

**EFEITO HALL NO COMPOSTO
SUPERCONDUTOR A-15: Nb-Pt**

por

Juan Carlos Paredes Campoy

Orientador: Sergio Moehlecke

*ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À REDAÇÃO
FINAL DA TESE DE MESTRADO DEFENDIDA
PELO ALUNO JUAN CARLOS PAREDES CAMPOY
E APROVADA PELA COMISSÃO JULGADORA.*

27/11/96

Sergio Moehlecke

Tese apresentada ao Instituto de Física "Gleb Wataghin" da Universidade Estadual de
Campinas-UNICAMP, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de
Mestre em Física

Campinas, S.P., Novembro de 1995

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA

BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP

P214e Paredes Campoy, Juan Carlos
 Efeito Hall no composto supercondutor A-15:
 Nb-Pt / Juan Carlos Paredes Campoy. -- Campinas,
 SP : [s.n.], 1995.

Orientador: Sergio Moehlecke
 Dissertação (mestrado) - Universidade Esta-
 dual de Campinas, Instituto de Física "Gleb
 Wataghin".

1. Supercondutividade. 2. Hall, Efeito.
 3. "Compostos A-15. I. Moehlecke, Sergio. II.
 Universidade Estadual de Campinas. Instituto de
 Física "Gleb Wataghin". III. Título.

UNIDADE IFGW
 N.º CHAMADA:
 T. 11/10/97
 P. 11/12
 V. Ex.
 TCM N.º 29.513
 PROC. 281/97
 C D
 PREÇO R\$ 11,00
 DATA 08/02/97
 N.º CPD 011.000.96777-5

IT/1063 N1



INSTITUTO DE FÍSICA
GLEB WATAGHIN

PARECER DE APROVAÇÃO
DEFESA DE TESE DE MESTRADO
JUAN CARLOS PAREDES CAMPOY

DATA: 07.12.95

BANCA EXAMINADORA:

- Prof. Dr. SÉRGIO MOEHLFCKE (Orientador)

- Prof. Dr. HORTÊNCIO ALVES BORGES

- Prof. Dr. OSCAR FERREIRA DE LIMA

Agradecimentos

Agradeço a meu Orientador, Prof.Dr.Sergio Moehlecke, pelo estímulo, apoio e dedicação para com este trabalho de tese e acima de tudo pela preocupação com a minha formação acadêmica.

Agradeço ao Prof.Dr.Yakov Kopelevich e ao Prof.Dr.Vladimir Makarov, pelas valiosas discussões e sugestões que foram de grande utilidade para o bom desenvolvimento deste trabalho de tese.

Agradeço ao Prof.Dr.Bernardo Laks, pelo estímulo constante.

Agradeço aos membros do Laboratório de Materiais e Dispositivos: José Tomaselli, José Henrique Spahn Torres, Dimitrius dei Santi e em especial ao Dr.Luiz Otávio Saraiva Ferreira, pelas discussões que ajudaram a conseguir atingir bom resultado nas medidas elétricas.

Agradeço ao Dr.Víctor Sanchez, pelos importantes conselhos para o desenvolvimento do sistema de chaveamento.

Agradeço ao técnico José Lino Gonçalves, pelo assessoramento no desenvolvimento da técnica de contatos à base de In.

Agradeço aos técnicos José Carlos Casilato e Claudemir Campagne, pelas facilidades que me deram para usar e dispor do material elétrico do laboratório de eletrônica do IFGW (LEB-307), usado para desenvolver o sistema de chaveamento desde os protótipos até sua conclusão, e pela ajuda na montagem do mesmo.

Agradeço a UNICAMP e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, pela concessão da Bolsa de Estudos.

Agradeço aos secretários da Pós-Graduação pela presteza na realização dos trabalhos a eles confiados.

a minha família

meus pais Mario e Rosa

meu irmão Mario A.

que me deram a força na saudade que sinto no meu coração.

RESUMO

Neste trabalho de tese, estudamos as propriedades de transporte: resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall no composto supercondutor A-15: $\text{Nb}_{75}\text{Pt}_{25}$.

Para este fim, desenvolvemos os métodos de Van der Pauw convencional e Van der Pauw com ciclagem dos contatos. Este último está baseado no método de Van der Pauw convencional e no princípio de simetria dos coeficientes cinéticos de Onsager, com o que evita-se a inversão do campo magnético na medida do efeito Hall. Confirmamos experimentalmente que ambos os métodos para medir o efeito Hall são equivalentes.

Das medidas de resistividade, $\rho_{xx}(T)$, e magneto-resistividade, $\rho_{xx}(H)$, conseguimos determinar a ocorrência de um acoplamento intergranular. Destas medidas de transporte e das medidas de magnetização, elaboramos o plano Hv_sT deste composto. A linha de irreversibilidade (H_{ir}), foi obtida das medidas de magnetização e, a linha de H_{c2} foi obtida das medidas de transporte. Este composto mostrou ter uma ampla região reversível comparada com a observada em alguns HTS. Neste plano mostramos também a linha associada ao acoplamento Josephson, H_{cJ} .

Das medidas do efeito Hall no estado normal, $\rho_{xy}(H,T)$, usando ambos os métodos, determinamos o tipo de portadores de carga, a densidade de carga, a mobilidade dos portadores e a constante de Hall do composto Nb-Pt. As medidas do efeito Hall no estado supercondutor mostraram que o sinal medido por ambos os métodos é um sinal "não Hall". Interpretamos este resultado como devido a um tipo de movimento guiado dos vórtices ou "guided motion".

ABSTRACT

In order to fulfil the requirements of the Master programe in Physics we have studied the transport properties: resistivity, magneto-resistivity and Hall effect in the superconducting compound Λ -15: $\text{Nb}_{75}\text{Pt}_{25}$.

For this, we have developed a conventional Van der Pauw method and a Van der Pauw with cycling the contacts. This latter is based in the Van der Pauw method and the symmetry principle of the kinetic coefficients of Onsager. With this, it is no more necessary to invert the magnetic field when we measure the Hall effect. We confirm experimentally that both methods are equivalent.

From resistivity, $\rho_{xx}(T)$, and magneto-resistivity, $\rho_{xx}(H)$, measurements, we were able to determine the occurrence of intergranular coupling. From transport and magnetization measurements, we have build the H vs T plane for this compound. The irreversibility line (IL), was generated from magnetization measurements and the H_{c2} line from transport measurements. This compound has shown a wide reversible region, similar to some HTS. In this plane we also show the line associated with the Josephson coupling, H_{cj} .

From Hall effect measurements in the normal state, $\rho_{xy}(H,T)$, using both methods, we have determined the kind of charge carriers, the charge density, the carriers mobility and the Hall constant in the Nb-Pt compound. The Hall measurements in the superconducting state showed that the signal observed using both methods was a "no Hall" signal. We have interpreted this result as a kind of guided motion of the vortices in the mixed state.

III.4.c)-Procedimentos nas medidas.....	43
Capítulo IV- Resultados Experimentais.....	47
IV.1)-Introdução.....	47
IV.2)-Resistividade.....	48
IV.3)-Magneto-resistividade.....	55
IV.4)-Magnetização.....	57
IV.5)-Plano H vs T.....	59
IV.6)-Efeito Hall.....	61
IV.6.a)-Método de Van der Pauw convencional.....	64
IV.6.b)-Método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos.....	66
Capítulo V- Análise e Conclusões.....	70
Referências Bibliográficas.....	83

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

No ano de 1879, investigando a força que agia em um condutor transportando uma corrente elétrica na presença de um campo magnético, E.H.Hall¹¹ observou que era gerado um campo elétrico perpendicular tanto à corrente elétrica como ao campo magnético aplicado. Este campo elétrico E , desenvolvido transversalmente em um condutor na direção $\mathbf{j} \times \mathbf{B}$, quando uma densidade de corrente \mathbf{j} flui através de um campo magnético \mathbf{B} , passou a se chamar de campo elétrico Hall ou simplesmente campo Hall, em homenagem a quem o descobriu.

A origem do efeito Hall está baseada na força de Lorentz, $\mathbf{F} = q(\mathbf{v} \times \mathbf{B})$, que desloca os portadores de carga na direção perpendicular à velocidade dos portadores, \mathbf{v} , e do campo magnético \mathbf{B} . Através do efeito Hall podemos determinar a densidade de carga, a sua mobilidade e a natureza (elétrons ou buracos) dos portadores. Nos metais os portadores de carga são elétrons, mas durante muitos anos houve certa controvérsia porque alguns materiais mostravam um efeito Hall gerado por portadores de carga positivos. O próprio Lorentz chegou a dizer..." parece provar-se que devemos imaginar dois tipos de elétrons livres: em alguns corpos predomina o movimento dos positivos e em outros os negativos."..., mas com a vinda da teoria de bandas se pode explicar satisfatoriamente este fenômeno, sendo os buracos os responsáveis desta "anomalia".

Com a descoberta da supercondutividade em 1911 por Kamerlingh Onnes, surgiu interesse em medir o efeito Hall no estado supercondutor. As primeiras tentativas de observar o efeito Hall não tiveram sucesso^[2,6]. O próprio Kamerlingh Onnes e K. Hof^[2] em 1914 tentaram, sem sucesso, encontrar este efeito no Sn e Pb. Sómente no ano de 1965 é que se conseguiu pela primeira vez observá-lo^[7,8]. Desde então, um considerável número de trabalhos tem relatado a ocorrência do efeito Hall no estado supercondutor^[9] mas, apesar disto, ainda há muitas questões em aberto.

Devido ao diamagnetismo perfeito do estado supercondutor (efeito Meissner-Ochsenfeld) o campo magnético não penetra no interior do material supercondutor e, portanto, não se deve esperar a ocorrência do efeito Hall neste caso. No entanto, quando o campo magnético for superior a H_c (no caso dos supercondutores do tipo I) ou H_{c1} (no caso dos supercondutores do tipo II) ocorre a penetração parcial do campo magnético no interior do material formando-se a coexistência de regiões normais com supercondutoras, os chamados estados intermediário (tipo I) ou misto (tipo II). Nestes casos, como já observado experimentalmente^[9], pode-se esperar a ocorrência do efeito Hall. Cabe aqui lembrar que mesmo nestes casos de penetração parcial do campo magnético, os elétrons normais que existem nas regiões supercondutoras não participam do efeito Hall. Isto porque, quando se aplica uma diferença de potencial entre dois pontos num material no estado supercondutor, se gera uma densidade de corrente elétrica de super-elétrons, j , ou pares de Cooper. No estado supercondutor, os pares de Cooper se movimentam sem espalhamento causando então, um curto circuito e eliminando assim a diferença de potencial entre estes dois pontos. Em consequência, o campo elétrico no seu interior é igual a zero, $E=0$, e a corrente elétrica no estado supercondutor é devida sómente aos super-elétrons. Como o campo elétrico interno é zero, não existe participação dos elétrons normais à corrente, ou seja, eles ficam blindados pelos super-elétrons.

No estado normal, os entes responsáveis pelo efeito Hall são os portadores de carga (elétrons ou buracos) enquanto no estado supercondutor os entes responsáveis são as lamelas (tipo I) ou os vórtices (tipo II). Como é sabido^[10], os supercondutores de um modo geral, se dividem em dois tipos: os do tipo I ($\kappa < 1/\sqrt{2}$) e os do tipo II ($\kappa > 1/\sqrt{2}$), onde $\kappa = \lambda/\xi$ é o parâmetro de Ginsburg-Landau, λ é o comprimento de penetração do campo magnético num supercondutor e ξ é o comprimento de coerência dos super-elétrons. A origem desta divisão em dois tipos de supercondutores tem por base a natureza da energia de superfície por unidade de área, $\sigma_{NS} = (H_c^2/8\pi)(\xi - \lambda)$, associada a

interface entre a fase supercondutora (S) e a normal (N). Quando $\lambda < \xi$ (tipo I), a energia de superfície σ_{NS} é positiva, o que significa que neste tipo de supercondutores não é favorável a formação destas interfaces, e o material passa para o estado normal com o campo penetrando em forma de lamelas para minimizar a área destas interfaces. Quando $\lambda > \xi$ (tipo II), a energia de superfície σ_{NS} é negativa, sendo portanto favorável a formação destas interfaces para minimizar a energia do material. Assim, o campo magnético penetra no supercondutor do tipo II formando vórtices para maximizar a área destas interfaces.

Deste modo, nos supercondutores do tipo II, o campo magnético penetra em forma de vórtices ou fluxos magnéticos quantizados ($\phi_0 = 2,07 \times 10^{-7} \text{ G-cm}^2$), que tem a forma de cilindros orientados na direção do campo magnético aplicado. Os vórtices podem ser considerados como tendo no seu interior (core) material no estado normal e fora deles material no estado supercondutor, com o campo magnético constante no core e decaindo quase exponencialmente fora dele. Se o material não possui defeitos, os vórtices penetram formando uma rede triangular^[11]. Quando se aplica uma corrente elétrica aparece uma força de Lorentz atuando em cada vórtice devido a interação entre esta densidade de corrente, \mathbf{j} , e o campo magnético \mathbf{B} dos vórtices, $\mathbf{F} = \mathbf{j} \times \mathbf{B}$. Devido a esta força os vórtices podem se movimentar. Em um supercondutor real (com defeitos), os vórtices podem preferir ocupar posições onde exista defeitos (vacancias, impurezas, etc.), pois nestes locais pode ser energeticamente mais fácil destruir a supercondutividade e, em consequência, a rede triangular do caso ideal pode se deformar. Assim, os vórtices ficam nestes defeitos (centros de aprisionamento), presos pelas forças de aprisionamento (pinning). Se a força de Lorentz é maior que a força de pinning, os vórtices se movimentam. Quando o vórtice se desloca, este leva com ele material no estado normal e campo magnético no seu interior. Como veremos em mais detalhes no capítulo II, este movimento dos vórtices gera um campo elétrico perpendicular a sua trajetória, segundo a lei de Maxwell, $\mathbf{E} = -\mathbf{v} \times \mathbf{B}$. Este campo é o responsável pelo surgimento do campo Hall. Este campo Hall é gerado então pelo movimento dos vórtices, sendo estes os entes do estado supercondutor os responsáveis pela resistividade e o efeito Hall nos supercondutores do tipo II.

Desde a descoberta do efeito Hall no estado supercondutor tem se observado diversos comportamentos anômalos. Por exemplo, o ângulo de Hall ($\theta_H = \text{tg}^{-1} E_{H1}/E_{xx}$, como veremos no capítulo II) algumas vezes muda de sinal quando entramos no estado supercondutor, isto é, passa de positivo ($T > T_c$) para negativo ($T < T_c$) em certos

supercondutores. Estes comportamentos anômalos nem sempre foram explicados plenamente pelas teorias existentes^[12-16], ficando muitas questões em aberto.

Com a descoberta dos supercondutores de alta temperatura (High Temperature Superconductors-HTS), no ano de 1986^[17], se renovou o interesse em estudar as propriedades de transporte nestes materiais. Os HTS são materiais que também tem apresentado comportamentos anômalos, um deles é a inversão de sinal^[18-20] da resistividade Hall na transição para o estado supercondutor, de modo semelhante a observada nos supercondutores convencionais. Como nos HTS os portadores de carga responsáveis pela supercondutividade podem ser elétrons ou buracos, tem se observado que a resistividade Hall passa de positiva ($T > T_c$) para negativa ($T < T_c$) em supercondutores dopados com buracos e o inverso para dopados com elétrons. Um outro comportamento anômalo é a forte dependência da constante de Hall, R_{H1} , com a temperatura ($R_{H1} \propto 1/T$) no estado normal^[21], enquanto em metais convencionais R_{H1} independe da temperatura. Isto tem estimulado o surgimento de um bom número de trabalhos experimentais e modelos teóricos sobre o efeito Hall^[22-24].

A principal motivação deste trabalho foi a de desenvolver aqui uma técnica muito útil e simples para medir o efeito Hall. Trata-se do método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos. Esta técnica foi pela primeira vez proposta em 1984, por Y. Kopelevich, V. Makarov e L. Sapozhnikova^[25], mas tem sido pouco utilizada em amostras no estado supercondutor^[26]. Neste trabalho nos propomos a desenvolvê-lo bem como o método convencional e estudar o efeito Hall no estado supercondutor de um composto A-15.

Neste trabalho de tese de mestrado estudamos as propriedades de transporte: resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall, em função da temperatura e campo magnético aplicado no composto A-15: $Nb_{75}Pt_{25}$, bem como realizamos algumas medidas das propriedades magnéticas deste material. As medidas de transporte foram feitas pelo método de Van der Pauw convencional^[27] e no caso do efeito Hall se usou este método e o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos^[25], com a finalidade de comparar os resultados obtidos por ambos os métodos. A seguir descrevemos como está organizado a apresentação deste trabalho.

No próximo capítulo são apresentados os conceitos básicos do efeito Hall no estado normal e no estado supercondutor. Descrevemos também os métodos experimentais mais usados nas medidas de transporte: quatro pontas e Van der Pauw

convencional, e as condições experimentais que devem ser satisfeitas para usá-los. É, como se utilizar do método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos para medir o efeito Hall. Para medir a resistividade Hall, ρ_{xy} , geralmente temos que inverter o campo magnético aplicado. No método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos, baseado no princípio de simetria dos coeficientes cinéticos de Onsager^[28], mostraremos que não é necessária a inversão do campo magnético aplicado. Em vez disto, deve-se ciclar os contatos elétricos de corrente e tensão, o que como veremos, é equivalente a inverter o campo magnético. A grande vantagem deste método, é que em todo momento, o campo é mantido constante, sendo por isto, um método econômico e rápido se comparado com os outros.

A amostra usada neste trabalho é o composto A-15: Nb-Pt^[29]. No capítulo III descrevemos o método de preparação da amostra, alguns de seus parâmetros característicos e a técnica desenvolvida para os contatos elétricos. Descreveremos o sistema que construímos para realizar as medidas de transporte e como foram feitas as medidas de resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall. Apresentamos também o procedimento utilizado para as medidas magnéticas. Devido ao sinal Hall ser bastante baixo, alguns cuidados especiais com o ruído e a estabilidade da temperatura tiveram que ser tomados. Descrevemos também como conseguimos boa reprodutibilidade nas medidas e confiabilidade nos resultados, bem como foi automatizada a coleta de dados.

No capítulo IV apresentamos em detalhes os resultados obtidos e algumas definições de parâmetros e critérios adotados. Das medidas de transporte e de magnetização em função do campo magnético e da temperatura, construímos o plano H vs T (campo vs temperatura) deste composto supercondutor. No plano H vs T, mostramos o campo crítico superior (H_{c2}) em função da temperatura e a linha de irreversibilidade (IL). Vale aqui antecipar que este material mostrou ter uma ampla região reversível, similar as observadas nos HTS. Neste capítulo apresentamos também as medidas do efeito Hall feitas inicialmente em uma amostra semicondutora padrão de GaSb. Aqui mostramos como esperado, que usando ambos os métodos (convencional e com ciclagem) encontramos os mesmos resultados. Neste capítulo, mostraremos também o principal e mais peculiar dos resultados encontrados nesta amostra de Nb-Pt, apesar de já ter sido observado anteriormente em outros materiais. É o de que o sinal medido por ambos os métodos, no estado supercondutor desta amostra, não é devido a um efeito Hall. Por outro lado, mostramos claramente que o sinal medido no estado normal ($T > T_c$), apesar de pequeno, é devido ao efeito Hall.

As análises e discussões dos resultados são feitas no capítulo V. Aqui são discutidas possíveis interpretações do que está ocorrendo no estado supercondutor desta amostra de Nb-Pt quando medimos o efeito Hall por diferentes métodos. Terminamos a apresentação deste trabalho mencionando os sucessos alcançados, as conclusões extraídas e fazemos algumas sugestões de como enriquecer ainda mais o estudo deste material.

CAPÍTULO II

EFEITO HALL

II.1) INTRODUÇÃO

Apresentamos aqui uma breve descrição do efeito Hall no estado normal e no estado supercondutor em um material isotrópico. Descrevemos também os métodos de medida do efeito Hall: de quatro pontas, de Van der Pauw convencional e de Van der Pauw com ciclagem dos contatos, e como medir a resistividade e magneto-resistividade com o método de Van der Pauw.

II.2) EFEITO HALL NO ESTADO NORMAL

Investigando a força que agia em um condutor transportando uma corrente elétrica na presença de um campo magnético, Hall observou que quando é aplicado um campo magnético em uma direção perpendicular à direção da corrente elétrica, um campo elétrico é gerado em uma direção perpendicular à direção da corrente e ao campo magnético.

A figura 1-II ilustra esta situação ideal onde mostramos uma tira de um material percorrida longitudinalmente por uma corrente i . A seta associada à corrente, conforme a convenção, indica o sentido em que se moveriam os portadores de cargas caso eles sejam positivos. Ela tanto pode representar nesta figura: a) cargas positivas movendo-se de cima

para baixo (fig. 1a-II), ou b) cargas negativas que se movem de baixo para cima (fig. 1b-II).

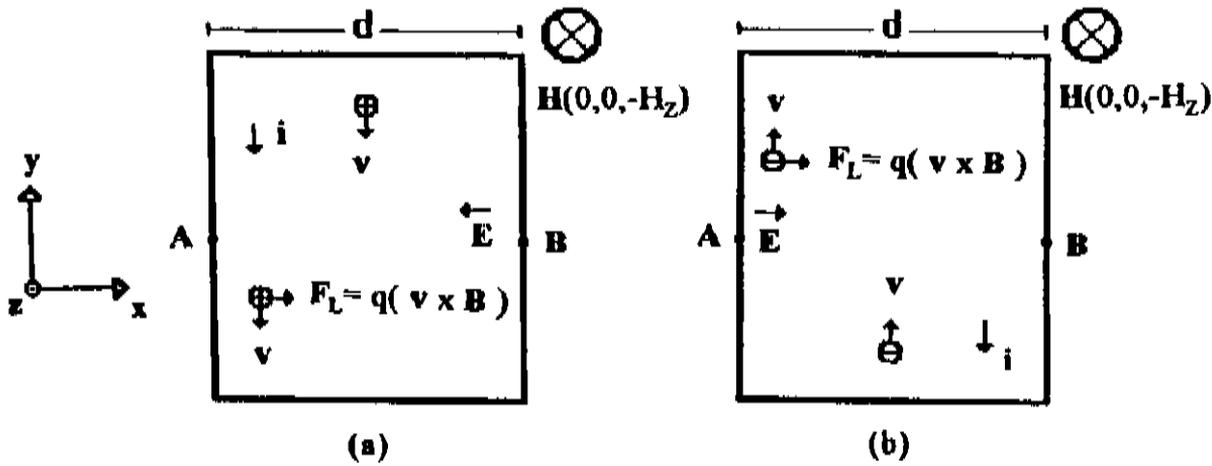


figura 1a e 1b-II. Movimento dos portadores de carga sob um campo magnético H. a) cargas positivas movendo-se de cima para abaixo e b) cargas negativas movendo-se de baixo para cima.

No tempo $t = 0$, na ausência de campo magnético aplicado, as cargas fluem longitudinalmente de cima para baixo ou de baixo para cima segundo a natureza dos portadores de carga existente no material. Em um instante $t = t'$, aplica-se um campo magnético. O campo aplicado exerce sobre os portadores de cargas uma força igual a $F_L = q(\mathbf{v} \times \mathbf{B})$. Sejam esses portadores positivos ou negativos, eles tenderão a se deslocar para o lado direito da tira. Os portadores de carga não podem se acumular indefinidamente do lado direito da tira condutora, já que o próprio aumento de cargas iguais (do mesmo sinal) gera um campo eletrostático transversal que vai se opondo ao movimento das cargas para o lado direito da tira. Após um tempo ($t = t''$, $t'' > t'$) atinge-se o estado de equilíbrio. Este campo transversal é o chamado campo elétrico transversal de Hall. Este campo elétrico transversal de Hall é uma consequência da diferença de potencial de Hall entre os pontos A e B (fig 1-II), sendo dado pela seguinte expressão;

$$E_{II} = V_{AH}/d \quad (1)$$

onde V_{AH} é a diferença de potencial entre os pontos A e B e d é a largura da amostra. Quando atinge-se o estado de equilíbrio ($t = t''$), a força magnética transversal (força de

Lorentz), que atua sobre os portadores de cargas, será exatamente cancelada pela força elétrica dada pelo produto qE_H , devida ao campo elétrico de Hall, teremos então,

$$qE_H + q(\mathbf{v} \times \mathbf{B}) = 0 \quad (2)$$

que também podemos escrever,

$$\mathbf{E}_H = - (\mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad (3)$$

onde E_H é o campo elétrico transversal de Hall, \mathbf{v} é a velocidade dos portadores de cargas e \mathbf{B} é a indução magnética no interior do material. Na figura 2-II mostramos o caso estacionário ($t \geq t''$) quando os portadores de carga são elétrons.

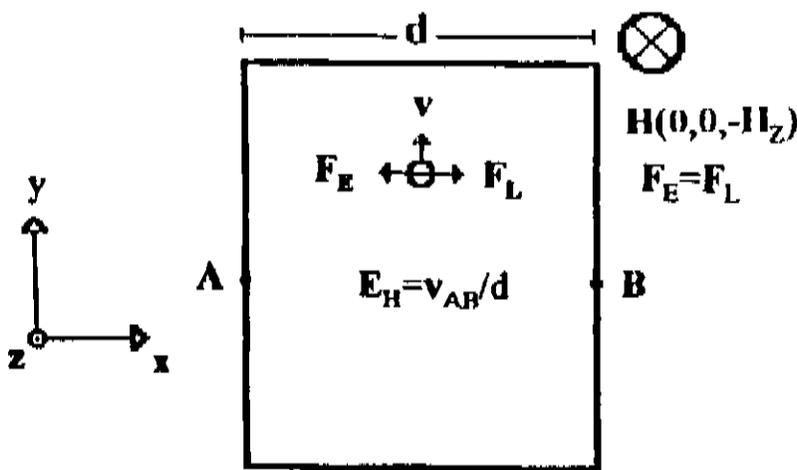
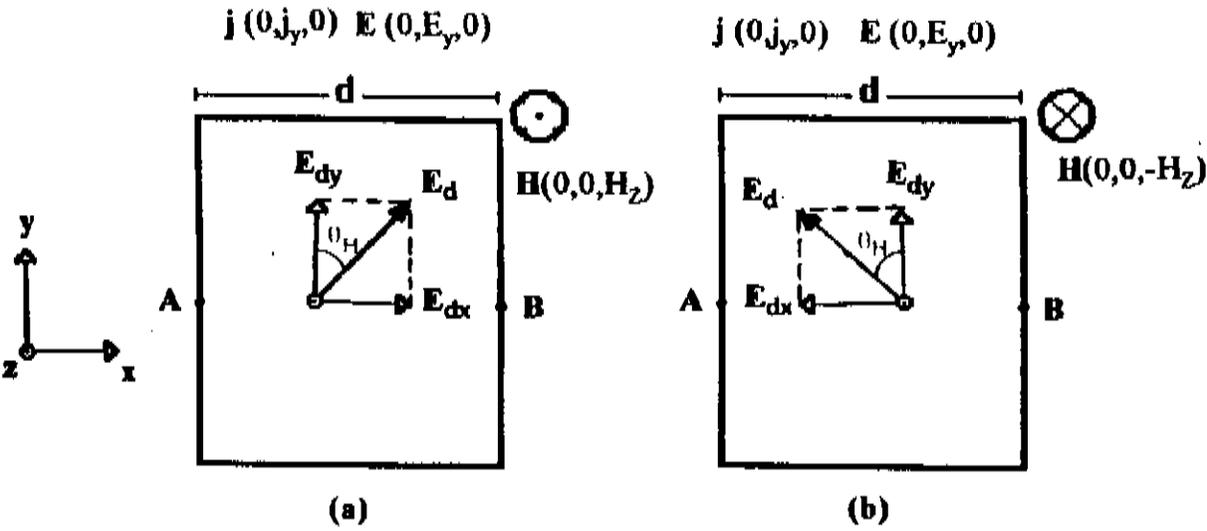


figura 2-II. Caso estacionário no efeito Hall quando os portadores de carga são elétrons.

Uma vez atingido o estado estacionário, a corrente flue paralelamente ao eixo y como no começo, mas com a presença do campo elétrico transversal E_H gerado pelo gradiente de concentração dos elétrons, que é o chamado campo de Hall.

Uma definição em termos dos componentes dos vetores envolvidos no efeito Hall é a seguinte: suponha uma amostra na qual aplicamos um campo magnético $\mathbf{H} = (0, 0, H_z)$ e um campo elétrico $\mathbf{E} = (0, E_y, 0)$, que gera uma densidade de corrente $\mathbf{j} = (0, j_y, 0)$, como é mostrado na figura 3a-II.



Figuras 3a e 3b-II. Distribuição dos campos elétricos na presença de uma densidade de corrente j e do campo magnético H . a) campo positivo e b) campo negativo.

Para medir o campo elétrico E_{dx} , na direção x , são colocados contatos ideais, ortogonais à direção da corrente elétrica, nas posições A e B. O efeito Hall é caracterizado pelo campo elétrico transversal (componente transversal de E_d), ou seja, E_{dx} ao longo da direção que une os pontos A e B da figura 3-II. A componente do campo transversal E_d que é uma função ímpar em H , ($F(h) = - F(-h)$), é chamada "campo de Hall", ou seja E_{dx} , enquanto que a parte par em H , ($F(h) = F(-h)$), é chamada simplesmente de "campo transversal par"^[9], ou seja E_{dy} . Quando se inverte o campo magnético os portadores de carga se movimentam para o lado oposto gerando em consequência um campo transversal oposto ao campo anterior (função ímpar em H , figura 3b-II). Daí que podemos escrever o campo de Hall da seguinte forma,

$$E_{H} = 1/2 [E_d(H) - E_d(-H)] \tag{4}$$

onde

$$E_d(H) = E_{dx}(H) + E_{dy}(H) \tag{5}$$

sendo $E_{dx}(H) = - E_{dx}(-H)$, por ser uma função ímpar em H e $E_{dy}(H) = E_{dy}(-H)$, por ser uma função par. Substituindo a equação (5) na equação (4), temos que,

$$E_{H1} = 1/2 [E_d(H) - E_d(-H)] - 1/2 [(E_{dx}(H) + E_{dy}(H)) - (E_{dx}(-H) + E_{dy}(-H))] - 1/2 [(E_{dx}(H) + E_{dy}(H)) - (-E_{dx}(H) + E_{dy}(H))] = 1/2 [E_{dx}(H) + E_{dx}(H)] - E_{dx}(H) \quad (6)$$

portanto

$$E_{H1} = E_{dx}(H) \quad (7)$$

que é a medida do campo transversal de Hall. Note que as equações acima já sugerem inverter o campo magnético H , para obter o campo de Hall E_{H1} .

No estado estacionário, equação (2),

$$F = -q [E + 1/c (v \times B)] = 0 \quad (8)$$

temos que,

$$E = - 1/c (v \times B) = 1/nec (j \times B) \quad (9)$$

ou (para portadores de carga negativa);

$$E_{H1} = - 1/nec (jH) = jHR_{H1} \quad (10)$$

$$E_{H1} = jHR_{H1} \quad (11)$$

onde R_{H1} é a constante de proporcionalidade que é conhecida como o coeficiente de Hall ou constante de Hall. Assim, uma vez medido o campo de Hall pode se determinar o sinal dos portadores de cargas, já que para elétrons $R_{H1} = - 1/nec$ e para buracos $R_{H1} = + 1/pec$. Usando a equação (9) podemos também saber a densidade dos portadores de cargas determinando o valor da constante de Hall.

Um outro parâmetro característico do efeito Hall é o chamado ângulo de Hall. No tempo $t = 0$, na ausência de campo magnético externo H_z , o campo elétrico só tem componente na direção y . Então, podemos dizer também que o efeito de aplicar um campo magnético é o de causar uma rotação do campo elétrico inicial, E_y , num ângulo específico, θ_{H1} , onde θ_{H1} é o ângulo de Hall, de forma que θ_{H1} é dado pela seguinte expressão (figura 3a-II),

$$\theta_{H1} = \text{tg}^{-1} (E_{H1} / E_y) \quad (12)$$

ou

$$\text{tg } \theta_{H1} = E_{H1} / E_y = R_{H1} j_y H_z / E_y \quad (13)$$

Da eletrodinâmica clássica, sabemos que a condutividade elétrica σ , é definida por,

$$\sigma = j_y / E_y \quad (14)$$

Combinando as equações (13) e (14) temos,

$$\operatorname{tg} \theta_{H} = R_{H} \sigma H_z = \mu_{H} H \quad (15)$$

onde

$$\mu_{H} = R_{H} \sigma \quad (16)$$

é a mobilidade de Hall, o que implica então que medindo o campo de Hall e a condutividade elétrica σ (inverso da resistividade) ao mesmo tempo, podemos determinar o sinal dos portadores de cargas, sua densidade e sua mobilidade como quantidades separadas.

O campo de Hall pela densidade de corrente longitudinal na direção do campo elétrico aplicado, ou seja, E_{H} / j_y , é chamada a resistividade de Hall ρ_{H} ,

$$\rho_{H} = E_{H} / j_y = R_{H} H \quad (17)$$

a resistividade pode ser escrita em forma tensorial como;

$$\rho = \begin{bmatrix} \rho_{xx} & \rho_{xy} & \rho_{xz} \\ \rho_{yx} & \rho_{yy} & \rho_{yz} \\ \rho_{zx} & \rho_{zy} & \rho_{zz} \end{bmatrix} \quad (18)$$

Da equação (17) temos que,

$$R_{H} = \rho_{H} / H \quad (19)$$

Combinando as equações (4), (18), e (19), e com o campo aplicado na direção z , o coeficiente de Hall fica:

$$R_{H} = [\rho_{yx}(H_z) - \rho_{xy}(-H_z)] / 2H_z \quad (20)$$

II.3) EFEITO HALL NO ESTADO SUPERCONDUTOR

Um supercondutor do tipo II no estado misto também pode exibir resistividade e efeito Hall na presença de uma corrente elétrica e de um campo magnético ortogonais entre si. Suponhamos que aplicamos um campo magnético H na direção z . Suponhamos também que o campo aplicado é maior que H_{c1} , de maneira que o supercondutor esteja no seu estado misto. Se nesta situação, aplicamos uma corrente elétrica i , na direção y , devemos esperar que os vórtices se movimentem. Isto porque da interação da corrente elétrica com os vórtices resulta uma força do tipo Lorentz. Cada vórtice carrega com ele uma indução magnética B , que tem uma distribuição espacial que pode considerar-se constante no core e decaindo quase exponencialmente fora dele. Quando todos eles se movimentam temos um campo magnético mudando no tempo, o que pode ser escrito simplesmente como $\delta B/\delta t$.

Usando a equação de Maxwell $\nabla \times E = -(1/c)\delta B/\delta t$, podemos afirmar que existe um campo elétrico gerado pelo movimento dos vórtices. Este campo elétrico também está presente no interior do core do vórtice, e como esta região está no estado normal, ocorre uma dissipação resistiva no interior do core. Está implícito aqui segundo este raciocínio que a corrente imposta realmente flui através do core. Isto poderia causar surpresa como realmente causa, porque para campos magnéticos fracos, quando a densidade de linhas de vórtices é pequena, a corrente tem um amplo espaço para passar, e poderia percorrer a amostra sem necessidade de atravessar o core e fluir inteiramente nas regiões supercondutoras. Veremos mais adiante porque isto não acontece.

O core não só é o responsável pela resistividade, mas também pelo efeito Hall. A possibilidade do efeito Hall acontecer no estado supercondutor foi apresentada pela primeira vez por Volger, Staas e Vijfeijken^[30]. Por outro lado, a dissipação no core dá lugar a uma força de atrito no vórtice como um todo, que atua contra a força de Lorentz causada pela interação da corrente de transporte com os vórtices. Desta forma se atinge uma situação estacionária, na qual todos os vórtices movimentam-se com uma velocidade constante.

Neste ponto mencionaremos brevemente o fenômeno de flux pinning. Experimentalmente se observa que um supercondutor do tipo II no estado misto pode

manter grandes correntes de transporte sem apresentar nenhuma resistividade, se as amostras possuem inhomogeneidades como fronteiras de grão, discordâncias ou precipitados. Desta observação, concluímos que as inhomogeneidades mencionadas são capazes de ancorar aos vórtices em posições fixas ($\delta\mathbf{B}/\delta t = 0$, $\mathbf{E} = 0$). Estas forças de pinning, portanto, atuam contra a força de Lorentz e, desde que a força de pinning seja maior que a força motriz (driving), a rede de vórtices se manterá em repouso. A força motriz aumenta com o aumento da corrente de transporte i , até atingir um valor crítico, conhecido como a corrente crítica i_c , a partir desse momento a força de Lorentz é maior que a força de pinning e a resistividade e o efeito Hall surgem como consequência do movimento dos vórtices. Na discussão que faremos a seguir vamos assumir que não existe pinning, ou seja, a força de pinning é zero ($f_p = 0$), restringindo-nos a amostras homogêneas. Neste caso qualquer corrente de transporte, por mais pequena que esta seja, fará os vórtices se movimentarem.

Para mostrar qualitativamente porque pelo menos parte da corrente de transporte é forçada a passar através do core do vórtice, consideraremos por simplicidade um único vórtice. Suponhamos por um momento que toda a corrente de transporte i , flui sem atravessar o core, figura 4a-II, onde a é o raio do core. Nesta situação a distribuição de correntes, apesar de evitar a região do core, exerce uma força sobre o vórtice que, segundo esta geometria, aponta na direção x positiva. Chamaremos esta força, atuando sobre o vórtice por unidade de comprimento, como $F_{1,l}$. Devido a esta força o vórtice se move, e tão logo isto acontece é gerado um campo elétrico, como é mostrado na figura 4b-II. Este campo elétrico induzido, por sua vez induz uma distribuição de corrente i_{ind} (figura 4b-II). A distribuição da corrente de transporte resultante é a soma das distribuições de correntes das figuras 4a-II e 4b-II, no interior do core e ao redor dele. O efeito do movimento do vórtice, é então, produzir uma corrente elétrica dentro do core e fazer com que toda a distribuição da corrente de transporte seja mais homogênea. Podemos usar este mesmo raciocínio para o caso de um vórtice aprisionado. Neste caso a força $F_{1,l}$ está também presente, mas neste caso o vórtice não é colocado em movimento porque esta força é equilibrada pela força de pinning. Portanto, nesta situação, não existe campo elétrico \mathbf{E} e não é induzida nenhuma corrente i_{ind} .

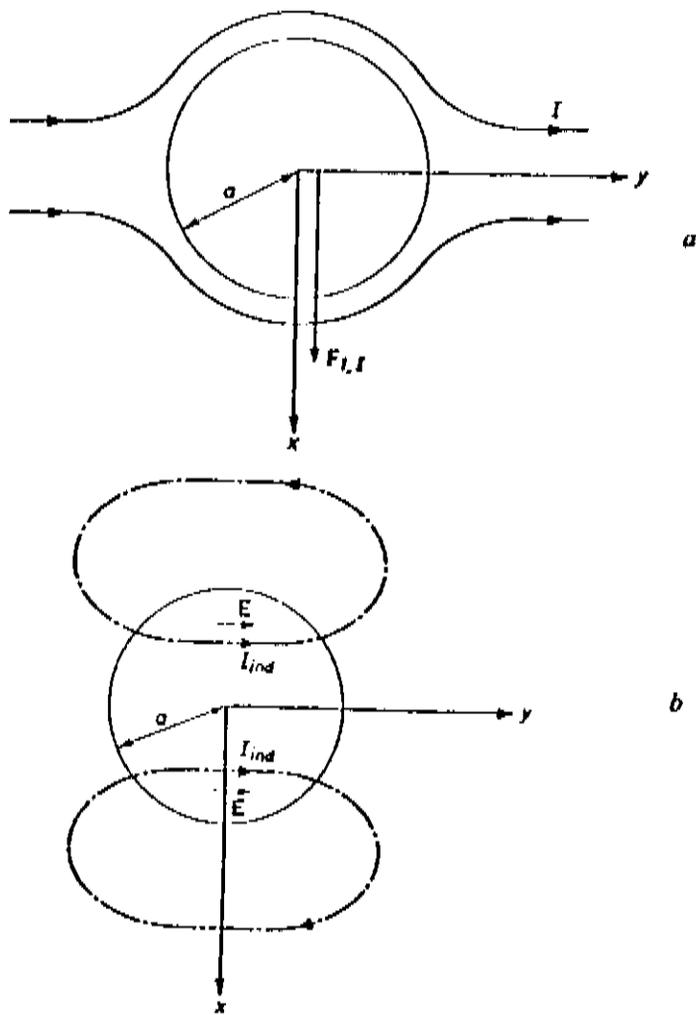


figura 4-II. Diagrama para discutir a geração de correntes no interior do core.

Em 1964, De Gennes e Matricon^[31], sugeriram que o movimento das linhas de fluxo livres das forças de pinning nos supercondutores do tipo II seguem as mesmas leis da fluidodinâmica do movimento de um vórtice em um fluido clássico sem cargas elétricas. No caso de uma corrente uniforme i com uma velocidade de deslocamento v_I causa o surgimento de uma força motriz $-(n_{sc}/c) v_I \times \varphi_0$ por unidade de comprimento no vórtice. De acordo com De Gennes e Matricon os vórtices respondem à esta força motriz assumindo uma velocidade v_I tal que a seguinte equação é satisfeita:

$$f - (n_{sc}/c)(v_I - v_I) \times \varphi_0 = 0 \quad (21)$$

onde f nesta equação representa a força de atrito atuando sobre o vórtice. O termo com v_L é a força de Lorentz, e o termo contendo v_L é a chamada força de Magnus. Esta equação descreve como um todo o movimento estacionário do vórtice.

Antes de continuar devemos mencionar duas coisas, em primeiro lugar, todas as velocidades são medidas com respeito à rede cristalina. Em segundo lugar, a equação acima se refere a um único vórtice, assim o campo magnético aplicado H é suposto ser só um pouco maior que H_{c1} , neste caso os vórtices podem ser tratados como entes independentes.

A força f pode ser vista como oriunda do espalhamento das quase-partículas presentes no core^[32,33] pela rede cristalina. Quando Volger, Staas e Vijfeijken^[30], estudaram o problema de flux flow, eles seguiram a sugestão proposta por De Gennes e Matricon, partindo da equação (21) e escreveram f como

$$f = -\eta v_L \quad (22)$$

sendo η o coeficiente de amortecimento-viscoso. Combinando as equações (21) e (22) pode-se encontrar as duas componentes v_{Lx} e v_{Ly} . No caso de um supercondutor do tipo II puro, η é desprezível, ficando então: $(v_L - v_L) \times \varphi_0 = 0$ ou $v_L = v_L$, isto é, as linhas de fluxo movimentam-se na mesma direção que a corrente. Este é um resultado bem conhecido da fluidodinâmica no caso de fluidos não viscosos. Para um valor arbitrário de η e numa geometria tal que a densidade de corrente j_L e v_L estão ao longo do eixo y positivo (ver figura 5-II), as equações das componentes das velocidades v_{Lx} e v_{Ly} são

$$-\eta v_{Lx} - (n_s e/c) (v_L - v_{Ly}) \varphi_0 = 0 \quad (23)$$

e

$$-\eta v_{Ly} - (n_s e/c) v_{Lx} \varphi_0 = 0 \quad (24)$$

A componente da velocidade v_{Lx} dá lugar a um campo elétrico E_y paralelo à corrente de transporte, isto é, observamos resistividade longitudinal. Do mesmo modo, v_{Ly} gera um campo elétrico E_x perpendicular à corrente aplicada, isto é, observamos o efeito Hall, com o ângulo de Hall θ_H indicado na figura 5-II. E, o caso em que $\eta=0$, como já vimos, corresponde ao caso em que a resistividade longitudinal é zero e se tem um efeito Hall puro.

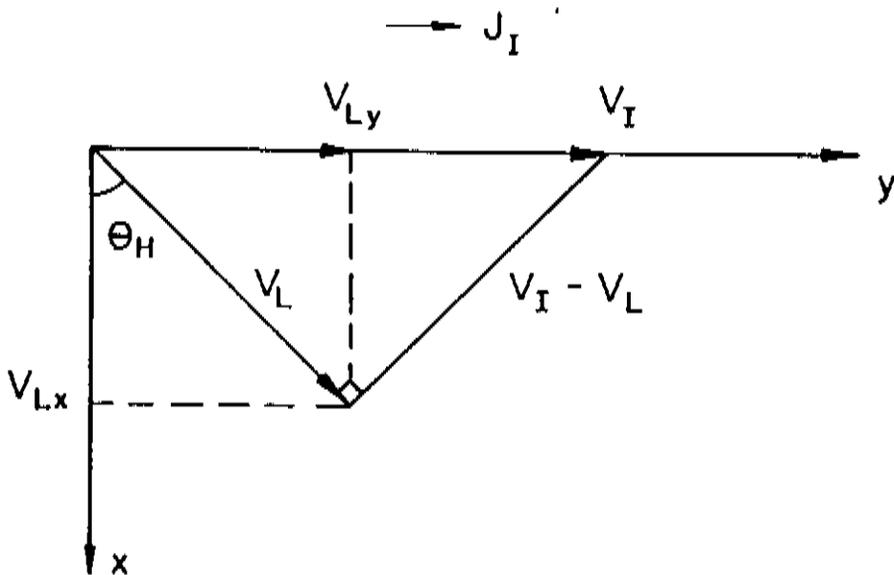


figura 5-II. Diagrama mostrando as velocidades v_I e v_L , correspondentes as equações (23) e (24).

Por outro lado, da equação (24) podemos obter diretamente o valor do ângulo de Hall,

$$\tan \theta_{II} = E_x/E_y = |v_{Ly}|/v_{Ix} = n_s e \varphi_0 / \eta c \quad (25)$$

Neste modelo o ângulo de Hall, portanto, independe do campo magnético H , no limite de $H \sim H_{c1}$. Vários outros modelos^[12,13,34-37] foram propostos para explicar o efeito Hall no estado supercondutor, mas nenhum tem conseguido descrever completamente todos os resultados experimentais observados.

Na figura 6-II mostramos algumas características verificadas para a dependência do ângulo de Hall, θ_{II} , com a intensidade do campo magnético, para supercondutores convencionais do tipo II. No estado normal θ_{II} varia linearmente com H e, com a diminuição de H abaixo de H_{c2} , o campo crítico superior, pode surgir no estado misto

tanto um grande aumento em θ_H como uma diminuição em θ_H , incluindo mesmo uma troca de sinal em relação ao estado normal.

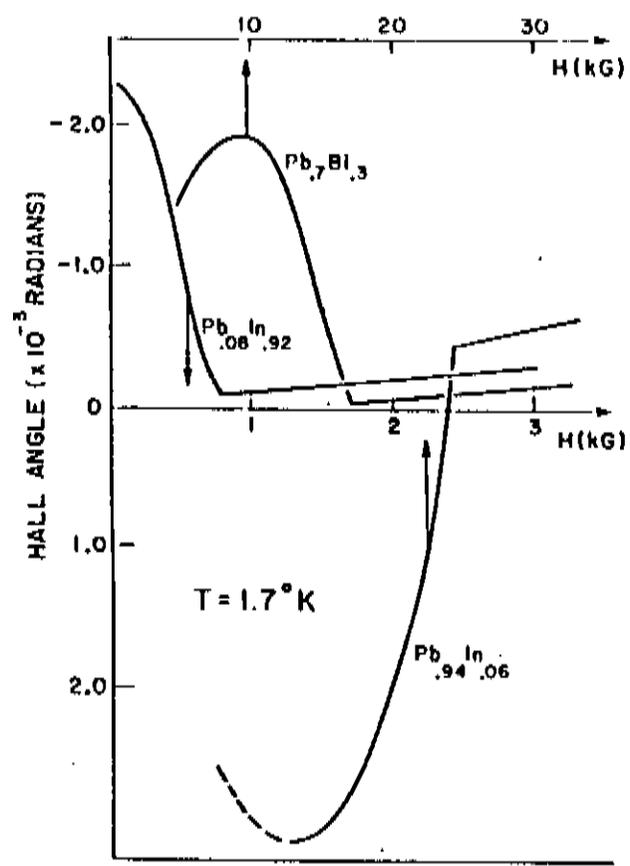


figura 6-II. Ângulo de Hall vs. campo aplicado para In-Pb e Pb-Bi^[37], mostrando a inversão de sinal no ângulo de Hall.

Comportamentos análogos tem sido observados em HTS^[38]. Com a descoberta destes, várias outras interpretações tem sido propostas, mas ainda não há um senso comum sobre a correta descrição do efeito Hall no estado supercondutor.

II.4) MÉTODOS DE MEDIDA DO EFEITO HALL

II.4.a) MÉTODO DE QUATRO PONTAS

O método de quatro pontas^[39] é o método mais empregado na caracterização de amostras pela facilidade do método e os bons resultados que com ele se obtém na medida da resistividade longitudinal ou transversal. No método de quatro pontas convencional, aplica-se uma corrente entre duas pontas, as mais distantes, e mede-se a queda de potencial elétrico entre as outras duas pontas centrais, (figura 7-II.).

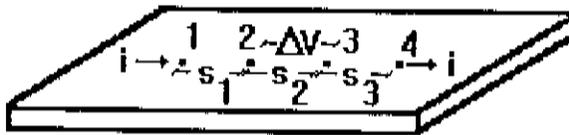


figura 7-II. Esquema do arranjo experimental para medir resistividade pelo método de quatro pontas.

Na figura 7-II se mostra como a corrente elétrica entra no material pelo ponto 1 e sai pelo ponto 4 e ao mesmo tempo mede-se a voltagem entre os pontos 2 e 3. S_1 , S_2 e S_3 são as distâncias entre os contatos. Segundo o nosso esquema, teremos uma carga Q no ponto 1 e uma carga igual e de sinal contrário $-Q$ no ponto 4, então, a diferença de potencial entre as pontas 2 e 3 pode ser avaliada substituindo-se as pontas de corrente por fontes pontuais de carga de valor Q e $-Q$, respectivamente. Da eletrostática sabemos que o potencial gerado por uma carga pontual é dado pela seguinte expressão,

$$V = Q / r \quad (26)$$

onde r neste caso é a distância entre um ponto quaisquer da amostra e a posição da carga Q . Então os potenciais nos pontos 2 e 3 devido às cargas Q e $-Q$ que estão localizadas nos pontos 1 e 4 são;

$$V_2 = Q [1/S_1 - 1/(S_2 + S_3)] \quad (27)$$

$$V_3 = Q [1/(S_1 + S_2) - 1/S_3] \quad (28)$$

então a diferença de potencial entre os pontos 2 e 3 é,

$$\Delta V = V_2 - V_3 = Q [1/S_1 + 1/S_3 - 1/(S_2 + S_3) - 1/(S_1 + S_2)] \quad (29)$$

ou

$$\Delta V = K Q \quad (30)$$

onde

$$K = [1/S_1 + 1/S_3 - 1/(S_2 + S_3) - 1/(S_1 + S_2)] \quad (31)$$

A relação entre o campo produzido, E , e a resistividade, ρ , do material é proporcional à densidade de corrente. Por tanto:

$$i / 2\pi r^2 = E / \rho \quad (32)$$

onde i é a corrente injetada. Sabemos que,

$$E(r) = dV / dr = -Q / r^2 \quad (33)$$

Substituindo (33) na equação (32) temos,

$$i/2\pi = -Q / \rho \quad (34)$$

e substituindo (34) em (29) temos,

$$\rho = (\Delta V / i) [2\pi / K] \quad (35)$$

Esta equação (35), é a relação mais geral entre $(\Delta V / i)$ e a resistividade do material ρ , sendo,

$$K = [1/S_1 + 1/S_3 - 1/(S_2 + S_3) - 1/(S_1 + S_2)] = 1/S \quad (36)$$

no caso mais comum onde $S = S_1 = S_2 = S_3$. Podemos reescrever (35) como,

$$\rho = [2\pi / K] (\Delta V / i) = 2\pi S (\Delta V / i) \quad (37)$$

expressão que dá a dependência da resistividade ρ , com a diferença de potencial ΔV , e a corrente aplicada i . Para medir no laboratório a resistividade de Hall usa-se o método de quatro pontas segundo o esquema mostrado na figura 8-II.

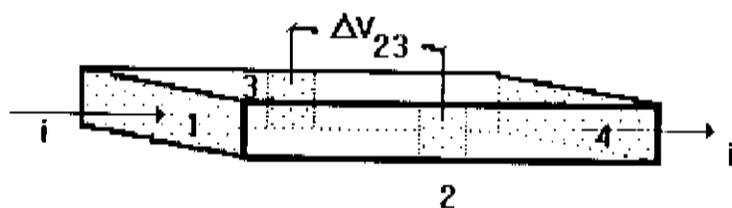


Figura 8-II. Arranjo experimental para medir a resistividade Hall pelo método de quatro pontas.

Faz-se passar a corrente entre os contatos 1 e 4 (i_{14}), e mede-se a voltagem entre os contatos 2 e 3 ($V_{23}(H)$). Aqui ainda a equação (35) ou (37) é válida tendo cuidado em substituir as novas distâncias entre os contatos. A reta que une os contatos 2 e 3 tem que ser uma reta ortogonal à reta que une os pontos 1 e 4. Devido ao problema de ser muito difícil garantir experimentalmente que estes contatos (2 e 3) estejam na posição antes mencionada, é necessário fazer as medidas invertendo o campo magnético para eliminar o provável desalinhamento dos contatos. Por isto, mede-se também $V_{23}(-H)$ mantendo-se a corrente no mesmo sentido. Obtendo-se assim a voltagem de Hall da semi-diferença das duas medidas, ou seja, $V_{H}(H) = [V_{23}(H) - V_{23}(-H)] \times 0,5$.

Na prática o método de quatro pontas é muito útil quando podemos preparar a amostra na forma geométrica apropriada para a medida, como no caso de amostras grandes, p.ex. policristais ou filmes finos. Aqui entendemos como forma geométrica apropriada aquela que mais se aproxima das condições ideais, ou seja, que o comprimento da amostra seja o maior possível para que quando aplicarmos o campo elétrico entre as suas extremidades, a queda de potencial medida no centro da amostra seja a mais homogênea e uniforme possível. No entanto, quando só dispomos de amostras pequenas, como p.ex. monocristais de HTS que possuem apenas alguns mm^2 , fica difícil o emprego deste método.

O método de Van der Pauw convencional^[27] nos dá uma solução a este problema, e em especial para os monocristais de HTS, pois este método se aplica para amostras planas e onde os contatos podem ser colocados em qualquer lugar da borda na superfície da amostra, sem ter que guardar arranjo geométrico especial.

II.4.b) MÉTODO DE VAN DER PAUW CONVENCIONAL

Como vimos anteriormente, o método de quatro pontas não é um método prático para fazer medidas de resistividade e efeito Hall em amostras pequenas. No ano 1958, Van der Pauw⁽²⁷⁾ desenvolveu uma técnica experimental para fazer este tipo de medidas em amostras planas de forma arbitrária, sendo este método também apropriado para os monocristais de HTS, já que eles em geral são lamelares e pequenos. Para usar este método precisa-se satisfazer as seguintes condições:

- 1.- os contatos elétricos devem estar na borda da superfície da amostra
- 2.- as dimensões dos contatos devem ser pequenas comparadas com as dimensões da amostra.
- 3.- a amostra deve ter espessura homogênea.
- 4.- a superfície da amostra deve ser simplesmente conexa (sem buracos).

A figura 9-II ilustra melhor estas condições.

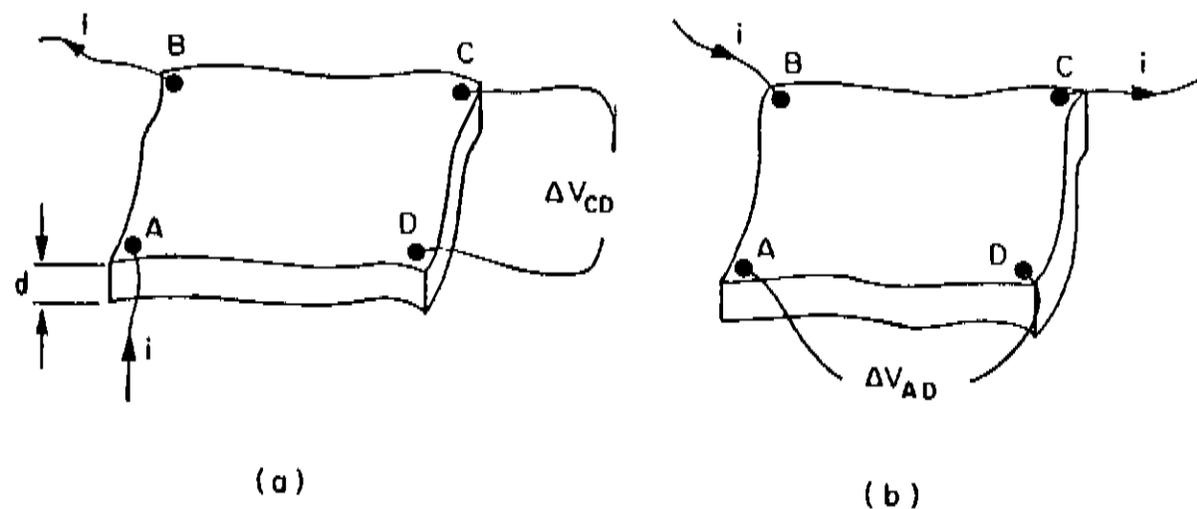


Figura 9-II. Esquema que ilustra as quatro condições de Van der Pauw e as duas configurações de contatos usadas para medir a resistividade.

Na figura 9-II ilustramos as quatro condições que devem ser satisfeitas no uso do método de Van der Pauw convencional, para medir resistividade ou efeito Hall, onde d , é a espessura da amostra.

Definimos a resistência $R_{AB,DC}$ como a diferença de potencial $V_D - V_C$ entre os contatos D e C por unidade de corrente que flue entre os contatos A e B, ou seja:

$$R_{AB,DC} = (V_D - V_C) / I_{AB} \quad (38)$$

como é mostrado na figura 9a-II. Similarmente, definimos a resistência $R_{BC,AD}$ como a diferença de potencial $V_A - V_D$ entre os contatos A e D por unidade de corrente que flue entre os contatos B e C, como é mostrado na figura 9b-II.

$$R_{BC,AD} = (V_A - V_D) / I_{BC} \quad (39)$$

Para medir a resistividade pelo método de Van der Pauw convencional, é necessário encontrar os valores de $R_{AB,DC}$ e $R_{BC,AD}$. Para isto usamos as duas configurações mostradas na figura 9-II, ou seja, em primeiro lugar aplicamos a corrente elétrica pelos contatos A e B (**AB**), e medimos a tensão entre os contatos C e D. Em segundo lugar, aplicamos a corrente pelos contatos B e C (**BC**), e medimos a tensão entre os contatos D e A. Com estas medidas é possível calcular os valores de $R_{AB,DC}$ e $R_{BC,AD}$ e assim encontrar a resistividade ρ da amostra usando a equação encontrada por Van der Pauw^[27],

$$\exp [-\pi R_{AB,DC} (d/\rho)] + \exp [-\pi R_{BC,AD} (d/\rho)] = 1 \quad (40)$$

onde d é a espessura da amostra. Esta equação (40), relaciona o valor da resistividade ρ , como função das resistências $R_{AB,DC}$, $R_{BC,AD}$ e a espessura d da amostra. Para facilitar a obtenção da resistividade ρ , podemos^[27] escrever a equação (40) da seguinte forma,

$$\rho = (\pi d / \ln 2) [(R_{AB,DC} + R_{BC,AD}) / 2] f (R_{AB,DC} / R_{BC,AD}) \quad (41)$$

onde f é uma função da razão $R_{AB,DC} / R_{BC,AD}$ e que satisfaz a relação;

$$(R_{AB,DC} - R_{BC,AD}) / (R_{AB,DC} + R_{BC,AD}) = f \operatorname{arccosh} \{ \exp(\ln 2 / f) / 2 \} \quad (42)$$

A figura 10-II ilustra o comportamento da função f em função da razão $R_{AB,DC} / R_{BC,AD}$.

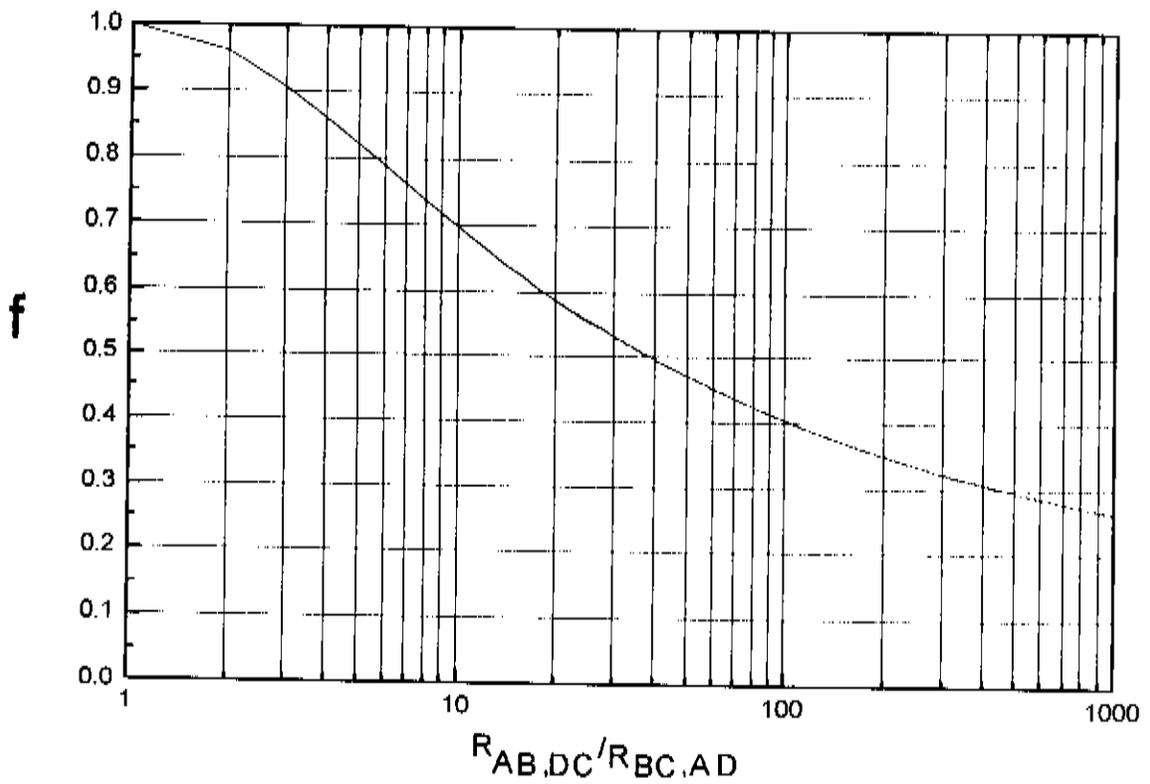


figura 10-II. Função f em função da razão $R_{AB,DC} / R_{BC,AD}$.

Assim, para encontrar a resistividade da amostra ρ , medimos a uma temperatura fixa T as resistências $R_{AB,DC}$ e $R_{BC,AD}$ definidas pelas equações (38) e (39), respectivamente. Desses dados podemos obter a razão $R_{AB,DC} / R_{BC,AD}$ e obter o valor de f da figura 10-II. Daí para calcular a resistividade ρ , substituímos o valor de d , o valor de f e os valores de $R_{AB,DC}$ e $R_{BC,AD}$ na equação (41), com o que temos a resistividade ρ da amostra de forma arbitrária e de espessura d . Do mesmo modo podemos medir a magneto-resistividade, $\rho(H)$ de uma amostra de forma arbitrária. Para isto basta fixar a temperatura e encontrar estes mesmos valores variando o campo magnético aplicado.

Para usar o método de Van der Pauw convencional para medir o efeito Hall, se usa a configuração mostrada na figura 11-II. Em primeiro lugar se aplica o campo magnético H . Depois disto, aplicamos a corrente por uma das diagonais formada por dois contatos opostos entre si, p.ex., B e D (i_{BD}), e medimos a tensão nos contatos restantes, A e C $V_{AC}(H)$. Após isto, inverte-se o campo magnético aplicado e mede-se novamente a tensão gerada nestes mesmos contatos, $V_{AC}(-H)$. Com estes valores podemos encontrar as resistências $R_{BD,AC}(H)$ e $R_{BD,AC}(-H)$ e com estes valores encontrar, como veremos, a constante de Hall.

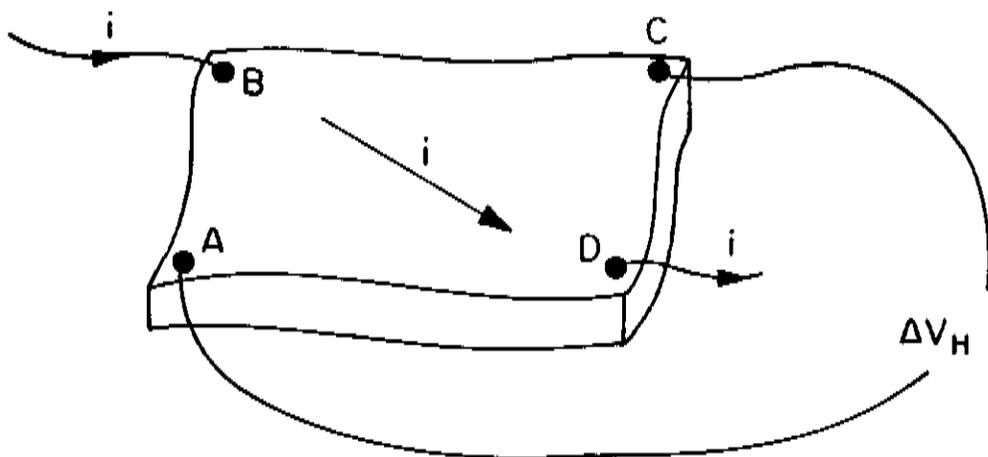


figura 11-II. Configuração usada para medir a voltagem Hall usando o método de Van der Pauw convencional.

Quando aplicamos um campo magnético perpendicular à superfície da amostra, como já vimos, aparecerá uma diferença de potencial transversal ΔV_H dada por, $\Delta V_H = V_A - V_C$ (a corrente passa entre B e D) conforme a figura 11-II. Podemos considerar por simplicidade uma amostra quadrada de espessura d e largura h , de modo que a secção transversal seja igual a $A=dh$. Usando a equação (17), $R_{H'} = \rho_H / H = E_H / jH$, e substituindo nesta equação (17) o valor de E_H da equação (1), $E_H = (\Delta V_H) / h$ e da densidade de corrente j aplicada entre os contatos B e D, $j = i_{BD} / dh$ obtemos,

$$R_{H'} = E_H / jH = [(\Delta V_H) / h] / [dh / i_{BD} H] = (d/H) [\Delta V_H (H) / i_{BD}]$$

ou

$$R_{H'} = (d/H) [R_{BD,AC} (H)] \quad (43)$$

sendo então $R_{H'}$ determinada pela resistência $R_{BD,AC} (H)$ devido à aplicação do campo magnético, podendo-se encontrar da equação (16) a mobilidade dos portadores, $\mu_{H'} = R_{H'} / \rho$ medindo-se previamente a resistividade da amostra.

Como pelo método de Van der Pauw não medimos o campo elétrico transversal puro, ou campo de Hall, que como vimos é uma função ímpar em H, devemos inverter o campo magnético resultando a expressão (43) em;

$$R_H = (d/2H)[R_{BD,AC}(H) - R_{BD,AC}(-H)] \quad (44)$$

e como vimos anteriormente, conhecendo a constante de Hall e a resistividade, podemos encontrar a mobilidade Hall, μ_H , dos portadores e sua natureza.

II.4.c) MÉTODO DE VAN DER PAUW COM CICLAGEM DOS CONTATOS

Como vimos, geralmente para medir o efeito Hall precisamos inverter o campo magnético. Usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos^[25], evitamos a inversão do campo magnético aplicado. Este método com ciclagem consiste essencialmente em utilizar o método de Van der Pauw convencional mas em vez de inverter a direção do campo magnético aplicado, se faz uma ciclagem no sentido horário entre os pares de contatos de corrente e tensão (ver fig 13-II).

O fato de inverter o campo magnético ser equivalente a ciclar os contatos está baseado no princípio de simetria dos coeficientes de transporte (princípio de simetria de Onsager dos coeficientes cinéticos^[28]), onde $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$, onde $R_{BD,AC}$ e $R_{AC,BD}$ já foram definidas anteriormente (eqs. (38) e (39)) figura 12-II . Neste método usa-se o esquema de Van der Pauw convencional, ou seja, quatro pontas na borda da amostra. Para medir o efeito Hall, aplicamos um campo magnético H, passamos uma corrente i entre dois contatos opostos quaisquer, por exemplo B e D, e medimos a voltagem V_{AC} nos outros dois contatos, com o que temos medido $R_{BD,AC}(H)$. Pelo método convencional teríamos agora que inverter o campo magnético para encontrar $R_{BD,AC}(-H)$ e poder calcular daqui a constante de Hall $R_H = (d/2H)[R_{BD,AC}(H) - R_{BD,AC}(-H)]$, usando a equação (44), mas, pelo princípio de simetria de Onsager medir $R_{BD,AC}(-H)$ é equivalente a medir $R_{AC,BD}(H)$. A figura 12-II ilustra esta simetria, $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$, no caso de uma amostra isotrópica de forma quadrada que se usou aqui para facilitar sua compreensão, mas a relação, $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$, é válida para qualquer geometria.

Uma maneira simples de obter esta relação de Onsager é mostrada na figura 12-II, para o caso simples de uma amostra isotrópica de forma quadrada. Na figura 12-II, observamos de que se fizéssemos uma reflexão pelo plano "p", obteríamos $R_{BD,AC}(-H) = R_{CA,DB}(H)$, onde aqui temos considerado o fato que trata-se de uma amostra isotrópica e que qualquer ponto da amostra é indistinguível sob operações de simetria no plano da amostra. Com isto, temos invertido o campo magnético, ou que pode ser entendido como que fomos do outro lado da página e em vez de observar o campo entrando o vemos saindo. E, por outro lado, como a amostra é isotrópica, podemos rotular os contatos como mostrado na figura 12-II. Com esta operação de reflexão temos obtido $R_{BD,AC}(-H) = R_{CA,DB}(H)$, onde podemos ver que tanto os contatos de corrente como os de tensão encontram-se invertidos.

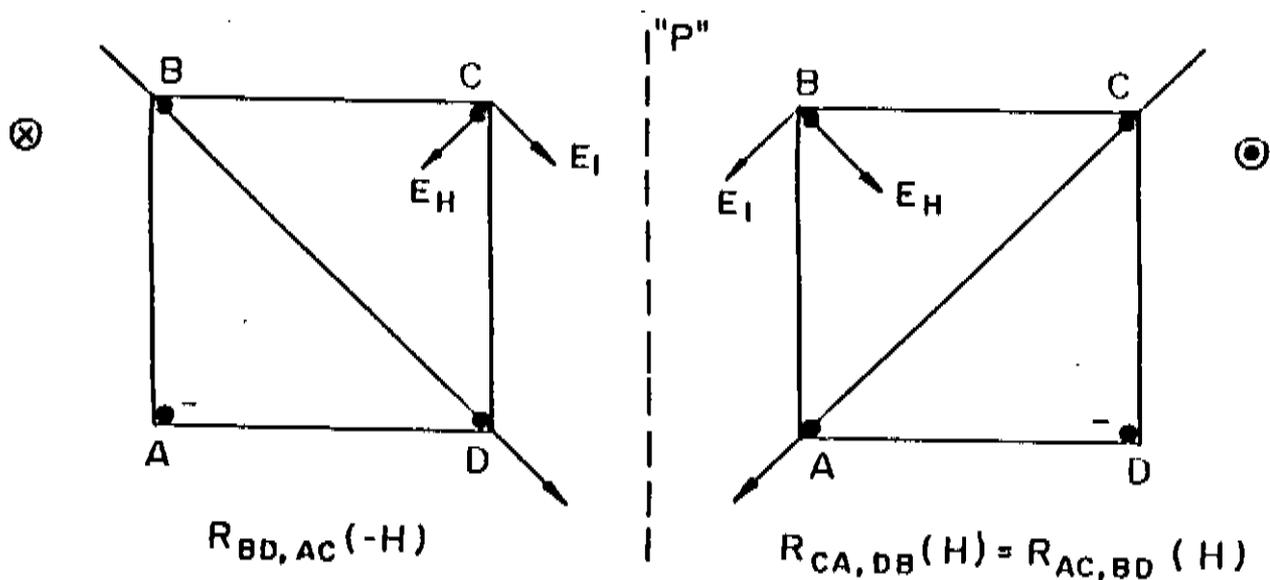


figura 12-II. Simetria de Onsager.

Para obter a relação de Onsager, $R_{1,2} = R_{2,1}$ ou seu equivalente para nossa configuração de contatos de corrente e tensão, ou seja, $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$, devemos primeiramente inverter a posição dos contatos de corrente obtendo-se $R_{CA,DB}(H) = -R_{AC,DB}(H)$, o que é equivalente a inverter a polaridade da corrente aplicada. Com isto, se inverteu também a polaridade na tensão. Se invertemos agora os sub-índices de tensão no lado direito da expressão acima, estariamos invertendo novamente a polaridade na medida, o que é equivalente a multiplicar por (-1) o lado direito desta expressão, ficando

$R_{CA,DB}(H) = (-1)[-R_{AC,BD}(H)] = R_{AC,BD}(H)$. Portanto, fazendo uma reflexão e duas inversões de contatos temos obtido a relação de Onsager, isto significa, $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$.

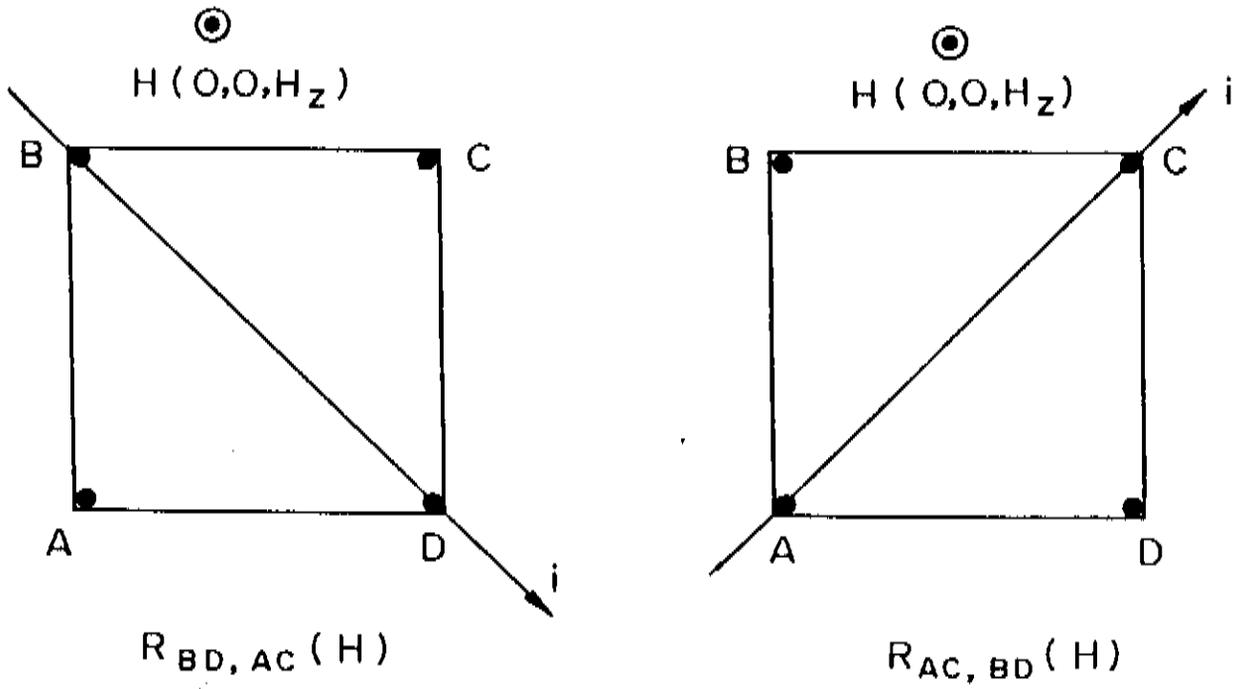


figura 13-II. Configurações usadas para medir o efeito Hall pelo método de ciclagem dos contatos.

Para calcular a constante de Hall, $R_H(H)$, até aqui era necessário inverter o campo magnético aplicado, usando para isto a seguinte equação:

$$R_H = (d/2H) [R_{BD,AC}(H) - R_{BD,AC}(-H)] \quad (45)$$

mas, usando o princípio de simetria de Onsager^[28], medir $R_{BD,AC}(-H)$ é equivalente a medir $R_{AC,BD}(H)$. Na figura 12-II podemos observar que partindo de (a) podemos chegar a (b) invertendo o campo magnético aplicado e ao mesmo tempo fazendo uma ciclagem dos contatos. Podemos expressar e generalizar matematicamente estas operações na seguinte forma,

$$R_{BD,AC}(-H) = R_{CA,DB}(H) = R_{AC,BD}(H) \quad (46)$$

sendo então $R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H)$ que é equivalente a dizer que na presença de um campo magnético essa igualdade é válida só quando inverte-se o sinal do campo magnético numa das partes da igualdade e se cicla os contatos, então;

$$R_{BD,AC}(-H) = R_{AC,BD}(H) \quad (47)$$

substituindo esta equação (47) na equação (45) temos;

$$R_H = (d/2H) [R_{BD,AC}(H) - R_{AC,BD}(H)] \quad (48)$$

onde R_H é o coeficiente de Hall, sendo R_H obtido ciclando os contatos (fig 13-II).

Podemos então, determinar R_H chavcando os pares de contatos em vez de inverter o campo magnético aplicado, o que além de ser mais simples econômico e prático deve fornecer importantes informações sobre o efeito Hall no estado misto de uma amostra supercondutora.

CAPÍTULO III

PARTE EXPERIMENTAL

III.1) INTRODUÇÃO

Neste capítulo descreveremos as técnicas e métodos experimentais utilizados para medir as propriedades do composto supercondutor A-15: Nb-Pt. A amostra utilizada neste trabalho já havia sido preparada anteriormente, mas descreveremos resumidamente o seu método de preparação e listamos alguns parâmetros já medidos. Apresentamos também como estas amostras foram preparadas para as medidas desejadas e algumas novas caracterizações que fizemos. O estudo realizado compreende medidas de magnetização e de propriedades de transporte em função da temperatura e campo magnético aplicado: resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall. Descreveremos também o sistema de medidas que construímos e o desenvolvimento do método de preparação dos contatos elétricos usado nas medidas de transporte.

III.2) CARACTERÍSTICAS DA AMOSTRA

Os compostos A-15 foram descobertos no ano de 1933^[40]. Os A-15 são compostos que apresentam uma estrutura cúbica como mostrado na figura 1-III abaixo, cuja composição estequiométrica é A_3B , onde o elemento A é um metal de transição pertencente aos grupos IV-VI da tabela periódica de elementos, e B, são elementos (metálicos ou não) que se encontram à direita da linha determinada pelos elementos Mn-Tc-Rc na tabela periódica. Os átomos do elemento B formam uma sub-estrutura cúbica de corpo centrado, bcc, e os átomos do elemento A formam três cadeias lineares ortogonais entre si que se encontram sobre as faces da estrutura cúbica formada pelos átomos do elemento B.

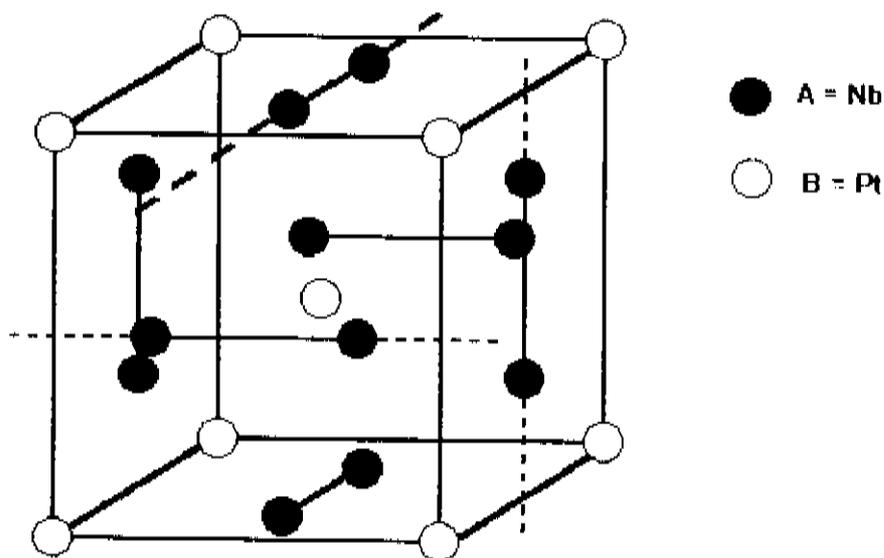


Figura 1-III. Estrutura cristalina dos compostos A-15.

Na maioria dos compostos A-15 a razão entre os raios atômicos dos elementos constituintes é próxima da unidade ($r_B / r_A \sim 1$)^[41], o que favorece a formação destes compostos. A maioria dos compostos A-15 são supercondutores sendo esta estrutura favorável para a ocorrência da supercondutividade. A supercondutividade nestes materiais foi detectada pela primeira vez por Hardly e Hulm^[42] no ano de 1953. Os compostos A-15 supercondutores mais comuns são os que tem como elemento A o Nb, o V e o Mo, e como elemento B, há uma grande possibilidade de elementos (p.ex.: Ge, Al, Sn, Si, Pt, Au, etc.). No nosso caso em particular, o composto A-15 estudado neste trabalho é o

Nb-Pt, onde o elemento A é o Nb e o elemento B o Pt, como é mostrado na figura 1-III. Este composto supercondutor tem uma região de homogeneidade da fase A-15 entre 19,5 % at. Pt e 29,1 % at. de Pt a 1800°C ^[43], como é mostrado no diagrama de fases deste sistema^[44], figura 2-III abaixo. As propriedades supercondutoras deste composto A-15 em função da composição já foram estudadas quanto a ordem atômica^[43], a irradiação de neutrons^[45] e ao campo crítico superior, H_{c2} ^[46].

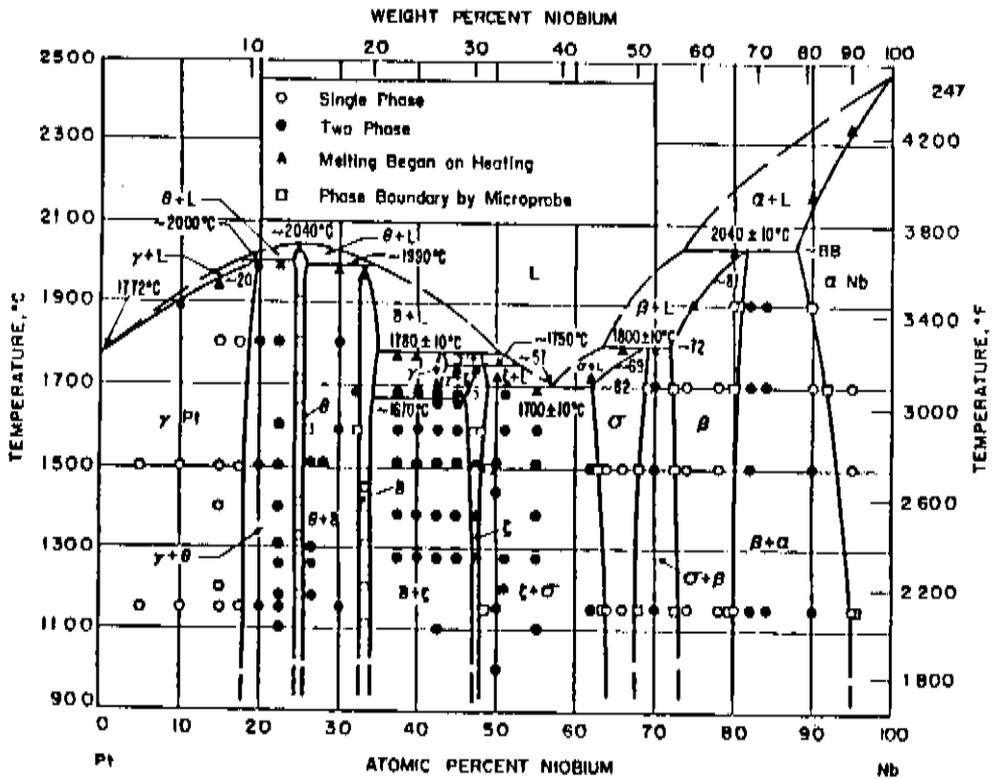


FIG 2-III. Diagrama de fases do sistema Nb-Pt^[44].

Posteriormente, um novo conjunto de amostras de Nb-Pt foi preparado para o estudo da resistividade elétrica em função da composição no estado normal, usando o método de quatro pontas^[29]. Uma destas amostras, a de composição (inicial) estequiométrica $\text{Nb}_{75}\text{Pt}_{25}$, foi utilizada neste trabalho. Esta amostra não recebeu o tratamento térmico de baixas temperaturas ($900^{\circ}\text{C}/10$ dias), que causa o ordenamento atômico dos átomos de Nb e Pt nas posições A e B, tendo apenas recebido o tratamento de altas temperaturas ($1800^{\circ}\text{C}/12$ horas) para a obtenção da fase única. Este ordenamento causa um aumento da temperatura de transição supercondutora, T_c , e uma diminuição da resistividade elétrica, ρ , da amostra^[29]. Portanto, podemos dizer que a amostra utilizada aqui possui uma certa desordem. Estas amostras foram preparadas^[29] usando o método de fusão a arco numa atmosfera de argônio de alta pureza, repetindo-se este procedimento pelo menos quatro vezes. Posteriormente, cada amostra foi cortada em duas semi-

"esferas" e submetida a um tratamento térmico de 1800°C durante 12 horas (em vácuo de 10^{-6} Torr) com a finalidade de obter a fase única. O erro na composição é estimado em menos de 0,2 % at., devido as perdas em peso durante o processo de fusão. A composição final foi posteriormente corrigida pelas medidas do parâmetro de rede. O parâmetro de rede desta amostra é $5,1552 \pm 0,0005 \text{ \AA}$, o que corresponde a 24,9 % at. Pt. Para as medidas de raio-x foi usado o método de raio-x de Debye-Scherrer, com irradiação de CuK_{α} e a extrapolação de Nelson-Riley, onde pôde-se observar também a ocorrência de fase única nesta amostra.

Cortamos uma das semi-esferas tratadas a 1800°C/12horas em dois pedaços. Um pedaço para ser usado somente para as medidas de magnetização e o outro pedaço para medir as propriedades de transporte: resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall. Este segundo pedaço foi cortado em forma quase-retangular ($\sim 2,2\text{mm} \times \sim 2,7\text{mm}$) e espessura de $\sim 0,35\text{mm}$, usando para isto uma serra de diamante. Posteriormente, este pedaço teve suas duas faces maiores polidas, ficando pronto para a colocação dos contatos elétricos na configuração de Van der Pauw. Na tabela I-III reunimos alguns dos parâmetros característicos desta amostra (alguns destes serão apresentados mais adiante)

TABELA I-III. Parâmetros característicos da amostra.

composição inicial	composição corrigida	parâmetro de rede (Å)	$\rho_{RT}(\mu\Omega\text{-cm})$ (H=0)	$\rho_0(\mu\Omega\text{-cm})$ (H=0)	$T_c^{0H}(\text{K})$ (H=0)
Nb75Pt25	Nb75,1Pt24,9	$5,1552 \pm 0,0005$	104 ± 7	64 ± 5	8,8

III.3) CONTATOS ELÉTRICOS

Para realizar as medidas de transporte optamos pela configuração de Van der Pauw, ou seja, quatro contatos elétricos localizados um em cada canto de uma das faces maiores polidas da amostra quase-retangular. Nesta configuração todas as medidas de resistividade longitudinal, magneto-resistividade e resistividade Hall podem ser feitas com apenas estes quatro contatos.

Os contatos elétricos devem satisfazer as seguintes características: ter dimensões reduzidas comparadas com as dimensões da amostra, ter rigidez mecânica, ter comportamento ôhmico e ter baixa resistência de contato. Para conseguir contatos elétricos com estas características desenvolvemos um método de fusão e difusão de

contatos. Este método consiste em fundir e difundir pequenos pedaços de In nos pontos da superfície da amostra em que se quer fazer os contatos. Para isto devemos levar em conta vários cuidados, em especial a limpeza tanto da superfície da amostra como do In a ser difundido. A limpeza do In foi feita usando ácido clorídrico diluído em água (1:1) durante 3 minutos, com o que se elimina a oxidação superficial que experimenta este elemento quando exposto ao ar. Após isto, se deve enxaguar o In em água abundante com a finalidade de eliminar traços de HCl que por ventura possam ter ficado no material devido ao ataque químico, já que esses resíduos podem gerar falhas e/ou falta de aderência com a superfície da amostra. Posteriormente, deve-se ter cautela de deixá-lo bem seco, podendo-se utilizar para isto de um secador de cabelos. A limpeza da superfície da amostra foi feita utilizando uma mistura de ácidos (HF + HNO) diluídos em água (1 : 1 : 1) durante 3 minutos, com o que eliminamos as primeiras camadas da superfície da amostra, que poderiam conter óxidos e/ou gorduras. A difusão do In na amostra depende consideravelmente da temperatura e do tempo, tendo-se encontrado que as melhores condições para a difusão do In são 450°C durante 3min num fluxo de argônio, Ar, com a finalidade de evitar que a amostra e o In se oxidem. Para este fim, usamos um forno tubular Lindberg (modelo 55342-4) onde era introduzida a amostra e o In dentro de um cadinho de alumina e colocado próximo de um termopar para contrôlo da temperatura.



Figura 3-III. Foto da amostra de Nb-Pt com os contatos de In.

Inicialmente, a temperatura do forno (450°C) e o fluxo de Ar eram estabilizados durante 15min. e só depois era colocada a amostra. Após o tempo necessário para a difusão (3 min.), o cadinho com a amostra eram puxados para fora da região aquecida do forno, mas ainda dentro do tubo com fluxo de Ar, e deixava-se esfriar até a temperatura ambiente.

Na figura 3-III mostramos uma foto tirada em um microscópio óptico, da amostra com os quatro contatos de In. Pode-se observar que os pedaços de In ao se fundirem tomam a forma esférica devido a tensão superficial, e assim a região de contato com a amostra, onde ocorre a difusão, é bem reduzida.

Uma vez conseguida a difusão, soldam-se fios de ouro de 25μ de diâmetro nas esferas de In usando um ferro de solda de baixa potência com ponta fina. Deve-se ter a cautela aqui de fazer os contatos rapidamente para evitar que todo o In se aqueça, o que pode fazer com que a esfera de In desprendá-se da superfície (menos a parte difundida), tornando-se então impossível completar a solda. Neste caso seria necessário repetir o procedimento desde o início, o que implicaria em perder os contatos restantes. Na figura 4-III mostramos uma foto da amostra com estes contatos e os fios de Au já soldados.



Figura 4-III. Foto da amostra de Nb-Pt com os contatos de In e fios de Au (25μ) já soldados.

A difusão ocorre de forma pontual e as dimensões efetivas dos contatos dependem principalmente da quantidade de In usado em cada contato. Utilizamos um microscópio óptico com escala, estimamos que a área média dos contatos vale $\sim 0,1\text{mm}^2$. Deste modo, o diâmetro dos contatos é da ordem de 10% do menor comprimento do lado da amostra "retangular", o que faz com que o tamanho destes contatos não interfiram nas medidas^[27]. Estes contatos apresentaram também boa rigidez mecânica (o que facilita seu manuseio), um comportamento ôhmico e uma baixa resistência elétrica ($\sim 0,31\Omega$), reduzindo-se assim possíveis problemas de aquecimento da amostra. Estes contatos possibilitaram o uso de correntes de até 20mA sem ter-se observado problemas de aquecimento em toda a faixa de temperaturas medidas (2,3K-300K). Para medir a resistência dos contatos a temperatura ambiente aplicamos diferentes correntes (1mA-40mA) entre dois contatos quaisquer da amostra, ver Fig. 5-III. Medimos a tensão gerada entre estes mesmos contatos (ΔV_{CA}) e também entre os outros dois por onde não foi aplicada a corrente (ΔV_A), para todos os valores de corrente.

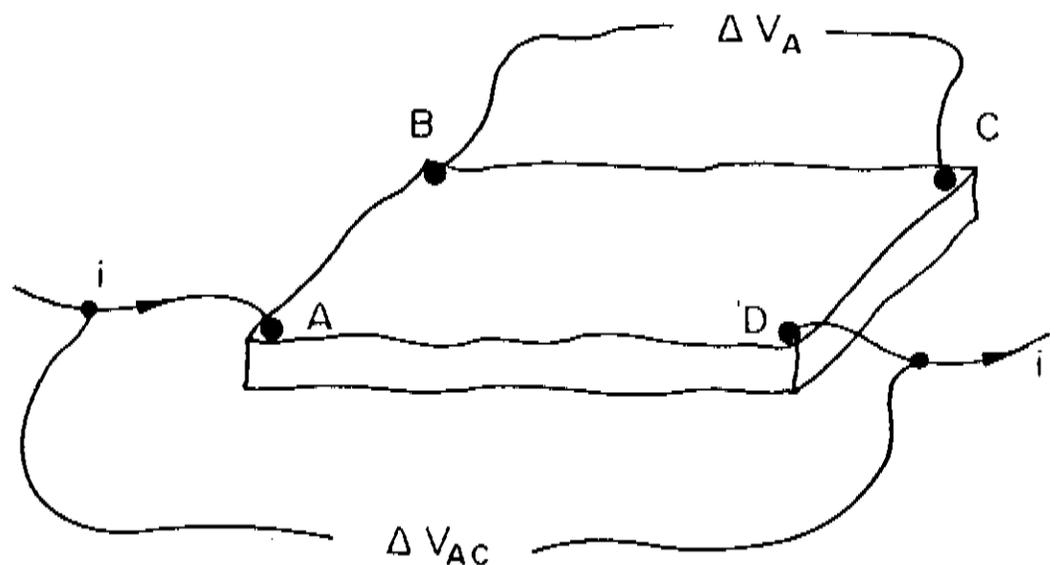


Fig. 5-III. Esquema da montagem para medir a resistência dos contatos.

Como a resistência dos fios de Au é desprezível, a tensão medida entre os pontos por onde foi aplicada a corrente é devida a amostra e aos contatos (ΔV_{CA}), e a tensão medida entre os outros contatos (ΔV_A) é devida somente a amostra. A diferença entre estas duas tensões resulta na tensão gerada apenas pela resistência dos dois contatos pelos que foi aplicada a corrente. Por isto, calculamos a resistência de contato a partir da diferença entre estas duas tensões e pela corrente aplicada na amostra e, como a corrente aplicada passa através de dois contatos, este resultado foi dividido por dois com o que

obtivemos a resistência média de um contato. Este valor é a resistência média dos contatos por onde foi aplicada a corrente elétrica. Repetimos este procedimento para todas as configurações possíveis de correntes pelos contatos, e dos valores assim obtidos, calculamos novamente a resistência média, mas agora dos quatro contatos. O maior valor obtido foi de $0,357\Omega$, e o menor foi de $0,234\Omega$, sendo o valor médio, como já mencionamos ($0,31 \pm 0,06$) Ω .

III.4) SISTEMA DE MEDIDA

As medidas realizadas neste trabalho, podem ser divididas em dois tipos quanto a sua natureza. O primeiro correspondente as medidas de magnetização em função da temperatura e campo, $M(H,T)$, e o segundo correspondente as medidas de transporte em função da temperatura como também do campo magnético aplicado. Dentro deste segundo grupo encontram-se as medidas da resistividade longitudinal, $\rho_{xx}(T)$, da magneto-resistividade, $\rho_{xx}(H)$, e da resistividade Hall ou transversal, $\rho_{Hl}(H,T)$, em função da temperatura e campo magnético aplicado. A seguir descrevemos o sistema de medidas utilizado, os procedimentos e cuidados tomados para realizar estas medidas.

III.4.a) MEDIDAS MAGNÉTICAS

As medidas de magnetização em função da temperatura e campo magnético, $M(H,T)$, foram feitas em um magnetômetro com sensor SQUID da Quantum Design, modelo MPMS-5. Este magnetômetro pode fornecer um campo magnético entre $-5,5T$ e $5,5T$ e temperaturas entre $1,8K$ e $400K$. Para realizar as medidas de $M(H,T)$ utilizamos um comprimento de varredura da amostra de $3cm$ (36 pontos por varredura e média de duas varreduras por medida), o que causa uma inhomogeneidade do campo da ordem de $0,05\%$.

Estas medidas de magnetização foram utilizadas principalmente para determinar a região de reversibilidade dos vórtices do plano $H-T$, e assim saber onde estaremos realizando as medidas de transporte. Para determinar esta região encontramos a linha de irreversibilidade, que separa a região do estado misto onde os vórtices estão aprisionados da região onde eles estão livres, formada pelos pontos (H_i, T_i). Para encontrar estes pontos, medimos a curva de magnetização $M(H)$ com campo crescente e decrescente e

definimos (H_i, T_i) quando surgia uma histerese na magnetização ($\Delta M/M = 1\%$), para diferentes temperaturas.

Realizamos também algumas medidas de magnetização $M(T)$ em função da temperatura para diferentes campos magnéticos. Para isto, a amostra era resfriada ($T < T_c$) sem campo (ZFC- zero field cooled), o campo desejado era aplicado após atingir a temperatura desejada, e a medida da magnetização era feita durante o aquecimento até acima de T_c . Em seguida, sem mudar o campo, a magnetização era medida durante o esfriamento (FCC - field cool cooling). Para variar a temperatura da amostra nós não nos utilizamos do programa normal existente no MPMS-5 para este fim, mas um método alternativo^[47] que utiliza a condutância do termômetro do MPMS-5 para estabelecer a temperatura. Deste modo, pudemos realizar incrementos de temperatura de $\sim 0,02\text{K}$ com uma oscilação em T menor que $0,004\text{K}$ tanto em ZFC como FCC. Pode-se também definir os pontos (H_i, T_i) destas medidas de $M(T)$ quando as duas curvas ZFC e FCC se separam ($\Delta M/M = 1\%$), apesar de não termos adotado aqui este procedimento (ver figura 6-III abaixo).

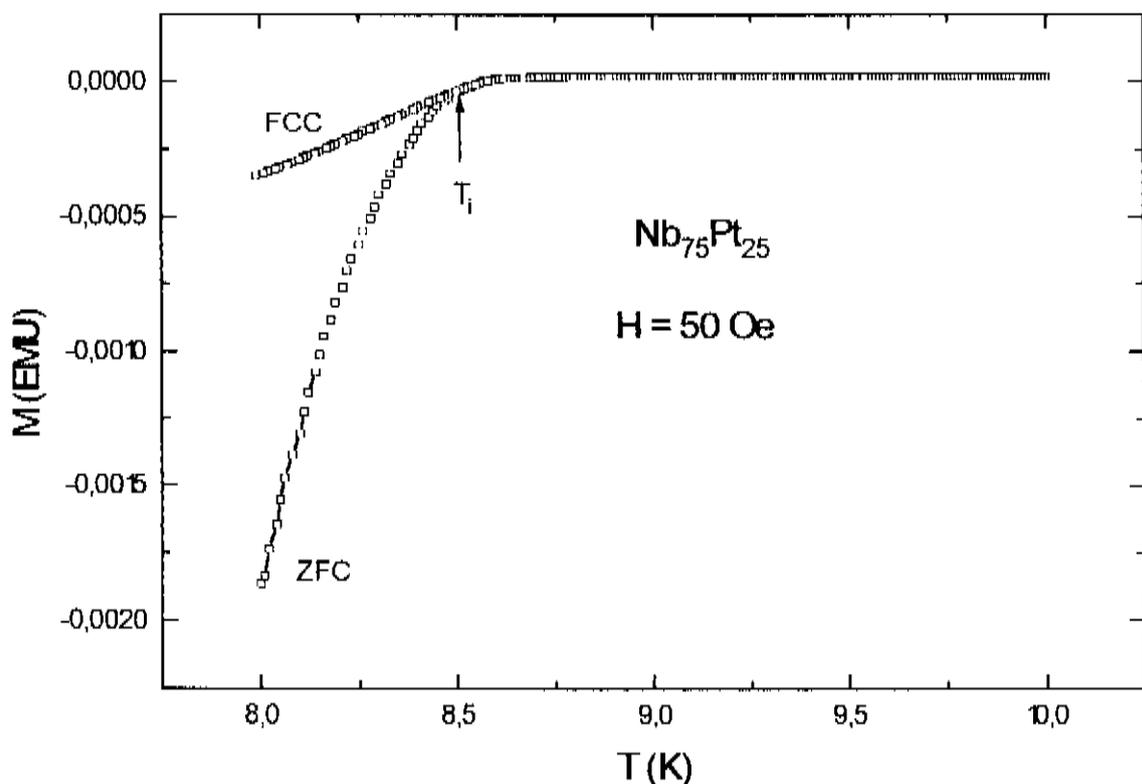


Fig.6-III. Medida da magnetização $M(T)$ com ZFC e FCC para $H=50 \text{ Oe}$.

III.4.b) MEDIDAS DE TRANSPORTE:

Para realizar as medidas de transporte (resistividade, magneto-resistência e efeito Hall) em função do campo magnético e da temperatura, adaptamos o próprio magnetômetro MPMS-5 da Quantum Design para este fim. Este sistema possui um software com uma opção chamada EDC (External Device Control) que permite a abertura de uma "janela" para a introdução de programas externos, e ao mesmo tempo utilizar seu controle de campo magnético e temperatura, ficando o sensor SQUID sem uso. No lugar do suporte de amostras usual, colocamos um suporte fixo com dez fios ligando a região da amostra com o exterior.

Com a finalidade de medir o efeito Hall em função da temperatura e campo magnético na amostra de $Nb_{75}Pt_{25}$, foi feito um apoio no suporte que permite manter a superfície maior da amostra perpendicular ao campo magnético aplicado. Este também foi utilizado nas medidas de magneto-resistividade e resistividade com o campo perpendicular a esta superfície. Para isto, construímos um suporte de apoio em forma de "I", onde afixamos a amostra. Este suporte foi feito de defrim, que é um material isolante e fácil de trabalhar. Este apoio foi preso no extremo inferior do suporte tubular fixo, tendo no seu extremo superior um conector com 10 terminais. O interior deste tubo contém 10 fios que ligam o conector da parte superior a 10 parafusos banhados em ouro, que se encontram no extremo inferior do suporte tubular. Desses parafusos conectamos 10 fios de ouro de 0,25mm de diâmetro, que foram isolados empacotando-os com fita de teflón, até uma placa de circuito impresso fixada próxima à amostra. Finalmente, para fazer as medidas de transporte, soldamos os quatro fios da amostra no circuito impresso. Como a resistência dos fios de ouro é de $0,005\Omega/cm$, diminuimos desta maneira significativamente a dissipação térmica ao redor da amostra. Conectamos o suporte ao sistema eletrônico utilizado para fazer as medidas de transporte. Este sistema consistiu de uma fonte de corrente (Keithley 228A) com a qual fornecemos corrente à amostra, um multímetro digital (Keithley 196) usado para medir a corrente que passava pela amostra, e um nanovoltímetro digital (Keithley 181) onde medimos a tensão gerada na amostra. Utilizamos também um sistema de chaveamento de contatos a base de relés que foi alimentada com uma fonte de 5V DC. O sistema de chaveamento serviu para ciclar os contatos de corrente e de tensão, tanto na medida da resistividade pelo método de Van der Pauw convencional como para medir o efeito Hall pelo método de Van der Pauw com

ciclagem dos contatos. Todos estes aparelhos foram monitorados com o auxílio de um microcomputador (ver esquema na figura 7-III).

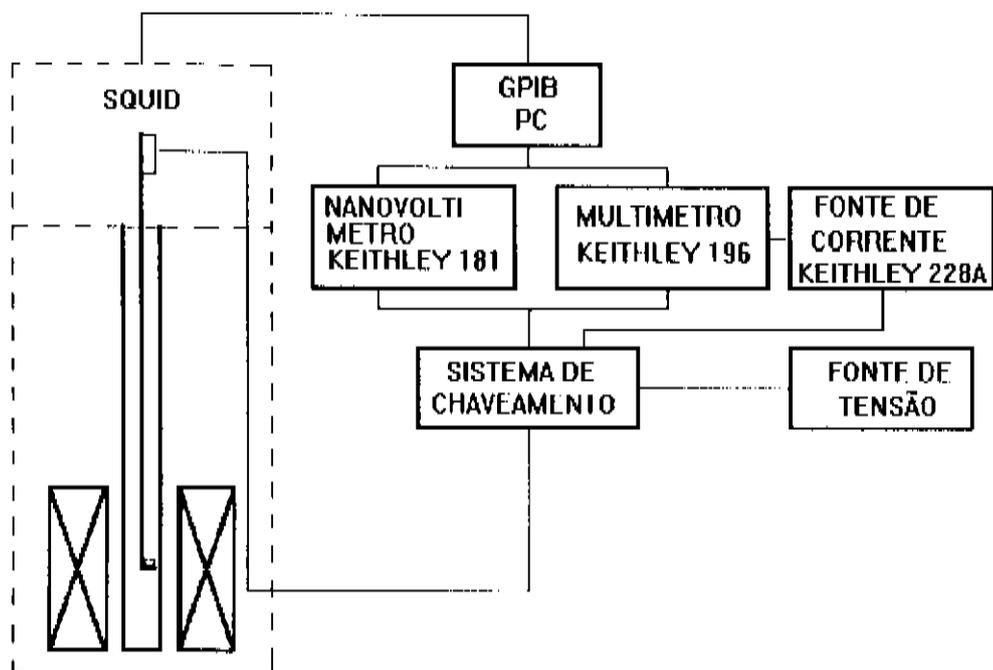


Fig.7-III. Esquema da montagem experimental utilizada nas medidas de magneto-resistividade e do efeito Hall em função do campo magnético e da temperatura.

Fizemos vários programas no External Device Control (EDC) para monitorar o campo magnético, a temperatura e os aparelhos periféricos. Com estes programas podemos fixar os valores de campo e temperaturas ou variá-los a vontade quando for necessário. Uma vez fixado estes valores podemos ler os valores de corrente e tensão nos respectivos aparelhos, ao mesmo tempo que armazenar estes dados num arquivo. Com estes programas também é possível controlar o intervalo de tempo entre o momento em que a temperatura e o campo ou ambos ficam estáveis e o momento em que se faz a leitura de dados. Também introduzimos nos programas um tempo de espera antes de fazer as medidas, para que as "eddy currents" que surgem devido a variação do campo magnético aplicado na amostra, decaiam até um valor imperceptível. Com isto, como será mostrado posteriormente, melhorou-se significativamente a precisão das medidas, o que foi de muito valor, em especial nas medidas do efeito Hall. A partir destes programas nos foi possível ciclar os contatos e assim mudar de configuração, seja para medir resistividade ou o efeito Hall. Para isto, utilizamos o sinal trigger do microcomputador.

III.4.b.1) RESISTIVIDADE E MAGNETO-RESISTIVIDADE

As medidas de resistividade e magneto-resistividade foram feitas usando o sistema de chaveamento. Algumas vezes não usamos o chaveamento mas, como veremos no capítulo IV, só a configuração que tem o maior sinal. Como a razão entre as voltagens se mantém constante na faixa de temperaturas em que fizemos as medidas (2,3K até 300K), optamos por medir somente uma configuração, a de maior sinal. Esse sinal era da ordem de 30 μ Volts para uma corrente aplicada de 20mA. A fonte de corrente Keithley 228A fornece corrente com um erro de $\pm 0,005$ mA, o que equivale a uma incerteza na medida da tensão na amostra de ~ 10 nVolts, sendo por isto desprezível.

Essas medidas foram monitoradas pelo computador com ou sem a utilização do sistema de chaveamento. No caso das medidas de resistividade, $\rho_{xx}(T)$, resfriava-se a amostra até uma temperatura abaixo do T_c ($T < T_c$), sem campo aplicado (ZFC), aplicava-se o campo magnético, e media-se a tensão aumentando a temperatura. Em outros casos, aplicou-se o campo magnético no estado normal ($T > T_c$), e mediu-se a tensão diminuindo a temperatura (FCC). Em ambos os casos, o incremento na temperatura era fixado pelo programa.

No caso das medidas de magneto-resistividade, resfriava-se a amostra até uma temperatura abaixo do T_c ($T < T_c$), sem campo aplicado (ZFC). Media-se a tensão aumentando o campo aplicado desde zero até um valor máximo. Em outros casos, aplicava-se o campo magnético acima do T_c ($T > T_c$), e media-se a tensão na amostra diminuindo o campo.

Em todas essas medidas os instrumentos, principalmente o nanovoltímetro (Keithley 181), permaneciam ligados por várias horas antes de se iniciar a coleta de dados. Assim, conseguimos que a eletrônica desses instrumentos tivesse uma distribuição uniforme de temperatura. Com isto, estabilizou-se a eletrônica do sistema de medidas com a finalidade de diminuir-se o ruído que pode ser gerado pelo "drift" de temperatura dos instrumentos. Desta forma, não houve problemas de ruído no sinal de interesse.

III.4.b.2) EFEITO HALL

A ordem de grandeza do sinal obtido nas medidas de Hall neste composto metálico supercondutor (bulk) está entre nanovolts e alguns microvolts para correntes da ordem de 20mA, sendo este um sinal bem baixo. Aqui, devemos fazer a subtração de duas configurações, seja usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos ou

usando o método de Van der Pauw convencional. No caso do método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos, devemos fazer a subtração das duas configurações que o sistema de chaveamento fornece e, no caso do método de Van der Pauw convencional, das duas configurações geradas pela inversão do campo magnético aplicado. Em quaisquer dos casos este sinal é baixo. Por isto é necessário muito cuidado com a razão sinal/ruído.

As medidas do sinal Hall pelo método de Van der Pauw convencional foram feitas muitas vezes manualmente para se detectar onde tomar cuidados especiais e ganhar confiança nas medidas, assim como, para determinar o melhor procedimento de medida. Para realizar a medida, fixamos a temperatura inicial T , ($T > T_c$), e aplicamos a corrente elétrica (20mA) numa das diagonais formada por dois contatos opostos entre si. Aplicamos o campo magnético (p.ex., $H = +5\text{T}$), e medimos a tensão ($V(H)$), gerada na outra diagonal formada pelos dois contatos restantes. Invertamos o campo aplicado ($H = -5\text{T}$) e medimos a tensão ($V(-H)$), novamente. O sinal Hall, é calculado fazendo a semi-diferença entre estas duas tensões, $V_H(T) = [V(H) - V(-H)] \times 0,5$. Uma vez medido o sinal Hall para esta temperatura, diminuiu-se a temperatura para o seu valor seguinte. Mantendo-se o campo magnético negativo ($H = -5\text{T}$), medimos outro valor de tensão, $V(-H)$. Invertamos o campo aplicado e repetimos a medida da tensão, $V(H)$, e calculamos outro valor de $V_H(T)$. Diminuímos a temperatura para um novo valor e repetimos o procedimento de medida. O fato de inverter o campo magnético faz com que a temperatura saia do valor pré-fixado e se altere em $\approx 0,003\text{K}$, sendo necessário esperar $\approx 135\text{seg}$ para ela voltar ao valor desejado. Esse valor ($0,003\text{K}$), representa 30% do incremento de temperatura ($\Delta T = 0,01\text{K}$) normalmente utilizado. Assim, antes de cada medida esperamos a temperatura se estabilizar, zeramos o nanovôltemetro, e medimos a tensão. Se adotou o critério de só considerar as medidas quando $\Delta T = 0,0002\text{K}$, sendo ΔT , a variação ao redor de T . Esses valores de T e ΔT , eram lidos diretamente na tela do computador.

Posteriormente, se mediu o sinal Hall usando a outra diagonal, ou seja, aplicamos a corrente pelos contatos que foram usados para medir a tensão no caso anterior, e vice-versa. Antes de fazer estas medidas, aumentamos o valor da temperatura até um valor acima de T_c ($T > T_c$), e com campo magnético num valor maior ou igual a 1 Tesla ($H \geq 1\text{T}$) zeramos o campo em forma oscilante, com a finalidade de evitar alguma remanescência magnética que possa ficar na bobina supercondutora que gera o campo. Todas estas medidas foram repetidas até 3 vezes, verificando-se a boa reprodutibilidade das medidas que deu confiança nos resultados.

As medidas do sinal Hall pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos foram feitas, na maioria das vezes, manualmente. Para realizar as medidas deste sinal, fixamos a temperatura inicial T_1 ($T_1 > T_c$), e aplicamos o campo magnético, (p.ex., $H=5T$), que mantivemos constante durante toda a medida. Aplicamos a corrente (20mA), por uma das diagonais formadas por dois contatos opostos entre si. Medimos a tensão gerada nos contatos restantes, ($V_1(H)$). Ciclamos os contatos, usando para isto uma chave mecânica, de modo que a corrente passe pela outra diagonal, ou seja, pelos contatos que na medida anterior foram usados para medir a tensão e vice-versa. Medimos a tensão gerada, ($V_2(H)$). O sinal Hall, é calculado fazendo a semi-diferença entre estas duas tensões, $V_H = [V_1(H) - V_2(H)] \times 0,5$. Uma vez completada a medida nesta temperatura, fixamos a temperatura no seu valor seguinte e repetimos a medida. O fato de ciclar os contatos elétricos, gerou um deslocamento na valor de referência (zero), do nanovoltímetro. Por isto, foi necessário zerar o nanovoltímetro antes de medirmos a tensão. Aqui também se usou, como na medida com inversão de campo, o critério do $\Delta T = 0,0002K$.

Estas medidas foram repetidas várias vezes, tanto aumentando como diminuindo a temperatura, e sempre mostrou o mesmo comportamento para um dado valor de campo. Também usamos o sistema de chaveamento a base de relês, obtendo-se o mesmo resultado, como mostraremos mais adiante neste capítulo.

III.4.c) PROCEDIMENTOS NAS MEDIDAS

Descrevemos aqui alguns cuidados e procedimentos que adotamos nas medidas para melhorar a qualidade, confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados.

Ruído pode ser qualquer sinal espúrio que se adiciona com nosso sinal de interesse. Nosso sinal de interesse é a tensão DC, gerada nas medidas de transporte. O sinal Hall, é um sinal de baixa intensidade e por esta razão é o que se deve tomar mais cuidados. Para proteger este sinal, de ruídos elétricos causados por sinais de interferência, (p.ex., 60 Hz e seus harmônicos), introduzidos por acoplamentos entre as linhas de potência com os aparelhos de medida, utilizamos cabos blindados, conectando a blindagem destes cabos ao potencial de referência localizado na amostra. Evitamos fazer "loops" entre os aparelhos de medida com a finalidade de evitar correntes elétricas, em especial as geradas por flutuações de campo magnético aplicado. Variações do campo magnético podem fazer com que apareçam pequenas correntes que podem circular pelos cabos, sua blindagem e assim pelo sistema. Estas correntes por mais pequenas que sejam,

podem ser captadas pelo nanovoltímetro (Keithley 181). Como exemplo, se tivermos um sinal de 100nV que poderia ser a tensão Hall, uma resistência do fio de condução de $\sim 0.1 \Omega$, e uma corrente parasita circulando entre os aparelhos de 100nA, teríamos uma tensão de 10nV, o que daria um ruído de 10nV, ou seja, um erro de 10% na medida da tensão Hall.

Nem todos os loops podem ser evitados, sempre vão existir aqueles formados pela amostra e os fios que vão até os aparelhos de medida. Quando se gera um campo de 50.000 Oe na bobina supercondutora do magnetômetro, temos na superfície externa do magnetômetro na mesma altura da bobina, um campo magnético de 60 Oc, e este cai rapidamente para 1 Oe a uma distância de 60 cm da superfície externa, na mesma altura da bobina. O campo magnético na região dos nossos aparelhos é de apenas 1 Oe no máximo e, tendo em consideração que nossas medidas foram feitas após o campo ficar estável, o efeito deste campo na medida da tensão é desprezível.

Como consequência da variação do campo magnético na amostra, surge uma corrente parasita chamada de "eddy current" na própria amostra. Esta corrente tem um decaimento exponencial com o tempo e não é mais detectada após 30 seg, depois que o campo ficou estável. Este ruído foi eliminado programando as medidas para serem feitas pelo menos 30 segundos depois do campo estabilizar. Quando se realiza medidas na presença de um campo magnético, como no efeito Hall, deve se ter cuidado também com o ruído que pode ser gerado pelo movimento dos fios conectados na amostra, resultante da força exercida pelo campo magnético. Para evitar este movimento trança-se e prende-se os fios, ou como no nosso caso, usa-se fios curtos com pouca liberdade de movimento, com o que eliminamos este tipo de ruído.

Existem muitas outras fontes de ruído eletrônico, sómente para mencionar duas mais comuns que também se devem ter em conta, são: o ruído térmico (ou de Johnson)^[48], que é uma voltagem não periódica que existe em todos os condutores que depende da temperatura^[49], e o ruído de contato causado por flutuações da condutividade devido a uma imperfeita junção entre dois condutores, que é comum encontrar em sistemas de chaveamento ou que usam relês, mas que também pode ser eliminado como veremos a seguir.

Para fazer as medidas de resistividade ρ pelo método de Van der Pauw convencional e de efeito Hall pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos construímos um sistema de chaveamento a base de relês. Este sistema de chaveamento consiste de um circuito eletrônico acionado pelo "trigger" do micro-computador (ou de qualquer aparelho com trigger) (figura 8-III).

Este pulso do trigger faz passar o flip-flop de um estado a outro mantendo o estado até aparecer um outro pulso de trigger. Os pulsos do trigger aparecem após feita uma leitura e o tempo entre pulsos é controlado a partir dos programas com que monitoramos as medidas. Este flip-flop aciona os relês mantendo-os num estado, até que um pulso mude o estado do flip-flop. Deve-se observar, que um dos relês 1 (RL1), é acionado pela saída Q1 do flip-flop, e que o relê 2 (RL2), é acionado pela saída Q2 do flip-flop. Em consequência, quando um relê se encontra para acima, o outro se encontrará para abaixo e vice-versa. Na figura 8-III, se mostram os quatro contatos da amostra identificados pelas letras, A, B, C, e D. No estado inicial do sistema de chaveamento, a corrente passa pelos contatos D⁺ e B⁻, e a tensão é medida nos contatos A⁺ e C⁻, calculando-se daqui $R_{BD,AC}(H)$. Ao aparecer um pulso de trigger, os relês mudam de estado, e em consequência a corrente passa pelos contatos C⁺ e A⁻, e a tensão é medida nos contatos B⁺ e D⁻, podendo-se calcular daqui $R_{AC,BD}(H)$. Portanto, para calcular a constante de Hall, $R_H(H)$, podemos usar a equação (48).

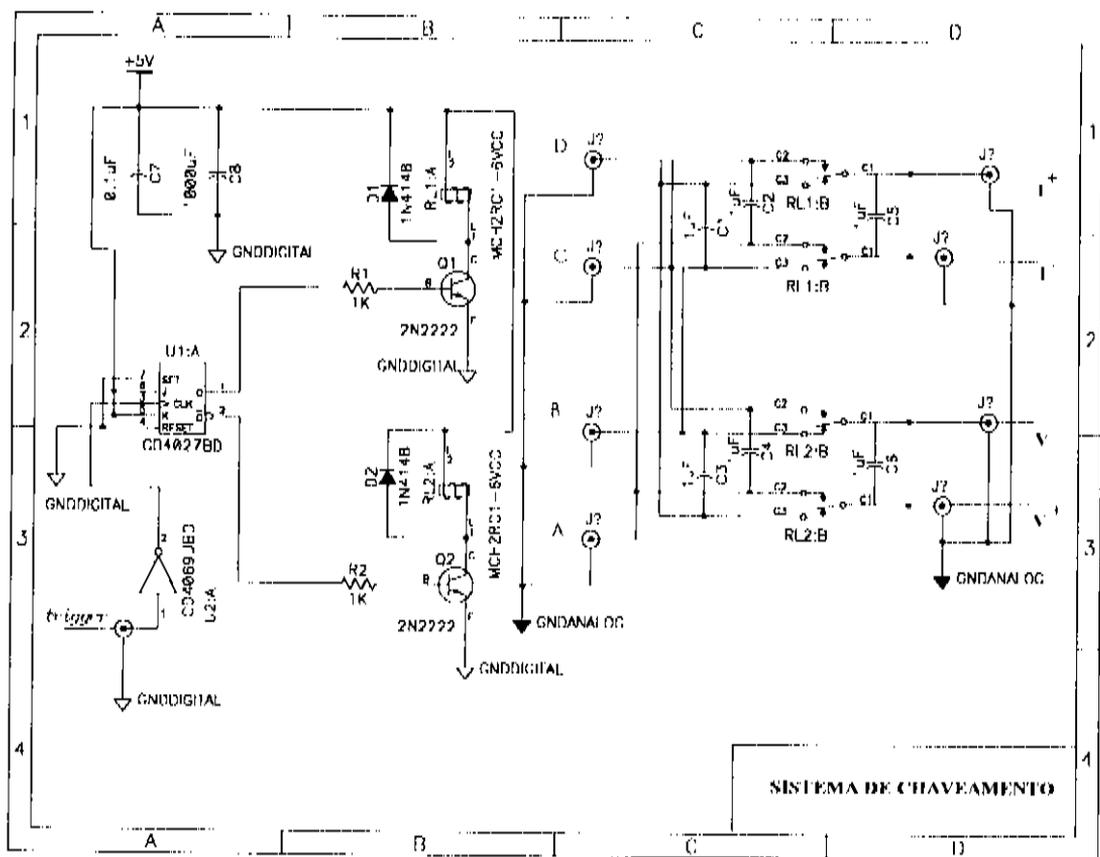


Figura 8-III. Circuito eletrônico do sistema de chaveamento

Como nosso sinal de interesse é um sinal DC, este sistema também precisou ser blindado contra frequências altas. Para isto, usamos capacitores em todas as entradas de

sinais (figura 8-III). Desta forma filtramos também o ruído gerado pelo chaveamento dos relês, que é um ruído de alta frequência e de curta duração. Um segundo cuidado que tomamos para reduzir este ruído de curta duração foi fazer as leituras alguns segundos após o chaveamento, para assim esperar os relês ficarem estáveis.

Este sistema de chaveamento a base de relês, foi alimentado por uma fonte de tensão de baixo ruído. Como cada relê quando acionado consome aproximadamente 100mA, e os integrados usados na construção do sistema de chaveamento (flip-flop, inversor, etc), todos juntos consomem aproximadamente mais 100mA, o consumo total de corrente do sistema de chaveamento será aproximadamente 300mA. Por isto, a fonte de alimentação foi construída com um regulador de tensão (7805) de 5volts e 1A de capacidade, muito acima do consumo do sistema. Assim garante-se que na fonte de alimentação não exista flutuações de tensão que possam afetar as medidas quando foram acionados os relês. As medidas do efeito Hall realizadas com este sistema de chaveamento mostraram boa semelhança tanto na forma das curvas como no tamanho dos sinais Hall medidos manualmente.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTAIS

IV.1) INTRODUÇÃO

Neste capítulo apresentamos os resultados experimentais obtidos utilizando os métodos descritos anteriormente. Alguns exemplos de como certas medidas foram realizadas são apresentados em mais detalhes, para sua melhor compreensão. Definições de parâmetros e critérios adotados também são descritos. Apesar de não fazermos aqui qualquer análise ou interpretação dos resultados, procuramos chamar a atenção para algumas características e peculiaridades dos dados que posteriormente serão úteis.

IV.2) RESISTIVIDADE

Iniciamos a apresentação dos resultados pela resistividade, $\rho_{XX}(T)$, descrevendo uma vez com mais detalhes o procedimento utilizado em todas as outras medidas análogas. Para encontrar a resistividade da amostra pelo método de Van der Pauw é preciso medir as tensões geradas quando aplicamos a corrente nas duas configurações mostradas na figura 9-II. Com estes valores e as equações (38) e (39), se calcula primeiramente as resistências $R_{AB,CD}$, $R_{BC,DA}$ e usando a figura 10-II o valor da função $f(R_{AB,DC} / R_{BC,AD})$. É necessário também medir a espessura da amostra. Substituindo esses valores na equação (41) podemos calcular a resistividade, $\rho(T)$, da amostra.

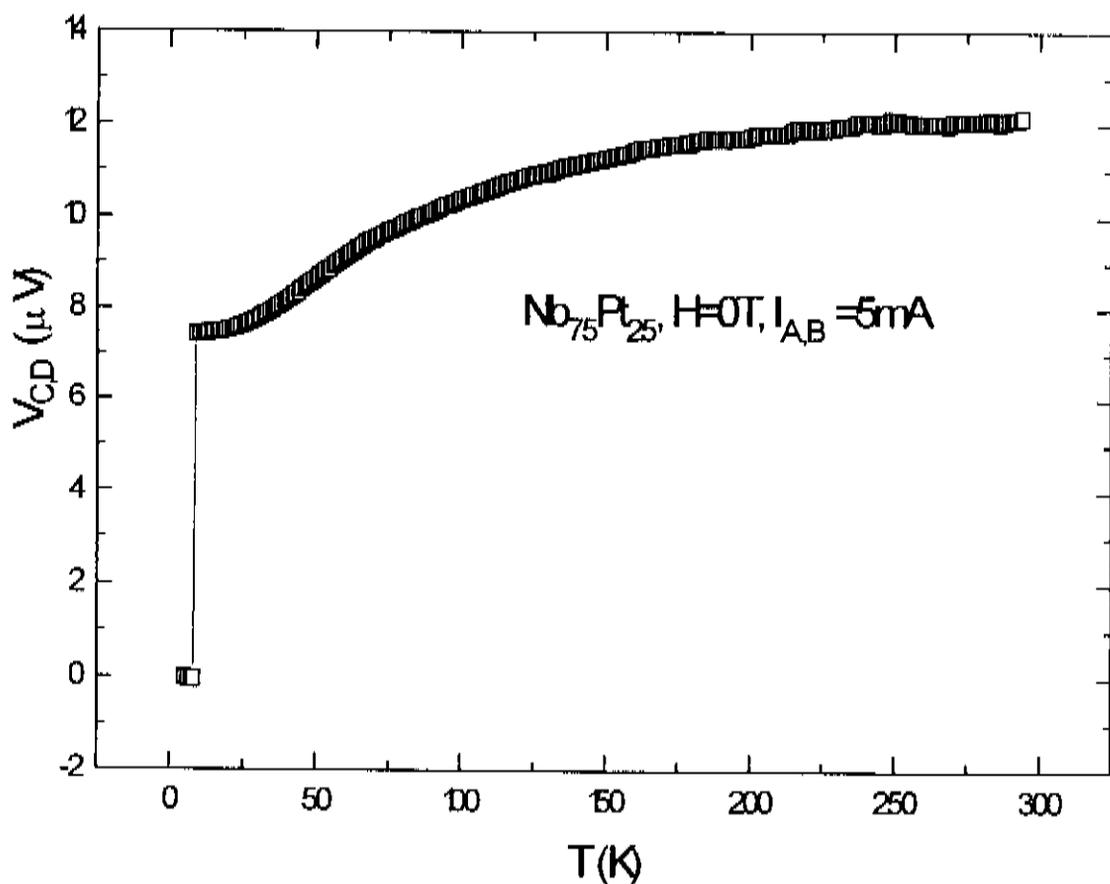


FIG. 1-IV. Voltagem entre os contatos D e C sem campo aplicado, $H=0$, em função da temperatura.

Como exemplo, mostramos na figura 1-IV os resultados de uma medida da tensão entre os contatos DC em função da temperatura, desde 6K até temperatura ambiente, 300K, usando um incremento de $\Delta T=1K$, quando aplicada uma corrente de 5 mA entre os contatos AB, e sem campo magnético externo ($H=0$).

Com estes dados calculamos $R_{AB,DC}(T) = V_{DC} / I_{AB}$. Mudando a configuração, medimos também a tensão entre os contatos AD para vários (≥ 10) valores de temperatura entre 5K e 300K, quando aplicada uma corrente de 5mA entre os contatos BC, obtendo-se assim o valor da resistência $R_{BC,AD}$ para estes valores de temperaturas. Com estes dois valores para cada temperatura encontramos a relação $R_{AB,DC} / R_{BC,AD} = 19 \pm 1$ que é constante no intervalo compreendido entre 5K e 300K. O alto valor desta relação entre as duas configurações é esperado devido a forma irregular de nossa amostra (figura 3-III).

Com este valor de $R_{AB,DC}/R_{BC,AD}$ e usando a figura 10-II encontramos o valor da função $f(R_{AB,DC}/R_{BC,AD}) = 0,60 \pm 0,01$. Este valor de f mostrou-se o mesmo para todas as outras medidas realizadas, o que foi verificado diversas vezes antes de se calcular a resistividade. O erro avaliado em f é um limite superior e inclui amplamente os desvios da fonte de corrente ($\pm 5\mu A$) e do nanovoltímetro (± 50 nV).

Usando a equação (41)

$$\rho = \left(\frac{\pi d}{\ln 2} \right) \left(\frac{R_{AB,DC} + R_{BC,AD}}{2} \right) f \left(\frac{R_{AB,DC}}{R_{BC,AD}} \right)$$

e conhecendo a espessura da amostra ($0,030 \pm 0,005$ nm), encontramos a resistividade da amostra. O erro absoluto no valor de ρ foi estimado em 10%, sendo a maior contribuição devido a incerteza na medida da espessura da amostra. O erro relativo no valor de ρ é estimado em 2%. Na figura 2-IV mostramos a dependência da resistividade com a temperatura utilizando este procedimento com os dados da figura 1-IV.

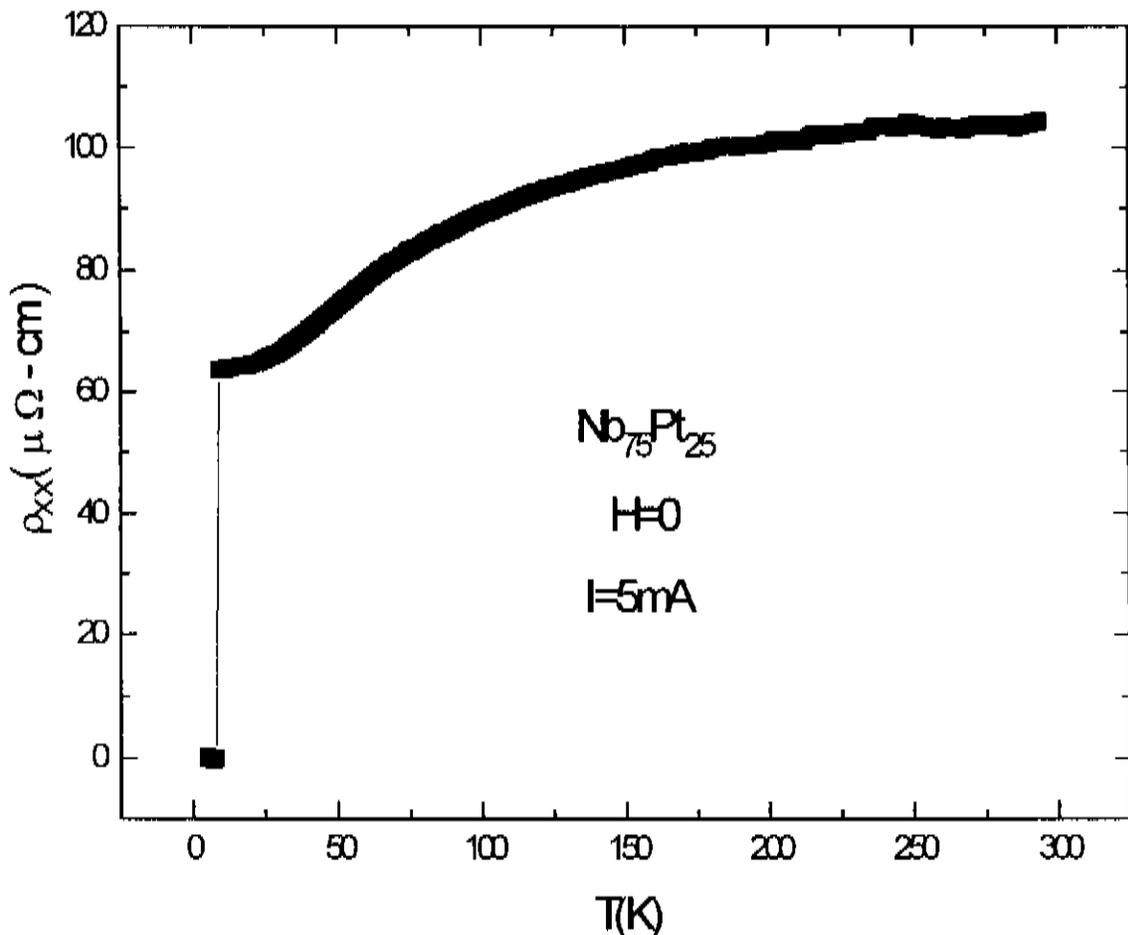


FIG. 2-IV. Resistividade do composto $\text{Nb}_{75}\text{Pt}_{25}$ em função da temperatura.

Desta figura podemos observar que ρ tende a uma saturação do seu valor a altas temperaturas ($\rho_{RT} = 104 \mu\Omega\text{-cm}$) e a resistividade residual ($\rho_0 = 64 \mu\Omega\text{-cm}$) é quase constante próximo de T_c . Este comportamento de $\rho(T)$ e os valores de ρ_{RT} e ρ_0 (Tabela 1-III) estão em bom acordo com as medidas já feitas anteriormente nesta mesma amostra pelo método de quatro pontas. (figura 2, ref.29).

Na figura 3-IV mostramos com mais detalhes a transição supercondutora. Aqui, foi aplicada uma corrente de 5 mA ($H=0$) e a medida foi realizada diminuindo a temperatura em incrementos de 0,05K. Desta figura vemos que a transição inicia em $T_c^{(onset)} = 8,8\text{K}$ com uma largura de transição $\Delta T_c \approx 0,4\text{K}$. A largura da transição foi definida como o intervalo de temperatura compreendido entre o início da transição e a temperatura em que a resistividade cai para 10^{-7} ohms-cm, ou seja $\approx 8,4\text{K}$.

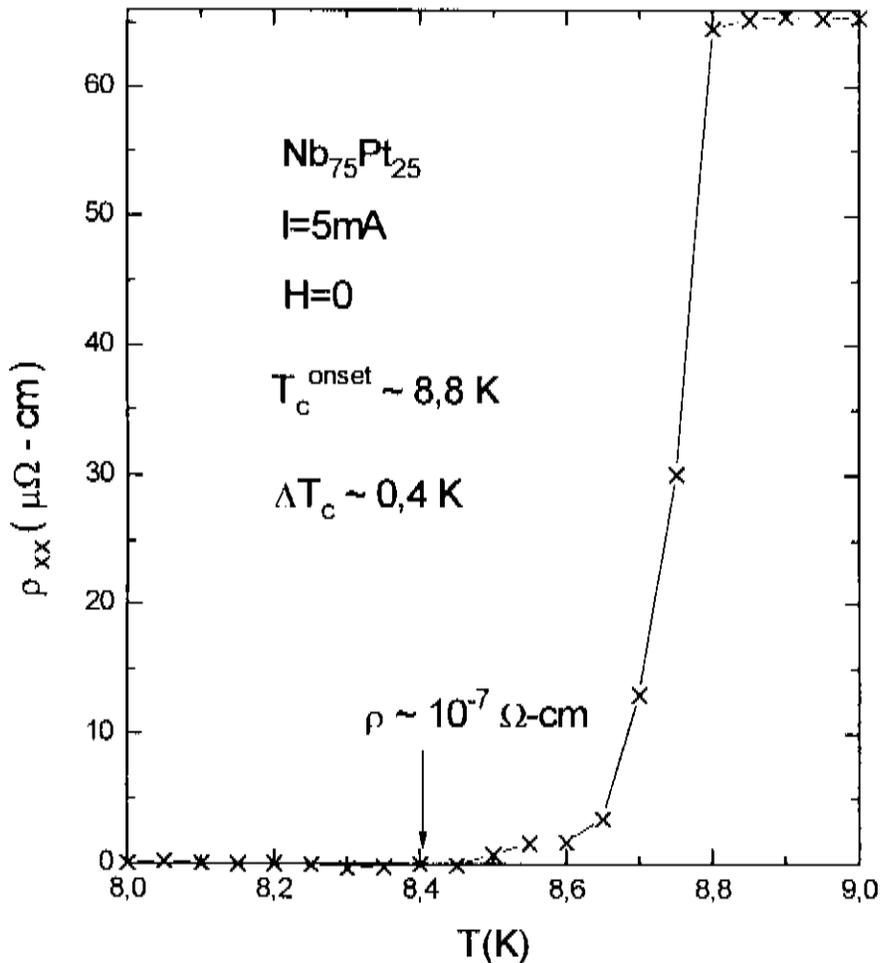


FIG. 3-IV. Resistividade em função da temperatura próximo da transição supercondutora.

Este valor de $T_c^{\text{(onset)}} = 8,8\text{K}$ está em bom acordo com o observado anteriormente para uma amostra de composição estequiométrica sem o tratamento térmico de ordenamento de baixas temperaturas que pode aumentá-lo para $\sim 11\text{K}$ ^[45]. Observamos também desta figura que para baixas temperaturas há o surgimento de um "joelho" na transição. Atribuímos este ao acoplamento intergranular que ocorre na amostra, como mostraremos mais adiante. Realizando estas medidas aquecendo ou resfriando a amostra não observamos a existência de histerese.

Na figura 4-IV mostramos alguns resultados obtidos das medidas de resistividade em função da temperatura para diferentes valores de campo magnético. Aqui podemos observar que a presença do campo magnético faz com que a transição supercondutora se desloque para baixas temperaturas sem alterar muito sua forma ou a largura da transição,

ΔT_C . Medindo com menores incrementos de temperatura ($\Delta T = 0,02K$) estas transições, observamos novamente a ocorrência de um joelho, como mostrado na figura 5-IV. A transição para o estado superconductor parece ocorrer em duas etapas, como nos materiais granulares, onde a primeira transição à altas temperaturas está associada ao surgimento da supercondutividade dos grãos e a segunda ao acoplamento Josephson intergranular.

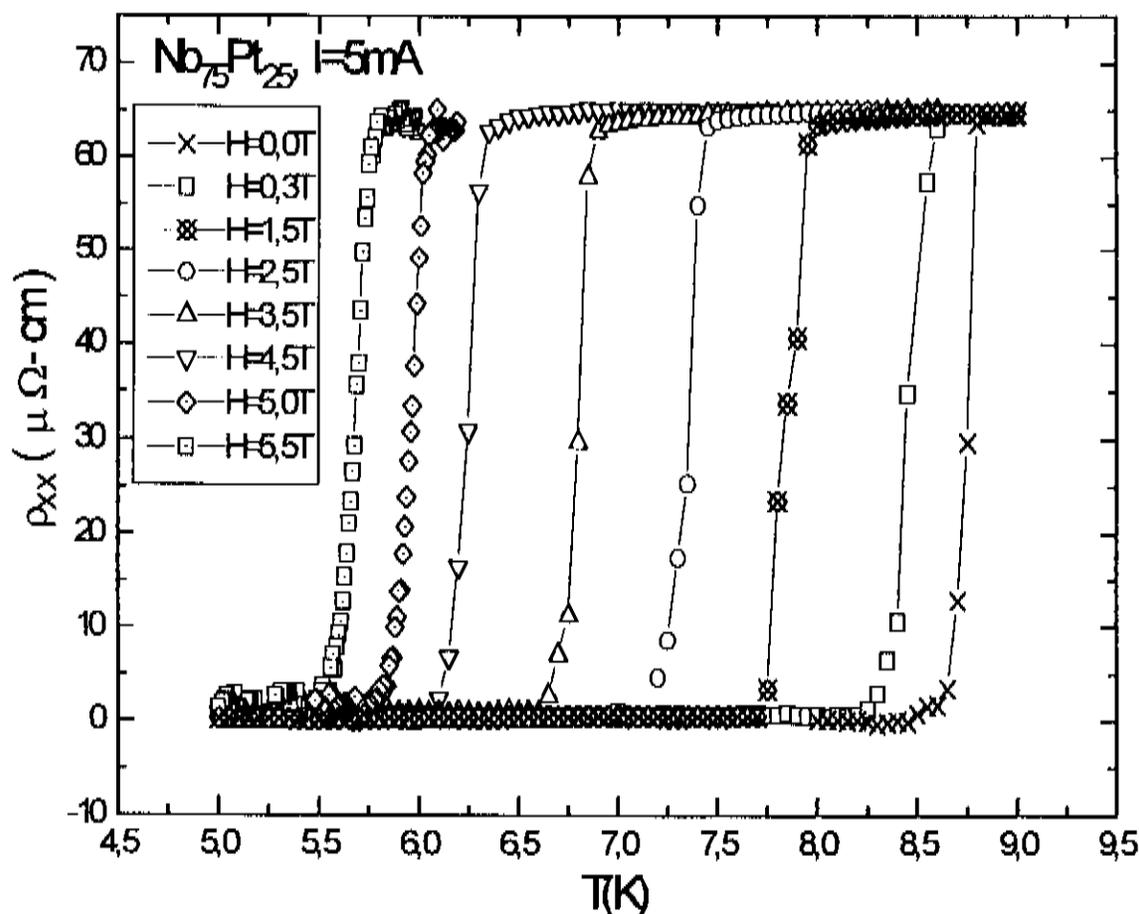


Figura 4-IV. Resistividade em função da temperatura para diferentes campos magnéticos aplicados.

Estas medidas foram feitas, em alguns casos, aumentando (ZFC) e diminuindo (FCC) a temperatura. Como observamos na figura 5-IV, no caso em que a corrente aplicada foi de 5mA e o campo de 1,5 Tesla, não houve histerese. Os círculos, foram obtidos da medida em que se diminuiu a temperatura, e os quadrados pretos, da medida em que se aumentou a temperatura.

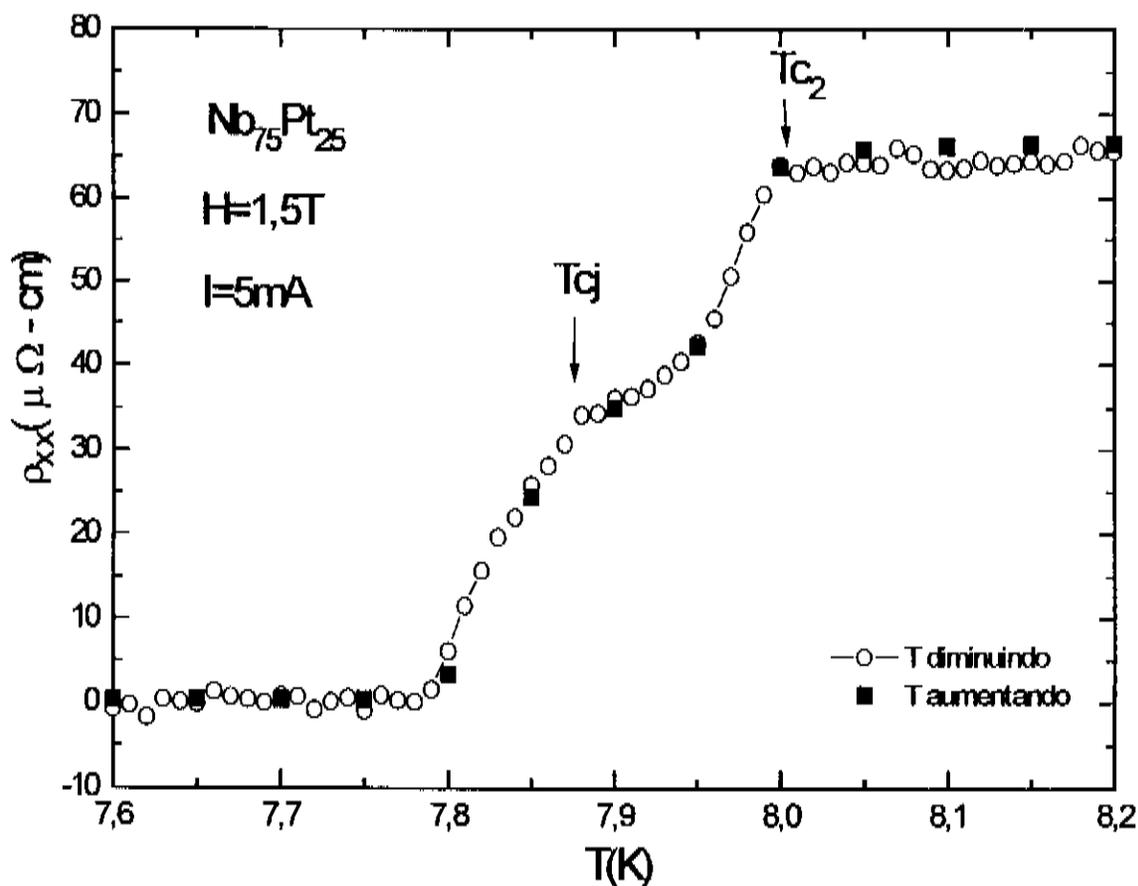


FIG. 5-IV. Resistividade em função da temperatura com campo aplicado, $H=1,5 T$.
 -○- diminuindo a temperatura, e -■- aumentando a temperatura.

Destas medidas de resistividade em função da temperatura para diferentes campos magnéticos determinamos a temperatura em que se inicia a supercondutividade, T_{c2} , e onde começa o acoplamento Josephson, T_{cj} . Para melhor determinar estas temperaturas, utilizamos a derivada da resistividade em relação a temperatura na região da transição. A figura 6-IV mostra uma destas curvas ($H= 1,5 T$, a mesma da fig. 5-IV), e o critério adotado para determinar T_{c2} e T_{cj} .

Nesta curva, observamos dois picos e entre eles um mínimo que adotamos como o valor de T_{cj} . Após estes picos, à altas temperaturas, quando a função começa a ficar constante, encontramos o valor de T_{c2} , que corresponde ao campo crítico superior, H_{c2} .

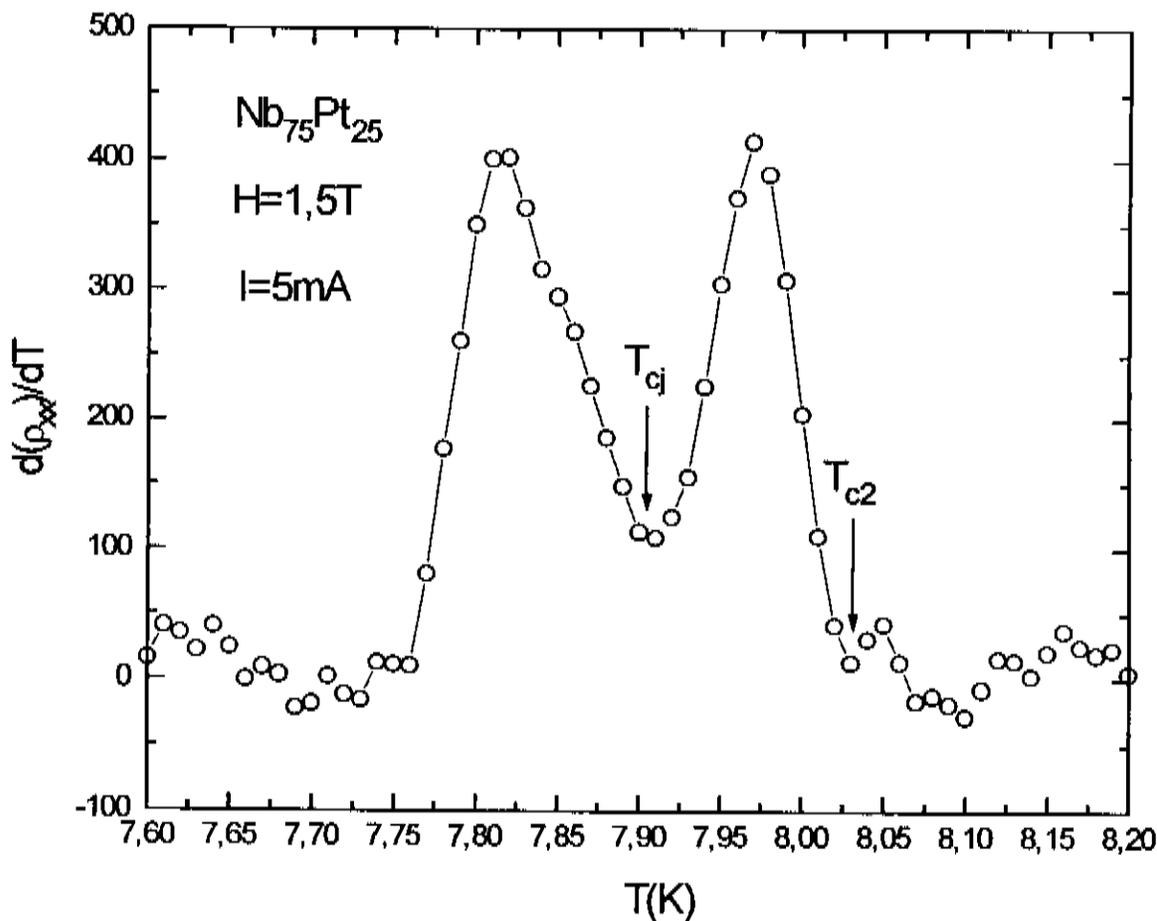


Figura 6-IV. Derivada da resistividade em função da temperatura com campo magnético aplicado, $H=1,5 T$.

Se esta amostra tem de fato uma natureza granular, suas curvas de resistividade em função da temperatura devem apresentar um "tail" que depende do valor da corrente de transporte aplicada e também a transição à altas temperaturas, associada a supercondutividade dos grãos, deve ser independente da corrente de transporte, desde que esta seja menor que a corrente crítica dos grãos. Fizemos algumas medidas de $\rho(T)$ para diferentes valores de corrente de transporte e de fato observamos este comportamento.

Na figura 7-IV mostramos uma destas medidas para dois valores da corrente de transporte (5mA e 20mA), quando temos aplicado um campo magnético de 5T. Aqui podemos observar claramente que à altas temperaturas as duas curvas coincidem mas à baixas temperaturas há um "tail" que se estende até mais baixas temperaturas quanto

maior fôr a corrente de transporte aplicada. Destas medidas com diferentes correntes podemos também determinar T_{cj} , a temperatura em que se inicia o acoplamento intergranular. Como mostramos na figura 7-IV, T_{cj} é a temperatura onde começam a se separar as curvas de resistividade para diferentes correntes de transporte. Como veremos mais adiante neste capítulo, estes valores de T_{cj} estão em bom acordo com aqueles obtidos usando a derivada da resistividade (fig. 6-IV).

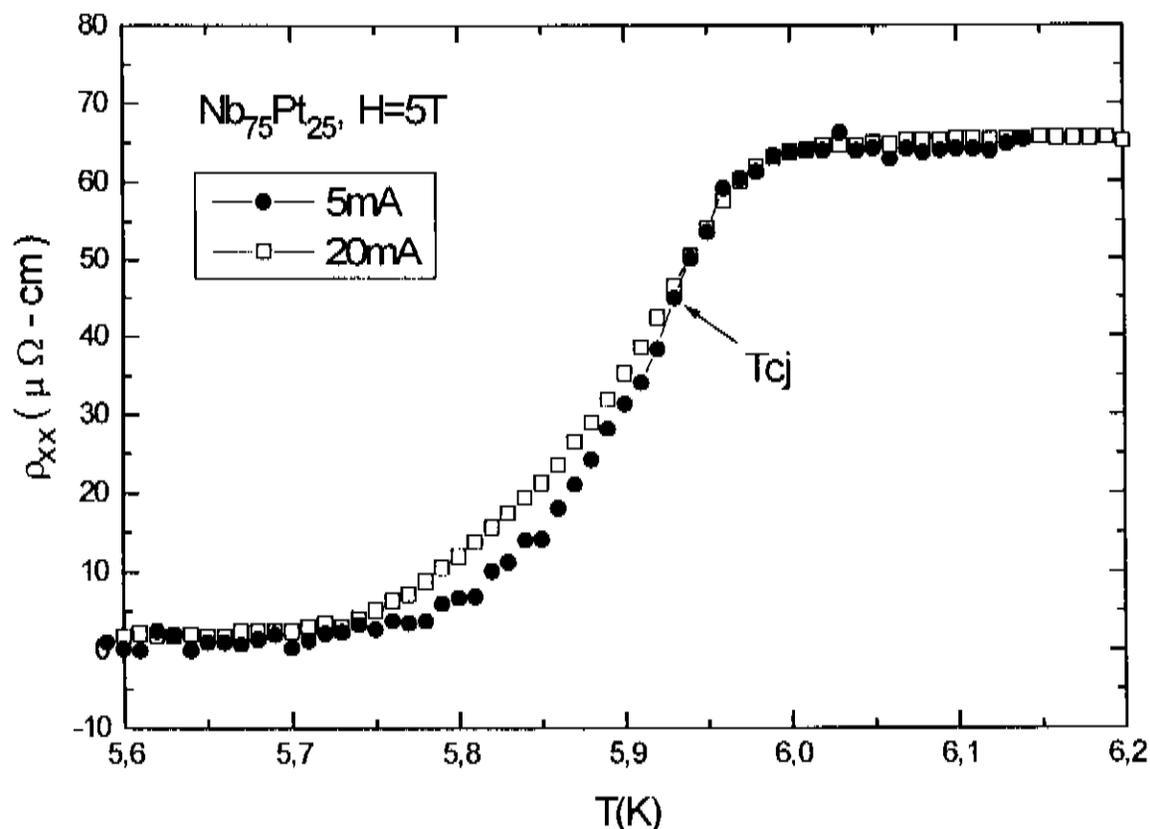


FIG. 7-IV. Resistividade em função da temperatura com campo aplicado, $H=5\text{T}$, para diferentes valores de corrente de transporte aplicada

IV.3) MAGNETO-RESISTIVIDADE

A magneto-resistividade é a alteração da resistividade de um material devido a presença de um campo magnético. Na figura 8-IV, mostramos algumas medidas da magneto-resistividade para diferentes temperaturas em nossa amostra. Aqui podemos observar que nestas medidas também se forma um joelho durante a transição, como foi observado nas medidas de resistividade com campo magnético constante, figura 5-IV.

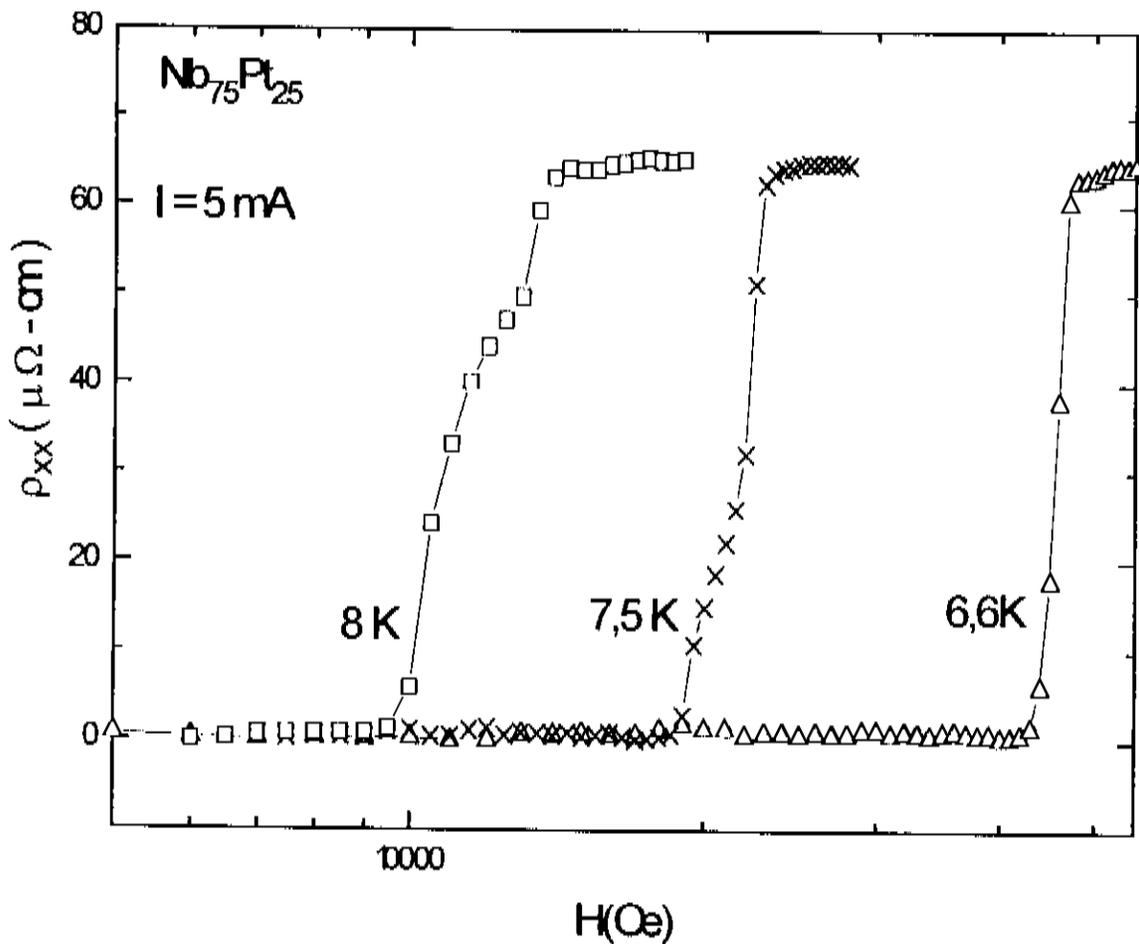


FIG. 8-IV. Magneto-resistividade para diferentes temperaturas constantes.

Utilizando um procedimento análogo ao anterior, ou seja, encontrando a derivada da magneto-resistividade em relação ao campo magnético, podemos novamente determinar o campo crítico superior, H_{c2} , e o campo em que se inicia o acoplamento intergranular, H_{cj} . Na figura 9-IV, mostramos estas curvas para algumas temperaturas e o critério adotado para determinar os campos H_{c2} e H_{cj} . Estes valores estão em bom acordo com os determinados anteriormente das medidas de $\rho(T)$ para diferentes campos e correntes de transporte.

Realizamos também medidas de magneto-resistividade nesta amostra tanto aumentando como diminuindo o campo magnético aplicado, e não se observou nenhuma histerese.

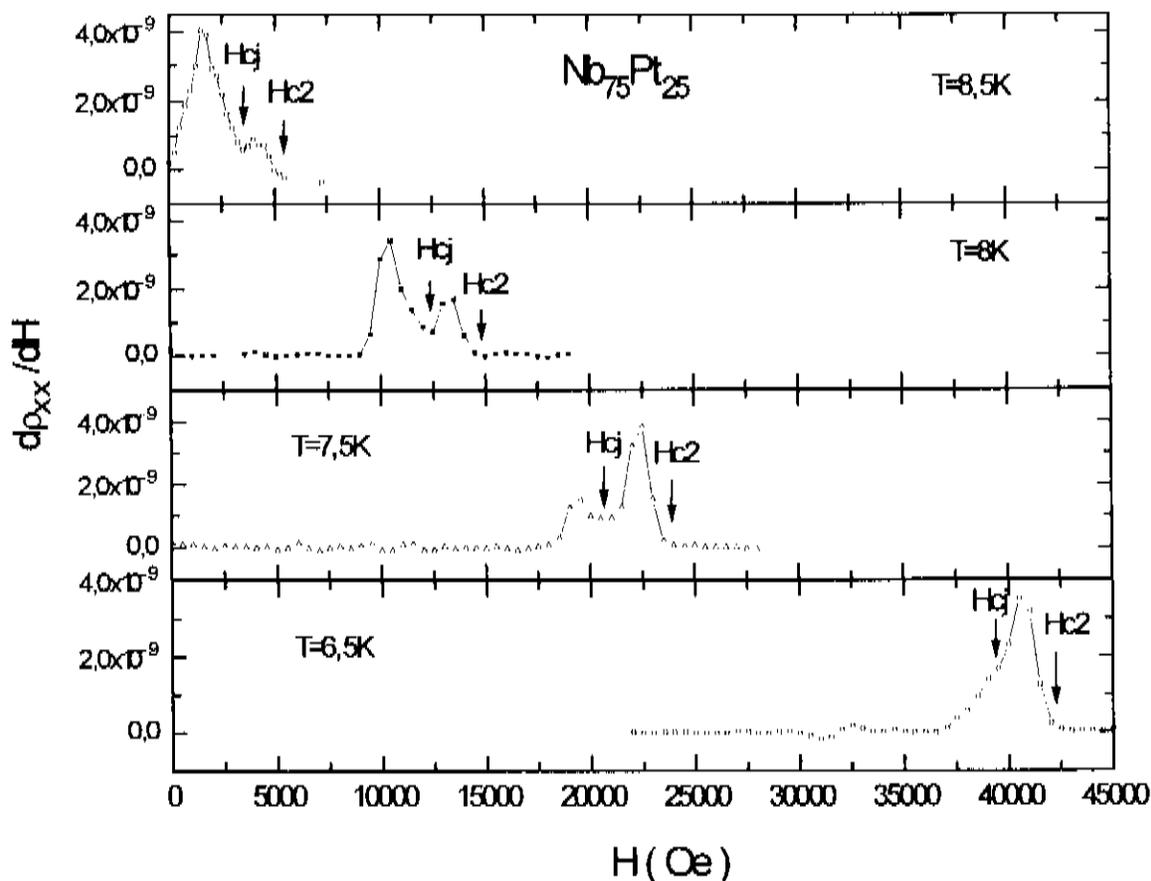


FIG. 9-IV. Derivada da magneto-resistividade em função do campo aplicado para diferentes temperaturas.

IV.4) MAGNETIZAÇÃO

As medidas de magnetização realizadas no outro pedaço desta mesma amostra, foram feitas com a finalidade de determinar a região reversível do plano H vs T desta amostra. Para isto, determinamos a linha de irreversibilidade (H_l) utilizando medidas de magnetização em função do campo magnético externo.

A magnetização foi medida aumentando o campo magnético aplicado para depois voltar diminuindo pelos mesmos valores de campo. A parte em que ambas as curvas se superpõem (aumentando e diminuindo), é a chamada região reversível e a partir do momento em que elas se separam é a chamada região de irreversibilidade. O ponto em que as curvas se separam ($\Delta M/M \approx 1\%$) é o ponto que define o valor de H_j . Na figura 10-IV

mostramos uma destas medidas de magnetização vs. campo magnético aplicado ($T=7,0\text{K}$). Com estas medidas, para temperaturas diferentes, determinamos a linha de irreversibilidade, que separa a região reversível da região irreversível no plano H vs. T .

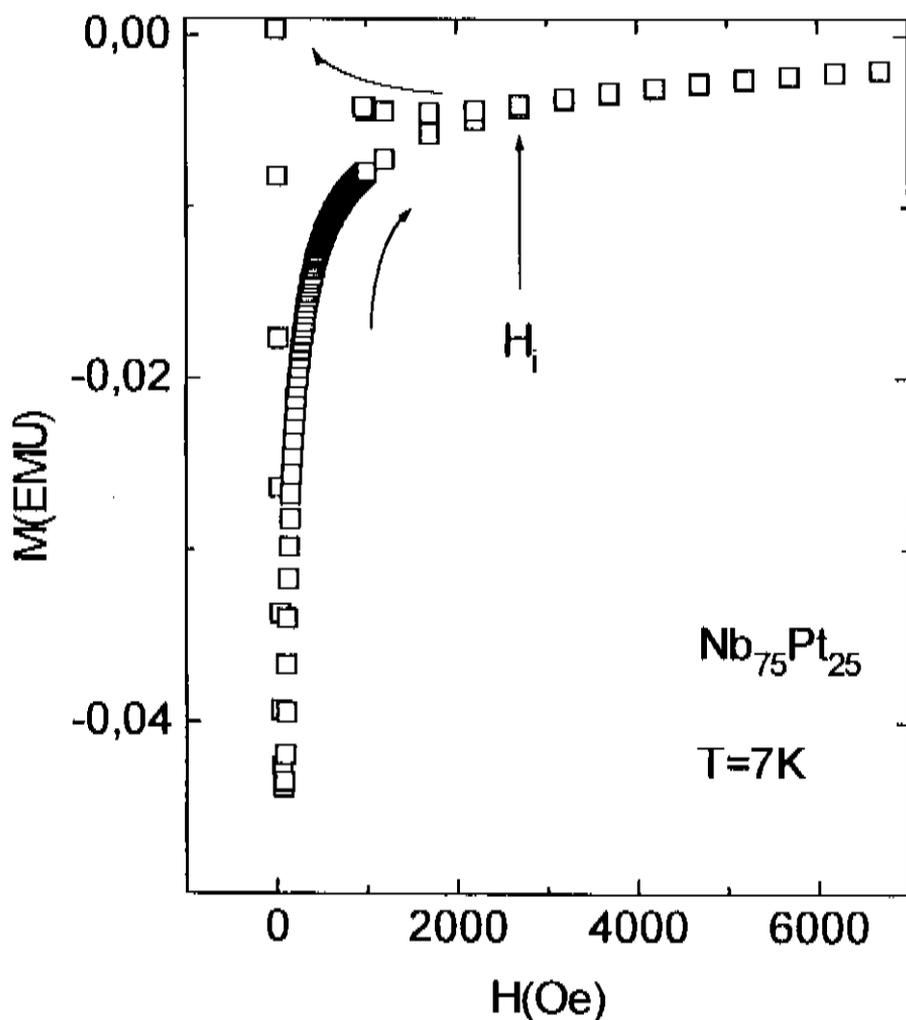


FIG. 10 -IV. Magnetização vs campo magnético aplicado.

Na figura 11-IV mostramos uma medida da magnetização em função da temperatura com ZFC e FCC para $H=1,5$ T. Desta figura podemos observar a reversibilidade da magnetização nesta região de temperatura e a ausência de qualquer inflexão na curva de magnetização onde havíamos observado a formação de um joelho nas medidas de resistividade e magneto-resistividade. Isto porque as correntes induzidas aqui pelo campo magnético fluem pelos grãos.

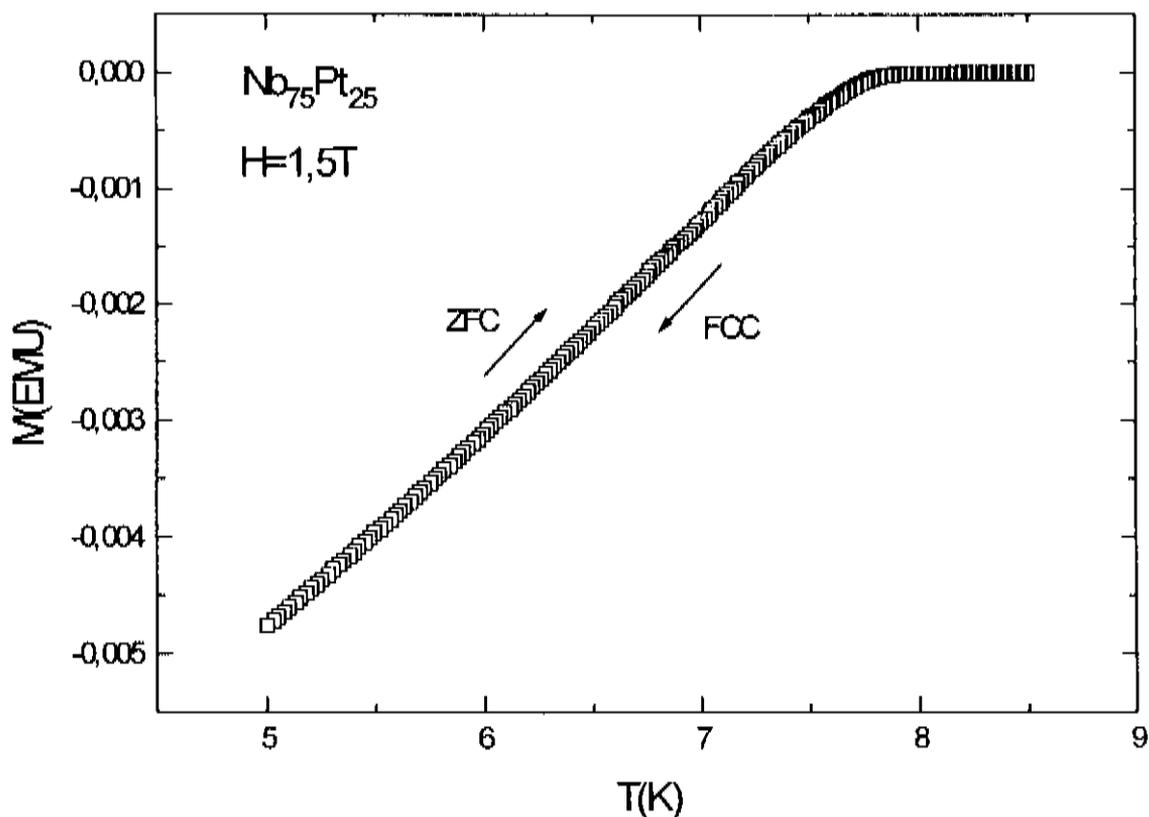


Figura 11-IV. Magnetização vs. temperatura. As setas indicam a direção em que variamos a temperatura.

IV.5) PLANO II vs. T

Com as medidas de resistividade $\rho(T)$, magneto-resistividade $\rho(H)$ e magnetização $M(H)$, construímos o plano $HvsT$ desta amostra. Na figura 12-IV apresentamos todos estes resultados. A linha de irreversibilidade (II.), como já mencionamos, foi obtida das medidas de magnetização em função do campo magnético $M(H)$ e forma uma ampla região reversível no plano $HvsT$, semelhante ou mesmo maior que alguns supercondutores de alta temperatura. A linha $H_{c2}(T)$ que separa o estado normal do estado supercondutor foi obtida das medidas de $\rho(T)$ e $\rho(H)$ utilizando as derivadas destas curvas como definimos anteriormente. Valores de $H_{c2}(T)$ também poderiam ser obtidos das medidas de magnetização. Como o nosso objetivo principal aqui foi o de verificar o plano $HvsT$ para

confrontá-lo com os resultados das medidas de efeito Hall, que é feita com corrente de transporte, optamos por usar somente os valores de $H_{C2}(T)$ determinados por medidas de transporte. Notamos algumas vezes uma pequena diferença entre H_{C2} determinado por medidas de magnetização ($T_{C2,M}$) e por resistividade ($T_{C2,\rho}$), $T_{C2,M} < T_{C2,\rho}$, cuja origem não compreendemos claramente. Na figura 12-IV do plano H vs T também incluímos os pontos T_{cj} , quando se inicia o acoplamento intergranular, determinados das medidas de $\rho(T)$ para diferentes campos e correntes e $\rho(H)$. A linha formada por estes pontos, apesar de não ter um significado próprio em termos de um diagrama de fases do plano H vs T , será útil para compreendermos alguns resultados das medidas de efeito Hall nesta amostra, pois é nesta região que este ocorre.

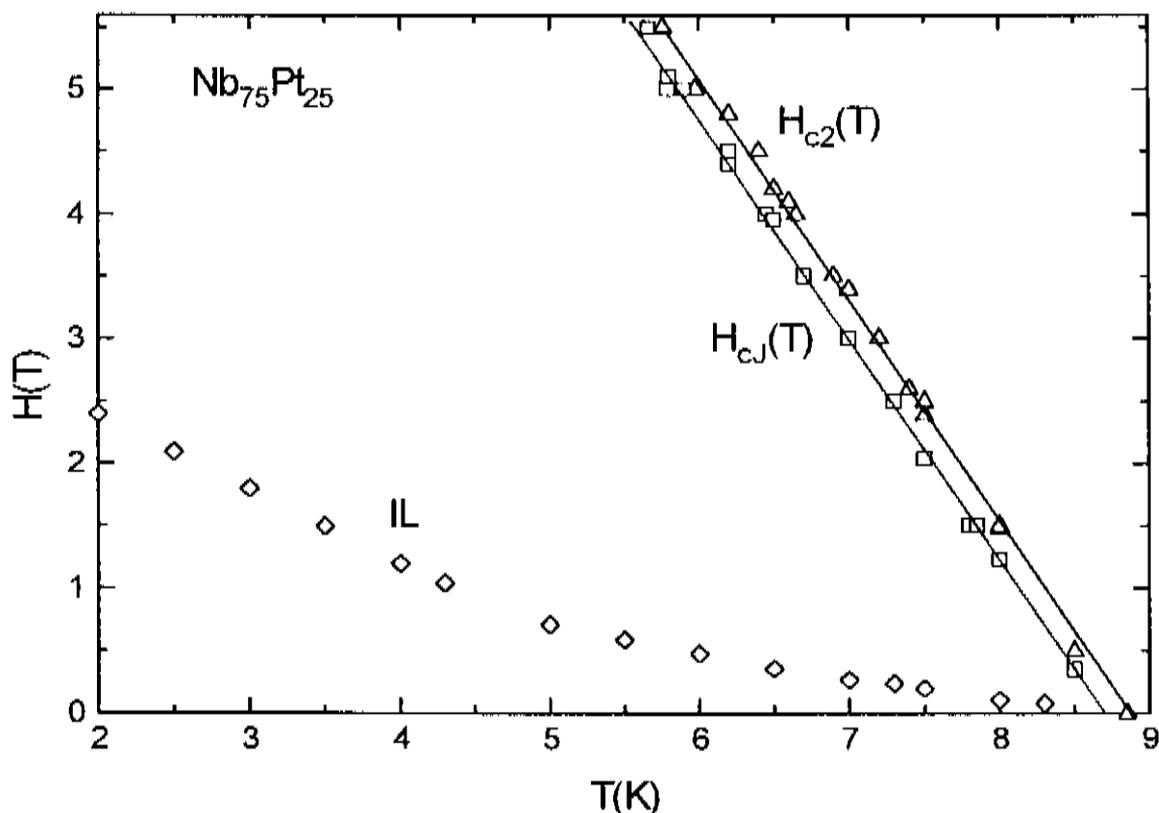


Figura 12-IV. Plano H vs. T do composto $Nb_{75}Pt_{25}$.

As duas retas ($H_{C2}(T)$ e $H_{Cj}(T)$) desta figura 12-IV foram traçadas apenas para ressaltar a separação entre estes dois valores e mostrar o deslocamento paralelo de $H_{Cj}(T)$ para baixos campos e temperaturas em relação a $H_{C2}(T)$.

IV.6) EFEITO HALL

Antes de apresentar as medidas do sinal Hall no Nb-Pt, apresentaremos a calibração de nosso sistema de medidas. Para isto, medimos o efeito Hall no composto semiconductor GaSb, amostra já bem caracterizada^[50], que usamos como amostra padrão, a qual possui portadores tipo p (buracos). Medimos o efeito Hall nesta amostra por ambos os métodos de medida, Van der Pauw convencional e Van der Pauw com ciclagem dos contatos, usando para isto diferentes combinações de corrente, tensão e campo magnético. Vamos iniciar descrevendo os resultados com o método de Van der Pauw convencional. Para encontrar o sinal Hall, pelo método de Van der Pauw convencional, aplicamos a corrente ($I=10\text{mA}$) por uma das diagonais (D1), e medimos a tensão na outra diagonal $V_1(H)$, para $H=0,5\text{T}$ e $T=300\text{K}$. Invertemos o campo ($H=-0,5\text{T}$) e medimos a tensão $V_1(-H)$. Desses dados, calculamos a voltagem Hall da amostra por $V_H=[V_1(H) - V_1(-H)] \times 0,5$, para este valor de temperatura. Diminuimos a temperatura com um incremento de $\Delta T=20\text{K}$ e repetimos o mesmo procedimento até atingir 30K. Medimos também a voltagem Hall aplicando a corrente pela outra diagonal (D2) e medimos a tensão $V_2(H)$, para $H=0,5\text{T}$ e $T=300\text{K}$. Invertemos o campo e medimos $V_2(-H)$, para todas as mesmas temperaturas do caso anterior. Desses dados calculamos novamente a voltagem de Hall, $V_H=[V_2(H)-V_2(-H)] \times 0,5$. Os números usados como sub-índice (1 ou 2), indicam a configuração que foi usada durante cada medida. Na figura 13a-IV mostramos os resultados $V_H(T)$ destas duas séries de medidas, usando as duas diagonais da amostra. Nesta figura mostramos os resultados só até 60K para poder ampliar mais o gráfico, mas é claro o comportamento exponencial de $n=n_0 \exp[-U/kT]$. Como era de se esperar, o sinal Hall independe da diagonal utilizada no método de Van der Pauw convencional. Cabe aqui chamar a atenção para o fato de que quando compararmos estas duas séries de medidas devemos levar em consideração o princípio de simetria de Onsager, ou seja, que $V_1(H) - V_2(-H)$ e $V_1(-H) - V_2(H)$.

Medimos também a voltagem Hall pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos. Mantivemos o campo constante, $H=0,5\text{T}$, durante toda a medida. Aplicamos a corrente ($I=10\text{mA}$) na mesma diagonal (D1) acima, e medimos a tensão $V_1(H)$ na outra diagonal. Ciclamos os contatos no sentido horário, ou seja, aplicamos a corrente na outra diagonal (D2), e medimos a tensão $V_2(H)$ na outra diagonal. Desses dados calculamos a voltagem Hall, $V_H=[V_1(H)-V_2(H)] \times 0,5\text{T}$. Isto foi feito para as mesmas

temperaturas que no método de Van der Pauw convencional. Na figura 13b-IV, mostramos os resultados $V_H(T)$ desta série de medidas com ciclagem e campo fixo ($H=0,5T$), e também as duas séries anteriores usando o método de Van der Pauw convencional. Da figura podemos observar, como esperado, que estas três séries de medidas dão essencialmente o mesmo resultado. Para verificar, ainda mais a validade deste método, medimos também a voltagem Hall com campo invertido, ou seja, $H=-0,5T$, obtendo-se a voltagem Hall da expressão, $V_H = [V_1(-H) - V_2(-H)] \times 0,5$, para as mesmas temperaturas anteriores.

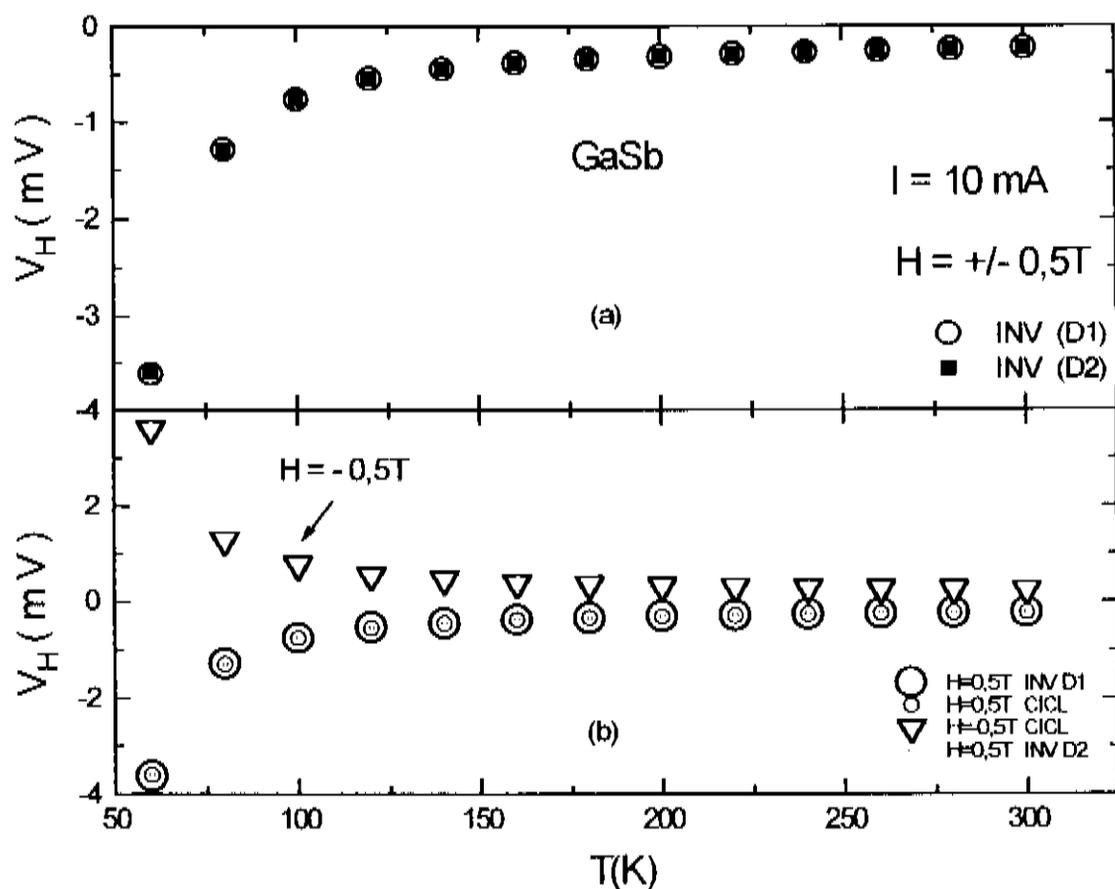


Figura 13a e b-IV. Medida do efeito Hall no semiconductor GaSb (tipo p) usando o método de Van der Pauw convencional e com ciclagem dos contatos.

Na figura 13b-IV, mostramos também os resultados $V_H(T)$ desta série de medidas com ciclagem e campo invertido fixo ($H=-0,5T$). Como podemos observar da figura 13b-IV, com a ciclagem para campos opostos a voltagem Hall é simetricamente oposta. Para entendermos porque isto ocorre, montamos um esquema na figura 14-IV onde apresentamos o método da ciclagem para as duas orientações de campo. Na figura 14-IV,

podemos ver que o sinal Hall depende do campo aplicado, ou seja, se para H positivo a voltagem Hall é digamos positiva, $V_H^+ = V_H > 0$, quando inverte-se o campo magnético o sinal Hall será negativo, $V_H^- = -V_H$.

Então com estas medidas iniciais, no semiconductor de GaSb padrão (dopado tipo p), já conseguimos mostrar um de nossos objetivos principais. O de que o sistema que construímos é capaz de medir de modo eficaz o efeito Hall tanto pelo método de Van der Pauw convencional como com ciclagem dos contatos. Como sub-produto deste teste com uma amostra padrão, mostramos, mais uma vez, que estes dois métodos são equivalentes quanto a seus resultados e também as vantagens do método da ciclagem, pela simplicidade e rapidez da medida.

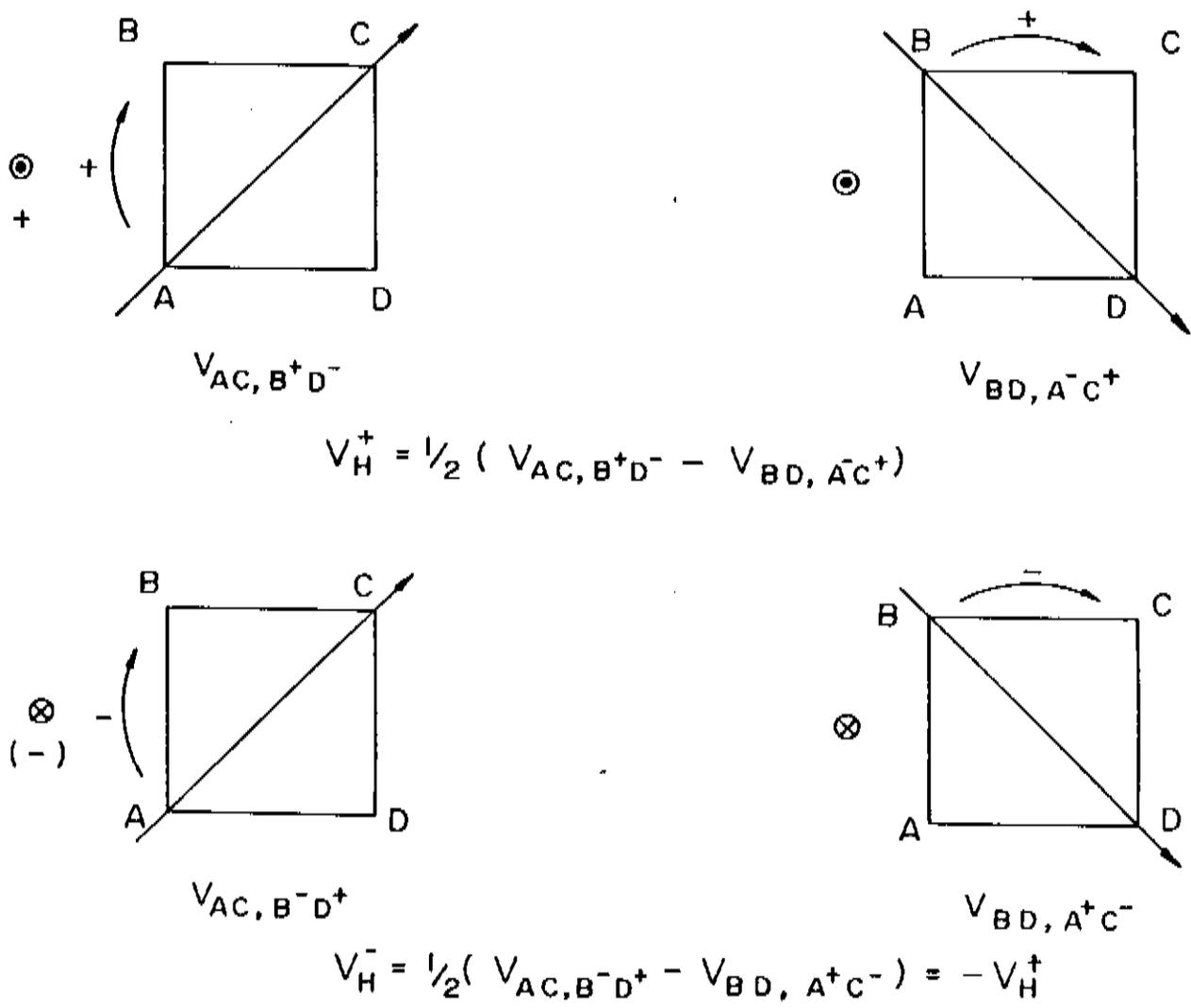


Figura 14-IV. Esquema usando o método da ciclagem para as duas orientações de campo.

Estas medidas com uma amostra padrão também serviram para calibrarmos nosso sistema quanto a natureza dos portadores de carga. Agora podemos identificar os portadores de qualquer material. Para isto, colocamos o novo material no lugar da amostra padrão (tipo p), com a mesma fiação e por exemplo, com o campo magnético que chamamos de positivo (p.ex., $H=1T$) e verificamos o sinal da voltagem Hall resultante. Se esta fôr negativa (a mesma que nosso padrão para esta configuração) podemos afirmar que os portadores de carga deste material são buracos (o mesmo de nosso padrão, tipo p), e se fôr positiva temos elétrons, como é o caso de nossa amostra de Nb-Pt como veremos a seguir.

IV.6.a) MÉTODO DE VAN DER PAUW CONVENCIONAL

Para realizar as medidas do efeito Hall com o método de Van der Pauw convencional colocamos nossa amostra de Nb-Pt no lugar do padrão GaSb. Na figura 15-IV mostramos a medida do sinal Hall por este método com inversão de campo, para uma configuração. Esta configuração, consiste em ter a corrente elétrica através de uma diagonal (D1), formada por dois contatos opostos entre si, e medir a tensão gerada nos dois contatos restantes, $V_1(H)$, na presença do campo magnético positivo ($H=5T$). A seguir, invertemos o campo magnético mantendo-se a corrente aplicada na mesma direção, e medimos a tensão gerada, $V_1(-H)$. Para obter a voltagem Hall, faz-se a semi-diferença dessas duas medidas, ou seja, $V_H = [V_1(H) - V_1(-H)] \times 0,5$. Da figura 15-IV vemos que no estado normal a voltagem Hall é bem pequena ($\sim 50nV$). Apesar de pequeno, o sinal é positivo, ou seja, os portadores de carga são elétrons como esperado para um composto intermetálico. No estado supercondutor ($T < T_c$), observamos a ocorrência de um máximo na voltagem Hall ($\sim 300nV$) em torno de $T \sim 5,86K$, seguido de um rápido decréscimo do sinal para temperaturas menores $\sim 5,80K$. Para verificar se o sinal que estamos medindo no estado supercondutor é de fato um sinal Hall, decidimos fazer esta mesma medida utilizando outra configuração, ou seja, a outra diagonal. Esta segunda configuração, consiste em aplicar a corrente elétrica pela outra diagonal (D2), ou seja, através dos contatos que na primeira configuração serviram de contatos de tensão, e medir a tensão gerada, $V_2(H)$, na presença do campo magnético positivo ($H=5T$), nos contatos restantes. Inverte-se o campo aplicado mantendo-se a corrente na mesma direção, e medimos novamente a tensão, $V_2(-H)$. Para obter a voltagem Hall, faz-se, como no caso anterior, a semi-diferença dessas duas medidas, ou seja, $V_H = [V_2(H) -$

$V_H(-H)] \times 0,5$. Nestas medidas, aplicamos uma corrente elétrica de 20 mA. O incremento na temperatura foi de $\Delta T = 0,02$ K. As medidas seguiram o procedimento detalhado no capítulo III. Na figura 16-IV, mostramos os resultados destas medidas junto com as anteriores.

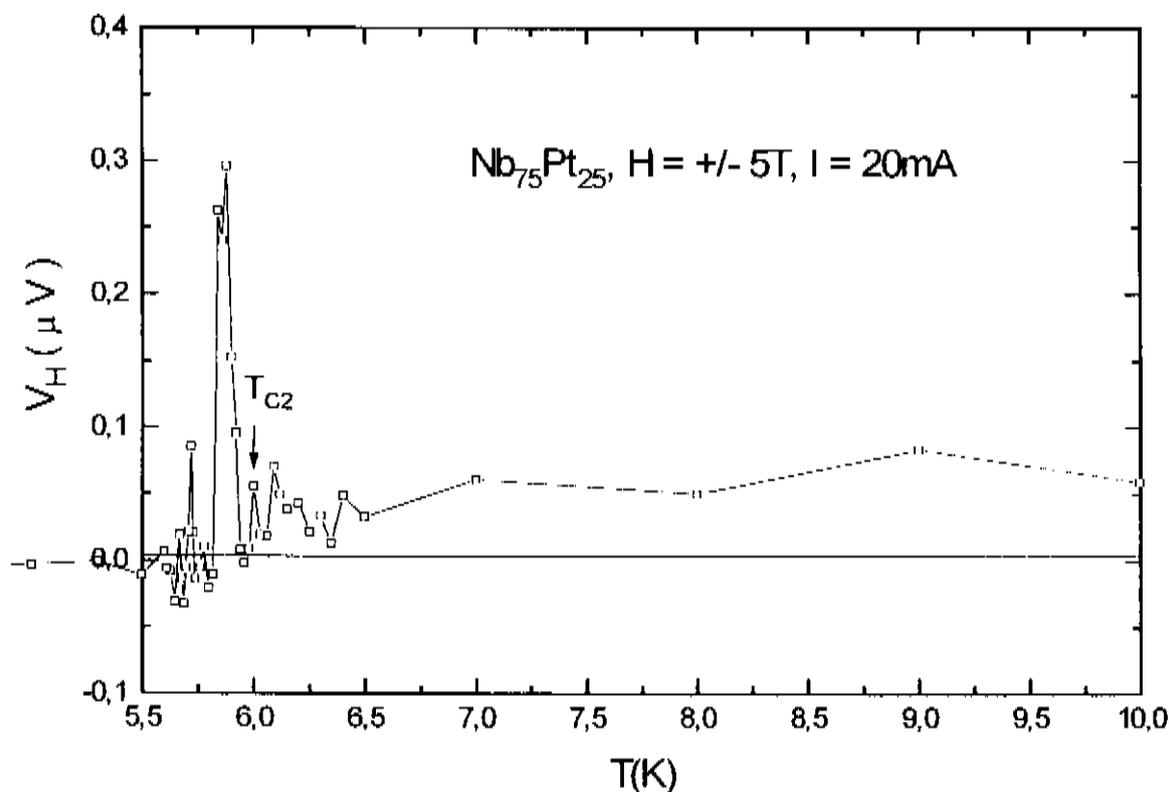


Figura 15-IV. V_H obtida pelo método convencional. No estado normal do Nb-Pt, se observa que o sinal é positivo ($\sim 50nV$), ou seja, os portadores são elétrons.

Aqui podemos observar, que no estado normal ($T > 6K$), a voltagem Hall é sempre positiva, para ambas as configurações. Portanto, no estado normal os portadores de carga no Nb-Pt são de fato elétrons, e o sinal medido é um sinal de Hall pois independe da configuração utilizada. Por outro lado, no estado supercondutor, ($T < 6K$), se observa um mínimo de ~ 300 nV na intensidade do sinal, próximo de $T = 5,87K$, para esta configuração onde antes tínhamos um máximo. Para temperaturas menores que $\sim 5,7K$, os dois sinais praticamente se anulam. Este comportamento peculiar, com sinais opostos e quase simétricos, no estado supercondutor não corresponde ao esperado para uma resposta de efeito Hall da amostra. Portanto, no estado supercondutor o sinal medido com o método de Van der Pauw convencional não corresponde a um efeito Hall.

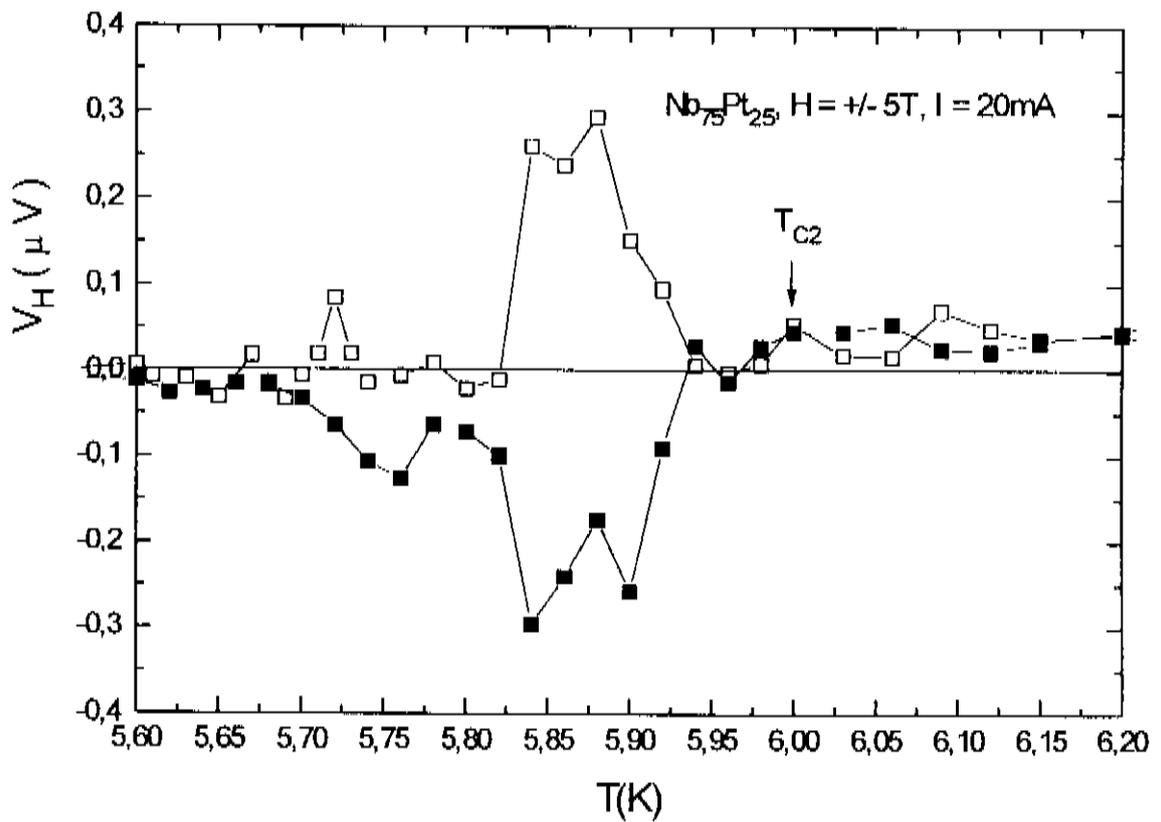


FIG. 16-IV. Medida do efeito Hall com o método de Van der Pauw convencional, usando duas configurações, $H = \pm 5$ Tesla.

IV.6.b) MÉTODO DE VAN DER PAUW COM CICLAGEM DOS CONTATOS

As medidas do efeito Hall com o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos foram feitas com a amostra de Nb-Pt nas mesmas condições que o método de Van der Pauw convencional. Na figura 17-IV, mostramos duas séries de medidas do sinal Hall usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos (sem inversão de campo). Estas medidas foram obtidas para campos magnéticos opostos ($H = \pm 5T$). Para fazer estas medidas, em primeiro lugar fixamos o sistema numa temperatura acima do estado superconductor. Aplicamos o campo magnético positivo ($H = 5T$) e o mantivemos fixo durante toda a medição. Aplicamos a corrente (20 mA) através de uma das diagonais, (D1), e medimos a tensão, $V_1(H)$, entre os contatos restantes. Ciclamos os contatos no sentido horário de maneira que a corrente seja aplicada pela outra diagonal,

(D2), e medimos a tensão $V_2(H)$, entre os contatos restantes. Para obter o sinal Hall, subtraímos as duas tensões assim medidas e o resultado o dividimos por dois, $V_H(H) = [V_1(H) - V_2(H)] \times 0,5$. A outra série de medidas foi feita do mesmo modo mas com o campo magnético negativo ($H = -5T$).

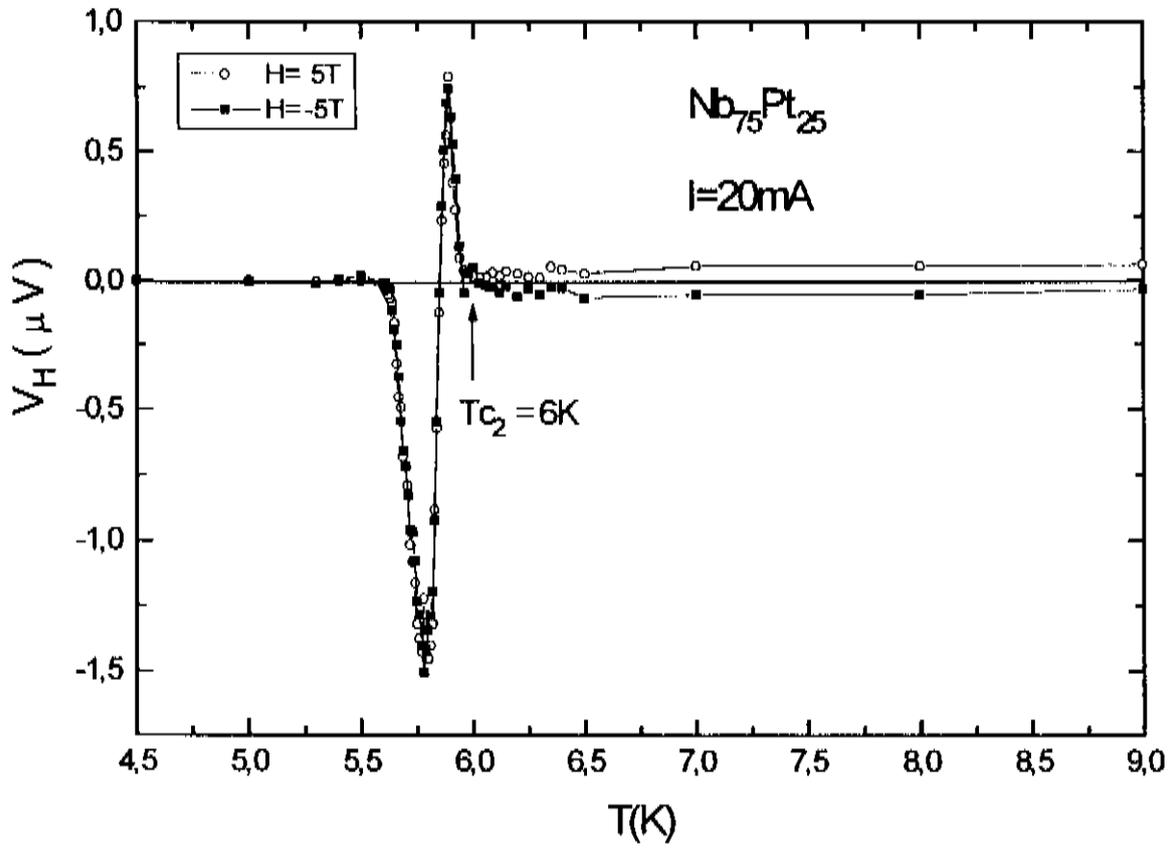


Figura 17-IV. Medida do efeito Hall no Nb-Pt usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos para campos magnéticos opostos.

Para $H=5T$, podemos observar na figura 17-IV que no estado normal ($T > 6K$), a voltagem Hall tem um sinal positivo, como obtido pelo método de Van der Pauw convencional. Confirmando, portanto, que os portadores de carga são elétrons. Como já mostramos anteriormente, se este sinal no estado normal é de fato devido a um efeito Hall, este deve trocar sua polaridade quando invertemos o sentido do campo magnético. Na figura 17-IV, mostramos na outra série de medidas ($H=-5T$) que isto de fato ocorre, ou seja, a voltagem Hall passa a ser negativa com $H=-5T$. Confirmando, mais uma vez, que no estado normal temos um efeito Hall.

No estado supercondutor ($T < 6K$) observamos novamente um comportamento peculiar do sinal Hall, mas diferente que com o método de Van der Pauw convencional.

Este apresenta um pico no sinal ($\sim 800\text{nV}$) para $T=5,88\text{K}$ seguido de uma inversão de sinal com um profundo mínimo ($\sim 1500\text{nV}$) para $T=5,78\text{K}$ e depois, para menores temperaturas, o sinal praticamente se anula. Com a inversão do campo magnético não ocorre a inversão de sinal esperada para um efeito Hall, mas há uma quase superposição do sinal destas duas medidas. Donde, concluímos novamente que no estado supercondutor com o método de ciclagem também não temos a ocorrência de um efeito Hall. Isto de certa forma era de se esperar, já que com o método convencional também não tínhamos um efeito Hall no estado supercondutor desta amostra.

Estas medidas com ciclagem também foram feitas para outros valores de campo magnético ($H=\pm 4\text{T}$ e $\pm 3\text{T}$). Na figura 18-IV mostramos estes resultados para $H=5\text{T}$, 4T e 3T .

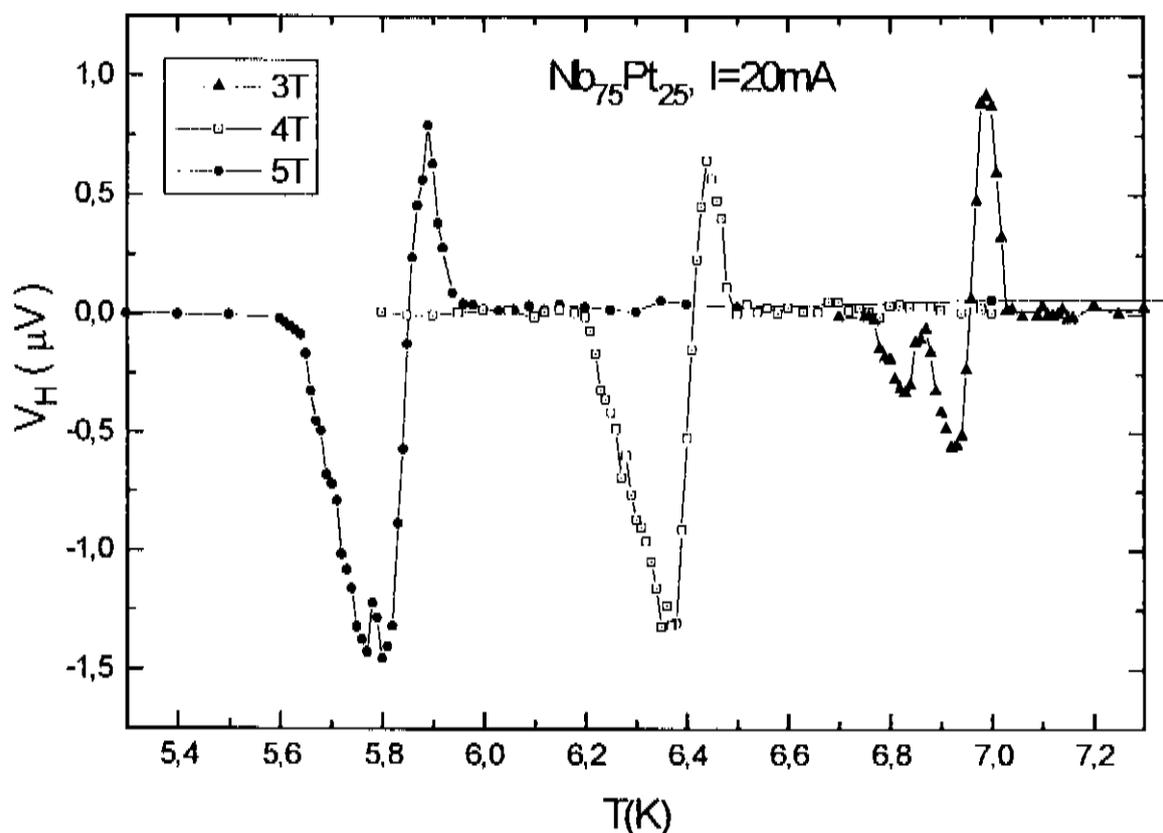


FIG. 18-IV. Medida do sinal Hall, para vários campos magnéticos ($H=3\text{T}, 4\text{T}$ e 5T), usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos.

Com o campo magnético invertido ($H=-4\text{T}$ e -3T) ocorre a mesma sobreposição de sinal observada na figura 17-IV, para o estado supercondutor. No estado normal há

uma diminuição do sinal Hall para estes campos menores, como era de se esperar já que a voltagem Hall é diretamente proporcional a H . Da figura 18-IV podemos observar que para estes três valores de campo, o sinal, no estado supercondutor, se desloca para altas temperaturas a medida que diminuimos o campo externo, ou seja, segue o comportamento de H_{c2} com a temperatura. Notamos também que sempre temos um pico seguido de uma inversão de sinal, com a diminuição de T , e que o sinal do mínimo parece decrescer com a diminuição do campo e se separa em dois mínimos.

No próximo capítulo todos estes resultados serão discutidos e possíveis interpretações serão apresentadas e justificadas.

CAPÍTULO V

ANÁLISE E CONCLUSÕES

Começamos este capítulo com uma breve descrição dos principais resultados alcançados. Depois fazemos uma análise de nossas medidas de Hall no estado supercondutor confrontando com o existente na literatura, e apresentamos possíveis interpretações do fenômeno observado. Finalizamos com as principais conclusões do trabalho e algumas sugestões de atividades futuras.

Um de nossos objetivos neste trabalho foi o de desenvolver as técnicas para medir o efeito Hall, em especial utilizando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos. Este método proposto pela primeira vez por Kopelevich, Makarov e Sapozhnikova^[25], tem sido usado para medir o efeito Hall em semicondutores e mesmo em sistemas magnéticos desordenados^[51] mas é muito pouco utilizado em materiais no estado supercondutor^[26]. Daí também nosso interesse em testar o método que desenvolvemos em um material no estado supercondutor. A implantação do método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos consistiu principalmente na adaptação do magnetômetro SQUID para este fim. Isto envolveu também a construção de um suporte de amostras, o desenvolvimento de softwares e a automatização das medidas, um sistema de chaveamento de baixo ruído acionado pelo computador, e o desenvolvimento de uma técnica de contatos elétricos à base de In. Com este sistema que construímos pudemos também realizar medidas de efeito Hall com o método de Van der Pauw convencional bem

como de resistividade e magneto-resistividade. O sistema montado aqui foi testado e os resultados obtidos se mostraram bem reprodutíveis e confiáveis. O sucesso alcançado pode ser visto claramente nas medidas do efeito Hall no semicondutor GaSb (figura 14-IV), em que, usando ambos os métodos, obtivemos praticamente os mesmos resultados. Êxito semelhante foi conseguido no composto Nb-Pt, em que, apesar do baixo sinal apresentado, foi possível medir com razoável precisão e de modo reprodutível o sinal Hall no estado normal e supercondutor.

A importância deste método com ciclagem está em ser esta uma técnica rápida, simples e econômica, já que ciclar os contatos é muito mais rápido e simples do que inverter o campo magnético de uma bobina supercondutora. Ademais, quando se inverte o campo magnético se consome hélio, enquanto que na ciclagem dos contatos isto não ocorre.

Outro ponto importante deste trabalho foi o teste e calibração do sistema que construímos, com um semicondutor padrão. Com estas medidas na amostra padrão de GaSb (tipo p) (figura 13-IV) demonstramos experimentalmente a equivalência do método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos com o método de Van der Pauw convencional. Verificamos, como esperado da teoria, as dependências do sinal Hall com a direção do campo magnético e com as configurações. Como vimos, um sinal Hall medido pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos inverte o sinal e mantém a sua mesma intensidade quando se inverte o campo magnético aplicado, ou seja, $V_{11}(H) = -V_{11}(-H)$. Por outro lado, medindo o sinal Hall pelo método de Van der Pauw convencional, não deve existir diferença com a troca dos contatos elétricos, ou seja, deve-se obter o mesmo valor de $V_{11}(H)$ independentemente da diagonal em que se passa a corrente, o que de fato foi observado na amostra de GaSb. Estes diferentes modos de medir são muito importantes de serem feitos para sabermos se o que está sendo medido é um sinal Hall ou não. Por outro lado, com estas medidas calibramos também nosso sistema quanto a natureza dos portadores de carga (buracos ou elétrons), podendo agora identificar qualquer material.

Sobre as medidas na amostra de Nb-Pt, neste trabalho construímos o plano $HvsT$ deste composto A-15 e determinamos pela primeira vez a sua linha de irreversibilidade. Observamos também uma natureza granular nesta amostra. Até onde sabemos, esta também é a primeira vez que é medido o efeito Hall neste composto.

Das medidas de resistividade, magneto-resistividade e magnetização elaboramos o plano $HvsT$ do composto $Nb_{75}Pt_{25}$, figura 12-IV. Este composto mostrou ter uma ampla região reversível, região esta compreendida entre a linha do campo crítico superior $Hc2(T)$ e a linha de irreversibilidade (H_L), semelhante ou mesmo maior que a observada em alguns HTS. É nesta região que os vórtices ficam livres das forças de pinning, podendo assim se movimentar. Por essa razão, nessa região se observam os processos dissipativos derivados do movimento dos vórtices como: resistividade, magneto-resistividade e efeito Hall.

Atribuímos a esta amostra uma natureza granular devido ao comportamento típico observado das medidas de transporte, em especial com diferentes correntes. No plano $HvsT$, também mostramos esta linha onde ocorre o acoplamento Josephson, $Hcj(H,T)$, que obtivemos destas medidas de transporte. Os pontos que a constituem foram obtidos de várias maneiras, como foi descrito no capítulo IV. Alguns deles são os pontos de ocorrência do "joelho" nas medidas de resistividade $\rho(T)$ e de magneto-resistividade $\rho(H)$, e outros o ponto em que as curvas de resistividade se separaram quando aplicamos correntes elétricas diferentes, $\rho(T,i)$, durante a transição supercondutora. Como no caso dos HTS policristalinos em que também se tem observado esses comportamentos, essa forma é associada ao acoplamento intergranular deste composto. Para se entender melhor esta natureza granular devemos caracterizar mais a amostra neste sentido, por exemplo, fazendo análise metalográfica e medidas da corrente crítica intergranular $Ic(T,H)^{[52]}$.

Apesar do pequeno sinal, medimos com sucesso o efeito Hall no estado normal do composto $Nb_{75}Pt_{25}$ por ambos os métodos de medida. Como era esperado, a voltagem Hall medida por ambas as diagonais usando o método de Van der Pauw convencional teve o mesmo sinal, além de uma boa superposição, figura 16-IV. Do mesmo modo, quando usamos o método da ciclagem, figura 17-IV, observamos que a voltagem Hall teve sinal oposto quando medido com campos magnéticos opostos, como esperado. Determinamos também dessas medidas, levando em conta a calibração com a amostra padrão de GaSb (tipo p), que os portadores de carga no estado normal do Nb-Pt são elétrons.

Obtivemos a partir destas medidas a constante de Hall no estado normal do Nb-Pt que, como vimos, independe da temperatura:

$$R_{Hl} = -15 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{C}$$

$$\text{a mobilidade dos portadores } \mu_{Hl} = R_{Hl} / \rho = 2,35 \text{ cm}^2/\text{V-s}$$

e o número de portadores $n = -1/(R_{11}e) = 4,16 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$.

Estes valores estão em bom acordo para o esperado num composto intermetálico em que os portadores de carga são elétrons. A constante de Hall R_{11} , é inversamente proporcional ao número de portadores e no caso de um composto metálico em que o número de portadores é grande, espera-se uma constante de Hall pequena. Por outro lado, a ordem de grandeza da constante de Hall obtida para o Nb-Pt, está em bom acordo com a ordem de grandeza da constante de Hall de um grande número de metais^[9].

No estado supercondutor era de se esperar que acontecesse o mesmo que no estado normal, ou seja, que o efeito Hall não dependesse da configuração utilizada com o método de Van der Pauw convencional. Porém observamos que no estado supercondutor aparece um pico positivo quando medimos por uma diagonal, e um pico negativo quando medimos pela outra diagonal (figura 16-IV). Portanto, no estado supercondutor o sinal medido não se comporta como um sinal Hall, e dizemos que este é um sinal "não Hall". O mesmo comportamento ocorre com o método da ciclagem, figura 17-IV. Era de se esperar que o efeito Hall dependesse da direção do campo magnético, ou seja, se fôr aplicado um campo magnético positivo o sinal Hall seria por exemplo, positivo, enquanto que para um campo negativo o sinal Hall seria invertido. No estado normal certamente observamos este comportamento, por isto afirmamos que temos um efeito Hall no estado normal. Por outro lado, no estado supercondutor ambas as curvas se superpõem, quando deveríamos observar o contrário. Por isto, o sinal observado também por este método no estado supercondutor, como no caso anterior, não é um sinal Hall, e dizemos novamente que este sinal é um sinal "não Hall".

Estes comportamentos "não Hall" já foram observados anteriormente. Desde a descoberta do efeito Hall no estado supercondutor tem-se observado sinais que não são de Hall^[53,54] o mesmo acontecendo com os HTS^[55,56]. Este comportamento tem sido atribuído ao que se chama genericamente de "guided motion", ou movimento guiado dos vórtices^[9,57]. Como consequência deste movimento guiado dos vórtices em uma direção particular, é possível medir uma voltagem transversal na amostra que não significa intrinsecamente um sinal de Hall. Estes sinais "não Hall", como veremos mais adiante, podem ser causadas por várias razões e alguns podem apresentar comportamentos bem complexos. Um dos casos mais simples de guided motion é o chamado "even Hall effect" ou efeito Hall par. Devemos chamar a atenção aqui, de que este efeito, apesar do nome, não é um efeito Hall verdadeiro ou intrínseco.

Este ocorre em uma amostra com um ou vários canais paralelos entre si formando um ângulo α com a corrente de transporte j como é mostrado na figura 1-V, onde este canal pode ser visto também como a resultante de todos os canais contidos na amostra. Neste caso, o balanço de forças atuando sobre um vórtice pode ser escrito como^[58]

$$[\mathbf{j} \times \boldsymbol{\varphi}_0] / c = -\eta \mathbf{v}_L - \eta_{\perp} [\mathbf{v}_L \times \boldsymbol{\varphi}_0] - \mathbf{F}_p \quad (1)$$

onde \mathbf{F}_p é a força de pinning, que tem direção perpendicular ao canal. Para encontrar o valor da velocidade do vórtice \mathbf{v}_L durante o movimento guiado, é necessário projetar a equação (1) sobre o eixo \mathbf{n} (\mathbf{n} é o vetor unitário ao longo do canal).

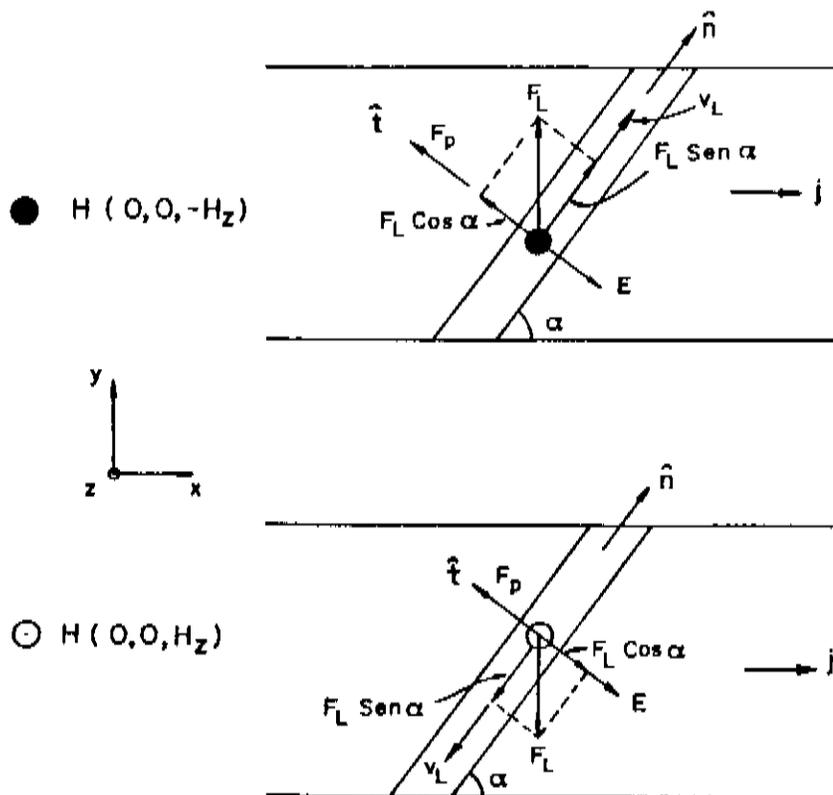


figura 1-V. No movimento guiado dos vórtices a componente transversal não depende do sinal do campo magnético, even Hall effect^[55].

Como consequência disto, o termo que contém a força de pinning da equação (1) se anula.

$$\mathbf{n} \cdot [\mathbf{j} \times \boldsymbol{\varphi}_0] / c = -\eta (\mathbf{v}_L \cdot \mathbf{n}) - \eta_{\perp} ([\mathbf{v}_L \times \boldsymbol{\varphi}_0] \cdot \mathbf{n}) \quad (2)$$

O último termo em (2) é zero devido ao fato de que: $v_{1t} = (v_{1L} \cdot n) \cdot n, (v_{1t} \cdot t) = 0$, onde $t = 1/\varphi_0 [\varphi_0 \times n]$, é um vetor unitário orientado normal à direção do canal. Portanto

$$v_{1t} = (v_{1L} \cdot n) = - (\varphi_0 / c\eta) j \cdot t \quad (3)$$

e a contribuição ao campo elétrico é

$$E = - [v_{1t} \times \varphi_0] / c = (\varphi_0^2 / c^2 \eta) (j \cdot t) t \quad (4)$$

O sinal do campo elétrico transversal e o sinal do campo longitudinal não muda quando o sinal do campo magnético muda, ou seja, comporta-se como uma função par, $F(H) = F(-H)$. Por outro lado, o efeito Hall é uma função ímpar, $F(H) = -F(-H)$. Da equação (4), a componente perpendicular à corrente de transporte (componente "Hall") é proporcional ao $\text{sen}(2\alpha)^{[55]}$, sendo, portanto, o campo de Hall independente da direção do campo magnético aplicado,

$$E_{H1} \propto \text{sen}(2\alpha) \quad (5)$$

Esta dependência angular do campo de Hall foi observada^[59] em filmes de NbN, Nb, NbCN e de PbBi. Neste experimento foram colocados vários contatos de voltagem no filme e foi medida a voltagem transversal para diferentes ângulos com respeito à posição da corrente aplicada no filme, e se observou que a intensidade do pico da voltagem transversal tinha o comportamento descrito pela equação (5). Desta dependência angular se deduz que os canais no interior do filme são permanentes.

Cabe aqui também chamar a atenção que o nome "even Hall effect" se refere somente ao caso em que temos um ou vários canais paralelos entre si e permanentes na amostra. Isto porque tem sido empregado as vezes este nome na literatura para outros tipos de guided motion, o que tem gerado confusões.

Como já antecipamos, existem vários tipos de guided motion, que se diferenciam segundo a origem do que cria este movimento guiado dos vórtices. Tentamos aqui classificá-los em dois grupos: os artificiais e os naturais. Os guided motion artificiais podem ser gerados modulando em uma direção a espessura de um filme, criando-se vales e cristas paralelos. Como a energia de um vórtice é proporcional a seu comprimento, ele tenderá sempre a ficar nos vales deste filme (mínimos da espessura, $H \perp$ a superfície) sem cruzar as cristas (máximos da espessura) que atuarão como longas barreiras de potencial,

restringindo, portanto, o movimento dos vórtices aos vales. Outro modo muito freqüente de se introduzir canais internos em um material, que atuam como guias ou barreiras, é durante os processos de fabricação da amostra, que resultam em uma assimetria estrutural, como nos processos de laminação e extrusão. Uma outra forma artificial diferente de criar estes canais, é aplicando sobre a amostra os polos de um campo magnético com uma forma não homogênia espacialmente. Certamente, outros meios de se criar artificialmente estes guided motion poderiam ser citados, mas pretendemos aqui apenas dar uma idéia do que classificamos como artificiais. Quanto aos guided motion que classificamos como naturais podemos citar a própria morfologia da amostra. Os casos mais comuns são os canais formados pelas fronteiras de grão da amostra policristalina ou mesmo variações na composição ou fases secundárias. Outra forma de se ter canais naturais são os "twins" formados no HTS de 123. Uma possibilidade diferente são canais formados dentro da própria rede de vórtices, gerados pelo movimento plástico dos mesmos^[60], ou seja, canais entre regiões onde a rede de vórtices está aprisionada. Na figura 2-V, mostramos o resultado de uma simulação deste modelo^[60] onde se observam os canais gerados pela deformação plástica da rede de vórtices e como eles poderiam movimentar-se eventualmente pelas regiões livres de pinning, gerando conseqüentemente um movimento guiado dos vórtices.

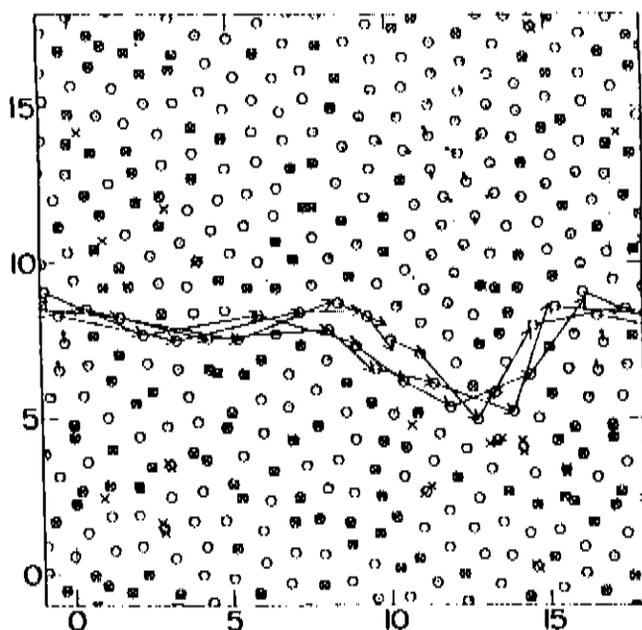


figura-2-V. Simulação matemática dos canais gerados pela deformação plástica dos vórtices^[60].

Além destes diferentes tipos possíveis de guided motion, medidas experimentais tem mostrado que a natureza pode se comportar de forma mais complexa. Por exemplo, nas medidas realizadas em policristais do HTS 123^[55], à baixos campos magnéticos, foi observado um caráter aleatório do sinal da voltagem transversal (não Hall) em relação a polaridade do campo H aplicado, com o resfriamento da amostra abaixo de T_c . Além disto, foi observada uma evolução temporal (30min.- 3hrs, dependendo do valor da corrente) aperiódica da magnitude e polaridade desta voltagem transversal. Para descrever, pelo menos em parte, estes resultados foi proposta a existência de um "cluster" percolativo (ver figura 3-V, região achuriada) na amostra, formado por "depinned" vórtices que podem percolar através da secção transversal da amostra ao longo deste cluster. Este cluster percolativo, que forma os canais que guiam os vórtices, pode ter sua forma alterada dando a este um comportamento anisotrópico e aleatório.

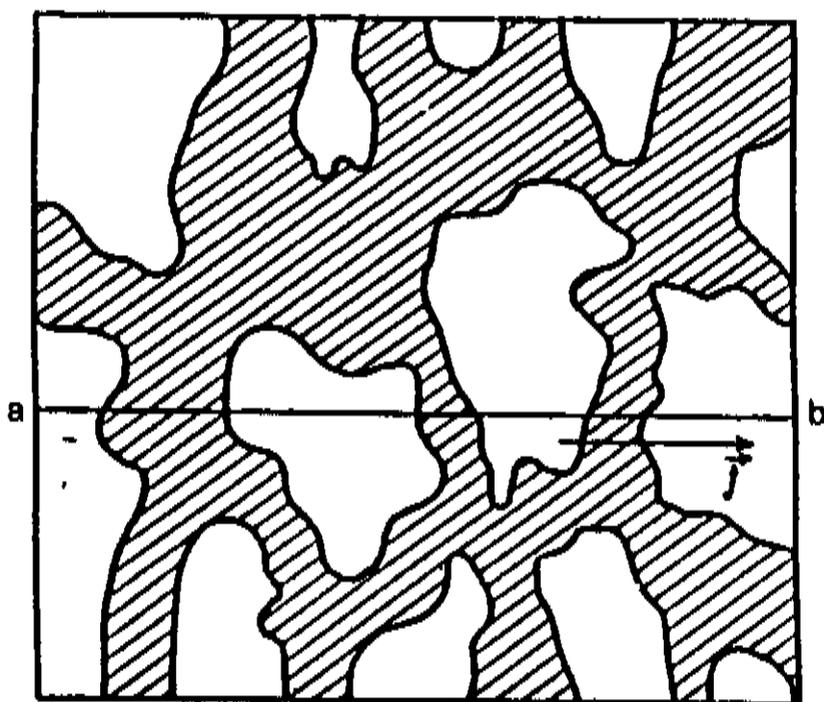


figura 3-V. Movimento percolativo de "depinned" vórtices através da secção transversal da amostra ao longo de clusters^[55].

Um modelo teórico mais elaborado, onde os vórtices percolam sob a ação da força de Lorentz através de uma rede de canais gerados aleatoriamente, foi proposto por

Meilikov^[61]. As previsões deste modelo estão em bom acôrdo com os resultados experimentais descritos acima, inclusive com a dependência temporal observada.

Em relação aos resultados encontrados neste trabalho, existe na literatura observações experimentais muito semelhantes s encontradas por nós, pelo menos quanto a forma da voltagem transversal no estado misto. Na figura 4-V, mostramos os resultados, para um monocristal de $123^{[56]}$, da resistividade longitudinal, ρ_{xx} (linha continua), da resistividade Hall, ρ_{xy} (círculos) e da resistividade transversal não Hall (linha pontilhada, mesma escala de ρ_{xy}) em função do campo magnético para duas temperaturas próximas de T_c . Note que esta amostra possui componentes transversais tanto de Hall como "não Hall".

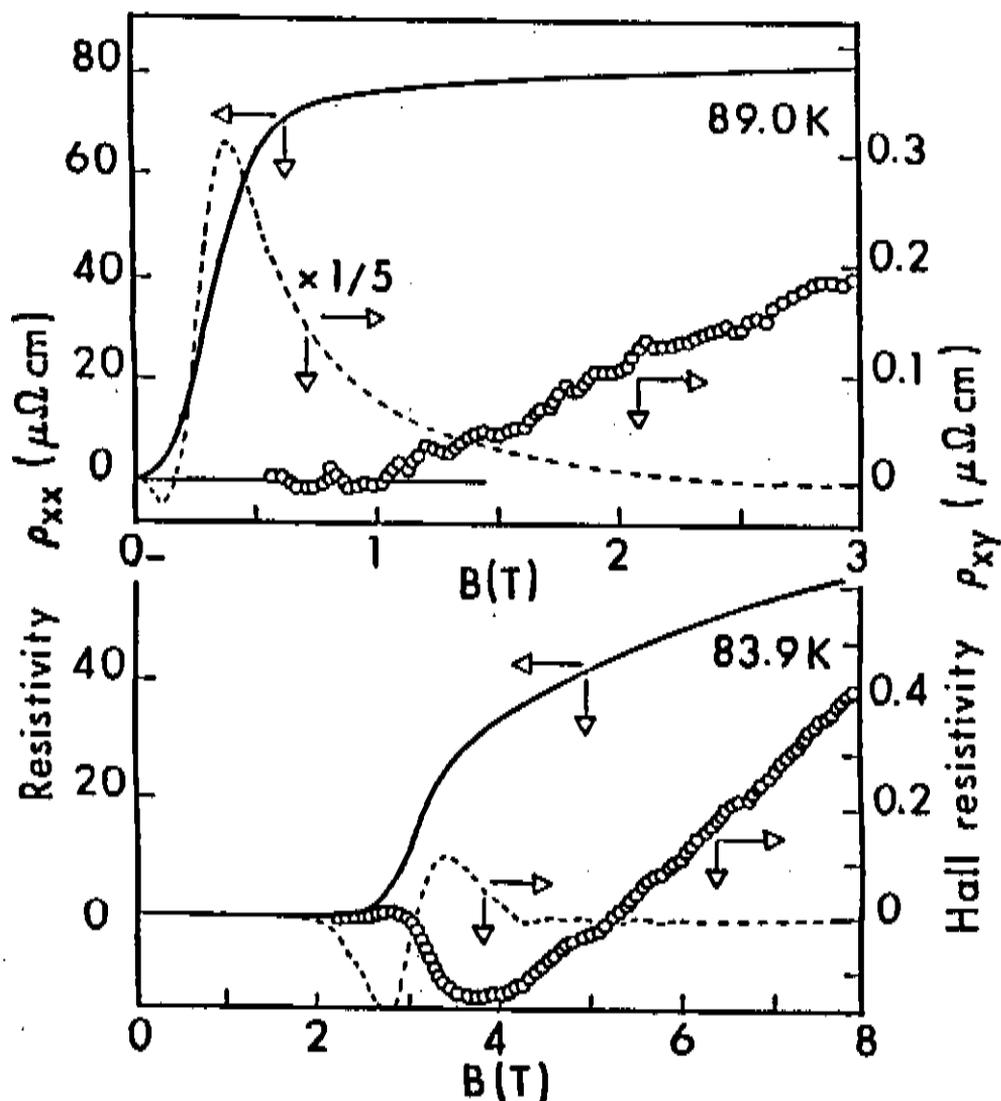


figura 4-V. Resistividade longitudinal, ρ_{xx} , de Hall, ρ_{xy} , e "não Hall", ρ_{xy} (linha pontilhada) em função do campo magnético em monocristais de $YBCO^{[56]}$.

Desta figura observamos que a forma da resistividade transversal "não Hall" é muito semelhante a que observamos neste trabalho (figura 17-IV). Infelizmente, nenhuma discussão deste comportamento é apresentada. Realizando medidas da voltagem transversal (no caso, trata-se de um even Hall effect), em filmes finos de Nb, NbN e NbCN^[59], para duas diagonais que formam um ângulo de 90° entre si, foi observado que esta voltagem forma um pico em uma diagonal e um mínimo quase simétrico na outra diagonal, logo abaixo de Tc. Este comportamento é muito semelhante ao que observamos quando medimos nosso sinal com o método de Van der Pauw convencional por duas diagonais, (figura 16-IV). Apesar de no nosso caso termos provavelmente uma situação diferente, estes resultados da literatura guardam pelo menos uma certa semelhança no comportamento da voltagem no estado misto.

Como já vimos (figura 12-IV), o plano HvsT do composto Nb-Pt mostrou ter uma ampla região reversível, e é nessa região reversível bem próximo de Hc2(T) onde acontecem os processos dissipativos observados neste trabalho. Das medidas de efeito Hall usando o método de Van der Pauw convencional encontramos nesta região uma dependência com relação a diagonal usada para passar a corrente. Por outro lado, das medidas do efeito Hall pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos, se observou nesta mesma região, com a diminuição da temperatura, o surgimento de um pico positivo seguido de uma inversão de sinal e um pico negativo, para H=5T. Na figura 5-V, reunimos todos estes resultados para H=5T. Aqui mostramos a voltagem longitudinal V_L(T) junto com as medidas do efeito Hall pelo método de Van der Pauw convencional (- ■ - e - □ -), e pelo método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos (-●- e -o-). Os pontos - ■ - pertencem à medida feita passando a corrente por uma das diagonais pelo método convencional, e, os pontos - □ - pertencem à medida feita usando a outra diagonal. A primeira dessas medidas (- ■ -) foi multiplicada por (-1) para mostrar a boa semelhança de ambos os picos. Os pontos -●- foram obtidos usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos quando foi aplicado um campo H=5T. Os pontos -o- foram obtidos usando o método de ciclagem com H=5T. Pode-se observar a perfeita superposição de ambas as curvas no estado supercondutor. É evidente pelo já exposto, que as medidas mostradas nesta figura 5-V, no estado supercondutor, não representam um sinal Hall. Este sinal que medimos abaixo de Hc2(T) também não é um even Hall effect como o descrito anteriormente pois o método de ciclagem, devido ao principio de simetria de Onsager, só extrai a parte ímpar da voltagem. Assim acreditamos que temos aqui um tipo especial de guided motion.

O tipo deste guided motion seria muito semelhante ao proposto para descrever os resultados dos policristais de 123^{1551} , mencionado anteriormente. Este pode ser visualizado da seguinte forma. Para as medidas em uma diagonal da amostra teríamos uma configuração de canais e, quando realizamos as medidas pela outra diagonal temos outra configuração de canais, diferente da anterior. Deste modo, não tem significado comparar (ou fazer a diferença das voltagens) estas duas configurações. É como se tivéssemos duas amostras distintas quando medimos por uma ou por outra diagonal. É possível até que quando aplicamos a corrente de transporte pela amostra por uma diagonal, o próprio campo elétrico aplicado crie uma determinada configuração de canais e quando aplicado pela outra diagonal crie outra configuração. Em consequência, ciclar os contatos quando se usa o método de ciclagem ou medir o efeito Hall pelo método convencional pelas duas diagonais, significaria que temos cada vez uma amostra diferente.

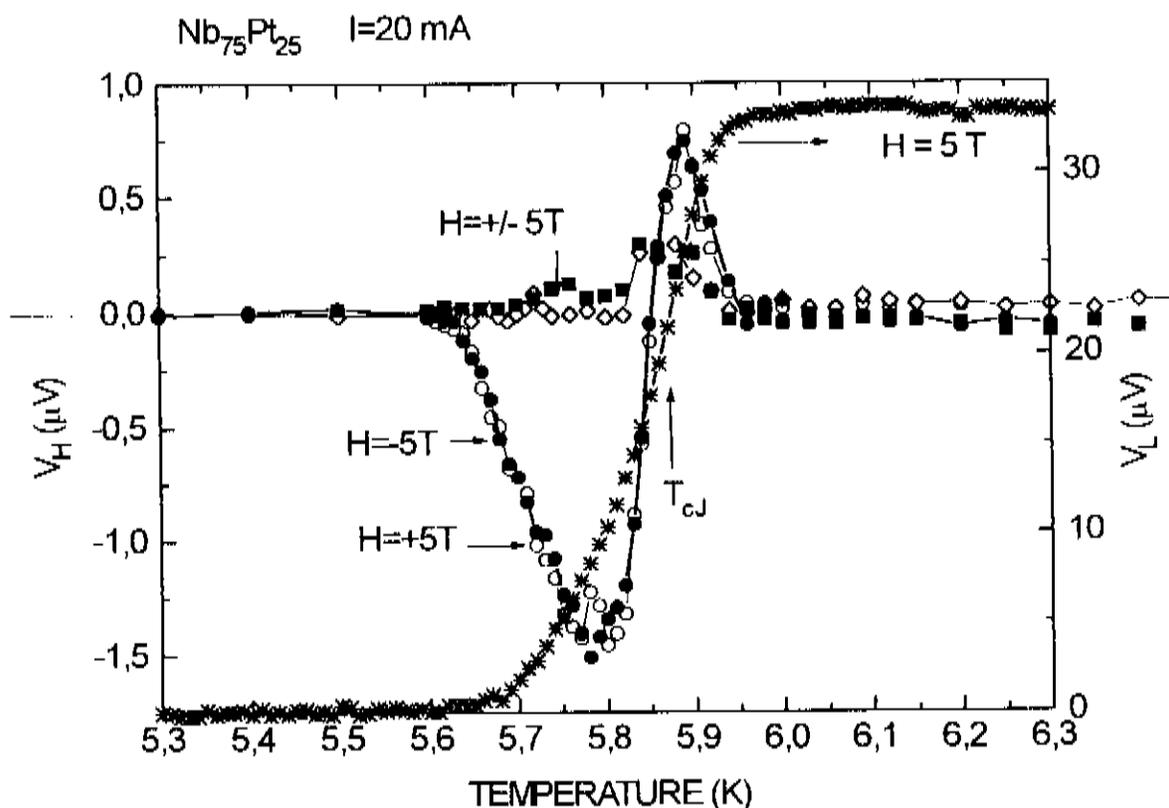


figura 5-V. Tensão longitudinal $V_L(T)$ e tensão Hall $V_H(T)$ no Nb-Pt medida pelos métodos de V.d.P convencional (-■- e -□-) e com ciclagem (-●- e -○-).

Observando o sinal "não Hall" medido com o método de ciclagem (figura 5-V) notamos que, com a diminuição da temperatura, logo abaixo de T_c há um aumento deste sinal seguido de uma brusca inversão do sinal e o surgimento de um mínimo. Comparando

este comportamento com as medidas de resistividade longitudinal (figura 5-V) notamos que a inversão brusca do sinal "não Hall" coincide com a temperatura T_{cj} onde observamos o início do acoplamento Josephson entre os grãos da amostra. Isto pode significar que quando a região intergranular começa a ficar supercondutora, novos canais começam a participar como guia dos vórtices. Ao mesmo tempo, um tipo diferente de vórtices, os vórtices Josephson, desta região intergranular, também passam a contribuir para a voltagem, além dos vórtices de Abrikosov dos grãos. Não é clara a razão porque, quando os vórtices Josephson e os novos canais formados começam a participar da voltagem, há uma inversão de sinal. Em todo caso, o tipo de guided motion aqui imaginado deve por isto também considerar que a configuração dos canais tenha uma dependência com a temperatura. Como vemos, sem mais informação sobre as características microscópicas da amostra bem como de outras medidas, pouco podemos extrair de concreto sobre o que de fato está ocorrendo.

Na região reversível do plano $H_{vs}T$ os vórtices estão livres das forças de pinning para se moverem, como mostram as medidas de magnetização, mas como vimos acima na região próxima de $H_{c2}(T)$ podemos ter um movimento guiado dos vórtices. Isto pode ser entendido do seguinte modo: os canais atuam como barreiras para o movimento dos vórtices perpendicular à elas mas não ao longo delas, permitindo assim que os vórtices entrem ou saiam livremente da amostra, sendo por isto a magnetização reversível.

Para se compreender melhor os mecanismos que atuam no guided motion e mesmo no efeito Hall, no estado misto de um supercondutor, são necessários mais estudos sistemáticos e controlados em amostras bem caracterizadas, assim como uma maior formulação de modelos teóricos no tema. A seguir apresentamos as principais conclusões deste trabalho e algumas sugestões para um trabalho futuro.

Conclusões finais:

Desenvolvemos, testamos e medimos com sucesso o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos, assim como o convencional.

Usando uma amostra semicondutora, confirmamos que medir o efeito Hall pelo método de Van der Pauw convencional é equivalente a medir usando o método de Van der Pauw com ciclagem dos contatos. Com esta amostra calibramos também nosso sistema de medidas quanto ao sinal dos portadores de carga e ao comportamento que deve ter um sinal Hall ou não Hall.

Construímos o plano H vs T do composto Nb-Pt usando medidas de transporte e de magnetização. Medimos pela primeira vez a linha de irreversibilidade deste composto A-15 e mostramos que tem uma ampla região reversível.

Usando medidas de transporte detectamos a natureza granular do composto Nb-Pt. Determinamos destas medidas uma linha associada ao acoplamento intergranular, que mostrou ser paralela a linha de $H_c2(T)$.

Observamos pela primeira vez o efeito Hall no estado normal do composto Nb-Pt, utilizando ambos os métodos. Mostramos também aqui, mais uma vez, a equivalência destes métodos.

No estado supercondutor, mostramos que esta amostra apresenta uma voltagem que não é um efeito Hall mas que pode ser devido a um comportamento complexo de guided motion.

Indiretamente mostramos a importância de se testar sempre se o efeito Hall que estamos medindo é de fato Hall ou se não há uma contribuição "não Hall".

Algumas sugestões de medidas:

Planejamos caracterizar melhor esta amostra de Nb-Pt e medir ρ_{11} no estado supercondutor para campos H menores até $H=0$, já que mesmo em $H=0$ uma voltagem transversal pode existir¹⁵⁹.

Mais recomendável seria fazer um estudo controlado em amostras que tenham um alto ρ_H , por exemplo, em filmes finos. Com amostras bem caracterizadas, introduzir sistematicamente guided motion artificiais e acompanhar a evolução do sinal para tentar extrair de modo mais controlado e quantitativo uma compreensão melhor do fenômeno.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]: E.H.Hall, Am.J.Math. 2, 287 (1879).
- [2]: H.Kamerlingh Onnes and K.Hof, Proc.Acad.Sci.Amsterdam 17, 520 (1914).
- [3]: H.W.Lewis, Phys.Rev. 92, 1149 (1953).
- [4]: H.W.Lewis, Phys.Rev. 100, 641 (1955).
- [5]: R.Jaggi and R.Sommerhalder, Helv.Phys.Acta 32, 167 (1959).
- [6]: A.Schindler and D.J.Gillespie, Phys.Rev. 130, 953 (1963).
- [7]: A.K.Niessen and Stass, Phys.Lett. 15, 26 (1965).
- [8]: W.A.Reed, E.Fawcett and Y.D.Kim, Phys.Rev.Lett. 14, 790 (1965).
- [9]: C.M.Hurd, "The Hall Effect in Metals and Alloys", ed. by Plenum Press., N.Y., 1971.
- [10]: A.A.Abrikosov, Sov.Phys.-JETP 5, 1174, (1957).
- [11]: U.Essmann and H.Trauble, Phys.Lett. 24A, 526 (1967).
- [12]: J.Bardeen and M.J.Stephen, Phys.Rev. 140, A1197 (1965).
- [13]: P.Nozières and W.F.Vinen, Phil.Mag. 14, 667 (1966).
- [14]: V.Vijfeijken, "On the theory of vortices in type II superconductors", Ph.D. Thesis, University of Amsterdam (1967).
- [15]: K.Maki, Prog.Theor.Phys.(Jpn.) 41, 902 (1969).
- [16]: K.Maki, Proc.Intern.Conf.Science of Supercond., Stanford, 1969, ed. by F.Chilton (North Holland, Amsterdam 1971) p.124.
- [17]: J.G.Bednorz and K.A.Müller, Z.Phys.B 64, 189 (1986).

- [18]: M.Gaffly and Zirgiebl, *Solid State Comm.* 68, 929 (1988).
- [19]: S.J.Hagen et al., *Phys.Rev.B* 41, 11630 (1990).
- [20]: Z.D.Wang et al., *Phys.Rev.Lett.* 67, 3618 (1991).
- [21]: N.P. Ong, "Physical Properties of High-Temperature Superconductors", ed. by World Scientific, Singapore 1990, vol 2, p.459.
- [22]: A.G.Aronov and S.Hikami, *Phys.Rev.B* 41, 9548 (1990).
- [23]: A.T.Dorsey and M.P.A.Fisher, *Phys.Rev.Lett.* 68, 694 (1992).
- [24]: R.P.Huebener et al. *Phys.Rev.B* 50, 3312 (1994).
- [25]: Y.V.Kopelevich, V.Makarov and L.M.Sapozhnikova, *Sov.Phys.Solid State* 26, 1607 (1984).
- [26]: A.V.Samoilov et al. *Phys.Rev.Lett.* 74, 2351 (1995).
- [27]: Van der Pauw, *Phil.Res.Reports*, 13, 1 (1958).
- [28]: L.Onsager, *Phys. Rev.* 37, 405 (1931).
- [29]: S.Moehlecke, H.A.Borges, C.Santos and A.R.Sweedler, *J.Low-Temp. Phys.* 70, 449 (1988).
- [30]: J.Volger, F.A.Staas and A.G.Van Vijfeijken, *Phys.Lett.* 9, 303 (1964).
- [31]: P.G.de Gennes and J.Matricon, *Rev.mod.Phys.* 36, 45 (1964).
- [32]: C.Caroli, P.G.de Gennes and J.Matricon, *Phys.Lett.* 9, 307 (1964).
- [33]: C.J.Gorter, *Phys.Lett.* 1, 69 (1962).
- [34]: A.T.Fiory and B.Serin, *Phys.Lett.* 25A, 557 (1967); *Phys.Rev.Lett.* 21, 359 (1968).
- [35]: K.Maki, *Phys.Rev.Lett.* 23, 1223 (1969).
- [36]: L.-C.Ho, *Can.J.Phys.* 48, 1939 (1970).
- [37]: C.H.Weijnsfeld, *Phys.Lett.* 28A, 362 (1968).
- [38]: J.M.Harris et al., *Phys.Rev.Lett.* 71, 1455 (1993).
- [39]: L.Valdes, *Procc.I.R.E.* 42, 420 (1954).

- [40]: B.Boren, Arkivkem., Mineral. Geol., 10, 11 (1933).
- [41]: E.M.Savitskii et al., "Superconducting Materials", ed.by Plenum Press, New York (1973), p 112-113.
- [42]: G.F.Hardly and J.K.Hulm, Phys.Rev., 87, 884 (1953); 1004 (1954).
- [43]: S.Moehlecke, D.E.Cox and A.R.Sweedler, Solid State Comm. 23, 703 (1977)
- [44]: R.M.Waterstrat and R.C.Manuszewski, "Noble Metal Constitution Diagrams", Part 2, N^o5, Report NBSIR 73-415 (1975).
- [45]: S.Moehlecke, D.E.Cox and A.R.Sweedler, J.Less-Common Met. 62, 111 (1978).
- [46]: S.E.Lambert, M.B.Maple, A.R.Sweedler and S.Moehlecke, J.Low Temp. Phys. 41, 653 (1980).
- [47]: M.A.Ávila, IFGW/UNICAMP, comunicação privada.
- [48]: J.B.Johnson, Phys.Rev., 32, 97 (1928).
- [49]: T.M.Frederiksen, "Intuitive IC Op Amps", R.R.Donnelley and Sons, U.S.A., 109 (1984).
- [50]: C.E.M.de Oliveira, M.M.G.de Carvalho e M.J.S.P.Brasil, Rev.Fis.Apl.Inst., 8, 147 (1993)
- [51]: P.G.N.de Vegvar and T.A.Fulton, Phys.Rev.Lett. 71, 3537 (1993).
- [52]: J.R.Clem, Physica C 153-155, 50 (1988).
- [53]: F.A.Staas, A.K.Niessen, W.F.Druyvesteyn and J.Van Suchtelen, Phys.Lett. 13, 293 (1964).
- [54]: A.K.Niessen, J.Van Suchtelen, F.A.Staas and W.F.Druyvesteyn, Phil.Res.Repts. 20, 226 (1965).
- [55]: Ya.V.Kopelevich, V.V.Lemanov, É.B.Sonin and A.L.Kholkin, JEPT Lett., 50, 212 (1989).
- [56]: T.R.Chien, "Hall and Magneto-resistivity studies on $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ and doped $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ in mixed state and normal state", Ph.D. Thesis, University of Princeton, (1991).

- [57]: M.Thinkam, "Introduction to Superconductivity", ed. by McGraw-Hill, Inc. (1975).
- [58]: R.P.Huebener, "Magnetic-Flux Structures in Superconductors", ed. by Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, 1979.
- [59]: T.L.Francavilla and R.A.Hein, IEEE Trans. on Magnet. 27, 2 (1991).
- [60]: H.J.Jensen, A.Brass and A.J.Berlinsky, Phys.Rev.Lett. 60, 1676 (1988).
- [61]: E.Z.Meilikhov, Physica C 209, 566 (1993).