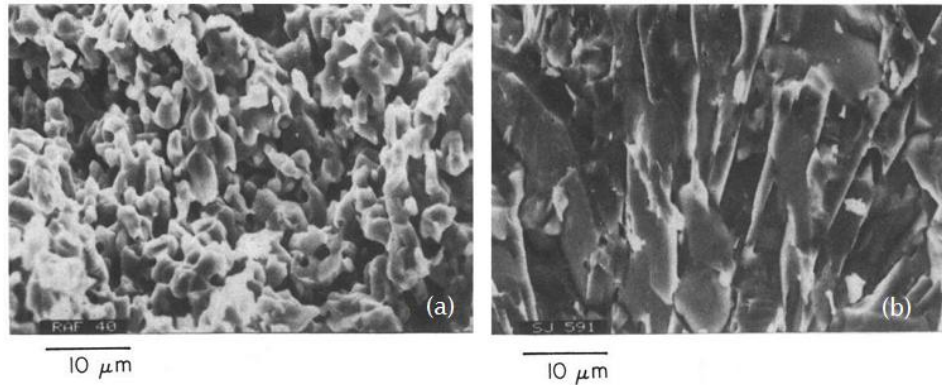


Figura 1.6: Microestrutura de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescida pela técnica de (a) sinterização e (b) texturização [6].

A amostra sinterizada (Fig. 1.6 (a)) apresenta grãos pequenos, desordenados e com alta porosidade. Porém, observa-se que a amostra texturizada (Fig. 1.6 (b)) apresenta baixa porosidade e consiste de grãos grandes e alongados.

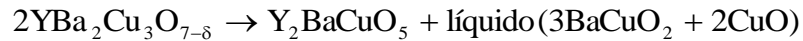
1.2.2 Texturização

Existem diferentes formas de texturização, como a texturização por fusão, a texturização por alinhamento magnético e a texturização mecânica. Neste trabalho as amostras foram crescidas pelo método de texturização por fusão, de modo que nos concentraremos na descrição deste método.

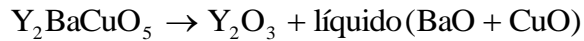
A técnica de texturização por fusão é um dos métodos mais utilizados no crescimento de amostras supercondutoras, tanto para fins tecnológicos quanto científicos, enquanto que a texturização por alinhamento magnético atua, muitas vezes, como um método complementar, sendo utilizada em conjunto com a texturização por fusão ou com a mecânica. Esta última é mais utilizada na obtenção de fios supercondutores, principalmente com sistemas anisotrópicos [12].

Texturização por fusão - na síntese do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, a temperatura peritética (T_p) ou temperatura de fusão parcial, situa-se em torno de 1010 $^\circ\text{C}$. Em temperaturas acima deste valor, o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sofre duas importantes decomposições:

- 1) $1010\text{ }^\circ\text{C} < T < 1300\text{ }^\circ\text{C}$



2) $1300\text{ }^\circ\text{C} < T < 1500\text{ }^\circ\text{C}$



Com isso, logo acima do ponto de fusão ($1010\text{ }^\circ\text{C}$) o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (ou fase Y123) se decompõe em duas fases, uma líquida e outra sólida, sendo esta de estequiometria Y_2BaCuO_5 . Esta fase, também conhecida como Y211 ou fase verde, devido sua coloração, se decompõe em $1300\text{ }^\circ\text{C}$ e não apresenta propriedades supercondutoras.

1.2.2.1 Método Bridgman

O método Bridgman é um método bastante utilizado para a síntese de amostras texturizadas de boa qualidade.

O método consiste na excursão da amostra no interior do forno, este colocado na vertical ou na horizontal ^[13], através de um gradiente térmico longitudinal na zona de aquecimento, o que confere a orientação do crescimento. A taxa de excursão da amostra é geralmente bastante lenta, entre 1 e 3 mm/h, e como conseqüência tem-se uma lenta solidificação, o que torna este processo bastante demorado. A Fig. 1.7 ilustra o princípio de texturização através do método Bridgman.

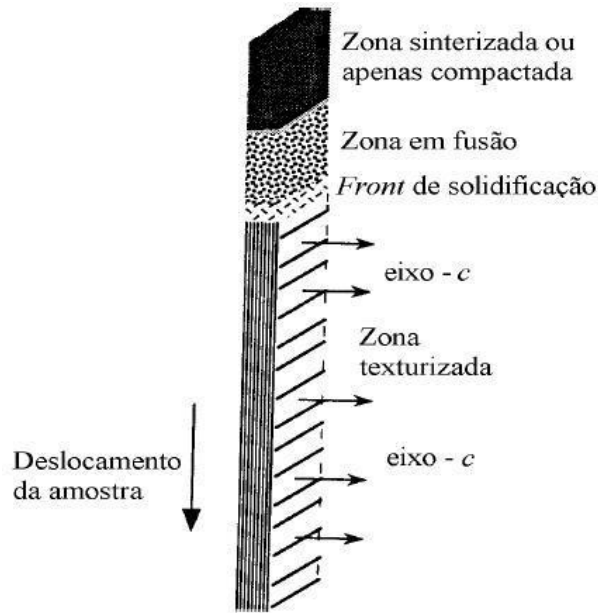


Figura 1.7: Princípio de texturização via método Bridgman (adaptada) ^[14].

1.2.2.2 Método da semente

O método da semente (*TSMT – top seeding melt-texturing*) ^[15,16] é outra técnica utilizada na produção de amostras texturizadas de boa qualidade, podendo este ser usado em combinação com o método Bridgman ^[17]. Amostras texturizadas por este método são bem atrativas do ponto de vista tecnológico, pois os monodomínios crescidos apresentam dimensões da ordem de alguns cm de diâmetro e elevados valores de densidade de corrente crítica ($\sim 10^6 \text{ A/cm}^2$ em 20 K e $H = 0$) ^[15].

Esta técnica se destaca pela sua eficiência e relativa praticidade no processamento de monodomínios de Y123. O método da semente consiste em colocar um monocristal ou um pedaço de amostra texturizada orientada no topo da amostra a ser texturizada. A semente atua como centro de nucleação, iniciando o crescimento do monodomínio, conforme representado na Fig. 1.8.

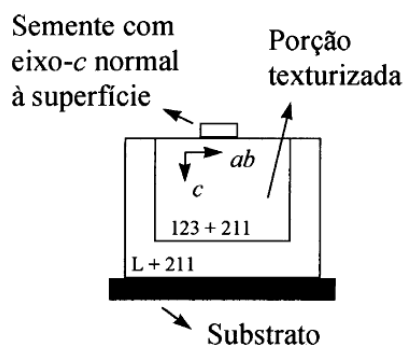


Figura 1.8: Esquema de crescimento de uma amostra texturizada via método da semente ^[12].

As sementes escolhidas devem ter ponto de fusão maior que o da amostra precursora, caso contrário a semente pode fundir durante o processo, e com isso perde-se o controle sobre a orientação do crescimento. Quando o material a ser texturizado é o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($T_p = 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ – temperatura peritética), as sementes mais utilizadas são amostras monocristalinas ou texturizadas de $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($T_p = 1060 \text{ }^\circ\text{C}$) e $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($T_p = 1085 \text{ }^\circ\text{C}$), as quais possuem parâmetros de rede similares. Sendo assim, durante a solidificação a orientação cristalina é induzida pela semente localizada no topo.

O substrato mostrado na Fig. 1.8 colocado entre a amostra sinterizada e a base do cadinho, tem como função principal evitar o contato da amostra com este último, evitando possíveis contaminações. O substrato mais utilizado é o óxido de cério (CeO_2) na forma de finas pastilhas.

A fase Y211 em excesso é expulsa para os lados e para baixo da amostra à medida que a solidificação ocorre. O monodomínio orientado formado no final do processo é facilmente identificado, conforme ilustra Fig. 1.9.

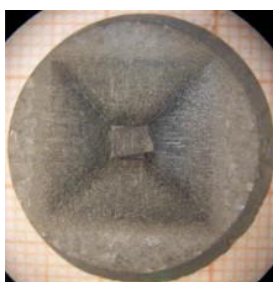


Figura 1.9: Microscopia ótica da superfície de uma amostra texturizada de $\text{SmB}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{Ag}_2\text{O}$, onde é possível observar claramente o monodomínio formado ^[18].

1.2.2.3 Microestrutura de amostras texturizadas

A microestrutura dos sistemas texturizados é bastante complexa, envolvendo domínios orientados e fases não-supercondutoras, sendo estas muitas vezes adicionadas em excesso durante a preparação, com objetivo de melhorar as propriedades supercondutoras ^[11]. Observam-se também falhas de empilhamento e maclas ^[19], sendo que as condições impostas na preparação e crescimento das amostras afetam sensivelmente a sua microestrutura.

A Fig. 1.10 apresenta a microestrutura típica de uma amostra policristalina texturizada, onde podemos observar grãos orientados correspondentes à fase Y123 e a inclusão da fase Y211. Esta estrutura geralmente é encontrada em amostras texturizadas independente da técnica de crescimento empregada.



Figura 1.10: Microscopia eletrônica de transmissão para uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ^[9], onde é possível visualizar os grãos correspondentes a fase Y123 e Y211.

Devido à transição tetragonal-ortorrômbica durante o resfriamento, são observadas micro-rachaduras e macro-rachaduras, como mostra a Fig. 1.11.

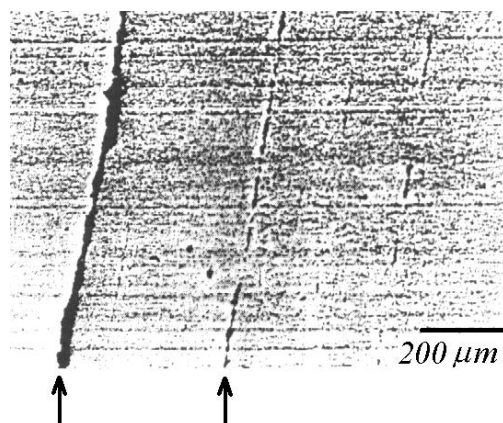


Figura 1.11: Amostra de $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizada apresentando macro-rachaduras ^[8].

As amostras texturizadas também apresentam poros, embora em menor quantidade do que em amostras sinterizadas. Outro aspecto observado em amostras texturizadas, resultado da reação peritética, é a ocorrência de precipitados e fases secundárias inclusos na matriz supercondutora. Resultados experimentais indicam que o formato da fase secundária Y211 varia conforme a adição de impurezas no material ^[20]. A adição de CeO_2 , por exemplo, promove um refinamento das partículas de Y211, facilitando o aprisionamento de vórtices no material, o que é favorável ^[20]. Na Fig. 1.12 é possível observar como o formato das partículas de fase Y211 é afetado pela adição de CeO_2 .

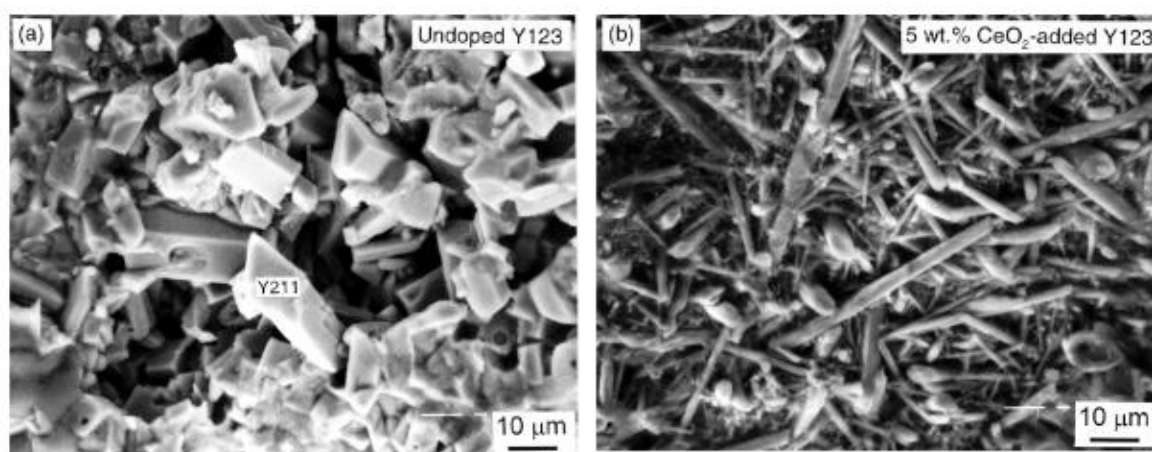


Figura 1.12: Comparação da dependência microestrutural das partículas de Y211 (a) sem e (b) com a adição de CeO_2 ^[20].

Na Fig. 1.13 observa-se outra importante característica destes materiais, que é a ocorrência de falhas de empilhamento, as quais se manifestam por um plano extra de CuO inserido na matriz Y123.

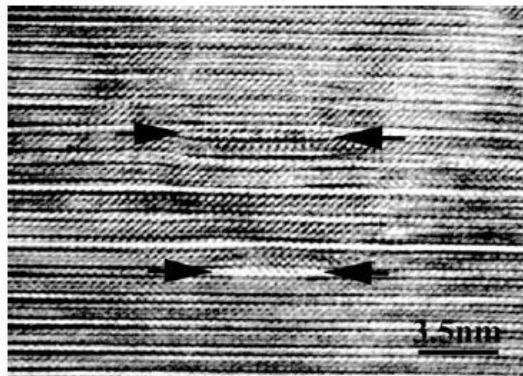


Figura 1.13: Microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ que apresenta duas falhas de empilhamento característica ^[19].

Um material tem suas propriedades de transporte de corrente elétrica otimizadas quando possui um alinhamento cristalográfico preferencial, pois o caminho para o fluxo de corrente torna-se facilitado. Amostras bem orientadas apresentam a interface limpa e bem definida entre as partículas de Y211 e a fase supercondutora. A Fig. 1.14 apresenta a interface Y123/211 de uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizada, onde observa-se a ausência de defeitos na vizinhança da interface.

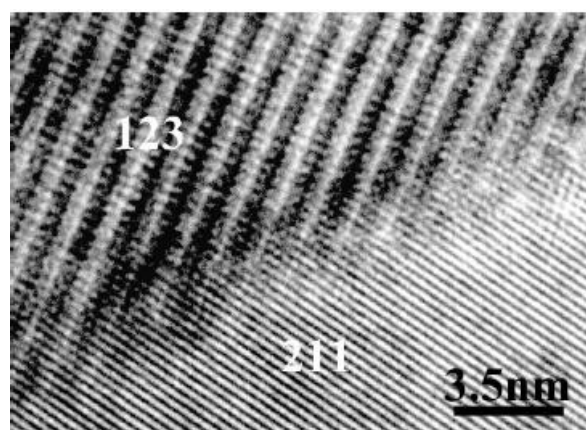


Figura 1.14: Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução mostrando a interface 123/211 ^[19].

1.2.2.4 A importância da fase Y211

Apesar de existirem muitos modelos para descrever o mecanismo de crescimento do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ [8,20], o mais aceito supõe que as partículas de Y211 atuam como fonte de ítrio, porém, com a germinação acontecendo na parte líquida de modo que possa haver a possibilidade de crescimento de um único grão. Deste modo ocorre a formação de um “front” de crescimento que avança ao longo do material que está em solidificação e, conseqüentemente, temos uma reação peritética não-clássica, como representado na Fig. 1.15.

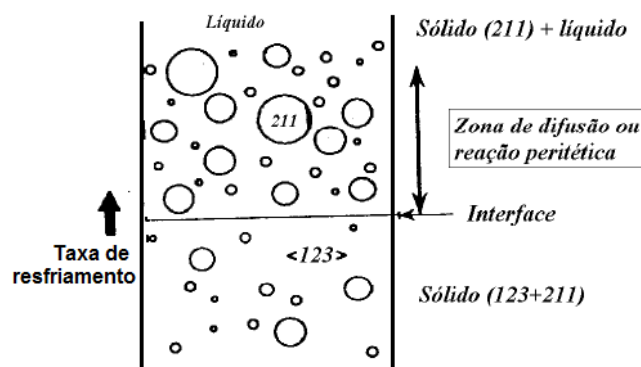


Figura 1.15: Esquema de uma reação peritética não-clássica (adaptada) [8].

A Fig. 1.16 ilustra a etapa de solidificação no crescimento de uma amostra texturizada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, na qual observa-se o “front” de crescimento facetado originando uma única estrutura ao longo de uma determinada direção.

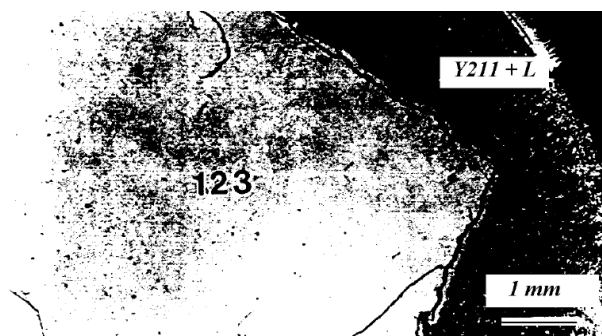


Figura 1.16: Solidificação do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado [8].

O crescimento da fase Y123 na direção *ab* geralmente é rápido, embora necessite de uma fonte de ítrio para o contínuo crescimento do grão, o que é

fornecido pela dissolução das partículas de Y211 no líquido. Deste modo, um fator limitante para o crescimento contínuo do grão é a difusão de ítrio a partir da interface 211/líquido para a interface 123/líquido. Essa dissolução de partículas de Y211 à frente do “front” de crescimento cria um gradiente de concentração (gradiente químico) entre as interfaces, o que providencia a direção para a difusão de ítrio através da fase líquida de modo a sustentar o crescimento. A dissociação ocorre até que as partículas de Y211 sejam absorvidas pelo “front”, acarretando uma diminuição na quantidade e tamanho destas partículas. A origem deste gradiente químico tem sido atribuída a variação do potencial químico na interface Y211/líquido causada pelo efeito de curvatura da partícula de Y211, ou meramente pelo resfriamento imposto durante o crescimento ^[15].

Em amostras texturizadas os grãos são extensos e possuem forma de longas placas que alcançam comprimentos da ordem de centímetros ao longo do plano *ab*. Já no eixo *c* o crescimento é mais lento, sendo que a dimensão ao longo desta direção possui uma espessura média da ordem de 10 – 20 μm ^[12].

1.2.3 Filmes finos

A produção dos filmes finos, em geral, é caracterizada pela deposição de um material na forma de líquido, plasma ou vapor sobre um substrato, e após o filme passa por tratamento térmico. A Fig. 1.17 ilustra a estrutura de um filme fino.



Figura 1.17: Estrutura de um filme fino ^[21].

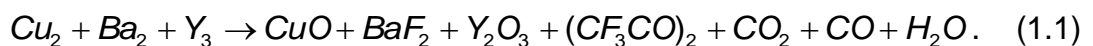
Existem várias técnicas que podem ser utilizadas para a deposição do precursor no substrato, tais como: deposição iônica (*sputtering*), deposição química de vapor (CVD), deposição física de vapor (PVD) e, mais recentemente, deposição de solução química (CSD – *Chemical Solution Deposition*). Esta última tem sido mais atrativa para a fabricação de filmes finos supercondutores devido a seu baixo custo e aos bons resultados obtidos ^[22,23].

As técnicas utilizadas para deposição do precursor no substrato são o *dip coating* e o *spin coating*.

A técnica de *dip coating* consiste na imersão do substrato em um recipiente com uma solução precursora (líquido), sendo retirado lentamente e de forma controlada, o que forma uma camada da solução na sua superfície ^[22].

A técnica de *spin coating* consiste na deposição da solução precursora sobre um substrato plano, que é colocado a rotacionar em seu próprio eixo com velocidades controladas e tempos pré-definidos. A solução é espalhada uniformemente sobre o substrato devido à força centrípeta, e com o passar do tempo parte do excesso é evaporado. A espessura do filme depende da velocidade de rotação do substrato e da viscosidade da solução precursora ^[22].

As soluções químicas para a síntese de amostras de filmes finos de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ geralmente são soluções à base de trifluoroacetato. Uma das técnicas utilizadas para o crescimento de filmes finos de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ é a técnica MOD (metallorganic decomposition) e tendo o uso de trifluoroacetatos (TFA) ^[22,23]. Este método (TFA-MOD) é bem atrativo, pois o processo de pirólise conduz a uma mistura homogênea de óxidos nanométricos e fases fluorídricas, como mostra a reação (1.1) ^[22].



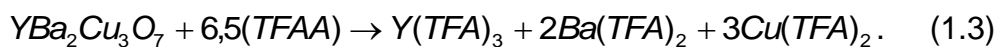
Após a pirólise, a mistura obtida pode ser convertida em YBCO em temperaturas relativamente baixas, conforme a reação (1.2) ^[22].



O crescimento epitaxial de filmes finos de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ envolve o transporte de uma pequena quantidade de água na forma gasosa para a interface de crescimento e a correspondente difusão do ácido fluorídrico (HF) gasoso, proveniente da reação (1.2), para o exterior ^[22].

Os valores obtidos para densidade de corrente crítica em filmes finos epitaxiais de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescidos em substratos monocristalinos, a partir da metodologia MOD, são bem satisfatórios ^[22,23].

Em alguns casos faz-se a substituição do ácido trifluoroacético (TFAH) pelo ácido anidrido trifluoroacético (TFAA) na obtenção da solução precursora, conforme mostra a reação (1.3) [7].



Com esta reação o conteúdo de água é reduzido para cerca de 0,01% em peso, não sendo necessária a purificação. Devido à pureza da reação, o tempo de pirólise é reduzido, fazendo com que o tempo de preparo do filme fino seja drasticamente reduzido. Os filmes finos crescidos por esta técnica apresentam baixa porosidade e grãos bem orientados, consequentemente, apresentam resultados de densidade de corrente crítica superior aos encontrados em amostras monocristalinas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ [7].

1.3 Propriedades magnéticas de amostras texturizadas

Independente da amostra ser monocristalina, policristalina (sinterizada ou texturizada) ou filme fino, o campo magnético tende a reduzir a temperatura de transição da fase normal para a supercondutora. As amostras texturizadas geralmente apresentam uma transição magnética bem estreita, como ilustra a Fig. 1.19.

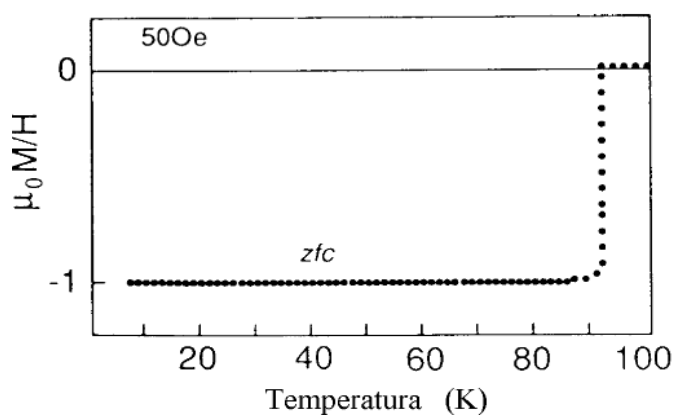


Figura 1.19: Curva de magnetização ZFC para uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizada com um campo magnético aplicado de 50 Oe (adaptada) [8].

Em amostras policristalinas texturizadas, a presença da fase Y211 na forma de finas inclusões na matriz supercondutora faz com que ocorra um aumento no aprisionamento de vórtices. Em baixos campos magnéticos, a adição da fase Y211 promove um aumento na largura da curva de histerese, como mostra a Fig. 1.20 [24].

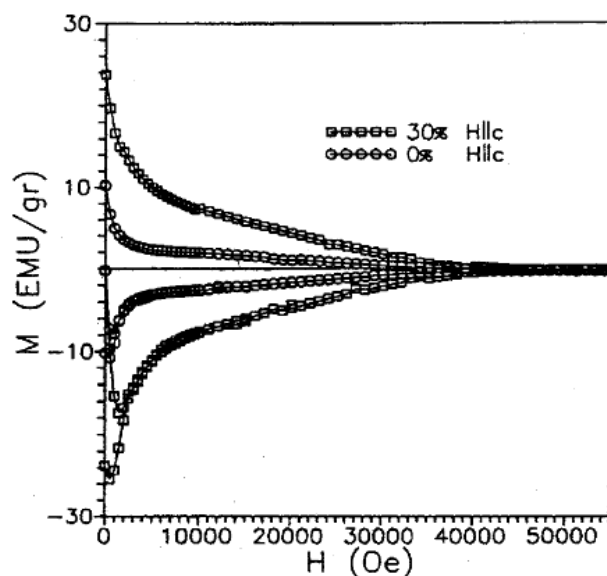


Figura 1.20: Curvas de histerese em 77 K para duas amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizada com adição de 0 e 30% da fase Y211 [24].

As amostras sinterizadas apresentam momento magnético substancialmente menor quando comparadas com amostras texturizadas. Em amostras sinterizadas a curva de histerese fica praticamente imperceptível quando comparada com amostras texturizadas de boa qualidade, como no resultado apresentado pela Fig. 1.21 [25].

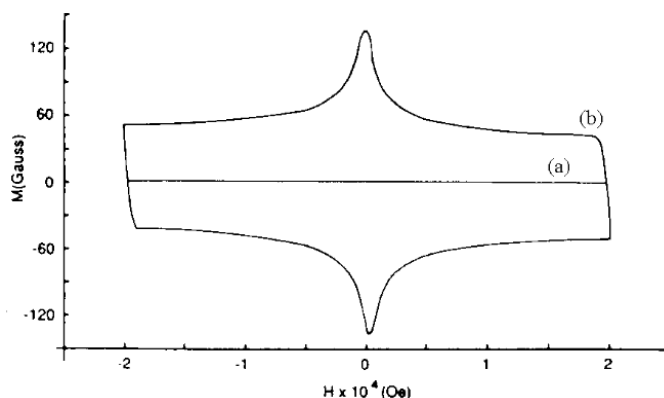


Figura 1.21: Comparação entre duas medidas de histerese magnética para uma amostra (a) sinterizada e outra (b) texturizada para uma temperatura de 77 K [25].

1.4 Propriedades de transporte em amostras texturizadas

A transição supercondutora observada em medidas de transporte elétrico no sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ geralmente é bem estreita. A Fig. 1.22 mostra a transição normal-supercondutora, determinada por medidas de resistividade elétrica, para uma amostra texturizada Nd/Y123.

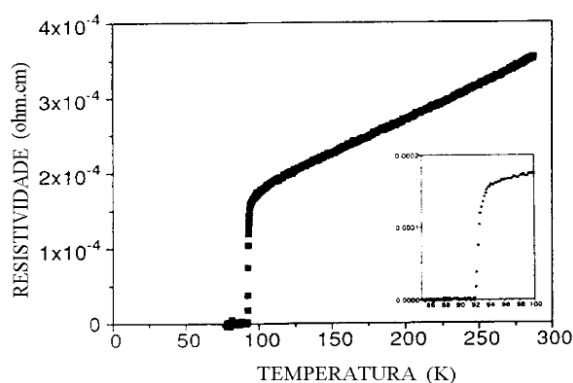


Figura 1.22: Dependência da resistividade em função da temperatura para amostra texturizada na qual foi feita uma substituição parcial do ítrio por neodímio [26].

A Fig. 1.23 apresenta um comparativo para os valores de densidade de corrente crítica obtidos em amostras monocristalinas, texturizadas e sinterizadas.

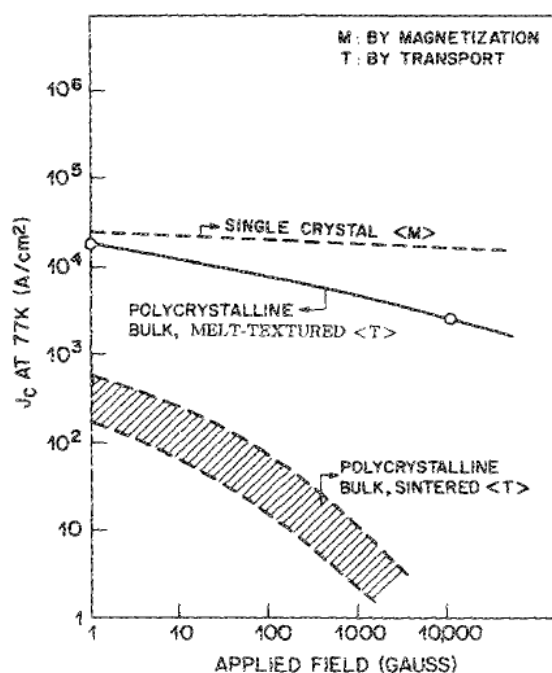


Figura 1.23: Comparação da dependência de J_c com o campo magnético aplicado em 77 K para amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescidas por diferentes técnicas [27].

Na Fig. 1.23 observa-se um aumento significativo da densidade de corrente crítica para amostra texturizada quando comparada com a sinterizada. Este aumento é decorrente da morfologia da amostra texturizada, a qual apresenta menor porosidade, com grãos orientados e extensos.

1.5 Aplicações tecnológicas

Com o aprimoramento das técnicas de processamento houve um consequente impulso nas aplicações tecnológicas dos supercondutores de alta temperatura crítica. Muitas aplicações envolvendo o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ foram e vem sendo realizadas desde sua descoberta em 1987.

Grande parte das aplicações com supercondutores se beneficia da resistividade nula que estes materiais apresentam. Em algumas aplicações isso pode significar máxima eficiência, pois não há dissipação de energia elétrica por efeito Joule. Outras aplicações se baseiam nos altos campos magnéticos que podem ser obtidos eficientemente como magnetos supercondutores. Como exemplo, podemos citar o trem de levitação MagLev e os equipamentos usados para ressonância magnética. As aplicações mais comuns se favorecem do efeito Meissner^[28]. Nas aplicações como magnetos o próprio supercondutor é quem atua como fonte geradora de campo magnético.

Uma das aplicações que está em pleno desenvolvimento tecnológico é o armazenamento de energia eletromagnética em sistemas constituídos por magnetos supercondutores. A idéia geral do SMES (*superconducting magnetic energy storage*) é servir de reservatório para o excesso de energia produzido. Este armazenamento da energia elétrica na forma eletromagnética faz com que não seja necessário convertê-la em outro tipo de energia, tendo uma eficiência bem próxima ao ideal. Os dispositivos SMES podem ser empregados em pequenas plantas industriais, trens, metrô, e até mesmo em cidades inteiras^[28].

A transmissão de energia elétrica a partir de estações geradoras até os centros consumidores é uma das aplicações teoricamente mais diretas da supercondutividade. O uso de cabos supercondutores simplificaria as redes de transmissão e reduziria fortemente as perdas de energia. Porém, este tipo de

aplicação ainda é inviável devido ao alto custo e a dificuldade técnica na refrigeração de vários quilômetros de cabos supercondutores com temperaturas criogênicas.

Os cupratos supercondutores de alta temperatura crítica são materiais cerâmicos, e portanto frágeis, sendo que para obtê-los na forma de fitas é preciso usar a técnica PIT (Powder-in-tube) ^[28], onde o material é reduzido a pó e colocado num tubo metálico de Ag. Após o pó ser bem compactado, o tubo é extrusado na forma de um fio, sendo o material supercondutor submetido a um recozimento em alta temperatura produzindo um material sinterizado. Esta técnica tem sido empregada no $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ^[28], porém, devido às ligações fracas entre os grãos supercondutores e a disposição aleatória dos mesmos, a densidade de corrente crítica obtida geralmente é baixa, sendo a mesma pouco atrativa para aplicações tecnológicas. Por outro lado, esta técnica tem sido aplicada a fios de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8-x}$ (BISCCO - 2212) ^[28]. Neste caso, um fio PIT é passado em um laminador até a obtenção de uma fina fita onde os grãos de BISCCO - 2212 se encontram fortemente orientados, melhorando consideravelmente a ligação intergranular após o recozimento.

O processo de laminação permite que sejam obtidas estruturas multifilamentares ao reunir-se algumas dezenas de fios PIT com cerca de 1 mm de diâmetro para formar fitas com cerca de 4 mm de largura e 0,2 mm de espessura ^[28]. Estas fitas suportam correntes críticas elevadas sob altos campos magnéticos aplicados, porém somente em temperaturas inferiores a 30 K ^[28].

2 Fundamentos teóricos

Neste capítulo será apresentada uma descrição sobre as propriedades elétricas e magnéticas dos supercondutores de alta temperatura crítica (HTSC), com destaque para a correlação entre a resistência nula e o limite de irreversibilidade magnética.

Inicialmente trataremos dos conceitos básicos das propriedades elétricas, tais como: anisotropia planar das medidas de transporte elétrico, transição supercondutora e flutuações térmicas nas regiões acima e abaixo de T_c . Posteriormente, discutiremos a linha de irreversibilidade magnética, o comportamento dos vórtices nos supercondutores, tanto em sistemas homogêneos como inhomogêneos, e os modelos teóricos disponíveis para descrever o comportamento da linha de irreversibilidade magnética.

Ao final será abordado a correlação entre a resistividade nula e a irreversibilidade magnética em vários regimes de campos magnéticos aplicados.

2.1 Comportamento resistivo do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Nesta seção serão discutidas algumas propriedades fundamentais do transporte elétrico nos supercondutores de alta temperatura crítica. Dois tópicos terão atenção especial: anisotropia planar do estado normal e o comportamento da transição supercondutora.

2.1.1 Anisotropia no estado normal

Os supercondutores de alta temperatura crítica apresentam uma acentuada anisotropia planar devido a sua estrutura cristalina. Materiais supercondutores como o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ possuem em sua estrutura cristalina planos de CuO_2 que se estendem ao longo do plano cristalográfico ab , os quais são bons condutores, porém são separados por camadas resistivas que resultam em uma baixa condutividade elétrica ao longo do eixo c .

Na Fig. 2.1 é possível observar o comportamento resistivo de uma amostra monocristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ em função da temperatura, a qual apresenta uma forte anisotropia planar. Observa-se que a resistividade elétrica é maior ao longo do eixo c e isso ocorre devido à alta resistividade ao longo desta direção. Na Fig. 2.1, em temperatura ambiente, a resistividade elétrica no eixo c é aproximadamente 30 vezes maior que a resistividade no eixo a e 65 vezes mais elevada do que no eixo b [29].

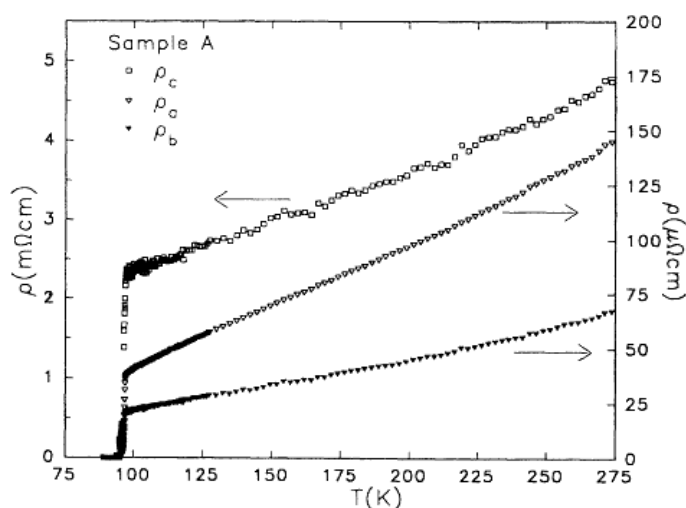


Figura 2.1: Comportamento resistivo ao longo dos três eixos cristalográficos para um monocristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ [29].

2.1.2 Granularidade e desordem

Os HTSC são intrinsecamente inhomogêneos, sendo o caráter granular inerente aos materiais cerâmicos. Este caráter granular desempenha um papel importante na caracterização de propriedades de transporte elétrico e magnetização.

As amostras policristalinas sinterizadas apresentam um caráter granular mais pronunciado do que amostras texturizadas, as quais apresentam uma redução na ocorrência de ligações fracas. Amostras monocristalinas, em geral, tendem a ser mais homogêneas.

O valor estimado para o comprimento de coerência ξ ($T = 0$ K) no supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ é de 12 a 20 Å ao longo do plano ab e de 1 a 3 Å ao longo do eixo c , enquanto o comprimento de penetração situa-se ao redor de 1000 Å [30]. Essas características classificam o supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ como sendo um supercondutor do tipo II. Com isso, defeitos estruturais cuja extensão é da ordem do comprimento de penetração devem ser considerados nestes supercondutores. Na escala intragrão defeitos microscópicos e mesoscópicos podem influenciar nas propriedades do estado supercondutor.

Os defeitos podem ser classificados de acordo com sua extensão em três níveis:

- *Microscópicos* (locais) – vacâncias de oxigênio, impurezas, desordem química, etc;
- *Mesoscópicos* (estendidos) – maclas, deslocamentos, falhas de empilhamento, defeitos colunares;
- *Macroscópicos* – fronteiras de grão, precipitados, fase Y211.

2.1.3 Comportamento nas proximidades da resistência nula

Os supercondutores de alta temperatura crítica, em especial os sistemas granulares, apresentam uma transição supercondutora em duas etapas, como ilustra a Fig. 2.2. No painel (a) observa-se a transição resistiva para uma amostra policristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ e no painel (b) a derivada da resistividade elétrica em relação à temperatura [31]. No painel (b) observam-se dois picos na derivada, sendo

que o primeiro a uma temperatura mais elevada, definindo uma temperatura T_c , onde os grãos tornam-se supercondutores, e o segundo pico, de menor intensidade e temperatura mais baixa (T_{c0}), na qual o estado de coerência de longo alcance é atingido via ativação térmica das junções entre os grãos supercondutores.

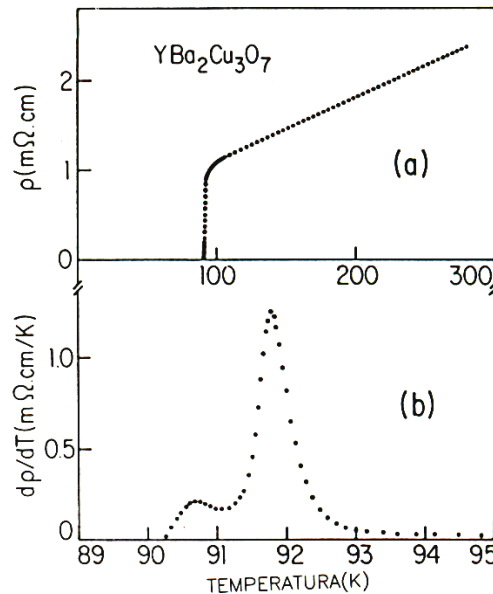


Figura 2.2: (a) Curva da resistividade elétrica e (b) sua derivada $d\rho/dt$ para uma amostra policristalina de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ^[31] (adaptada).

2.1.4 Flutuações termodinâmicas

Os supercondutores de alta temperatura crítica apresentam duas características importantes: forte anisotropia planar e pequeno comprimento de coerência. Nestes materiais, os efeitos de flutuações termodinâmicas na amplitude e na fase do parâmetro de ordem devem ser considerados nas proximidades da temperatura crítica.

Conforme apresentado na seção 2.1.3, na transição supercondutora definem-se duas temperaturas importantes, T_c e T_{c0} , como mostra a Fig. 2.3 ^[12]. A região paracondutora corresponde ao estado normal da amostra, a qual apresenta resistência à passagem de corrente elétrica. Entre T_c e T_{c0} encontra-se a região paracoerente, onde as flutuações na fase do parâmetro de ordem dos grãos passam a ser relevantes. Devido a isso, nesta região ainda ocorre dissipação de energia,

pois a resistência não é nula devido às flutuações de fase. Em $T \leq T_{c0}$, onde a resistividade em toda a amostra é nula devido à ativação térmica das junções entre os grãos, a região é chamada de coerente. Nesta região forma-se um aglomerado idealmente infinito de grãos fortemente acoplados com uma ordem de longo alcance.

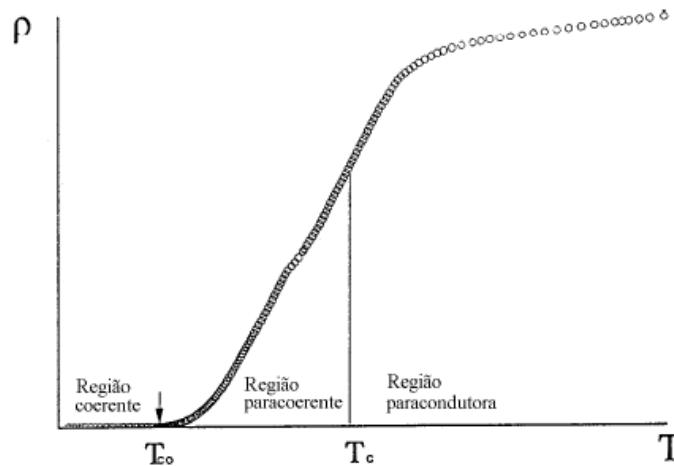


Figura 2.3: Ilustração das regiões paracondutora, para-coerente e coerente numa transição supercondutora ^[12].

Devido à presença de ligações fracas nos supercondutores granulares, que se distribuem de forma aleatória, estes materiais passam a apresentar propriedades típicas de materiais fortemente desordenados. Na região para-condutora, as desordens em níveis microscópicos e mesoscópicos são relevantes, pois as flutuações ocorrem na região intragrão.

2.1.5 Efeito do campo magnético

Quando um campo magnético é aplicado em um material supercondutor suas propriedades no estado normal não são significativamente alteradas, mas mudanças profundas ocorrem quando o mesmo encontra-se no estado supercondutor. Na Fig. 2.4 ^[32] observa-se que o aumento do campo magnético reduz a temperatura de resistividade nula, conseqüentemente um alargamento na transição supercondutora.

Para baixos campos magnéticos aplicados, como representados pela Fig. 2.4 (a), ocorre um enfraquecimento das ligações entre os grãos, sendo possível observar uma diminuição na temperatura de resistência nula, T_{c0} , e consequentemente um alargamento na região próxima ao estado de resistência nula, porém, a transição paracoerente é pouco afetada. No entanto, em campos magnéticos mais intensos, como representados na Fig.2.4 (b), observa-se um deslocamento progressivo tanto da temperatura T_{c0} como da temperatura de pareamento, sendo que a influência da dinâmica de vórtices passa a desempenhar um papel fundamental nos efeitos dissipativos, dando também origem a um alargamento em toda a transição.

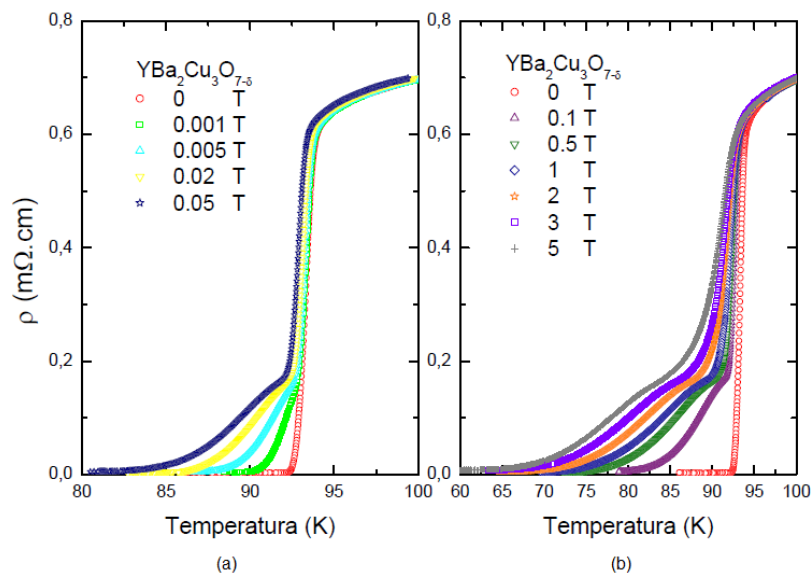


Figura 2.4: Transição supercondutora para uma amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, no regime de (a) baixos e (b) altos campos magnéticos ^[32].

2.2 Comportamento magnético do supercondutor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

Nesta seção serão apresentadas as propriedades magnéticas do supercondutor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, com maior ênfase no comportamento dos vórtices e da linha de irreversibilidade magnética.

2.2.1 Aspectos gerais

Os materiais supercondutores apresentam duas importantes características, a resistividade nula em uma determinada temperatura crítica e o efeito Meissner, onde ocorre expulsão do fluxo magnético do interior da amostra, sendo que este fenômeno ocorre devido às correntes superficiais induzidas no material.

2.2.1.1 Diagrama de fases

Os supercondutores do tipo I apresentam um diagrama de fases com apenas dois estados, o estado Meissner, no qual ocorre a expulsão do fluxo magnético do interior da amostra, e o normal, o qual é caracterizado pela penetração do campo magnético na amostra.

Os supercondutores do tipo II apresentam um diagrama H-T dividido em três regiões: estado normal (normal state), estado misto (vortex state) e estado Meissner (Meissner state), conforme mostra a Fig. 2.5 ^[33]. Abaixo de B_{c1} encontra-se o estado Meissner; entre B_{c1} e B_{c2} tem-se o estado misto, no qual ocorre penetração parcial do fluxo magnético no interior da amostra; e acima de B_{c2} tem-se o estado normal, onde os vórtices passam a ocupar todo o volume da amostra e a supercondutividade é suprimida, como ilustra a Fig.2.5.

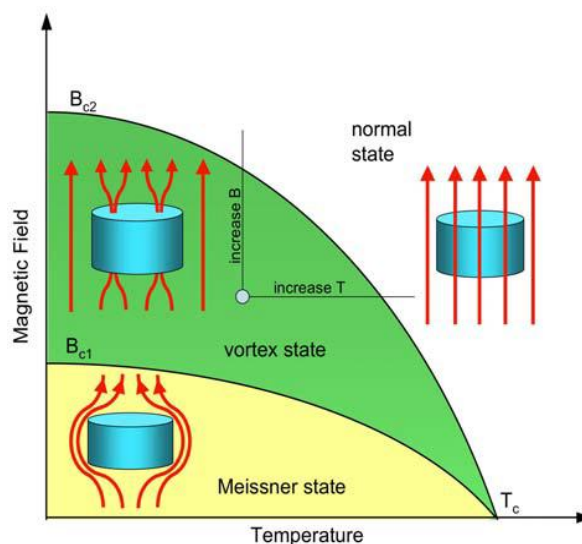


Figura 2.5: Diagrama H-T nos supercondutores do tipo II. ^[33].

2.2.1.2 Vórtices e estado misto

Na Fig. 2.5, é possível observar que acima do campo B_{c1} , o campo magnético começa a penetrar na amostra na forma de linhas de fluxo magnético quantizadas, chamadas de fluxóides ou vórtices. Em cada vórtice existe um quantum de fluxo magnético Φ_0 , dado por

$$\Phi_0 = \frac{\hbar}{2e} = 2,067 \times 10^{-15} \text{ Weber.} \quad (2.1)$$

O vórtice tem forma cilíndrica e seu filamento é constituído de um núcleo normal, com raio aproximadamente igual ao comprimento de coerência de Ginzburg-Landau ξ , onde a supercondutividade é localmente suprimida. Ao redor deste núcleo circundam supercorrentes de blindagem que se distribuem numa espessura λ (comprimento de penetração) como esquematiza a Fig. 2.6 [34].

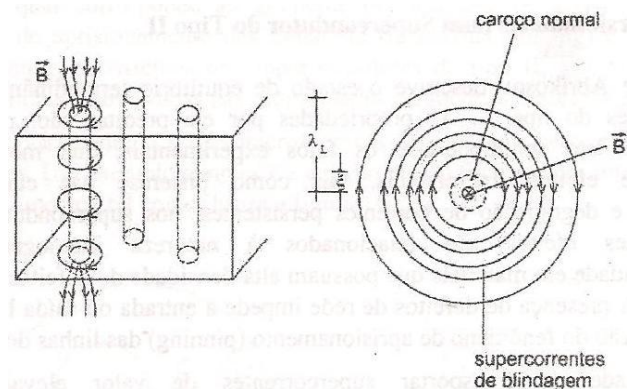


Figura 2.6: Estrutura de um vórtice [34].

A Fig. 2.7 (a) [35] apresenta o arranjo dos vórtices no estado misto e a Fig. 2.7 (b) ilustra a relação entre o comprimento de coerência e a densidade de superpartículas (n_s), a qual vai à zero no centro do vórtice. Na Fig. 2.7 (c) tem-se a relação entre o comprimento de penetração e a indução magnética para um vórtice isolado, onde a densidade de fluxo devido ao campo magnético decresce com a distância ao centro do vórtice.

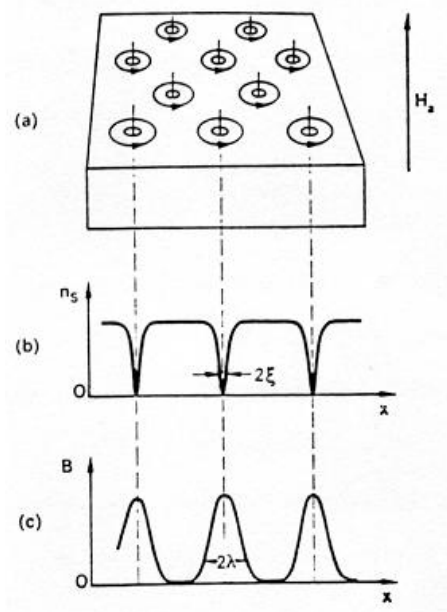


Figura 2.7: (a) Estrutura do estado misto em supercondutores do tipo II, (b) variação da densidade de superpartículas e (c) variação da indução magnética nos vórtices [35].

Rede de vórtices de Abrikosov

Em supercondutores homogêneos os vórtices apresentam-se num arranjo ordenado que representa o estado de menor energia possível, sendo esse arranjo na forma de uma rede triangular ou hexagonal. Esta rede é chamada de rede de Abrikosov, conforme ilustra a Fig. 2.8 [36].

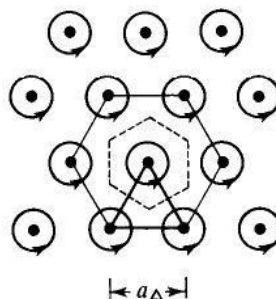


Figura 2.8: Arranjo em rede para os vórtices de Abrikosov [36].

Estes vórtices se localizam no interior dos grãos e são chamados de vórtices intragranulares e a distância de separação entre os vórtices no arranjo triangular é

$$a_{\Delta} = 1.075\sqrt{\Phi/B} , \quad (2.2)$$

onde a_{Δ} é o valor do parâmetro da rede.

À medida que o campo magnético aumenta o número de vórtices no interior da amostra também aumenta, porém quando este campo for tal que a separação entre os vórtices for da ordem do comprimento de coerência, os núcleos começam a se sobrepor, e o volume superconductor tende a zero ^[34]. Neste ponto ocorre uma transição de fase de segunda ordem para o estado normal, definindo o campo crítico H_{c2} .

Aprisionamento de vórtices

Os vórtices são aprisionados pelos defeitos existentes na rede cristalina do material superconductor, sendo este efeito comumente chamado de *pinning* ou *flux pinning*. A existência desses centros de aprisionamento pode ser atribuída às variações locais de ξ e λ devido à estrutura de defeitos. No centro de um vórtice o parâmetro de ordem é localmente nulo, de modo que as regiões nas quais o parâmetro de ordem é naturalmente enfraquecido são energeticamente mais favoráveis para a formação dos vórtices. Portanto, haverá uma maior tendência do aprisionamento dos vórtices ocorrer nos defeitos do material (regiões normais).

O *pinning* de apenas alguns vórtices é suficiente para que a rede seja aprisionada como um todo. Quando um vórtice se situa num defeito da amostra, este adquire certa energia de aprisionamento, U_P , que é dada pela equação (2.3) ^[35,36],

$$U_P = \Delta E \times V = \frac{1}{8\pi} H_c^2 V , \quad (2.3)$$

onde “V” é o volume de aprisionamento dos vórtices, “ ΔE ” é a energia de condensação por unidade de volume e H_c é o campo crítico termodinâmico.

Efeitos Dissipativos

O mecanismo de aprisionamento de vórtices nos supercondutores de alta temperatura crítica pode ser aprimorado artificialmente, com a introdução de

modificações microestruturais e composicionais, como por exemplo, através da adição da fase Y211.

No estado misto, quando uma corrente de transporte passa pela amostra supercondutora, ela interage com os vórtices via força de Lorentz, dada por:

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \vec{B}. \quad (2.4)$$

Esta força de Lorentz tende a colocar a rede de vórtices em movimento com uma velocidade de deriva v_d , perpendicularmente a direção da corrente e do campo aplicado. Conseqüentemente, um campo elétrico é induzido anti-paralelamente à densidade de corrente \vec{J} , sendo dado por

$$\vec{E} = \vec{B} \times v_d. \quad (2.5)$$

Este campo elétrico gera um estado dissipativo e o supercondutor passa a apresentar resistência elétrica. Em supercondutores do tipo II, no estado misto, os vórtices podem se mover devido à ação da força de Lorentz, fazendo com que o material apresente o comportamento de um condutor dissipativo. Porém, quando a força de *pinning* é maior que a força de Lorentz, a amostra apresentará resistência nula devido ao aprisionamento dos vórtices.

Quando o sistema se encontra num estado em que a força de Lorentz é apenas compensada pela força de *pinning*, este é chamado de estado crítico, onde $\vec{F}_L = -\vec{F}_p$, de acordo com a equação (2.6). O modelo do estado crítico, proposto por Bean ^[37], prevê um valor limite para a densidade de corrente crítica J_c , definida por (2.24), fixando um limite para o supercondutor transportar corrente elétrica sem apresentar resistência à sua passagem, de modo que

$$F_L = F_p = J_c B, \quad (2.6)$$

sendo,

$$J_c = F_p / B. \quad (2.7)$$

Dependendo do valor da densidade de corrente e dos efeitos de ativação térmica dos vórtices, três regimes podem ser definidos em relação à dinâmica de vórtices:

- Regime de Flux-Flow: Neste caso, $J > J_c$, $F_L > F_p$ e a rede de vórtices se moverá, resultando num regime dissipativo. Na Fig. 2.9 a linha pontilhada representa o comportamento teórico para este regime.
- Regime de Flux-Creep: Com $J < J_c$ e $F_L < F_p$, os pacotes de vórtices termicamente ativados saltam entre estados metaestáveis separados por barreiras de potencial. Como pode ser observado na Fig. 2.9, este regime apresenta um comportamento não-ôhmico, sendo a curva V-I dada pela exponencial

$$V = V_0 \exp\left(-\frac{U}{K_B T}\right), \quad (2.8)$$

onde “ V_0 ” é a amplitude proporcional a probabilidade de ocorrência do salto, “ U ” é a energia necessária para o salto em $T \neq 0$ e “ K_B ” é a constante de Boltzmann.

- Regime de Flux-Flow termicamente assistido (TAFF): Ocorre quando $J \ll J_c$, sendo semelhante ao *flux-creep* e normalmente ocorre no limite em que os vórtices têm que vencer pequenas barreiras de potencial. Na Fig. 2.9 é possível observar o comportamento ôhmico para baixos valores de J aplicados, sendo este comportamento caracterizado pela equação

$$V = V_0 I \cdot \exp\left(-\frac{U_0}{K_B T}\right), \quad (2.9)$$

onde U_0 é a energia de ativação necessária para que o vórtice supere a barreira de potencial em $T = 0$ K.

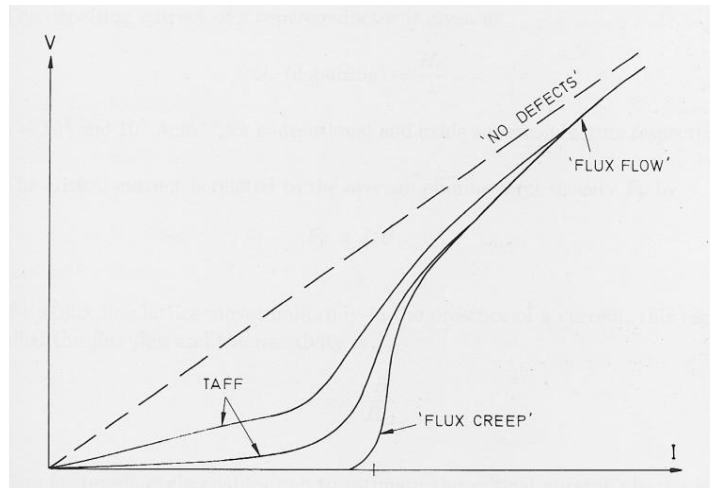


Figura 2.9: Diagrama V-I para os regimes *flux-flow*, *flux-creep* e *flux-flow* termicamente assistido ^[38].

Vórtices de Josephson

Em supercondutores granulares existem dois tipos de arranjos de vórtices: vórtices de Abrikosov e vórtices de Josephson. Para compreender os vórtices de Josephson antes é preciso introduzir o conceito de efeito Josephson.

O efeito Josephson, que é consequência do estado quântico macroscópico, ocorre quando há tunelamento de pares de Cooper entre dois supercondutores separados por uma fina barreira, seja ela normal (junção supercondutor-normal-supercondutor - SNS) ou isolante (junção supercondutor-isolante-supercondutor - SIS). Na interface normal-supercondutor se manifestam correlações que causam mudanças em certas propriedades dos materiais, sendo que a região normal provoca uma redução no parâmetro de ordem no lado supercondutor e este também exerce um efeito sobre o metal normal, sendo chamado de efeito de proximidade.

Existe uma densidade de corrente crítica efetiva J_{0J} máxima que a junção pode transportar sem sofrer dissipação, porém, quando a densidade de corrente que passa pela junção for maior que J_{0J} , uma resistência elétrica será estabelecida devido a uma diferença de potencial criada na junção.

Como mencionado anteriormente, nos supercondutores granulares tem-se os vórtices de Abrikosov e Josephson, sendo que neste tipo de material o acoplamento entre os grãos supercondutores ocorre através de ligações que podem transmitir a coerência de fase para o sistema. Clem ^[39] apresentou um modelo

teórico em que o supercondutor pode ser considerado como sendo uma matriz de grãos supercondutores anisotrópicos em que os grãos vizinhos são acoplados por junções Josephson idênticas e com uma densidade de corrente crítica J_{0J} . Devido ao acoplamento entre os grãos ser fraco, o campo magnético penetra facilmente na região entre os grãos até um valor limite de penetração λ_J ao longo junções. Para campos maiores que H_{c1J} , é energeticamente mais favorável a penetração entre os grãos na forma de vórtices intergranulares, como mostra a Fig. 2.10 ^[40].

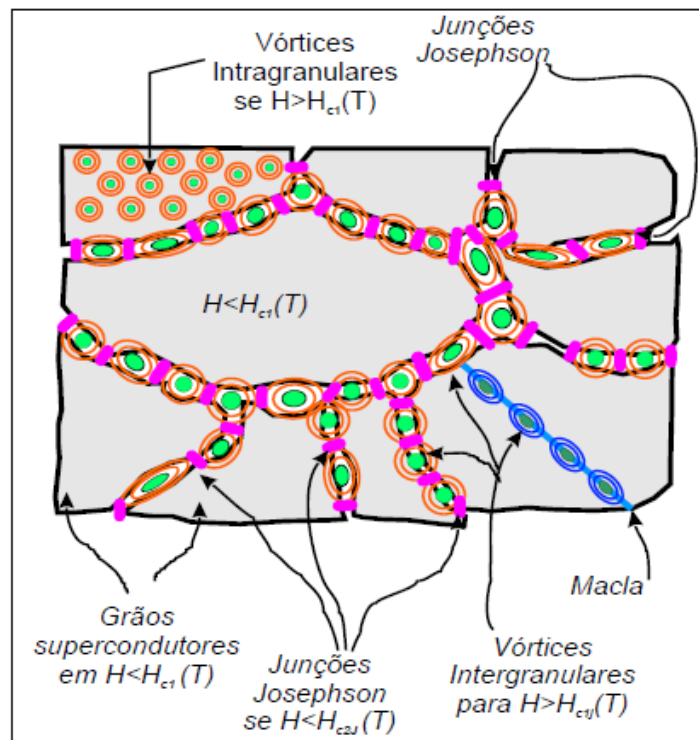


Figura 2.10: Ilustração dos vórtices de Josephson (intergranulares) e Abrikosov (intragranulares) ^[40].

Medidas experimentais em amostras supercondutoras ^[41] revelam que para baixos campos ($H < H_{c1J}$) existem correntes de blindagem induzidas que fluem na camada superficial devido ao campo magnético aplicado. Porém, para campos magnéticos entre $H_{c1J}(T) < H < H_{c1}(T)$, o campo irá penetrar na amostra na forma de vórtices Josephson que se encontram nas regiões entre os grãos. Para campos magnéticos acima de $H_{c1}(T)$ ocorrem os dois processos. Inicialmente o fluxo magnético penetra dentro dos grãos como vórtices de Abrikosov enfraquecendo o parâmetro de ordem, e depois o acoplamento efetivo dos grãos passa a ser

enfraquecido pelo campo aplicado. Para cada junção Josephson existe um campo crítico $H_J(T)$, sendo que quando o campo magnético for maior que o campo crítico a junção é destruída. Assim como os vórtices intragranulares, os vórtices intergranulares também transportam um quantum de fluxo magnético confinado em uma área seccional. Porém, se o campo magnético for maior que $H_{c2J}(T)$ a supercondutividade intragranular sofre uma mudança para a fase normal.

2.2.1.3 Protocolo ZFC e FC

Medidas de momento magnético segundo o procedimento ZFC (*Zero Field Cooled*) são feitas com a amostra partindo de uma temperatura acima da temperatura crítica e em campo nulo. Após a amostra é resfriada até baixas temperaturas e o campo magnético é aplicado, sendo que observa-se o momento diamagnético devido ao efeito de blindagem criado pelas supercorrentes geradas na superfície da amostra.

No procedimento FC (*Field Cooled*) a amostra encontra-se em uma temperatura acima de T_c , e com o campo magnético aplicado. Após a amostra é resfriada até baixas temperaturas, onde é medido o momento diamagnético resultante da expulsão do fluxo magnético do interior da amostra (efeito Meissner). O procedimento de medida pode ser feito de duas formas: durante a subida da temperatura (FCW – *Field Cooled Warming*) ou durante a descida da temperatura (FCC - *Field Cooled Cooling*).

O momento magnético FC, em geral, é menor que o momento magnético ZFC devido aos efeitos de aprisionamento de vórtices em supercondutores do tipo II, conforme mostra a Fig. 2.11.

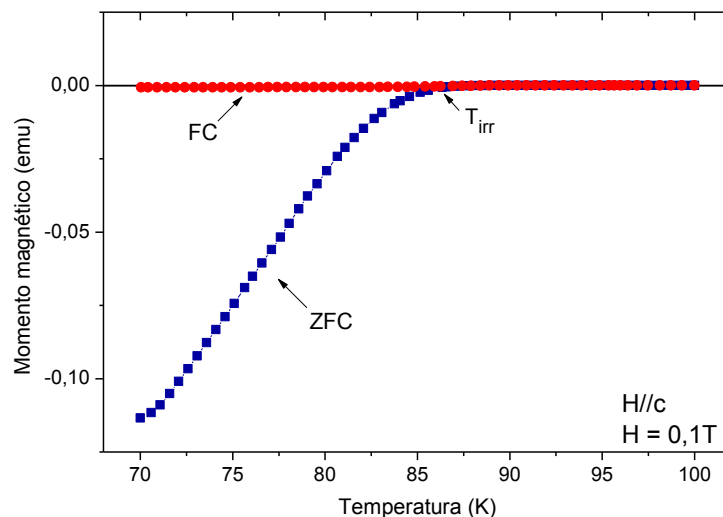


Figura 2.11: Medida do momento magnético segundo o procedimento ZFC e FC para uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado.

2.2.2 Irreversibilidade magnética

A irreversibilidade magnética em supercondutores do tipo II origina-se a partir do movimento do fluxo magnético no interior da amostra. O movimento dos vórtices ocorre devido a ativação térmica dos mesmos, superando as forças de *pinning*.

2.2.2.1 Aspectos gerais

A linha de irreversibilidade magnética (LIM) em sistemas homogêneos caracteriza-se por dividir o estado misto do diagrama H-T (Fig. 2.5) em dois estados: líquido de vórtices e sólido de vórtices. No diagrama da Fig. 2.12 é possível observar estas regiões.

Acima da linha de irreversibilidade magnética encontra-se a região reversível, na qual os vórtices podem mover-se livremente pela amostra. Esta região caracteriza-se pela resistência à passagem de corrente elétrica devido ao livre movimento dos vórtices, sendo este estado chamado muitas vezes de líquido de vórtices. Abaixo da linha de irreversibilidade magnética tem-se a região irreversível,

na qual os vórtices têm sua mobilidade fortemente diminuída devido às forças de aprisionamento, sendo que esta região é chamada de sólido de vórtices. A Fig. 2.12 apresenta as regiões líquido e sólido de vórtices em termos da linha de irreversibilidade magnética.

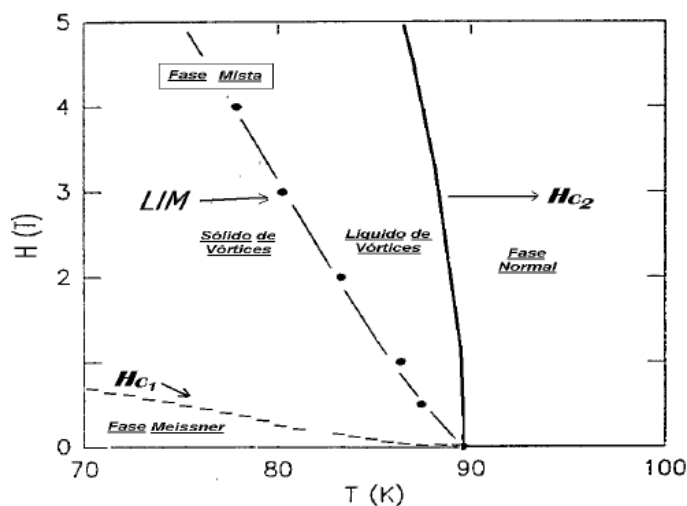


Figura 2.12: Diagrama H-T genérico identificando a linha de irreversibilidade magnética que divide o estado misto ^[42].

A linha de irreversibilidade magnética é obtida a partir de valores experimentais que fornecem a temperatura de irreversibilidade magnética (T_{irr}). Na Fig. 2.11 o ponto onde ocorre a separação das curvas ZFC e FC é a T_{irr} . A Fig. 2.13 apresenta a linha de irreversibilidade magnética para uma amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ texturizado para campos magnéticos aplicados ao longo do plano *ab* e do eixo *c*. Para o campo magnético aplicado paralelamente ao plano *ab*, os vórtices se localizarão nas camadas isolantes e terão seus movimentos restritos a estas camadas, perfazendo o chamado mecanismo de *pinning* intrínseco para os vórtices ao longo do plano *ab*.

Quando o campo magnético for aplicado ao longo do eixo *c*, os vórtices ficam aprisionados perpendicularmente nas camadas isolantes, originando estruturas chamadas de vórtices bidimensionais ou vórtices panquecas. Em baixas temperaturas, a rede de vórtices pode estabilizar-se num arranjo tridimensional (3D). Porém, em temperaturas mais elevadas, efeitos de *depinning* térmico passam a ser relevantes e ocorre a passagem da rede 3D para um arranjo bidimensional (2D) de vórtices panquecas.

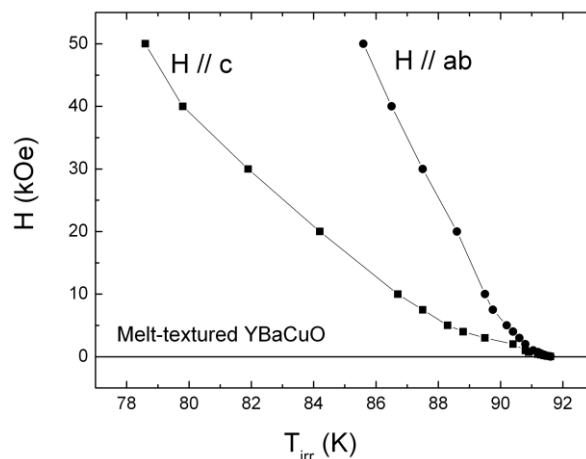


Figura 2.13: Caráter anisotrópico da linha de irreversibilidade magnética para uma amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado ^[43].

2.2.2.2 Modelos teóricos

Existem diferentes modelos teóricos para descrever a linha de irreversibilidade magnética, sendo que nesta seção serão discutidos alguns destes modelos.

Flux Creep Gigante

Este modelo foi proposto por Yeshurun e Malozemoff ^[44] é baseado no modelo inicial proposto por Anderson e Kim ^[45] para supercondutores do tipo II. Este modelo assume que os vórtices aprisionados pelas imperfeições da amostra podem ser termicamente ativados sobre uma barreira de *pinning* mesmo que a força de *pinning* exceda a força de Lorentz. Para os supercondutores de alta temperatura crítica o modelo é chamado de *flux creep* gigante. A diferença entre os dois modelos é o alto valor da temperatura crítica e a baixa energia de aprisionamento dos vórtices (U_0) nos HTSC.

No modelo de *flux creep* gigante, a linha de irreversibilidade magnética é descrita no diagrama H-T por uma lei de potências do tipo

$$H = H_0(1 - t)^\alpha, \quad (2.10)$$

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

A linha de irreversibilidade magnética no modelo *flux creep* gigante representa essencialmente a linha de *depinning* no plano H-T. Abaixo desta linha a densidade de corrente teria um valor finito, devido ao aprisionamento de vórtices nesta região. Na região acima da linha, os vórtices teriam sua mobilidade garantida e a densidade de corrente crítica seria aproximadamente zero.

Vidro supercondutor

O modelo do vidro supercondutor foi empregado por Müller e col. ^[46] para explicar o comportamento da linha de irreversibilidade magnética em amostras supercondutoras de $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$, sendo baseado no modelo de Ebner e Stroud ^[47] desenvolvido para a susceptibilidade diamagnética em *clusters* supercondutores.

Este modelo propõe a existência de um arranjo de grãos desordenados com dimensões menores que o comprimento de penetração λ e fracamente acoplados via efeito de proximidade ou tunelamento Josephson. Para este sistema de grãos fracamente acoplados o seguinte Hamiltoniano é proposto:

$$H = - \sum_{\langle i,j \rangle} J_{ij}(\vec{r}_{ij}, \vec{B}, T) \cos(\theta_i - \theta_j - A_{ij}), \quad (2.11)$$

onde J_{ij} é a energia de acoplamento entre os grãos i e j e $\theta_i - \theta_j$ é a diferença de fase do parâmetro de ordem de Ginzburg-Landau entre os respectivos grãos. Os termos A_{ij} , que são os deslocamentos de fase causados pelo campo magnético, são dados por

$$A_{ij} = \frac{2\pi}{\varphi_0} \int_i^j \vec{A} \cdot d\vec{l}, \quad (2.12)$$

onde φ_0 é o elemento de fluxo magnético e \vec{A} o potencial vetor ao longo das ligações fracas entre os grãos i e j .

Este modelo prevê a existência de uma fase de baixa temperatura chamada de vidro supercondutor, onde frustração e desordem são dominantes. A frustração

dos acoplamentos é devido ao termo A_{ij} , pois em um sistema de grãos multiconectados, não há configuração de fase que minimize simultaneamente as energias de acoplamento entre todos os pares de grãos. A linha de irreversibilidade, determinada experimentalmente ^[48], pode ser interpretada como a separação entre as fases vidro supercondutor e um sistema de grãos desacoplados.

De acordo com Müller e col. ^[46], a lei de potência utilizada para descrever a linha de irreversibilidade magnética no $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$ assemelha-se perfeitamente a funcionalidade utilizada para a interpretação da linha de irreversibilidade magnética em sistemas de vidro de spin. Sendo assim, para supercondutores de alto T_c , no limite de baixos campos magnéticos aplicados, a linha de irreversibilidade pode ser descrita pela lei de potências do tipo Almeida-Thouless (AT) ^[49] conforme mostra a Fig. 2.17.

$$H = H_0 \left(1 - \frac{T_g(H)}{T_g(0)} \right)^{3/2}, \quad (2.13)$$

onde $T_g(H) = T_{\text{irr}}(H)$ é a temperatura de irreversibilidade magnética, $T_g(0)$ é a temperatura de irreversibilidade em campo nulo e H_0 é uma constante dependente do material.

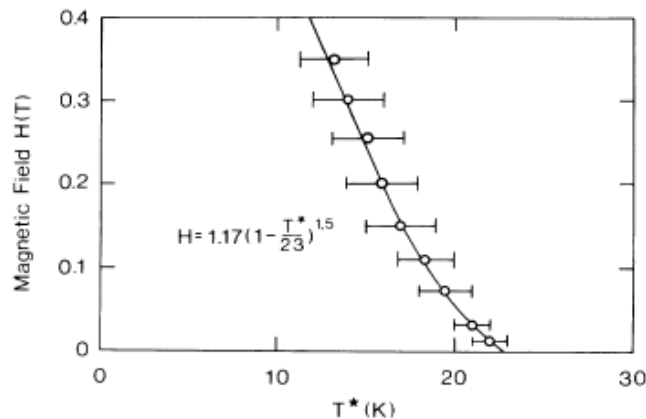


Figura 2.17: Linha de irreversibilidade magnética para uma amostra de $\text{La}_2\text{BaCuO}_{4-\delta}$ com um ajuste do tipo Almeida-Thouless para o regime de baixos campos magnéticos ^[49].

Em campos magnéticos de até alguns kOe tem-se um *crossover* do regime AT para o regime GT (Gabay-Toulouse), sendo que a linha de irreversibilidade magnética passa a ser descrita pela lei de potências ^[50]

$$H = \beta \left(1 - \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(0)} \right)^{1/2}, \quad (2.14)$$

onde β é uma constante e $T_{irr}(H)$ e $T_{irr}(0)$ são as temperaturas de irreversibilidade com e sem campo magnético aplicado, respectivamente.

Fusão da rede de vórtices

Este modelo parte da ideia que flutuações térmicas podem ser responsáveis pela fusão da rede de Abrikosov. A instabilidade que ocorre devido às flutuações nas proximidades da temperatura de fusão da rede T_M (*temperatura de melting*) resulta numa transição de fase de segunda ordem da rede de vórtices.

A ocorrência da fusão da rede de vórtices é determinada pelo critério de Lindemann Λ_L ^[51], que utilizou como referência o valor do deslocamento quadrático médio, $\langle u^2 \rangle^{1/2} = \Lambda_L$. Quando Λ_L equivaler a 10% do parâmetro de rede de vórtices a rede de Abrikosov fundirá.

Segundo Nelson e col. ^[52], nos cupratos supercondutores novos regimes de fluxo se tornariam acessíveis no estado líquido de vórtices: desemaranhado (*disentangled flux liquid*) que é caracterizado por ocorrer em temperaturas mais elevadas e em baixas densidades de linhas de vórtices e emaranhado (*entangled flux liquid*) que se caracteriza por apresentar grandes amplitudes de deslocamento, causando um entrelaçamento entre as linhas de vórtices.

Houghton e col. ^[53], em 1989, determinaram a temperatura $T_M(H)$, a partir do critério de Lindemann, e verificaram que a temperatura de fusão da rede de vórtices é levemente menor do que a temperatura crítica $T_c(H)$. A curva de fusão apresenta um comportamento linear para uma ampla faixa de valores de campo magnético. Porém, para $H \rightarrow 0$ e $T \rightarrow T_c(0)$ a curva é descrita pela seguinte lei de potências:

$$H \approx (1 - t)^2, \quad (2.15)$$

onde $t = T/T_c$ é a temperatura reduzida.

Vidro de vórtices

O modelo do vidro de vórtices foi proposto por Fisher ^[54] para descrever o comportamento reversível e irreversível da linha de irreversibilidade magnética no estado misto em supercondutores de alto T_c usando os efeitos de desordem. Neste modelo existe uma fase vidro de vórtices (*vortex glass*) entre o estado Meissner e a linha de congelamento T_g (temperatura de irreversibilidade), como mostra a Fig. 2.18. Nessa região a rede de vórtices de Abrikosov apresenta uma simetria de curto alcance. No modelo do vidro de vórtices, a desordem e a frustração estão diretamente relacionadas à distribuição aleatória dos centros de *pinning*. Com o aumento da temperatura a fase vidro de vórtices se torna instável, podendo vir a fundir ao longo da linha $T_g(H)$ e definindo um estado denominado líquido de vórtices (fase magneticamente reversível), como mostra a Fig. 2.18.

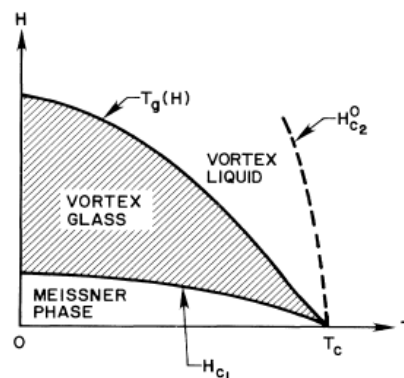


Figura 2.18: Diagrama H-T para o modelo vidro de vórtices, onde T_g pode ser considerada a temperatura de irreversibilidade magnética (T_{irr}) ^[54].

Vidro de Bose

O modelo vidro de Bose foi elaborado por Nelson e Vinokur ^[55] para tratar os efeitos da dinâmica de fluxo devido ao aprisionamento de vórtices por defeitos correlacionados. Nos supercondutores de alto T_c fortemente desordenados o

diagrama H-T seria dividido em três fases: líquido de fluxo (*superfluid*), vidro de Bose e *Mott insulator*.

Em altas temperaturas encontra-se a fase líquido de fluxo caracterizada pelo movimento dos vórtices que saltam livremente entre os defeitos correlacionados. A fase vidro de Bose é caracterizada, essencialmente, pelo *pinning* fortemente anisotrópico das linhas de vórtices devido aos defeitos. Esta fase, no diagrama H-T, se encontra abaixo de uma temperatura T_{Bg} (temperatura vidro de Bose) e é identificada experimentalmente como sendo a linha de irreversibilidade magnética. A fase *Mott insulator* encontra-se em temperaturas ainda mais baixas, onde a densidade de vórtices é igual à densidade de centros de *pinning* correlacionados.

2.2.3 Correlação entre a irreversibilidade magnética e a transição resistiva

Nesta seção serão abordados aspectos relacionados com a correlação entre o limite de irreversibilidade magnética e resistência nula em supercondutores de alta temperatura crítica. Será feita uma breve introdução considerando os principais aspectos, e a seguir, será feita uma discussão de resultados experimentais disponíveis na literatura.

2.2.3.1 Aspectos gerais

Como visto na seção 2.2.2.1, para supercondutores homogêneos a linha de irreversibilidade magnética divide o estado misto do diagrama H-T em duas regiões com comportamentos distintos. A região que encontra-se abaixo da linha de irreversibilidade magnética apresenta resistência elétrica nula devido ao aprisionamento dos vórtices, porém, na região acima da linha de irreversibilidade magnética tem-se a fase reversível e devido a ação da força de Lorentz os vórtices podem mover-se, fazendo com que o material apresente um comportamento dissipativo.

Para sistemas homogêneos, como monocristais de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ limpos e oxigenados, as temperaturas de resistência nula, T_{c0} , coincidem com o limite de irreversibilidade magnética.

No entanto, os supercondutores de alta temperatura crítica são geralmente supercondutores inhomogêneos ^[56]. Neste caso, a irreversibilidade e a resistividade não dependem das mesmas partes da amostra. A irreversibilidade depende de um conjunto de grãos bem acoplados e a resistividade nula depende de um conjunto de grãos supercondutores bem acoplados que atravessa toda a amostra, sendo obtida apenas quando ocorrer uma ordem de longo alcance.

Em supercondutores granulares espera-se que a resistividade nula ocorra em temperaturas abaixo do limite de irreversibilidade magnética ^[57]. Para campos magnéticos de até alguns kOe a irreversibilidade magnética é dominada pela dinâmica de fluxo de Josephson, onde os vórtices penetram nas regiões entre os grãos devido à minimização local da energia e a linha de resistência nula encontra-se em temperaturas abaixo da linha de irreversibilidade magnética. Porém, para campos magnéticos mais elevados, acima de vários kOe, o campo magnético passa a penetrar nos grãos e a irreversibilidade magnética é dominada pela dinâmica de fluxo de Abrikosov. Nesta região a resistividade elétrica ainda é governada pelas junções entre os grãos e só pode ser nula quando uma ordem de longo alcance for obtida. Neste caso, a linha de resistividade nula também segue a linha de irreversibilidade magnética ^[43].

2.2.3.2 Resultados experimentais

Resultados experimentais ^[43, 58] apresentam o comportamento da correlação entre a irreversibilidade magnética e a resistência nula para amostras processadas por diferentes métodos.

Em um monocristal dopado com Zn, $\text{YBa}_2\text{Cu}_{2,97}\text{Zn}_{0,03}\text{O}_{7-\delta}$, os dados de resistência nula, T_{c0} , encontram-se abaixo da linha de irreversibilidade magnética no regime de baixos campos magnéticos, porém em campos mais intensos a linha de T_{c0} coincide com a linha de irreversibilidade magnética, como pode ser observado na

Fig. 2.19. Este comportamento observado é característico de amostras que apresentam uma fraca granularidade.

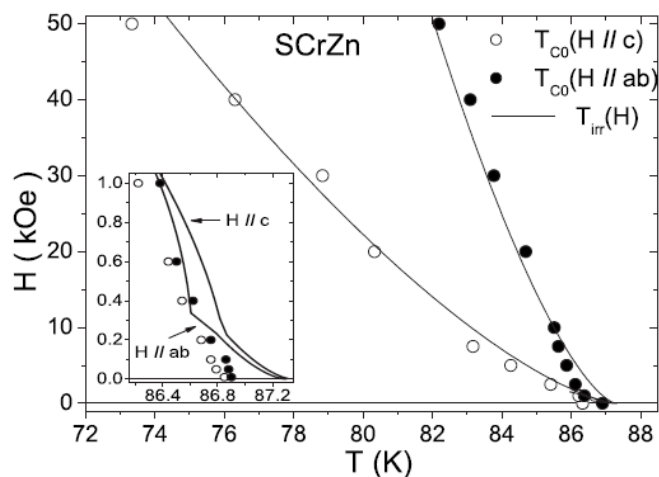


Figura 2.19: Correlação entre a linha de irreversibilidade magnética e resistividade nula para amostra monocristalina de $YBa_2Cu_{2,97}Zn_{0,03}O_{7-\delta}$ [58].

De acordo com Schaf e col. [58] em uma amostra de $YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$ sinterizado, dopado com 12,5% de estrôncio, os dados de resistência nula encontram-se abaixo do limite irreversível. Para campos magnéticos mais intensos a linha de irreversibilidade magnética se separa das temperaturas de resistência nula, como mostra a Fig. 2.20. Os pontos em asterisco ilustram a aproximação da temperatura de transição supercondutora T_c .

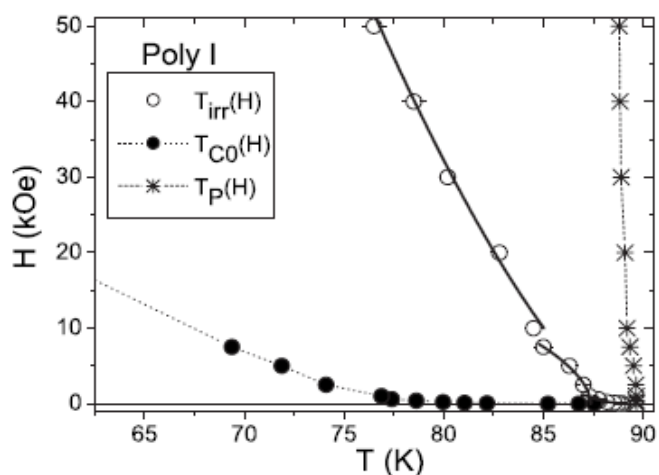


Figura 2.20: Limite de irreversibilidade magnética e resistência nula para uma amostra policristalina de $YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$ sinterizado [58].

Já em uma amostra policristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado as linhas de resistência nula encontram-se em temperaturas abaixo do limite de irreversibilidade magnética, como pode ser observado na Fig. 2.21. Nas medidas para $H//ab$ em campos magnéticos mais elevados, a linha de T_{c0} se encontra abaixo, mas próximo da linha de irreversibilidade magnética, indicando que esta amostra apresenta uma fraca granularidade.

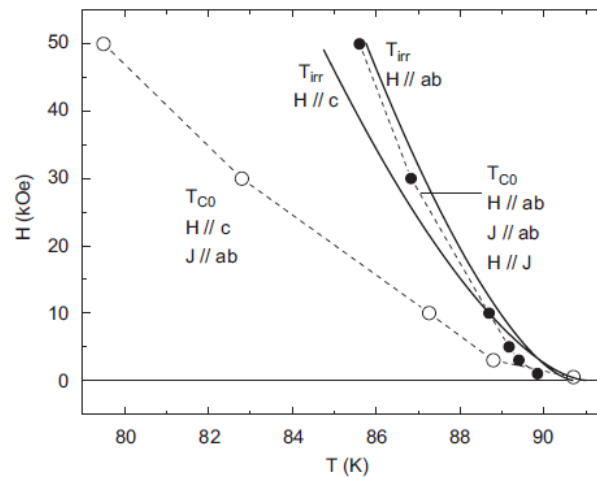


Figura 2.21: Correlação entre a linha de resistência nula e o limite de irreversibilidade magnética para uma amostra policristalina de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado ^[58].

Comparando as três amostras citadas observa-se que as linhas de T_{c0} ocorrem em temperaturas abaixo do limite irreversível e isso se deve aos efeitos de aprisionamento dos vórtices. No monocristal e na amostra texturizada os dados de resistência nula são bem próximos das temperaturas de irreversibilidade magnética. Neste caso, a amostra passa para o estado supercondutor logo que se tem o limite irreversível, o que indica que a amostra apresenta uma fraca granularidade. Porém, na amostra sinterizada os dados de resistência nula encontram-se abaixo do limite irreversível, o que pode indicar que esta amostra apresenta uma forte granularidade. Isso ocorre pois a amostra percola para o estado supercondutor apenas quando existe uma coerência de longo alcance por onde a corrente possa passar sem que haja efeitos dissipativos, porém o limite irreversível ocorre logo que se tem acoplamento entre os grãos, mas isso não indica que se tenha uma ordem de longo alcance.

Nos supercondutores granulares, o campo magnético é normalmente descrito pelo Hamiltoniano de acoplamento Josephson, dado pela equação (2.11) juntamente com a equação (2.12). Nestes supercondutores o campo magnético causa um desacoplamento do parâmetro de ordem de Ginzburg-Landau ao longo das ligações fracas que se estendem ao longo do potencial vetor. Com isso, as medidas de resistência nula e irreversibilidade magnética, em amostras granulares, dependem da configuração de campo-corrente devido à dependência dos desacoplamentos de fase A_{ij} e do efeito do campo magnético sobre os grãos.

3 Técnicas experimentais

3.1 Crescimentos de amostras

As amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado utilizadas nesta dissertação foram crescidas pelas técnicas da semente (TSMT – *top-seeding melt-texturing*) e Bridgman, e serão nomeadas segundo a Tab. 3.1.

Tabela 3.1: Nomenclatura das amostras.

Amostra	Técnica de crescimento	Quantidade inicial da fase Y211 (%)
A1	Bridgman	~17
A2	Top-seeding melt-texturing	30

A amostra A1, crescida pela técnica Bridgman, foi cedida pelo Instituto de Ciência dos Materiais, sediado na Universidade Autônoma de Barcelona, na Espanha, com a colaboração dos pesquisadores Xavier Obradors e Teresa Puig.

A amostra A2, crescida pela técnica da semente, foi fornecida em colaboração com o pesquisador Joan Josep Roa Rovira, do Departamento de Ciência dos Materiais e Engenharia Metalúrgica da Universidade de Barcelona, na Espanha.

3.1.1 Amostra crescida pela técnica Bridgman

Para o crescimento desta amostra, primeiramente foi feito o processo de sinterização através de uma reação em estado sólido utilizando precursores de alta pureza de óxido de ítrio (Y_2O_3), carbonato de bário ($BaCO_3$) e monóxido de cobre (CuO) nas proporções desejadas. Foi adicionado na amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ finas partículas da fase Y_2BaCuO_5 (Y211), a qual serve para criação de centros artificiais de aprisionamento de fluxo magnético. Depois de serem misturados, macerados e prensados na forma de uma pastilha cilíndrica, os precursores passaram pelo processo de sinterização entre 900-950 °C por 16 horas em atmosfera de oxigênio.

A seguir, a amostra sinterizada de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ foi suspensa verticalmente em um forno do tipo Bridgman aquecido a uma temperatura acima do ponto de fusão (1010 °C). A amostra foi deslocada no interior do forno com uma taxa constante de 1mm/h em um gradiente de temperatura de aproximadamente 20 °C/cm. Este movimento da amostra foi mantido até que a temperatura média estivesse em 900 °C. Depois, a amostra foi resfriada lentamente até 400 °C para garantir a transição tetragonal-ortorrômbica (~700 °C), sendo esta temperatura mantida por 240 horas em fluxo de oxigênio. Após foi realizado um lento resfriamento até a temperatura ambiente.

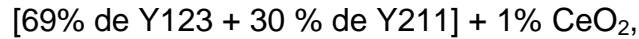
3.1.2 Amostra crescida pela técnica da semente (TSMT)

Para o crescimento desta amostra inicialmente foi realizado o processo de sinterização, com descrito na seção 3.1.1, porém com a adição de 1% de CeO_2 , que limita o tamanho das partículas de Y211 e com isso, melhora a distribuição dos centros de aprisionamento de fluxo magnético na amostra. Depois de misturados, os precursores foram macerados e prensados na forma de uma pastilha cilíndrica, a qual foi sinterizada numa temperatura de 950 °C por 24 horas, sendo a seguir submetida ao processo de texturização propriamente dito.

Para a texturização utilizou-se como semente cristais de $NdBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ crescidos pelo método Bridgman, cujo ponto de fusão é maior que o da amostra a ser texturizada. A texturização foi feita sobre um substrato de CeO_2 , e depois de

crescida a amostra passou por um tratamento de oxigenação por cinco dias em fluxo contínuo de oxigênio numa temperatura de 420 °C.

A amostra utilizada nesta dissertação, crescida pelo método da semente, foi preparada com a seguinte composição:



onde as porcentagens foram calculadas em relação à massa da amostra.

3.2 Caracterização microscópica

A caracterização microscópica das amostras foi importante para observação da orientação cristalográfica e da distribuição da fase Y211 na matriz supercondutora.

Para a caracterização microscópica as amostras foram cortadas na forma de paralelepípedos, depois lixadas e polidas para análise microscópica.

Para visualizar as propriedades morfológicas das amostras foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura de feixe duplo SEM/FIB Nova NanoLab 600, sendo um dos feixes de elétrons e outro de íons de Gálio.

Para análise da estrutura interna das amostras foi utilizado um microscópio eletrônico TitanTM 80-300kV, da Fei Company, com o uso da técnica de microscopia eletrônica de transmissão.

A análise por microscopia eletrônica foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica da Divisão de Metrologia de Materiais, do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro), localizado em Duque de Caxias-RJ, através da colaboração dos pesquisadores Bráulio Archanjo, Andréa Campos e Cristol de Paiva Gouvêa.

3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (SEM – Scanning electron microscopy)

A partir do uso da técnica de microscopia eletrônica de varredura foi possível investigar a morfologia das amostras. A Fig. 3.1 representa a superfície da amostra A2, onde são observados os planos empilhados que se formam perpendicularmente ao eixo *c*, indicativo de uma possível boa orientação cristalográfica da amostra.

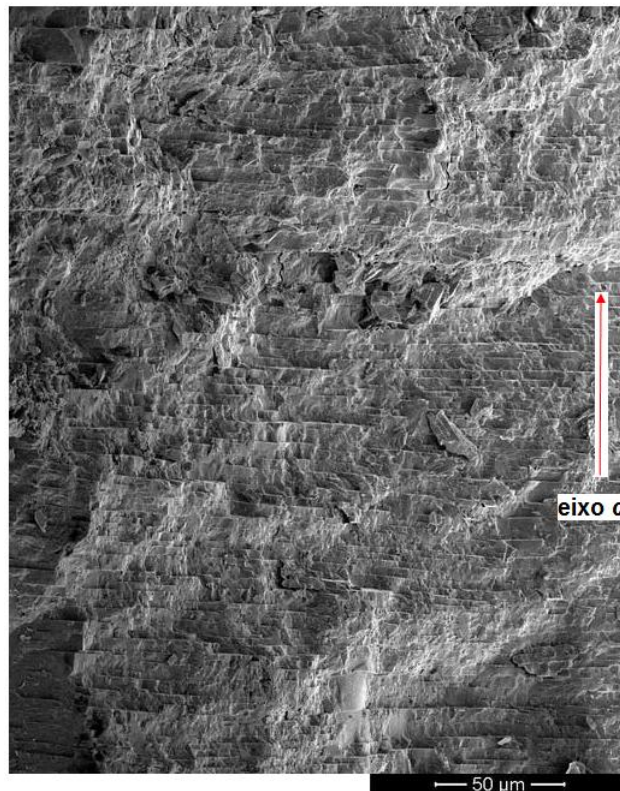


Figura 3.1: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura na amostra A2, onde é possível observar a formação de planos empilhados ao longo do eixo *c*.

A Fig. 3.2 representa uma imagem de microscopia eletrônica de varredura para a amostra A2, com uma maior resolução dos planos empilhados, em que é possível observar claramente a seqüência destes cuja espessura varia entre 4 µm e 5 µm.

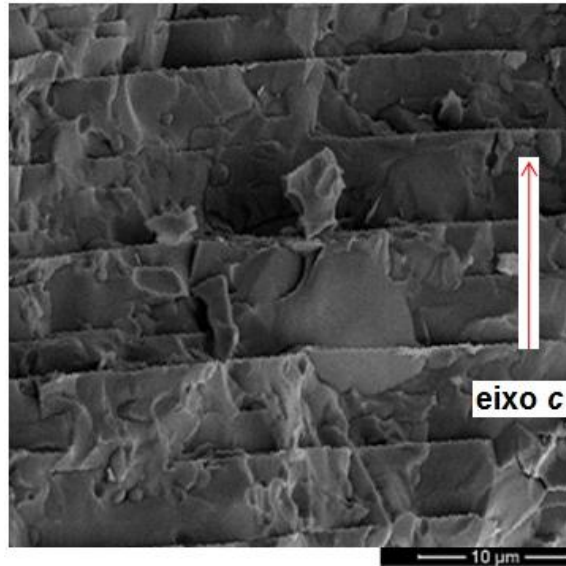


Figura 3.2: Microscopia eletrônica de varredura para a amostra A2 apresentando a seqüência de planos empilhados com espessura de 4 μm a 5 μm .

A Fig. 3.3 representa a microscopia eletrônica de varredura feita na superfície da amostra A2, onde é possível observar a presença da fase Y211 na matriz supercondutora e a formação de algumas rachaduras ao longo da superfície.

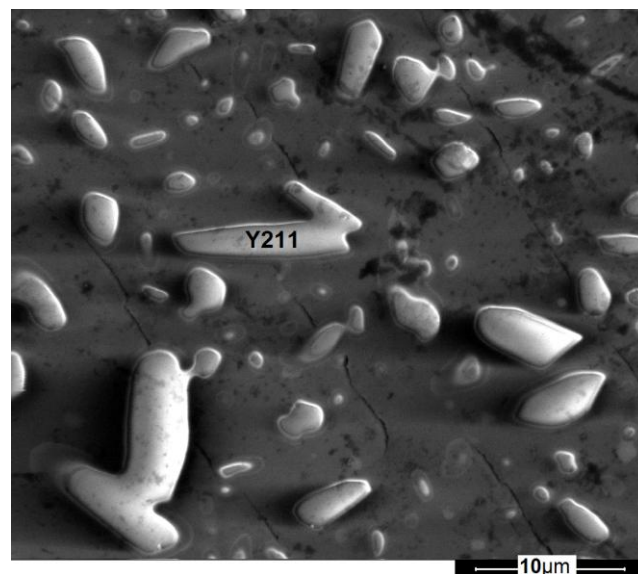


Figura 3.3: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura na amostra A2, onde em que é possível observar as partículas da fase Y211 embebidas na matriz supercondutora.

A Fig. 3.4 apresenta a microscopia eletrônica de varredura na amostra A1, em que se observa a presença da fase secundária Y211 na matriz supercondutora.

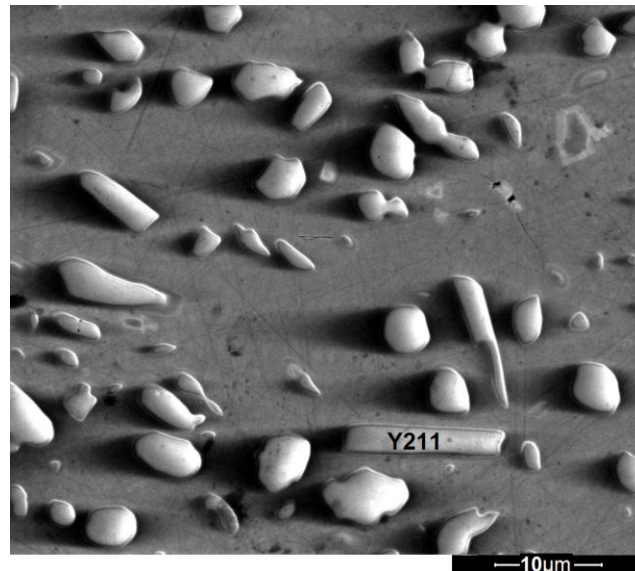


Figura 3.4: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura na amostra A1, onde é possível visualizar os grãos da fase Y211 juntamente com a fase Y123.

Em ambas as Fig. 3.3 e 3.4 foi possível observar a presença da fase Y211 inclusas na fase Y123, além da formação de rachaduras na superfície da amostra. As amostras A1 e A2 apresentaram grãos da fase secundária com tamanhos e formatos variados. Porém, a amostra A2, Fig. 3.3, apresentou grãos de fase Y211 mais refinados quando comparados com os grãos de fase Y211 na amostra A1 (Fig. 3.4), sendo que ocorre devido a adição de CeO_2 durante o crescimento da amostra A2, o que refina as partículas da fase Y211 ^[12].

3.2.2 Microscopia eletrônica de transmissão (TEM – Transmission electron microscopy)

Pela técnica de microscopia eletrônica de transmissão foi possível investigar a estrutura interna da amostra A1. A Fig. 3.5 representa a microscopia eletrônica de transmissão feita na amostra A1, onde é possível observar uma partícula de Y211 e os planos de empilhamento que se formam perpendicularmente ao eixo c , indicando uma possível boa orientação cristalográfica da amostra.

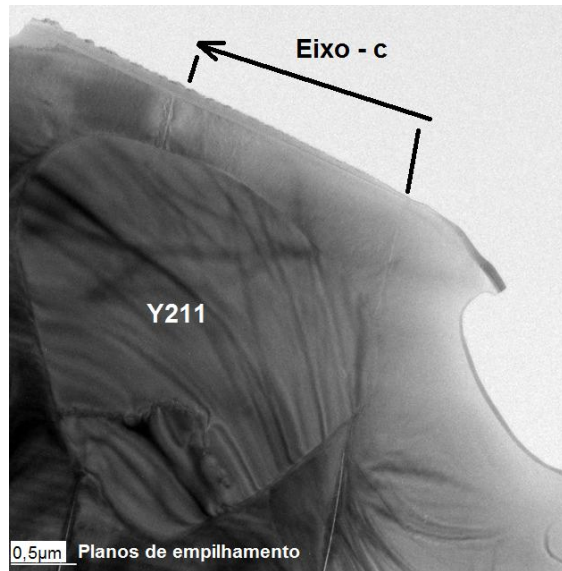


Figura 3.5: Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão para a amostra A1, identificando um grão da fase Y211 juntamente com camadas supercondutoras empilhadas ao longo do eixo-c.

A Fig. 3.6 representa uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução para a amostra A1, em que é possível observar uma interface limpa na fronteira entre um grão de Y211 e um grão da fase Y123.

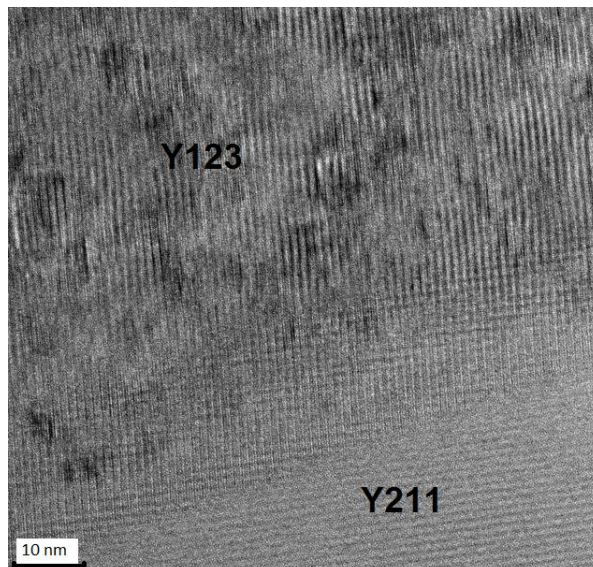


Figura 3.6: Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução para a amostra A1, identificando a interface entre o grão de Y211 e um grão de Y123.

Na Fig. 3.6 observa-se que na região de interface entre o grão da fase Y211 e a matriz supercondutora não ocorre a formação de nenhuma nova estrutura.

3.3 Preparação para as medidas de magnetoresistência elétrica

Para medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura e do campo magnético as amostras foram cortadas na forma de pequenos paralelepípedos. Foram utilizados pedaços com as mesmas dimensões para as amostras A1 e A2, a saber:

- 3 mm x 2 mm x 1 mm (dimensão menor ao longo do eixo c) para medidas com a corrente elétrica ao longo do plano ab;
- 3 mm x 1 mm x 1 mm (dimensão maior ao longo do eixo c) para medidas com a corrente elétrica ao longo do eixo c.

Inicialmente as amostras foram limpas em banho de etanol com o auxílio de um equipamento de ultra-som e, em seguida, quatro tiras condutoras de cola prata foram dispostas paralelamente sobre a superfície de cada amostra. Ao final foi realizado o processo de cura numa temperatura em torno de 80 °C por 1h. Depois, fios de ouro foram colocados sobre as quatro faixas e cobertos com cola prata, e novamente foi realizado o tratamento térmico para cura e fixação dos fios aos contatos elétricos.

A Fig. 3.7 ilustra a disposição dos contatos sobre a amostra, sendo que a corrente elétrica é injetada pelos contatos laterais da amostra (1 e 4) e a leitura da tensão é efetuada através dos contatos centrais (2 e 3).

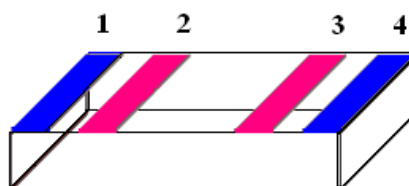


Figura 3.7: Configuração dos contatos elétricos sobre a amostra. Os contatos 1 e 4 destinam-se a injeção da corrente elétrica e os contatos 2 e 3 para leitura da tensão correspondente.

3.3.1 Descrição do equipamento e procedimento de medida

Para as medidas de magnetoresistência elétrica foi utilizado um sistema de multimedidas do tipo PPMS - Physical Properties Measurement System, fabricado pela Quantum Design, o qual permite aplicar campos magnéticos de até 9 T. Estas medidas foram realizadas no Laboratório de Magnetismo e Supercondutividade no Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, com a colaboração dos pesquisadores Jacob Schaf e Paulo Pureur.

As medidas de magnetoresistência elétrica foram feitas para campos magnéticos aplicados ao longo do plano ab e do eixo c , com uma corrente elétrica padrão de 2mA, sendo que as seguintes configurações de campo-corrente foram utilizadas:

- H//ab com I//ab ($H \perp I$);
- H//ab com I//ab (H//I);
- H//ab com I//c;
- H//c com I//c;
- H//c com I//ab.

Na amostra A1 foram aplicados campos magnéticos até 9 T, e na amostra A2 a intensidade máxima do campo magnético aplicado foi de 5 T, ambos para todas as 5 configurações de campo-corrente.

3.3.1.1 PPMS

O sistema PPMS utilizado neste trabalho pode ser dividido em duas partes: a criogenia e a eletrônica base.

A parte criogênica é composta principalmente de um criostato superisolado contendo hélio líquido. O dewar contém cinco refletores de radiação eletromagnética, uma câmara superisolante, um reservatório de hélio com capacidade de 30 litros e depósito de carvão ativado ^[59, 60], conforme mostra a Fig. 3.8.

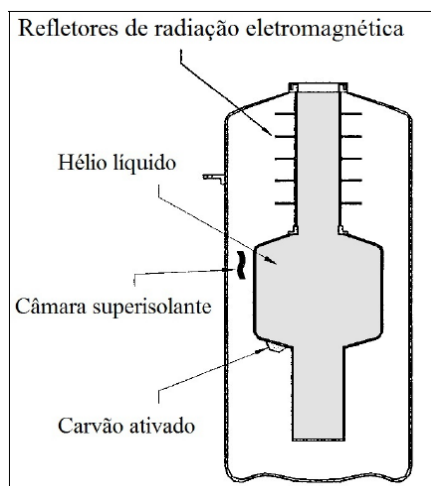


Figura 3.8: Ilustração do criostato superisolado que compõe o sistema de multimedidas do tipo PPMS [60].

A Fig. 3.9 ilustra a região interior do criostato onde se encontra o magneto supercondutor, a termometria e a câmara da amostra. O sistema permite medidas num intervalo de temperatura entre 1,9 à 400 K.

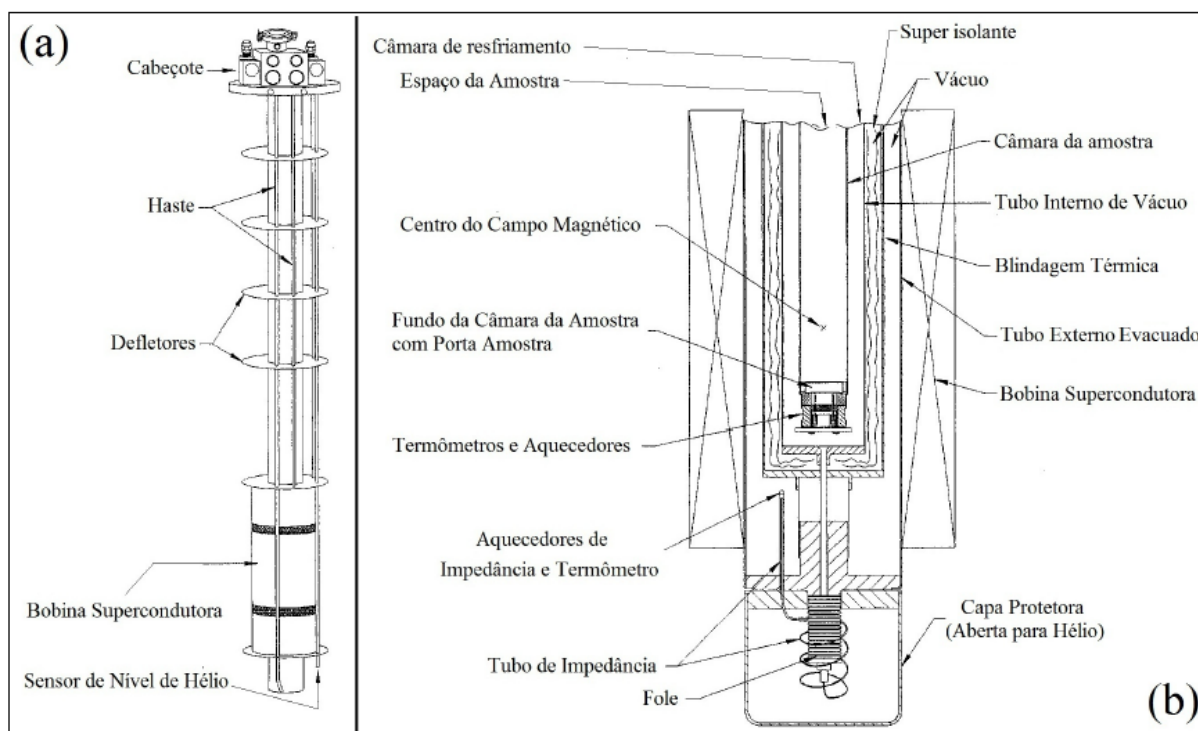


Figura 3.9: (a) Ilustração da estrutura e componentes internos do PPMS e da (b) região interna da bobina supercondutora [60].

O segundo item que compõe a plataforma PPMS é a eletrônica base, formada por um módulo eletrônico responsável pelo funcionamento de quase todo o PPMS (sensores de temperatura, aquecimento do gás hélio e sensor de nível do hélio líquido, chave de fluxo e sistema de vácuo), com exceção do procedimento de abastecimento de hélio líquido que é de forma manual, e do controle da fonte de corrente elétrica para a bobina supercondutora.

3.4 Preparação para as medidas do momento magnético

Ambas as amostras A1 e A2 foram cortadas com auxílio de uma serra de disco de diamante no formato de pequenos paralelepípedos de dimensões idênticas e iguais a 2 mm x 1 mm x 1 mm, sendo a maior dimensão ao longo do eixo c.

As amostras foram fixadas num porta-amostra de teflon com o auxílio de graxa de vácuo antes de serem posicionadas no interior do equipamento.

3.4.1 Descrição do equipamento e procedimento de medida

As medidas do momento magnético para as amostras A1 e A2 foram feitas com um magnetômetro SQUID MPMS (*Magnetic Properties Measurement System*) fabricado pela Quantum Design, o qual permite a realização de medidas em campos magnéticos de até 5 T. As medidas foram realizadas no Instituto de Física na Universidade Federal do Rio Grande do Sul, com a colaboração dos pesquisadores Jacob Schaf e Paulo Pureur.

Na amostra A1 foram realizadas algumas medidas adicionais do momento magnético em um equipamento PPMS-VSM (*Physical Properties Measurement System - Vibrating Sample Magnetometer*). Estas medidas foram feitas no *Dresden High Magnetic Field Laboratory*, em Dresden, na Alemanha em colaboração com os pesquisadores Frederik Wolff-Fabris e Erik Kampert.

As medidas do momento magnético foram feitas segundo as prescrições ZFC e FC nas orientações H//ab e H//c.

3.4.1.1 SQUID

O magnetômetro de SQUID permite a aplicação de campos magnéticos de até 5 T, podendo operar em temperaturas de 2 K a 400 K e realizar medidas de momento magnético com uma precisão de 5×10^{-9} emu. O sistema pode ser dividido em duas partes: o sistema de controle operacional e a criogenia.

O sistema de controle operacional é constituído de um computador, que controla o equipamento através de uma interface IEEE-488, que comanda três controladores. O primeiro controlador é um modelo 1822 e é responsável pelo transporte da amostra, o dispositivo SQUID, a detecção do sinal SQUID, o acoplamento do aquecedor interno, a fonte de corrente para a bobina supercondutora, a chave de operação no modo persistente, a impedância e o detector do nível de hélio líquido. Outro controlador é responsável pela chave de fluxo de gás, o aquecedor, a chave de fluxo de ar e a bomba de vácuo. O último controlador é uma ponte R/G responsável pelo sensor de temperatura e o aquecedor de gás.

A parte criogênica é composta de um criostato superisolado de alumínio, onde fica armazenado o hélio líquido e conta com uma capacidade de 56 litros. Este criostato abriga o magneto supercondutor, o sensor de SQUID, a termometria, a eletrônica associada e a cana de medidas. A Fig. 3.10 ilustra a parte criogênica do magnetômetro de SQUID utilizado para as medidas do momento magnético.

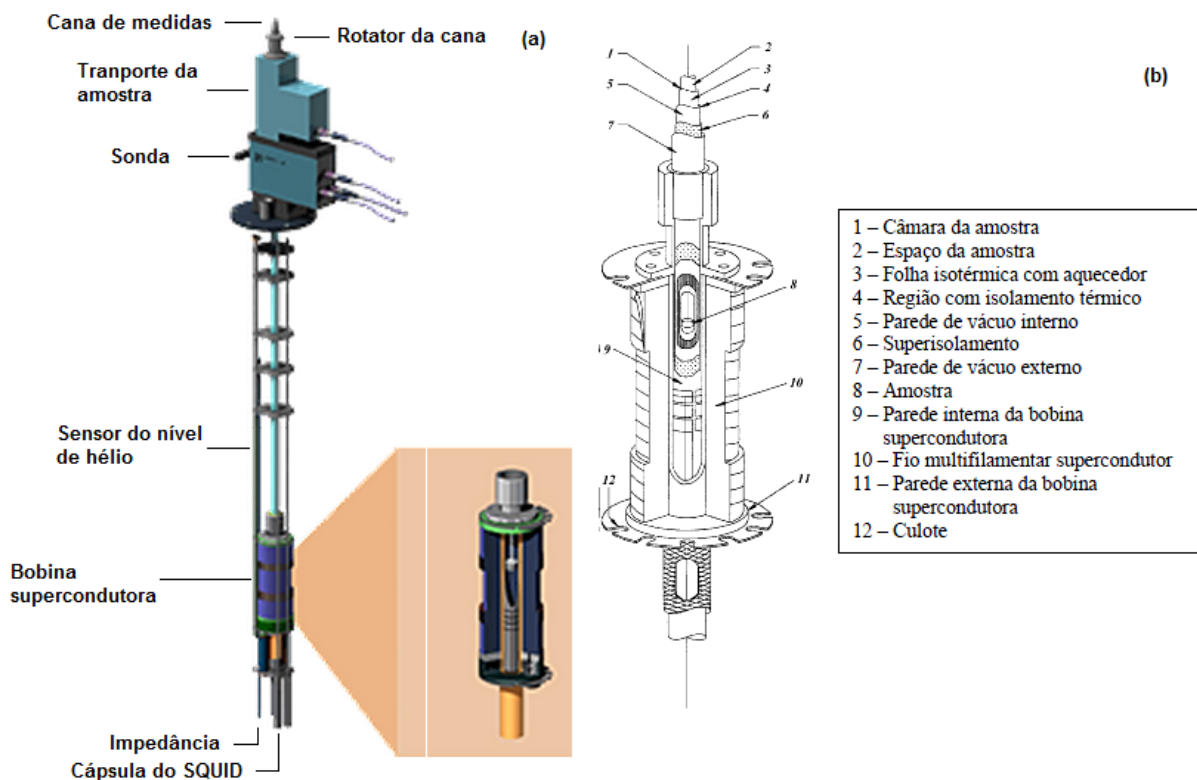


Figura 3.10: Ilustração do sistema de criogenia do magnetômetro de SQUID, (a) a cana de medidas, a estrutura interna do criostato e o sistema magnético, (b) esquema detalhado da região em torno da amostra ^[12,59] (adaptada).

Com este equipamento foi possível realizar medidas do momento magnético segundo as prescrições ZFC e FC. Na amostra A1 foram aplicados campos magnéticos de 0,001 T até 5 T para H//ab e 0,005 T até 5 T na configuração H//c e na amostra A2 os regimes de campos magnéticos aplicados foram de 0,001 T até 5 T para as configurações H//ab e H//c.

3.4.1.2 PPMS

As medidas do momento magnético realizadas em Dresden, na Alemanha, foram feitas com um PPMS-VSM (Physical Properties Measurement System - Vibrating Sample Magnetometer) que permite a aplicação de campos magnéticos de até 14 T. Como o equipamento utilizado é semelhante ao PPMS utilizado nas medidas de magnetoresistência elétrica representado pela Fig. 3.9, não será feita nenhuma descrição adicional deste.

4 Análise da transição resistiva e do comportamento magnético do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado

4.1 Introdução

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados experimentais sobre a transição supercondutora e o comportamento magnético para as amostras A1 e A2. As medidas de transporte elétrico foram realizadas com configurações de campo-corrente paralelas e perpendiculares aos planos de condução. O comportamento magnético será discutido a partir de medidas de momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC. Este capítulo abordará também a influência da amplitude de oscilação da amostra na temperatura de irreversibilidade magnética. Será apresentada a linha de irreversibilidade magnética e esta será discutida com base em modelos teóricos conhecidos.

4.2 Comportamento resistivo do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado

As medidas de magnetoresistência elétrica realizadas nas amostras A1 e A2 apresentaram uma transição supercondutora estreita frente à aplicação de campos magnéticos. Como discutido na seção 2.1.3, os supercondutores de alta temperatura crítica, em geral, apresentam uma transição resistiva que ocorre em duas etapas. No intervalo $T_{c0} < T < T_c$ temos a região paracoerente, onde a supercondutividade se

estabelece no interior dos grãos. A região onde a amostra apresenta resistência elétrica nula, denominada coerente, é definida para $T < T_{c0}$.

4.2.1 Efeito do campo magnético

Um campo magnético quando aplicado a um material supercondutor tende a alargar a transição resistiva, fazendo com que a temperatura de transição para o estado supercondutor diminua conforme o aumento deste campo. Nas próximas seções serão apresentados resultados experimentais de magnetoresistência elétrica para as duas amostras, em diferentes configurações de campo-corrente, as quais foram especificadas na seção 3.3.1 do capítulo 3. Em todas as configurações foi aplicada uma corrente elétrica padrão de 2 mA.

4.2.1.1 Campo magnético aplicado ao longo do plano *ab*

Para as medidas com campo magnético aplicado ao longo do plano *ab* foram utilizadas três configurações de campo-corrente: corrente elétrica aplicada paralela ao plano *ab*, porém, campo e corrente perpendiculares entre si; campo magnético e corrente elétrica paralelos ao plano *ab*, com ambos paralelos entre si; campo magnético paralelo ao plano *ab*, porém, com a corrente elétrica aplicada ao longo do eixo *c*.

4.2.1.1.1 Amostra crescida pelo método Bridgman

Na Fig. 4.1 são apresentadas as curvas de resistência elétrica em função da temperatura para a amostra A1 mediante a aplicação de campos magnéticos de 0 a 9 T na configuração de campo e corrente elétrica paralelos ao plano *ab*, porém, perpendiculares entre si. Observa-se claramente uma degradação da transição supercondutora promovida pelo campo magnético, porém de modo menos acentuado do que é geralmente observado em amostras policristalinas sinterizadas.

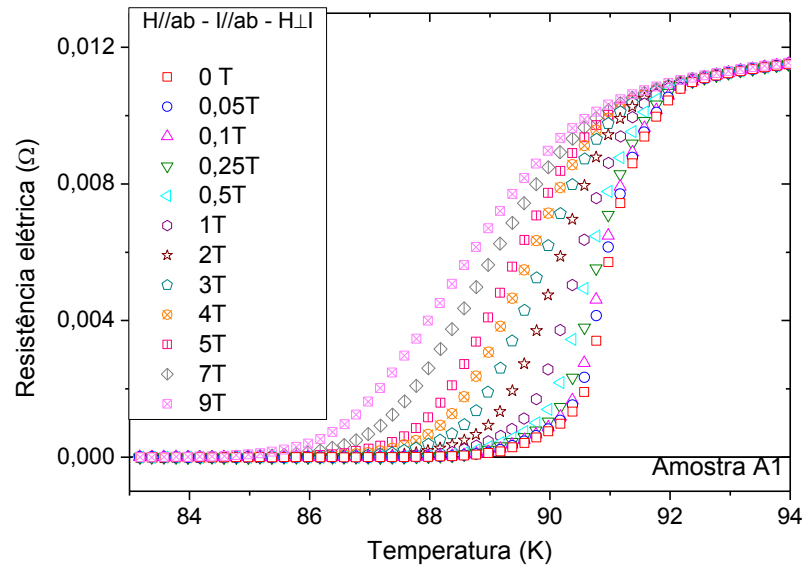


Figura 4.1: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura na amostra A1 para diferentes intensidades de campo magnético aplicado ao longo do plano ab , com a corrente elétrica aplicada paralela ao plano ab , e perpendicular ao campo.

Na Fig. 4.2 são apresentadas as curvas de resistência elétrica em função da temperatura para a amostra A1 com o campo magnético e a corrente elétrica aplicados ao longo do plano ab , sendo ambos paralelos entre si.

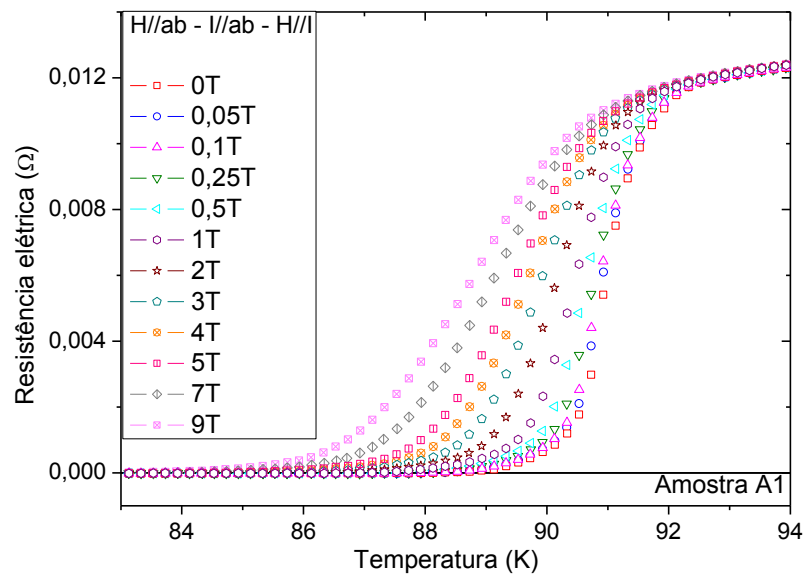


Figura 4.2: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura na amostra A1 para diferentes intensidades de campo magnético aplicado ao longo do plano ab , com a corrente elétrica também paralela ao plano ab , sendo ambos paralelos entre si.

A Fig. 4.3 apresenta resultados similares as Figs. 4.1 e 4.2 para a amostra A1, porém com o campo magnético aplicado ao longo plano ab e a corrente elétrica paralela ao eixo c . Em ambas as Figs. 4.2 e 4.3 verifica-se a degradação da transição com o campo, a exemplo do exposto pela Fig. 4.1.

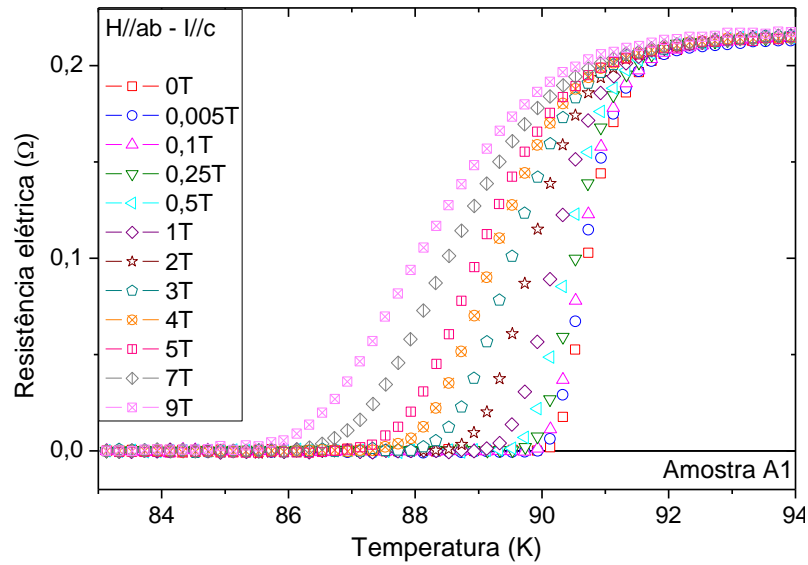


Figura 4.3: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura para a amostra A1, com diferentes intensidades de campo magnético aplicado ao longo do plano ab , porém, com a corrente elétrica aplicada ao longo do eixo c .

4.2.1.1.2 Amostra crescida pelo método da semente

Nesta amostra foram realizadas medidas de magnetoresistência nos intervalos de campo entre 0,1 T e 5 T. Os resultados para a amostra A2 na configuração de campo magnético e corrente elétrica aplicados ao longo do plano ab , no entanto perpendiculares entre si, estão representados na Fig. 4.4. A exemplo dos resultados expressos na amostra A1, observa-se claramente o enfraquecimento da transição mediante aplicação de campo magnético.

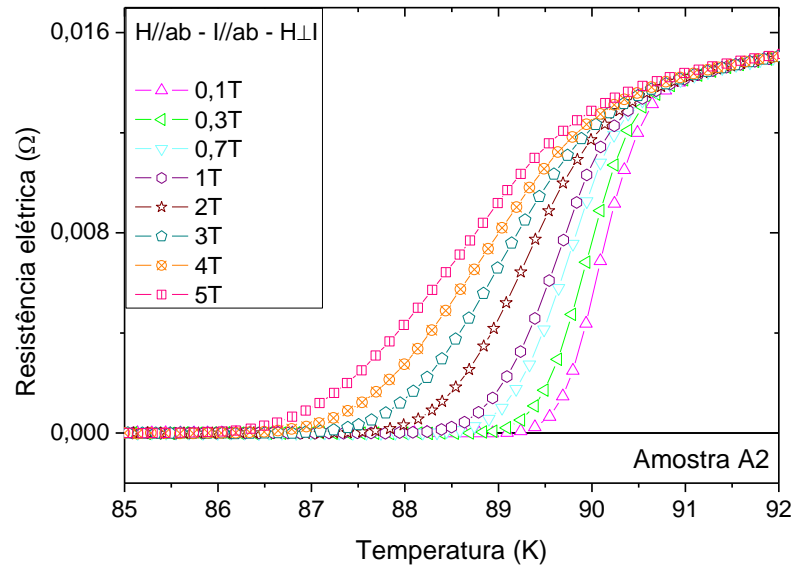


Figura 4.4: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura para a amostra A2, em diversos regimes de campo magnético aplicado ao longo do plano ab e com a corrente elétrica também paralela ao plano ab , porém, perpendicular ao campo.

A Fig. 4.5 apresenta as medidas de magnetoresistência na amostra A2 quando o campo magnético e a corrente elétrica são aplicados paralelos ao plano ab , e mantidos paralelos entre si.

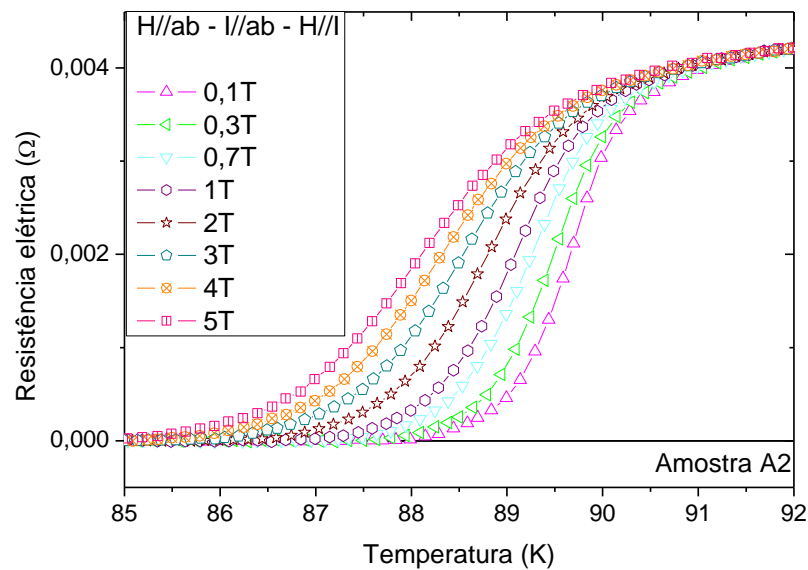


Figura 4.5: Medidas de magnetoresistência elétrica para a amostra A2 com diferentes regimes de campo magnético aplicado ao longo do plano ab e a com corrente elétrica aplicada paralelamente ao campo magnético.

A Fig. 4.6 é representativa da amostra A2 para a configuração de campo magnético aplicado ao longo dos planos de condução e com a corrente elétrica paralela ao eixo c , cujos resultados são similares aos apresentados nas Figs. 4.4 e 4.5.

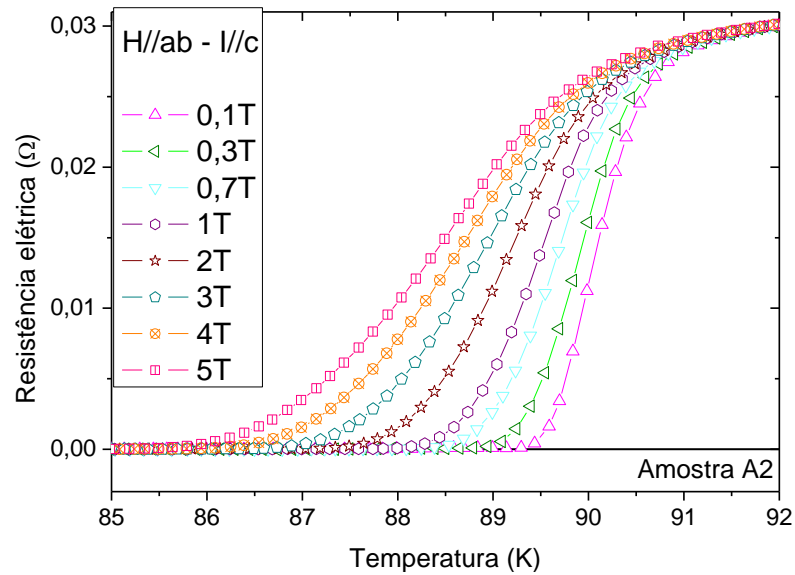


Figura 4.6: Medidas de magnetoresistência elétrica na amostra A2 para a configuração de campo magnético aplicado ao longo dos planos de condução e com a corrente elétrica ao longo do eixo c .

4.2.1.2 Campo magnético aplicado ao longo do eixo- c

Para as medidas de magnetoresistência com o campo magnético aplicado ao longo do eixo c , duas configurações de campo-corrente foram utilizadas: corrente elétrica paralela ao campo ($H//I$) e perpendicular a este ($H\perp I$).

4.2.1.2.1 Amostra crescida pelo método Bridgman

A Fig. 4.7 apresenta a transição resistiva para a amostra A1 com o campo magnético e a corrente elétrica paralelos ao eixo c .

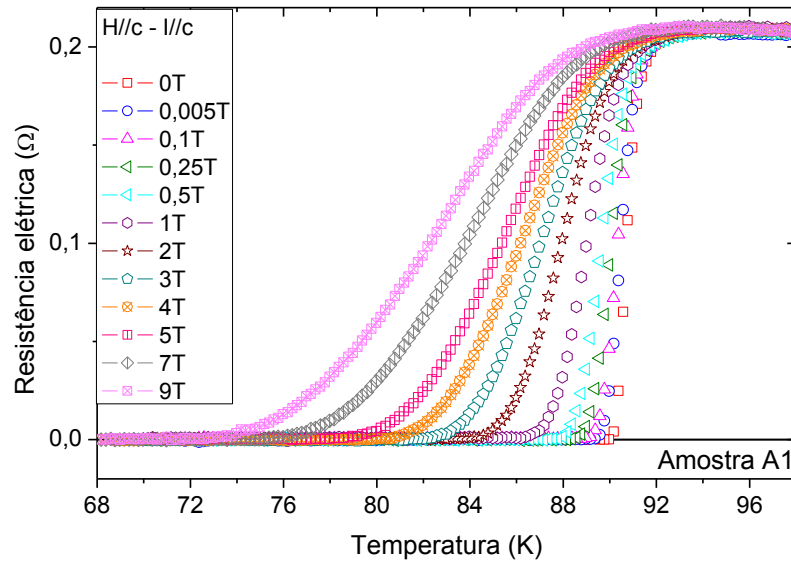


Figura 4.7: Resultados de magnetoresistência elétrica em função da temperatura na amostra A1, com o campo magnético e a corrente elétrica paralelos ao eixo c .

Para a configuração de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c e com a corrente elétrica aplicada ao longo do plano ab , a transição resistiva para a amostra A1 está representada na Fig. 4.8. Em ambas as Figs. 4.7 e 4.8, observa-se uma degradação mais acentuada da transição em relação a configuração $H//ab$ para a mesma amostra, expresso pelas Figs. 4.1, 4.2 e 4.3.

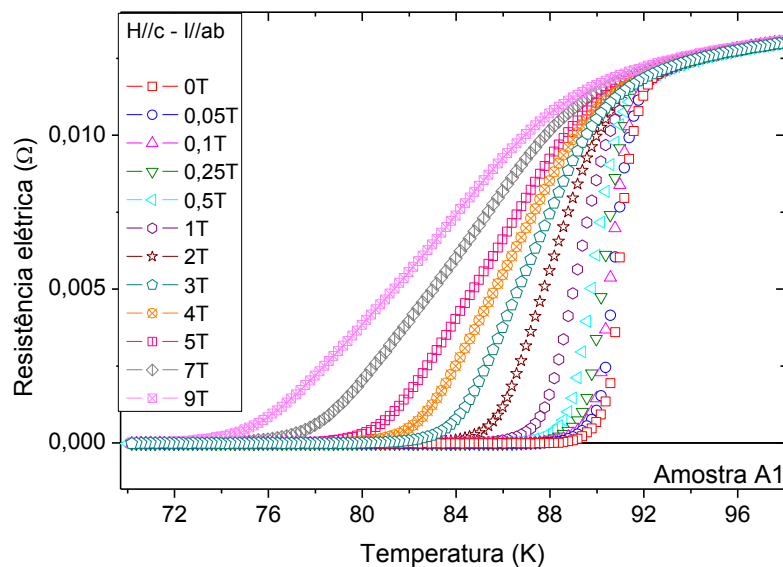


Figura 4.8: Resultados de magnetoresistência elétrica em função da temperatura para a amostra A1, em diversos regimes de campo magnético aplicado ao longo do eixo c , e com a corrente elétrica aplicada perpendicularmente ao campo magnético.

4.2.1.2.2 Amostra crescida pelo método da semente

A Fig. 4.9 apresenta a transição resistiva para a amostra A2 com diversos regimes de campo magnético aplicado ao longo do eixo c , e com a corrente elétrica paralela ao campo.

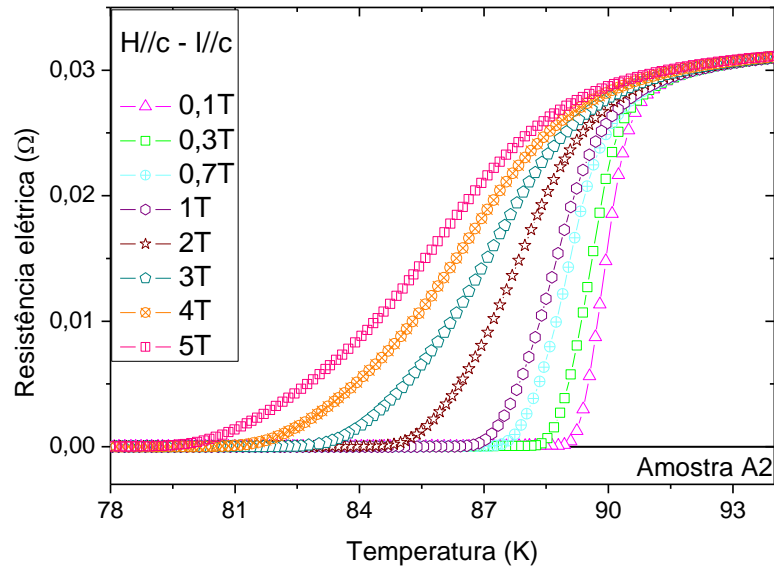


Figura 4.9: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura na amostra A2 em diferentes regimes de campo magnético aplicado ao longo do eixo c e com a corrente elétrica também paralela a esta direção.

A Fig. 4.10 ilustra a transição resistiva na amostra A2 em várias intensidades de campo magnético aplicado ao longo do eixo c e com a corrente elétrica aplicada paralela ao plano ab .

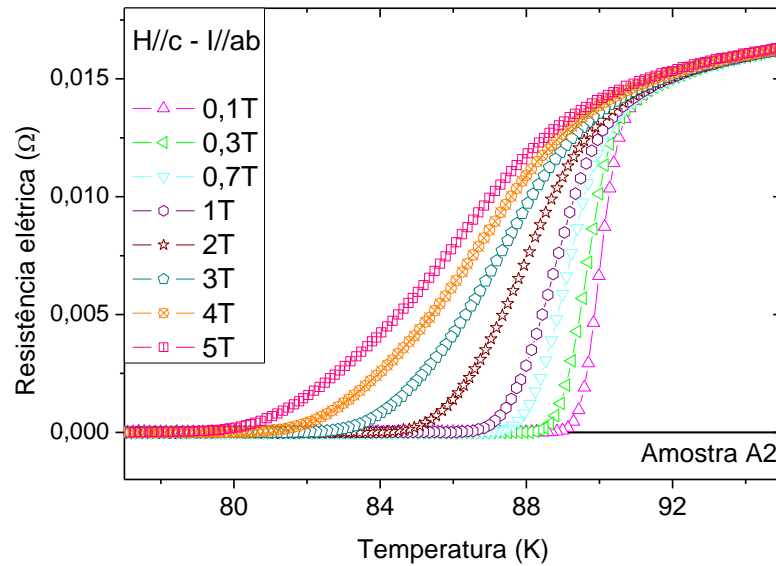


Figura 4.10: Medidas de magnetoresistência elétrica em função da temperatura na amostra A2 em várias intensidades de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c e com a corrente elétrica aplicada paralela ao plano ab .

4.2.2 Discussão dos resultados

Analisando as transições resistivas das duas amostras observa-se uma transição estreita, sendo moderadamente afetada pelo campo magnético nas cinco configurações de campo magnético e corrente elétrica utilizadas, sendo este comportamento característico de amostras texturizadas de boa qualidade. Observando, por exemplo, a Fig. 4.1, observa-se que o campo magnético afeta fracamente a transição resistiva em baixos campos, pois a diferença de temperatura em que a resistência se anula em campo nulo é de aproximadamente 0,4 K quando comparado com o campo magnético de 0,1 T.

Nas amostras A1 e A2, quando campos magnéticos de baixa intensidade são aplicados, ocorre um enfraquecimento das ligações entre os grãos, porém, observa-se que a região coerente é pouco afetada pelo campo. Com o aumento do campo magnético, por exemplo, em 5 T, na Fig. 4.1, o campo magnético afeta fortemente a região próxima ao estado de resistência nula e também causa um alargamento na região paracoerente reduzindo a temperatura crítica T_c . Este alargamento ocorre devido à dinâmica de vórtices que desempenha um papel importante na transição.

Comparando as transições resistivas na orientação de campo magnético paralelo ao plano ab nas amostras A1 e A2 (Figs. 4.1 a 4.6) pode ser observado que na amostra A1 essas transições resistivas ocorrem em temperaturas bem próximas entre si, por exemplo, para o campo magnético de 5 T, independentemente da corrente elétrica ser perpendicular ou paralela ao campo magnético, como mostram as Figs. 4.1, 4.2 e 4.3. O mesmo comportamento nas proximidades da resistência nula é observado na amostra A2 tanto para $H//I$ como para $H\perp I$, conforme apresentado pelas Figs. 4.4, 4.5 e 4.6. Sabemos que quando uma corrente elétrica é aplicada perpendicularmente ao campo magnético os vórtices sofrerão influência da força de Lorentz, a qual tende a arrastá-los, e devido a isso, a transição para o estado supercondutor deveria ocorrer em temperaturas menores, porém, nossos resultados, aparentemente, mostram que a força de Lorentz pouco afeta a transição resistiva, desempenhando um papel pouco relevante na deriva de vórtices. Apesar das amostras apresentarem algumas diferenças microestruturais, diferentes concentrações de fase Y211 e serem crescidas por métodos distintos, ambas apresentam um comportamento similar para as três configurações de campo-corrente envolvendo $H//ab$.

Nas amostras A1 e A2, na orientação de campo magnético aplicado paralelamente aos planos de condução, tem-se também a contribuição do *pinning* intrínseco, o qual colabora para o aprisionamento eficaz dos vórtices. Devido a esta contribuição as transições resistivas para $H//ab$ ocorrem em temperaturas mais elevadas (Figs. 4.1 a 4.3 e Figs. 4.4 a 4.6) quando comparadas com as transições resistivas obtidas na orientação de campo magnético paralelo ao eixo c (Figs. 4.7 e 4.8 e Figs. 4.9 e 4.10).

Confrontando o comportamento das transições resistivas na orientação de campo magnético paralelo ao eixo c observa-se, a exemplo da discussão acima, que a configuração de campo-corrente pouco influencia na transição resistiva neste caso, tanto na amostra A1 (Figs. 4.7 e 4.8) como na amostra A2 (Figs. 4.9 e 4.10). Novamente aqui a força de Lorentz aparentemente desempenha um papel pouco relevante.

4.3 Comportamento magnético do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado

Nesta seção serão apresentados os resultados experimentais e a consequente discussão envolvendo as medidas de momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC, descritos na seção 2.2.1.3, nas configurações de campo magnético paralelo e perpendicular ao plano *ab* para ambas as amostras. Com as medidas de momento magnético foi possível determinar as temperaturas de irreversibilidade magnética, e a consequente linha de irreversibilidade magnética. Esta seção irá incluir a discussão sobre a influência da amplitude experimental de medida com relação à amostra A1, o que será fundamental para a interpretação dos nossos resultados de correlação entre as linhas de T_{c0} e T_{irr} no capítulo seguinte.

4.3.1 Efeito do campo magnético

Nas medidas de momento magnético em função da temperatura o aumento do campo magnético afeta diretamente a temperatura de irreversibilidade magnética, fazendo com a T_{irr} (H) se desloque para temperaturas menores conforme o aumento do campo. As medidas de momento magnético segundo o protocolo ZFC mostraram que o aumento do campo magnético causa um enfraquecimento do efeito de blindagem, e nas medidas de momento magnético pelo procedimento FC observou-se o efeito Meissner paramagnético, o qual mostrou-se dependente da orientação e intensidade de campo magnético.

4.3.1.1 Campo aplicado ao longo do plano *ab*

As Figs. 4.11 a 4.14 são representativas para as medidas de momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC para as amostras A1 e A2 na orientação de campo magnético paralelo ao plano *ab*.

4.3.1.1.1 Amostra crescida pelo método Bridgman

A Fig. 4.11 apresenta resultados experimentais para o momento magnético obtido através da técnica ZFC para a amostra A1. A Fig. 4.11 (a) refere-se aos resultados obtidos para campos magnéticos de até 0,75 T, onde observa-se que a resposta diamagnética cresce até o campo de 0,025 T e depois começa a diminuir conforme o aumento deste, como mostra a Fig. 4.11 (b). Este enfraquecimento da resposta diamagnética é consequência da penetração de fluxo magnético através da barreira superficial.

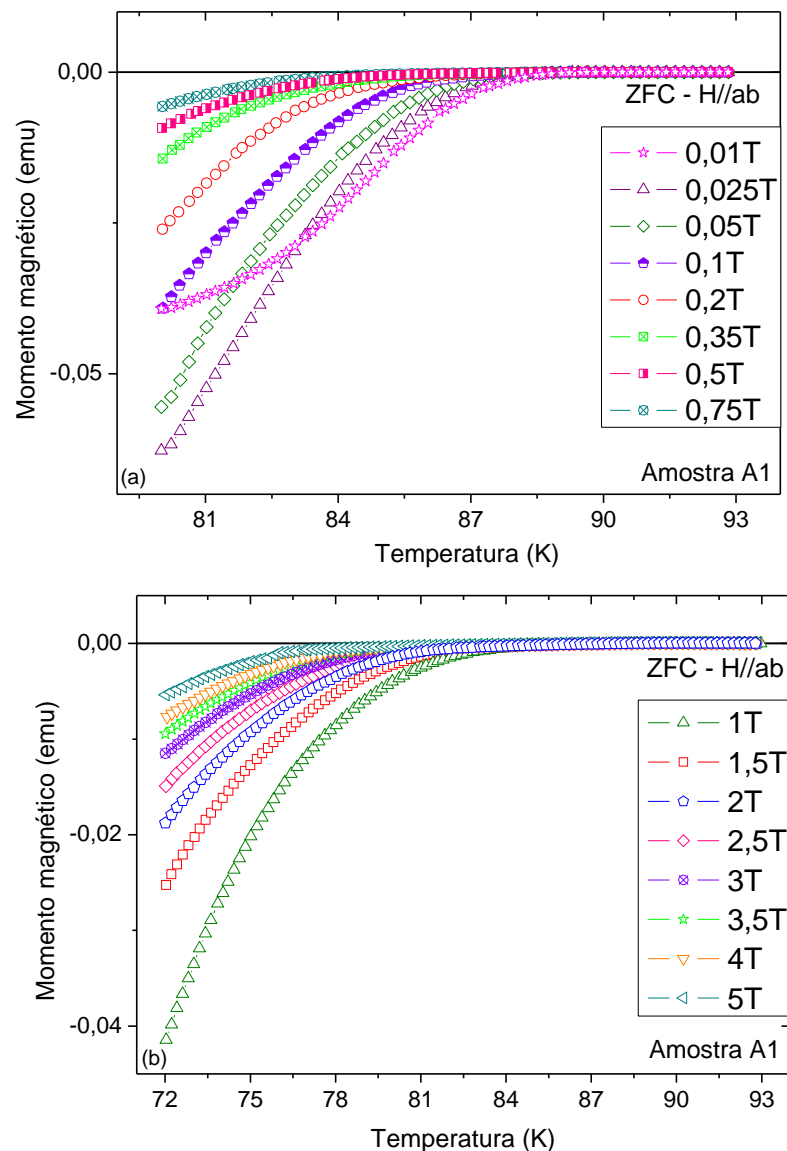


Figura 4.11: Medidas de momento magnético segundo o procedimento ZFC na amostra A1 com H//ab no regime de campos magnéticos (a) baixos e (b) elevados.

A Fig. 4.12 representa as medidas do momento magnético obtido pela técnica FC para a amostra A1 para campos magnéticos aplicados ao longo do plano ab . Na Fig. 4.12 (a), que representa as medidas FC em baixos campos magnéticos, é possível observar que a resposta diamagnética aumenta até o campo de 0,75 T, porém, em campos mais intensos, representados pela Fig. 4.12 (b), observa-se um enfraquecimento da resposta diamagnética com o aumento do campo até uma temperatura próxima a 80 K, porém, em temperaturas abaixo deste valor o momento magnético começa a apresentar uma resposta paramagnética.

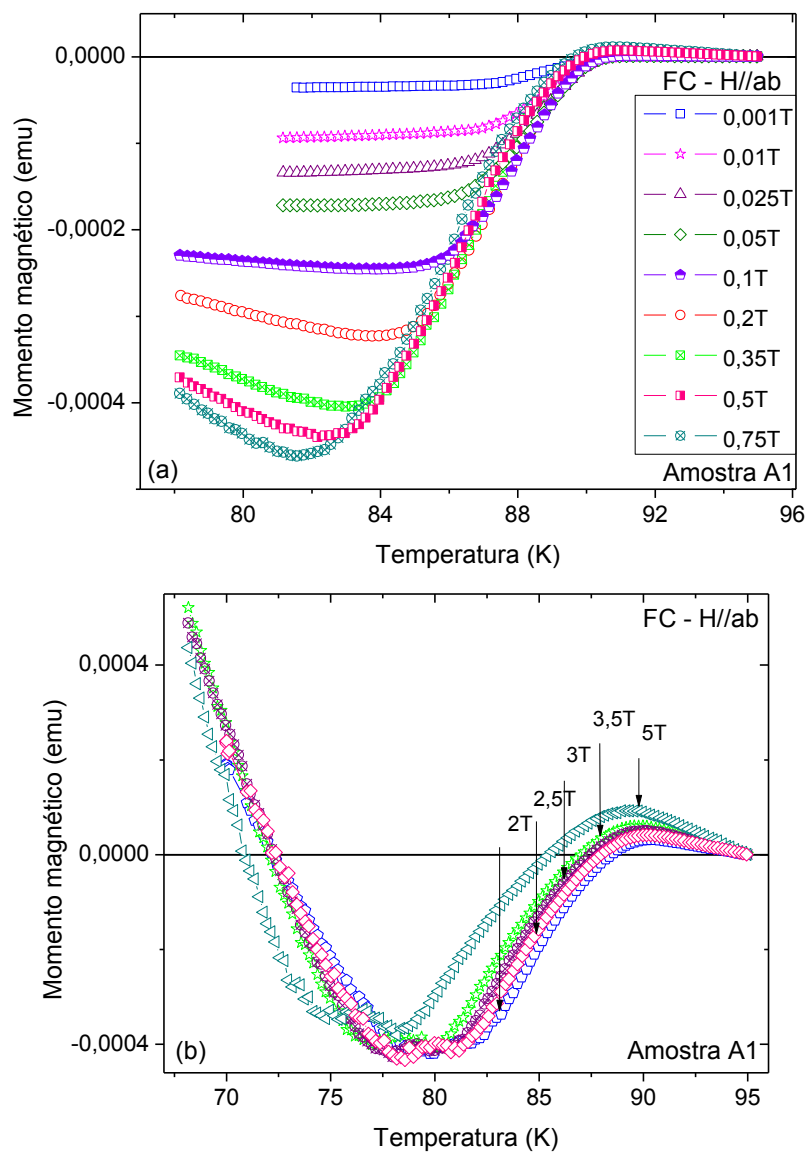


Figura 4.12: Medidas de momento magnético segundo o procedimento FC na amostra A1 com $H//ab$ no regime de (a) baixos e (b) altos campos magnéticos.

4.3.1.1.2 Amostra crescida pelo método da semente

A Fig. 4.13 ilustra resultados das medidas do momento magnético de acordo com o procedimento ZFC para a amostra A2. A Fig. 4.13 (a) representa os resultados experimentais para campos magnéticos até 0,5 T, onde observa-se que os efeitos de blindagem são eficazes até o campo magnético de 0,07 T, diminuindo para campos magnéticos acima deste valor, conforme mostra a Fig. 4.13 (b).

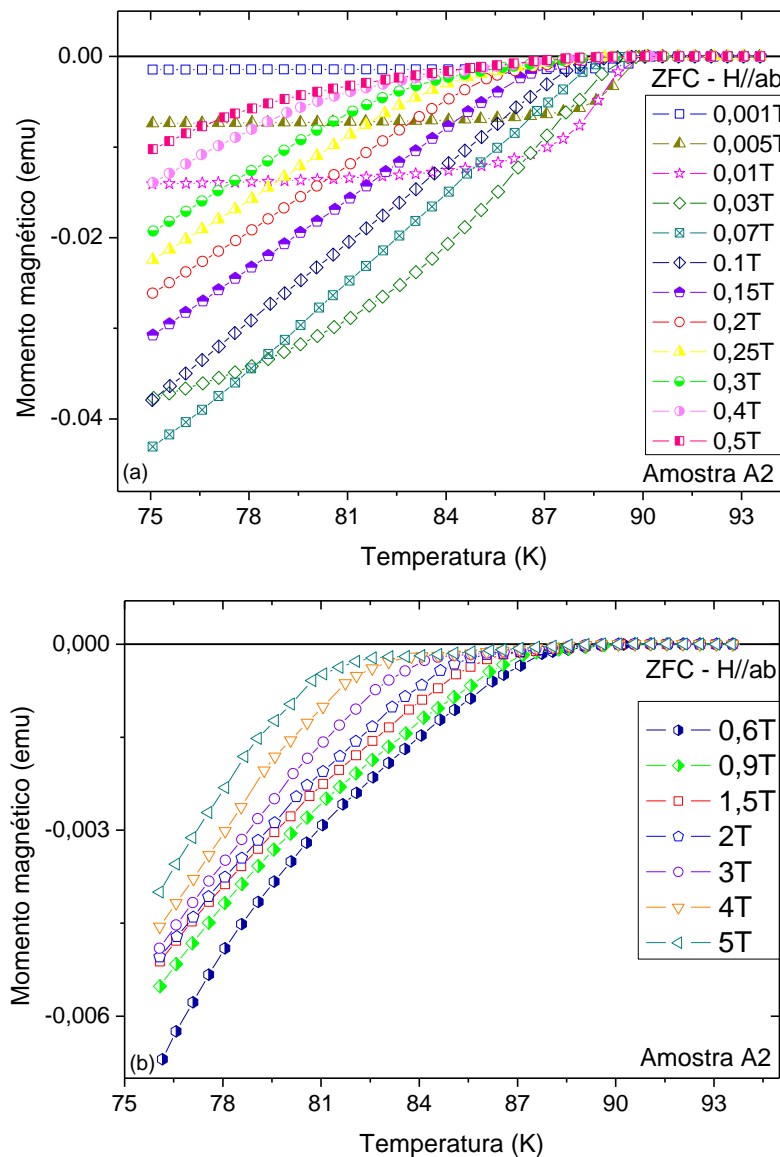


Figura 4.13: Medida de momento magnético segundo o procedimento ZFC na amostra A2 com o campo magnético aplicado ao longo do plano ab, no regime de campos magnéticos (a) baixos e (b) elevados.

A Fig. 4.14 apresenta medidas do momento magnético segundo o procedimento FC na amostra A2, para a orientação $H//ab$. Para o campo magnético de 0,001 T o momento magnético apresenta um comportamento paramagnético em $T < 90$ K, sendo este efeito Meissner paramagnético destruído com o aumento do campo magnético. Na região de baixos campos observa-se que a partir do campo magnético de 0,15 T ocorre um enfraquecimento do diamagnetismo para temperaturas mais baixas, como expresso na Fig. 4.14 (a), apresentando uma tendência ao comportamento paramagnético em temperaturas abaixo de 80 K, conforme ilustrado na Fig. 4.14 (b).

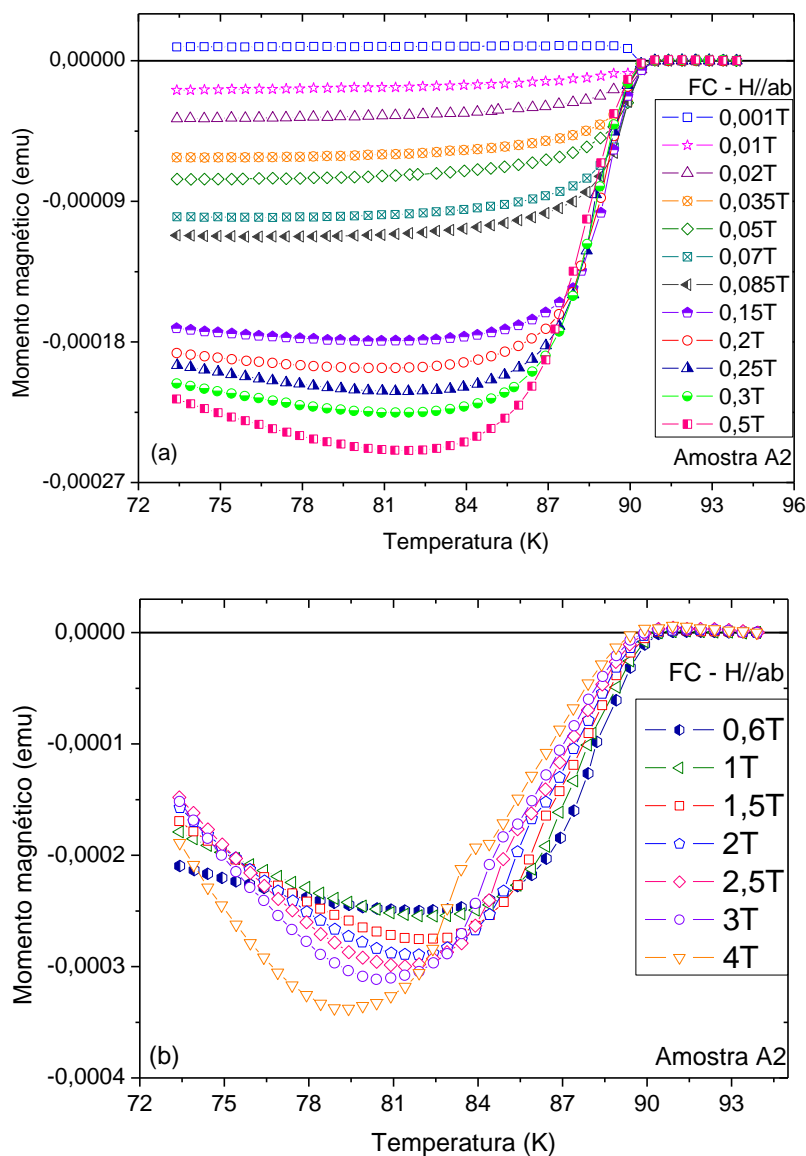


Figura 4.14: Medida de momento magnético segundo o protocolo FC na amostra A2 com $H//ab$ no regime de (a) baixos e (b) altos campos magnéticos.

4.3.1.2 Campo aplicado ao longo do eixo c

As Figs. 4.15 a 4.18 são representativas dos resultados experimentais das medidas do momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC nas amostras A1 e A2, para a orientação de campo magnético paralelo ao eixo c .

4.3.1.2.1 Amostra crescida pelo método Bridgman

A Fig. 4.15 refere-se aos resultados experimentais do momento magnético obtido pela técnica ZFC para a amostra A1. Em campos magnéticos baixos, como na Fig. 4.15 (a), a blindagem diamagnética diminui para campos a partir de 0,05 T. Para campos magnéticos mais intensos, como na Fig. 4.15 (b), observa-se um forte enfraquecimento do efeito de blindagem.

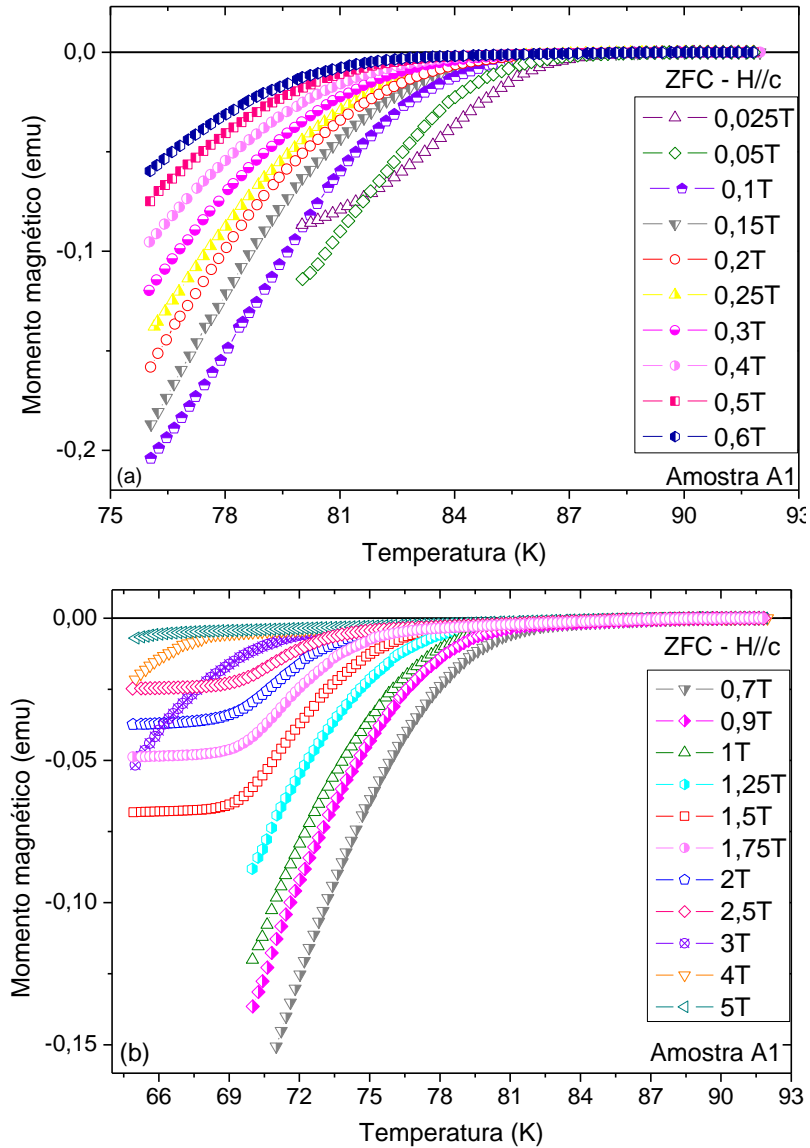


Figura 4.15: Medidas do momento magnético obtido pelo procedimento ZFC na amostra A1, com H//c no regime de (a) baixos e (b) elevados campos magnéticos.

A Fig. 4.16 ilustra as medidas FC na amostra A1. A Fig. 4.16 (a) é representativa das medidas em baixos campos magnéticos, onde é possível observar que a resposta diamagnética cresce até aproximadamente 2,5 T, como mostra a Fig. 4.16 (b).

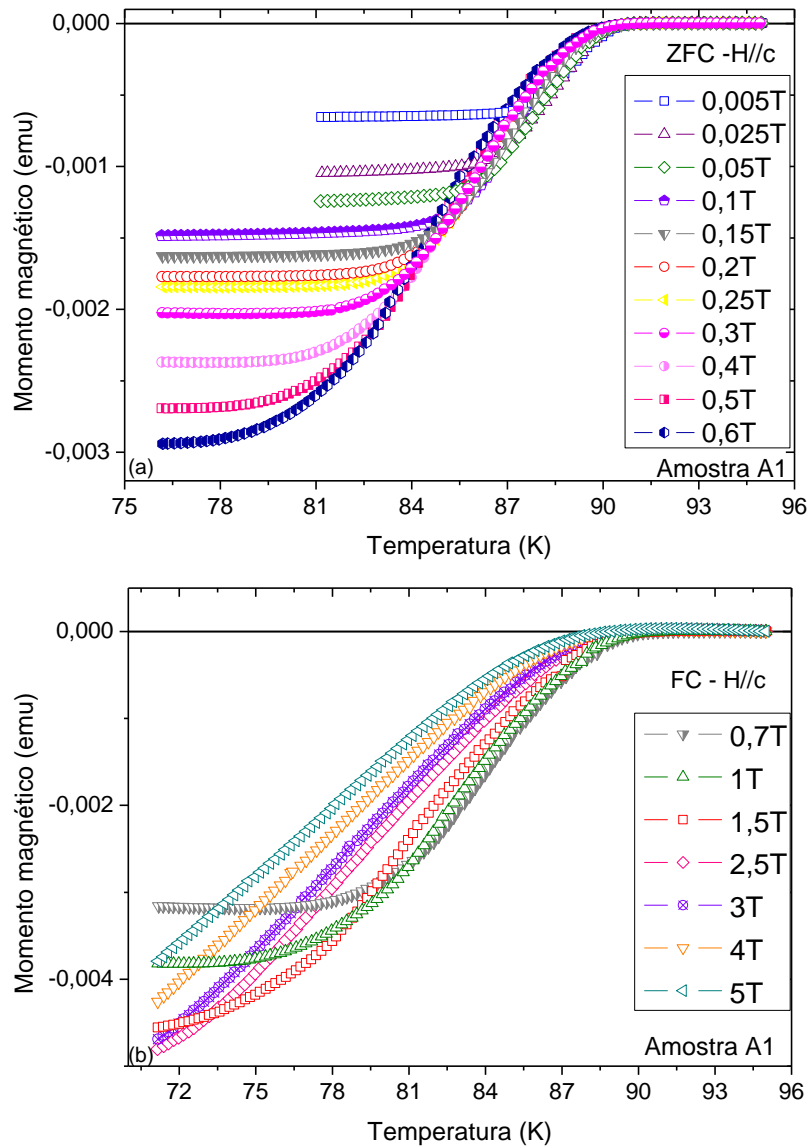


Figura 4.16: Medidas do momento magnético segundo o protocolo FC na amostra A1, com H//c no regime de campos magnéticos (a) baixos e (b) elevados.

4.3.1.2.2 Amostra crescida pelo método da semente

Na amostra A2 as medidas ZFC com o campo magnético paralelo ao eixo c são representadas pela Fig. 4.17. Na Fig. 4.17 (a) observa-se um enfraquecimento da resposta diamagnética para campos magnéticos acima de 0,1 T, assim como para campos magnéticos mais intensos, como ilustra a Fig. 4.17 (b).

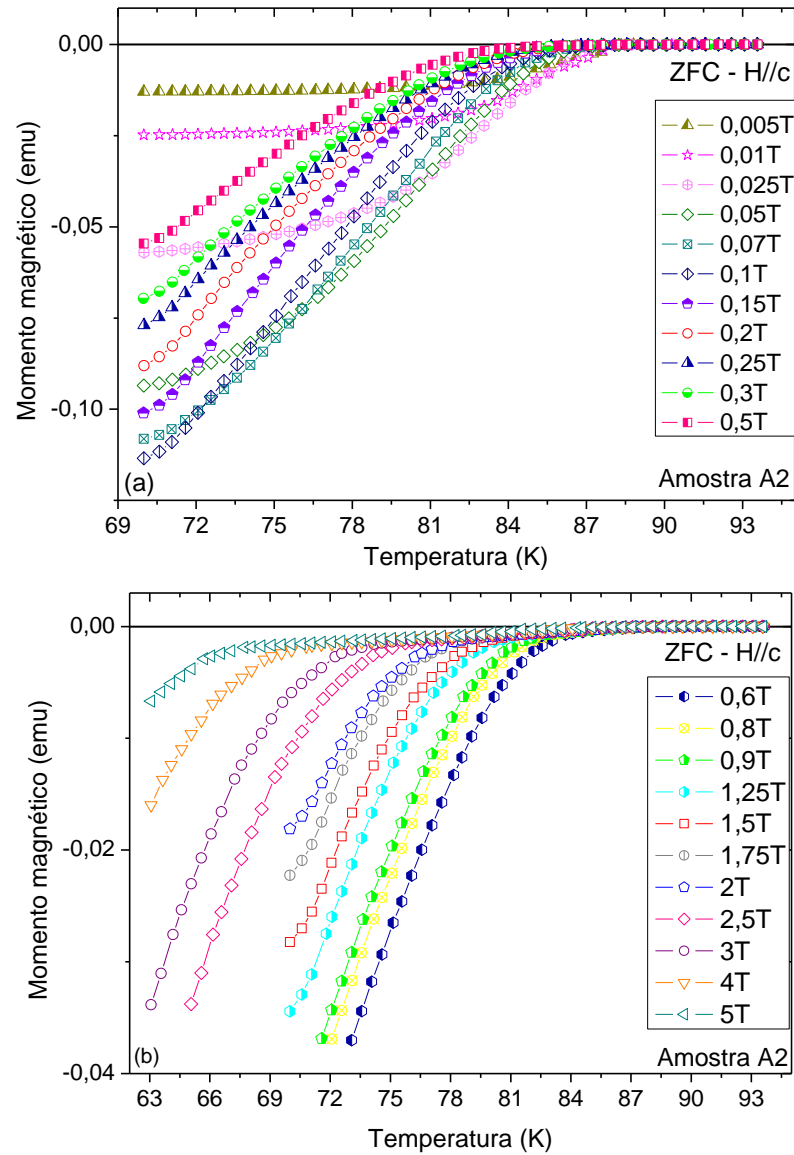


Figura 4.17: Medidas do momento magnético segundo o protocolo ZFC na amostra A2, com $H//c$ no regime de campos magnéticos (a) baixos e (b) elevados.

As medidas FC com $H//c$ para a amostra A2 são representadas na Fig. 4.18, onde observa-se que a resposta diamagnética cresce com o aumento do campo magnético, conforme mostram as Figs. 4.18 (a) e (b).

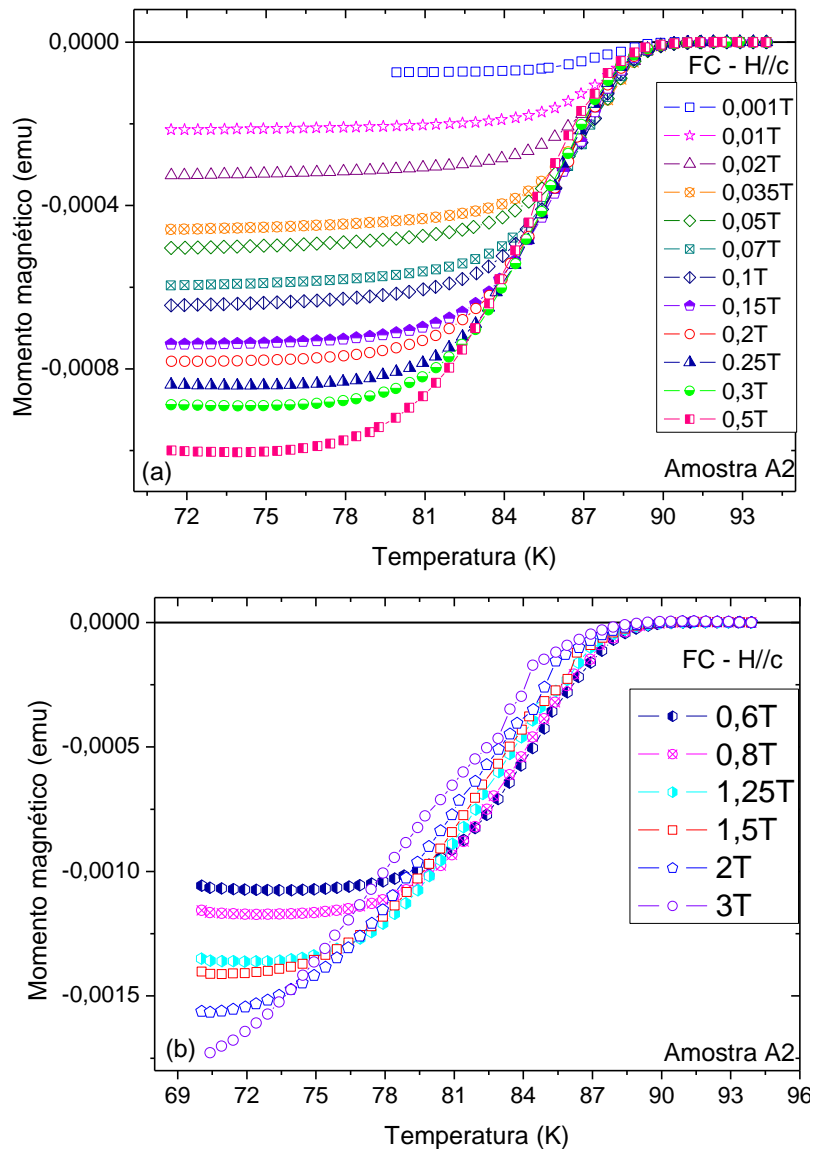


Figura 4.18: Medidas do momento magnético segundo o procedimento FC na amostra A2 com H//c no regime de campos magnéticos (a) baixos e (b) elevados.

4.3.2 Discussão dos resultados

Para as medidas do momento magnético obtido pela técnica ZFC nas amostras A1 e A2, nas orientações H//ab e H//c, observa-se o enfraquecimento do efeito de blindagem em temperaturas e campos elevados, como esperado teoricamente.

Para as medidas do momento magnético obtido pela técnica FC os resultados para a amostra A2 na orientação H//ab, expressos na Fig. 4.14,

mostraram que num campo magnético de 0,001 T o momento magnético apresentou um comportamento paramagnético, o qual foi destruído com o aumento do campo. Porém, este comportamento não foi observado na amostra A1, conforme mostram as Figs. 4.12, 4.16 e 4.18. O efeito Meissner paramagnético em baixos campos magnéticos é conhecido na literatura como efeito Wohllleben^[61, 62], porém este efeito Meissner paramagnético, em materiais com orientação cristalográfica, é esperado que ocorra quando se tem $H//c$ ^[61, 63]. No entanto o resultado obtido nesta amostra não é isolado, sendo que outros trabalhos também reportam resultados do efeito Meissner paramagnético em baixos campos na configuração $H//ab$ ^[64, 65]. Este efeito paramagnético pode ser causado pela blindagem magnética devida à correntes Josephson fluindo em determinados defeitos superficiais presentes na amostra Bridgman^[61].

As medidas do momento magnético segundo o procedimento FC para a amostra A1, em altos campos magnéticos, apresentaram um comportamento diamagnético acima de 80 K, mas para temperaturas inferiores a resposta tornou-se paramagnética, como na Fig. 4.12 (b). No entanto, a amostra A2 não apresentou um comportamento paramagnético na faixa de temperaturas investigadas em altos campos magnéticos, porém, observa-se um enfraquecimento do diamagnetismo conforme diminui a temperatura, o que pode ser indicativo de efeito Meissner paramagnético em temperaturas menores, Fig. 4.14 (b). Este comportamento paramagnético em altos campos já foi observado em outros trabalhos^[63, 65], sendo que em materiais texturizados ele pode ser explicado com base no aprisionamento de vórtices no interior da amostra num efeito de compressão de fluxo^[66].

4.3.3 Influência da amplitude de medida e tratamento dos dados

Segundo sugerido por Yeshurun e col.^[67], as medidas de momento magnético realizadas com magnetômetros SQUID comerciais podem sofrer alterações significativas devido ao movimento da amostra no interior da bobina supercondutora, resultando em inhomogeneidades no campo magnético que a atravessa. Sendo assim, além das medidas do momento magnético através das

técnicas ZFC e FC, somam-se indesejados ciclos de histerese magnética durante a medida.

Medidas complementares do momento magnético ZFC e FC foram realizadas em Dresden, na Alemanha, com um PPMS (Physical Properties Measurement System) operando como VSM (Vibrating Sample Magnetometer) na amostra A1, a fim de verificar a influência da amplitude de oscilação da amostra durante o processo de medida. As medidas de momento magnético foram realizadas segundo os procedimentos ZFC e FC com um campo magnético de 5 T aplicado ao longo do plano *ab* e do eixo *c*. Com as medidas de momento magnético foi possível obter a temperatura de irreversibilidade magnética em cada uma das amplitudes de oscilação da amostra. A Fig. 4.19 apresenta os resultados da influência da amplitude de oscilação da amostra em função da temperatura de irreversibilidade magnética para a amostra A1. A Fig. 4.19 (a) é representativa para os resultados da influência da amplitude de oscilação quando um campo magnético de 5 T é aplicado ao longo do plano *ab* e a Fig. 4.19 (b) apresenta os resultados da influência da amplitude de oscilação da amostra para o campo magnético de 5 T aplicado ao longo do eixo *c*.

Na Fig. 4.19 (a) é possível observar que na amplitude de 5 mm a temperatura de irreversibilidade magnética é de aproximadamente 79,8 K e para a amplitude de 1 mm a temperatura de irreversibilidade é de 85,6 K. Esta diferença de temperatura causa um deslocamento considerável na linha de irreversibilidade magnética, resultando em temperaturas de irreversibilidade consideravelmente abaixo das temperaturas de resistência nula, caso não seja realizado uma correção, contrariando o comportamento esperado teoricamente. Mais detalhes serão apresentados e discutidos no capítulo 5.

A partir dos dados do ajuste linear foi possível calcular a temperatura de irreversibilidade magnética quando a amplitude de oscilação da amostra for zero, sendo que a temperatura obtida foi de 87,33 K para $H//ab$, a qual pode ser obtida também a partir da extrapolação do ajuste, como mostra a Fig. 4.19 (a). A mesma análise foi realizada para as medidas ao longo do eixo *c*, onde obteve-se uma temperatura de irreversibilidade magnética de 78,74 K quando a amplitude de oscilação da amostra for extrapolada para zero.

Para a amostra A2 também foram realizadas medidas de amplitude de oscilação da amostra. Não foi detectada nenhuma variação significativa da temperatura de irreversibilidade com a amplitude de oscilação. Como as medidas

nesta amostra foram realizadas no SQUID, ao contrário da amostra A1, aparentemente tal equipamento possui uma maior homogeneidade de campo em relação ao VSM, sendo assim, não foi necessário nenhuma correção para a amostra A2.

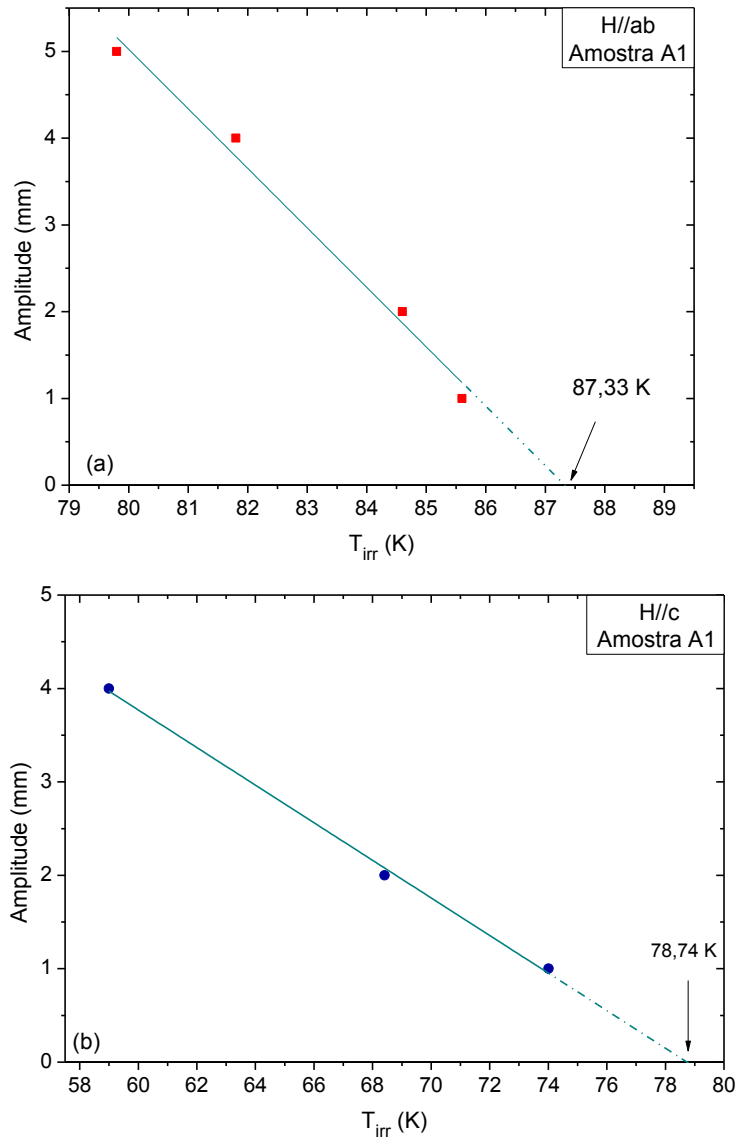


Figura 4.19: Influência da amplitude de oscilação da amostra em função da temperatura de irreversibilidade magnética, para a amostra A1 e num campo magnético de 5 T aplicado ao longo (a) do plano ab e (b) do eixo c .

4.3.4 Irreversibilidade magnética nos comportamentos ZFC e FC

Analisando os resultados apresentados anteriormente foi possível determinar a temperatura de irreversibilidade magnética para diversos regimes de campo magnéticos empregados. A Fig. 4.20 representa o comportamento ZFC e FC para a amostra A1, com um campo magnético de 0,001 T aplicado ao longo do plano *ab*. No *inset* da Fig. 4.20 é apresentado o comportamento das medidas no intervalo de temperatura em que foram realizadas, e o gráfico principal representa as mesmas curvas, porém, num determinado intervalo de temperatura onde é possível determinar o limite irreversível, sendo que o ponto onde as duas curvas se separam define a temperatura de irreversibilidade magnética, T_{irr} (H).

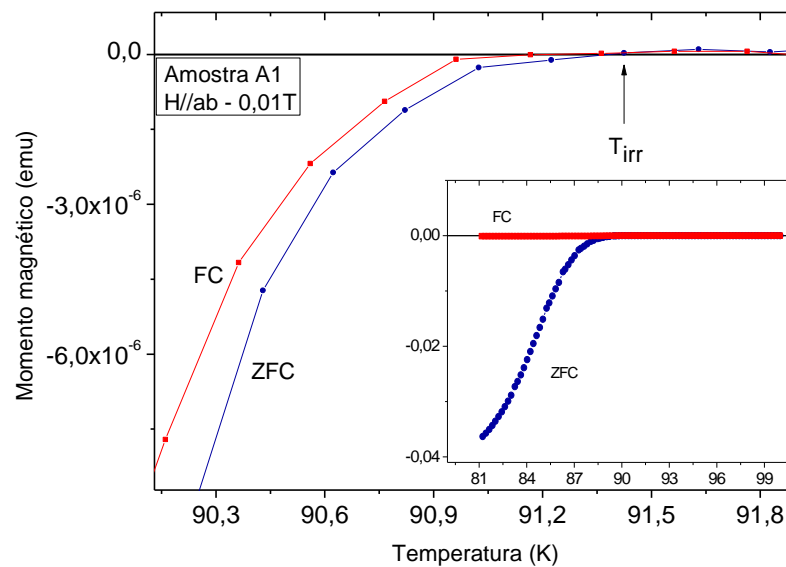


Figura 4.20: Medidas do momento magnético segundo os procedimentos ZFC e FC na amostra A1, com um campo magnético de 0,001 T aplicado ao longo do plano *ab*. No *inset* são apresentadas as medidas em todo o intervalo de temperatura em que foram realizadas. O gráfico principal mostra as mesmas curvas do *inset*, porém, num determinado intervalo de temperatura, onde é possível determinar a temperatura de irreversibilidade magnética com maior clareza.

4.3.4.1 Determinação da temperatura de irreversibilidade magnética

A temperatura de irreversibilidade magnética pode ser obtida, com maior precisão, a partir da interpolação e subtração entre as medidas ZFC e FC. A Fig. 4.21 representa a diferença do momento magnético ΔM (FC-ZFC) em função da temperatura para a amostra A1, com um campo magnético de 0,001 T aplicado na direção paralela aos planos de condução. O *inset* da Fig. 4.21 mostra a variação do momento magnético ΔM abrangendo todo o intervalo de temperatura em que as medidas foram realizadas, e o gráfico principal apresenta a mesma curva ΔM em um determinado intervalo de temperatura reduzido para uma melhor visualização da temperatura de irreversibilidade magnética, sendo que o primeiro ponto onde ΔM for zero assinala a temperatura de irreversibilidade magnética.

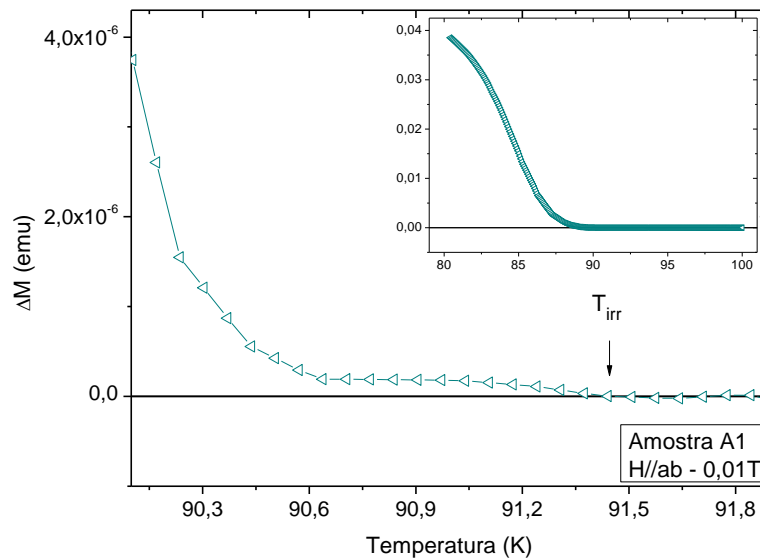


Figura 4.21: Curva da subtração entre os momentos magnéticos ZFC e FC em função da temperatura para a amostra A1, com um campo magnético de 0,001 T aplicado na orientação de $H//ab$. No *inset* é apresentada a curva de subtração em todo o intervalo de temperatura, e o gráfico principal apresenta a mesma curva, porém, em um intervalo menor de temperatura, sendo que o primeiro ponto onde ΔM for zero assinala a irreversibilidade magnética.

4.3.4.2 Linha de irreversibilidade magnética

A linha de irreversibilidade magnética é obtida através dos pontos experimentais de $T_{\text{irr}}(H)$, conforme apresentado na seção anterior. A linha de irreversibilidade magnética delimita duas importantes regiões: acima da linha de irreversibilidade magnética encontra-se a região reversível e abaixo a região irreversível. A seguir serão apresentados os resultados experimentais para as linhas de irreversibilidade magnética nas amostras A1 e A2, nas orientações de campo magnético aplicado paralelo aos planos de condução e ao longo do eixo c .

4.3.4.2.1 Amostra crescida pelo método Bridgman

A Fig. 4.22 representa as linhas de irreversibilidade magnética para a amostra A1 nas orientações $H//ab$ e $H//c$, para intensidades de campo magnético entre 0,001 T até 5 T e 0,005 T até 5 T, respectivamente. Na Fig. 4.22 observa-se que a disposição dos pontos de $T_{\text{irr}}(H)$ segue a funcionalidade descrita pela lei de potência prevista pelo modelo de *flux creep gigante* ^[44], conforme apresentado na seção 2.2.2.2, sendo representado pela linha contínua junto aos pontos de T_{irr} na Fig. 4.22.

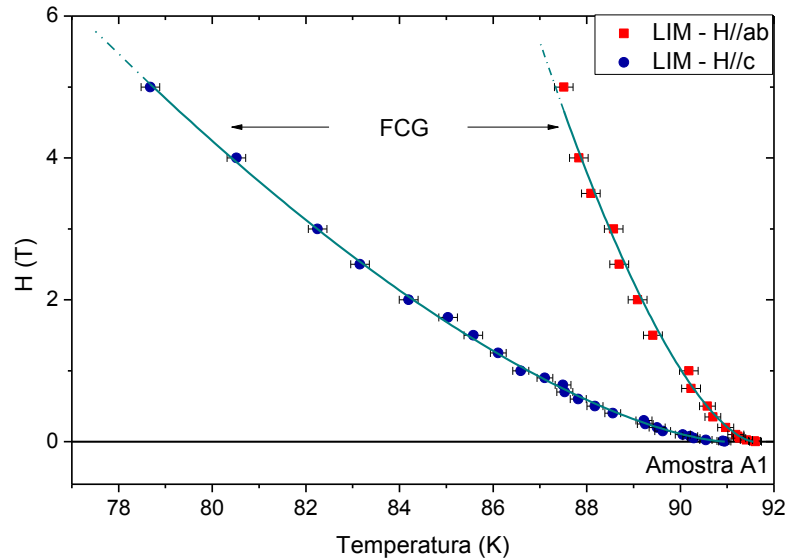


Figura 4.22: Linha de irreversibilidade magnética para a amostra A1 nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c . A linha contínua junto aos pontos de T_{irr} representam o ajuste matemático segundo a lei de potência descrita pelo modelo *flux creep* gigante para as duas orientações de campo aplicado.

4.3.4.2.2 Amostra crescida pelo método da semente

A Fig. 4.23 apresenta as linha de irreversibilidade magnética para a amostra A2 nas orientações de campo magnético aplicado ao longo do plano ab e ao longo do eixo c , com intensidades de campo entre 0,001 T e 5 T em ambas as orientações. Na Fig. 4.23 (a) a linha contínua junto aos pontos de T_{irr} representam o ajuste matemático utilizado para descrever a linha de irreversibilidade magnética, sendo que para campos magnéticos a acima de 0,3 T as linhas foram descritas pela lei de potência segundo o modelo *flux creep* gigante^[44]. A Fig. 4.23 (b) representa a linha de irreversibilidade magnética em baixos campos magnéticos, sendo a linha contínua junto aos pontos de T_{irr} representativas para o ajuste matemático segundo o modelo vidro supercondutor. Para campos magnéticos abaixo de 0,1 T a linha de irreversibilidade magnética é descrita por uma lei de potência do tipo Almeida-Thouless^[49], e para campos entre 0,1 T até 0,3 T a mesma é descrita por uma lei de potência do tipo Gabay-Toulouse^[50].

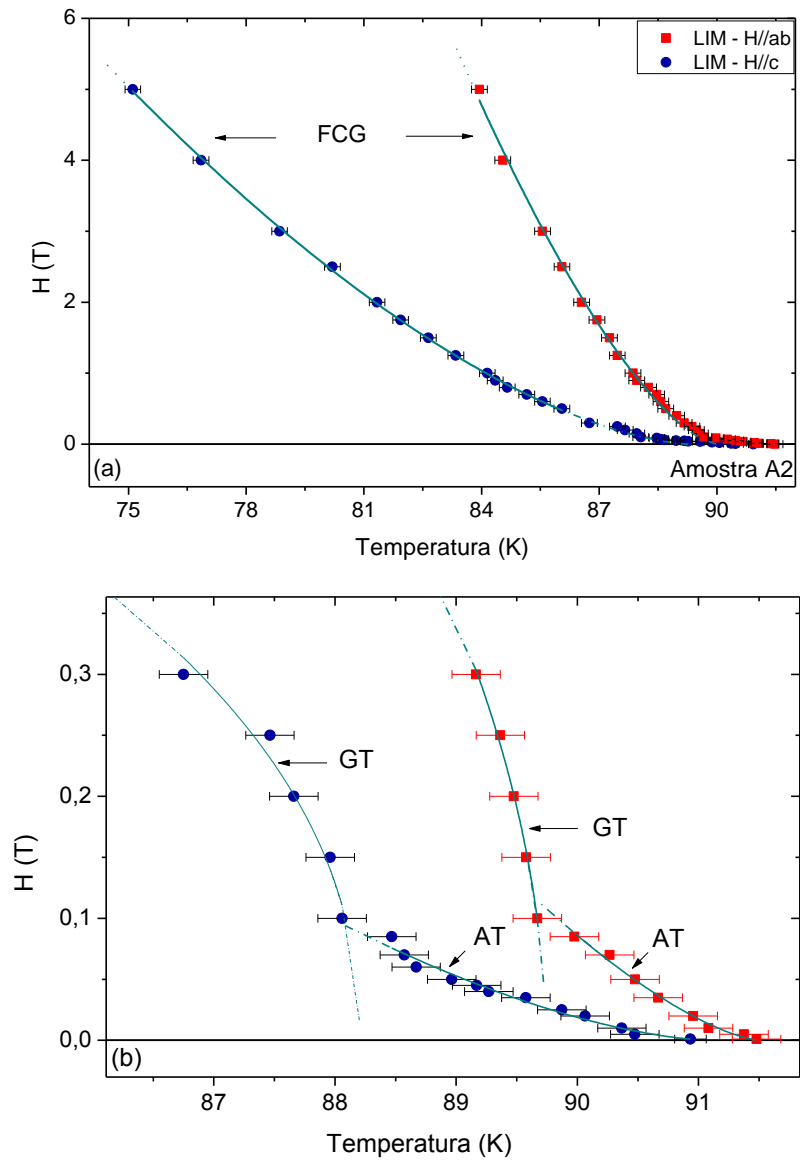


Figura 4.23: (a) Linha de irreversibilidade magnética para a amostra A2 nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c , onde a linha contínua junto aos pontos de T_{irr} representam o ajuste matemático segundo a lei de potência descrita pelo modelo *flux creep* gigante para as duas orientações de campo magnético acima de 0,3 T. (b) Representação dos ajustes teóricos na região de campos magnéticos abaixo de 0,3 T, sendo estas linhas de irreversibilidade magnética descritas segundo uma lei de potência do tipo Almeida-Thouless (AT) em baixos campos e do tipo Gabay-Toulouse (GT) para campos intermediários.

4.3.5 Discussão dos resultados

Na seção 4.3.4.2 foram apresentados os resultados referentes às linhas de irreversibilidade magnética nas orientações H//ab e H//c para as amostras A1 e A2.

Para a amostra A1, representada pela Fig. 4.22, a linha de irreversibilidade magnética para H//ab e H//c obedecem à lei de potência prevista pela teoria de *flux creep* gigante, de acordo com a eq. (2.10),

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

onde t é a temperatura reduzida e é dada por $t = \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(0)}$, sendo α , H_0 e $T_{irr}(0)$ os parâmetros de ajuste.

A Tab. 4.1 apresenta os parâmetros de ajuste obtidos a partir dos modelos teóricos utilizados para descrever as linhas de irreversibilidade magnética nas amostras A1 e A2 nas orientações de campo magnético paralelo ao plano *ab* e ao longo do eixo *c*.

Tabela 4.1: Valores para os parâmetros de ajuste α , H_0 e $T_{irr}(0)$ para os regimes FCG (*flux creep* gigante), AT (Almeida-Thouless) e GT (Gabay-Toulouse).

	Amostra	Modelo	α	H_0 (T)	$T_{irr}(0)$ (K)
H//ab	Amostra A1	FCG	$1,6 \pm 0,13$	679,4643	91,58
H//c		FCG	$1,5189 \pm 0,03$	104,9914	91,00
H//ab	Amostra A2	AT	$1,4505 \pm 0,18$	33,3012	91,5038
		GT	$0,5241 \pm 0,11$	4,2936	89,7368
		FCG	$1,5123 \pm 0,11$	286,9249	90,00
H//c		AT	$1,60 \pm 0,38$	21,8984	91,1055
		GT	$0,45 \pm 0,22$	1,9909	88,2021
		FCG	$1,60 \pm 0,05$	94,0445	89,3339

A Fig. 4.22 mostra que o ajuste realizado com a eq. (2.10) contempla todos os pontos de $T_{irr}(H)$ em ambas as orientações de campo. Na Tab.4.1 observa-se

que o valor experimental obtido para o expoente α foi próximo do valor previsto teoricamente pelo modelo *flux creep* gigante ($\alpha \sim 1,5$) [44, 58]. O fato das linhas de irreversibilidade magnética na amostra A1 terem sido descritas unicamente pelo modelo *flux creep* gigante pode ser um indicativo acerca da boa qualidade desta amostra, a qual apresenta aparentemente um fraco caráter granular, sendo possivelmente composta de regiões supercondutoras bem conectadas entre si. Neste caso, o fluxo de Abrikosov se comporta com se estivesse num meio homogêneo, sendo este o fator relevante na dinâmica de fluxo.

As linhas de irreversibilidade magnética para a amostra A2, Fig. 4.23, foram ajustadas segundo os modelos *flux creep* gigante e vidro supercondutor. A linha contínua junto aos pontos de T_{irr} em campos magnéticos acima de 0,3 T, Fig. 4.23 (a), representam o ajuste matemático segundo a lei de potência prevista pelo modelo *flux creep* gigante, de acordo com a eq. (2.10), nas orientações com $H//ab$ e $H//c$. Porém, em campos magnéticos menos intensos é claramente notável que os dados de $T_{\text{irr}}(H)$ se afastam sistematicamente do ajuste de altos campos e não seguem a funcionalidade prevista pelo modelo *flux creep* gigante, conforme pode ser observado na Fig. 4.23 (b). Este comportamento da linha de irreversibilidade magnética em campos magnéticos mais baixos mostram-se bem ajustados por leis de potência do tipo Almeida-Thouless e Gabay-Toulouse, segundo o modelo vidro supercondutor.

A lei de potência do tipo Almeida-Thouless (AT), utilizada para descrever o comportamento da linha de irreversibilidade magnética, apresenta a mesma funcionalidade matemática utilizada no modelo *flux creep* gigante, eq. (2.10), porém, suas interpretações do ponto de vista físico são completamente diferentes. A eq. (2.10) ajusta, com boa precisão, os dados experimentais de $T_{\text{irr}}(H)$ nas orientações $H//ab$ e $H//c$ para campos de 0,001 T até 0,085 T. Os parâmetros obtidos a partir do ajuste estão expostos na Tab. 4.1, onde é possível observar que o expoente α difere muito pouco do valor previsto para este modelo ($\alpha \sim 1,5$) [49,58].

Para a amostra A2, no intervalo de campos entre 0,1 T e 0,3 T, tanto para $H//ab$ como para $H//c$, a Fig. 4.23 (b) mostra que ocorre uma mudança na funcionalidade das linhas nesta região. Neste intervalo de campo observa-se que os dados de $T_{\text{irr}}(H)$ seguem aproximadamente uma lei de potência do tipo Gabay-Toulouse (GT) com expoente $\alpha \sim 0,5$, sendo esta similar a eq. (2.10). Os parâmetros

obtidos pelo ajuste segundo a lei de potência GT estão representados na Tab. 4.1 para as orientações $H//ab$ e $H//c$. Os valores obtidos para o expoente α são próximos aos encontrados na literatura [50, 58].

O comportamento apresentado pelas amostras A1 e A2 não se apresenta de forma isolada. Na literatura outros resultados sobre a irreversibilidade magnética apresentam comportamentos semelhantes aos obtidos nas Fig. 4.22 e Fig. 4.23 [14].

De acordo com o modelo *flux creep* gigante, o fluxo magnético é aprisionado na forma de vórtices nas imperfeições da rede cristalina, sendo que este fluxo pode ser ativado termicamente, superando a barreira de *pinning*. Sendo assim, a linha contínua nas Figs. 4.22 e 4.23 (a) representam a linha de irreversibilidade magnética, interpretada com uma linha de *depinning* no diagrama $H \times T$, que define duas importantes regiões: a reversível e a irreversível. Acima da linha de irreversibilidade magnética encontra-se a fase reversível, onde os vórtices podem mover-se livremente pela amostra ocasionando efeitos dissipativos e a esta passa a apresentar resistência à passagem de corrente elétrica e uma densidade de corrente crítica nula ou aproximadamente nula. Por outro lado, abaixo desta linha tem-se a região irreversível, onde os vórtices têm seus movimentos fortemente reduzidos pelos centros de aprisionamento e a amostra passa a apresentar resistência nula à passagem de corrente elétrica, resultando em uma densidade de corrente crítica finita.

Na amostra A2, as linha de irreversibilidade magnética foram descritas por dois modelos teóricos: *flux creep* gigante e vidro supercondutor, o qual caracteriza um sistema com desordem e frustração. As amostras que apresentam um caráter granular podem ser tratadas como um conjunto de grãos supercondutores acoplados via junção Josephson, e a dinâmica de fluxo magnético deve-se a duas contribuições: dinâmica de fluxo de Josephson (intergranular) que ocorre em baixas intensidades de campo magnético, onde se têm os comportamentos AT e GT, sendo que nesta região verifica-se os efeitos de frustração nos grãos devido à aplicação do campo magnético; e a dinâmica de fluxo de Abrikosov (intragranular) em campos magnéticos mais intensos em que a linha de irreversibilidade magnética é descrita pelo modelo *flux creep* gigante.

Como o modelo do vidro supercondutor propõe a existência de um arranjo de grãos desordenados e fracamente acoplados, foi proposto o Hamiltoniano, dado pela eq. (2.11), para descrever estes sistemas, escrito como

$$H = -\sum_{i,j} J_{ij} \cos(\theta_i - \theta_j - A_{ij}),$$

onde o termo A_{ij} representa os deslocamentos de fase induzidos pelo campo magnético aplicado entre os grãos i e j . Na eq. (2.11) o campo magnético desloca a fase do parâmetro de ordem GL ao longo das componentes transversais dos elos fracos. Devido ao ordenamento aleatório das junções, a aleatoriedade dos fatores de fase A_{ij} juntamente com a multiconectividade dos grãos conduz à acoplamentos conflitantes, tornando a minimização das energias de acoplamento de todas as junções entre os grãos impossíveis de se realizar. Ao congelar-se tal sistema torna-se frustrado e apresenta quebra da ergodicidade. Com o aumento do campo magnético, as distorções aleatórias do fator de fase A_{ij} enfraquecem cada vez mais o acoplamento de fase dos grãos e a capacidade do agregado de bloquear o fluxo de vórtices de Josephson. Sendo assim, a frustração do agregado de grãos e a irreversibilidade magnética estão intimamente ligadas quando baixos campos são aplicados ^[42].

De acordo com o modelo vidro superconductor, a linha de irreversibilidade magnética separa duas importantes regiões. Abaixo da linha de irreversibilidade magnética, onde a dinâmica de fluxo é irreversível, o parâmetro de ordem superconductor encontra-se em uma configuração de fases aleatórias congeladas. A região acima da linha de irreversibilidade magnética, onde a dinâmica de fluxo é reversível, os mecanismos de aprisionamento dos vórtices tornam-se ineficazes.

Com relação à anisotropia das linhas de irreversibilidade magnética, as amostras A1 e A2 apresentaram uma forte anisotropia, que pode ser observado a partir da separação entre as linhas de irreversibilidade ao longo do plano ab e do eixo c . Devido a forte anisotropia das linhas pode-se supor que as amostras A1 e A2 apresentem uma possível boa orientação cristalográfica, o que é característico de amostras texturizadas.

5 Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética

5.1 Introdução

Neste capítulo será abordado a correlação entre a linha de resistência nula e a linha de irreversibilidade magnética no supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado crescido pelas técnicas Bridgman e da semente. Será discutido o comportamento das linhas de T_{c0} e T_{irr} e a relação entre elas.

5.2 Determinação da resistência nula

O gráfico principal da Fig. 5.1 mostra a determinação da temperatura de resistência nula (T_{c0}), a qual se encontra no primeiro ponto em que o valor da resistência elétrica for zero. O *inset* da Fig. 5.1 apresenta a transição resistiva para a amostra A1 num campo magnético de 2 T aplicado ao longo do plano *ab* e com a corrente elétrica paralela ao plano *ab*, porém, perpendiculares entre si. Para cada uma das cinco configurações de campo-corrente e para cada intensidade de campo magnético aplicado haverá uma diferente temperatura de resistência nula. Nas seções 5.3 e 5.4 serão apresentadas as linhas de resistência nula nas 5 configurações de campo-corrente empregadas nas amostras A1 e A2.

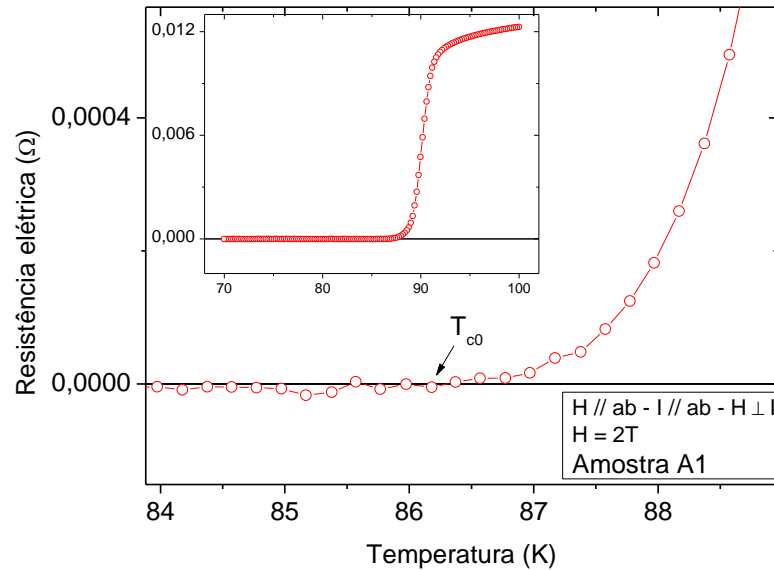


Figura 5.1: Detalhe da transição resistiva na amostra A1 num campo magnético de 2 T na configuração $H//ab$ e $I//ab$ ($H \perp I$) com a determinação da temperatura de resistência nula, T_{c0} . O *inset* apresenta a mesma curva em uma faixa de maior temperatura.

5.3 Amostra crescida pelo método Bridgman

A Fig. 5.2 apresenta a correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética para a amostra A1. As temperaturas de resistência nula, dadas por T_{c0} , são representadas por pontos abertos com suas respectivas barras de erro para cada uma das configurações de campo-corrente. Os valores de T_{c0} foram obtidos conforme procedimento descrito na seção 5.2 como ilustrado na Fig. 5.1. Os pontos fechados na Fig. 5.2 representam a linha de irreversibilidade magnética com suas respectivas barras de erro, nas orientações de campo magnético ao longo do plano ab e do eixo c , sendo esses pontos obtidos a partir das medidas do momento magnético ZFC e FC, conforme apresentado no capítulo 4. A linha contínua junto aos pontos de T_{irr} representa o ajuste segundo o modelo flux creep gigante.

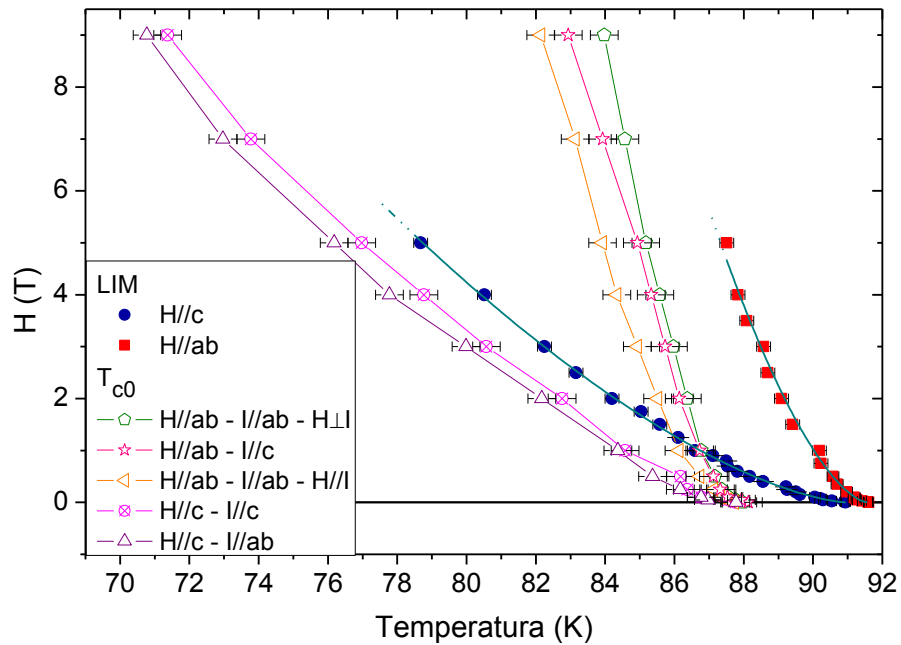


Figura 5.2: Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética para a amostra A1. Os pontos abertos no gráfico representam os valores de T_{c0} nas 5 configurações de campo-corrente utilizadas para as medidas de magnetoresistência. Os pontos fechados representam os valores de T_{irr} nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c , sendo que a linha contínua sobre os pontos de T_{irr} são referentes ao ajuste teórico pelo modelo de *flux creep* gigante.

5.3.1 Influência da amplitude de medida

A Fig. 5.3 ilustra a correlação entre as linhas de resistência nula e irreversibilidade magnética na amostra A1, sem a correção de amplitude de oscilação discutida na seção 4.3.3 para as medidas de momento magnético. As temperaturas de resistência nula e de irreversibilidade magnética foram obtidas conforme os procedimentos apresentados nas seções 4.3.4 e 5.2. Na Fig. 5.3 as linhas com pontos abertos representam as temperaturas de resistência nula nas 5 configurações de campo-corrente, sendo estes valores de temperatura de resistência nula os mesmos apresentados na Fig. 5.2. Os pontos fechados representam as temperaturas de irreversibilidade magnética nas orientações de campo magnético aplicado ao longo do plano ab e do eixo c . A linha contínua sobre os pontos de T_{irr} representa o ajuste matemático a partir do modelo teórico *flux creep* gigante, conforme apresentado na seção 4.3.4.2.

Observa-se na Fig. 5.3 que as linhas de T_{c0} encontram-se acima do limite de irreversibilidade, porém, este comportamento não é o esperado teoricamente. No entanto, observa-se na Fig. 5.2 que os pontos de T_{irr} , com a correção da amplitude de oscilação, encontram-se em valores acima das linhas de T_{c0} , sendo este o comportamento esperado fisicamente, como será melhor descrito na seção 5.3.2. É importante ressaltar que a correção da amplitude de oscilação da amostra foi realizada apenas nas temperaturas de irreversibilidade, sendo assim, as linhas de T_{c0} permaneceram inalteradas.

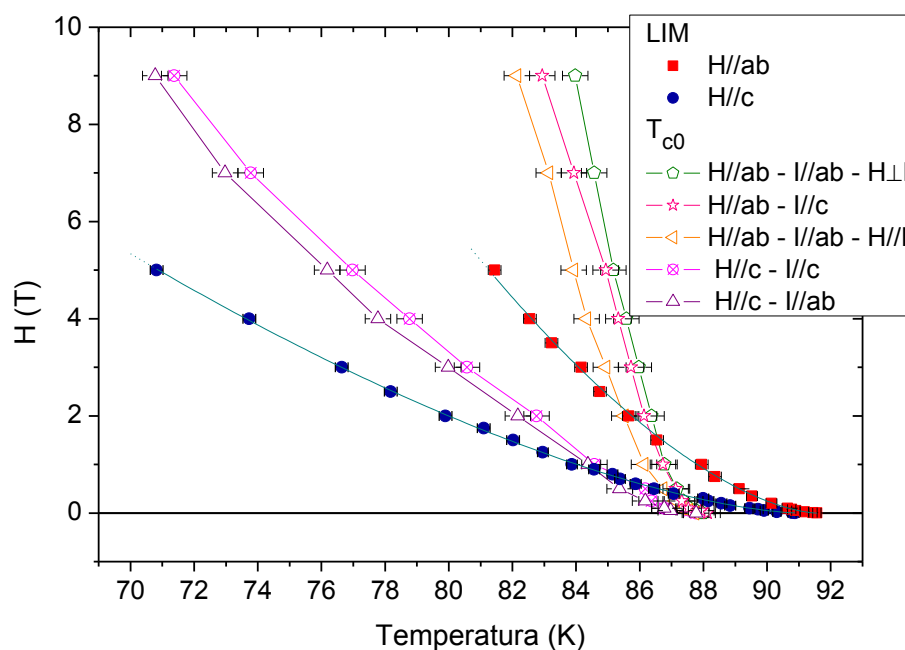


Figura 5.3: Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética para a amostra A1, porém sem a correção para a amplitude de oscilação nas medidas magnéticas. Os pontos abertos no gráfico representam os valores de T_{c0} nas 5 configurações de campo-corrente utilizadas para as medidas de magnetoresistência, e os pontos fechados representam os valores de T_{irr} nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c , sendo que a linha contínua sobre os pontos de T_{irr} são referentes ao ajuste teórico pelo modelo de *flux creep* gigante. Observa-se uma clara diferença no posicionamento das linhas de irreversibilidade quando comparadas com os resultados da Fig. 5.2.

Para a amostra A2 as 5 linhas de resistência nula encontram-se abaixo dos respectivos limites de irreversibilidade, tanto para $H//ab$ como $H//c$. Nesta amostra, a exemplo da amostra A1, as medidas de momento magnético também foram realizadas no magnetômetro de SQUID, porém não foi necessário a realização de medidas de checagem da influência da amplitude de oscilação. Isso se justifica pelo

fato das mesmas terem sido feitas em uma menor amplitude de oscilação, da ordem de 1 cm, ao passo que para a amostra A1 a amplitude utilizada foi de 4 cm. A utilização do equipamento VSM e não de um SQUID para a checagem da influência da amplitude de oscilação se deve unicamente ao fato da indisponibilidade do mesmo, por problemas criogênicos, no momento em que tais medidas necessitaram ser feitas em virtude dos problemas constatados. Como se tratam de equipamentos com parâmetros diferentes, os valores empregados nos testes tiveram de ser diferentes, o que justifica o fato de terem sido empregadas amplitudes da ordem de milímetros, e não da ordem de centímetros, conforme apresentado na figura 4.19, na seção 4.3.3.

5.3.2 Discussão dos resultados

Na Fig. 5.2 foram apresentadas as linhas de resistência nula e irreversibilidade magnética com a correção da amplitude de oscilação da amostra, como discutido na seção 4.3.4.1, onde se pode observar que as linhas de resistência nula encontram-se abaixo do limite irreversível. Isso se justifica pois abaixo da linha de irreversibilidade magnética encontra-se a região irreversível, onde os vórtices encontram-se aprisionados, com seus movimentos fortemente restritos, de modo que a amostra passa a apresentar resistência nula à passagem de corrente elétrica.

A Fig. 5.3 representa a correlação entre as temperaturas de resistência nula e de irreversibilidade magnética para a amostra A1 sem a correção da amplitude de oscilação da amostra. Observa-se que as linhas de T_{c0} encontram-se acima do limite de irreversibilidade nas duas orientações de campo. Este comportamento não é aceitável fisicamente, pois acima da linha de irreversibilidade magnética os vórtices podem mover-se livremente e a amostra deve apresentar resistência à passagem de corrente elétrica. Comparando as Figs. 5.2 e 5.3 observa-se que ocorreu uma sensível mudança no posicionamento das linhas de irreversibilidade magnética quando é feita a correção, passando a apresentar o comportamento esperado, sendo assim, pode-se afirmar que, para esta amostra, as medidas realizadas apresentaram temperaturas de irreversibilidade magnética que variaram com a amplitude de oscilação da amostra, podendo esta amplitude de oscilação influenciar

bastante na interpretação dos resultados obtidos, em função da inhomogeneidade do campo magnético durante o processo de medida. Observa-se que para o campo magnético de 5 T aplicado paralelo ao plano ab a linha deslocou-se de aproximadamente 7 K comparando a Fig. 5.2 com a Fig. 5.3. A necessidade de correção destes dados para pequenas amplitudes se deve ao fato das medidas magnéticas terem sido feitas inicialmente com uma amplitude de oscilação elevada, porém, conforme o padrão normalmente utilizado no referido equipamento.

Analisando a Fig. 5.2, é possível observar que as linhas de T_{c0} na orientação de campo magnético paralelo ao plano ab , nas três configurações de campo-corrente, ocorrem em temperaturas bem próximas entre si, sendo assim pode-se dizer que as linhas de T_{c0} para esta amostra pouco dependem da configuração de campo-corrente. Observa-se que nas configurações com o campo magnético perpendicular a corrente elétrica, na qual a força de Lorentz atua fazendo com que os vórtices apresentem uma velocidade de deriva, as linhas de T_{c0} encontram-se acima da linha de T_{c0} na configuração de $H//I$, onde não se tem a ação da força de Lorentz. Devido a este comportamento das linhas de T_{c0} pode-se dizer que a força de Lorentz desempenha um papel pouco relevante nas transições resistivas, sendo os centros de *pinning* eficazes no aprisionamento dos vórtices.

Um comportamento semelhante é observado na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c , onde a linha de T_{c0} na configuração com $H//I$ encontra-se bem próxima da linha de T_{c0} na configuração $H\perp I$, conforme mostram as Figs. 5.2 ou 5.3. Sendo assim, pode-se afirmar também que a força de Lorentz pouco influencia, pois na amostra A1 a força de aprisionamento de vórtices é maior que a força de Lorentz, fazendo com que os vórtices fiquem aprisionados.

Analisando a Fig. 5.2 observa-se também que as linhas de T_{c0} na orientação de campo magnético aplicado ao longo do plano ab encontram-se em temperaturas mais elevadas quando comparadas com as linhas de T_{c0} na orientação de campo magnético aplicado ao longo do eixo c . Isso ocorre pois na orientação de $H//ab$, tem-se a contribuição do *pinning* intrínseco, o qual colabora para o aprisionamento eficaz dos vórtices nesta orientação. Porém, quando o campo magnético é aplicado ao longo do eixo c não se tem a contribuição do *pinning* intrínseco, fazendo com que a temperatura de resistência nula seja menor nesta orientação.

Como apresentado no capítulo 4, na Fig. 4.22, as linhas de irreversibilidade magnética nas orientações $H//ab$ e $H//c$ foram descritas unicamente pelo modelo *flux*

creep gigante, sendo este característico de amostras que apresentam fraca granularidade, compostas de regiões supercondutoras bem conectadas entre si. De acordo com este modelo, os vórtices podem ser termicamente ativados sobre uma barreira de *pinning* e a dinâmica de fluxo dominante é a de Abrikosov, sendo a linha de irreversibilidade magnética representada por uma linha de *depinning* no diagrama H-T, que separa a região reversível da região irreversível.

Na Fig. 5.2 observa-se uma pequena diferença de temperatura entre o limite de irreversibilidade magnética e a linha de resistência nula, sinalizado para um comportamento com fraco caráter granular. Como a resistência elétrica e a irreversibilidade magnética não dependem das mesmas partes da amostra, o limite irreversível será obtido quando houver um conjunto de grãos bem acoplados que sejam capazes de aprisionar as linhas de fluxo magnético, porém a resistência elétrica será zero apenas quando existir uma ordem de longo alcance por onde a corrente elétrica possa fluir facilmente pela amostra, sendo assim, os valores de resistência nula ocorrem em temperaturas abaixo do limite irreversível. Um indicativo da fraca granularidade da amostra A1 é o fato das linhas de irreversibilidade magnética terem sido descritas unicamente pelo modelo *flux creep* gigante, característico de amostras homogêneas.

Analisando as linhas de irreversibilidade magnética, na Fig. 5.2, é possível verificar que a amostra A1 apresenta uma forte anisotropia, a qual pode ser observada a partir da separação entre as linhas de irreversibilidade para H//ab e H//c, que nesta amostra é de aproximadamente 9 K para um campo magnético de 5 T. Esse comportamento das linhas de irreversibilidade magnética é indicativo da possível boa orientação cristalográfica da amostra A1 [6, 8, 11]. Este comportamento das linhas de irreversibilidade magnética pode ser atribuído à maneira como os vórtices se organizam no interior da amostra quando um campo magnético é aplicado. No caso do campo magnético aplicado ao longo do plano *ab*, os vórtices têm seus movimentos restritos nas camadas isolantes, colaborando assim para um *pinning* intrínseco, porém, quando o campo magnético for aplicado paralelo ao eixo *c* os vórtices atravessam as camadas isolantes, formando estruturas conhecidas como “vórtices panqueca”, sendo assim as temperaturas de irreversibilidade magnética para campos aplicados ao longo do eixo *c* são menores que no plano *ab*. A partir das linhas de T_{c0} observa-se também um forte comportamento anisotrópico com relação ao campo magnético aplicado, já que as temperaturas de resistência nula

para H//c ocorrem em valores claramente inferiores quando comparados com medidas para H// ab.

5.4 Amostra crescida pelo método da semente

A Fig. 5.4 apresenta o gráfico de correlação entre as linhas de resistência nula e a irreversibilidade magnética para a amostra A2. As linhas de T_{c0} são identificadas por pontos abertos com suas respectivas barras de erro para cada uma das 5 configurações de campo-corrente. Os pontos fechados na Fig. 5.4 representam os valores de T_{irr} para campos magnéticos de até 5 T aplicados paralelamente ao plano *ab* e ao longo do eixo *c*. A linha contínua sobre os pontos de T_{irr} representam os ajustes matemático segundo os modelos do teórico *flux creep* gigante e do vidro superconductor, conforme discutidos no capítulo 4.

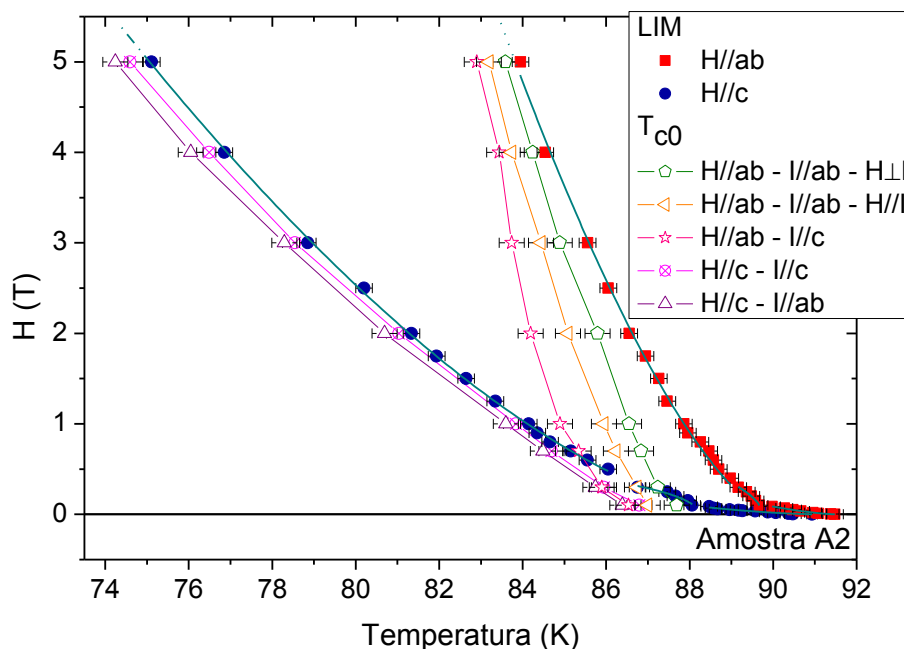


Figura 5.4: Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética para a amostra A2. Os pontos abertos no gráfico representam os valores de T_{c0} nas 5 configurações de campo-corrente utilizadas para as medidas de magnetoresistência, os pontos fechados representam os valores de T_{irr} nas orientações de campo magnético aplicado paralelo ao plano *ab* e ao longo do eixo *c*, e a linha contínua sobre os pontos de T_{irr} são referentes aos ajustes pelos modelos *flux creep* gigante e vidro superconductor.

5.4.1 Discussão dos resultados

Analisando as linhas de resistência nula na amostra A2 (Fig. 5.4) quando o campo magnético é aplicado ao longo do plano ab , observa-se que a linha de T_{c0} na configuração de $I//ab$ com $H//I$ encontra-se em temperaturas menores quando comparada com a linha de T_{c0} na configuração de $I//ab$ com $H\perp I$, porém estes valores de temperatura são muito próximos, sendo assim, pode-se inferir que nesta configuração de $H\perp I$ a força de Lorentz desempenha um papel pouco relevante, com discutido no capítulo 4 e a exemplo do ocorrido com a amostra A1. No entanto, observa-se que na configuração de $H//ab$ com $I//c$ a linha de T_{c0} encontra-se abaixo das linhas de T_{c0} com $I//ab$, sendo assim, pode-se concluir que quando a corrente elétrica é aplicada ao longo do eixo c nesta amostra tem-se a contribuição da força de Lorentz que dará origem ao movimento de deriva dos vórtices, e neste caso a força de Lorentz é maior que a força de pinning, resultando em uma linha de T_{c0} com valores menores quando comparados com as linhas de T_{c0} nas configurações com $I//ab$.

Na orientação de campo magnético aplicado paralelo ao eixo c , a linha de T_{c0} na configuração com $I//c$ praticamente coincide com a linha de T_{c0} na configuração com $I//ab$, sendo assim, a força de Lorentz pouco influencia na velocidade de deriva dos mesmos, resultando em linhas de T_{c0} bem próximas para esta configuração de campo magnético.

Como apresentado no capítulo 4, na Fig. 4.23 (a) e (b), as linhas de irreversibilidade magnética para a amostra A2 foram descritas pelos modelos de *flux creep* gigante e do vidro supercondutor. Na região de altos campos magnéticos, a linha de irreversibilidade magnética foi descrita pelo modelo *flux creep* gigante e para campos magnéticos baixos e intermediários foi descrito pelo modelo do vidro supercondutor por duas leis de potência: Almeida-Thouless e Gabay-Toulouse. Como as linhas de irreversibilidade magnética na amostra A2 foram descritas pelo modelo *flux creep* gigante e vidro supercondutor, o qual caracteriza sistemas com possível desordem e frustração, pode-se dizer que a amostra A2 é uma amostra com características granulares, porém, devido a pequena separação das linhas de T_{c0} e as linhas de T_{irr} , como mostra a Fig. 5.4, é possível afirmar que esta apresenta uma fraca granularidade. Como a resistência elétrica e a irreversibilidade magnética

não dependem das mesmas partes da amostra, o limite irreversível irá ocorrer quando os vórtices forem aprisionados, porém a resistência elétrica é zero somente quando uma ordem de longo alcance é obtida e a corrente elétrica possa fluir sem que ocorra dissipação. Na Fig. 5.4 pode-se dizer então que a irreversibilidade magnética e a resistência nula ocorrem quase juntas, ou seja, a amostra é pouco granular e a resistência zero é obtida mais facilmente.

Analisando a Fig. 5.4 observa-se que essa amostra apresenta uma forte anisotropia, o que pode ser indicativo de um bom alinhamento cristalográfico da mesma. As linhas de irreversibilidade magnética apresentam uma forte anisotropia devido a separação de aproximadamente 9 K entre as duas linhas pra um campo magnético de 5 T. Como explicado anteriormente, este comportamento vai depender de como os vórtices se organizam na amostra, de modo que se o campo magnético for aplicado ao longo do plano *ab* o movimento dos vórtices será restrito as camadas isolantes, porém, se o campo for aplicado ao longo do eixo *c* os vórtices atravessam as camadas isolantes, resultando em temperaturas de irreversibilidade menores neste eixo. Com relação às linhas de T_{c0} observa-se que quando o campo magnético é aplicado ao longo do eixo *c* as linhas de T_{c0} encontram-se em valores abaixo das linhas de T_{c0} na orientação de campo magnético paralelo ao plano *ab*.

Conclusões

Esta dissertação abordou um estudo experimental sobre propriedades elétricas e magnéticas e a correlação entre a resistência nula e o limite de irreversibilidade magnética no supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturizado. Foram investigadas duas amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, crescidas pelo método Bridgman (amostra A1), e pelo método da semente (amostra A2). Nesta dissertação foram realizadas medidas de magnetoresistência elétrica e de momento magnético, as quais foram utilizadas para determinação das temperaturas de resistência nula e temperaturas de irreversibilidade magnética, respectivamente.

Em relação aos resultados obtidos, as principais conclusões deste trabalho são resumidas abaixo:

I. Caracterização microscópica das amostras

a) A amostra A2 foi investigada pela técnica de microscopia eletrônica de varredura, onde foi possível observar a seqüência de planos supercondutores empilhados perpendiculares ao eixo c , indicando uma possível boa orientação desta amostra.

b) A partir da microscopia eletrônica de varredura também foi possível observar a presença da fase Y211 dispersa na matriz supercondutora, tanto na amostra A1 como na amostra A2, bem como a formação de algumas rachaduras sobre a superfície das mesmas.

c) A amostra A1 foi investigada pela técnica de microscopia eletrônica de transmissão, onde foi possível observar os planos de empilhamento perpendiculares ao eixo c , o que é indicativo da possível boa orientação desta amostra, a exemplo da amostra A2.

d) Por fim, a análise por microscopia eletrônica de transmissão mostrou que a interface entre o grão de Y211 e grão da fase Y123 é limpa, sem a formação de nenhuma nova estrutura.

II. Magnetoresistência elétrica

a) A partir das medidas de magnetoresistência elétrica foi possível concluir que as transições resistivas são moderadamente afetadas pelo campo magnético nas cinco configurações de campo-corrente empregadas para as duas amostras. Analisando a transição resistiva foi possível observar que em baixos campos magnéticos a transição coerente foi pouco afetada pelo campo, porém, quando campos magnéticos mais intensos foram aplicados observou-se um deslocamento progressivo tanto de T_{c0} como de T_c .

b) As medidas de magnetoresistência elétrica se mostraram pouco dependentes da configuração de campo-corrente, de modo que foi possível concluir, qualitativamente, que a força de Lorentz desempenha um papel pouco relevante na deriva dos vórtices. Este comportamento foi observado tanto para as medidas com campo magnético paralelo ao plano ab e ao longo do eixo c nas amostras A1 e A2.

c) As medidas de magnetoresistência elétrica com o campo magnético aplicado ao longo do plano ab ocorreram em temperaturas mais elevadas quando comparadas com as medidas de campo magnético aplicado ao longo do eixo c , sendo que este comportamento se deve possivelmente a contribuição do *pinning* intrínseco, o qual colabora para o aprisionamento dos vórtices quando o campo magnético for aplicado ao longo do plano ab .

III. Momento magnético segundo o procedimento ZFC e FC

a) Através da análise das medidas do momento magnético em função da temperatura, segundo o procedimento ZFC, foi possível observar o enfraquecimento do efeito de blindagem magnético em temperaturas e campos magnéticos elevados nas orientações de campo magnético aplicado ao longo do plano ab e do eixo c , tanto na amostra A1 como na amostra A2.

b) Para as medidas do momento magnético em função da temperatura, segundo o procedimento FC, foi observado na amostra A2 um comportamento paramagnético para um campo magnético de 0,001 T aplicado paralelo ao plano ab , o qual foi destruído com o aumento do campo magnético. Este comportamento paramagnético em baixos campos pode ser explicado a partir da blindagem

magnética devido a correntes de Josephson fluindo em defeitos na amostra, efeito esse conhecido como efeito Wohleben.

c) Para a amostra A1, no regime de altos campos magnéticos, as medidas FC apresentaram o efeito Meissner paramagnético, o qual se mostrou crescente com o campo magnético. Porém, na amostra A2, este comportamento não foi observado no intervalo em que a medida foi realizada. No entanto, observou-se uma tendência à ocorrência deste efeito para temperaturas abaixo de 80 K, quando o campo magnético foi aplicado paralelo ao plano *ab* na amostra A2. O efeito Meissner paramagnético pode ser interpretado com base no aprisionamento dos vórtices no interior da amostra num efeito de compressão de fluxo.

IV. Influência da amplitude de oscilação da amostra

a) Medidas complementares do momento magnético realizadas num equipamento do tipo PPMS-VSM, para a amostra A1, mostraram que a amplitude de oscilação da amostra influencia nas temperaturas de irreversibilidade magnética. Foi possível observar um aumento considerável da temperatura de irreversibilidade a medida que a amplitude de oscilação da amostra era reduzida. Este resultado pode ser atribuído à inhomogeneidades do campo magnético, tendo sido previsto teoricamente.

b) Os valores obtidos para as temperaturas de irreversibilidade magnética em função da amplitude de oscilação foram extremamente importantes para a correlação entre a linha de resistência nula e a linha de irreversibilidade magnética. Entende-se que as linhas de T_{c0} devam se situar abaixo do limite irreversível, caso contrário, não haveria explicação física para o comportamento destas acima do limite irreversível, pois nessa região a amostra apresenta resistência a passagem de corrente elétrica.

V. Linha de irreversibilidade magnética

a) Com os resultados experimentais obtidos para a linha de irreversibilidade magnética na amostra A1, pode-se concluir que a linha de irreversibilidade, tanto para $H//ab$ como para $H//c$, pode ser descrita unicamente pela lei de potência prevista pelo modelo *flux creep* gigante.

b) Com relação a amostra A2, os resultados experimentais para a linha de irreversibilidade magnética mostraram que a mesma pode ser descrita pelos modelos do *flux creep* gigante e do vidro supercondutor, tanto para a orientação de $H//ab$ como para $H//c$. No regime de altos campos magnéticos a linha de irreversibilidade magnética foi descrita pela lei de potência prevista pelo modelo do *flux creep* gigante. No regime de campos intermediários a linha de irreversibilidade foi descrita por uma lei de potência do tipo Gabay-Toulouse, e em baixos campos o comportamento foi descrito por uma lei de potência do tipo Almeida-Thouless.

VI. Correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética

a) Foi feita uma correção no posicionamento das linhas de irreversibilidade para a amostra A1, tanto para $H//ab$ quanto para $H//c$, em função da variação da amplitude de oscilação. Com essa correção estas linhas passaram a apresentar o comportamento esperado fisicamente, ficando acima das linhas correspondentes de T_{c0} . A justificativa de tal procedimento se deve à inhomogeneidade no campo magnético no interior das bobinas, para elevadas amplitudes de oscilação da amostra no interior do equipamento de medida. Tal procedimento não se fez necessário na amostra A2, em função desta amostra ter sido medida em amplitudes de oscilação livres de tais inhomogeneidades. Cabe aqui ressaltar que tal correção se fez necessária de modo a validar fisicamente a interpretação dos resultados experimentais. Mesmo as medidas tendo sido feitas num equipamento diferente do equipamento no qual as medidas magnéticas foram originalmente realizadas, tal comportamento revelou um importante resultado, inédito no nosso ponto de vista, porém apoiado por uma importante previsão existente na literatura.

b) A correlação entre a resistência nula e a irreversibilidade magnética, tanto para a amostra A1 como para a amostra A2, mostrou que as linhas de T_{c0} ocorrem abaixo do limite irreversível nas orientações de $H//ab$ e $H//c$. Isso corrobora com o comportamento esperado, pois abaixo da linha de irreversibilidade magnética os vórtices encontram-se aprisionados, de modo que a amostra passa a apresentar resistência nula.

c) A partir do comportamento das linhas de T_{c0} e de irreversibilidade magnética foi possível observar que as amostra A1 e A2 apresentaram um fraco caráter granular, devido a pequena separação entre o limite irreversível e a linhas de

T_{c0} , apesar da amostra A2 ter a irreversibilidade magnética sido descrita pelo modelo do vidro supercondutor.

d) Comparando as linhas de resistência nula na amostra A1 nas 5 configurações de campo-corrente, pode-se concluir que a força de Lorentz desempenha um papel pouco relevante no movimento dos vórtices, já que as linhas de T_{c0} ocorreram em temperaturas bem próximas entre si tanto para as orientações com $H//ab$ quanto para $H//c$.

e) Na amostra A2 foi observado que a força de Lorentz, na configuração $H//ab$ com $I//ab$, tanto para $H\perp I$ quanto para $H//I$, pouco influencia na deriva dos vórtices. No entanto, na configuração de $H//ab$ com $I//c$, a ação da força de Lorentz aparentemente influencia no movimento dos vórtices, resultando em temperaturas de resistência nula menores quando comparadas com as configurações de campo-corrente com $I//ab$. Para as configurações com $H//c$ foi observado novamente que a força de Lorentz pouco influencia na deriva dos vórtices, estando as linhas de T_{c0} bem próximas entre si.

f) A partir das linhas de irreversibilidade magnética e resistência nula foi possível observar a acentuada anisotropia planar das amostras A1 e A2. Este caráter anisotrópico conduz a uma possível boa orientação cristalográfica, característico de amostras texturizadas de boa qualidade.

Referências Bibliográficas

[1] BEDNORZ, J. G.; MÜLLER, K. A. Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O. **Zeitschrift für Physik B**, Berlin, v. 64, n.2, p. 189-193, Sep. 1986.

[2] 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**, Woodbury, v. 58, n. 9, p. 908-910, Mar. 1987.

[3] CAVA, R. J. et al. Bulk superconductivity at 91K in single phase oxygen deficient perovskite $Ba_2YCu_3O_{9-\delta}$. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 58, n. 16, p. 1676-1679, Apr. 1987.

[4] BENO, M. A. et al. Structure of the single-phase high temperature superconductor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. **Applied Physics Letters**, Woodbury, v. 51, n. 01, p. 57-59, July 1987.

[5] **Condensed Matter Physics**. Thin Film HTS Deposition, University of Birmingham <<http://www.cm.ph.bham.ac.uk/research/thinfilms/thinfilms.html>>

[6] JIN, S. **Processing and properties of high- T_c superconductors**. Singapore: World Scientific, 1993.

[7] ROMA, N. et al. Acid anhydrides: a simple route to highly pure organometallic solutions for superconducting films. **Superconductor Science and Technology**, Bristol, v. 19, n.6, p. 521-527, June 2006.

[8] MURAKAMI, M. **Melt processed high-temperature superconductors**. Singapore: World Scientific, 1992.

[9] 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.

[10] NIEVA, N. et al. Efecto del apartamiento de la estequiometria sobre La micro-estructura en el superconductor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. **Información Tecnológica**, v. 6, n. 06, p. 83-88, 1995.

[11] JIN, S. et al. Melt-textured growth of polycrystalline $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ with high transport J_c at 77K. **Physical Review B**, Woodbury, v. 37, n. 13, p. 7850-7853, May 1988.

[12] DIAS, F. T. **Efeito meissner paramagnético e magnetocondutividade em supercondutores de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ texturizado**. Tese (doutorado em ciências) - Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (2003).

[13] LEE. D. F. et al. Melt texturing of preferentially aligned $YBa_2Cu_3O_x$ superconductor by a seeded directional solidification method. **Journal of Applied Physics**, New York, v. 76, n. 1, p. 603-605, July 1994.

[14] BARBUT, J. M. et al. Courant critique continu supérieur à 1000 A dans un supraconducteur texturé par fusion de zone sous champ magnétique. **Journal de Physique III**, Paris, v. 4, n. 11, p. 2149-2157, Nov. 1994.

[15] Salama, K. e Lee, D. F. Progress in melt texturing of $YBa_2Cu_3O_x$ superconductor. **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v.7, p. 177-193, Mar. 1994.

[16] J. Wang, I. Monot. et al. Fabrication and characterization of large-grain $YBa_2Cu_3O_7$, **Physica C**, v. 304, p. 191–20, 1998.

[17] SALAMA, K. et al. Seeded directional solidification of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ superconductors. **Physica C**, Amsterdam, v. 235-240, p. 213-216, Dec. 1994.

[18] Xing-da Wu et al. Growth and investigation of SmBCO/Ag single grain bulk for batch production of Sm123 seed crystals. **Physica C**, v. 469, p. 1906-1909, 2009.

[19] S K Chen, et al. Microstructure of bulk PMP YBCO with submicrometre Y_2BaCuO_5 particles, **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v. 14, n. 8, p. 618-623, 2001.

[20] KIM, C. J.; HONG, G. W. Defect formation, distribution and size reduction of Y_2BaCuO_5 in melt-processed YBCO superconductors. **Superconducting Science and Technology**, Bristol, v. 12, n. 3, p. R27-R41, Mar. 1999.

[21] SANTOS, Cássio M. **Caracterização de filmes finos de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ e $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ produzidos via síntese química**. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências. Dissertação de mestrado em Ciências. Bauru (2007).

[22] OBRADORS, X. et al. Chemical solution deposition: a path towards low cost coated conductors. **Superconductor Science and Technology**, Bristol, v. 17, n. 8, p. 1055-1064, Aug. 2004.

[23] PUIG, T. et al. The influence of growth conditions on the microstructure and critical currents of TFA-MOD $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films. **Superconductor Science and Technology**, Bristol, v. 18, n.8, p. 1141-1150, Aug2005.

[24] PIÑOL, S. et al. Bridgman growth and enhanced critical currents in textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ - Y_2BaCuO_5 composites. **Journal of Alloys and Compounds**, Lausanne, v. 195, p. 11-14, May 1993.

[25] McGINN, P. et al. Texture processing of extruded $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ wires by zone melting. **Physica C**, Amsterdam, v. 165, n. 5/6, p. 480-484, Feb. 1990.

[26] MATTHEWS, D. N.; COCHRANE, J. W.; RUSSELL G. J. Melt-textured growth and characterization of a $(\text{Nd/Y})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ composite superconductor with very high critical current density. **Physica C**, Amsterdam, v. 249, n. 3/4, p. 255-261, July 1995.

[27] JIN, S. et al. High critical currents in Y-Ba-Cu-O superconductors. **Applied Physics Letters**, Woodbury, v. 52, n. 24, p. 2074-2076, June 1988.

[28] OSTERMANN, F; PUREUR, P. **Supercondutividade**. São Paulo: Livraria da Física, 2005.

[29] FRIEDMANN, T. A. et al. Direct measurement of the anisotropy of the resistivity in the a-b plane of twin-free, single-crystal, superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. **Physical Review B**, v. 42, n. 10, p. 6217-6621, 1990.

[30] BRÉZIN, E.; et al. Fluctuation effects near H_{C2} in type-II superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 31, n. 11, p. 7124-7132, June 1985.

[31] 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, p. 137-140, 1988.

[32] 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).

[33] **BASIC RESEARCH NEEDS FOR SUPERCONDUCTIVITY**, Report on the Basic Energy Sciences Workshop on Superconductivity. p. 43-59, 8 – 11, May 2006.

[34] PUREUR, P. **Estado sólido**, 2^o edição, Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, p. 281, 2010.

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

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

[37] BEAN, C. P. Magnetization of hard superconductors. **Physical Review Letters**, New York, v. 8, n. 6, p. 250-253, Mar. 1962.

[38] CYROT, M; PAVUNA, D. **Introduction to superconductivity and high-T_c materials**. Singapore: World Scientific, 1992.

[39] Clem, J. Granular and superconducting-glass properties of the high-temperature superconductors. **Physica C**, v. 153-155, n.1, p. 50-55, June 1988.

[40] Job Paim da Silva Filho. **Deppining do fluxo de Josephson em compósitos de YBa₂Cu₃O_{7-δ}/Ag**. (Mestrado em Física) Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1997.

[41] JUNG, J.; ISAAC, I.; MOHAMED, M. A-K. Effect of the intergrain junctions and flux pinning on transport critical currents in YBa₂Cu₃O_{7-δ} granular superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 48, n. 10, p. 7526-7536, Sept. 1993.

[42] VIEIRA, V. N. **Efeitos das substituições químicas na irreversibilidade magnética e magnetocondutividade do supercondutor**

YBa₂Cu₃O_{7-x}. Tese (Doutorado em Ciências), Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (2004).

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

[44] 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.

[45] 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.

[46] MULLER, K. A.; TAKASHIGE, M.; BEDNORZ, J. G. Flux trapping and superconductive glass state in La₂CuO_{4-y}: Ba. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 58, n. 11, p. 1143-1146, Mar. 1987.

[47] 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.

[48] 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.

[49] 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.

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

[51] LINDEMANN, F. A. Molecular frequencies. **Phys. Zeitschr., Leipzig**, v. 11, p. 609-612, July 1910.

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

[53] HOUGHTON, R. A.; PELCOVITS, R. A.; SUDBO, A. Flux lattice melting in high- T_c superconductors. **Physical Review B**, Woodbury, v. 40, n. 10, p. 6763-6770, Oct. 1989.

[54] FISHER, M. P. A. Vortex-glass superconductivity: a possible new phase in bulk high- T_c oxides. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 62, n. 12, p. 1415-1418, Mar. 1989.

[55] 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.

[56] Schaf, J., & Vieira, V. Anisotropic irreversibility of the Abrikosov and Josephson flux dynamics in $\text{YBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ single crystals: Bose-glass and vortex-glass features. **Physical Review B**, v.65, n.14, p. 144531-1-9, Apr. 2002.

[57] Rosenblatt, J. et al. Coherence in 3D networks: Application to high- T_c superconductors. **Physica B**, v. 152, n. 1-2, p. 95-99, Aug. 1988.

[58] 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.

[59] PPMS: Physical Properties Measurements System, Quantum Design, Califórnia, USA. Retirado de <www.qdusa.com>.

[60] Fabiano Mesquita da Rosa. **Transporte elétrico polarizado em spin no composto Heusler Pd₂MnSn e em ligas diluídas de Co-Fe**. Dissertação de mestrado, Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (2011).

[61] RIEDLING, S. et al. Observation of the Wohleben effect in YBa₂Cu₃O_{7-δ} single crystals. **Physical Review B**, Woodbury, v. 49, n. 18, p. 13283-13286, May 1994.

[62] TARENTIEV, A. et al. Paramagnetic relaxation and Wohleben effect in field-cooled Nb thin films. **Physical Review B**, Woodbury, v. 60, n. 2, p. R761-R764, July 1999.

[63] RYKOV, A. I.; TAJIMA, S.; KUSMARTSEV, F. V. High-field paramagnetic effect in large crystals of YBa₂Cu₃O_{7-δ}. **Physical Review B**, Woodbury, v. 55, n. 13, p. 8557- 8563, Apr. 1997.

[64] DIAS, F. T. et al. Paramagnetic Meissner effect in melt-textured YBa₂Cu₃O_{7-δ}. **Physica C**, Amsterdam, v. 341-348, p. 1377-1378, Nov. 2000. pt 2.

[65] DIAS, F. T. et al. Paramagnetic effect at low and high magnetic fields in melt-textured YBa₂Cu₃O_{7-δ}. **Physical Review B**, Woodbury, v. 70, n. 22, p. 224519-1-224519-9, Dez. 2004.

[66] KOSHELEV, A. E.; LARKIN, A. I. Paramagnetic moment in field-cooled superconducting plates: paramagnetic Meissner effect. **Physical Review B**, Woodbury, v. 52, n. 18, p. 13559-13562, Nov. 1995.

[67] Y. YESHURUN, et al. Magnetic relaxation in high-temperature superconductors. **Reviews of Modern Physics**, v. 68, n. 3, p.911 – 949, July 1996.