

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Instituto de Física “Gleb Wataghin”

# Estudos de Relaxação Magnética em Supercondutores do Tipo - II

*Raquel de Almeida Ribeiro*

Orientador: Prof. Dr. Oscar Ferreira de Lima

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

Campinas – SP

Julho de 2001

*Projeto financiado pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo  
(FAPESP), Processo no. 96/05800-8*

*Ao Marcos e a minha família,*

*com todo amor e carinho*

## Agradecimentos

---

Agradeço:

- Ao professor Oscar Ferreira de Lima, pela sua orientação.
- Ao Marcos, pelo apoio incondicional em todos os momentos.
- Aos colegas do LMBT: Claudio, Kleber, Juliano, Rafael e Ana Lúcia; aos colegas do GPOMS: Pascoal, Ricardo, Herculano e Maurício; aos amigos Luis Americo, Bajay e Marcela pelo auxílio, companheirismo e conselhos em todos estes anos.
- Aos professores Carlos Rettori, Yakov Kopelevich, Sergio Moehlecke, Sergio Gama e Marcelo Knobel por discussões que foram fundamentais não somente para este trabalho, mas também para minha formação.
- Aos professores Xavier Obradors e Teresa Puig e amiga Anna Esther pelo apoio e discussões nos meses que passei em Barcelona – Espanha.
- Ao corpo técnico e administrativo: Célia, Cleusa, Walter, Celso, Zairo, Del Carmen, e Valéria, cujo apoio técnico viabilizou este trabalho.
- À todos aqueles que me ajudaram de alguma forma direta ou indiretamente, e a todas as pessoas que se tornaram, dentro do Instituto, minhas amigas.

## Resumo

---

Apresentamos neste trabalho estudos de relaxação magnética em amostras supercondutoras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Utilizamos um monocristal crescido em cadinho de zircônia, com  $T_c \sim 90$  K e  $\Delta T \sim 2$  K; e uma amostra MTG solidificada direcionalmente com 17 % de Y211,  $T_c \sim 91$  K e  $\Delta T \sim 2$  K para  $H = 10$  Oe. Discutimos de uma forma simplificada os aspectos mais relevantes do processo de relaxação magnética em supercondutores do Tipo-II, focando principalmente na teoria de movimentação coletiva de vórtices. Analizamos medidas de relaxação magnética de longa duração, obtida através de medidas de curvas de  $M \times tempo$  para a amostra MTG, onde encontramos os valores do expoente de *flux creep*  $\mu$  para o regime de movimentação elástica dos vórtices. Descrevemos um comportamento anômalo nas curvas de  $M \times T$ , medidas no aquecimento (FCW), após baixar a temperatura  $T$  de um valor acima de  $T_c$  para outro bem abaixo, sob um campo aplicado  $H$ . Estas curvas apresentam um aumento do diamagnetismo ( $-M$ ) com  $T$ , passando por um mínimo antes de voltar a crescer rapidamente até atingir a linha de base normal. Analisamos várias destas curvas, medidas no monocristal e na amostra MTG, sob diferentes campos  $H$ . Testamos leis de escala para o eixo da magnetização provenientes da teoria de *Collective Flux Creep*. Introduzimos 3 diferentes janelas de tempo, 2, 5 e 10 minutos, com a finalidade de observarmos intervalos pequenos de relaxação. Este é um método experimental inédito para abordar o problema de *creep* coletivo, que acreditamos ser de grande utilidade para complementar os estudos tradicionais baseados apenas na relaxação temporal longa da magnetização. Observamos também a ocorrência de um outro tipo de “pico diamagnético”, ou mínimo na magnetização, observado bem próximo a  $T_c$  apenas para campos baixos ( $H < 100$  Oe), em amostras policristalinas, granulares e monocristal de baixa qualidade. Esta anomalia foi denominada de “efeito dip” e foi satisfatoriamente interpretada como uma consequência do aprisionamento de fluxo nas regiões intergranulares (*weak links*) durante o resfriamento, com subsequente liberação durante a medida no aquecimento (FCW).

## Abstract

---

We present in this work a study of magnetic relaxation in superconducting  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  samples. We have used a single crystal grown in zirconia crucible, with  $T_c \sim 90$  K and  $\Delta T \sim 2$  K; and a directionally solidified MTG sample with 17 % of Y211,  $T_c \sim 91$  K and  $\Delta T \sim 2$  K for  $H = 10$  Oe. We discuss in a simplified manner the most relevant aspects of the magnetic relaxation process in type-II superconductors, focusing mainly on the collective vortex creep theory. We analyze long duration magnetic relaxation measurements, obtained through  $M \times time$  curves for the MTG sample, where we find the values of the *flux creep* exponent  $\mu$  for the elastic vortex movement regime. We describe an anomalous behavior of the  $M \times T$  curves, measured on warming (FCW), after lowering the temperature  $T$  from a value above  $T_c$  to another one well below, under an applied field  $H$ . These curves present an increase in diamagnetism ( $-M$ ) with  $T$ , passing through a minimum before rapidly rising again until reaching the normal state base line. We analyze several of these curves measured in the single crystal and the MTG samples, under different fields  $H$ . We have tested scaling laws for the magnetization axis derived from the *Collective Flux Creep* theory. We introduce 3 different time windows, 2, 5 and 10 minutes, to observe small relaxation intervals. This is a novel experimental method to address the collective creep problem, which we believe is very useful to complement the traditional studies based only on long temporal relaxation of the magnetization. We have also observed the occurrence of another type of diamagnetic peak or magnetization minimum, near  $T_c$  and only for low fields ( $H < 100$  Oe), in polycrystalline, granular and low quality single crystal samples. This anomaly is called “*dip effect*” and is satisfactorily interpreted as a consequence of flux pinning in intergranular regions (*weak links*) during cooling, with subsequent liberation during the warming measurement (FCW).

## Capítulo I

# Introdução

---

Em 1986, Georg Bednorz e Alex Müller [1] descobriram a supercondutividade acima de 30 K no sistema La-Ba-Cu-O, cuja fase supercondutora é  $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$ . Muitos grupos, então, começaram a estudar o efeito da substituição destes elementos, diferentes condições de estruturas e as propriedades supercondutoras desta família de óxidos. Em 1987 Maw-Kuen Wu e colaboradores [2], descobriram a supercondutividade acima de 90 K no sistema Y-Ba-Cu-O, cuja fase supercondutora é  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , e os estudos dos efeitos da substituição e as condições de processamento foram logo iniciadas. O ciclo se repetiu e então dois grupos independentes, em 1988, descobriram a supercondutividade acima de 100 K: Hiroshi Maeda e colaboradores [3] no sistema Bi-Ca-Sr-Cu-O (fase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ ) e Allen Hermann e Zhengzhi Sheng [4] no sistema Tl-Ca-Ba-Cu-O (fase  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ ). Todos estes compostos pertencem à família das perovskitas. A principal característica de todas as fases é a presença de planos de  $\text{CuO}_2$  perpendiculares ao eixo  $c$ . A simetria cristalina ou é ortorrômbica ou é tetragonal em todos os supercondutores de alta temperatura crítica (HTSCs) [5]. Outra característica básica desta família é a deficiência de oxigênio nos planos de Cu-O; afetando as propriedades supercondutoras destes materiais que dependem diretamente do valor desta deficiência.

No capítulo II deste trabalho apresentamos uma breve revisão sobre os principais fatores que influenciam o crescimento de monocristais de boa qualidade. Apresentamos alguns métodos de preparação de cristais de  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , dando ênfase ao processo de crescimento de monocristais. Descrevemos os processos que realizamos para a obtenção de monocristais de  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  em cadinhos de zircônia e apresentamos a caracterização das amostras crescidas. Apresentamos também uma breve caracterização da amostra MTG que utilizamos neste trabalho. Esta amostra foi crescida no Institut de Ciència de Materials de Barcelona pelo grupo do Dr. Xavier Obradors.

O capítulo III dedicamos à revisão de algumas propriedades dos supercondutores do Tipo-II. Apresentamos os conceitos básicos envolvidos no nosso trabalho sobre as linhas de fluxo

magnético, também denominadas por fluxóides ou vórtices. Descrevemos alguns dos principais modelos relacionados com a movimentação e aprisionamento de vórtices, enfatizando sempre as idéias básicas relacionadas com a relaxação magnética. Apresentamos ainda um breve estudo sobre o efeito “*dip*”.

No capítulo IV mostramos os resultados que obtivemos através de medidas de magnetização. Na primeira parte deste capítulo descrevemos as análises que realizamos em medidas de relaxação magnética obtidas das curvas de magnetização em função do tempo para a amostra MTG. A segunda parte se refere à discussão sobre o comportamento universal das curvas de magnetização versus temperatura, do tipo FCW, para certos intervalos de temperatura e de campo magnético aplicado paralelamente ao eixo *c* da amostra. Propomos uma interpretação para estes resultados utilizando leis de escala obtidas a partir da teoria de escoamento coletivo de vórtices.

Por fim, no capítulo V, apresentamos as conclusões do nosso trabalho.

# Crescimento e Caracterização de amostras de $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

---

## 1. Introdução

A estrutura cristalina do  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , assim como a dos demais óxidos supercondutores de alta temperatura crítica, é marcada pela presença de planos de  $CuO_2$ . O  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , quando bem oxigenado ( $\delta \approx 0$ ), possui estrutura ortorrômbica pertencente ao grupo espacial Pmmm com constantes de rede  $a = 3.8231$ ,  $b = 3.8864$ ,  $c = 11.6907 \text{ \AA}$  [5], como pode ser visto na figura II.1. Esta estrutura consiste de 2 planos de  $CuO_2$  separados por átomos de Y, uma camada contendo átomos de Cu, Ba e O entre as duplas camadas de  $CuO_2$  e cadeias de CuO no plano **b-c**. Acredita-se que a supercondutividade ocorra predominantemente nos planos de  $CuO_2$ , com as demais camadas fornecendo os portadores de carga e mecanismos de acoplamento necessários à supercondutividade.

A fase  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  é formada a  $1050^\circ\text{C}$  em atmosfera de oxigênio e a  $970^\circ\text{C}$  no ar [6]. Estas temperaturas variam de acordo com o método empregado no crescimento. Juntamente com a fase  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  também é formada a fase não supercondutora  $Y_2BaCuO_5$ , denominada “fase verde”, e as fases  $BaCuO_2$ ,  $CuO/Cu_2O$ . O  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  não é muito estável e se decompõe, à baixa pressão parcial de oxigênio, de acordo com a equação:

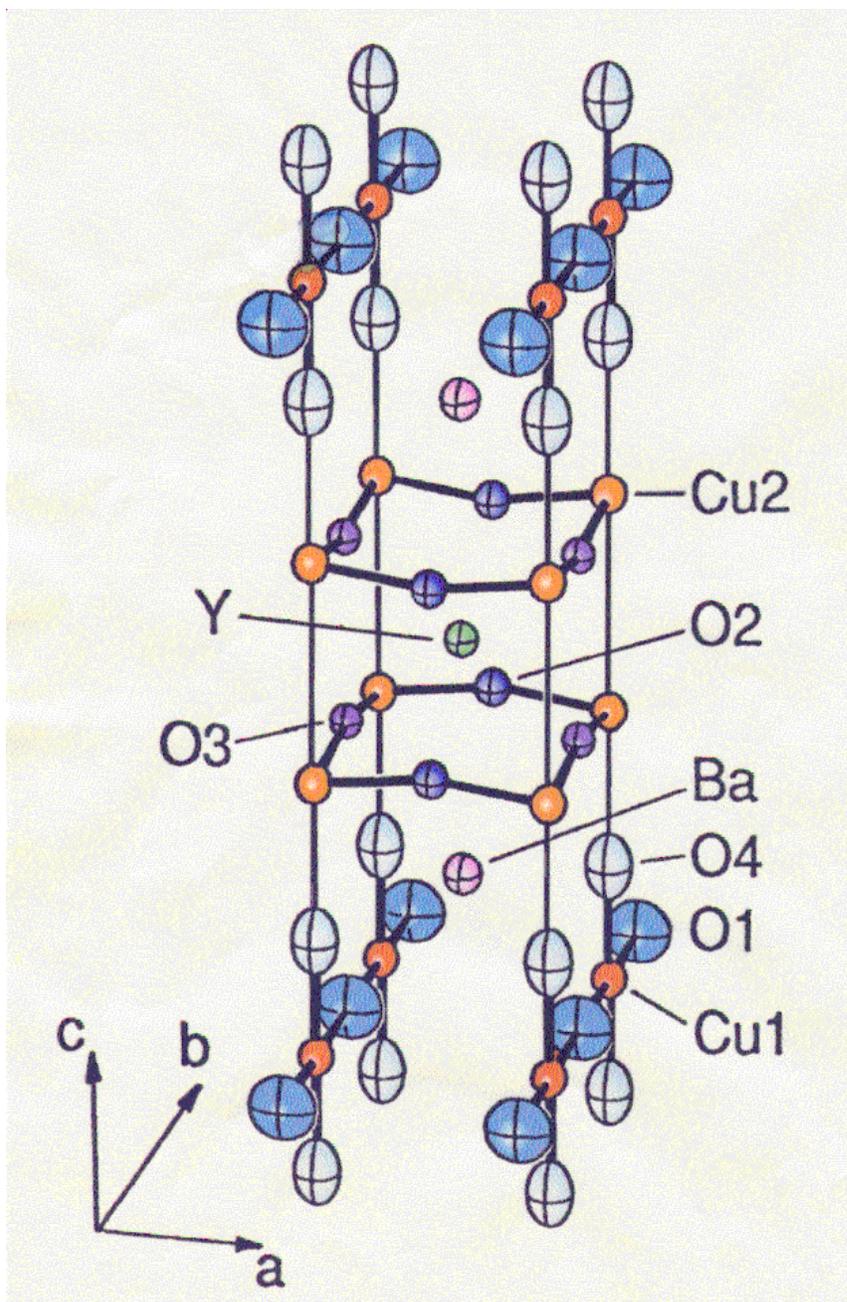


O corte isotérmico a  $970^\circ\text{C}$  no ar (figura II.7) apresenta as fases :  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (denotada por S),  $Y_2BaCuO_5$  (denotada por G),  $BaCuO_2$  (D),  $CuO$  (T) e o fluxo fundido (L).

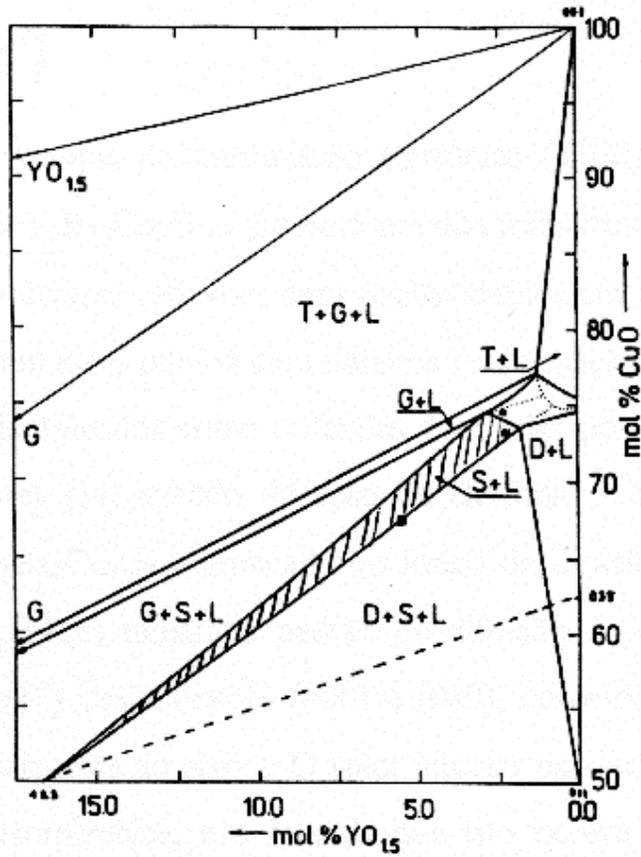
Neste capítulo, apresentamos os principais resultados da obtenção e caracterização de amostras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Iniciaremos com uma descrição dos métodos e procedimentos utilizados para a obtenção de amostras que utilizaremos neste trabalho.

Um dos métodos utilizados para determinar a fase foi o de difração de raio-x. Fizemos uma análise comparativa dos espectros que obtivemos com os descritos na literatura. Também realizamos varreduras em  $\omega$ , denominadas “rocking curves”.

Em seguida, descreveremos a caracterização destas amostras por medidas de magnetização versus temperatura para pequenos campos, a fim de determinarmos a temperatura crítica de transição.



**Figura II.1:** Estrutura atômica do  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , mostrando sua cela unitária.



**Figura II.2:** Isotherma a 970°C no ar, onde as fronteiras de fases estão representadas por linhas sólidas. As linhas pontilhadas representam as fronteiras de fases a 950°C. As linhas tracejadas representam a “tie-line” da composição  $Ba_3Cu_5O$  (035) ao composto  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (123). Na região hachurada encontramos duas fases: o líquido e o composto  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (extraído da ref. [7]).

## 2. Métodos de Preparação de Cristais de $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

Faremos uma breve descrição de dois métodos muito usados para elaboração de policristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , o método da difusão sólida e o método de Bridgman. A seguir descreveremos um método de crescimento de monocristais, o método de crescimento em fluxo.

## 2.1 Amostras Policristalinas

### 2.1.1 - Método da Difusão Sólida

No método de reação no estado sólido, os compostos óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ), óxido de bário (BaO) e óxido de cobre (CuO) são misturados de forma homogênea, obedecendo à estequiometria do composto a ser formado,  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , e cuja proporção de Y : Ba : Cu é, respectivamente, 1 : 2 : 3. Para evitar a presença de umidade do ar, é comum substituir-se o BaO por  $BaCO_3$ , que por sua vez é menos higroscópico.

Posteriormente, a mistura é prensada na forma de pastilhas, para serem aquecidas a  $970^\circ C$ , onde a fase é formada. O material já reagido passa depois por uma etapa de oxigenação, para melhorar suas propriedades supercondutoras [8].

### 2.1.2 - Método de Bridgman

O método de Bridgman [9], também chamado de solidificação direcional, propicia o crescimento de um grão único (monodomínio) ou de um policristal texturizado ao longo da direção  $c$ . Duas montagens experimentais são possíveis: vertical e horizontal. O experimento de crescimento pode ser realizados por três caminhos:

1. abaixando o cadinho ao longo de um gradiente de temperatura;
2. movendo a fonte de calor (forno) ao longo do cadinho;
3. reduzindo lentamente a temperatura do forno.

O cadinho utilizado geralmente é um tubo cilíndrico com a parte inferior na forma de uma ponta, porque como ela vai ser a primeira a ser submetida ao gradiente de temperatura isto ajuda na nucleação de um único grão. Pode-se também colocar uma semente na parte inferior do cadinho para orientar a direção de crescimento da amostra.

## 2.2 Amostras Monocristalinas

### 2.2.1 Crescimento em Fluxo

Devido à natureza incongruente da fusão do  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , ocorre a necessidade de crescer os cristais pelo método de solução (fluxo) em alta temperatura. De acordo com os estudos do diagrama de fase no ar, já apresentados, a incongruência de fusão da fase  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  ocorre entre 1000 - 1050°C, devendo então ser considerada como o limite máximo de temperatura para qualquer técnica de crescimento de cristais.

O baixo ponto de fusão do solvente baseado no sistema BaO - CuO, em torno da composição do eutético de 40 BaO e 60 CuO (% molar), à temperatura de 935°C, e 28 BaO e 72 CuO (% molar), à temperatura de 870°C, é considerado bom para o crescimento de um monocristal [6]. Outros tipos de fluxo, como os fluoretos, cloretos, boretos, etc., também podem ser utilizados.

A instabilidade química da fase  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (sensível ao ataque de ácidos diluídos e água) torna muito difícil a remoção dos cristais que ficam incrustados no fluxo gerador, por dissolução seletiva do fluxo. O método de separação mecânica ou o escoamento do fluxo num estado semifundido após a formação dos cristais podem ser utilizados com bons resultados. Outro ponto relevante é que a reatividade química do fluxo fundido limita severamente a escolha dos cadinhos [10,11].

### 2.2.2 Etapas de Elaboração dos Monocristais

A obtenção de um monocristal é, em geral, feita em várias etapas. A qualidade da amostra que se obtém depende diretamente da escolha feita nestas etapas.

I - Etapa da fusão dos reagentes (“soak”): a temperatura dos reagentes é elevada até que o fluxo se funda totalmente, provocando uma melhor interação entre os reagentes, o que pode variar em função do tipo de cadinho, dos óxidos utilizados, etc. Por exemplo para o crescimento em fluxo com excesso de BaO-CuO a composição 40 % molar de BaO e 60 % molar de CuO à

temperatura de fusão é de 935 °C e 28 % de BaO e 72 % de CuO à temperatura de fusão ocorre em 870 °C.

II - Resfriamento a uma taxa muito lenta: nesta etapa ocorre a formação de sementes que formarão os cristais. A taxa de resfriamento varia de acordo com o cadinho que está sendo utilizado, mas normalmente é em torno de 0.1 a 5°C/h. C. T. Lin e colaboradores [12] estudaram quais composições molares para um fluxo de BaO - CuO apresentam melhores resultados para esta fase de resfriamento. Os resultados estão descritos na tabela II.1.

III - Formação da fase: a 970°C ocorre a formação da fase  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

IV - Transformação da fase tetragonal para ortorrômbica: entre 880°C a 600°C, também se deve manter uma taxa de resfriamento lenta, para maximizar a transformação estrutural, se desejado.

V - Retirada dos cristais: a separação mecânica, utilizando pinças, é o método mais descrito na literatura para a extração dos cristais.

VII - Oxigenação: a faixa de temperatura varia de 600°C a 300°C. A temperatura e o tempo de permanência em atmosfera de  $O_2$  variam de acordo com os resultados que se deseja obter da amostra.

**Tabela II.1:** Condições de composição de fluxo para o crescimento de monocristais (extraído da ref. [12]).

Processo Nº	Fração Molar Do Fluxo			Taxa de resfriamento (°C/h)	Fusão
	Y	Ba	Cu		
1	11	22	67	4	incompleto
2	9	27	64	1	incompleto
3	6	27	67	1	equilíbrio
4	5	30	65	0.1	equilíbrio
5	4	24	72	0.1	completo
6	3	21	76	0.4	completo
7	3	31	66	0.2	completo
8	3	33	64	0.2	completo
9	2.5	30	67.5	4	completo
10	2	28	70	5	completo

### 2.3 Tipos de Cadinhos

Uma das maiores dificuldades na obtenção de monocristais puros de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  é o fato de que os compostos usados na sua preparação ( $Y_2O_3$ ,  $BaO$ ,  $CuO$ ) são altamente reativos. Eles costumam atacar os cadinhos usados no crescimento do cristal e em consequência ocorre a contaminação deste pelo material do cadinho. Há uma vasta literatura publicada nos últimos anos a respeito dos tipos de cadinho que podem ser usados - Platina, Alumina, Zircônia, Ouro, etc - e suas influências nas propriedades do  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  [8, 10 - 20].

Em 1995 foi desenvolvido um novo tipo de cadinho - Zirconato de Bário ( $BaZrO_3$ ) - que, segundo seus autores [21,22], não interage com o fluxo dos reagentes do  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Em consequência, pode-se obter cristais de tamanho e qualidade bem superiores aos anteriores, permitindo um melhor estudo das propriedades intrínsecas do material.

### 2.4 Cadinho de Zircônia ( $ZrO_2$ )

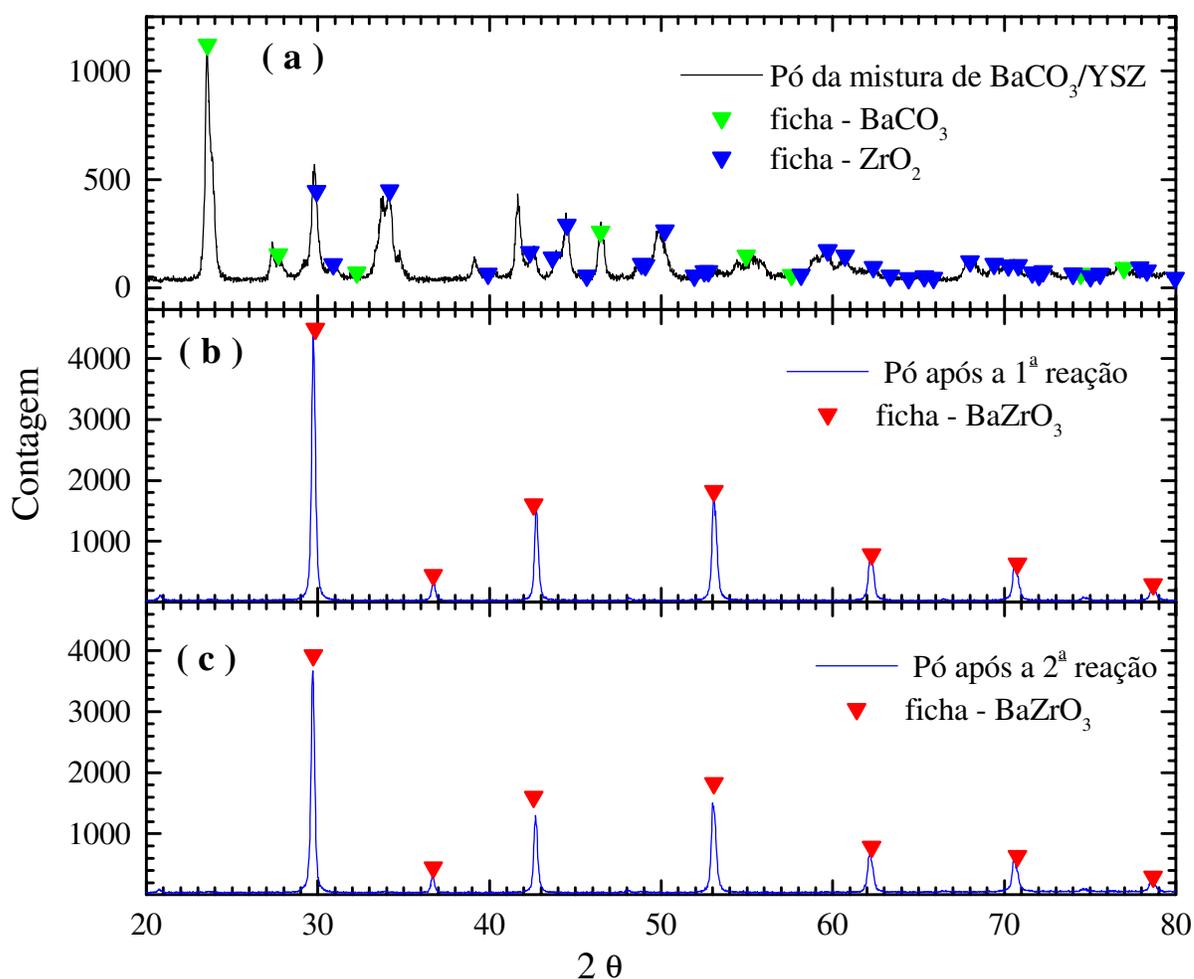
O cadinho de zircônia é um dos mais utilizados para o crescimento de cristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . A contaminação que este cadinho causa é a substituição dos átomos de Cu por átomos de Zr, passando então a ter uma composição  $Y_1Ba_2(Cu_{3-x}Zr_x)O_{7-\delta}$ . A contaminação por Zr é da ordem de 0.25 % atômico. Não se sabe com certeza se os átomos de Zr substituem os átomos Cu nos planos de Cu-O ou nos planos de Cu-O<sub>2</sub>.

Os cristais crescidos nestes cadinhos, reportados na literatura, são de boa qualidade [13], possuindo uma largura de transição estreita e uma  $T_C$  de aproximadamente 92 K.

### 2.5 Cadinho de Zirconato de Bário ( $BaZrO_3$ )

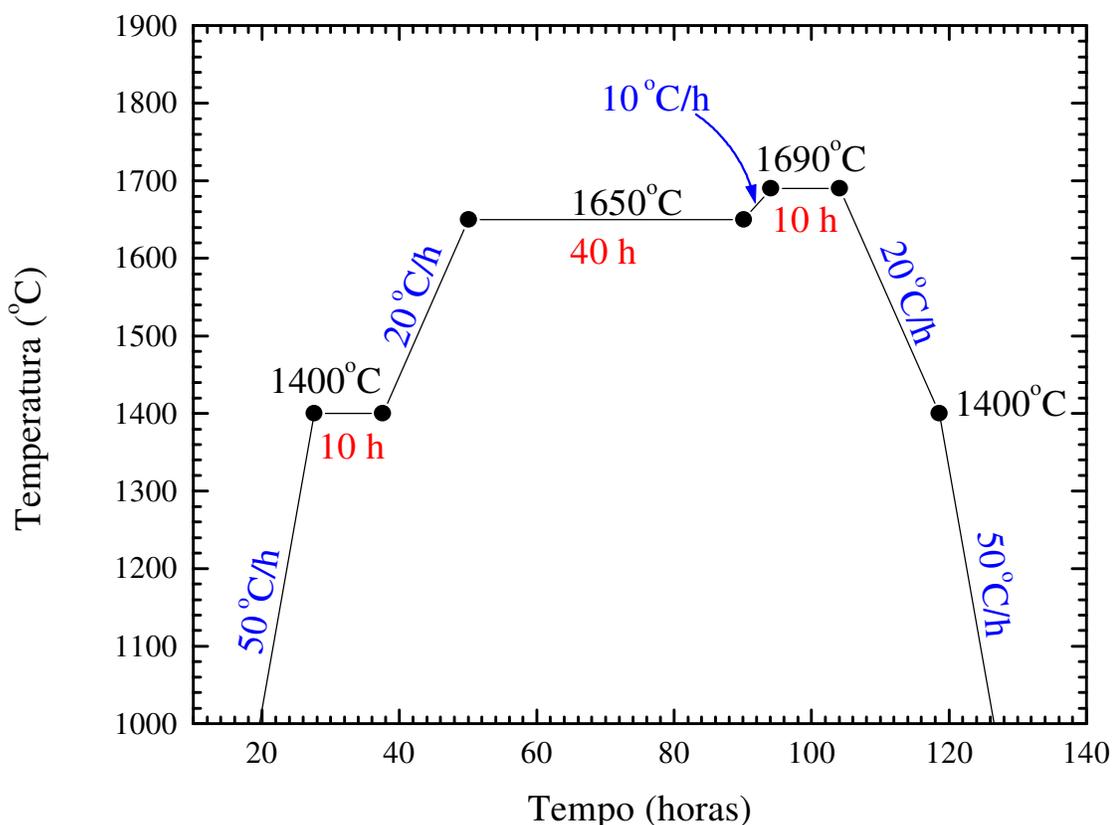
O cadinho de zirconato de bário é o mais recentemente apresentado na literatura para o crescimento dos cupratos  $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  (RE = Y, Er, Pr). Com este cadinho, as amostras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  não sofrem contaminação e podem atingir dimensões de  $3 \times 2 \times 0.5 \text{ mm}^3$  [21].

Para não ser atacado, o material do cadinho tem que ser bastante denso e ter superfícies lisas. Para isso, o  $BaZrO_3$  deve ser recozido a temperaturas em torno de  $1700^\circ\text{C}$  e durante cerca de 48 horas. Fizemos algumas tentativas de fabricação do cadinho de  $BaZrO_3$ , como descrito a seguir. Em geral são raros os fornos que podem ser aquecidos acima de  $1400^\circ\text{C}$  e ainda têm uma boa região de homogeneidade de temperatura, e para realizar este tratamento térmico recorremos a um forno de mufla Lindberg, modelo 51314, localizado no Laboratório de Materiais e Dispositivos (LMD) do nosso Instituto. Este forno pode ser aquecido até  $1700^\circ\text{C}$  segundo o fabricante, mas por segurança e para não correr o risco de danificar os elementos aquecedores, decidimos ir até à temperatura de  $1690^\circ\text{C}$ .



**Figura II.3:** Difratomogramas de raios-x. (a) dos reagentes  $BaCO_3/YSZ$ ; (b) do pó resultante após a 1ª tentativa de obtenção de  $BaZrO_3$ ; (c) do pó resultante após a 2ª tentativa de obtenção de  $BaZrO_3$ . Os triângulos indicam as posições esperadas dos picos destes materiais [23].

Colaborando com o colega de grupo M. A. Avila conseguimos obter a fase  $BaZrO_3$  através dos compostos  $BaCO_3$  e  $ZrO_2$ , como mostrado na figura II.3. Prensamos o pó em cadinhos com 35 mm de diâmetro interno superior, 23 mm de diâmetro interno inferior, 50 mm de altura e 5mm de espessura, onde a pressão isostática utilizada foi de  $2700 \text{ kg/cm}^2$ . Moldamos com sucesso dois cadinhos. A massa de material usado em cada cadinho foi cerca de 60 g.



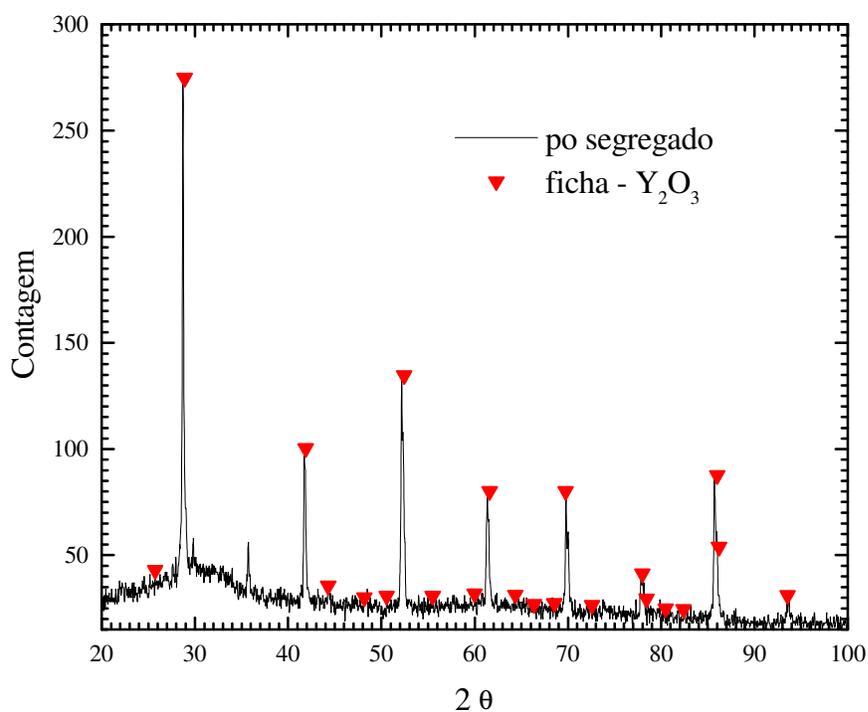
**Figura II.4:** Rampa de temperatura utilizada na sinterização dos cadinhos de  $BaZrO_3$ .

Colocamos os dois cadinhos de  $BaZrO_3$  de boca para baixo dentro de um cadinho de  $Al_2O_3$  em formato de bandeja. Uma das rampas que utilizamos para a sinterização dos cadinhos é mostrada na figura II.4. Após sinterização os cadinhos apresentaram uma coloração verde-oliva.

Houve a formação de pequenas “ilhas” de pó branco principalmente próximo à boca dos cadinhos, tornando-os frágeis para serem usados no crescimento de monocristais. Recolhemos um pouco deste pó segregado para realizarmos uma análise de raios-x. Pela análise de raio-x (figura II.6) o material mais provável que tenha segregado é o  $Y_2O_3$ .



**Figura II.5:** Foto dos dois cadinhos de  $BaZrO_3$ .



**Figura II.6:** Difratoograma de raios-x do pó segregado próximo à boca do cadinho de  $BaZrO_3$ . Os triângulos indicam as posições esperadas dos picos do material [23].

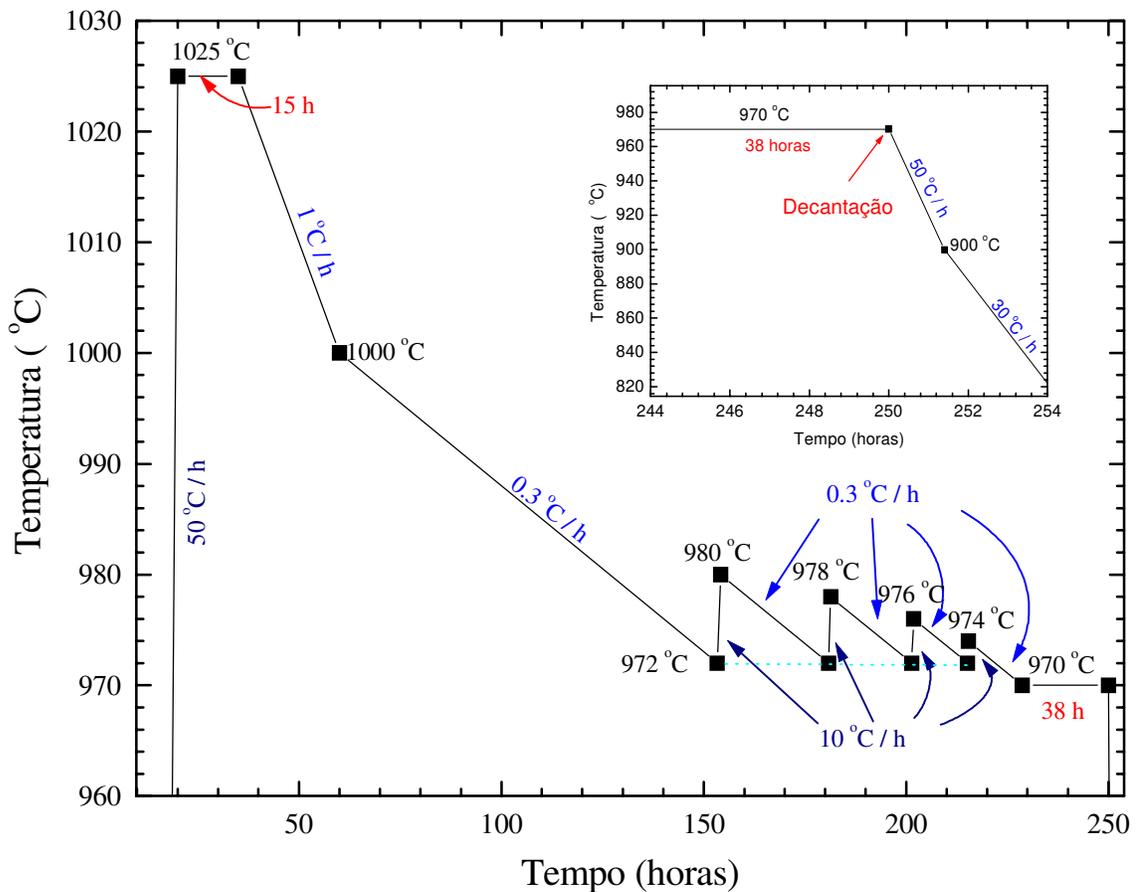
O Óxido de Zircônio que utilizamos na preparação dos cadinhos é estabilizado com 5 % de Ítria ( $Y_2O_3$ ). Interpretamos esta segregação como sendo uma indicação de que a Ítria não participa da formação do  $BaZrO_3$ .

Devido a este e outros problemas que tivemos, fomos impossibilitados de desenvolver a nossa técnica de crescimento de monocristais nos cadinhos de  $BaZrO_3$ . Crescemos então nossas amostras em um cadinho comercial de YSZ (Zircônia estabilizada com ítria), da marca *Coors*.

Maiores detalhes sobre a fabricação dos cadinhos de  $BaZrO_3$  poderão ser encontradas na tese de doutorado de M. A. Avila [24].

### 3. Crescimento de Cristais em Cadinho de YSZ

Como descrevemos na seção anterior, os cadinhos de  $BaZrO_3$ , devido à presença de trincas, não ficaram em condições favoráveis para o crescimento dos monocristais. Decidimos então utilizar cadinhos de YSZ nas tentativas de obtenção dos monocristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

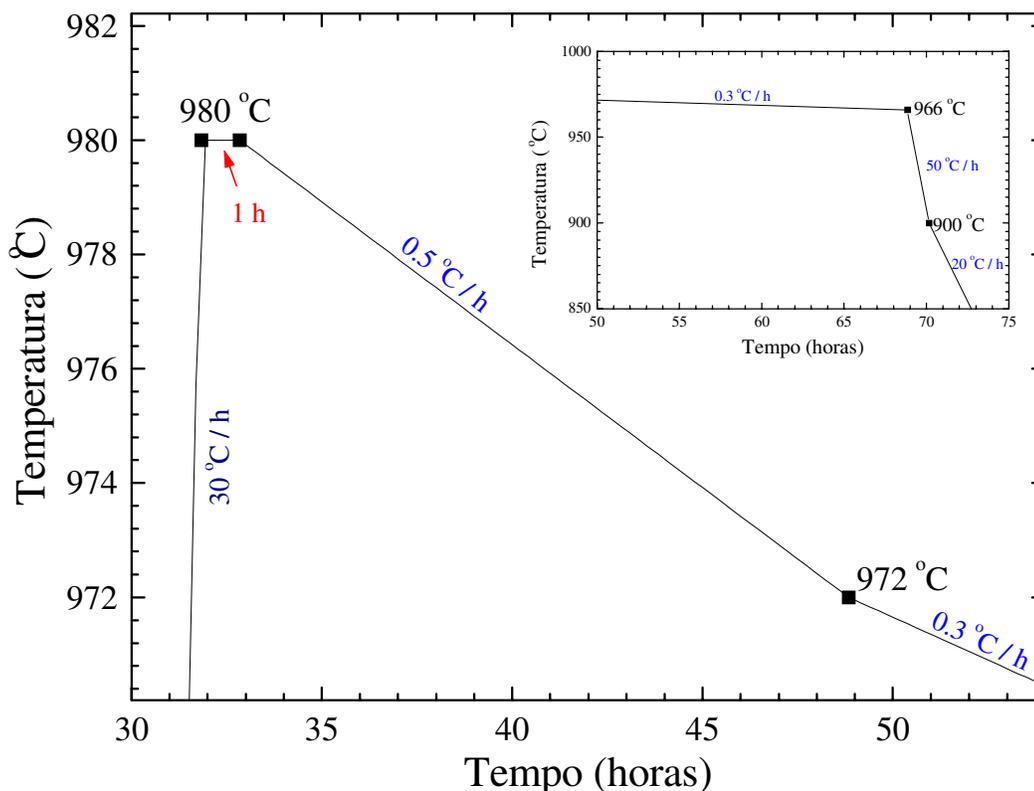


**Figura II.7:** Rampa utilizada na primeira tentativa de crescimento de monocristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  em cadinho de YSZ.

A nossa primeira tentativa com o cadinho de YSZ foi baseada em nossos estudos desenvolvidos no cadinho de alumina [20]. A proporção dos reagentes utilizados no método de crescimento em fluxo enriquecido de BaO/CuO foi de Y:Ba:Cu respectivamente 1:6:18 [12]. A calcinação foi feita à temperatura de 850°C durante 6 horas, onde o aquecimento e o resfriamento foram feitos a uma taxa de 50°C/h. A rampa utilizada nesta tentativa é mostrada na figura II.7.

Nossa primeira tentativa fracassou, pois o cadinho trincou e o fluxo escorreu para fora. O pouco fluxo que sobrou dentro do cadinho não foi suficiente para propiciar o crescimento dos monocristais. O fluxo que escorreu foi depositado sobre uma bandeja de alumina, e na região de contato entre os dois cadinhos houve a formação de pequenos cristais. Estes cristais não apresentaram sinal magnético supercondutor até temperatura de 10 K.

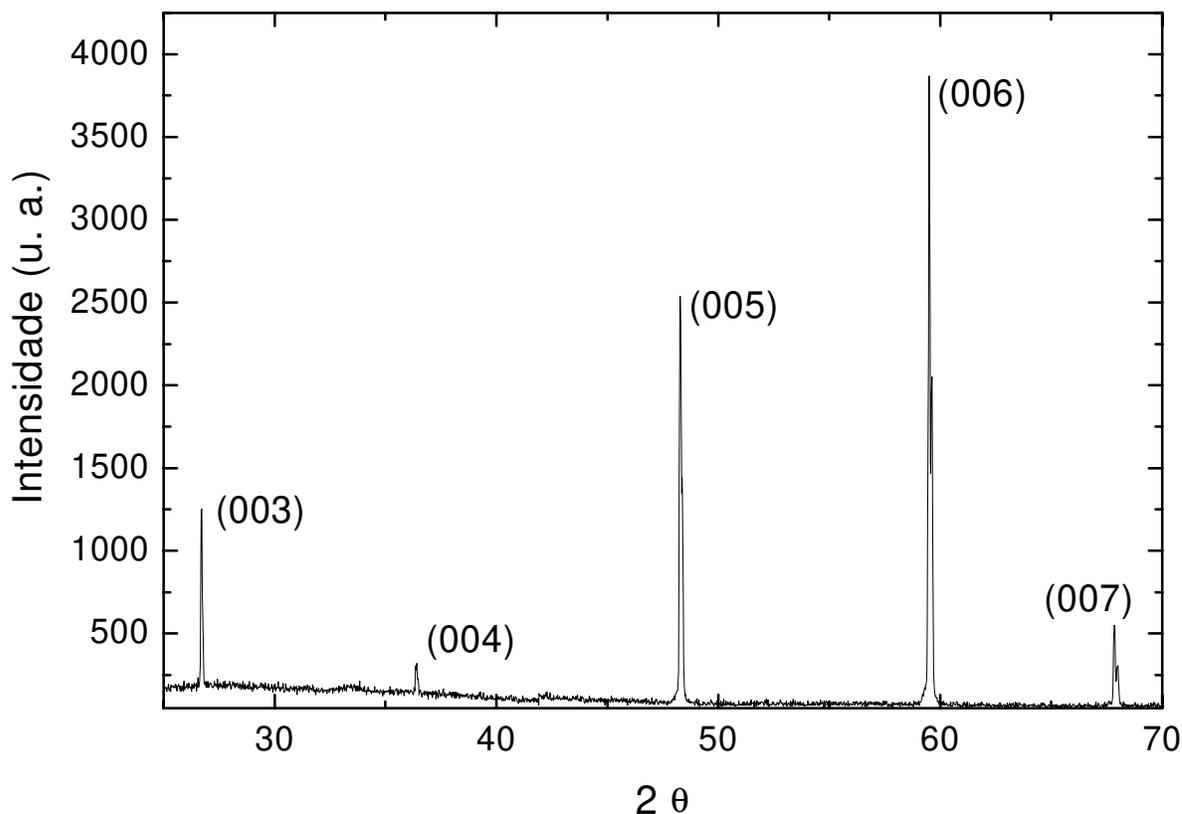
Decidimos que a nossa próxima tentativa deveria então ser baseada em nossos estudos desenvolvidos para o cadinho de ouro [20]. Nesta segunda tentativa as taxas de resfriamento e aquecimento foram bem mais lentas para minimizar o aparecimento de trincas no cadinho.



**Figura II.8:** Rampa utilizada na segunda tentativa de crescimento de monocristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  em cadinho de YSZ.

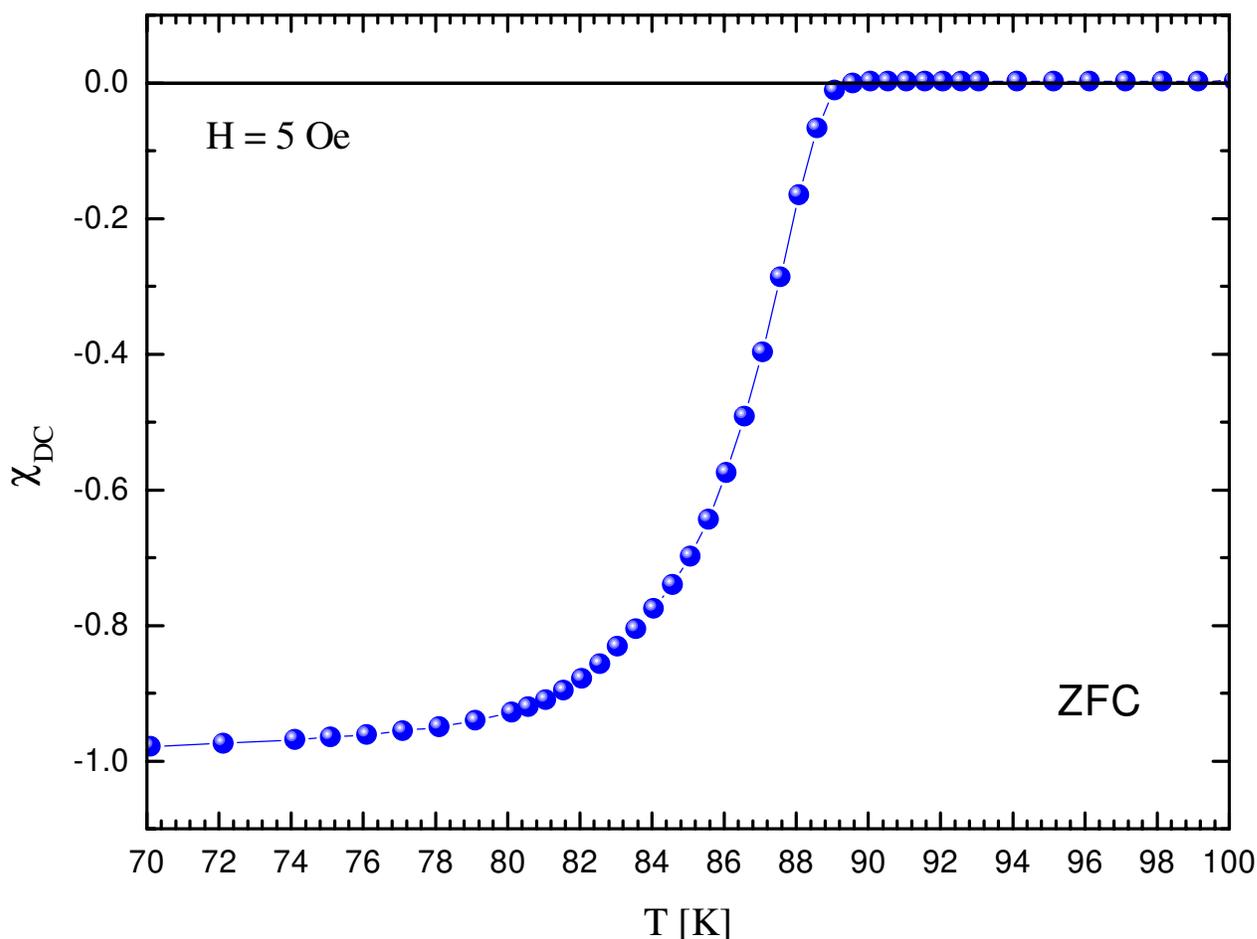
Os procedimentos utilizados foram os mesmos que os realizados na primeira tentativa. A mudança ocorreu na rampa de crescimento aplicada, como pode ser observado na figura II.8. Conseguimos obter monocristais com sucesso nesta segunda tentativa. Através de um microscópio com luz polarizada, pudemos verificar que os cristais apresentam formação de bandas de maclas (*twins*).

Um dos métodos usados para determinar a orientação dos eixos cristalográficos de monocristais é o de difração de raio-x. As amostras foram caracterizadas por difração de raio-x, com o uso de radiação de ferro ( $\lambda = 1.93604 \text{ \AA}$ ). Neste caso, o eixo  $c$  da amostra foi orientado paralelamente ao feixe de raio-x, de modo que aparecem apenas os picos nas direções cristalográficas ( $00l$ ). A fim de comprovar a qualidade do cristal, foi também extraído o espectro para a outra face da amostra, fornecendo praticamente o mesmo resultado, garantindo assim que não há outra fase ou impurezas indesejadas. O espectro de raio-x que obtivemos é mostrado na figura II.9.

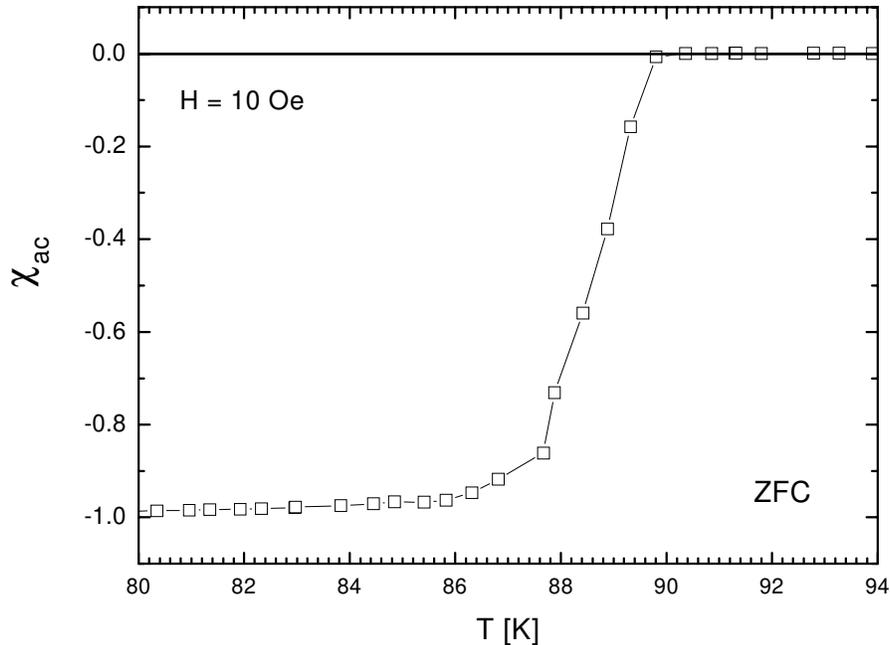


**Figura II.9:** Difratograma de Raios-X da amostra de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  crescida em cadinho de YSZ.

Determinamos a temperatura crítica da transição supercondutora ( $T_C$ ) das amostras através de medidas de suscetibilidade como função da temperatura. As amostras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  apresentaram, como crescidas, uma largura para a transição supercondutora de aproximadamente 3.5 K e uma temperatura crítica ( $T_C$ ) de 88 K, como mostrado na figura II.10. Visando obter uma amostra mais homogênea, com uma transição mais estreita, realizamos na mesma um tratamento térmico em atmosfera de oxigênio. Após o tratamento a amostra apresentou um  $T_C$  de 90 K, e a transição tornou-se mais estreita, como podemos observar na figura II.11.



**Figura II.10:** suscetibilidade versus temperatura (ZFC) para a amostra monocristalina de Y123 como crescida em cadinho de YSZ, com  $H = 5$  Oe.



**Figura II.11:** Medida de  $T_C$  da amostra monocristalina de Y123 após tratamento térmico, com  $H = 10$  Oe.

#### 4. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ - MTG

Em Junho do ano de 1998 durante o XXI Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada iniciamos uma colaboração com o Dr. X. Obradors da Espanha (Institut de Ciència de Materials de Barcelona).

O Dr. Obradors e seus colaboradores [25,26] têm realizado estudos sobre amostras cerâmicas texturizadas de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (Y123)–  $Y_2BaCuO_5$  (Y211). Utilizaram o método de Bridgman para preparar estes compostos Y123-Y211, com um alto grau de variação nas condições de crescimento e composições. Estas amostras apresentam um monodomínio e, devido à inclusão controlada da fase não supercondutora Y211 com o auxílio de pequenas quantidades de CeO, eles conseguiram introduzir fortes centros de aprisionamento de vórtices. A influência destes defeitos produz uma elevação dos valores da densidade de corrente crítica supercondutora.

Nosso grupo recebeu do Dr. Obradors uma barra de uma destas amostras. A amostra MTG contém 82% de Y123, 17% de Y211 e 1% de CeO onde as partículas de Y211 apresentam uma

distribuição média de aproximadamente  $0,5 \mu\text{m}$  de diâmetro. O tratamento térmico de oxigenação foi realizado a temperatura de  $450^\circ\text{C}$  por 3 dias em fluxo de oxigênio.

Clivamos um pequeno pedaço de  $0,80 \text{ mm}$  de espessura da barra para podermos iniciar nossos estudos. Este pedaço produziu um sinal diamagnético muito grande impossibilitando ser medido em nosso magnetômetro. Este pedaço então foi dividido em duas amostras menores, denominadas YMO1 e YMO2. A amostra YMO1, que possui dimensões  $2 \times 2 \times 0,8 \text{ mm}^3$  e massa igual a  $26,550 \text{ mg}$ , e é esta a amostra que utilizamos para realizar as medidas de magnetização ( $M \times t$ ,  $M \times H$ ) que serão apresentadas nos próximos capítulos. A figura II.12 mostra que a transição magnética supercondutora da amostra YMO1 apresenta um  $T_C$  de aproximadamente  $91 \text{ K}$  e largura de transição da ordem de  $2 \text{ K}$ .

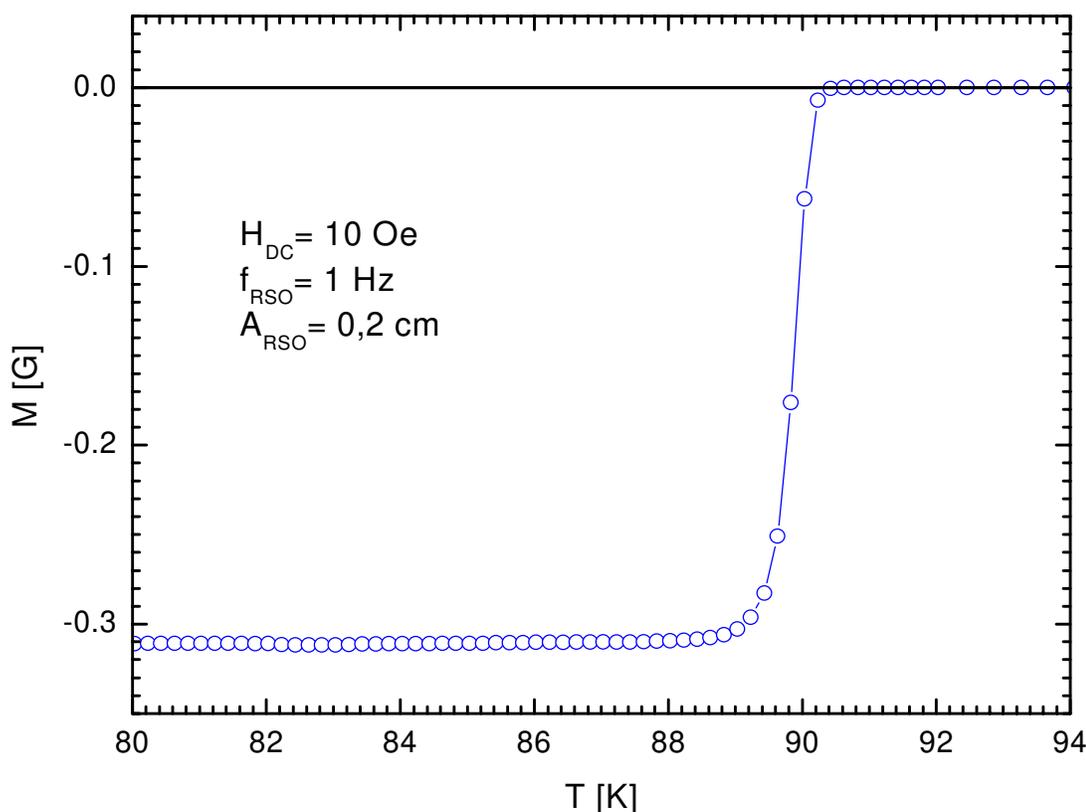


Figura II.12: Curva de magnetização  $\times$  temperatura para amostra YMO1.

## Dinâmica de Vórtices

---

### 1. Introdução

Em 1933, Meissner e Ochsenfeld observaram que, ao se resfriar alguns metais até uma temperatura crítica  $T_C$  sob a presença de um campo magnético aplicado  $H_0$ , apresentavam a propriedade de expulsar totalmente as linhas de campo do seu interior, ocasionando uma blindagem- uma densidade de fluxo magnético nula no interior do material. Esta propriedade foi denominada efeito Meissner. As características básicas de um material supercondutor são a resistividade nula e o diamagnetismo perfeito.

Observou-se também que certos metais e ligas apresentavam propriedades supercondutoras também acima da temperatura onde ocorria o efeito Meissner.

Abrikosov [27,28], em 1957, afirmou que o comportamento diferente de alguns supercondutores não era anômalo e que este comportamento não estava associado a efeitos de impurezas; ele estaria associado a propriedades intrínsecas destes materiais, demonstrando também que a rede de fluxoides é uma solução para as equações de Ginzburg-Landau no estado misto. Este grupo de metais e ligas, que apresentam este comportamento, forma uma outra classe de supercondutores, que foi denominada de Tipo-II. Desde então o estado misto dos supercondutores do Tipo-II vem sendo alvo de muitos estudos.

Na tentativa de explicar a movimentação e o aprisionamento dos fluxoides, muitos modelos teóricos foram desenvolvidos e várias experiências foram propostas para a observação deste fenômeno. Dentre estes modelos, o que vem ao encontro dos estudos que estamos realizando é de “*Collective Creep*”. Os primeiros estudos baseados neste modelo surgiram em 1979, mas somente a partir de 1989 com a descoberta dos HTSC (Supercondutores de alta temperatura crítica) ganhou maior destaque. Não apenas temperaturas mais altas entram em cena,

tornando a ativação térmica um fator de grande importância para a movimentação de fluxo, mas a própria anisotropia das cerâmicas supercondutoras trouxe uma gama de novos efeitos e novos regimes, formando o complexo quadro atual da movimentação de vórtices.

Neste capítulo procuramos apresentar uma pequena parte deste quadro, tratando das idéias básicas de relaxação magnética em supercondutores do Tipo-II. Evitamos, quando não fosse de vital importância, muito da sofisticação matemática das teorias envolvidas, para atingir nossos objetivos básicos.

## 2. Conceitos Básicos

### 2.1 Linhas de fluxo em supercondutores

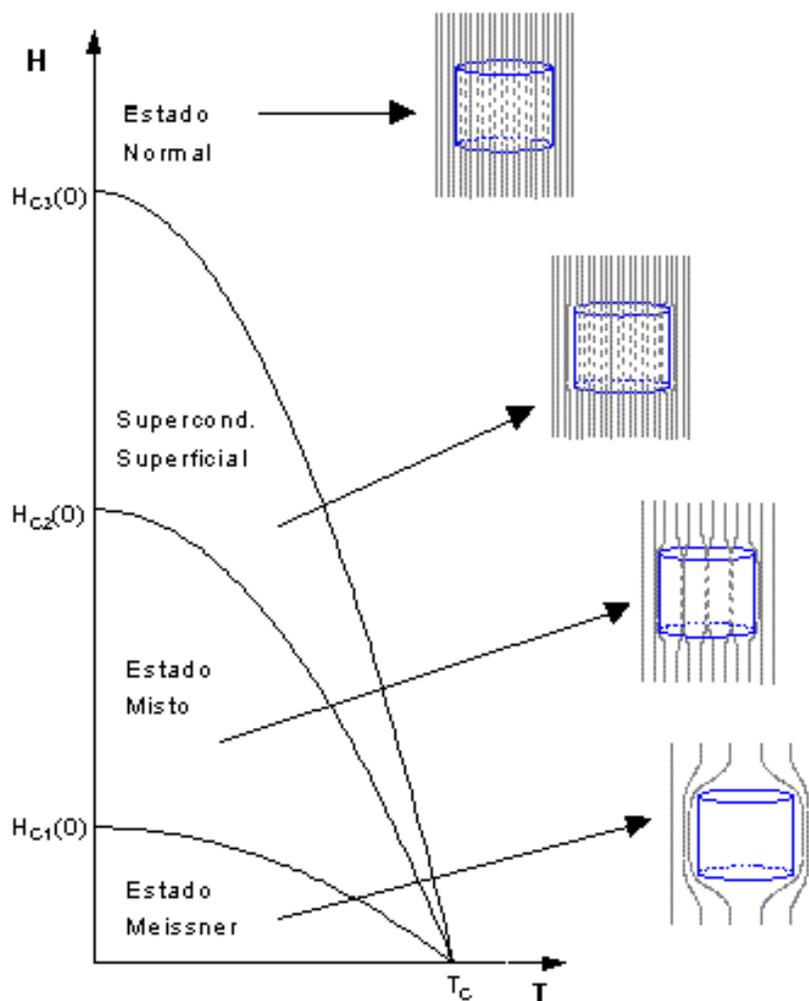
Começamos esta revisão lembrando que, usando um magnetômetro de amostra vibrante ou um magnetômetro baseado num SQUID (Dispositivo de Interferência Quântica), pode ser medido o momento de dipolo magnético  $\vec{m}$ , que é uma integral de volume do produto vetorial entre a densidade de corrente  $\vec{J}$  e raio vetor  $\vec{r}$  na amostra:

$$\vec{m} = \frac{1}{2} \int \vec{r} \times \vec{J}(r) d^3 r \quad (\text{III.1})$$

Os multipolos de ordem mais elevada podem também ser definidos e são medidos às vezes, mas aqui nós trataremos basicamente do momento de dipolo. A magnetização  $\vec{M}$  é definida como o momento de dipolo por unidade de volume, embora, como será explicado mais adiante, a magnetização de um supercondutor no estado de não equilíbrio não é uma quantidade uniforme no espaço.

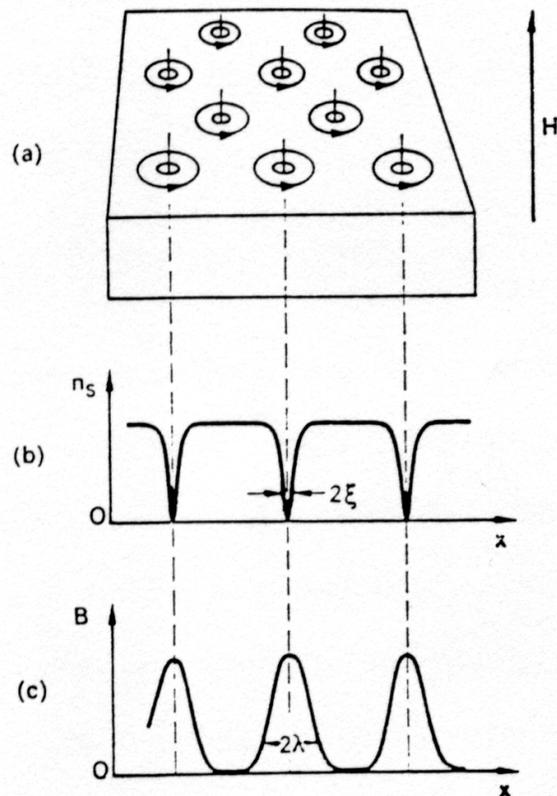
Podemos agrupar os supercondutores em duas classes de comportamento magnético diferentes. Os supercondutores do Tipo-I exibem um efeito Meissner até um campo crítico termodinâmico  $H_c$  onde começa então a penetrar campo no volume; acima deste campo o material retorna para o estado normal de maneira mais ou menos abrupta, dependendo da forma

geométrica da amostra. Em contraste, os supercondutores do Tipo-II exibem o efeito Meissner até um primeiro campo crítico  $H_{c1}$ , e têm um intervalo adicional de fase supercondutora até um segundo campo crítico  $H_{c2}$ . Acima deste a supercondutividade passa a se restringir apenas à superfície do material, sendo extinguida inteiramente ao atingir o terceiro campo crítico  $H_{c3}$ . A região entre os campos críticos  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$  é chamada de *ESTADO MISTO*, onde o fluxo magnético pode penetrar o volume do material coexistindo com regiões supercondutoras. Um diagrama de fase magnética simplificado, de supercondutores do Tipo-II, é mostrado na figura III.1. Os HTSC são todos do Tipo-II, e a relaxação magnética, nosso principal interesse nesta revisão, é uma das propriedades do estado misto.



**Figura III.1:** Diagrama de fase simplificado para supercondutores do Tipo-II

Juntamente com a sua teoria sobre o estado misto, Abrikosov deduziu de maneira notável que o campo magnético penetra no volume do supercondutor do Tipo-II, na forma de tubos ou cilindros chamados linhas de fluxo magnéticas ou vórtices. A compreensão destas linhas do fluxo é fundamental para entendermos a relaxação magnética nos supercondutores. A estrutura interna de uma linha de fluxo é ilustrada na figura III.2. Em distâncias grandes, indução magnética  $B$  cai exponencialmente com o raio do tubo de fluxo, com um comprimento característico denominado profundidade de penetração de London  $\lambda$ , tipicamente 1000-2000Å ao longo dos planos  $\text{CuO}_2$  em temperaturas baixas. Uma integral deste campo  $B$  sobre uma área de seção transversal da linha de fluxo magnético dá o fluxo magnético total, que Abrikosov predisse como sendo precisamente valores quantizados de  $\phi_0 = ch/2e = 2 \times 10^{-7} \text{ G cm}^2$ , que é chamado quantum magnético de fluxo (dado aqui em unidades de CGS, com campo em Gauss).



**Figura III.2:** Esquema da estrutura dos fluxóides: (a) rede de fluxóides; (b) variação com a posição da concentração de super-elétrons; e (c) variação da densidade fluxo.

A linha de fluxo tem um núcleo interno normal, de raio aproximadamente igual ao comprimento de coerência  $\zeta$ , tipicamente entre 10-20 Å em baixa temperatura nos HTSC, como mostra figura III.2. As propriedades magnéticas nos supercondutores, tal como o momento de dipolo da equação (III.1), são derivadas da superposição das correntes dos vórtices em torno das linhas de fluxo e da corrente Meissner que circula na superfície da amostra.

## 2.2 A rede de Vórtices

No estado misto num supercondutor ideal (sem nenhum defeito), os vórtices se arranjam formando uma rede hexagonal ( veja figura III.2) que é denominada rede de fluxóides ou rede de Abrikosov. O parâmetro de rede de fluxóides  $a_0$  depende do campo magnético, e para a rede hexagonal é dado por:

$$a_0 = 1.075 \left( \frac{\Phi_0}{B} \right)^{1/2} \quad (\text{III.2})$$

Num supercondutor real as linhas de fluxo são aprisionadas por inhomogeneidades no material que causam variação espacial na energia e no comprimento da linha de fluxo. Estas inhomogeneidades podem ser deslocamentos, vacâncias, intersticiais, fronteiras de grãos, planos de maclas, precipitações, defeitos causados por feixe de elétrons, deslocamentos planares na rede cristalográfica, ou por rugosidade na superfície.

Os vórtices individuais podem dobrar-se em consequência de sua interação atrativa com os centros de aprisionamento. Esta atração compete com a interação repulsiva dos vórtices entre si. Tais conceitos podem ser generalizados tratando a rede de vórtices como um meio elástico anisotrópico excitado sendo que os modos possíveis de distorções podem ser excitados termicamente. Tais efeitos são particularmente grandes nos HTSC, em parte simplesmente porque a temperatura pode ser muito mais elevada do que em supercondutores convencionais.

Os fluxóides aprisionados, quando submetidos a um gradiente de densidade de fluxo, geralmente movem-se no sentido decrescente deste, saltando entre os centros de aprisionamento, devido à ativação térmica; este processo é conhecido como “*flux creep*”. Quando a energia de ativação térmica se compara com a barreira do potencial de aprisionamento esta movimentação

dos fluxóides é grande, podendo também ocorrer saltos no sentido oposto do gradiente; este fenômeno é chamado de “*flux flow*”.

### **2.3 Supercondutores com defeitos: propriedades magnéticas irreversíveis**

Todos os materiais reais têm defeitos que interagem com as linhas e fluxo, as aprisionando. Este processo de aprisionamento é um pré-requisito para o fenômeno de relaxação magnética.

Tipicamente, a energia de aprisionamento do vórtice, por um centro de *pinning*, por unidade de comprimento no qual o estado supercondutor é destruído localmente é da ordem de  $H_c^2 \xi^2 / 8 \pi$ , onde  $H_c$  é o campo crítico termodinâmico do supercondutor (igual a  $H_{c2} \xi / 2^{1/2} \lambda$ ). Por causa do valor baixo de  $\xi$ , esta energia é baixa, correspondendo geralmente a uma temperatura da ordem 10-100 K; assim os efeitos térmicos podem ser significativos. O efeito de um arranjo espacial aleatório dos centros de aprisionamento deve perturbar a rede hexagonal de vórtices. Isto foi reconhecido por Larkin [29] e mais tarde por Larkin e por Ovchinnikov [30], que propuseram que a rede quebraria em domínios com um tamanho característico que corresponde a um comprimento de correlação finito na direção perpendicular aos vórtices.

Na ausência de aprisionamento, o arranjo de vórtices pode sempre chegar ao estado de equilíbrio termodinâmico, seja ele uma rede rígida ou um líquido de vórtices. A magnetização neste caso é “reversível”, isto é, não depende do história termomagnética da temperatura da amostra. Entretanto, há um outro fenômeno físico introduzido pela presença do aprisionamento, que é essencial para a discussão da relaxação magnética. Trata-se da possibilidade de um estado de não equilíbrio ou de distribuição espacial não uniforme dos vórtices, que são capturados, ao menos temporariamente, pelos centros de aprisionamento. Neste caso as propriedades magnéticas são “irreversíveis”. A relaxação deste estado de não equilíbrio para o de equilíbrio termodinâmico (por saltos ou tunelamento dos vórtices entre os centros de aprisionamento), é acreditado como sendo o fenômeno básico que é observado em experimentos de relaxação magnética.

A possibilidade de um arranjo de vórtices em não equilíbrio tem importância fundamental tanto pelo lado teórico como do prático. Em particular, um gradiente de densidade de vórtices

num estado de não equilíbrio corresponde a um gradiente total no campo que, através da lei de Ampère, deve corresponder a uma corrente volumétrica.

A combinação das correntes de superfície (Meissner) e das correntes em torno dos vórtices, tipicamente devido à distribuição não uniforme do espaçamento entre as linhas de fluxo aprisionadas, cria um momento magnético de dipolo (e momentos multipolo mais elevados), que pode ser medido. Este momento magnético de dipolo pode ser diamagnético (negativo) ou paramagnético (positivo), dependendo da história termomagnética da amostra, como será exemplificado mais adiante.

Uma melhor compreensão do comportamento dos vórtices aprisionados no estado de não equilíbrio vem de se considerar a força por unidade de volume exercida pelos vórtices, uns sobre os outros. Esta força, derivada por Friedel e colaboradores [31], tem uma forma similar à força de Lorentz da eletrodinâmica, e é dada por

$$\vec{F} = \left( \frac{1}{c} \right) \vec{J} \times \vec{B} \quad (\text{III.3})$$

onde  $\vec{J}$  é a média espacial da densidade de supercorrentes e  $\vec{B}$  é a média espacial da indução magnética. Sem uma força de aprisionamento para opor esta força de Lorentz, os vórtices relaxarão para sua configuração uniforme do estado de equilíbrio, e as supercorrentes tenderão a zero. A densidade de corrente em que a força de Lorentz se iguala à força de aprisionamento máxima (na ausência da ativação térmica ou tunelamento quântico) determina a densidade de corrente crítica  $J_c$ .

A ativação térmica ou o tunelamento quântico podem fazer com que os vórtices escapem de seus centros de aprisionamento e movam-se no sentido da força de Lorentz, diminuindo assim a densidade de corrente para valores abaixo de  $J_c$ . A liberação dos vórtices dos centros de aprisionamento é o mecanismo dominante da relaxação magnética nos supercondutores. Assim, a relaxação magnética e a redução da densidade de corrente estão correlacionados.

Como descrito acima, o momento magnético global de uma amostra supercondutora tem duas componentes, uma reversível e a outra irreversível. A componente irreversível, devida às supercorrentes associadas ao estado de não equilíbrio dos vórtices, depende da história magnética e térmica da amostra. Portanto, um supercondutor com um momento magnético irreversível tem

uma distribuição não uniforme do fluxo magnético em seu interior. Por outro lado, a componente reversível do momento magnético é devida às correntes de blindagem. Assim, o conceito convencional da magnetização como sendo o momento magnético por unidade de volume deve ser tratado com cuidado especial: quando dividimos o momento magnético medido pelo volume da amostra para obter uma “magnetização”, esta quantidade não deve ser interpretada como uma propriedade intrínseca ou uniforme do volume. Como veremos na seção seguinte, a magnetização de um supercondutor num estado de não equilíbrio cresce com dimensão da amostra.

Devido aos efeitos irreversíveis, de não equilíbrio, as curvas experimentais de magnetização versus temperatura são em geral dependentes das histórias termomagnéticas utilizadas. Neste trabalho descreveremos três tipos diferentes de curvas  $M \times T$ :

- ZFC (“*zero field cooled*”): A amostra é resfriada em campo magnético nulo, do estado normal até uma temperatura abaixo da sua temperatura de transição supercondutora. Aplica-se o campo de medida desejado,  $H_0$ , e mede-se a magnetização da amostra, enquanto ela é aquecida.
- FC (“*field cooled*”): Aplica-se o campo de medida  $H_0$  na amostra, no estado normal, e pode-se medir a magnetização em função da temperatura de duas formas diferentes:
  - (a) FCC (“*field cooled, cooling*”): A magnetização da amostra é medida enquanto ela resfria até uma temperatura abaixo da temperatura de transição.
  - (b) FCW (“*field cooled, warming*”): Após a aplicação do campo de medida  $H_0$ , resfria-se a amostra até uma temperatura inferior à da transição supercondutora e, em seguida, mede-se a magnetização enquanto se eleva a temperatura da amostra.

## 2.4 O Modelo de Estado Crítico

Para quantificarmos o comportamento dos supercondutores com centros de aprisionamento, uma relação deve ser estabelecida entre a magnetização irreversível medida  $M_{irr}$  e a densidade de supercorrente  $J$ . Isto pode ser feito através do modelo de estado crítico, introduzido primeiramente por Bean [32,33]. Este modelo é baseado em duas suposições simples, a saber, que a densidade de supercorrente assume sempre um valor crítico  $J_c$ , e que todas as mudanças na distribuição do fluxo são introduzidas a partir da superfície da amostra.

Na presença de grande relaxação magnética, o modelo de estado crítico deve ser generalizado, mas notavelmente, a estrutura básica da teoria é preservada. Neste caso, em vez de uma densidade de corrente crítica independente do tempo, pode se usar uma densidade de corrente determinada pela escala de tempo ou pelo nível do campo elétrico na experiência. Nós prosseguimos nesta seção com uma breve descrição da teoria convencional, em termos de  $J_c$  independente do tempo.

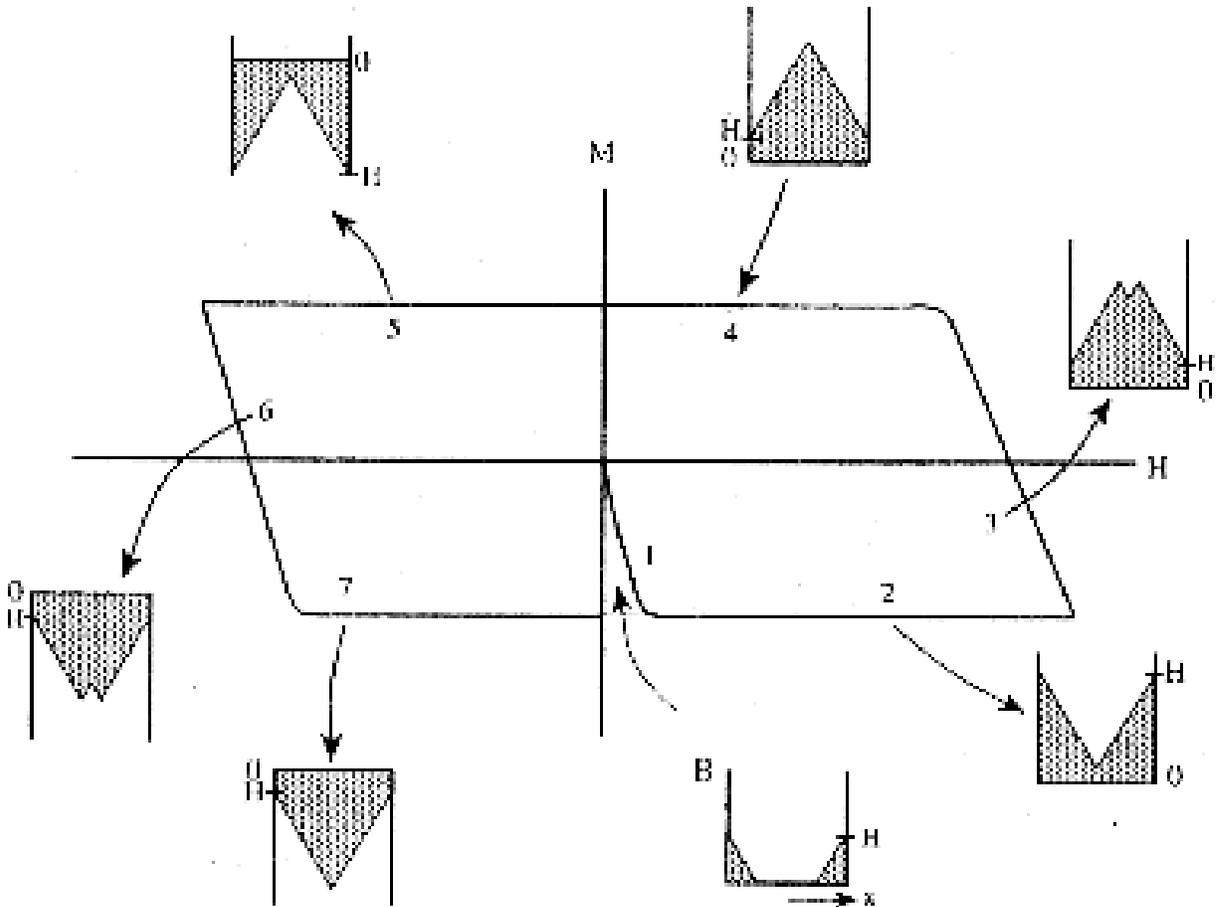
A relação específica entre  $M_{irr}$  e  $J_c$  depende da geometria da amostra. Uma boa revisão pode ser encontrada no artigo de Campbell e Evetts [34], que resumem muitos resultados teóricos para configurações específicas. Aqui, para finalidades ilustrativas, nós descrevemos um dos casos mais simples, para uma longa barra de espessura  $L$ , sujeita a um campo aplicado  $H$  paralelo a suas faces. Nós partimos da situação de campo zero e prosseguimos considerando o laço de histerese enquanto o campo completa um ciclo completo, positivo e negativo, retornando a zero. Ignoramos a magnetização reversível e consideramos  $J_c$  como sendo independente de  $B$ . O resultado do laço de histerese é ilustrado na figura III.3, junto com esquemas para os perfis do fluxo, tomados ao longo de vários pontos do laço de histerese.

Inicialmente, o fluxo penetra nas superfícies, com um gradiente  $(4\pi/c)\vec{J}$  e dado por

$$\nabla \times \vec{B} = \left( \frac{4\pi}{c} \right) \vec{J} \quad (\text{III.4})$$

A frente de fluxo, esboçada no ponto 1 na figura III.3, pode ser calculada para uma distância de penetração  $cH/4\pi J_c$  na amostra. A magnetização, dada por  $4\pi M = B - H$ , é agora

$$4\pi M = \left( \frac{cH^2}{4\pi J_c L} \right) - H \quad (\text{III.5})$$



**Figura III.3:** Ilustração do ciclo de histerese para uma barra de espessura  $L$  com o campo  $H$  aplicado paralelo ao plano, com os perfis de campo ao longo da espessura da barra mostrado para vários pontos ao longo do ciclo de histerese. As áreas sombreadas representam a região de penetração de fluxo.[35]

Quando a frente de fluxo alcança o centro da barra, em  $H = 2 \pi J_c L / c$ , a magnetização alcança seu valor diamagnético máximo

$$M_{\max} = -\frac{J_c L}{4c} \quad (\text{III.6})$$

Este é um resultado particularmente relevante do modelo do estado crítico de Bean, mostrando que a magnetização máxima aumenta linearmente com a dimensão da amostra  $L$ . Resultados similares aos das equações (III.5) e (III.6) podem ser derivados para diferentes pontos ao longo do laço de histerese. Uma predição notável é que a magnetização muda de sinal na parte descendente do 1º quadrante do ciclo de campo e se torna paramagnética (positiva).

Assim os comportamentos diamagnético (associada com a entrada de fluxo) e paramagnético (exclusão de fluxo) são possíveis num supercondutor, num estado de não equilíbrio. Quando o campo é reduzido para zero após um aumento inicial para valores positivos, fluxo fica aprisionado dentro da amostra, causando o que é chamado freqüentemente de magnetização “remanente”  $M_{rem}$ , ou mais precisamente, “magnetização remanente isotérmica” porque o processo é realizado à temperatura constante.

A relaxação magnética ocorrerá a partir de qualquer um dos estados de não equilíbrio descritos acima. Por causa da conveniência de fazer medidas a campo zero, muitos estudos usam amostras em estado inicial de magnetização remanente isotérmica. As circunstâncias mais preferidas em geral são aquelas em que o estado inicial se situa nos platôs diamagnético ou paramagnético do laço da histerese de modo que o campo seja suficientemente elevado para minimizar efeitos do fator de desmagnetização.

### 3. Modelos Para Análise de Relaxação Magnética sob movimentação elástica dos vórtices

Historicamente, as primeiras amostras sinterizadas de supercondutores de alta temperatura foram vistas como um conjunto de grãos supercondutores com acoplamento fraco, descrito como “um supercondutor vítreo” [36,37]. Os efeitos de relaxação nestes novos supercondutores foram atribuídos originalmente a seu estado vítreo, sendo tratados de forma similar aos fenômenos observados em sistemas magnéticos frustrados tais como os vidros de *spin* [38-40].

Em 1988, alguns trabalhos [41,42] indicaram que o efeito de relaxação gigante observado nos HTSC pode surgir da movimentação de fluxo (*flux creep*) termicamente ativado, como foram descritos primeiramente por Anderson e Kim [43] e mais tarde por Beasley *et al.* [44]. O modelo básico de Anderson-Kim foi aplicado com sucesso por numerosos autores para explicar muitos dos dados de relaxação nos HTSC, especialmente em regimes de baixas temperaturas e baixos campos. Entretanto, em temperaturas e campos relativamente elevados, foi observado que o modelo básico de *flux creep* não se ajustava bem aos dados experimentais obtidos. Além disso, o *creep* também foi observado em temperaturas muito baixas onde a ativação térmica deveria ser

irrelevante. Vários modelos foram desenvolvidos para explicar os dados de relaxação nestes regimes problemáticos. Descreveremos a seguir alguns dos principais modelos que são apresentados na literatura para abordar este problema de relaxação magnética.

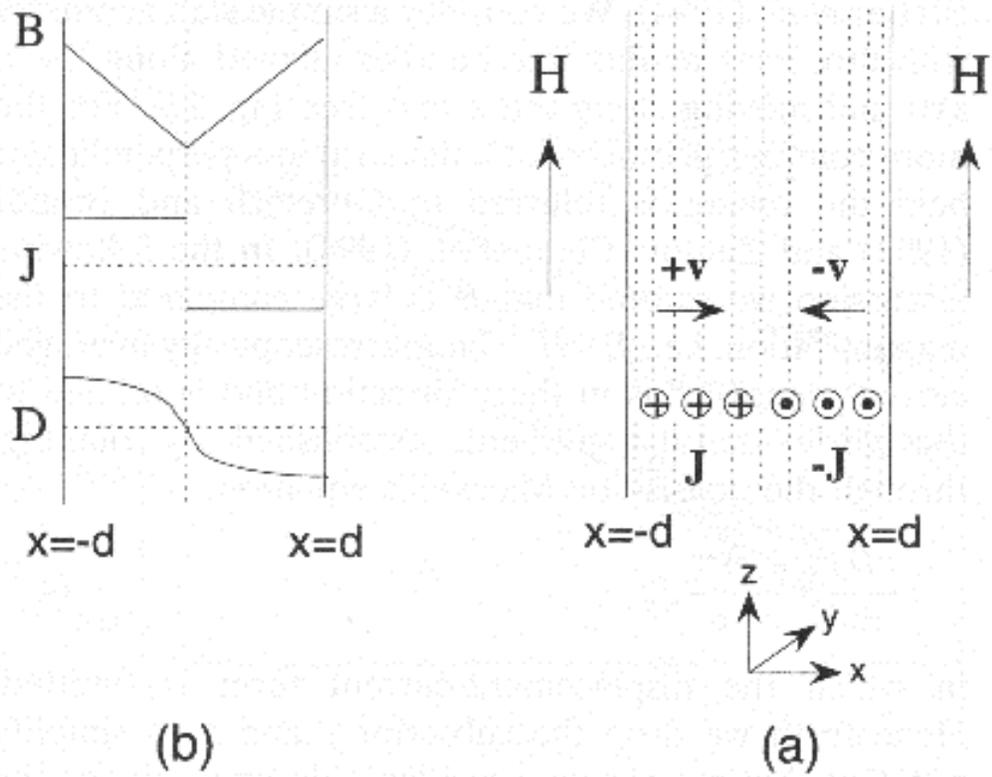
### 3.1 A equação eletrodinâmica de flux creep

Seguiremos o tratamento de Blatter *et al.* [45] para a teoria clássica de *flux creep* termicamente ativado. Nesta seção nós consideramos uma geometria simples de uma placa com as linhas de fluxo ou pacotes de fluxoides alinhados ao longo do eixo  $z$  e que estes se movem ao longo do eixo  $x$  (veja figura III.4). Supomos também que  $B$  é grande comparado à magnetização, isto é  $B \cong H$ . A média macroscópica da densidade de corrente  $J$  é paralela à direção do eixo  $y$  e é relacionada ao gradiente da densidade de vórtices de acordo com a seguinte equação de Maxwell, quasi-estática:

$$\frac{\partial B_z}{\partial x} = -\frac{4\pi}{c} J_y \quad (\text{III.7})$$

Para simplificar a notação nós abandonaremos os subscritos  $y$  e  $z$ , e somente consideraremos uma linha central no sentido médio da movimentação dos vórtices. O gradiente de campo decai com o tempo em consequência da movimentação dos vórtices, causando assim a relaxação da corrente persistente  $J$  e da magnetização  $M$  [43,46]. A equação básica que governa o decaimento da corrente  $J$  pode ser derivada da equação de Maxwell  $\partial E/\partial x = -(1/c) \partial B/\partial t$  e da equação que relaciona o campo elétrico com a movimentação de fluxo  $E = (1/c) B v$ , onde  $v$  é a velocidade dos vórtices no sentido paralelo à força do Lorentz, isto é, no sentido do eixo  $x$  (veja a equação III.3 e a figura III.4). Estas considerações conduzem a uma equação da continuidade para a densidade de fluxo[44]:

$$\frac{\partial B}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial x}(vB) \quad (\text{III.8})$$



**Figura III.4:** Flux creep para uma placa de espessura  $2d$ : (a) diagrama esquemático mostrando a densidade de corrente  $J$  e a velocidade  $v$  para uma placa infinita imersa num campo paralelo  $H$ . A indução  $B$ , a densidade de corrente  $J$  e a velocidade  $v$  são paralelas aos eixos  $z$ ,  $y$  e  $x$  respectivamente. As linhas pontilhadas representam as linhas de fluxo. (b) Esquema de  $B$ ,  $J$ , e da densidade de corrente das linhas de fluxo  $D = B v$  como função da distancia  $x$  do centro da placa.[35]

Usando a equação III.7, podemos obter uma equação dinâmica para a densidade de corrente  $J$ :

$$\frac{\partial J}{\partial t} = \frac{c}{4\pi} \frac{\partial^2}{\partial x^2} (vB) \quad (\text{III.9})$$

Assumindo a existência de ativação térmica sobre a barreira de aprisionamento  $U(J)$ , a velocidade  $v$  nas equações III.8 e III.9 pode ser escrita como:

$$v = v_0 e^{-U(J)/kT} \quad (\text{III.10})$$

onde o coeficiente  $v_0$  é dado por  $v_0 = x_0 \omega_m J/J_c$ , onde  $x_0$  é a distância dos saltos de vórtices e  $\omega_m$  é a frequência dos saltos microscópica. O fator  $J/J_c$  é introduzido para fornecer uma mudança gradual para o regime de fluxo viscoso, com  $v \propto J$  para  $kT \ll U$  [47,48].

Blatter *et al.* [45] resolveram a equação III.10 assumindo uma completa penetração de campo na amostra e negligenciando o efeito do campo na barreira  $U(J)$ . O resultado encontrado por eles para a variação espacial de  $J$  pode ser desprezado para quase toda a amostra, à exceção de uma região estreita próxima do centro da amostra onde  $J$  muda de sinal. Para um  $J$  constante, a equação III.7 implica que  $B$  varia linearmente da superfície da amostra ( $x=d$ ) a seu centro ( $x=0$ ), isto é,  $B = (4\pi/c) (d - x) J + H$ , onde  $H$  é o campo aplicado.

Integrando da equação III.9 do centro à borda da amostra temos

$$\frac{\partial J}{\partial t} \approx - \frac{c v_0 H}{2\pi d^2} e^{-U(J)/kT} \quad (\text{III.11})$$

onde  $U(J)$  é a barreira de aprisionamento na superfície da amostra. Para deduzir esta equação nós utilizamos duas condições de contorno: (i) no centro amostra ( $x = 0$ ) a mesma quantidade de fluxo se desloca em sentidos opostos, assim a densidade de corrente de fluxo  $vB = 0$ ; (b) na superfície da amostra, ( $x = d$ ),  $B$  é igual ao campo aplicado  $H$ , que é independente do tempo. Uma equação similar para a energia de ativação  $U$  pode ser obtida substituindo  $\partial J / \partial t = (\partial U / \partial J) (\partial J / \partial t)^{-1}$  na equação III.11:

$$\frac{\partial U}{\partial t} = - \frac{c v_0 H}{2\pi d^2} \frac{\partial U}{\partial J} e^{-U(J)/kT} \quad (\text{III.12})$$

Esta equação pode ser resolvida com acurácia logarítmica [49], resultando em

$$U(J) = kT \ln \left( 1 + \frac{t}{t_0} \right) \approx kT \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \quad (\text{III.13})$$

onde  $t_0 = 2 \pi k T d^2 / (c v_0 H |\partial U / \partial J|)$ . Como descrito por Feigel'man e col. [50],  $t_0$  é uma quantidade macroscópica dependendo do tamanho de amostra  $d$ , e não deve ser confundida com o tempo de salto microscópico  $\tau_0 = \omega_m^{-1}$ . A equação III.13 é geral e é independente de uma fórmula específica para  $U(J)$ . A evolução temporal da densidade de corrente  $J$  mostrada nesta seção pode

ser determinada diretamente da equação III.13, considerando que a dependência funcional de  $U$  em  $J$  é conhecida. Nos tópicos seguintes nós mostraremos exemplos de dependência linear e não-linear de  $U(J)$ . O comportamento não-linear de  $U(J)$  é de pouco interesse para os supercondutores de baixa temperatura crítica, em que a corrente persistente  $J$  está próxima da corrente crítica em alguma escala de tempo razoável. Entretanto, para os HTSC a não linearidade torna-se importante por causa do *flux creep* gigante.

### 3.2 $U(J)$ linear: Modelo de Anderson – Kim

O modelo mais simples de dependência linear de  $J$  na barreira de energia foi considerada no modelo de Anderson-Kim [43,46]:

$$U = U_0 - \frac{1}{c} J B x_0 V \quad (\text{III.14})$$

onde  $V$  é o volume do pacote de fluxo que salta e  $x_0$  é a distância do salto. O segundo termo da equação III.14 é a redução efetiva na barreira devido ao trabalho realizado pela força de Lorentz ao mover o pacote de fluxo de um distância  $x_0$ . Neste modelo simples  $V$  e  $x_0$  são constantes, independentes de  $J$  e de  $B$ , assim  $U$  depende linearmente de  $J$ :

$$U = U_0 \left( 1 - \frac{J}{J_{c0}} \right) \quad (\text{III.15})$$

onde  $J_{c0} = c U_0 / B x_0 V$  é a densidade de corrente crítica em que a barreira desaparece. Nós já descrevemos a densidade de corrente crítica  $J_c$  como a corrente em que a força de Lorentz é contrabalançada pela força de aprisionamento; então, neste estado crítico a barreira tende a zero e assim  $J_c = J_{c0}$ .

Como mencionado, a aproximação linear, equação III.15, é razoável na vizinhança de  $J_{c0}$  e é uma descrição correta para os supercondutores convencionais onde  $U_0 \gg kT$  e, conseqüentemente,  $J$  estará sempre perto de  $J_{c0}$ . Entretanto, para os HTSC, por causa da grande movimentação de fluxo,  $J$  pode ser muito menor do que  $J_{c0}$  e uma dependência não linear de  $U(J)$  pode se tornar extremamente importante, como será discutido na seção seguinte.

Das equações III.13 e III.15 podemos obter a famosa dependência temporal logarítmica da densidade de corrente:

$$J = J_{c0} \left[ 1 - \frac{kT}{U_0} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (\text{III.16})$$

Para obter uma expressão que considere  $t = 0$ , pode-se escrever a equação acima como

$$J = J_{c0} \left[ 1 - \frac{kT}{U_0} \ln \left( 1 + \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (\text{III.17})$$

Podemos observar que o termo dentro da chave na equação III.16 ou III.17 representa uma correção na densidade de corrente. Este é o fator de redução devido à movimentação de fluxo. Para temperaturas baixas, onde  $U_0$  é essencialmente independente da temperatura, o termo de movimentação de fluxo introduz uma redução em  $J$  que é linear com a temperatura.

A equação III.16 é válida somente no limite de  $(kT/U_0) \ln(t/t_0) \ll 1$ , isto é, no limite onde o fator da redução da movimentação de fluxo é pequeno. Nós podemos definir um tempo de transição  $t_{cr}$  no qual  $U_0 J / kT J_{c0}$  tende a 1; usando Eq III.16, chegamos a

$$t_{cr} = t_0 \exp \left( \frac{U_0}{kT} - 1 \right) \quad (\text{III.18})$$

Similarmente, uma temperatura  $T_{cr}$  do cruzamento entre estes dois limites, para um dado tempo de observação é

$$\frac{kT_{cr}}{U_0(T_{cr})} = \frac{1}{1 + \ln(t_{obs}/t_0)} \quad (\text{III.19})$$

onde nós indicamos explicitamente a dependência da temperatura de  $U_0$ . Entretanto, na maioria dos HTSC,  $U_0$  é bem menor que  $kT_{cr}$  que decai num intervalo abaixo de  $T_c/2$ , onde  $U_0$  é essencialmente independente da temperatura.

Tem sido mostrado por vários autores que, em toda região onde se observa uma relaxação logarítmica, o modelo de estado crítico com  $J$  substituindo  $J_c$  é uma boa aproximação [48,51-53]. Isto nos conduz a uma magnetização  $M$  cujo valor é proporcional a  $J$  quando a amostra é

penetrada inteiramente pelo campo. Por exemplo, numa barra de espessura  $L$ , com campo suficientemente grande aplicado paralelamente ao plano da barra, pode ser expressa através da formula III.6 como:

$$|M| = \frac{J L}{4c} \quad (\text{III.20})$$

para um gradiente constante da densidade de fluxo, proporcional a  $\pm J$  (ver equação III.7). Consequentemente, a magnetização relaxa com a mesma correção logarítmica da movimentação de fluxo, como a densidade de corrente dada pela equação III.16.

Da equação III.20 podemos derivar uma expressão para a taxa de relaxação normalizada

$$S = -\frac{1}{M} \frac{dM}{d \ln t} = \frac{d \ln M}{d \ln t} = \frac{d \ln J}{d \ln t} \quad (\text{III.21})$$

Esta quantidade tem a vantagem que, ao avaliarmos a barreira de energia  $U_0$ , não é necessário saber o valor de  $J_{c0}$  que aparece na equação III.16, que é completamente incerto, tendo em conta uma relaxação muito grande que pode ocorrer mesmo antes da primeira observação experimental. Um problema menor é que a taxa de relaxação  $dM/d \ln t$  é normalizada freqüentemente pela magnetização inicial  $M_i$  em vez da dependência temporal da magnetização  $M(t)$ . Mas desde que a variação em  $M$  durante a medida experimental seja pequena, o que acontece na maioria dos casos, o erro introduzido por este procedimento é também pequeno. O resultado para  $S$  derivado da equação III.16 é

$$S = \frac{-kT}{U_0 - kT \ln(t/t_0)} \quad (\text{III.22})$$

Já vimos que no limite em que a equação III.16 é válida,  $U_0 \gg kT \ln(t/t_0)$ , fazendo com que  $S$  seja sempre negativa.

Como foi indicado por Hagen e Griessen [54,55], para supercondutores de baixa temperatura em que  $U_0$  é muito grande comparado a  $kT \ln(t/t_0)$ ,  $S$  reduz simplesmente a  $-kT/U_0$ , que é justamente o coeficiente colocado na frente do termo  $\ln$  na equação III.16. Isto fez com que muitos autores em estudos de HTSC chamassem  $-kT/S$  de barreira de energia. A equação III.22 mostra que na realidade esta é uma barreira efetiva  $U_{eff} = U_0 - kT \ln(t/t_0)$ . Por causa desta

ambigüidade, a literatura experimental deve ser lida com muito cuidado para saber qual destas barreiras, se  $U_0$  ou  $U_{eff}$ , está sendo reportada.

Uma relação interessante pode ser estabelecida entre o movimento de fluxo e as curvas características  $V-I$  (ou  $E-J$ ) dos supercondutores. Desde que  $E = vB$  e a velocidade do fluxo  $v$  é proporcional a  $\exp(-U/kT)$ , pode-se obter

$$E \propto B \exp\left[-\frac{U_0}{kT}\left(1 - \frac{J}{J_{c0}}\right)\right] \quad (\text{III.23})$$

Isto mostra que uma dependência linear de  $U$  em  $J$ , que causa um relaxação magnética logarítmica, está associada com um comportamento exponencial da curva  $V-I$ . Finalmente, observamos que de acordo com a equação III.11,  $\partial J / \partial t \propto E$ . Esta é uma expressão da conservação de energia, desde que  $JE$  representa uma lei de dissipação e  $J^2$  representa uma energia armazenada, de modo que  $\partial J^2 / \partial t \propto JE$ .

### 3.3 $U(j)$ Não-linear

Em 1969, Beasley e col [44] já indicaram que, para uma descrição mais realística da barreira de energia, uma dependência não linear com a densidade de corrente  $J$  deveria ser explicitada. A importância de um  $U(J)$  não linear se tem tornado mais relevante com relação aos HTSC [50,56]. A necessidade para  $U(J)$  não linear surgiu primeiramente quando a aplicação direta da fórmula convencional – equação III.16 – produziu barreiras que aumentavam, em vez de diminuir, com o aumento da temperatura [57].

A seguir discutiremos algumas dependências não lineares de  $U(J)$  que receberam uma atenção especial na literatura. Uma delas é a barreira discutida primeiramente por Beasley e col. [44], e mais recentemente por Griessen e col. [58] e por Lairson e col.[59], que encontraram para  $J$  próximo  $J_{c0}$

$$U_J \propto \left[1 - \left(\frac{J}{J_{c0}}\right)\right]^{3/2} \quad (\text{III.24})$$

De um interesse mais recente para HTSC são as barreiras propostas para  $J \ll J_{c0}$ : Uma lei de potência invertida em  $J_{c0}/J$  [50],

$$U = U_0 \left[ \left( \frac{J_{c0}}{J} \right)^\mu - 1 \right] \quad (\text{III.25})$$

e a barreira logarítmica [56,60],

$$U = U_0 \ln \left( \frac{J_{c0}}{J} \right) \quad (\text{III.26})$$

Estas duas barreiras têm a propriedade peculiar de divergirem quando  $J \rightarrow 0$ . Esta divergência pode ser compreendida no contexto de aprisionamento coletivo de vórtices, que será discutido mais adiante.

### 3.3.1 Barreira logarítmica

A dependência logarítmica da barreira com  $J$  da equação III.26 foi proposta primeiramente por Zeldov e col. [56] a fim explicar seus dados de magnetorresistência. Esta predição foi corroborada por estudos extensivos de *flux creep* [74,62,63] numa amostra texturizada de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  e em cristais de LaSrCuO e de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Estes trabalhos analisaram os dados utilizando a relação de Arrhenius para o salto termicamente ativado dos vórtices e o seu efeito no decaimento temporal da densidade de corrente. Baseado na equação III.11, tem-se

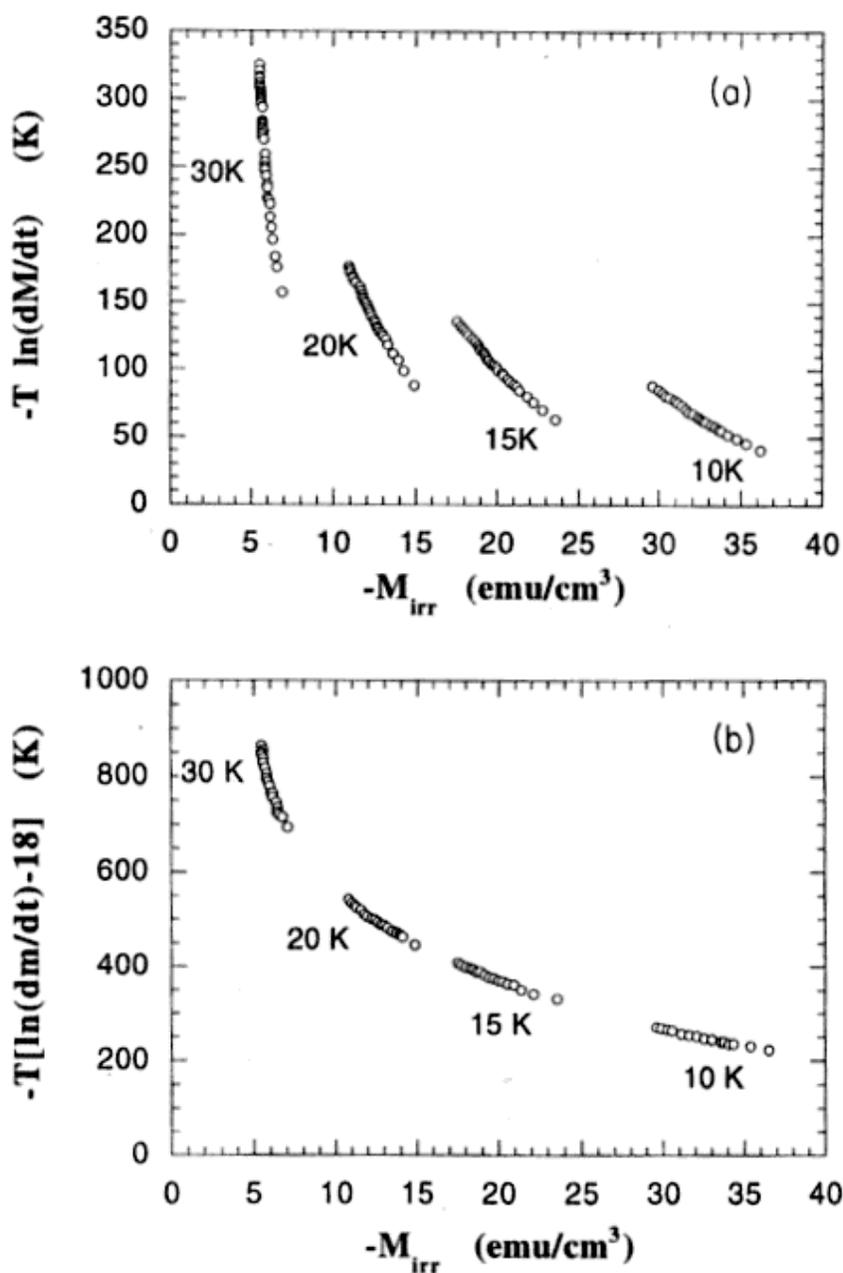
$$\frac{\partial J}{\partial t} \propto \exp \left( - \frac{U}{kT} \right). \quad (\text{III.27})$$

Desta equação obtém-se

$$U = -kT \left[ \ln \left( \frac{\partial M}{\partial t} \right) + C \right], \quad (\text{III.28})$$

onde  $C$  é uma constante que depende da temperatura e do campo. Assim um gráfico desta quantidade versus  $M_{irr}$  (com  $M_{irr} \propto J$ ) deve diretamente exibir a dependência de  $J$  em  $U$ . Eles

então encontraram o comportamento mostrado na figura III.5, consistente com a dependência logarítmica expressa na equação III.26.



**Figura III.5:** Demonstração da técnica de Maley para determinar a dependência da energia de ativação de “flux creep”. (a)  $T \ln(dM/dt) \times$  magnetização irreversível para a amostra policristalina de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , com  $H = 10$  Oe paralelo ao eixo  $c$ . (b) mesmo gráfico após o uso de  $C = 18$  em cada conjunto de dados. Este procedimento produz um conjunto de curvas sugerindo uma conexão suave entre elas.[63]

### 3.3.2 Distribuição da barreira.

Muitos modelos para *flux creep* foram propostos envolvendo uma distribuição de barreiras [51,55,64,65]. Estes tipos de modelos oferecem também uma explanação do platô observando na taxa normalizada de relaxação em função da temperatura. Usando o tratamento padrão de Anderson-Kim, um platô em  $S$  implica numa barreira que aumenta de maneira proporcional a  $T$ . Com uma distribuição apropriada das barreiras, pode-se compreender o aumento do valor médio da barreira com a temperatura, pois as barreiras pequenas são superadas nas temperaturas mais baixas. De fato, tais modelos têm um número infinito de parâmetros que podem ser ajustados aos dados.

Certamente, uma distribuição de barreiras nestes materiais complexos é plausível e, mesmo que seja um modelo de certa forma deselegante, é difícil de se argumentar contra. Por exemplo, Malozemoff e Fisher [66] tentaram fazer esta crítica utilizando uma lei universal para o platô em  $S$ , mostrando que uma mesma distribuição de barreiras não seria plausível ao mesmo tempo para filmes finos, monocristais, amostras texturizadas, etc.

### 3.3.3 Teoria de *Collective-creep*.

Em 1979, Larkin e Ovchinnikov [30] foram os primeiros a propor uma teoria para o ancoramento coletivo (*collective pinning*) de vórtices simples (*single vortex*), em que aparece um comprimento característico  $L_c$ , dos segmentos de vórtices aprisionados nas inomogeneidades (ou defeitos) da rede cristalina do material. No caso de pacotes de vórtices (*vortex bundles*), para campos magnéticos mais elevados, faz-se necessário o uso de um comprimento longitudinal  $L_c^b$  e outro radial  $R_c$ , que definem um volume característico, crescente com o campo [45].

Os centros de aprisionamento em geral são distribuídos de maneira aleatória, produzindo distorções na rede de vórtices (rede de Abrikosov). Feigel'man e colaboradores [50] em 1989, propuseram uma teoria de *Flux Creep* Coletivo na qual a energia livre que leva em conta estas distorções é dada por:

$$\bar{F} = \int d^3r \left[ (C_{11} - C_{66}) \frac{(\nabla \cdot \vec{u})^2}{2} + C_{66} \frac{(\nabla \vec{u})^2}{2} + C_{44} \frac{(\partial \vec{u} / \partial z)^2}{2} + U_{pin}(\vec{u}, r) \right] \quad (\text{III.29})$$

onde  $C_{11}$  é o módulo de compressão volumétrica;  $C_{44}$  é o módulo de inclinação;  $C_{66}$  é o módulo de cisalhamento;  $u(r)$  descreve um deslocamento local das linhas de fluxo em duas dimensões.

$U_{pin}(u,r)$  é o potencial randômico que descreve a interação da rede com defeitos. Supõe-se que seja de curto alcance:

$$\langle U_{pin}(u,r)U(u',r') \rangle = K(|u-u'|, |r-r'|) \quad (III.30)$$

onde  $K(x,y)$  decresce rapidamente para um  $x,y$  maior que um certo comprimento característico  $r_p$ , de tal modo que  $r_p$  é aproximadamente igual ao comprimento de coerência  $\xi$ . Este potencial randômico destrói a ordem de longo alcance da rede de vórtices. Pela Teoria de Aprisionamento Coletivo  $J_c$  pode ser expresso por:

$$J_c \cong \left( \frac{W}{V_c} \right)^{1/2} \cdot B^{-1} \cong \frac{C_{66}\xi}{R_c^2 B} \quad (III.31)$$

onde  $W$  é o valor médio quadrático da força randômica produzida pelos defeitos:

$$W = \int \left[ \partial^2 K / \partial u^2 \right]_{u=\xi} d^3 r \quad (III.32)$$

O volume de aprisionamento ( $V_c = R_c^2 L$ ) foi definido como o volume onde as distorções elásticas da rede são da ordem de  $|u(r)| \leq \xi$ . O comprimento característico  $L_c$  é definido na direção em que o campo externo esta aplicado e pode ser expresso por:

$$L_c \cong R_c (C_{44}/C_{66})^{1/2} \quad (III.33)$$

e o comprimento  $R_c$  na direção transversal do campo aplicado

$$R_c \cong C_{44}^{1/2} C_{66}^{3/2} \xi^2 / W \quad (III.34)$$

Kes e colaboradores [67] desenvolveram a teoria de *flux flow* termicamente ativado (TAFF) onde, para  $J \ll J_c$ ,  $U(J)$  tende a uma constante  $U_0$ . A introdução de deformações elásticas faz com que  $U(J)$  cresça com  $J^{-\alpha}$ , para  $J \ll J_c$ , como será mostrado a seguir.

Quando um meio elástico interage com um potencial aleatório, as flutuações do campo de deslocamento  $u$  numa distância  $R$  são dadas por:

$$u(R) = \left\langle |u(r) - u(r+R)|^2 \right\rangle^{1/2} \propto R^\zeta, \quad (\text{III.35})$$

esta relação é válida quando

$$R_\perp(J) \propto J^{-1/(2-\zeta)} \quad (\text{III.36})$$

e

$$U(J) \propto J^{-\alpha}, \quad (\text{III.37})$$

onde  $\alpha = (d - 2 + 2\zeta) / (2 - \zeta)$  e  $d$  é a dimensionalidade.

O primeiro regime que trataremos é o de um único segmento de linha de vórtice (*single vortex*), onde este segmento é da ordem de  $L_c < L < a_0$  e onde  $\xi < L_c$ . Na teoria de aprisionamento coletivo a uma região de um único fluxóide esta compreendida entre corrente muito menores que  $J_{sv} \cong J_c \sim J_0 (\xi/L_c)^2$ , onde  $J_0$  é um campo de desparelhamento da ordem de  $H_c / \lambda$ , até a corrente  $J_{sb} \cong J_{sv} (L_c / a_0)^{7/5}$ . A energia de ativação neste caso pode ser expressa como sendo:

$$U(J) \approx U_c \left( \frac{J_{sv}}{J} \right)^{1/7} \quad (\text{III.38})$$

e da equação III.37, obtém-se:

$$J(t) = J_c \left[ \frac{T}{U_c} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right]^{-7} \quad (\text{III.39})$$

Na região  $J_{ib} = J_{sv} (a / \lambda)^{2/3} < J < J_{sv}$  o *creep* é determinado pelo salto de um pequeno pacote (*small bundles*) com tamanho transversal  $a_0 < R_\perp$  (região de forte dispersão espacial dos módulos elásticos) e  $\zeta = 0$  (equação III.37). Desprezando os fatores logarítmicos:

$$U(J) \sim U_{sb} \left( \frac{J_{sb}}{J} \right)^{5/2}, \quad (\text{III.40})$$

$$U_{sb} \cong U_{sv} \left( \frac{a}{L_c} \right)^{1/5}$$

obtem-se:

$$J(t) = J_{sb} \left[ \frac{T}{U_{sb}} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right]^{-2/5} \quad (\text{III.41})$$

Para a região  $J_{lb} = J_{sb} (a / \lambda)^2 < J < J_{ib}$  o *creep* é determinado pelo salto de um pacote intermediário de vórtices (*intermediate bundles*) com tamanho transversal  $a_0 < R_{\perp} < \lambda$ . Neste regime as equações envolvidas são:

$$U(J) \sim U_{sb} \frac{\lambda J_{sb}}{a_0 J}, \quad (\text{III.42})$$

e

$$J(t) = J_{sb} \frac{\lambda}{a_0} \left[ \frac{T}{U_{sb}} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right]^{-1} \quad (\text{III.43})$$

O próximo intervalo  $J_{CDW} \cong J_{lb} (\xi^5 / a_0^2 L_c^3)^{9/5} < J < J_{lb}$ , refere-se ao regime de grande pacote de vórtices e suas equações são:

$$\begin{aligned} U(j) &\cong U_{lb} \left( \frac{J_{lb}}{J} \right)^{7/9}, \\ U_{lb} &= U_{sb} \left( \frac{\lambda}{a_0} \right)^3, \\ J(t) &= J_{lb} \left[ \frac{T}{U_{lb}} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right]^{-9/7}. \end{aligned} \quad (\text{III.44})$$

A energia de ativação e a dependência temporal da corrente para o último intervalo quando  $0 < J < J_{CDW}$ , pode ser escrita:

$$\begin{aligned}
U(j) &\cong U_{CDW} \left( \frac{J_{CDW}}{J} \right)^{1/2}, \\
U_{CDW} &\cong U_{lb} \left( \frac{a_0^2 L_c^2}{\xi^5} \right)^{7/5}, \\
J(t) &= J_{CDW} \left[ \frac{T}{U_{CDW}} \ln \left( \frac{t}{t_0} \right) \right]^{-2}.
\end{aligned} \tag{III.45}$$

Tendo definido os vários regimes de movimentação de fluxo, podemos montar um diagrama de fase tridimensional fenomenológico para um supercondutor anisotrópico de alta temperatura crítica H-T-J - figura III.6 mostra os diferentes regimes de aprisionamento, *creep*, e escoamento (*flow*) dividem o diagrama em várias regiões.

No plano H-T podemos observar os vários regimes relevantes. O regime de um único vórtice é o de baixos campos e temperaturas, sendo limitado pelo campo  $B_{sb}$  e pela temperatura  $T_{dp}^s$ , e todas as grandezas neste regime são independentes do campo. O regime seguinte é o de pequeno pacote de vórtices e é limitado por  $B_{lb}$  e  $T_{dp}^{lb}$ , onde a dependência com o campo e a temperatura é exponencial, uma consequência da dispersão nos módulos elásticos. Para altas temperaturas e campos, o sistema entra no regime de grande pacote, onde a dispersão é irrelevante e a dependência de  $T$  e  $B$  são algébricas. Com o aumento da temperatura, as linhas limites  $B_{sb}(T)$  e  $B_{lb}(T)$  caem rapidamente ao atravessarem a linha de *depinning*  $B_{dp}(T)$  para a rede de vórtices. Para aprisionamento relativamente fraco, a linha de *melting*  $B_m(T)$  está dentro da região de grande pacote e portanto o *melting* da rede de vórtices é apenas fracamente perturbado pela desordem. Os parâmetros escolhidos são para uma amostra de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  com  $B_{sb} \approx 6$  T,  $B_{lb} \approx 10$  T,  $T_{dp}^s \approx 60$  K, e  $T_{dp}^{lb} \approx 70$  K.

Quando se diminui a densidade de corrente  $J$ , o sistema sonda os vários regimes de movimentação (*creep*) de vórtices ao aproximar do equilíbrio. O plano B-J é dividido em uma região de altos campo e correntes, onde a desordem é irrelevante (regime de *flux-flow*) e uma porção de baixos campos e correntes abaixo da densidade de corrente crítica  $J_c(B)$ , onde o sistema de vórtices se move somente via *creep*. O regime de movimentação de vórtices (*flux-creep*) é dividido em quatro partes: o regime de movimentação de um único vórtice para grandes densidades de corrente (*creep* via ativação de segmentos individuais de vórtices), seguido pelos regimes de pacotes de fluxo pequenos, intermediários e pacotes grandes para densidades de

corrente menores (campos maiores), onde o núcleo para o *creep* consiste de um pacote tridimensional de vórtices. Para densidades de corrente muito baixas o sistema entra no regime de movimentação CDW. O regime CDW não pode ser alcançado pelo aumento do campo, mas somente pela diminuição da densidade de corrente, isto é, tendendo ao equilíbrio ( $J \rightarrow 0$ ).

Em condições de equilíbrio (plano frontal) as correntes no sistema desaparecem. O eixo de corrente também pode ser interpretado como um eixo temporal via relaxação  $J(t) \propto [\ln(t/t_0)]^{-1/\mu}$ . O caminho de uma típica experiência de relaxação magnética é ilustrado, onde uma amostra é esfriada sob campo zero até o ponto A. Quando o campo magnético é aplicado, um estado crítico é formado (B), que em seguida decai via creep ( $\gamma$ ) para o estado de equilíbrio de um *vortex-glass* (C).

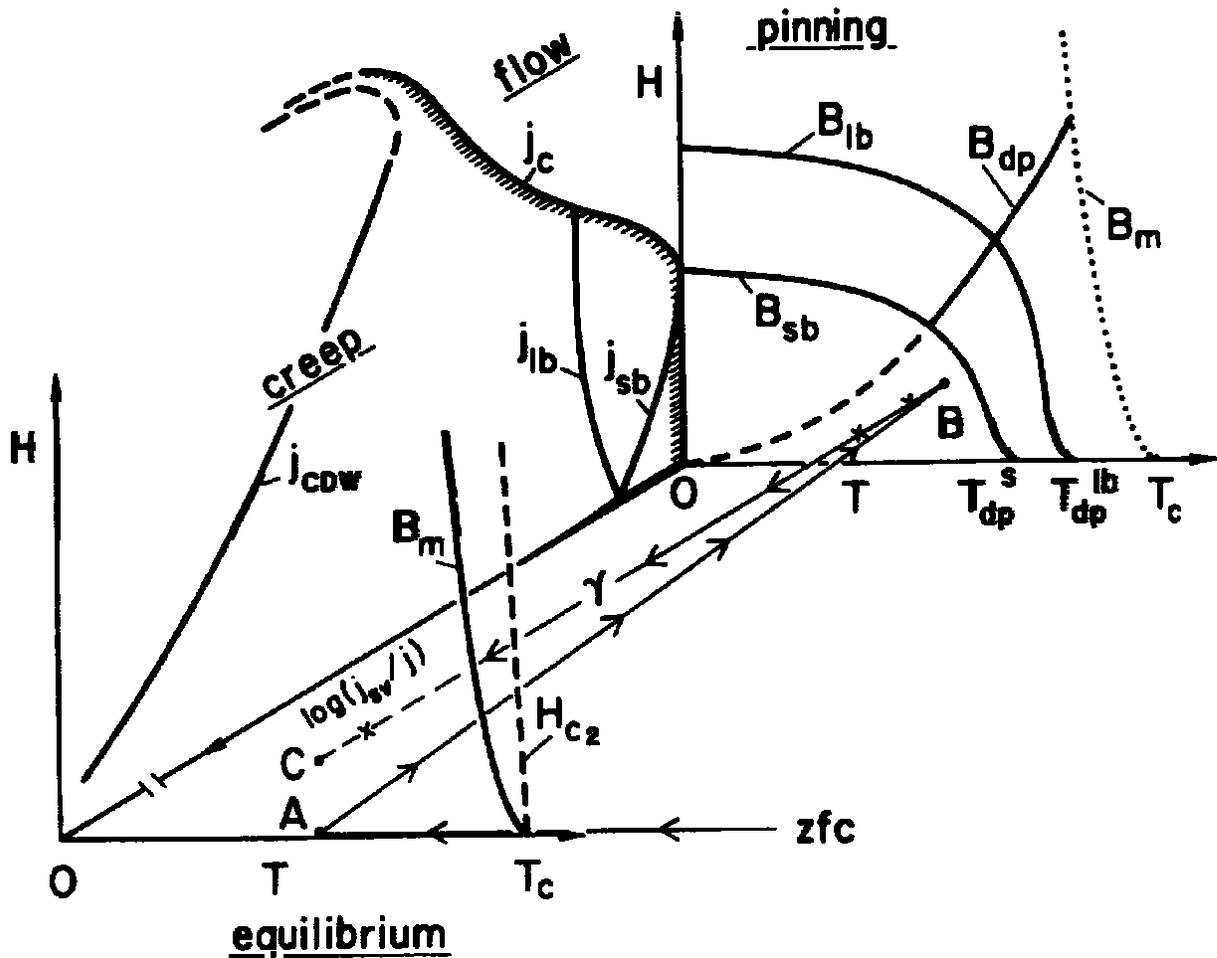


Figura III.6: Diagrama de fase  $H - T - J$  para um HTSC anisotrópico. Para o  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  pode-se considerar  $B_{sb} \approx 6$  T,  $B_{lb} \approx 10$  T,  $T_{dp}^s \approx 60$  K, e  $T_{dp}^{lb} \approx 70$  K.[45]

Blatter e colaboradores [45] publicaram uma extensa revisão sobre a teoria de *flux creep* coletivo considerando a movimentação elástica dos vórtices e nesta revisão encontram-se todas as expressões para os diferentes regimes e sua dependência com o expoente característico  $\mu$ .

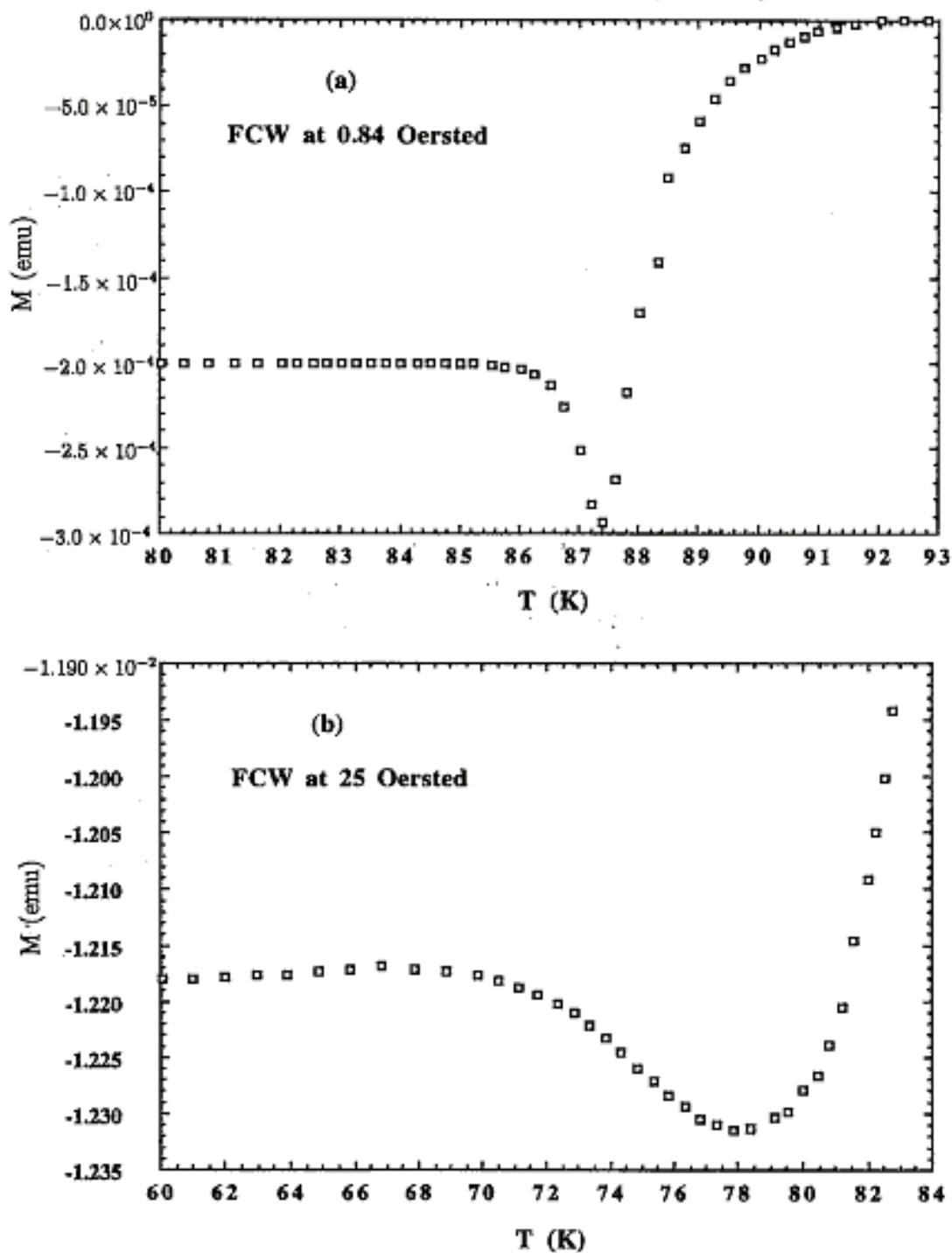
## 4. Efeito *Dip*

Em algumas amostras policristalinas dos HTSC, ao se realizar medidas de momento magnético versus temperatura do tipo FCW, foi observado uma depressão anômala no momento magnético perto da transição para o estado normal. Este comportamento foi denominado de *dip effect* [68], que passaremos a chamar de efeito *dip*.

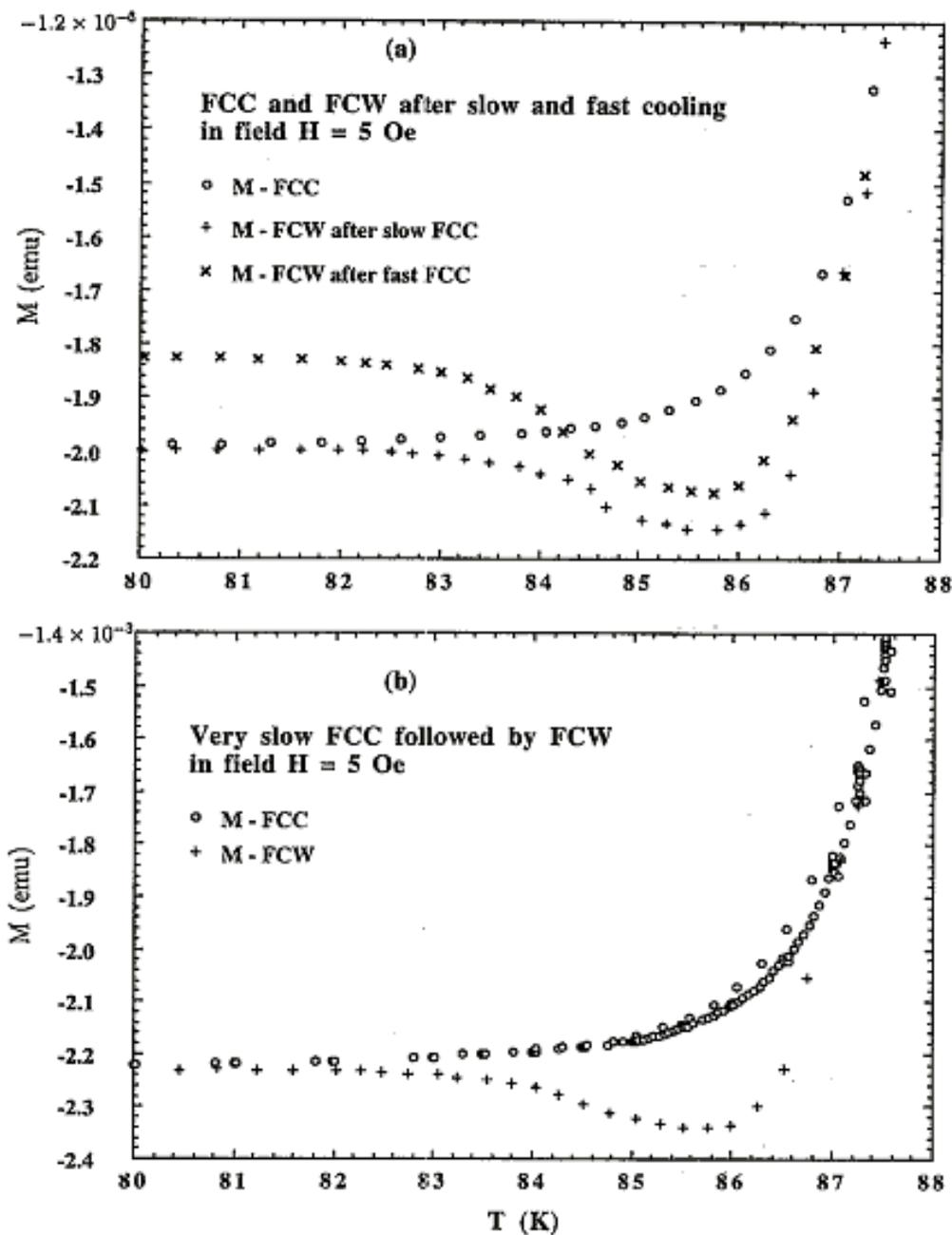
O efeito *dip* pode ser observado em campos menores que 100 Oe em  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , sendo uma depressão bem estreita da magnetização, que diminui a magnitude relativa com o aumento do campo. A magnitude da depressão é um fator que depende fortemente do campo; por exemplo, para uma medida em YBCO com um campo de 1 Oe a depressão pode ser 50% do momento magnético à temperatura baixa, enquanto que a 50 Oe ele é da ordem de 0.1% do momento magnético à temperatura baixa. Para exemplificar melhor, a figura III.7 mostra duas curvas FCW onde se pode ver claramente que quando o campo é aumentado a magnitude relativa da depressão decresce. Pode-se ver também que a largura da depressão diminui à medida que se diminui o campo magnético.

Wang e Joiner [68] observaram o efeito *dip* em amostras policristalinas de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  e  $Gd_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  e nos observamos em monocristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  [20] crescidos em cadinho de alumina, mas não nos cristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  crescidos em cadinho de zircônia.

O efeito do tempo de resfriamento, do estado normal ao supercondutor, nestas amostras, influencia também o efeito *dip*. A intensidade do efeito *dip* depende da velocidade com que se esfria a amostra, sendo mais pronunciado para resfriamento mais rápido. A figura III.8 mostra a comparação entre a FCC e a correspondente FCW sugerindo que a depressão representa a saída, no aquecimento, de fluxo que foi aprisionado no resfriamento. Mesmo que a amostra seja resfriada muito lentamente o efeito *dip* ainda aparece na FCW. Conclui-se a partir destas observações que o aprisionamento de fluxo é necessário para observar o efeito *dip*.

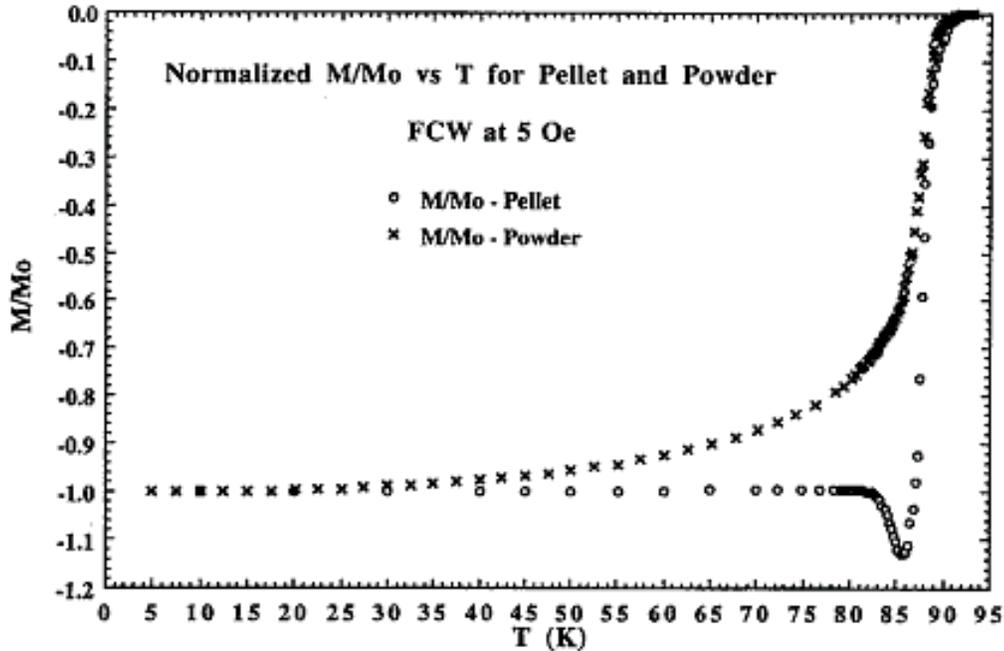


**Figura III.7:** Curva de magnetização onde se pode observar a presença da depressão (*efeito dip*), (a) FCW com campo aplicado de 0.84 Oe e (b) FCW com campo aplicado de 25 Oe (extraído da ref. [68]).



**Figura III.8:** Curvas de magnetização com campo aplicado de 5 Oe. (a) [○] - amostra medida resfriando com campo aplicado (FCC); [+] - amostra medida aquecendo após uma medida FCC (FCW after slow FCC); e [×] - amostra medida aquecendo após um rápido resfriamento com campo aplicado (FCW after fast FCC). (b) [○] - amostra medida sob um resfriamento muito lento (FCC) com campo aplicado; e [+] - subsequente medida FCW (extraído da ref. [68]).

Observou-se ainda que amostras sinterizadas que apresentavam o efeito *dip*, ao serem transformadas em pó, não apresentaram mais o efeito, sugerindo que este pode estar relacionado ao acoplamento fraco entre os grãos, como pode ser verificado na figura III.9.



**Figura III.9:** Curvas de magnetização FCW para campo aplicado de 5 Oe para: [○] - cerâmica sinterizada; e [×] - pó. Para uma melhor comparação das duas curvas, as medidas de magnetização foram normalizadas na magnetização medida em  $T = 5$  K (extraído da ref. [68]).

Wang e Joiner [68] propuseram a seguinte explicação para o efeito *dip*: à medida que se resfria uma amostra com campo aplicado a partir do estado normal, fluxo é expelido dos grãos supercondutores. Esta expulsão é inibida por aprisionamentos e dependente do tempo, com a taxa de expulsão para cada amostra sendo dependente da temperatura. Assim, dependendo da taxa de resfriamento uma quantidade maior ou menor de fluxo pode ser aprisionada dentro dos grãos. Abaixo de uma certa temperatura os acoplamentos fracos começam a se tornar supercondutores. Uma vez que todos os acoplamentos fracos tornaram-se supercondutores, a amostra passa a ter uma resposta volumétrica máxima e a magnetização fica constante com a temperatura. Quando a amostra é subsequentemente aquecida, o fluxo aprisionado pelos acoplamentos fracos pode reentrar nos grãos ou sair da amostra. No entanto, como foi apontado por Clem-Hao [69], este processo não é reversível, havendo uma maior quantidade de fluxo dentro dos grãos no caso FCC

do que no FCW. Uma consequência desta irreversibilidade é que existe uma maior quantidade de fluxo retido nas fronteiras dos grãos durante o aquecimento do que no resfriamento, e isto exerce uma maior pressão magnética sobre as áreas de acoplamentos fracos no aquecimento do que no resfriamento. Em alguma temperatura esta pressão magnética adicional faz com que os campos críticos dos acoplamentos mais fracos sejam excedidos e o fluxo escapa pela fronteira da amostra resultando em um diamagnetismo maior do que aquele medido à mesma temperatura no resfriamento. Continuando a aumentar a temperatura, mais acoplamentos fracos vão sendo levados ao estado normal e mais fluxo escapa. Em temperaturas ainda maiores, como algum fluxo também vem entrando nos grãos supercondutores, a pressão magnética externa irá exceder a interna e o fluxo externo começará a entrar na amostra. Finalmente chegará uma temperatura em que o campo externo irá exceder o campo crítico dos grãos e o processo de entrada de fluxo irá acelerar, levando a amostra para o estado normal.

No capítulo seguinte será discutido um efeito de depressão observado nas curvas  $M \times T$ , aparentemente semelhante ao efeito *dip*. Entretanto, nossa interpretação neste caso é que estamos observando um outro fenômeno volumétrico (*bulk*), associado com a relaxação do perfil de campo através do processo de movimentação de vórtices (*flux creep*) termicamente ativado.

## Estudo das Propriedades Supercondutoras

---

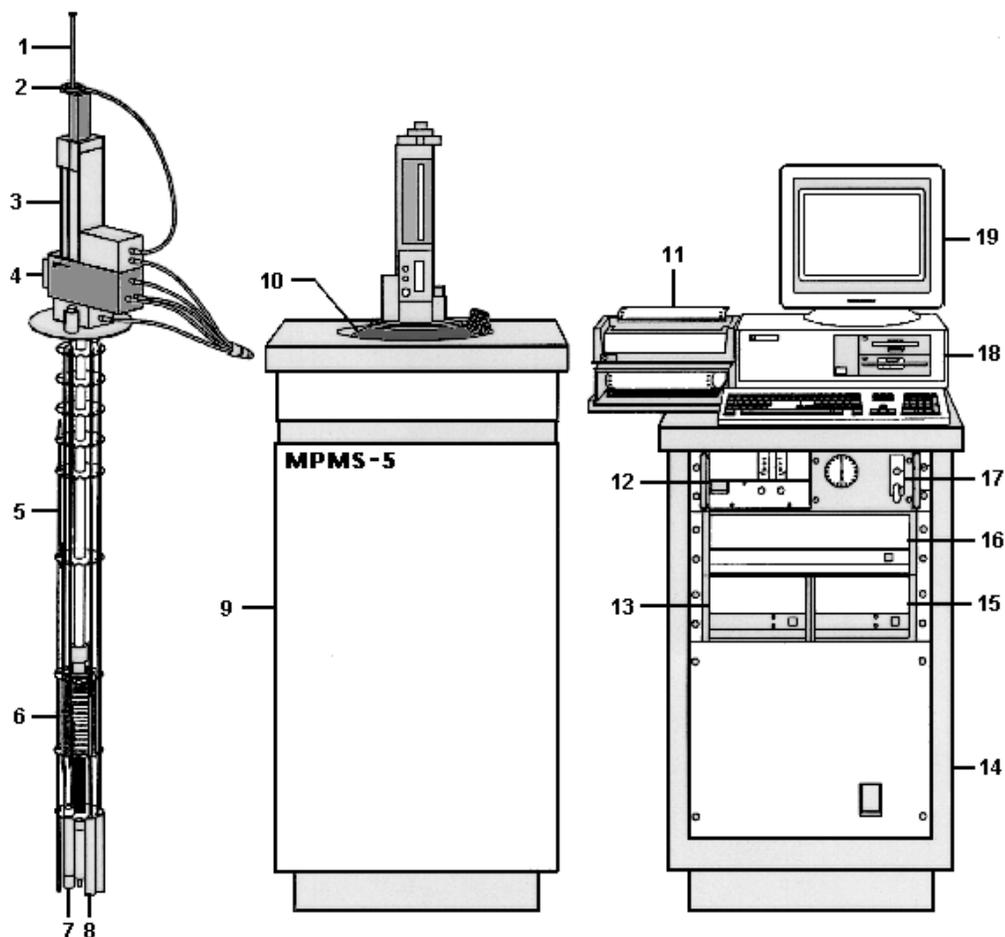
### 1. Introdução

O  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  possui uma média anisotropia, o que diferencia as propriedades supercondutoras medidas em diferentes posições da amostra. As configurações mais usuais de campo aplicado são as com o campo aplicado paralelo e perpendicular ao eixo  $c$  da amostra, que é o eixo de anisotropia. As medidas de magnetização para diferentes histórias termomagnéticas medidas tanto com o campo aplicado na direção paralela como na direção perpendicular ao eixo de  $c$  são de grande interesse para o estudo das propriedades supercondutoras deste material.

A primeira análise que apresentaremos é referente aos dados que obtivemos através de medidas de magnetização  $\times$  tempo denominada medida de relaxação magnética, na amostra MTG de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , para dois campos aplicados diferentes  $H = 6$  kOe e 30 kOe. Utilizando a teoria de movimentação coletiva de vórtices, conseguimos extrair o expoente  $\mu$  que determina qual o regime que os vórtices estão se locomovendo na amostra.

A segunda parte da análise refere-se a uma discussão sobre o comportamento das curvas FCW e nossa interpretação para tal comportamento. Nesta parte apresentamos dados obtidos para a amostra MTG e para o monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  em altos campos aplicados na direção paralela ao eixo  $c$  da amostra.

## 2. Equipamentos de Medida



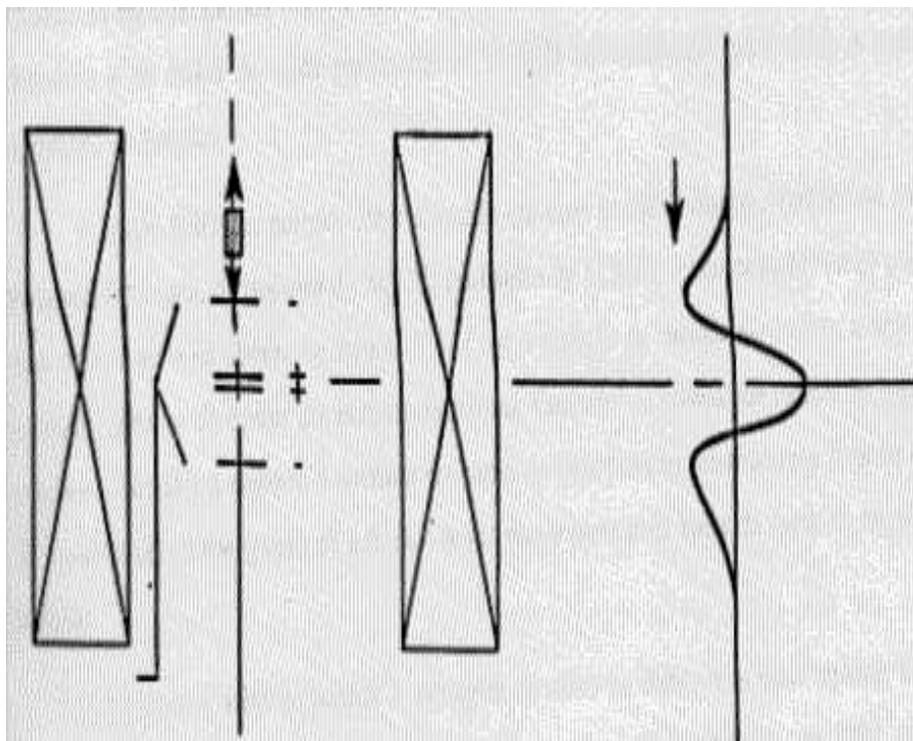
**Figura IV.1:** Esquema do magnetômetro SQUID contendo os seus principais componentes [70]: 1- Suporte de amostra; 2- Mecanismo para girar a amostra; 3- Mecanismo para o transporte da amostra; 4- Visor; 5- Sensor de nível de He; 6- Magneto supercondutor; 7- Impedância de fluxo (para controle de temperatura); 8- Cápsula do sensor SQUID; 9- Gabinete do Dewar; 10- Dewar; 11- Impressora; 12- Fonte do magneto; 13- Controlador de temperatura; 14- Gabinete; 15- Unidade de distribuição de potência; 16- Controlador Geral; 17- Unidade de controle do fluxo de gás; 18- Computador; 19- Monitor.

O equipamento utilizado para obter as medidas de magnetização apresentadas neste trabalho é um magnetômetro comercial produzido pela QUANTUM DESIGN com sensor SQUID (Dispositivo de Interferência Quântica) modelo MPMS-5 (Magnetic Property Measurement System).

O sistema MPMS é configurado especialmente para o estudo de propriedades magnéticas de pequenas amostras sobre um amplo intervalo de temperatura e campos magnéticos. O magneto

supercondutor é capaz de produzir campos no intervalo de -50 kOe a 50 kOe e o controle de temperatura de alta performance que permite medidas rápidas e precisas sobre um intervalo de temperatura de 1,9 K a 400 K. Equipado com um forno especial, pode atingir até 800 K como temperatura máxima. Com o auxílio de um “*software*” específico fornecido pelo fabricante junto com o equipamento é possível controlar todas as funções do equipamento. O esquema mostrado na figura IV.1 apresenta os principais componentes do equipamento utilizado.

As bobinas coletoras (“*pickup coils*”) que compõem o sistema de detecção do SQUID estão acopladas ao circuito sensor por meio de um transformador de fluxo. O circuito sensor é composto por um laço contendo uma junção Josephson (S-N-S) que é acoplado a uma fonte de VHF, às bobinas de coleta e a um amplificador de sinal especial. O sistema funciona sem uma blindagem magnética [70], pois as bobinas coletoras foram enroladas numa configuração de segunda derivada. A figura IV.2 mostra um esquema do sistema de detecção do magnetômetro MPMS-5, mostrando que ao se movimentar a amostra pelo interior das bobinas coletoras, ela provoca uma variação de fluxo magnético gerando uma voltagem proporcional ao momento magnético da amostra.



**Figura IV.2:** Esquema do sistema de detecção do magnetômetro SQUID. Ao lado mostra-se uma típica curva de tensão  $\times$  posição da amostra.[70]

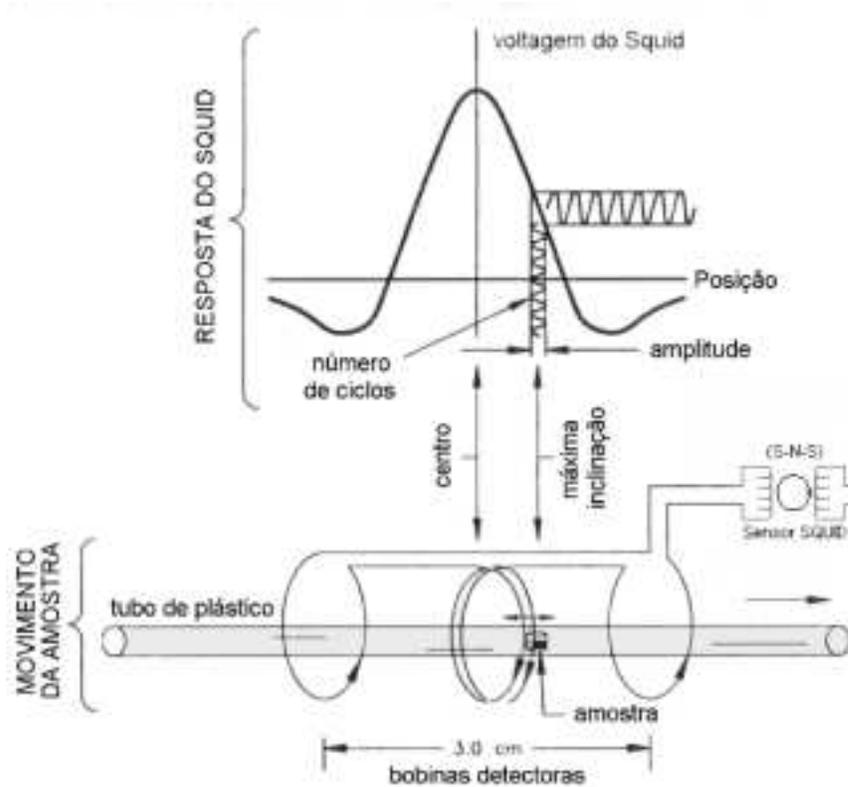
Basicamente o processo normal de medida consiste em posicionar a amostra no interior das bobinas detectoras, fazendo com que ela atravesse todo o percurso das bobinas enquanto o sinal de saída do detector SQUID é medido. Na posição inicial, a amostra deve estar posicionada suficientemente afastada das bobinas de detecção tal que o SQUID não detecte o momento da amostra. A amostra é geralmente medida movendo repetidamente alguma distância e lendo a voltagem do detector SQUID. Se a voltagem do SQUID é lida em um número grande de pontos, podemos construir um gráfico dela como função da posição da amostra. O conjunto destes dados é denominado varredura (*scan*).

### **2.1 Opção RSO (*Reciprocating Sample Option*)**

A opção RSO é um método de medida quase estático para obter os momentos magnéticos alternativo à opção *DC*. Ela utiliza um motor distinto do motor de passo, e um processador de sinal digital (DSP) que permite uma coleta de dados muito mais rápida que o método *DC*. Quando se faz uma medida RSO, a amostra é movida oscilatoriamente por uma região da bobina detectora e os dados de saída resultantes do SQUID são analisados para obter o momento magnético da amostra.

A opção RSO nos permite obter a medias em duas posições distintas (centro ou máxima inclinação) da curva de resposta do SQUID (voltagem do SQUID versus posição) como pode ser observada com mais clareza na figura IV.3. Com a posição de medida no centro, a amostra é oscilada em torno do centro das bobinas detectoras. Contudo, na posição de medida na região de máxima inclinação, a amostra é oscilada em torno de uma posição relativamente fora do centro das bobinas detectoras (ponto de inflexão) sendo esta a parte mais linear da curva de resposta do SQUID.

Esta técnica, além de possuir a vantagem de obter os dados com mais rapidez, também aumenta a sensibilidade do equipamento. A técnica de *lock-in* utilizada no DSP reduz a contribuição de ruídos de baixa frequência para a medida, resultando numa sensibilidade em torno de  $5 \times 10^{-9}$  emu.



**Figura IV.3:** Esquema do sistema de detecção do magnetômetro SQUID (modo RSO). Na parte superior mostramos uma típica curva de tensão versus posição da amostra. [71]

### 3. Procedimentos Experimentais

Para uma maior confiabilidade nos dados que apresentaremos neste trabalho, adotamos algumas rotinas e procedimentos que tentaremos exemplificar neste tópico.

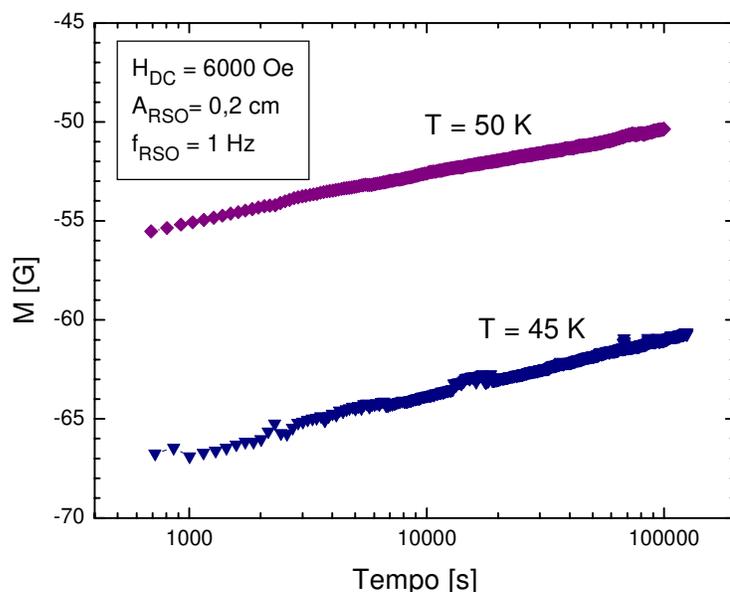
O primeiro procedimento que desenvolvemos foi para minimizar os efeitos de contaminação por ar dentro da câmara de amostra, pois o oxigênio condensado tem um pico paramagnético em torno de 50 K e pode interferir nas medidas realizadas. A rotina adotada foi de aquecer o sistema a 310 K e quebrar o vácuo da câmara de amostra para introduzir o suporte. Então, purgamos o sistema durante aproximadamente 30 minutos e em seguida resfriamos o sistema para iniciarmos o processo específico de centragem e medidas para cada tipo de curva de magnetização.

### 3.1 Relaxação Magnética ( $M \times t$ )

O procedimento que adotamos nas medidas de relaxação magnética foi para garantir que o perfil de campo magnético na amostra fosse bem estabelecido [35].

- i) Resfria-se o sistema até a temperatura de medida  $T^*$ , aplica-se um campo de 100 Oe, e faz-se a centragem da amostra;
- ii) Eleva-se à temperatura para 120 K, garantindo assim que a amostra se encontra no estado normal, e aplica-se o campo de 40 kOe;
- iii) Resfria-se o sistema até a temperatura de medida  $T^*$ ;
- iv) Realiza-se uma pausa de 1 hora para garantir que a temperatura se estabilize e que o pequeno *drift* [72] existente não interfira na medida;
- v) Diminui-se o campo aplicado para o de medida  $H^*$ ;
- vi) A cada 2 minutos mede-se a magnetização.

Os primeiros 600 segundos são desprezados para ignorar os efeitos de *drift* do campo aplicado. A frequência utilizada nas medidas foi de 1 Hz e a amplitude de 0.2 cm, como pode ser observada nos exemplos da figura IV.4.



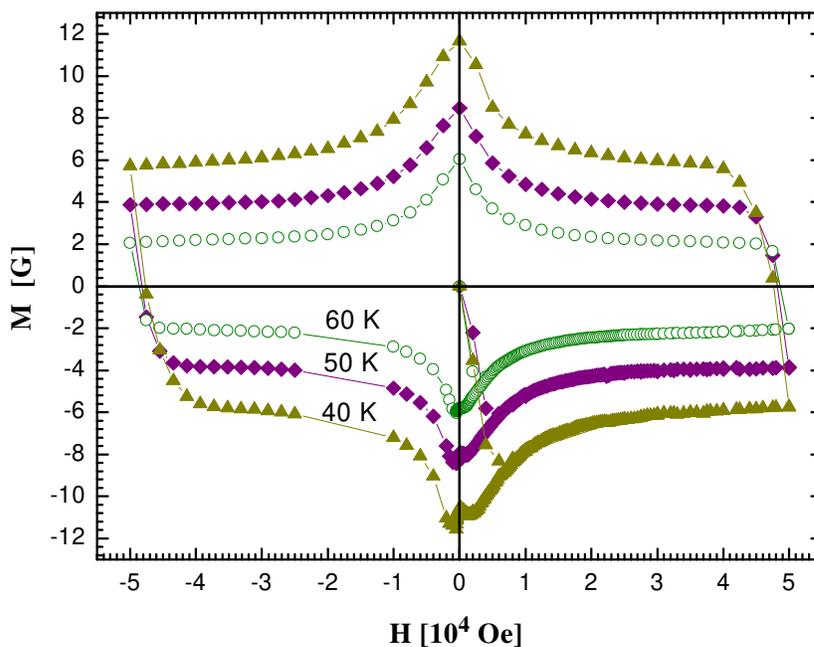
**Figura IV.4:** Curvas de relaxação temporal para a amostra MTG nas temperaturas de 45 K e 50 K com campo aplicado de 6 kOe.

### 3.2 Ciclo de Histerese ( $M \times H$ )

A medida de magnetização versus campo aplicado foi realizada seguindo a seguinte rotina:

- i) Resfria-se o sistema até a temperatura de medida  $T^*$ , aplica-se um campo de 100 Oe, e faz-se a centragem da amostra;
- ii) Zera-se o magneto utilizando o modo oscilante, à temperatura de 120 K, garantindo assim que a remanência do magneto é mínima ( $\approx 2$  Oe) e que a amostra se encontra no estado normal.
- iii) Resfria-se o sistema até a temperatura de medida  $T^*$ ;
- iv) Mede-se a partir de  $H = 0$ , completando todo o laço de histerese;

A figura IV.5 mostra exemplos de ciclos de histerese realizados para  $5 \text{ K} \leq T \leq 85 \text{ K}$ . Todos os laços de histerese começam com  $H = 0$ , aumentando o campo aplicado até 50 kOe, depois diminuindo até -50 kOe e finalmente subindo até 50 kOe, para podermos extrair os valores da magnetização reversível  $M_{rev}$ .



**Figura IV.5:** Curvas de magnetização versus campo aplicado para a amostra MTG nas temperaturas de 40 K, 50 K e 60 K.

### 3.3 Magnetização $\times$ Temperatura ( $M \times T$ )

Para garantirmos que os diferentes conjuntos de curvas obtidos para a história termomagnética FCW fossem comparáveis, adotamos o mesmo procedimento para a obtenção de cada conjunto. O procedimento para a obtenção do conjunto de curvas foi o seguinte:

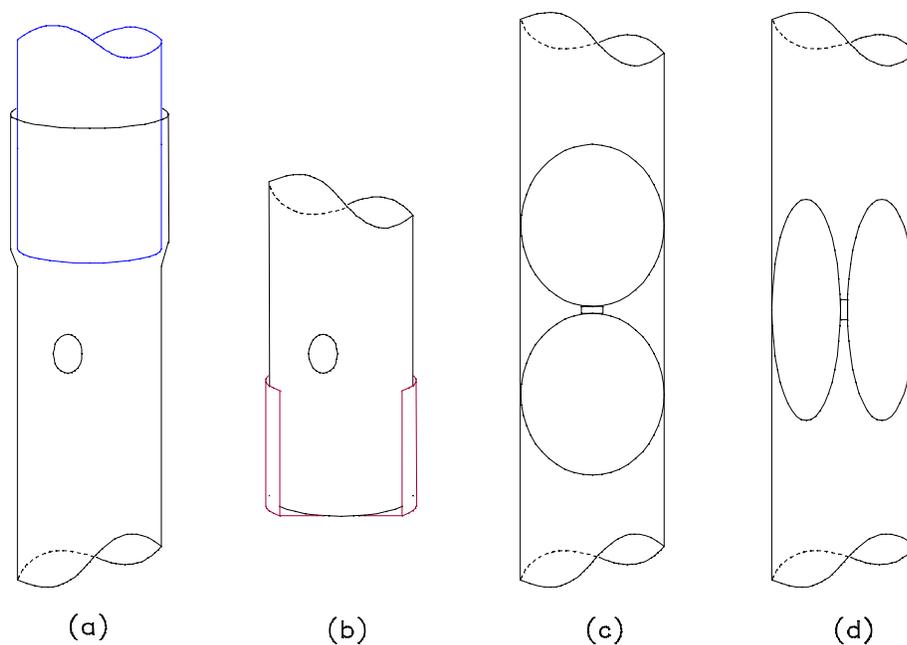
- i) Primeiramente abaixa-se a temperatura até 40 K, aplica-se um campo de 100 Oe, e faz-se a centragem da amostra.
- ii) Zera-se o magneto oscilando o campo, à temperatura de 120 K, garantindo assim que a remanência do magneto ( $\approx 2$  Oe) é mínima e que a amostra se encontra no estado normal.
- iii) Aplica-se o campo de medida  $H^*$ .
- iv) Resfria-se a amostra até a primeira temperatura de medida  $T^*$  à taxa mais rápida permitida pelo equipamento (aproximadamente 10 K por minuto).
- v) Após o comando que a temperatura  $T$  está estabilizado, aplicamos uma pausa (janela de tempo)  $P$  antes de medida. Isto garante que toda a câmara de medida estabilize nesta temperatura.
- vi) As medidas foram tomadas a cada 0,5 K e a taxa de aquecimento entre um ponto e outro foi de aproximadamente 0,5 K/min. Até a temperatura de 110 K, quando a amostra já se encontra no estado normal.
- vii) Para iniciarmos a próxima curva retomamos ao passo (ii).

Resaltamos aqui que, do instante em que um perfil de campo metaestável é fixado em um determinado campo aplicado e temperatura, até o momento da medida, o mesmo relaxa tendendo para o estado de equilíbrio. Então, nesta janela de tempo  $P$  que foi introduzida na medida ocorre uma pequena relaxação. As medidas de  $M \times T$  foram realizadas em três diferentes conjuntos de janela de tempo  $P$ : 2, 5 e 10 minutos e para campos aplicados de  $10 \text{ kOe} \leq H \leq 50 \text{ kOe}$ .

### 3.4 Suportes de Amostra

Devido à alta sensibilidade do sistema de detecção do magnetômetro MPMS, o suporte onde se coloca a amostra deve ter baixa susceptibilidade magnética e ser homogêneo e simétrico em relação ao centro da amostra, para evitar distorções na curva de voltagem induzida  $\times$  posição. Além disto, o suporte tem que ser um bom condutor térmico de baixa dilatação térmica e permitir a livre passagem do fluxo de He pela amostra para garantir o rápido equilíbrio térmico da amostra com a câmara.

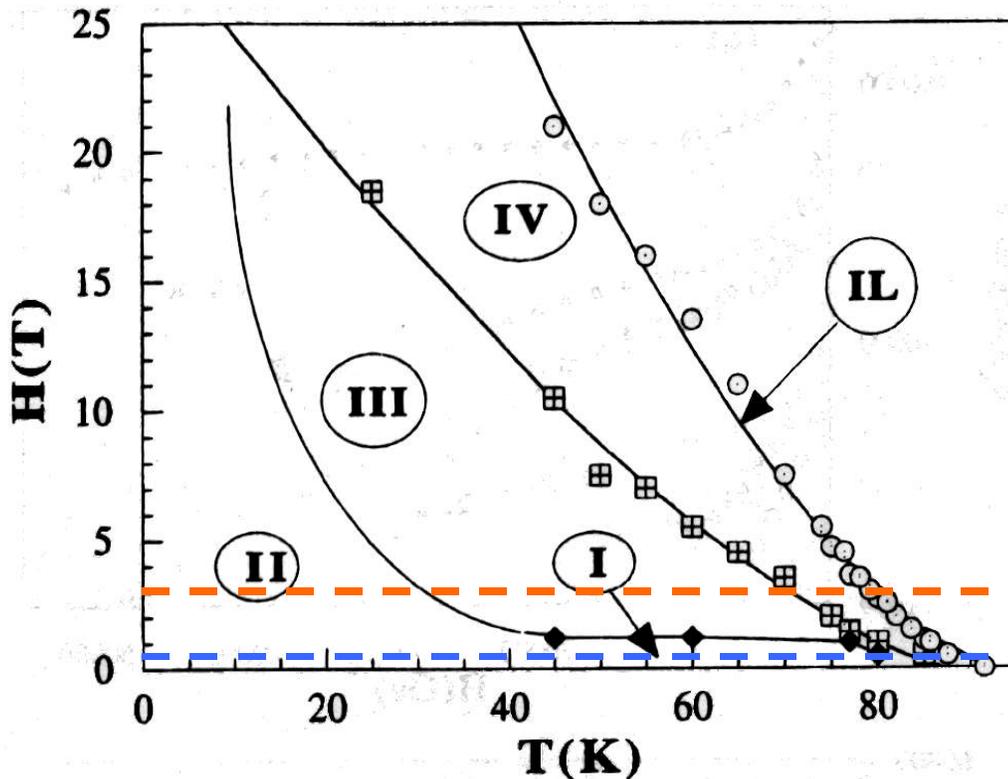
Optamos por utilizar um tubo de PVC (canudo de refresco) de aproximadamente 20 cm de comprimento, como mostrado na figura IV.6. A amostra foi fixada com graxa de silicone (graxa de vácuo) no meio de duas argolinhas feitas com o mesmo tubo de PVC. Uma fita adesiva foi colocada no final do tubo para garantir que a amostra não caia do suporte. Perto das extremidades do tubo fizemos alguns furos para facilitar a passagem do fluxo de He por dentro dele. Todo este conjunto do suporte de amostra apresenta um sinal da ordem de  $10^{-6}$  emu para os detetores do SQUID na varredura de 3 cm na região central do tubo; sendo de 1 a 2 ordens de grandeza menores que o sinal da amostra.



**Figura IV.6:** Esquema do suporte utilizado. (a) parte superior do tubo; (b) parte inferior do tubo; (c) parte central do tubo mostrando a amostra na configuração de  $H //$  ao eixo  $c$  do cristal; e (d) parte central do tubo mostrando a amostra na configuração de  $H$  perpendicular ao eixo  $c$  do cristal.

## 4. Medidas de Relaxação Magnética

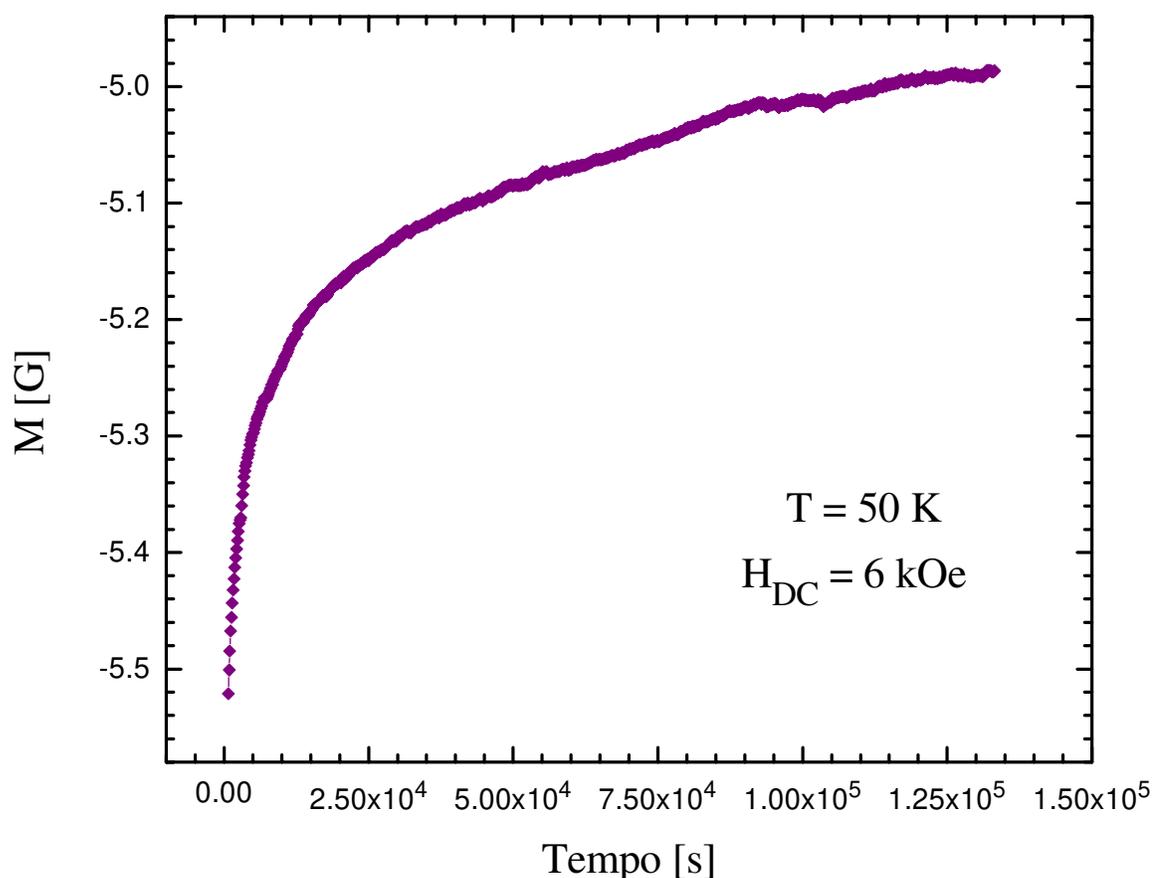
A medidas de relaxação magnética foram realizadas na amostra MTG com o campo aplicado na direção paralela ao eixo  $c$  da amostra. Para iniciarmos nosso estudo, tomamos como guia a figura IV.7 extraída da referência 25, pois a amostra é muito semelhante à que medimos. Escolhemos os campos aplicados de  $H = 6$  kOe e  $H = 30$  kOe, que na figura IV.7 estão marcados pelas linhas coloridas.



**Figura IV.7:** Diagrama de fase da amostra Y123-Y211 com 38 % da fase Y211 e 1 % de CeO: região I – aprisionamento de um único vórtice correlacionado com desordem; região II – um vórtice simples com diversos tipos de aprisionamento; região III – o regime de pequeno pacote de fluxo; região IV – o regime de grande pacote de fluxo. Extraído da ref [25].

Inicialmente, cada medida de relaxação tinha aproximadamente 80 horas. Após uma discussão com o Dr. G. Blatter [73] decidimos reduzir este tempo para aproximadamente 30 horas.

No capítulo anterior, descrevemos que uma relaxação não linear com o tempo, como exemplificado na figura IV.8, leva a uma dependência não linear de  $U(J)$ . Buscamos então um modelo de dependência não linear para podermos analisar os dados que obtivemos. Testamos o da Barreira logarítmica, também conhecido como modelo de Zeldov, que apresenta uma única expressão para a dependência de  $U(J)$  e o resultado não foi satisfatório em todo intervalo de tempo e temperatura. Decidimos então utilizar a teoria de *Collective-creep* para realizarmos nossas análises.



**Figura IV.8:** Exemplo de medida de relaxação magnética medida na amostra MTG para  $T = 50$  K e  $H = 6$  kOe.

Realizamos conjuntos de medidas de relaxação para os dois campos aplicados escolhidos ( $H = 6$  kOe e  $30$  kOe) como pode ser visto na figura IV.9, onde as temperaturas variam de  $5 \text{ K} \leq T \leq 85 \text{ K}$ . Realizamos todas as medidas seguindo o procedimento descrito na seção anterior.

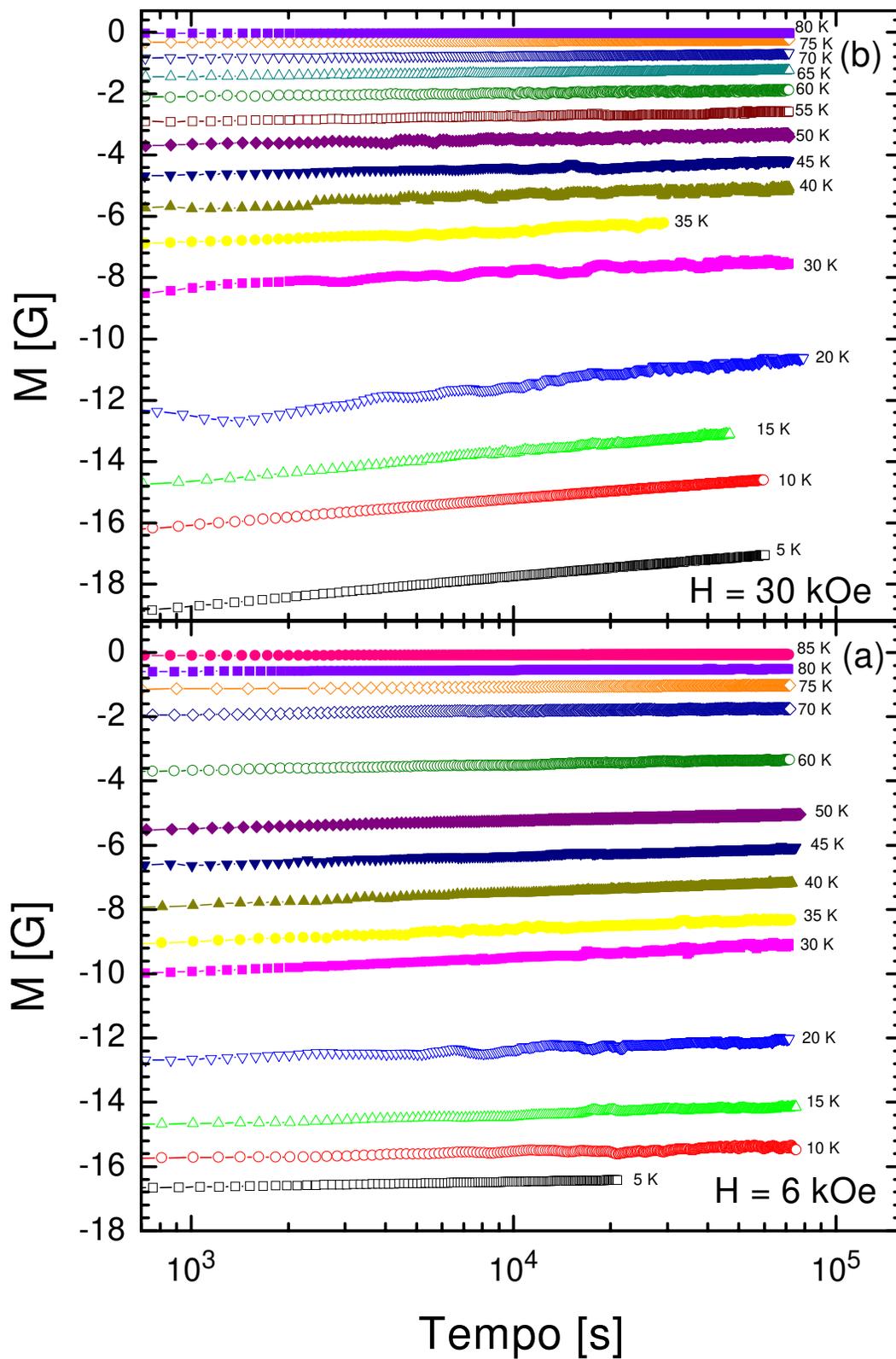


Figura IV.9: Medidas de relaxação magnética , para diferentes temperaturas para a amostra MTG (a)  $H = 6 \text{ kOe}$ , (b)  $H = 30 \text{ kOe}$ .

Usando o modelo de Bean para uma amostra retangular planar [76], podemos relacionar a corrente  $J$  com a magnetização  $M$  através da expressão

$$J(A/cm^2) = \frac{40 |M_{irr}|}{\left[ b \left( 1 - \frac{b}{3a} \right) \right]}, \quad (IV.1)$$

onde  $a$  e  $b$  são dimensões da amostra e  $a < b$ . A magnetização irreversível  $M_{irr}$  é obtida de

$$M_{irr} = M - M_{rev} \quad (IV.2)$$

com

$$M_{rev} = \frac{(M \uparrow + M \downarrow)}{2}, \quad (IV.3)$$

onde  $M \uparrow$  e  $M \downarrow$  são os ramos ascendente e descendente da curva do ciclo de histerese de magnetização ( $M$  vs.  $H$ ).

Uma vez que podemos relacionar a magnetização medida em função do tempo com a corrente, podemos então tentar encontrar os valores do expoente crítico  $\mu$  que caracteriza os vários regimes de resposta coletiva da rede de vórtices. Uma análise muito utilizada para encontrar tais valores é feita através das medidas de relaxação magnética, que denominamos de procedimento de Maley [74,75], e parte do modelo de Anderson – Kim [46,77], onde a energia de ativação efetiva é dada por :

$$U = U_0 - |F|VX \quad (IV.4)$$

onde  $U_0$  é o potencial de aprisionamento;  $V$  é o volume do pacote de fluxo e  $X$  a distância de salto. A força  $|F|$  é determinada pelo campo aplicado e pelo gradiente de fluxo na amostra e é proporcional à densidade de corrente  $J$ . Maley e colaboradores [74,] demonstraram que a equação IV.4 pode ser solução da equação da difusão de fluxo:

$$4\pi \left( \frac{dM}{dt} \right) = \left( \frac{2HXv_0}{d} \right) \exp \left( \frac{-U}{kT} \right) \quad (IV.5)$$

que pode ser rearranjada como

$$U = -kT \left( \ln \left| \frac{dM}{dt} \right| - C \right) \quad (\text{IV.6})$$

com

$$C = \ln \left[ \frac{H X v_0}{2 \pi d} \right], \quad (\text{IV.7})$$

onde  $v_0$  é a frequência de salto de vórtices e  $d$  a espessura da amostra.

O parâmetro  $C$ , como é assumido independente da temperatura, é determinado pela condição de que todos os pontos para as diferentes temperaturas devem cair sobre uma mesma curva suave. Seguindo um modelo sugerido por Tinkham [78] se introduz uma função

$$g(T) = 1 - \left( \frac{T}{T_C} \right)^2 \quad (\text{IV.8})$$

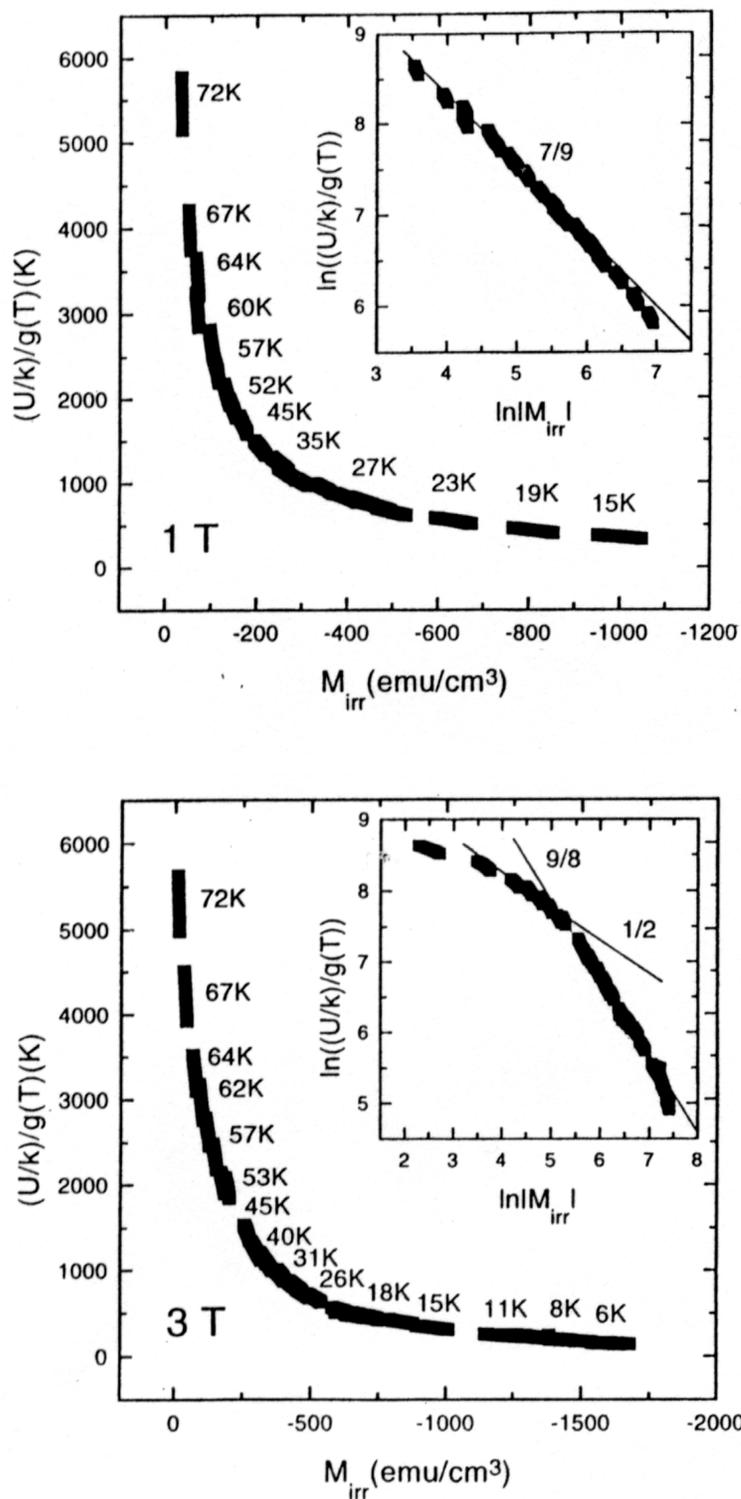
que introduz uma normalização para as temperaturas. A figura IV.10 extraída da referência [75] mostra um exemplo deste tipo de ajuste da expressão (IV.6) normalizada pela função  $g(T)$  – equação IV.8.

Empregando este método nas medidas de relaxação que realizamos na amostra MTG, podemos extrair destes dados qual o regime de movimentação de vórtices para os campos aplicados medidos. A figura IV.11 mostra um gráfico  $U/k$  versus  $M_{irr}$ . Os valores que encontramos para  $C = 8$  e  $20$  para os campos aplicados 6 kOe e 30 kOe, respectivamente, são similares ao reportados em outros trabalhos [75] para amostra policristalina de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

De acordo com a equação

$$U \cong U_c (J_c / J)^\mu \quad (\text{IV.9})$$

o expoente de *flux creep*  $\mu$  aparece da representação da inclinação do duplo logaritmo da curva  $U(J)$ . Entretanto, este método é aplicado somente para densidades de corrente muito menores que a densidade crítica, uma condição que é satisfeita na maior parte das temperaturas.



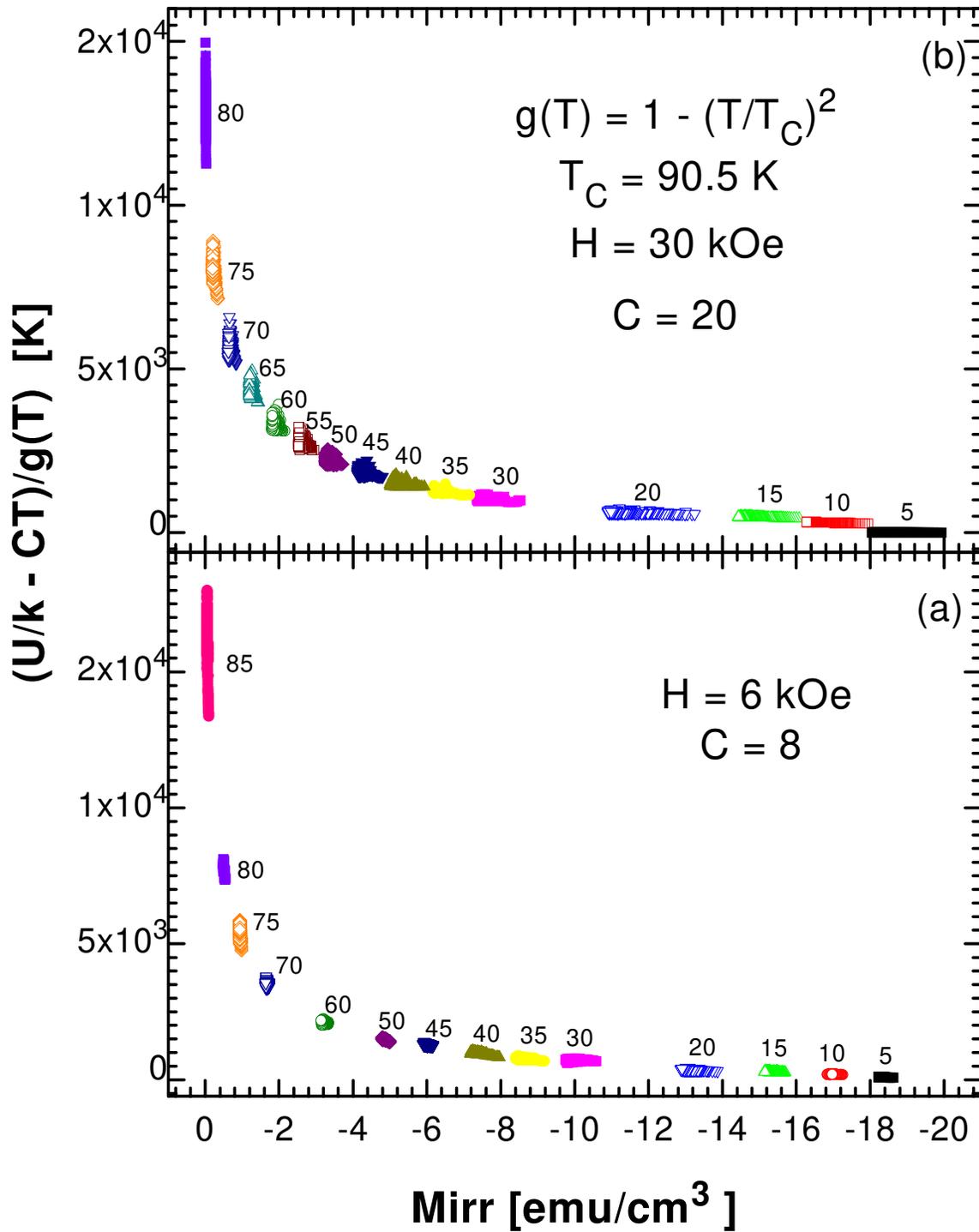
**Figura IV.10:** Exemplos de representação linear e duplo logarítmica de  $(U/k)/g(T)$ , onde  $g(T) \cong [1 - (T/T_k)]$  com  $T_k = T_c$ , para uma amostra policristalina de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  (extraído da ref. [75]).

Na figura IV.12 mostramos a representação da relação do duplo logarítmico de  $U(J)$  para os dados de relaxação da amostra MTG. O detalhe da figura IV.12 mostra os valores de  $\mu$  obtidos das medidas de relaxação utilizando o procedimento de Maley para os campos aplicados de  $H = 6$  kOe e  $H = 30$  kOe [79].

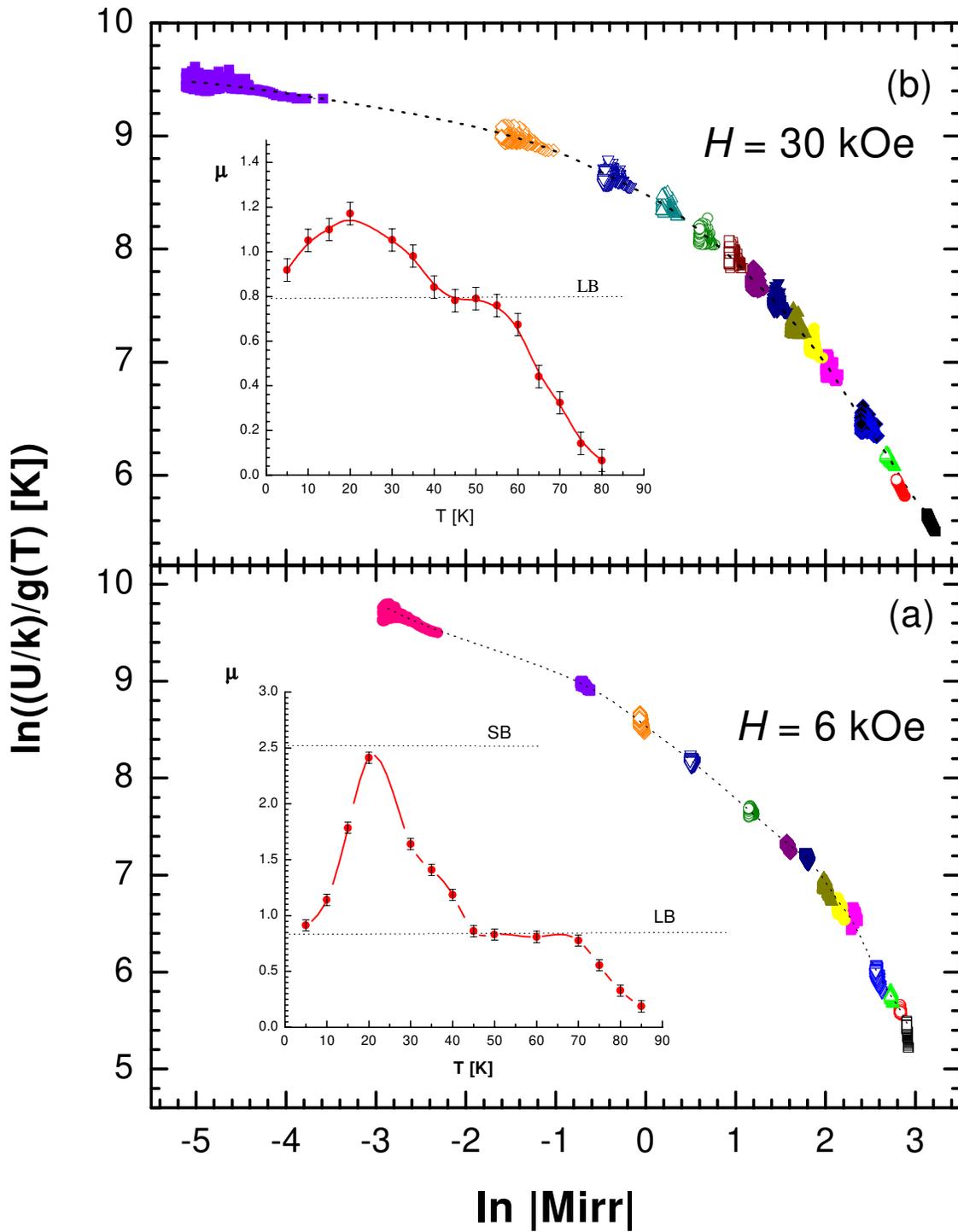
Podemos observar o regime de grande pacote (large bundle  $\rightarrow \mu = 7/9$ ) para o intervalo de 40 K a 60 K para  $H = 6$  kOe, e para  $H = 30$  kOe no intervalo compreendido entre 40 e 55 K. Entretanto, de acordo com o diagrama de fase previsto para  $B$  vs.  $T$  [45] mostrado na figura III.6, da teoria de *creep* coletivo, estes intervalos deveriam ser  $57 \text{ K} < T < 67 \text{ K}$  para  $H = 6$  kOe de  $50 \text{ K} < T < 65 \text{ K}$  para  $H = 30$  kOe. Os valores que encontramos estão deslocados para temperaturas mais baixas, o que seria esperado, pois o gráfico mostrado na figura III.6 é para um monocristal de  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  enquanto a amostra que medimos é uma amostra MTG de  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  com inclusão de vários precipitados de Y211 (região não supercondutora) possibilitando assim um aprisionamento mais efetivo dos vórtices e causando um grau maior de desordem na rede de vórtices.

À medida que a temperatura vai diminuindo observamos que um aumento dos valores de  $\mu$ , que interpretamos como sendo uma tendência para o regime de pacotes menores. Esta tendência é mais acentuada para  $H = 6$  kOe onde a 20 K os valores de  $\mu$  se aproximam do regime de pequeno pacote (small bundle  $\rightarrow \mu = 5/2$ ). Na figura IV.10, que refere-se a uma amostra policristalina de  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , podemos observar na curva (b) para  $H = 30$  kOe que em baixas temperatura até 45 K o regime encontrado foi o CDW, enquanto que para a amostra MTG também encontramos a tendência ao regime de correntes maiores, o que novamente é esperado. Para temperaturas abaixo de 20 K, observamos uma redução nos valores de  $\mu$ . Isto pode ser interpretado como uma tendência para o regime de único vórtice (single vortex  $\rightarrow \mu = 1/7$ ).

Em temperaturas altas observamos que os valores de  $\mu$  tendem a diminuir. Este comportamento não é previsto na teoria de *creep* coletivo para regime elástico, entretanto ele foi observado em outros trabalhos [80].



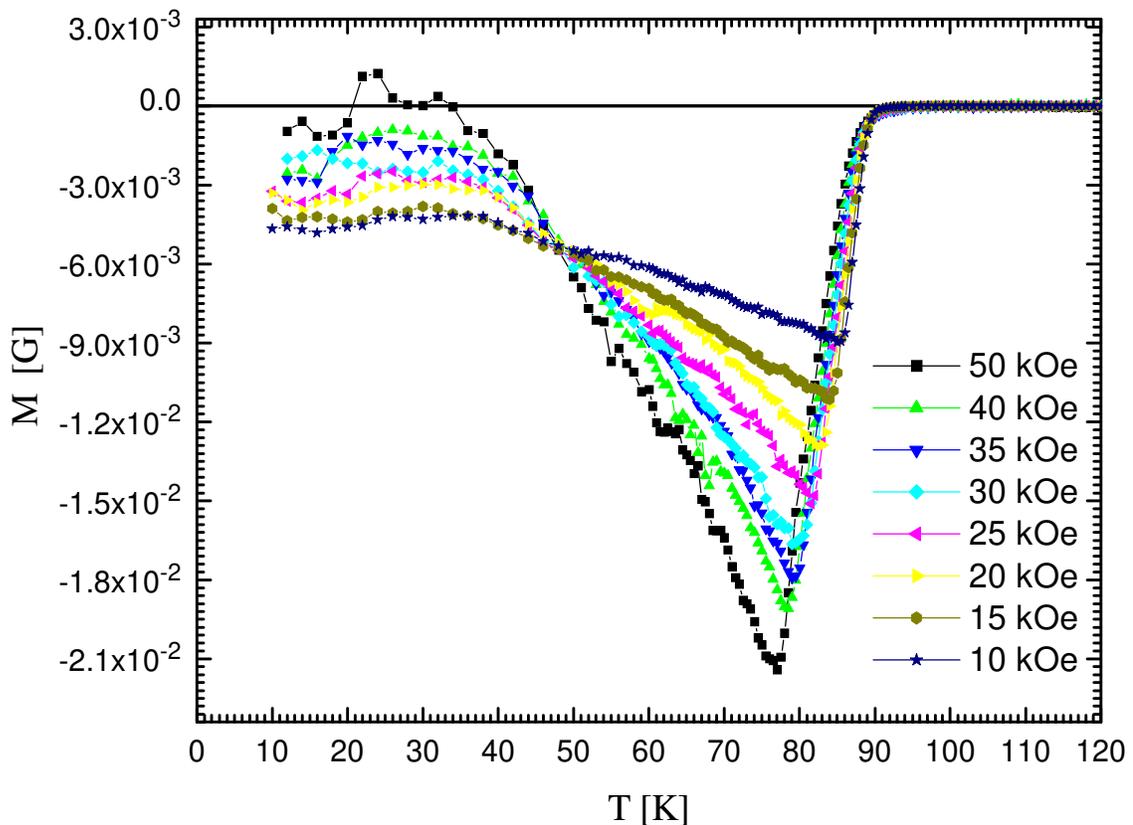
**Figura IV.11:** Representação linear de  $(U/k)$  vs. magnetização irreversível, onde  $J \propto |M_{irr}|$ , para campo aplicado de (a)  $H = 6 \text{ kOe}$  e (b)  $H = 30 \text{ kOe}$  para a mostra MTG com o valor de  $C$  otimizado.  $g(T) = 1 - (T/T_C)^2$  é a função de normalização para todo o intervalo de temperatura.



**Figura IV.12:** Análise da determinação da relação energia - corrente para (a)  $H = 6$  kOe e (b)  $H = 30$  kOe na amostra MTG em termos da teoria de *flux creep* coletivo. As linhas pontilhadas são guias para os olhos. No destaque mostramos os valores de  $\mu$  obtidos da inclinação do duplo logaritmico da curva de  $U(M_{irr})$ . As linhas horizontais mostram os regimes 3-D da teoria de *flux creep* coletivo.

## 5. Medidas de Magnetização versus Temperatura (FCW)

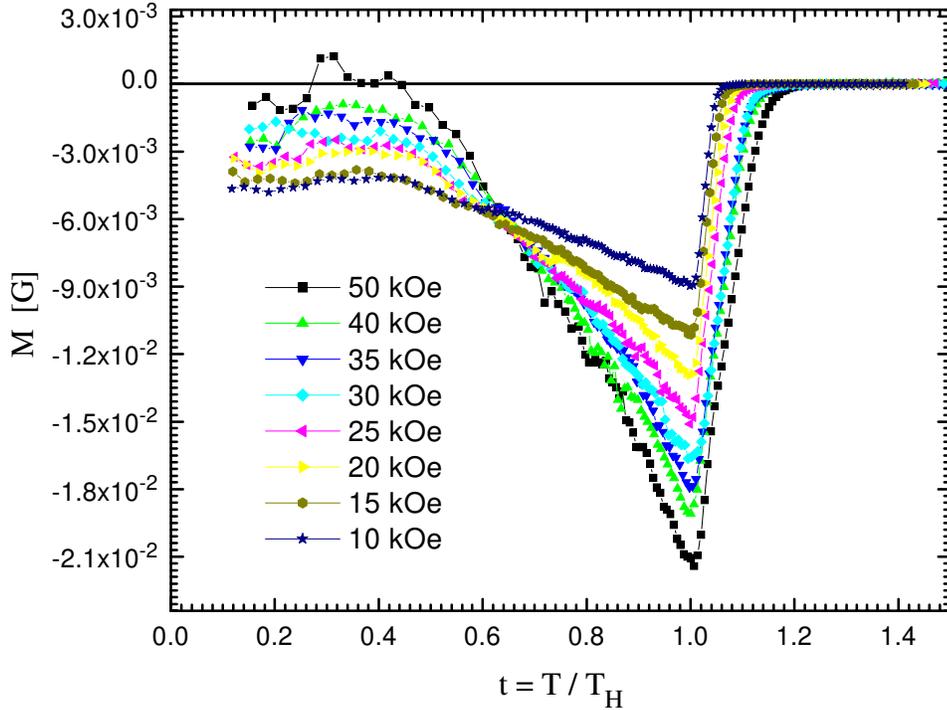
Nós identificamos [20,81] um comportamento anômalo em curvas  $M$  vs.  $T$ , medidas no aquecimento (FCW), após baixar a temperatura de um valor acima de  $T_c$  para outro bem abaixo de  $T_c$ , sob um campo aplicado  $H$ . Estas curvas apresentam um aumento do diamagnetismo ( $-M$ ) com o aumento de  $T$ , passando por um ponto de mínimo antes de voltar a crescer rapidamente até atingir a linha de base normal com  $M = 0$ , como pode ser observado na figura IV.13.



**Figura IV.13:** Curvas de magnetização vs. temperatura como medidas para diferentes campos aplicados ( $H // c$ ) na amostra MTG e janela de tempo de 2 minutos.

A temperatura em que ocorre este mínimo, denominada  $T_H$ , diminui à medida que se aumenta o campo aplicado. Interpretamos a região à esquerda de  $T_H$ , onde ocorre uma relaxação na amostra, como sendo o gradiente de saída de campo dominando o gradiente de entrada de campo para dentro da amostra. Esta interpretação é baseada no modelo de Clem-Hao [69], que apresenta as equações para a magnetização e o perfil de campo para a curva FCW, juntamente com a relaxação magnética devido ao “*creep*” coletivo. A região à direita de  $T_H$  foi interpretada como sendo o gradiente de entrada dominando o gradiente de saída dos fluxóides.

Este comportamento nos motivou a buscar uma lei de escala que ajudasse a entender tal fenômeno. Normalizamos o eixo de temperatura dividindo os valores por  $T_H$ , produzindo a temperatura reduzida  $t_H = T / T_H$ . O resultado desta normalização pode ser observada na figura IV.14.



**Figura IV.14:** Curvas de magnetização vs. temperatura normalizadas por  $T_H$ , para amostra MTG e janela de tempo de 2 minutos.

Vimos no capítulo anterior que a movimentação dos vórtices termicamente ativados (*creep*) produz um decaimento temporal da corrente  $J(t)$ , que é associado com o gradiente crítico na distribuição de fluxo, do tipo:

$$J(t) \approx J^* \left( \frac{T}{U^*} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-1/\mu} \quad (IV.10)$$

onde  $J^*$  é uma densidade de corrente e  $U^*$  uma energia de ativação, dependentes do regime de pacote de vórtices, portanto, do campo magnético. O expoente  $\mu$  assume valores positivos para movimentação elástica dos vórtices e negativo para movimentação plástica. No modelo de movimentação elástica e aprisionamento coletivo dos vórtices [45], este decaimento da corrente ao longo do tempo pode ser expresso por:

$$J(t) = J_{sv} \left( \frac{T}{U_c} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-7}, \quad J_{sb} < J \ll J_{sv}$$

$$J(t) = J_{sb} \left( \frac{T}{U_{sb}} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-2/5}, \quad J_{sb}(a_0/\lambda) < J \ll J_{sb}$$

$$J(t) = J_{sb} \frac{\lambda}{a_0} \left( \frac{T}{U_{sb}} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-1}, \quad J_{lb} < J \ll J_{sb}(a_0/\lambda)$$

$$J(t) = J_{lb} \left( \frac{T}{U_{lb}} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-9/7}, \quad J_{CDW} < J \ll J_{lb}$$

$$J(t) = J_{CDW} \left( \frac{T}{U_{CDW}} \ln \frac{t}{t_0} \right)^{-2}, \quad 0 < J \ll J_{CDW}$$

onde:

$$U_{sb} \cong U_{sv} \left( \frac{a_0}{L_c} \right)^{1/5}, \quad U_{lb} \cong U_{sb} \left( \frac{\lambda}{a_0} \right)^3, \quad U_{CDW} \cong U_{lb} \left( \frac{a_0^2 L_c^3}{\xi^5} \right)^{7/5}$$

$$U_c \cong (\gamma \xi^2 L_c)^{1/2} \cong (\gamma \epsilon_0 \xi^4)^{1/3}$$

$$J_{sb} \cong J_{sv} \left( \frac{L_c}{a_0} \right)^{7/5}, \quad J_{lb} \cong J_{sb} \left( \frac{a_0}{\lambda} \right)^2, \quad J_{CDW} \cong J_{lb} \left( \frac{\xi^5}{a_0^2 L_c^3} \right)^{7/5}$$

$$J_{sv} \cong J_c \cong \left( \frac{\xi}{L_c} \right)^2 J_0, \quad 1 < a_0/L_c$$

$$J_0 \cong \frac{4}{3\sqrt{3}} \frac{c}{\xi} \frac{\epsilon_0}{\phi_0}$$

$$L_c \cong \left( \frac{\epsilon_0^2 \xi^2}{\gamma} \right)^{1/3}, \quad \gamma = f_p^2 \eta_i \xi^2, \quad \epsilon_0 = \left[ \frac{\phi_0}{4\pi\lambda} \right]^2$$

Então, como fizemos com as medidas de relaxação temporal para longos períodos, podemos relacionar a corrente crítica  $J$  com a magnetização  $M$  através da expressão IV.1. Resultando numa lei de escala para o eixo da magnetização do tipo

$$\Sigma = \frac{M}{H^\beta} \left( t^{\frac{1}{\mu}} - A t^{\frac{1}{\mu}+1} \right) \quad (\text{IV.11})$$

onde  $A$  e  $\beta$  são parâmetros de ajuste definidos em termos de  $\mu$  e outras grandezas básicas implícitas na expressão (IV.10), e  $t = T/T_H$  é uma temperatura reduzida, em que  $T_H$  é o ponto de mínimo da magnetização. A lei de escala mostrada na expressão (IV.11) pode ser obtida supondo que há saída de vórtices da amostra durante o aquecimento seguindo o modelo de *creep* coletivo. Após algumas manipulações algébricas podemos chegar nas seguintes relações de lei de escala:

- Regime de um único vórtice

$$\mu = 1/7 \quad M \propto \frac{1}{(t^7 - 5.5t^8)} \quad (\text{IV.12})$$

- Regime de pequeno pacote de vórtices

$$\mu = 5/2 \quad M \propto \frac{H^{2/3}}{(t^{2/5} - 0.5t^{7/5})} \quad (\text{IV.13})$$

- Regime de pacote intermediário de vórtices

$$\mu = 1 \quad M \propto \frac{H^{11/10}}{(t - 1.7t^2)} \quad (\text{IV.14})$$

- Regime de grande pacote de vórtices

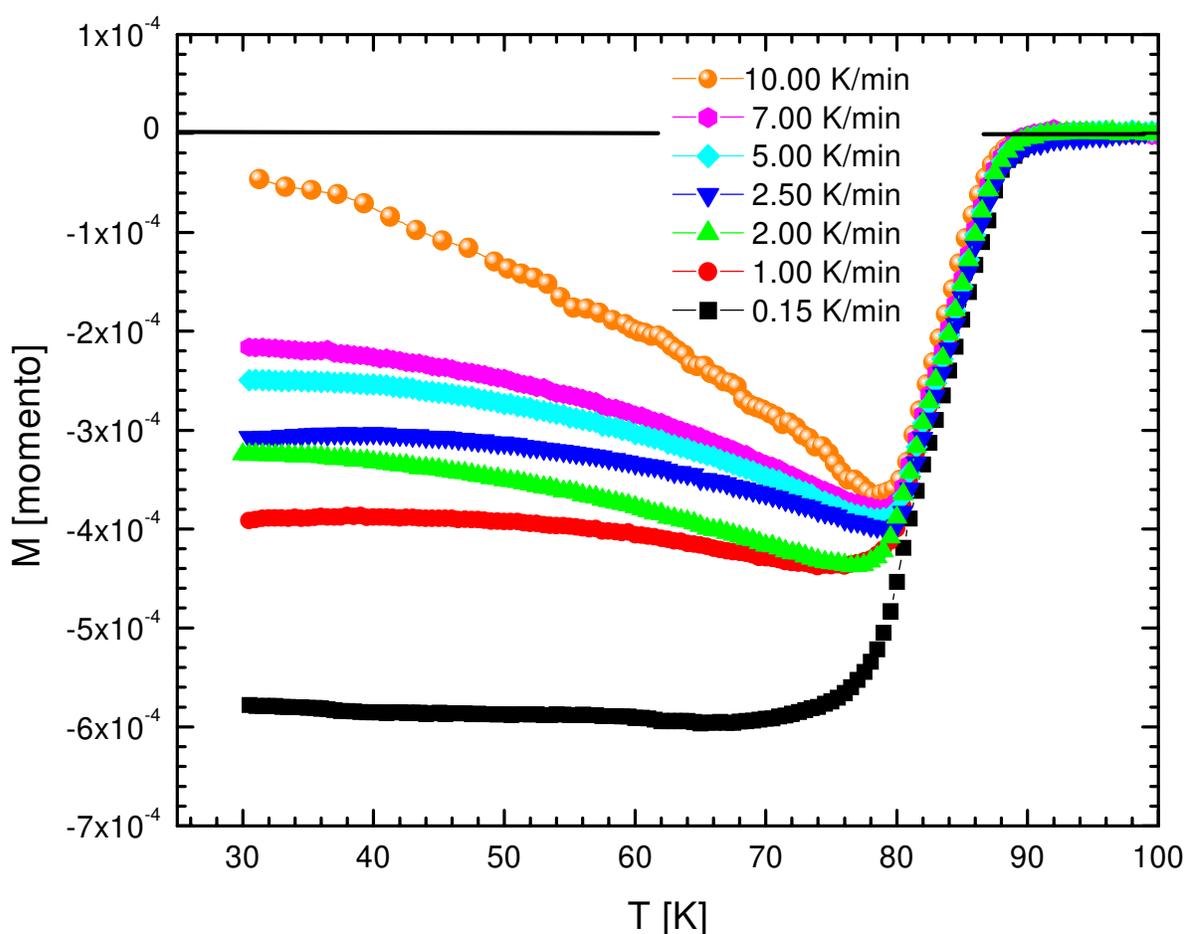
$$\mu = 7/9 \quad M \propto \frac{H^{5/14}}{(t^{9/7} - 2.4t^{16/7})} \quad (\text{IV.15})$$

- Regime CDW de vórtices

$$\mu = 1/2 \quad M \propto \frac{H^{3/4}}{t^2} \quad (\text{IV.16})$$

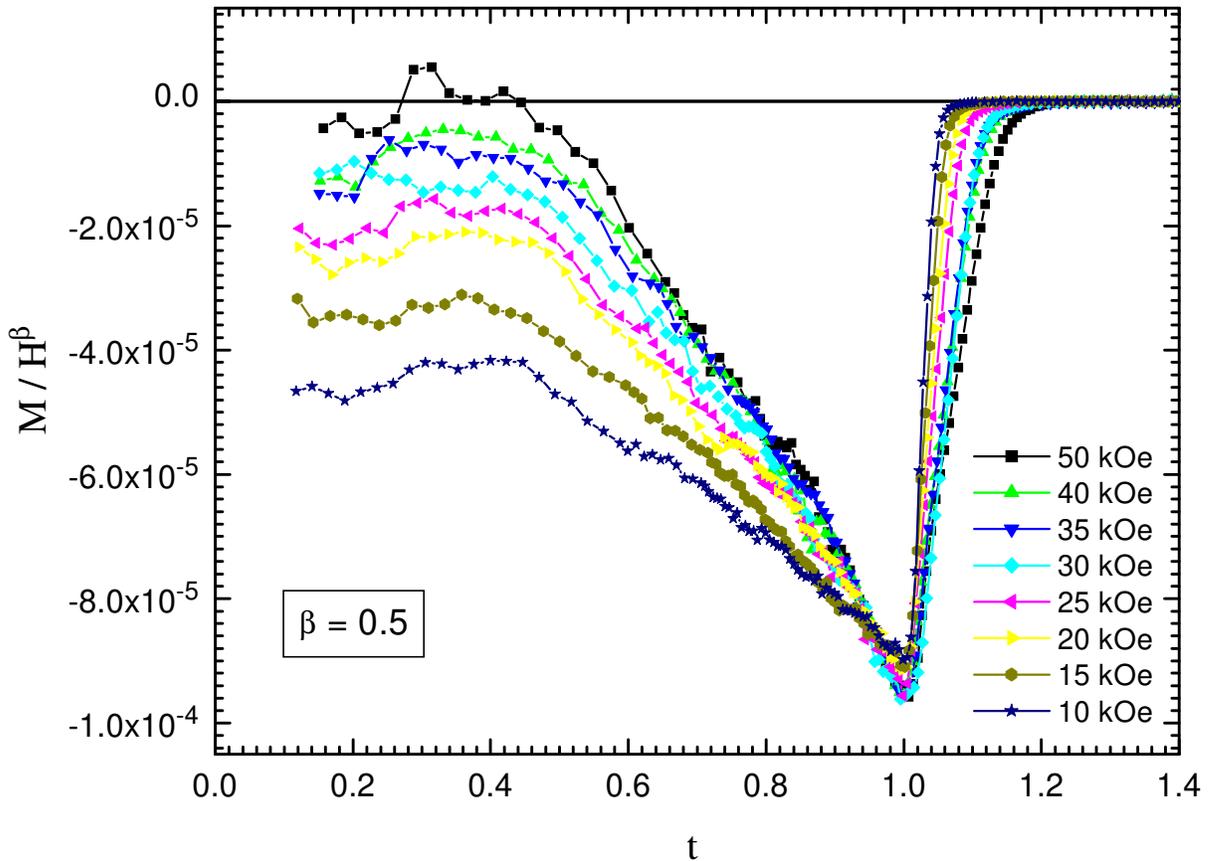
Como a interpretação que estamos dando aos dados obtidos esta relacionada com o aprisionamento de fluxo dentro da amostra, observamos através da figura IV.15 que este aprisionamento está diretamente relacionado como a taxa de resfriamento. Isto é, quanto maior for esta taxa, mais fluxo será retido dentro da amostra. Decidimos então utilizar a maior taxa de resfriamento que nosso magnetômetro SQUID permite - 10 K/min.

Podemos observar também na figura IV.15, que quanto mais lenta é a taxa de resfriamento mais a curva medida se aproxima da curva de equilíbrio prevista nos modelos descritos na literatura [69].



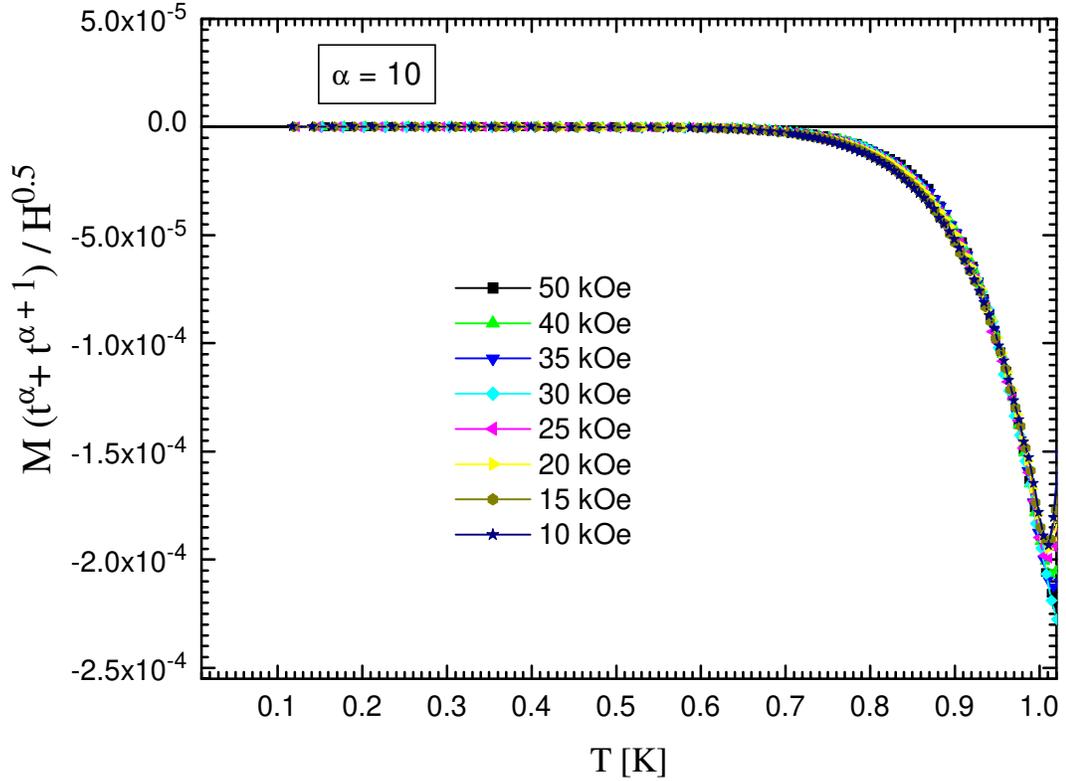
**Figura IV.15:** Curvas de momento vs. temperatura para  $H=30$  kOe ( $H \parallel c$ ) e janela de tempo de 2 minutos para a amostra MTG mostrando a dependência do fluxo aprisionado na amostra em função do resfriamento. Quanto mais lenta for a taxa de resfriamento menor o fluxo aprisionado no interior da amostra.

O próximo passo foi testar a sensibilidade do método de ajuste baseado na expressão (IV.11). O primeiro parâmetro a ser testado foi o  $\beta$ , ele tem a função de aproximar as curvas fazendo que os mínimos se sobreponham. O melhor ajuste para o valor de  $\beta$  foi 0.50 e é mostrado na figura IV.16. Para valores menores de  $\beta = 0.50$  as curvas tendem a se afastar ainda mais, e para valores maiores de  $\beta$  as curvas de campo aplicado mais baixo vão se destacando a medida que o valor vai aumentando.



**Figura IV.16:** Curvas de magnetização vs. temperatura para diferentes campos aplicados ( $H // c$ ) mostrando o melhor ajuste para o valor de  $\beta = 0.5$  para a amostra MTG e janela de tempo de 2 minutos.

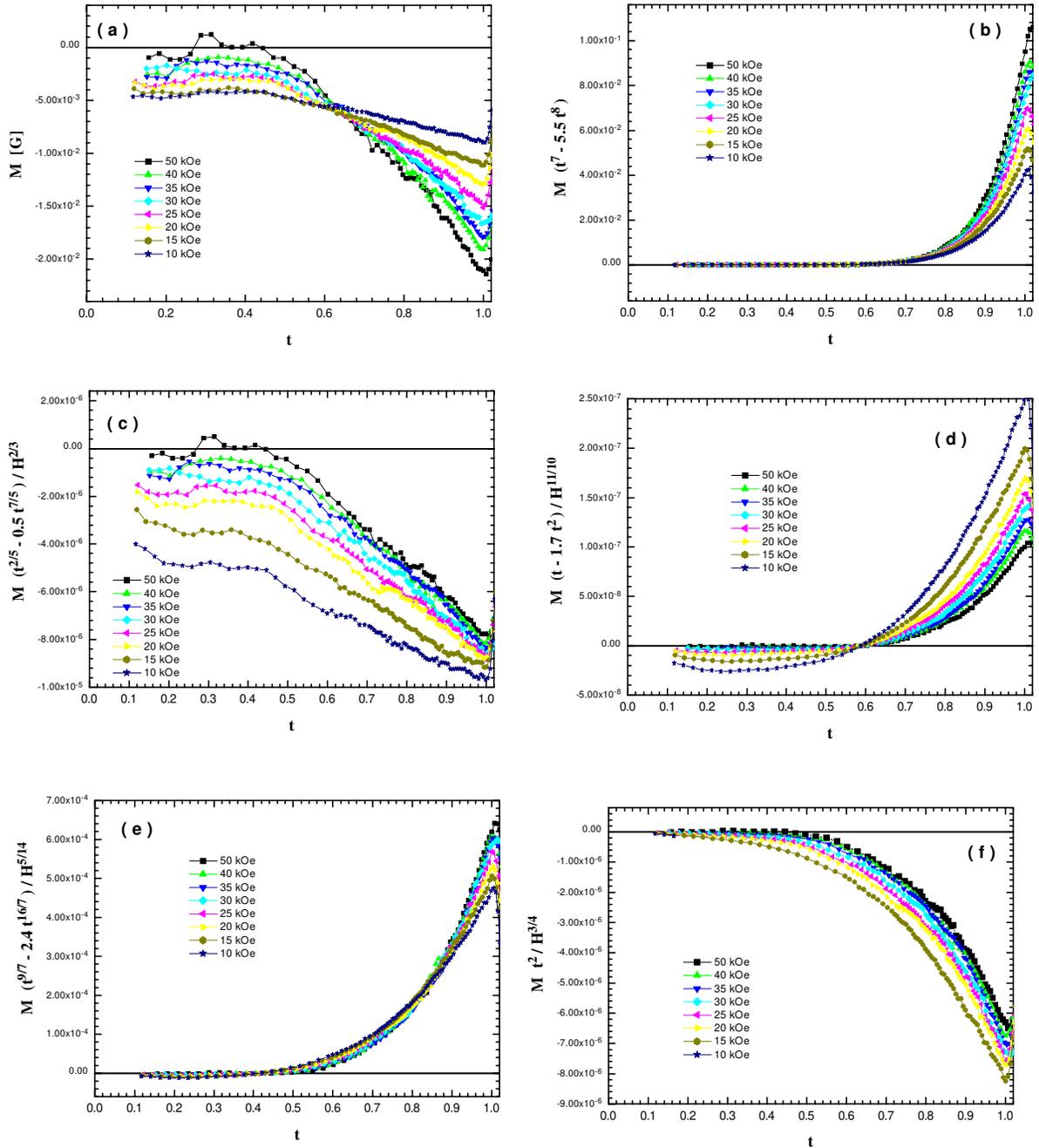
O segundo teste foi com o parâmetro  $\alpha = 1/\mu$ , que faz com que as curvas colapsem. Nesta primeira etapa consideramos o valor de  $A$  como sendo 1,  $B$  igual a  $-1$  e  $\beta = 0.50$ . A partir destes parâmetros, o melhor ajuste para  $\alpha$  foi o valor 10 (figura IV.17). Era de se esperar que para valores altos de  $\alpha$  as curvas se agrupem, pois  $\alpha \gg 1$  implica que  $t^\alpha$  tende a infinito. O próximo passo foi então testar as leis de escalas que obtivemos nas equações (IV.12) a (IV.16).



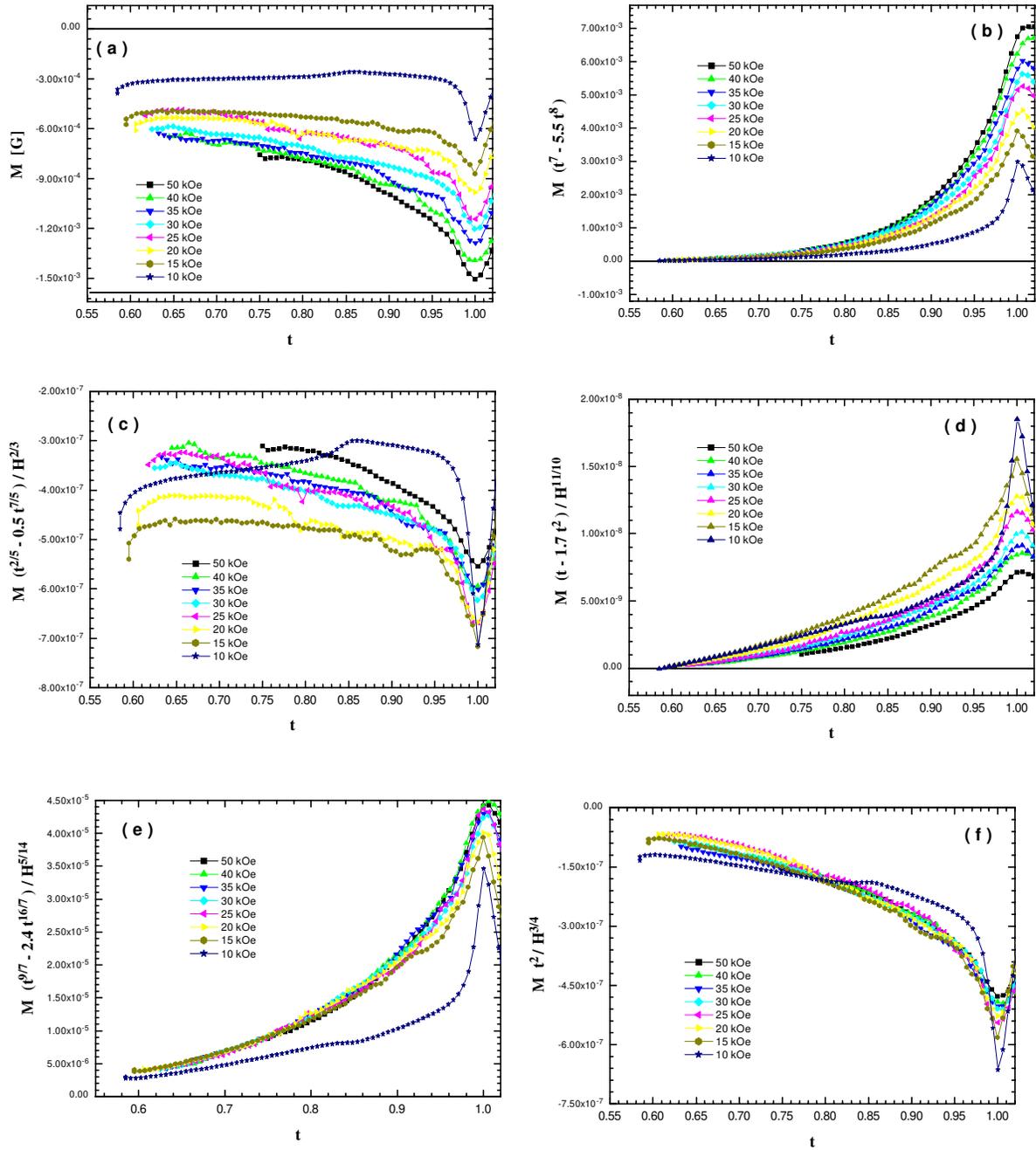
**Figura IV.17:** Melhor ajuste para o valor de  $\alpha = 10$ , considerando  $A = 1$  e  $\beta = 0.50$ . Para a amostra MTG e janela de tempo de 2 minutos.

## 5.1 Amostra MTG de YBCO

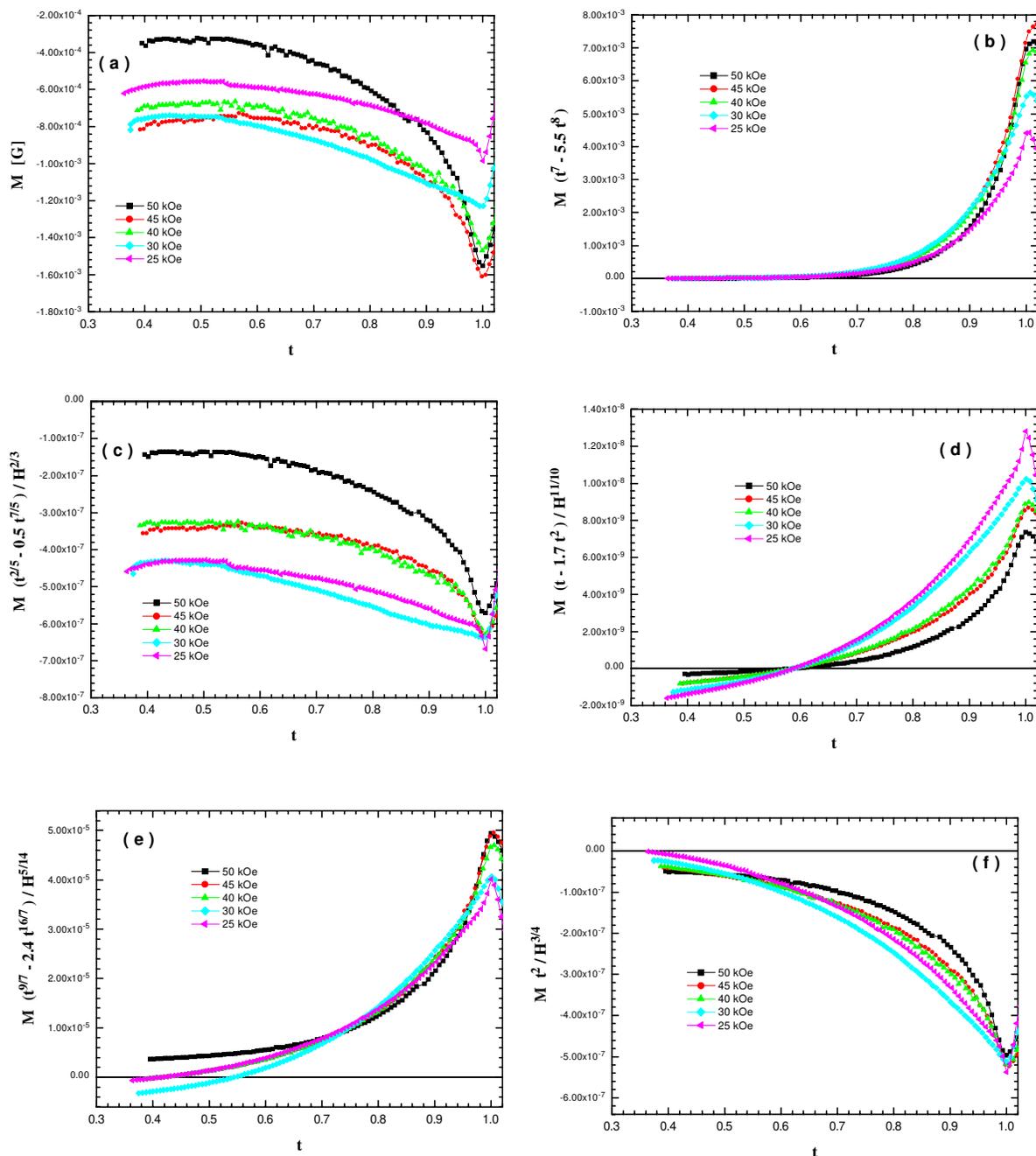
Apresentamos nas figuras IV.18, IV.19 e IV.20 as medidas realizadas na amostra MTG para as janelas de tempo de 2, 5 e 10 minutos. As figuras (a) são as medidas como originais já normalizadas por  $t = T / T_H$ ; (b) apresentam a lei de escala para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ) dado pela expressão IV.12; (c) a lei de escala para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) a lei de escala para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); e finalmente (f) para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 7/9$ ). Ressaltamos que as expressões apresentadas nas figuras (b) a (f) estão apresentadas sem nenhum grau de liberdade, ou seja, são as expressões extraídas da teoria sem nenhum parâmetro de ajuste.



**Figura IV.18:** Ajustes das leis de escala, para a janela de 2 minutos para a amostra MTG, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T / T_H$ ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

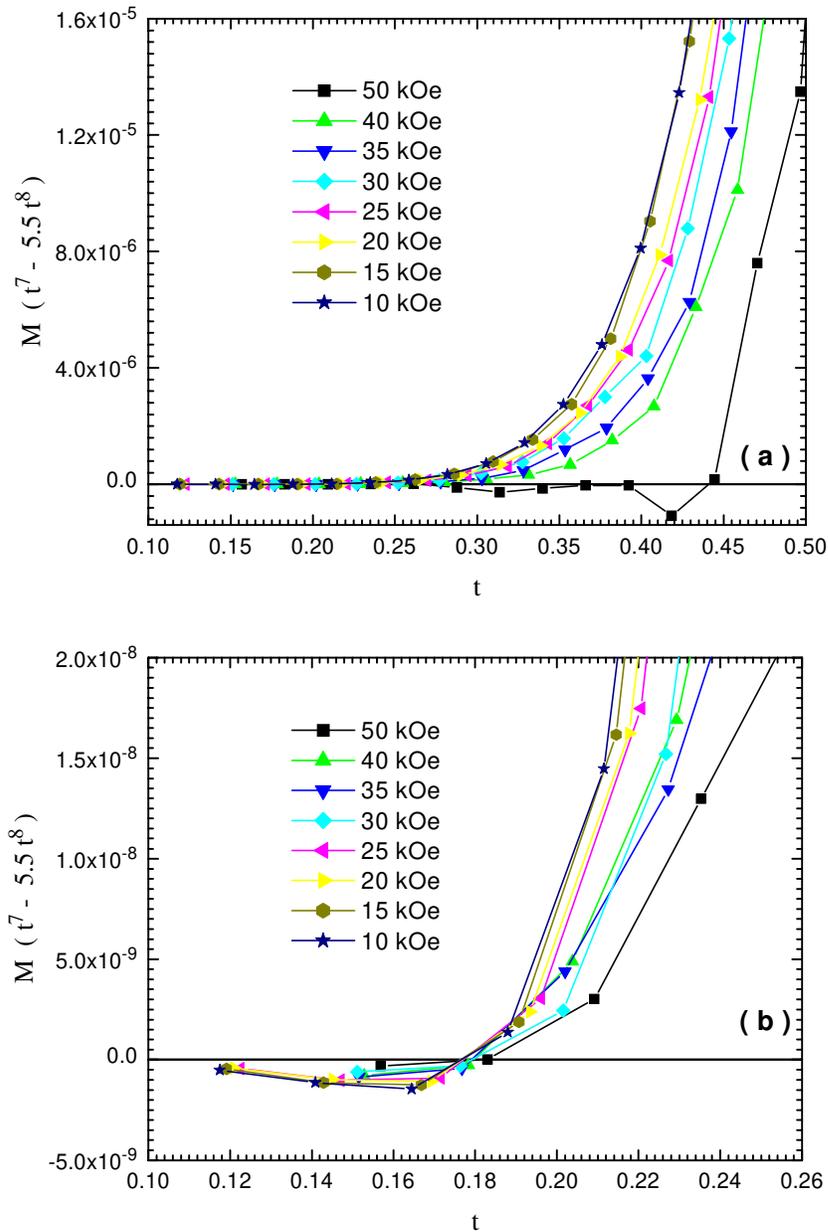


**Figura IV.19:** Ajustes das leis de escala, para a janela de 5 minutos para a amostra MTG, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T / T_H$ ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).



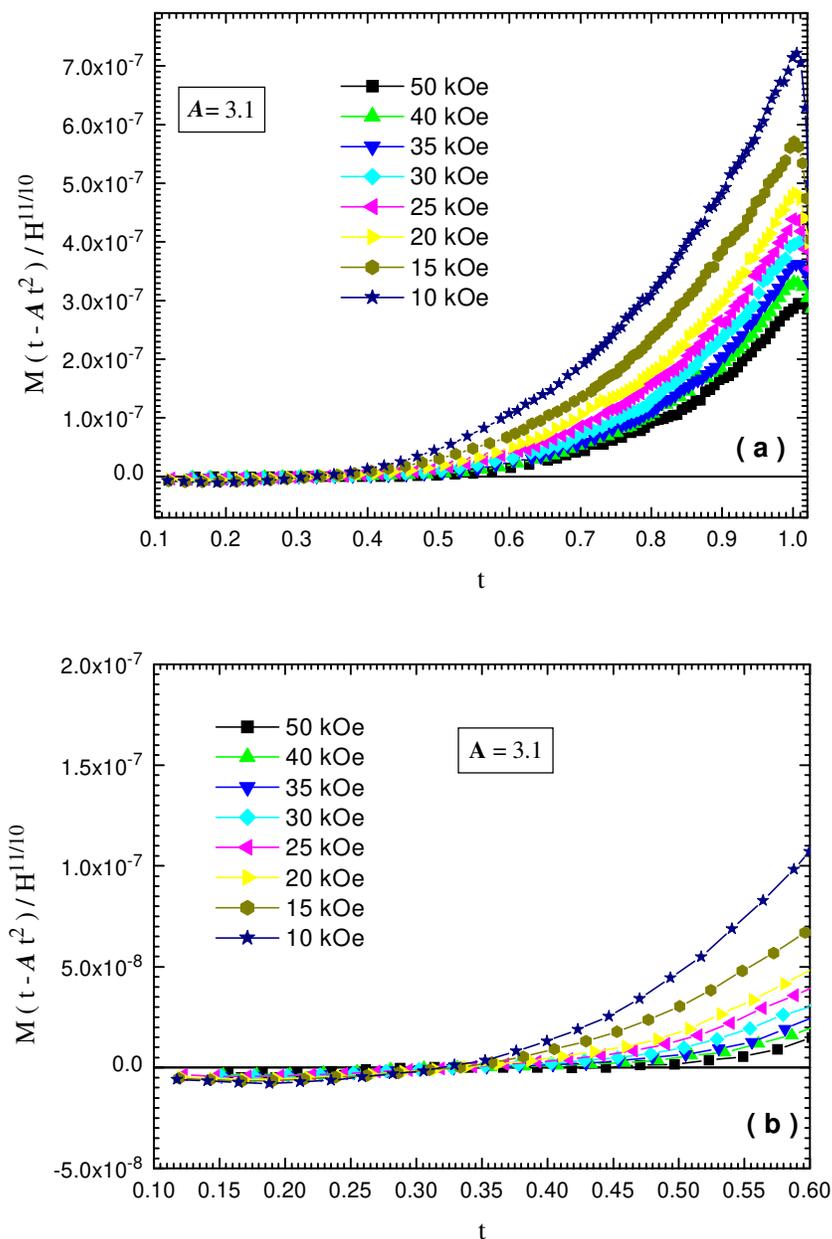
**Figura IV.20:** Ajuste das leis de escala, para a janela de 10 minutos para a amostra MTG, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T / T_H$ ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

A lei de escala para um único vórtice, dada pela equação (IV.12), era esperado que não apresentasse um bom ajuste como é mostrado nas figuras IV.18, IV.19 e IV.20 (b), pois a expressão (IV.12) não possui dependência com o campo aplicado. Os gráficos (b) podem nos induzir a pensar que tenha ocorrido um bom ajuste para o intervalo  $0.1 < t < 0.7$ , mas verificando as ampliações nas figuras IV.21 (a) e (b) podemos verificar que as curvas não seguem tal comportamento.



**Figura IV.21:** Ajuste para a lei de escala  $M(t^7 - 5.5t^8)$  extraído do regime de um único vórtice. (a) e (b) são ampliações da curva IV.18 (b).

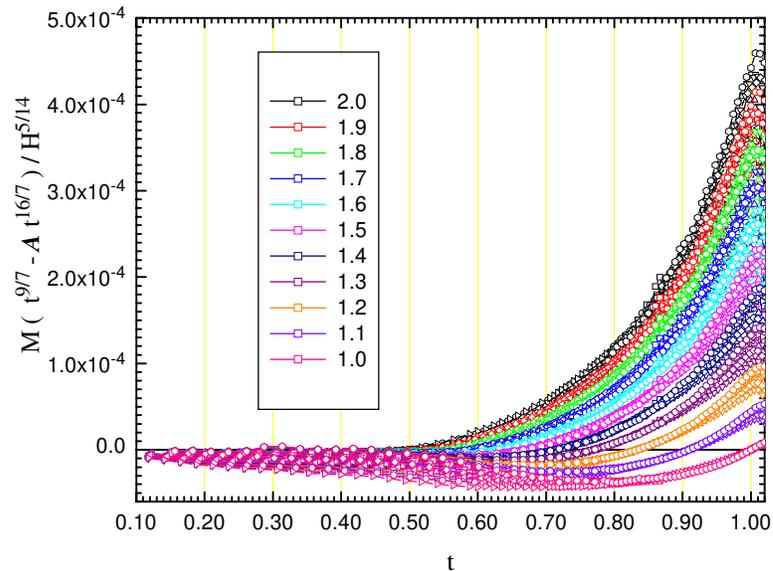
A lei de escala para regime de pequeno pacote de fluxo e  $\mu = 5/2$ , gráficos (c) das figuras IV.18, IV.19 e IV.20 e equação (IV.13), também não apresentou um bom ajuste para as curvas. Nós também realizamos a tentativa de ajustar os dados, a expressão (IV.13) dando um grau de liberdade, liberando o coeficiente  $A$  da expressão (IV.11) como parâmetro de ajuste. Esta tentativa também não apresentou um bom escalonamento.



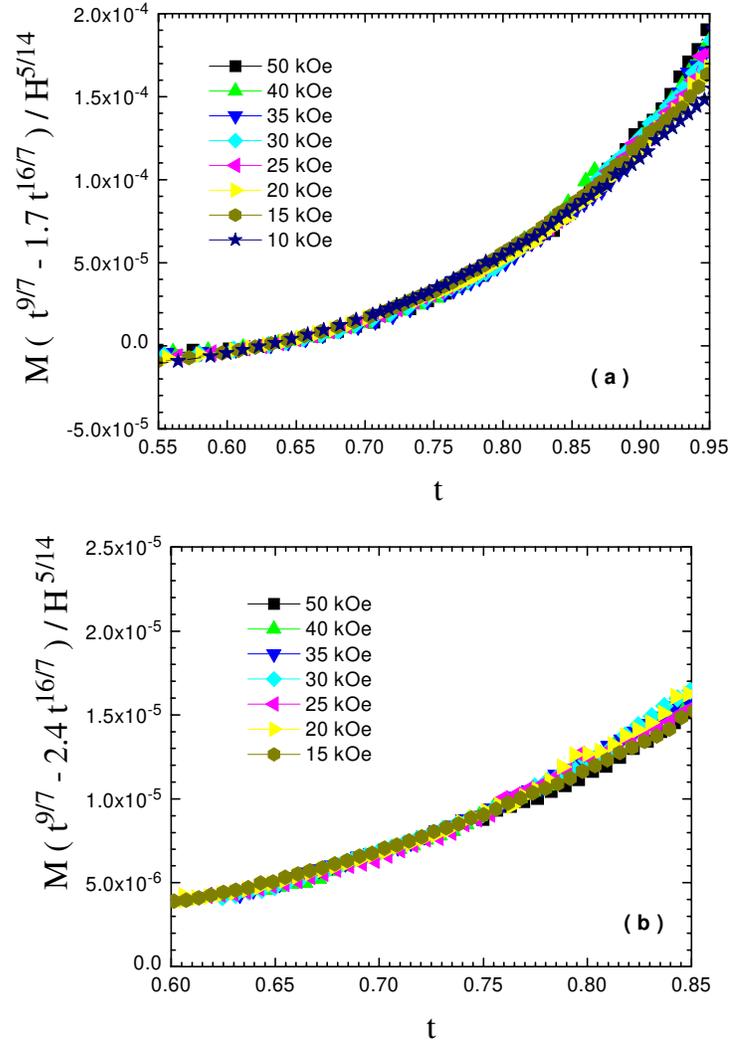
**Figura IV.22:** Ajuste para a lei de escala  $M(t - A t^2) / H^{11/10}$  extraído do regime de pequeno pacote de vórtices e  $\mu = 1.$ , com  $A = 3.1$ . (b) é uma ampliação da região  $t < 0,6$  do gráfico (a).

Testamos também a lei de escala, equação (IV.14), para pacotes intermediários de vórtices com  $\mu = 1$ . Podemos observar nas figuras da parte (d) que as curvas tendem a se agrupar para as baixas temperaturas. Liberando o coeficiente  $A$  na expressão (IV.14) obtivemos um bom ajuste da lei de escala para os valores de  $A = 3.1$  para a janela de tempos de 2 minutos, apresentando um escalonamento razoável para a região de baixas temperaturas  $t < 0.35$ , como pode ser observado na figura IV.22. Acreditamos, entretanto, que devido às raízes da expressão  $[t + 3.1 t^2 = 0]$  serem 0 e 0.32, as curvas neste intervalo apresentam um único comportamento por simples artifício matemático e não físico.

A lei de escala para o regime de grande pacote de vórtices, com  $\mu = 7/9$ , cuja expressão (IV.15) se ajustou relativamente bem para os valores intermediários de  $t$ , pode ser vista nas figuras das parte (e). Para tentar melhorar o ajuste, na janela de tempo de 2 minutos, liberamos o coeficiente  $A$  como parâmetro de ajuste (figura IV.23), com isto conseguimos obter um bom ajuste para o intervalo  $1 < A < 2$  tornando difícil determinar qual dos ajustes seria o melhor. Optamos pelo valor de  $A = 1.7$  e mostramos na figura IV.24 (a) que o intervalo  $0.65 < t < 0.85$  descreve uma lei universal para os dados. A figura IV.24 (b) mostra uma ampliação do intervalo  $0.55 < t < 0.95$  da figura IV.19 (e) para a janela de tempo de 5 minutos, onde consideramos que a lei de escala para grande pacote de vórtices apresentou um bom ajuste.



**Figura IV.23:** Ajuste para a lei de escala  $M (t^{9/7} - A t^{16/7}) / H^{5/14}$  extraído do regime de grande pacote de vórtices e  $\mu = 7/9$  e  $1 < A < 2$ .

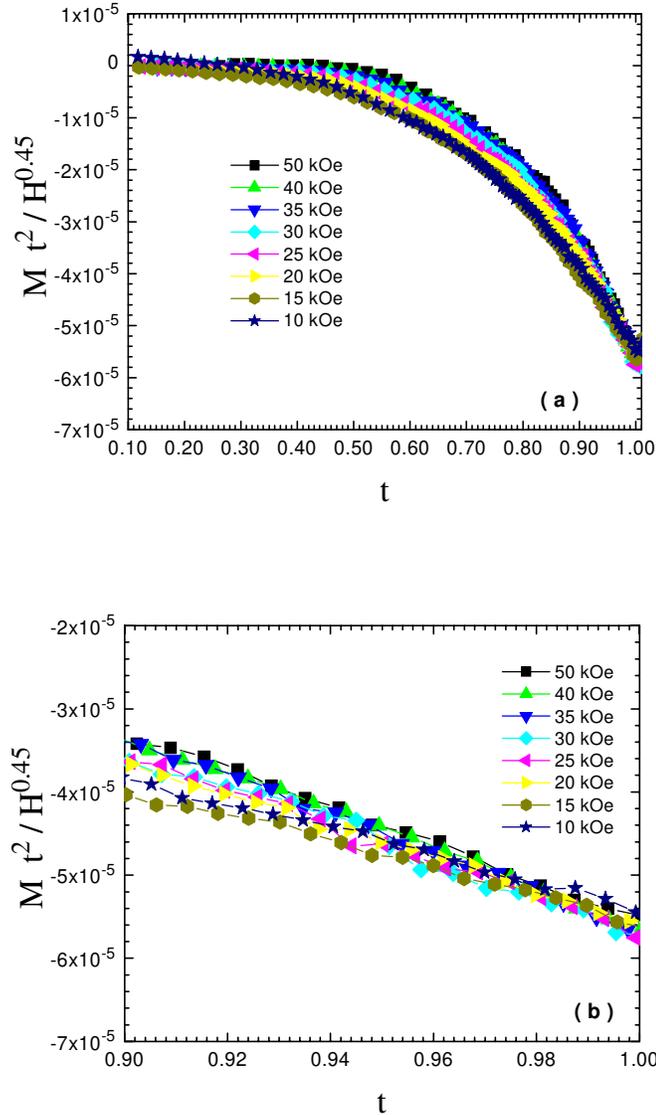


**Figura IV.24:** Ajuste para a lei de escala  $M(t^{9/7} - A t^{16/7}) / H^{5/14}$  extraído do regime de grande pacote de vórtices e  $\mu = 7/9$ , (a) com  $A = 1.7$  (melhor valor de ajuste) para a janela de 2 minutos e (b) com  $A = 2.4$  (valor extraído da equação (IV.15)) para a janela de 5 minutos.

O último regime elástico a ser testado foi o regime CDW de vórtices, com  $\mu = 1/2$ . Esperávamos encontrar um bom ajuste para valores altos de  $t$ , pois sabemos que em temperaturas muito altas, próximas à transição para o estado normal,  $J$  é muito pequeno e o regime subsequente ao de grande pacote de vórtices é o regime CDW em que  $J$  tende a 0.

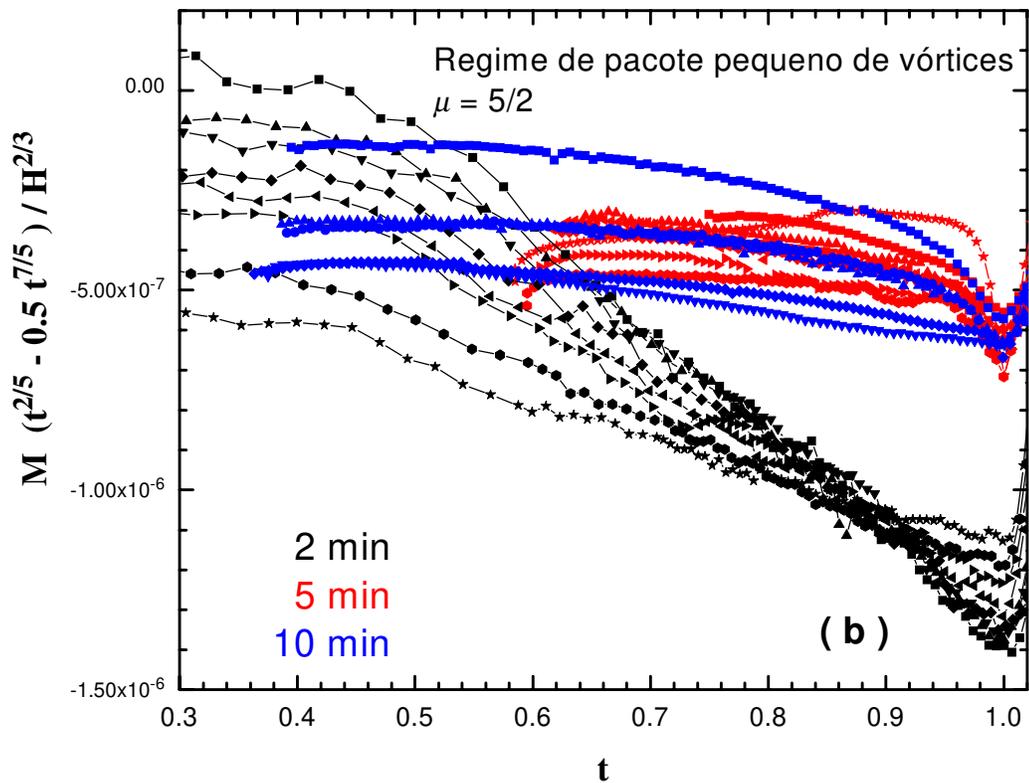
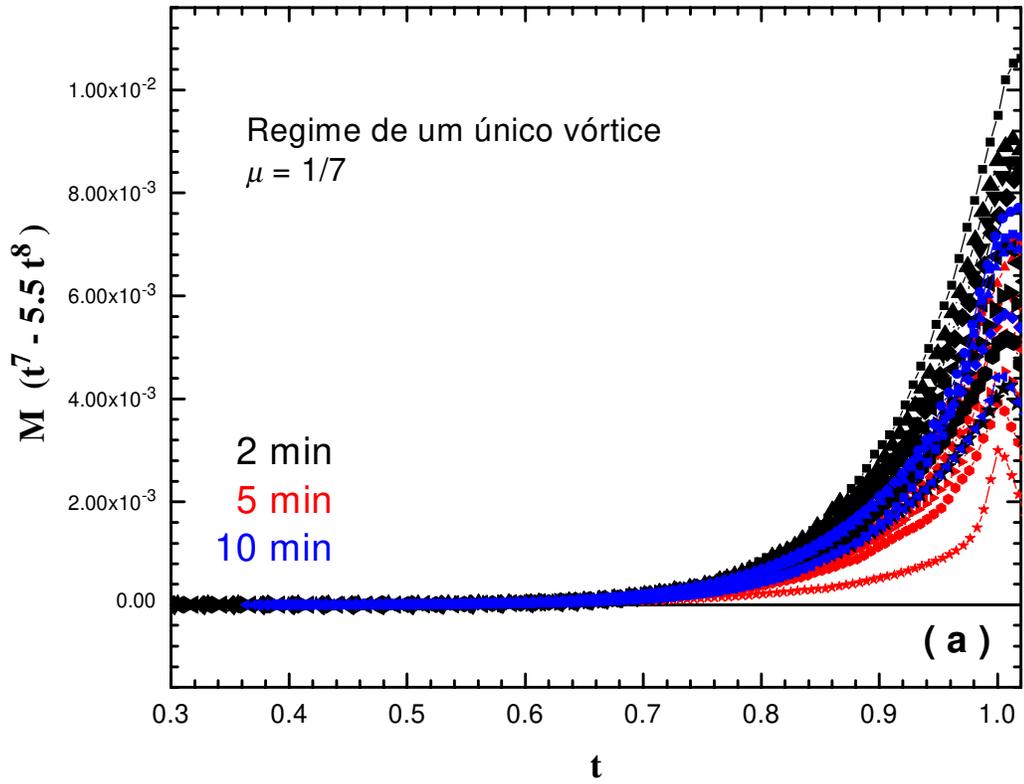
Como podemos ver na figura IV.18 da parte (f), isto não é verificado na janela de 2 minutos. Tentamos também realizar o ajuste com a lei de escala  $M t^\alpha / H^\beta$ , liberando um parâmetro de cada vez, e não conseguimos encontrar um comportamento universal. Por outro

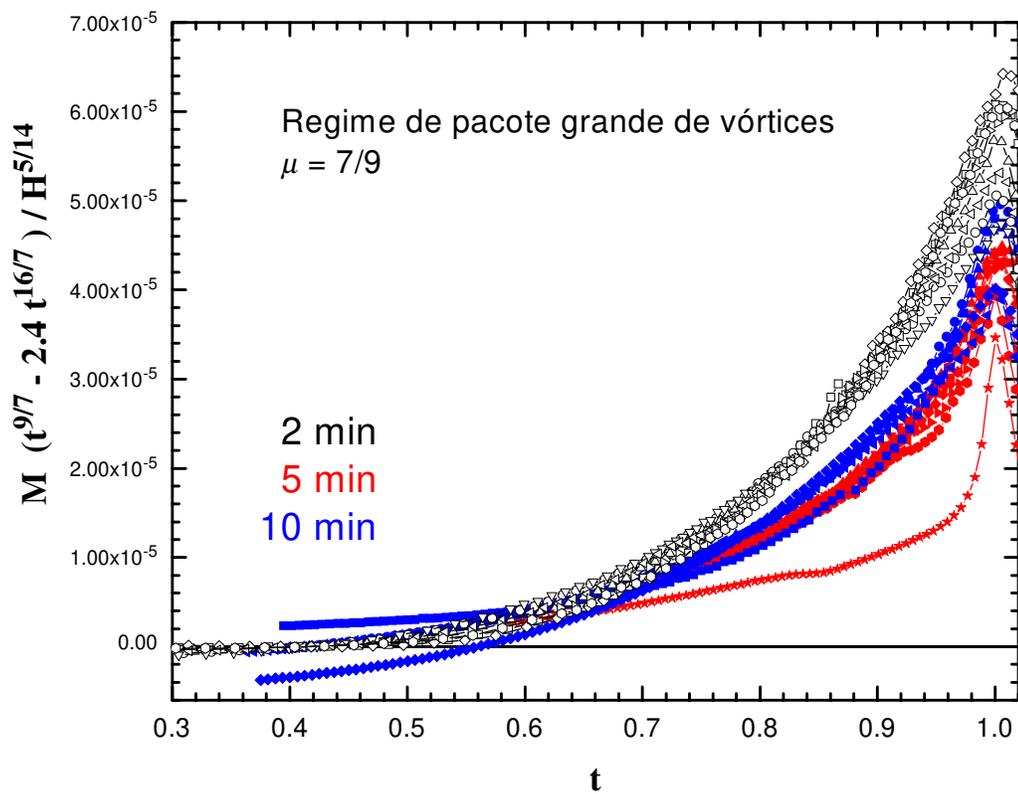
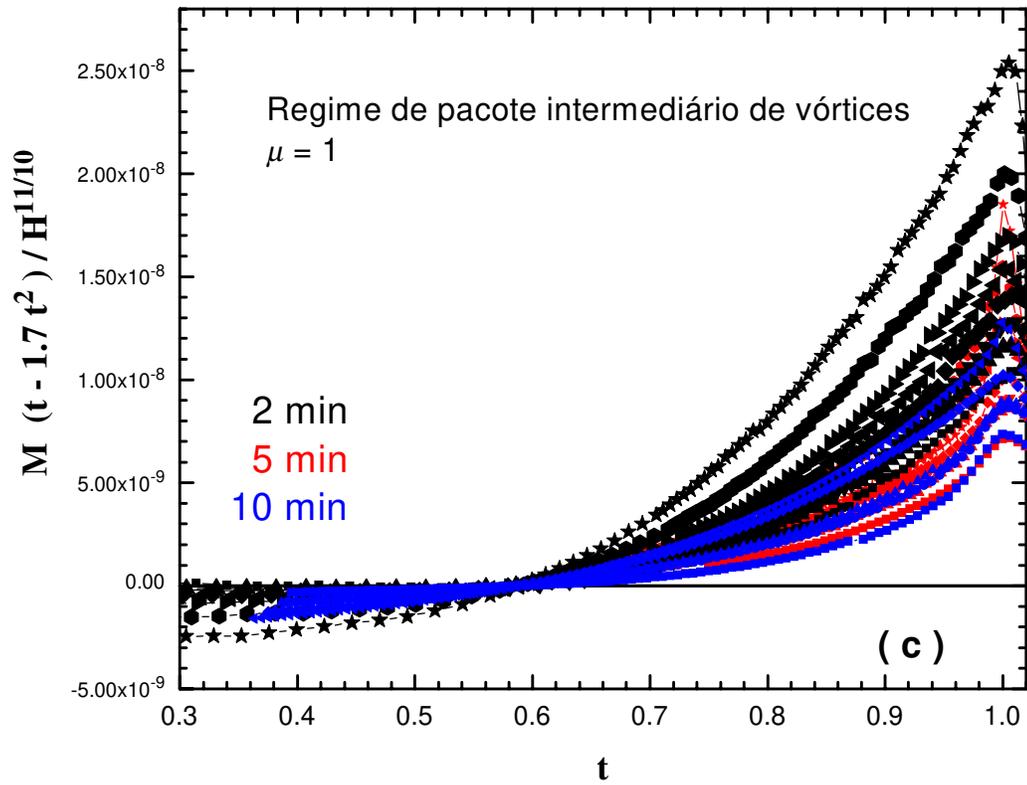
lado o melhor ajuste que conseguimos com a liberação do parâmetro  $\beta$  foi de 0.45 mostrado na figura IV.25.

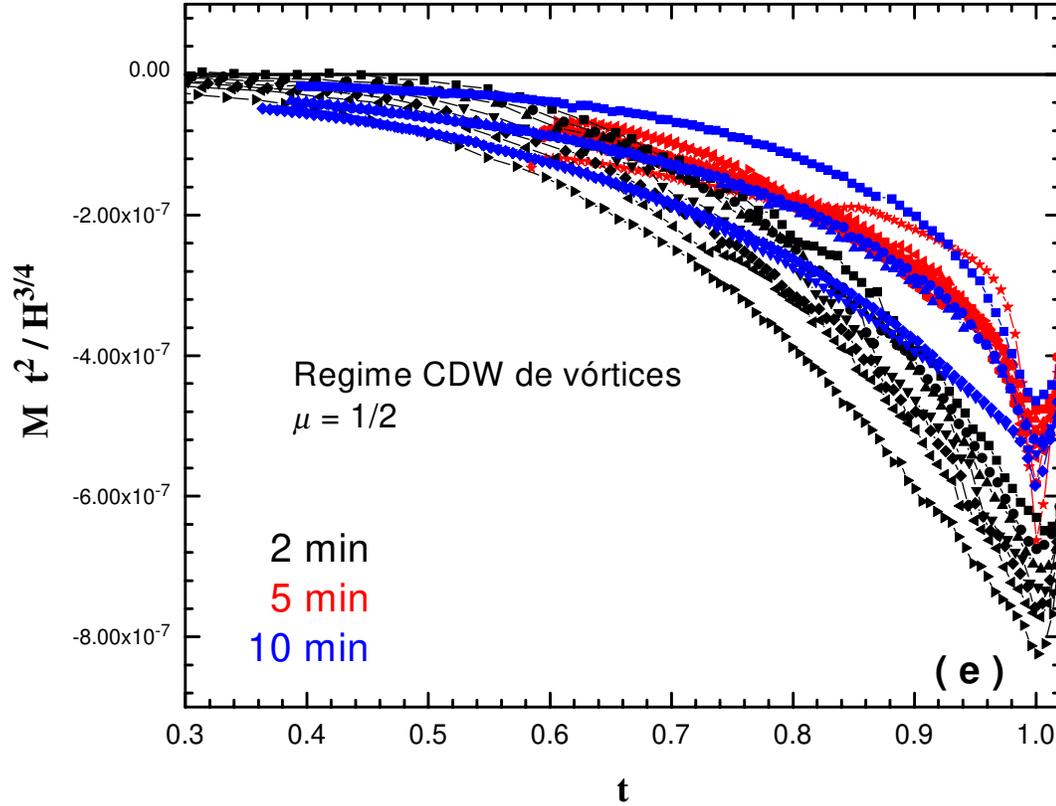


**Figura IV.25:** : Ajuste para a lei de escala  $M t^2 / H^{\beta}$  extraído do regime de grande pacote de vórtices e  $\mu = 1/2$ . (a) com  $\beta = -0,45$  (melhor valor de ajuste) para a janela de 2 minutos e (b) ampliação da região onde achamos que a lei de escala pode ser aplicada

Até agora discutimos praticamente apenas as janelas de 2 e 5 minutos, por serem os dois primeiros conjuntos de dados que obtivemos [82]. Para uma melhor visualização das leis de escalas utilizadas para as diferentes janelas de tempo, apresentamos em cada gráfico a seguir (Figura IV.26) uma lei de escala contendo as 3 janelas de tempo medidas.







**Figura IV.26:** Ajustes das leis de escala, para as janelas de 2, 5 e 10 minutos para a amostra MTG, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (b) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (c) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (d) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (e) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

Na figura IV.26 (c) podemos observar que, com o aumento da janela de tempo, as curvas tendem a apresentar um melhor ajuste ao regime de pacote intermediário. Mas, como já descrevemos, acreditamos que isto é um artifício matemático.

Já no gráfico (d) da figura IV.26, podemos verificar que, com o aumento da janela de tempo, o intervalo de temperatura em que ocorre um bom escalonamento também aumenta. Para o conjunto de 2 minutos temos uma tendência ao regime de pacote grande de vórtices, e para conseguir um ajuste melhor no intervalo  $0.65 < t < 0.85$  tivemos que liberar um parâmetro de ajuste. Isto já não foi necessário para o conjunto de 5 minutos onde as curvas tendem a escalonar

até aproximadamente  $t = 0.95$ . Para o conjunto de 10 minutos este escalonamento fica mais acentuado até  $t = 0.95$ .

O escalonamento para o regime CDW de vórtices mostrado na figura IV.26 (e) também tende a se acentuar à medida que a janela de tempo aumenta para as temperaturas próximas a 1. Para os campos menores, as curvas com a evolução temporal tendem a não mais escalar. Acreditamos que isto se deve ao fato destes campos já não se encontrarem no regime testado.

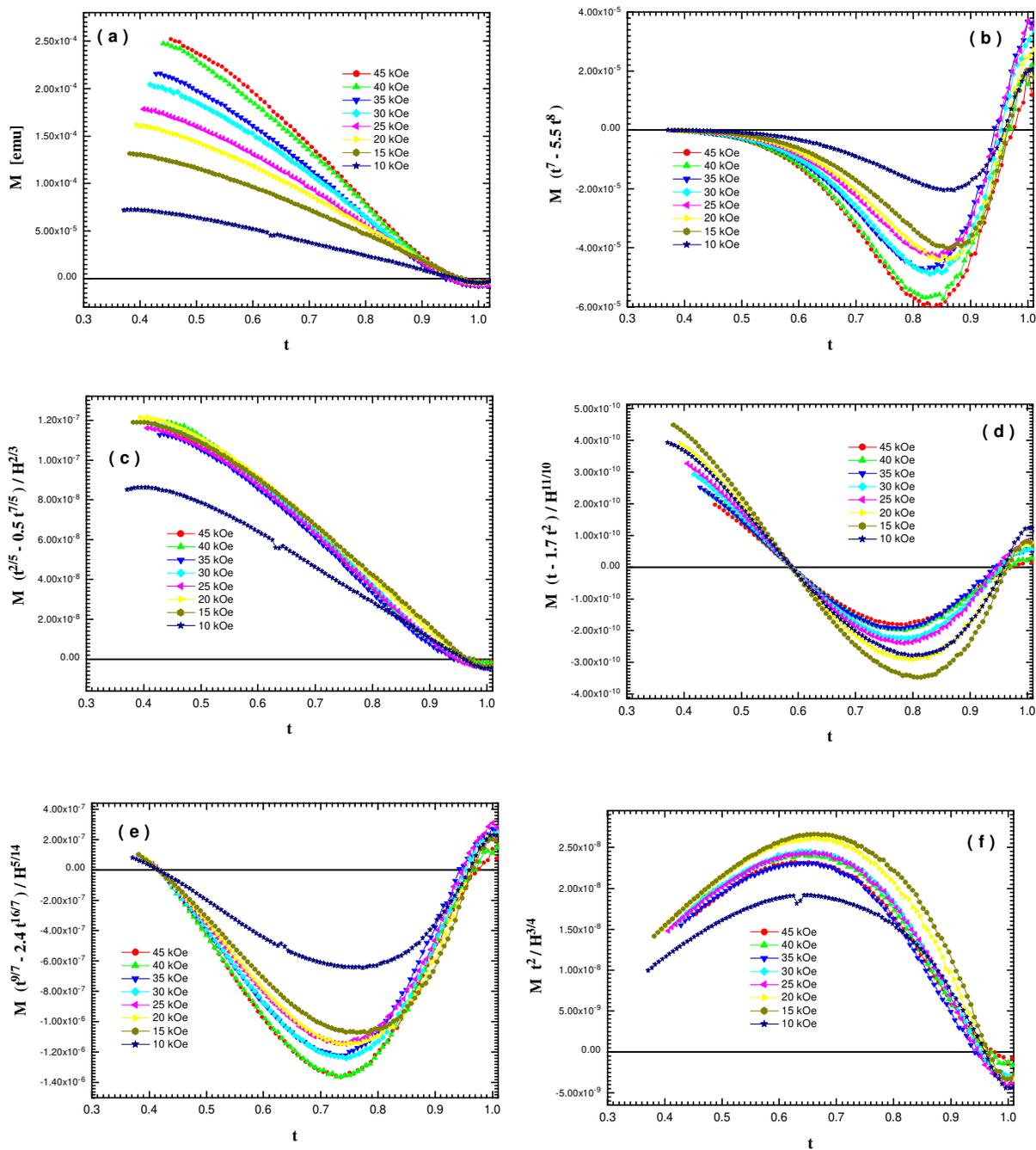
Com estas cinco leis de escala, varremos os regimes onde a movimentação dos vórtices é elástica para as três janelas de tempo. Também tentamos ajustar os conjuntos de dados a uma lei de escala para movimentação plástica de vórtices, mas não obtivemos uma boa descrição.

## 5.2 Amostra monocristalina de YBCO

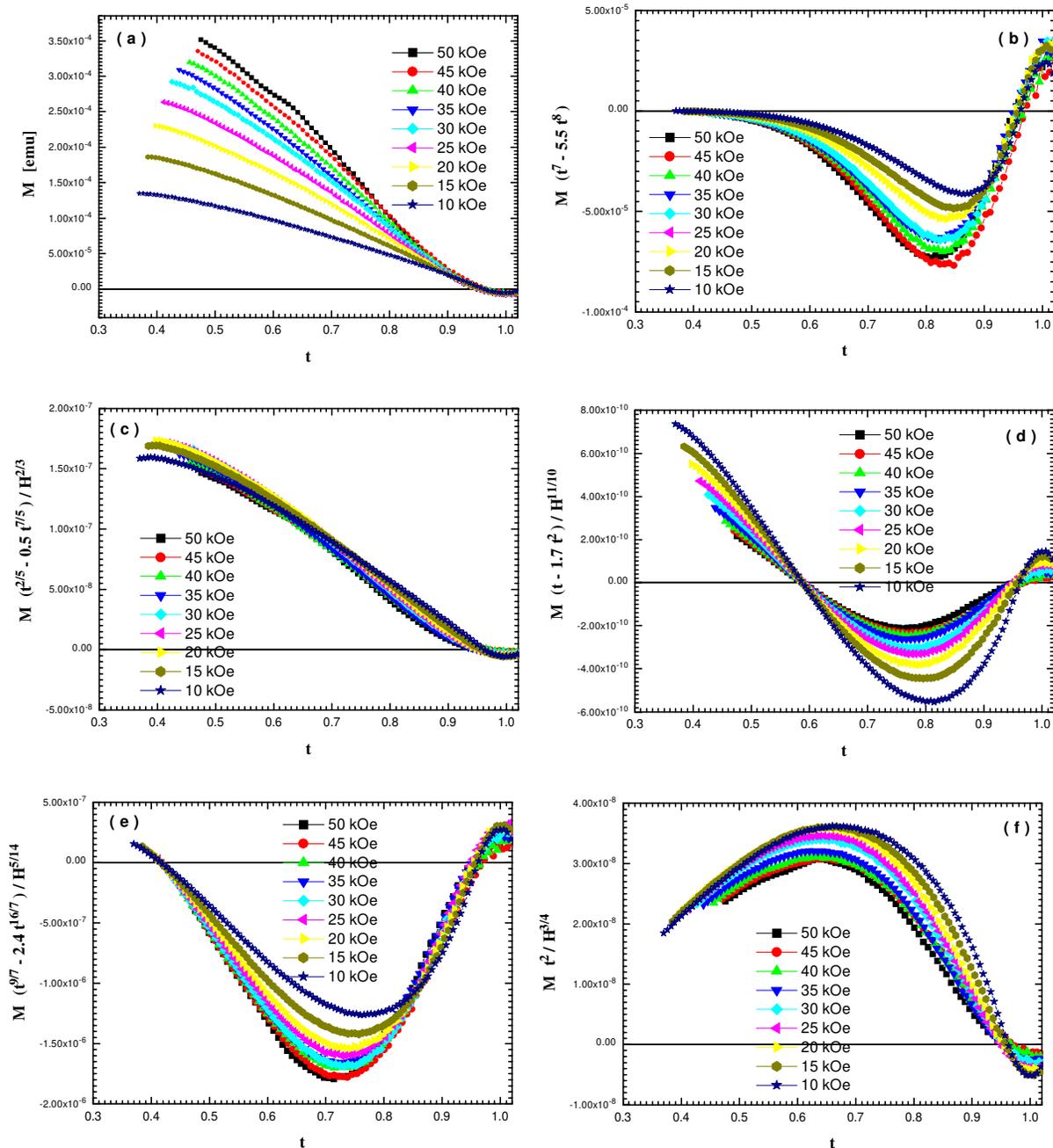
Para a amostra monocristalina de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , realizamos também três conjuntos de medidas com as diferentes janelas de tempo de 2, 5 e 10 minutos, mostradas nas figuras IV.27, IV.28 e IV.29, respectivamente.

Nas figuras IV.27 a IV.29 apresentamos em (a) as curvas normalizados pelo mínimo  $T_H$ . Os ajustes para a leis de escala, (b) para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ) e (f) para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

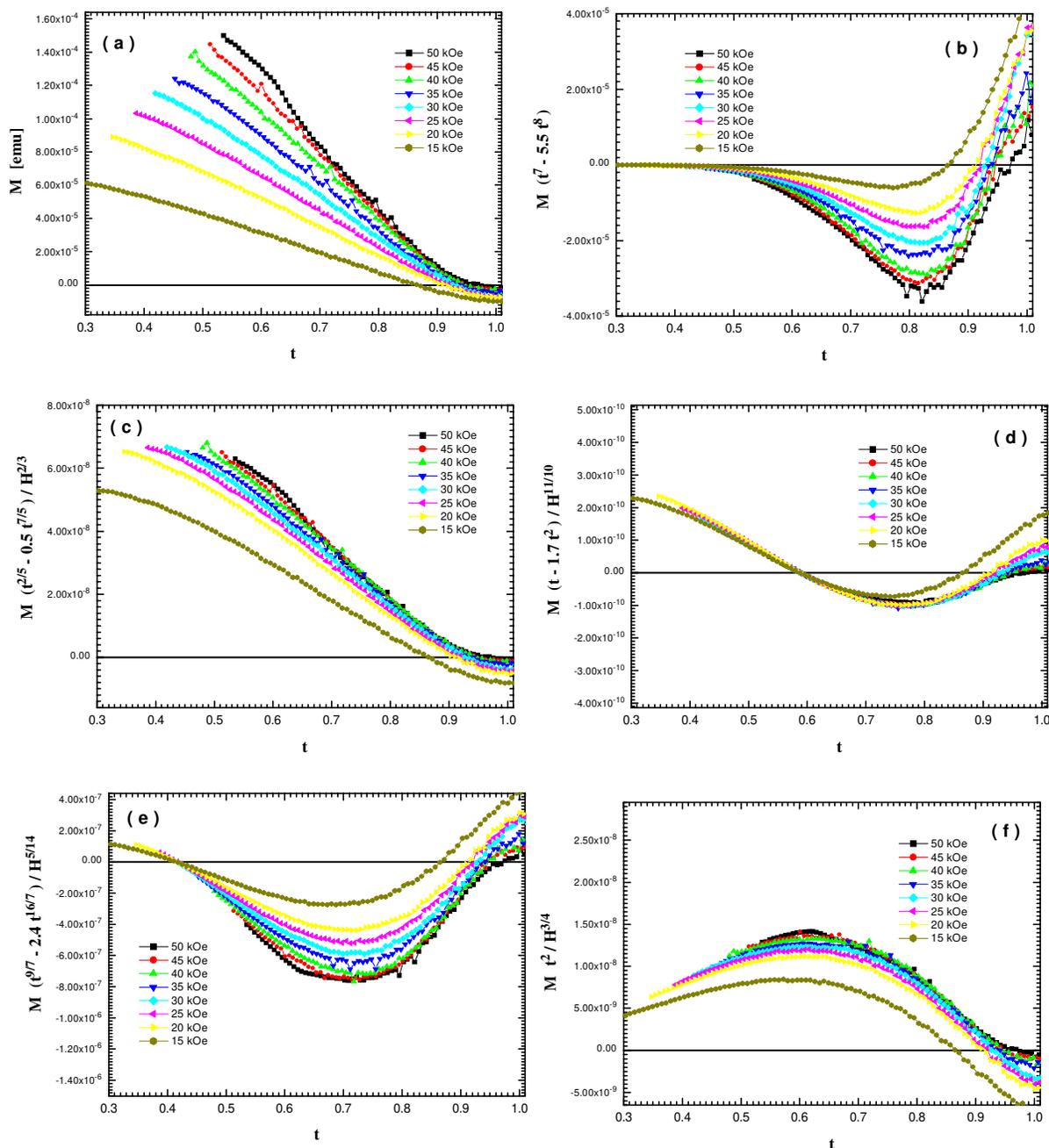
Todas as expressões apresentadas nas figuras IV.27 a IV.30 foram obtidas diretamente da teoria de *creep* coletivo, sem nenhum parâmetro de ajuste. Em todos os cinco regimes liberamos o parâmetro  $A$  para verificarmos a possibilidade de os melhorarmos e o que observamos nestes casos para o monocristal de YBCO foi que o melhor ajuste nas expressões eram dos valores provenientes da teoria.



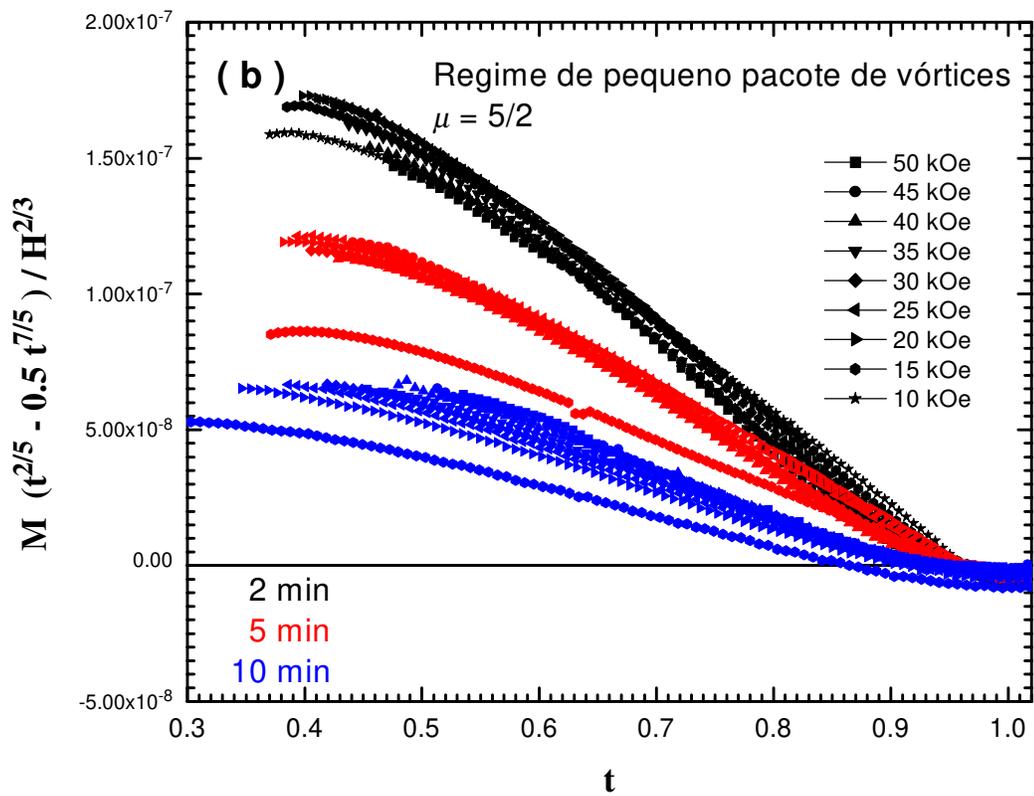
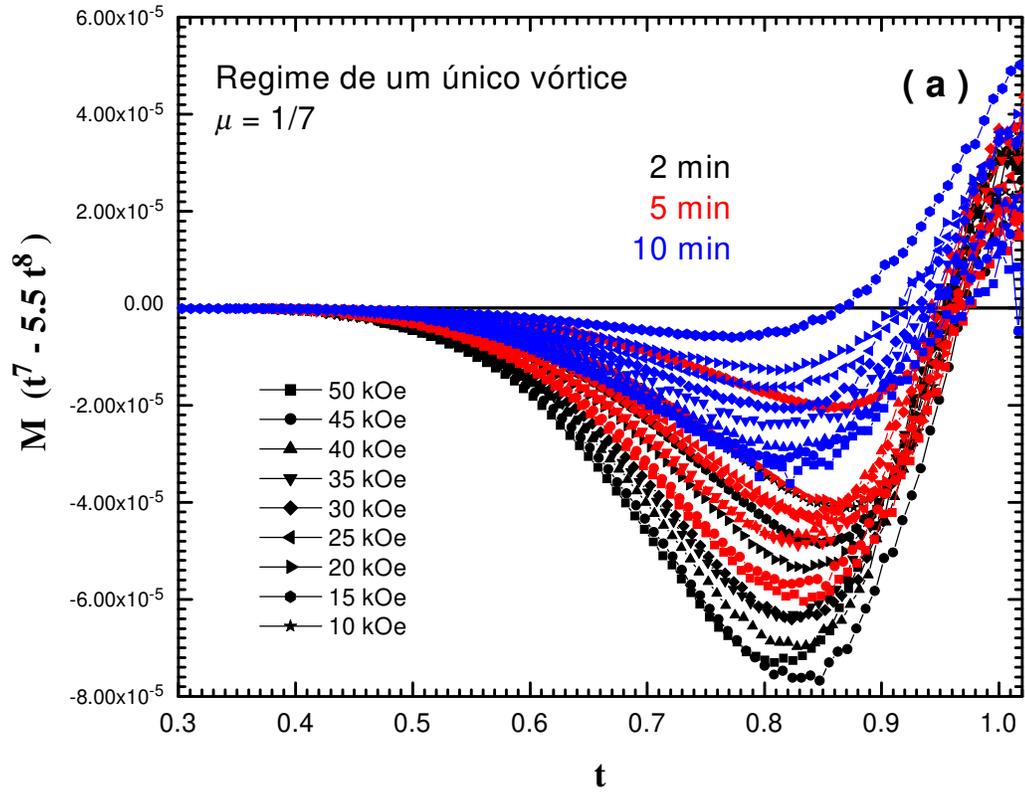
**Figura IV.27:** Ajustes das leis de escala, para a janela de 2 minutos com o monocristal de YBCO, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T/T_H$ ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

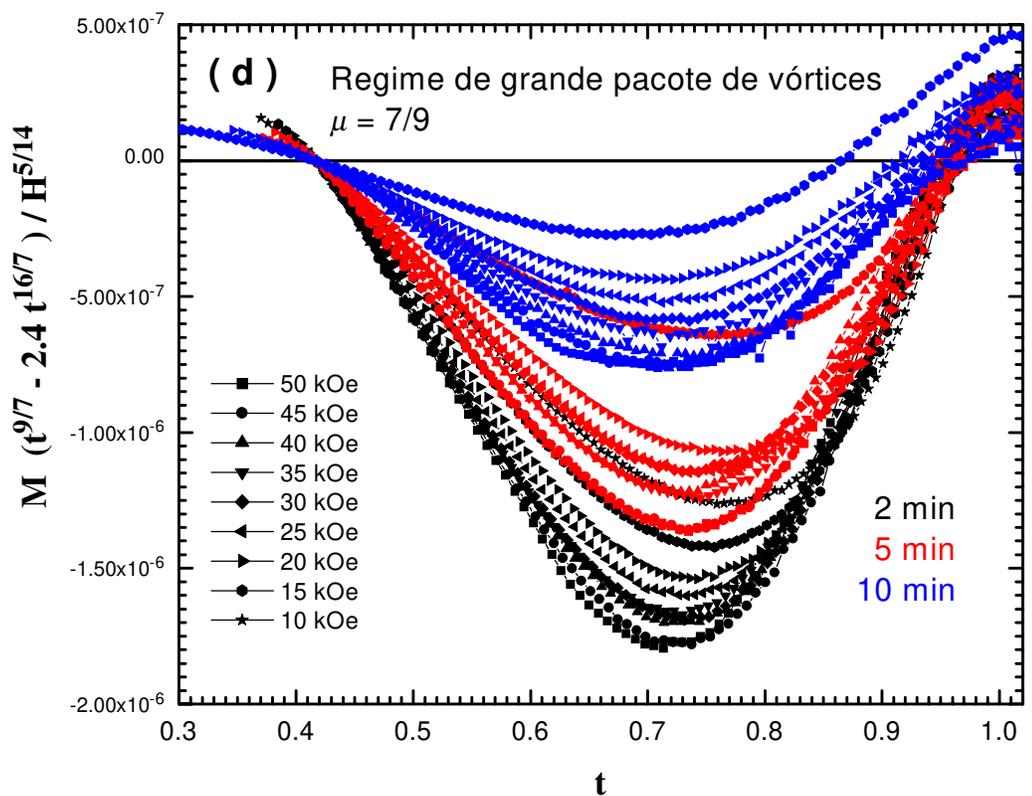
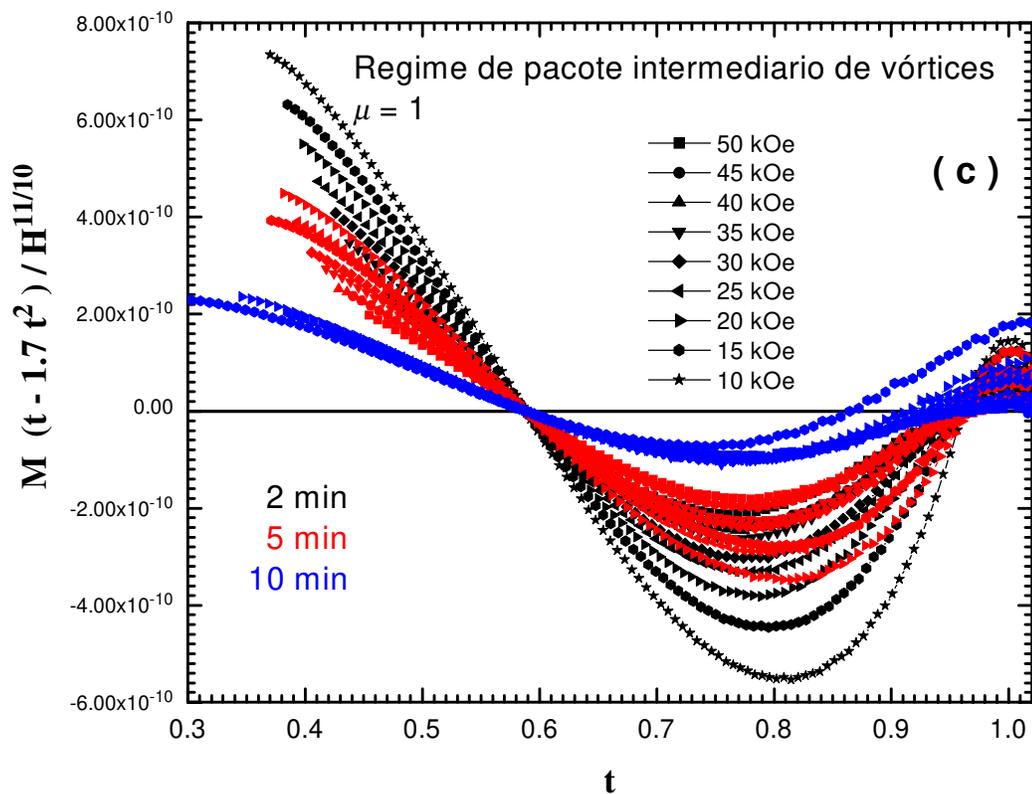


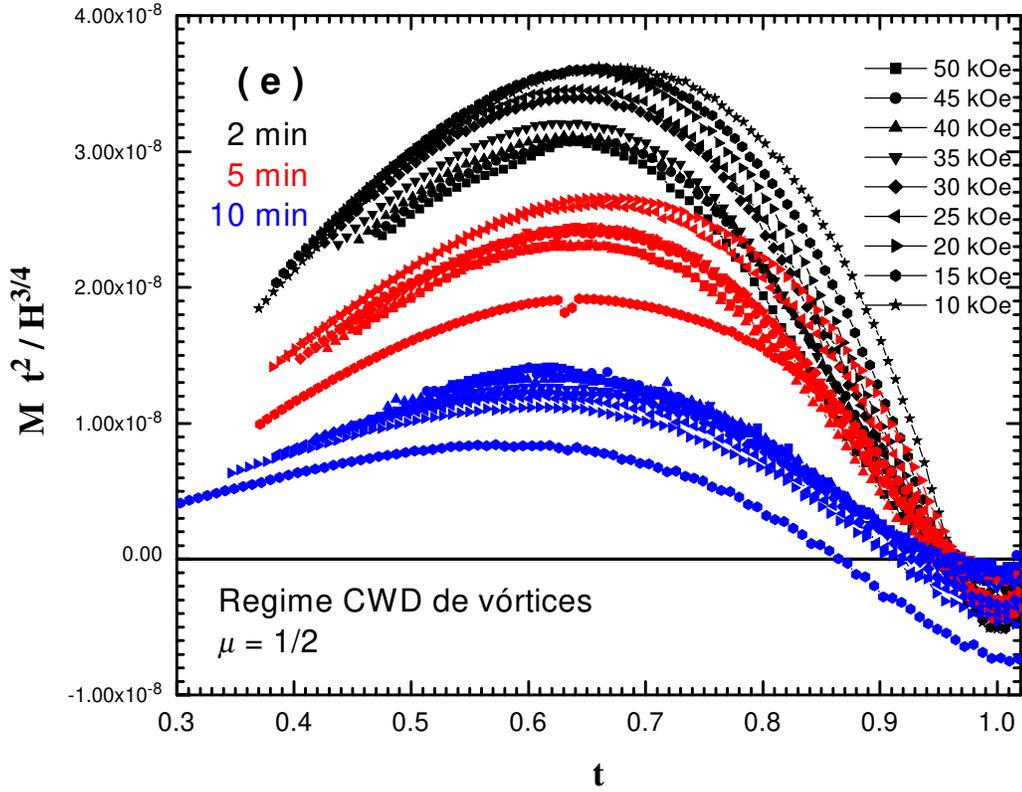
**Figura IV.28:** Ajustes das leis de escala, para a janela de 5 minutos com o monocristal de YBCO, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T / T_H$  ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).



**Figura IV.29:** Ajuste das leis de escala, para a janela de 10 minutos com o monocristal de YBCO, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) curvas normalizadas por  $t = T/T_H$ ; (b) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (c) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (d) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (e) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (f) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).







**Figura IV.30:** Ajustes das leis de escala, para as janelas de 2, 5 e 10 minutos com o monocristal de YBCO, extraídas da teoria de movimentação elástica dos vórtices. (a) Para o regime de um único vórtice ( $\mu = 1/7$ ); (b) Para o regime de pequeno pacote de vórtices ( $\mu = 5/2$ ); (c) Para o regime de pacote intermediário de vórtices ( $\mu = 1$ ); (d) Para o regime de grande pacote de vórtices ( $\mu = 7/9$ ); (e) Para o regime CDW de vórtices ( $\mu = 1/2$ ).

Nos gráficos (a), (d) e (e) da figura IV.30 a lei de escala para o regime de um único vórtice, o regime de grande pacote de vórtices e o regime CDW não escalonaram os dados obtidos para o monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

Entretanto, observamos que, no monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , para o regime de pequeno pacote de fluxo, mostrado na figura IV.30 parte (b), à medida que aumentamos a janela de tempo de 2 para 5 minutos as curvas apresentaram uma melhora significativa no ajuste, como foi observado na amostra MTG. Nas curvas para a janela de 5 minutos o regime pequeno pacote de vórtices tende a escalonar em todo o intervalo de temperatura. Porém quando aumentamos para 10 minutos as curvas tornaram a dispersar.

O escalonamento para o regime de pacote intermediário de vórtices, que pode ser observado na figura IV.30 parte (c) mostra que, à medida que aumentamos a janela de tempo, notamos que as curvas sempre tendem a melhorar o ajuste, até que nas curvas de 10 minutos podemos verificar que no intervalo  $t < 0,90$  as curvas apresentaram o melhor ajuste, com excessão da curva de 15 kOe.

Novamente observamos que as curvas de baixo campo aplicado tendem a não se escalonarem. Relembramos que estas leis também têm dependencia com o campo aplicado.

Sabemos que, com o aumento da janela de tempo, a densidade de corrente passa a ser menor [45]. Portanto acreditamos que estamos vendo uma mudança de regime de movimentação de vórtices quando aumentamos a janela de tempo. Com isto teríamos, para o conjunto de 2 minutos, uma tendência ao regime de pequeno pacote de vórtices, que passa a ficar mais clara na janela de 5 minutos e depois na de 10 minutos fica acentuada a mudança pela qual os vórtices passam a se locomover em pacotes maiores (do regime de pequeno pacote para o regime de pacote intermediário de vórtices) que possuem densidades de corrente menores.

### 5.3 Efeito Dip

O *Efeito Dip*, como descrevemos anteriormente, é um efeito devido ao acoplamento fraco entre os grãos. Observamos uma clara evidência do *Efeito Dip* [81] para a amostra monocristalina de baixa qualidade crescida em cadinho de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [20], como pode ser visto na figura IV.31(a), e para as amostra MTG [83] mostrada na figura IV.31(b). Estes efeitos nas curvas FCW, sob baixos campos aplicados, estão associados com a expulsão de fluxo proveniente dos acoplamentos fracos, após o fluxo ter sido aprisionado durante o resfriamento rápido. Nas duas amostras que tratamos no capítulo anterior deste trabalho não observamos o *Efeito Dip*.

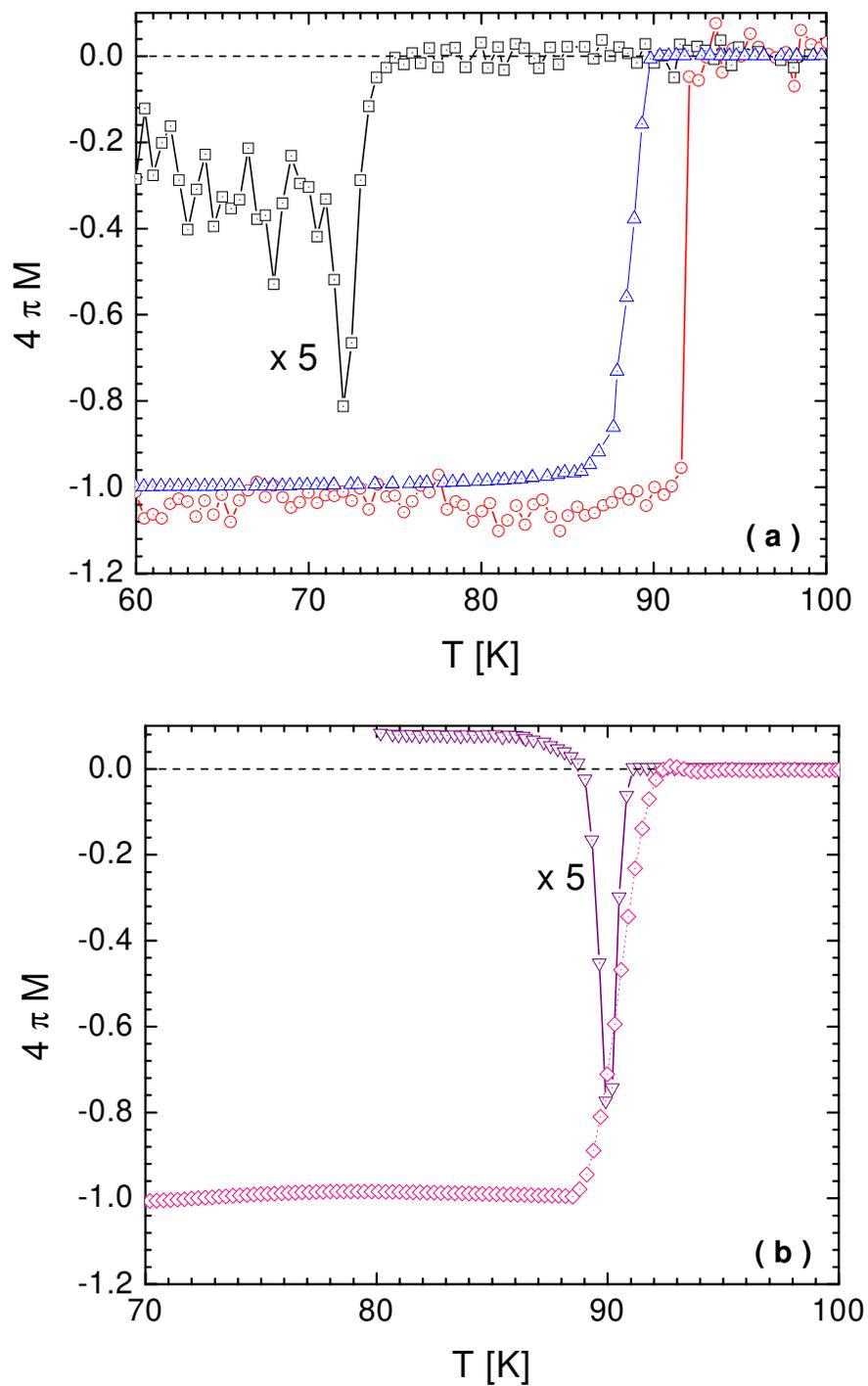


Figura IV.31: Curvas de magnetização versus temperatura do tipo FCW para baixos campos aplicados. (a) para monocristais de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ; crescido em cadinho de  $Al_2O_3$  ( $H = 5$  Oe),  $\Delta$  crescido em cadinho de  $Zr_2O_3$  ( $H = 5$  Oe),  $\circ$  crescido em cadinho de  $Au$  ( $H = 5$  Oe). (b) para amostras policristalina;  $\nabla$  amostra MTG ( $H = 10$  Oe),  $\diamond$  amostra MTG solidificada direcionalmente ( $H = 10$  Oe), .

## Capítulo V

# Conclusão

---

Neste trabalho apresentamos, de forma sucinta, uma revisão da literatura contendo os principais resultados da obtenção e caracterização de amostras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Mostramos os principais métodos de crescimento de cristais de boa qualidade.

Descrevemos os procedimentos realizados no nosso laboratório para a obtenção das amostras de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Os monocristais crescidos em cadinho de zircônia estabilizada com ítria apresentaram propriedades comparáveis às melhores amostras descritas na literatura, com largura de transição menor que 2 K para  $H = 10$  Oe e  $T_c$  de aproximadamente 90 K. Caracterizamos também a amostra MTG solidificada direcionalmente com inclusões de 17 % de Y211.

O estudo da magnetização em supercondutores é uma área muito rica em resultados e discussões ainda não fechadas. O tema é particularmente complexo no caso dos supercondutores de alta temperatura crítica devido a grandes flutuações térmicas e anisotropia. Neste trabalho procuramos apresentar de uma forma simplificada os aspectos mais relevantes do processo de relaxação magnética em supercondutores do Tipo-II, focando principalmente na teoria de movimentação coletiva de vórtices.

Observamos um comportamento anômalo nas curvas de magnetização versus temperatura, medidas no aquecimento (FCW), após baixar a temperatura de um valor acima de  $T_c$  para outro bem abaixo de  $T_c$ , sob um campo aplicado  $H$ . Estas curvas apresentam um aumento do diamagnetismo ( $-M$ ) com o aumento de  $T$ , passando por um ponto de mínimo antes de voltar a crescer rapidamente até atingir a linha de base normal com  $M = 0$ . Fizemos uma análise de várias destas curvas, medidas em um monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  e a amostra solidificada direcionalmente MTG, utilizada nas medidas de relaxação magnética, sob diferentes campos  $H$ . Testando leis de escala para o eixo da magnetização provenientes da teoria de *Collective Flux Creep*, supondo que há saída de vórtices da amostra durante o aquecimento. Introduzimos 3

diferentes janelas de tempo, 2, 5 e 10 minutos, com a finalidade de observarmos intervalos pequenos de relaxação.

A análise das medidas de relaxação longas para a amostra MTG mostrou que para  $H = 6$  kOe o regime de grande pacote (large bundle  $\rightarrow \mu = 7/9$ ) pode ser observado no intervalo de 40 a 60 K, e para  $H = 30$  kOe no intervalo compreendido entre 40 e 55 K, entretanto estes intervalos estão deslocados para temperaturas mais baixas que as mostradas no digrama da figura III.6. O que poderia ser explicado pelo fato que o a amostra policristalinas apresentam um maior grau de desordem na rede de Abrikosov e têm suas linhas críticas deslocadas para temperaturas mais baixas [84,85]. Em temperaturas abaixo de 20 K, observamos uma redução nos valores de  $\mu$ , isto pode ser interpretado como uma transição para o regime de único vórtice (single vortex  $\rightarrow \mu = 1/7$ ). Para temperaturas altas observamos que os valores de  $\mu$  tendem a diminuir. Este comportamento não é previsto na teoria de *creep* coletivo para regime elástico, entretanto ele foi observado em outros trabalhos.

Na curvas FCW para as diferentes janelas de tempo para a amostra MTG, observamos o regime de grande pacote ( $\mu = 7/9$ ) no intervalo de temperatura reduzido  $0.55 < t < 0.90$ . Para o intervalo de temperaturas mais altas  $0.90 < t < 1.0$ , o regime CDW ( $\mu = 1/2$ ) forneceu a melhor escala, embora não tão convincente, como mostrado na figura IV.26 (f). No entanto, vale notar que o escoamento CDW é o candidato natural para seguir-se ao regime de grande pacote [45], já que aumentando  $T$  a densidade de corrente diminui, indo a zero na temperatura de *depinning* perto de  $T_c$ .

Para o monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  o regime de pequeno pacote de fluxo, com o aumento da janela de tempo de 2 para 5 minutos as curvas apresentaram uma melhora significativa no escalonamento, como foi observado na amostra MTG. Porém ao aumentarmos a janela de tempo para 10 minutos as curvas tornaram a dispersar. Entretanto, para o regime de pacote intermediário de vórtices à medida que aumentamos a janela de tempo notamos que as curvas sempre tendem a melhorar o ajuste, até que nas curvas de 10 minutos podemos verificar que no intervalo  $t < 0,90$  as curvas apresentaram o melhor ajuste, com excessão da curva de 15 kOe.

Acreditamos que no monocristal de  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , estamos vendo uma mudança de regime de movimentação de vórtices quando aumentamos a janela de tempo. Com isto teríamos,

para o conjunto de 2 minutos, uma tendência ao regime de pequeno pacote de vórtices, que passa a ficar mais clara na janela de 5 minutos e depois na de 10 minutos fica acentuada a mudança pela qual os vórtices passam a se locomover em pacotes maiores (do regime de pequeno pacote para o regime de pacote intermediário de vórtices) que possuem densidades de corrente menores. De fato, estudos de relaxação magnética geralmente levam várias horas, para garantir um regime de movimentação bem determinado. No entanto conseguimos observar uma assinatura de tais comportamentos mesmo em intervalos muito pequenos. Isto significa que com experimentos de relaxação relativamente rápidos, mesmo combinando variações de temperatura e campo, pode-se testar importantes previsões da teoria de *creep* coletivo.

Este é um método experimental inédito para abordar o problema de *creep* coletivo, que acreditamos ser de grande utilidade para complementar os estudos tradicionais baseados apenas na relaxação temporal longa da magnetização.

É importante registrar a ocorrência de um outro tipo de “pico diamagnético”, ou mínimo na magnetização, observado bem próximo a  $T_c$  apenas para campos baixos ( $H < 100$  Oe), em amostras policristalinas, granulares e monocristal de baixa qualidade. Esta anomalia foi denominada de “efeito *dip*” e satisfatoriamente interpretada como uma consequência do aprisionamento de fluxo nas regiões intergranulares (*weak links*) durante o resfriamento com subsequente liberação durante a medida  $M$ , no aquecimento (FCW).

## Referências

---

- [1] J. G. Bednorz e K. A. Müller, *Z. Physica B* **64** (1986) 189.
- [2] W. K. Wu, J. R. Ashburn, C. T. Torng, P. H. Hor, R. L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang e C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* **58** (1987) 908.
- [3] M. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi e A. Asano, *Jpn. J. Appl. Phys.* **27** (1988) L209.
- [4] Z. Z. Sheng e A. M. Hermann, *Nature* **332** (1988) 138.
- [5] M. A. Beno, L. Soderholm, D. W. Capone II, D. G. Hinks, J. D. Jorgensen, I. K. Shuller, C. U. Segre, K. Zhang e J. D. Grace, *Appl. Phys. Lett.* **51** (1987) 57.
- [6] N. Nevriwa, *Experimental Workshop on "HTSCs"*, Trieste (1989).
- [7] N. Nevriwa, P. Holba, S. Durcok, D. Zemanová, E. Pollert e A. Trísca, *Physica C* **157** (1989) 334.
- [8] U. V. Vandaraju e G. V. Subba Rao, *Studies of Temperature Superconductors* **3** (1989) 229.
- [9] P. W. Bridgman. *Proc. Amer. Acad. Arts Sci.*, **60** (1925) 305.
- [10] R. J. Cava, B. Batlogg, R. B. Van Dover, D. W. Murphy, S. Sunshine, T. Siegrist, J. P. Remeika, E. A. Rietman, S. Zahurak e G. P. Espinosa, *Phys. Rev. Lett.* **58** (1987) 1676.
- [11] F. Licci, H. J. Scheel e T. Besagni, *Physica C* **413** (1988) 153.
- [12] C. T. Lin, W. Zhou, W. Y. Liang, E. Shönherr e H. Bender, *Physica C* **195** (1992) 291.
- [13] L. M. Paulius, B. W. Lee, M. B. Maple e P. K. Tsai, *Physica C* **230** (1994) 255.
- [14] Th. Wolf, W. Goldacker, B. Obst, G. Roth e F. Flükiger, *J. Crystal Growth* **96** (1989) 1010.
- [15] U. Welp, S. Fleshler, W. K. Kwok, J. Downey, G. W. Crabtree, H. Claus, A. Erb e G. Müller-Vogt, *Phys. Rev. B* **47** (1993) 12369.

- 
- [16] M. Z. Cieplak, G. Xiao, C. L. Chien, A. Bakhshai, D. Artymowics, W. Bryden, J. K. Stalick, e J. J. Rhyne, *Phys. Rev. B* **42** (1990) 6200.
- [17] S. N. Barilo, *J. Crystal Growth* **119** (1992) 403.
- [18] S. Elizabeth, G. Dhanaraj, S. V. Bhat e H. L. Bhat, *Journal of Crystal Growth* **121** (1992) 531.
- [19] J.A. Xia, H. T. Ren, Y. Zhao, C. Andrikidis, P. R. Munroe, H. K. Liu e S. S. Dou, *Physica C* **215** (1993) 152.
- [20] R. A. Ribeiro, *Tese de Mestrado*, UNICAMP (1996).
- [21] A. Erb, E. Walker e R. Flükiger, , *Physica C* **245-251** (1995) 245.
- [22] A. Erb, E. Walker e R. Flükiger, , *Physica C* **258** (1996) 9.
- [23] Banco de dados do JCPDF, Joint Committee on Powder Diffraction Files (1988) .
- [24] M. A. Avila, *Tese de Doutorado*, UNICAMP (em andamento).
- [25] F. Sandiumenge, B. Martínez e X. Obradors, *Supercond. Sci. Technol.* **10** (1997) A93.
- [26] B. Martínez, X. Obradors, A. Gou, V. Gomis, S. Piñol, J. Fontcuberta e H. Van Tol, *Phys. Rev. B* **53** (1996) 2797.
- [27] A. A. Abrikosov, *Zh. eksperim. i Teor. Fiz.* **32** (1957) 1442.
- [28] A. A. Abrikosov, *Soviet Phys. JETP* **5** (1957) 1174.
- [29] A. I. Larkin, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **58** (1970) 1466.
- [30] A. I. Larkin e Yu. N. Ovchinnikov, *J. Low Temp. Phys.* **34** (1979) 409.
- [31] J. Friedel, P. G. De Gennes e J. Matricon, *J. Appl. Phys.* **50** (1963) 5402.
- [32] C. P. Bean, , *Phys. Rev. Lett.* **8** (1962) 250.
- [33] C. P. Bean, , *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964) 31.
- [34] A. M. Campbell e J. E. Evetts, *Adv. Phys.* **21** (1972) 199.
- [35] Y. Yeshurun, A. P. Malozemoff e A. Shaulov, *Rev. Mod. Phys.* **68** (1996) 911.
- [36] C. Ebner e D. Stroud, *Phys. Rev. B* **31** (1985) 165.

- 
- [37] I. Morgenstern, k. A. Müller e J. G. Bednorz, *Z. Phys. B* **69** (1987) 33.
- [38] K. H. Fischer e J. A. Hertz, *Spin Glasses, Cambridge Studies in Magnetism Vol 1* (1991).
- [39] A. I. M. Rae, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 2956.
- [40] C. Mee, A. I. M. Rae, W. F. Vinen e C. E. Gough, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 2946.
- [41] Y. Yeshurun e A. P. Malozemoff, *Phys. Rev. Lett.* **60** (1988) 2202.
- [42] D. Dew-Hughes, *Cryogenics* **28** (1988) 674.
- [43] P. W. Anderson e Y. B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964) 39.
- [44] M. R. Beasley, R. Labusch e W. W. Webb, *Phys. Rev.* **181** (1969) 682.
- [45] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin e V. M. Vinokur, *Rev. Mod. Phys.* **66** (1994) 1125.
- [46] P. W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.* **9** (1962) 309.
- [47] V. M. Vinokur, M. V. Feigel'man e V. M. Geshkenbein e, *Phys. Rev. Lett.* **67** (1991) 915.
- [48] M. V. Feigel'man, V. M. Geshkenbein e V. M. Vinokur, *Phys. Rev. B.* **43** (1991) 6263.
- [49] V. M. Geshkenbein, A. I. Larkin, M. V. Feigel'man, e V. M. Vinokur, *Physica C* **162** (1989) 239.
- [50] M. V. Feigel'man, V. M. Geshkenbein, A. I. Larkin e V. M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989) 2303.
- [51] R. Griessen, *Phys. Rev. Lett.* **64** (1990) 1674.
- [52] H. G. Schnack, R. Griessen, j. G. Lensink, C. J. van der Beek e P. H. Kes, *Physica C* **197** (1992) 337.
- [53] C. J. van der Beek, G. J. Nieuwenhus, P. H. Kes e R. Griessen, *Physica C* **197** (1992) 320.
- [54] C.W. Hagen e R. P. Griessen, *Studies of high temperature superconductors: advances in research and applications, Vol 3*, editado por A. V. Narlikar (Nova Science, New York), p.159.
- [55] C. W. Hagen e R. Griessen, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 2857.

- 
- [56] E. Zeldov, N. M. Amer, G. Koren, A. Gupta, M. W. McElfresh e R. J. Gambino, *Appl. Phys. Lett.* **56** (1990) 680.
- [57] Y. Xu, M. Suenaga, A. R. Moodenbaugh e D. O. Welch, *Phys. Rev. B* **40** (1989) 10882.
- [58] R. Griessen, *Physica C* **172** (1991) 441.
- [59] B. M. Lairson, J. Z. Sun, T. H. Geballe, M. R. Beasley e J. C. Bravman, *Phys. Rev. B.* **43** (1991) 10405.
- [60] E. Zeldov, N. M. Amer, G. Koren, A. Gupta, R. J. Gambino e M. W. McElfresh, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 3093.
- [61] M. P. Maley, J. O. Willis, H. Lessure e M. E. McHenry, *Phys. Rev. B.* **42** (1990) 2639.
- [62] M. E. McHenry, S. Simizu, H. Lessure, M. P. Maley, J. Y. Coulter, I. Tanaka e H. Kojima, *Phys. Rev. B.* **44** (1991) 7614.
- [63] Y. Ren e P. A. J. de Groot, *Cryogenics* **33** (1993) 357.
- [64] S. Martin e A. F. Hebard, *Phys. Rev. B.* **43** (1991) 6253.
- [65] L. Niel e J. E. Evetts, *Europhys. Lett.* **15** (1991) 435.
- [66] A. P. Malozemoff e P. A. Fisher, *Phys. Rev. B.* **42** (1990) 6784.
- [67] P. H. Kes, J. Aarts, J. van den Berg, C. J. van der Beek e J. A. Midosh, *Supercond. Sci. Technol.* **1** (1989) 242.
- [68] J. P. Wang e W. C. H. Joiner, *Phys. Rev. B* **50** (1994) 1253.
- [69] J. R. Clem e Z. Hao, *Phys. Rev. B* **48** (1993) 13774.
- [70] MPMS-5 System Manual, Quantum Design Inc., San Diego, CA, USA (1990).
- [71] MPMS-5 User's Manual – Reciprocating Sample Option, Quantum Design Inc., San Diego, CA, USA (1996).
- [72] Y. Kopelevich e S. Moehlecke, *Physica C* **253** (1995) 325.
- [73] G. Blatter, comunicação particular.
- [74] M. P. Maley, J. O. Willis, H. Lessure e M. E. McHenry, *Phys. Rev. B* **42** (1990) 2639.

- 
- [75] M. Reissner, *Physica C* **290** (1997) 173. M. Reissner e J. Lorenz, *Phys. Rev. B* **56** (1997) 6273.
- [76] D. X. Chen and R. B. Goldfarb, *J. Appl. Phys.* **66** (1989) 2489.
- [77] Y. B. Kim, C. F. Hempstead, A. R. Strnad, *Phys. Rev. Lett.* **9** (1962) 306.
- [78] M. Tinkham, *Phys. Rev. Lett.* **61** (1988) 1658.
- [79] R. A. Ribeiro, O. F. de Lima, T. Puig e X. Obradors, **Study of Collective Flux Creep in Directionally Solidified YBCO**, *Procedure da conferencia EUCAS'99 – 4<sup>th</sup> european Conference on Applied Superconductivity*.
- [80] Y. R. Sun, J. R. Thompson, Y. J. Chen, D. K. Christen e A. Goyal, *Phys. Rev. B* **47** (1993) 14481.
- [81] O. F. de Lima e R. A. Ribeiro, *Physica C* **282** (1997) 2251.
- [82] R. A. Ribeiro e O. F. de Lima, *Physica C* **354** (2001) 227.
- [83] R. Andrade Jr., *Tese de Doutorado*, UNICAMP (1995).
- [84] G. Blatter e B. I. Ivlev, *Phys. Rev. B* **50** (1994) 10272.
- [85] W. K. Kwok, J. Fendric, U. Welp, S. Fleshler, J. Downey e G. W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett* **72** (1994) 1555.

# Sumário

---

## Capítulo I – Introdução

## Capítulo II – Crescimento e Caracterização de amostras de $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

1. INTRODUÇÃO.....	8
2. MÉTODOS DE PREPARAÇÃO DE CRISTAIS DE $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .....	10
2.1 AMOSTRAS POLICRISTALINAS.....	11
2.1.1 - Método da Difusão Sólida.....	11
2.1.2 - Método de Bridgman.....	11
2.2 AMOSTRAS MONOCRISTALINAS.....	12
2.2.1 Crescimento em Fluxo.....	12
2.2.2 Etapas de Elaboração dos Monocristais.....	12
2.3 TIPOS DE CADINHOS.....	14
2.4 CADINHO DE ZIRCÔNIA ( $ZrO_2$ ).....	14
2.5 CADINHO DE ZIRCONATO DE BÁRIO ( $BaZrO_3$ ).....	14
3. CRESCIMENTO DE CRISTAIS EM CADINHO DE YSZ.....	18
4. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ - MTG.....	22

## Capítulo III – Dinâmica de Vórtices

1. INTRODUÇÃO.....	24
2. CONCEITOS BÁSICOS.....	25
2.1 LINHAS DE FLUXO EM SUPERCONDUTORES.....	25
2.2 A REDE DE VÓRTICES.....	28
2.3 SUPERCONDUTORES COM DEFEITOS: PROPRIEDADES MAGNÉTICAS IRREVERSÍVEIS.....	29
2.4 O MODELO DE ESTADO CRÍTICO.....	31

---

<b>3. MODELOS PARA ANÁLISE DE RELAXAÇÃO MAGNÉTICA SOB MOVIMENTAÇÃO ELÁSTICA DOS VÓRTICES .....</b>	<b>34</b>
3.1 A EQUAÇÃO ELETRODINÂMICA DE FLUX CREEP .....	35
3.2 U(J) LINEAR: MODELO DE ANDERSON – KIM .....	38
3.3 U(J) NÃO-LINEAR .....	41
3.3.1 Barreira logarítmica.....	42
3.3.2 Distribuição da barreira.....	44
3.3.3 Teoria de Collective-creep.....	44
<b>4. EFEITO DIP.....</b>	<b>50</b>

### *Capítulo IV – Estudo das Propriedades Supercondutoras*

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>55</b>
<b>2. EQUIPAMENTOS DE MEDIDA.....</b>	<b>56</b>
2.1 OPÇÃO RSO (RECIPROCATING SAMPLE OPTION) .....	58
<b>3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....</b>	<b>59</b>
3.1 RELAXAÇÃO MAGNÉTICA ( $M \times T$ ).....	60
3.2 CICLO DE HISTERESE ( $M \times H$ ) .....	61
3.3 MAGNETIZAÇÃO $\times$ TEMPERATURA ( $M \times T$ ).....	62
3.4 SUPORTES DE AMOSTRA .....	63
<b>4. MEDIDAS DE RELAXAÇÃO MAGNÉTICA .....</b>	<b>64</b>
<b>5. MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO VERSUS TEMPERATURA (FCW).....</b>	<b>73</b>
5.1 AMOSTRA MTG DE YBCO.....	79
5.2 AMOSTRA MONOCRISTALINA DE YBCO .....	91
5.3 EFEITO DIP.....	98

### *Capítulo V – Conclusão*

