UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS Instituto de Física "Gleb Wataghin"

Picos da Magnetização em supercondutores do tipo II

Tarciso Mesquita de Oliveira

Orientador: Oscar Ferreira de Lima

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Oscar Ferreira de Lima

Prof. Dr. Renato Figueiredo Martins

Prof. Dr. Guillermo Gerardo Cabrera Oyarzún

Este exemplar corresponde. a redação final da tese de Mestrado defendida pelo aluno Tarciso Mesquita de Oliveiro e aprovada pela Comissão Julgadora Quan Deniire de Linn Campinas 09/01/2006.

CAMPINAS – SP 2005

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP

 OL4p
 Oliveira, Tarciso Mesquita Picos da magnetização em supercondutores do tipo II / Tarciso Mesquita de Oliveira. --Campinas, SP : [s.n.], 2005.
 Orientador: Oscar Ferreira de Lima. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin".
 1. Dinâmica de vórtices. 2. Supercondutores do tipo II.
 3. Magnetização. 4. Supercondutividade de alta temperatura.
 5. Nióbio. 6. Bismuto. I. Lima, Oscar Ferreira de.
 II. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Física "Gleb Wataghin". III. Título.

- Título em inglês: Magnetization peaks in type II superconductors
 - Palavras-chave em inglês (Keywords):
 - 1. Vortex dynamics
 - 2. Type II superconductors
 - 3. Magnetization
 - 4. High temperature superconductors
 - 5. Niobium
 - 6. Bismuth
- Área de concentração: Supercondutividade
- Titulação: Mestre em física
- Banca examinadora:
 Prof. Oscar Ferreira de Lima
 Prof. Renato Figueiredo Jardim
 Prof. Guillermo Gerardo Cabrera Oyarzun
- Data da defesa: 25.08.2005



MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE MESTRADO DE TARCÍSO MESQUITA DE OLIVEIRA – RA 021875 APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN", DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 25 / 08 / 2005.

COMISSÃO JULGADORA:

Prof. Dr. Oscar Ferreira de Lima (Orientador do Candidato) – DFMC/IFGW/UNICAMP

nd. indo

Prof. Dr. Renato de Figueiredo Jardim - IF/USP

llermo Calrera

Prof. Dr. Guillermo Gerardo Cabrera Oyarzún - DFMC/IFGW/UNICAMP

iii

À minha mãe, Geralda Mesquita.

Penso que o sentido da vida é se sentir bem sempre.

A palavra sentido não está com o significado de rumo, mas com o de finalidade para a qual a construção de nosso corpo é baseada e do que devemos buscar. Vida significa existência, ou seja, o tempo que nosso organismo permanece funcionando permitindo que tenhamos consciência, capacidade de sentir e pensar. O se sentir bem se refere a sentimentos bons, que ocorrem não apenas devido à capacidade de sentir do corpo, mas sobretudo da satisfação que temos por conseguir coisas que queríamos e pelo que temos, vivemos, somos, pensamos e desejamos. A palavra sempre indica o tempo, ou seja, que devemos agir de tal modo que sintamos bem não apenas no presente, mas no futuro também. Agora, tendo uma definição do sentido, do que buscar, ainda não temos o problema da vida resolvido, pois ter conhecimento de como agir a cada instante para que nos sintamos bem talvez seja o maior de todos os desafios.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Professor Oscar por ter sido meu orientador neste trabalho, aos colegas de laboratório Rogério, Cláudio, Juan e Ezequiel pelas discussões e auxílio, sobretudo ao Rogério pela força no início da minha vida experimental e ao Cláudio por me mostrar como se lidava com a lei de escala. Agradeço aos funcionários do laboratório Walter, Cleusa, Célia e Cristina que muito contribuíram no meu trabalho, tanto confeccionando suportes, auxiliando na manipulação e tratamento das amostras. Agradeço ao Robson por ter nos fornecido as amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} que usei neste trabalho. Agradeço ao Professor Pascoal pelos auxílios com os equipamentos de medidas e ao Adelino pela ajuda na dopagem da amostra Nb com oxigênio. Agradeço a todos professores e demais pessoas com quem convivi ao longo de toda minha vida escolar, pois cada um deles contribuíram para eu ser quem sou hoje. Por fim, agradeço a minha família pelo incentivo e apoio que me permitiram trilhar meu caminho. Agradeço especialmente ao meu irmão Gabriel pela segurança financeira que me proporcionou, sem a qual eu não teria como dar meus primeiros passos no nível superior. Agradeço, também, as fundações e agencias que me concederam bolsas permitindo que eu me dedicasse aos estudos, principalmente ao CNPq pela bolsa que tive durante quase todo o mestrado.

RESUMO

Nesta tese estudamos possíveis origens do Segundo Pico da Magnetização (SPM) em supercondutores de alta e baixa temperatura crítica, usando amostras monocristalinas de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ e de Nb. Para estudar o SPM fizemos medidas de curvas de magnetização $M \times H$ e suscetibilidade AC (vs. h e T). Através da aplicação de uma lei de escala, para suscetibilidade AC, obtivemos o expoente de *creep* na região do SMP.

Em amostras de Nb verificamos os efeitos sobre as curvas $M \times H$ de não homogeneidades na amostra: deslocamentos de planos e oxigênio intersticial. Em amostras de alta pureza (*bulk* e monocristalina) observamos que as curvas $M \times H$ não apresentam o SPM nem o Efeito Pico, próximo a H_{c2} . Ao adicionar não homogeneidades nas amostras, através de dopagem com oxigênio e deformação por elongação, observamos o aparecimento do Efeito Pico, de instabilidades termomagnéticas e de anisotropia do campo H_{c2} .

Em amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} observamos que o SPM está associado com a componente do campo aplicado paralela à direção c da rede cristalina, ou seja, que o SPM está relacionado com vórtices de Abrikosov e que vórtices Josephson parecem não influenciar no SPM. Ao clivarmos a amostra observamos que a intensidade do SPM se reduz e diminui a janela de temperatura onde ele é visto. Obtivemos o expoente de *creep* e observamos que na região do SPM o arrasto dos vórtices diminui em campos que antecedem o H_{SPM} , mas na região de H_{SPM} o arrasto aumenta rapidamente e depois volta a cessar. Interpretamos a variação brusca no expoente de *creep* como uma mudança de fase no sistema de vórtices, que passa de um estado de quase-rede para um estado emaranhado de vórtices.

ABSTRACT

In this thesis we have studied possible origins for the Second Magnetization Peak (SMP) in high and low critical temperature superconductors, using samples of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} and Nb single crystals. To study the SMP we did measurements of magnetization curves ($M \times H$) and AC susceptibility (vs. h and T). We obtained the creep exponent in the SMP region, using a scaling law for the AC susceptibility data.

In the Nb samples we have verified the effects on $M \times H$ curves due to inhomogeneities like dislocations and interstitial oxygen. In high pure samples (bulk and single crystals) we have observed that the $M \times H$ curves do not present either SMP or Peak Effect, near H_{c2} . By adding inhomogeneities in the samples, like doping them with oxygen or deforming by elongation, we have observed the appearance of Peak Effect, thermomagnetic instabilities, and H_{c2} anisotropy.

In Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} samples we have observed that the SMP is associated with the magnetic field component parallel to the crystal c direction of crystal net. This means that the SMP is related to Abrikosov's vortices and that Josephson's vortices seem not to influence the SMP. After cleaving the sample we observed that the SMP intensity was reduced and the temperature window were it occurs was decreased. We have obtained the creep exponent and have observed that in the SMP region the vortices creep diminish for fields below H_{SPM} , but around H_{SPM} the creep increases abruptly and after the SPM it decreases again. We have interpreted the abrupt creep exponent variation as a phase transition in the vortex system, that pass from a quasi-lattice state to an entangled vortex state.

ÍNDICE

A	AGRADECIMENTOS				
R	ESUMO		VII		
A	BSTRACT				
ÍNDICE					
1	INTI	RODUÇÃO	1		
	1.1	SUPERCONDUTIVIDADE			
	1.2	BLINDAGEM DO CAMPO MAGNÉTICO APLICADO			
	1.3	COMPRIMENTO DE PENETRAÇÃO E COMPRIMENTO DE COERÊNCIA			
	1.4	ESTRUTURA DE UM VÓRTICE.	4		
	1.5	DENSIDADE DE ENERGIA SUPERFICIAL	5		
	1.6	FATOR DE DESMAGNETIZAÇÃO	6		
	1.7	MOVIMENTO DOS VÓRTICES	6		
	1.8	FORÇA DE APRISIONAMENTO	8		
	1.9	MODELO DE ESTADO CRÍTICO	9		
	1.10	ARRASTO (CREEP) DOS VÓRTICES			
	1.11	DISSIPAÇÃO TÉRMICA			
	1.12	TEORIA ELÁSTICA			
2	O SE	GUNDO PICO DA MAGNETIZAÇÃO (SPM) E O EFEITO PICO	15		
	2.1	MATERIAIS QUE APRESENTAM O SPM			
	2.2	O QUE AFETA O SPM			
	2.3	INTERPRETAÇÕES DAS ORIGENS DO SPM	19		
	2.4	INTERPRETAÇÃO DA ORIGEM DO EFEITO PICO	19		
3	APR	ESENTAÇÃO DAS AMOSTRAS	21		
	3.1	Amostras de nióbio			
	3.1.1	Amostra NbDef			
	3.1.2	Amostra Nb			
	3.1.3	Amostra NbO			
	3.2	$Amostras \ DE \ Bi_2 Sr_2 CAC U_2 O_{8\Delta}.$			
4	EQU	IPAMENTOS DE MEDIDA			
	Prop	riedades do SQUID			
	Prop	riedades do \widetilde{PPMS} com a opção ACMS			
	4.1.1	Hardware do SQUID			
	4.1.2	Hardware do PPMS			
	4.1.3	Processos de medida			
	4.1.4	Montagem das amostras			
5	RES	ULTADOS	53		
	5.1	Amostra NB			
	5.2	AMOSTRA NBO	56		
	5.3	AMOSTRA NBDEF			
	5.3.1	Medidas variando a inclinação da amostra			
	5.3.2	Medidas variando o ângulo de giro da amostra			
	5.3.3	Anisotropia de H _{c2}			
	5.3.4	Avalanches de vórtices	77		
	5.4	Amostra R2			
	5.4.1	Dependência do SPM com a direção do campo aplicado			
	5.5	Amostra R7			

Х			
	5.5.1	Dependência do SPM com a direção do campo aplicado	
	5.5.2	Dependência do SPM com o tamanho da amostra	
	5.6	SUSCETIBILIDADE AC, LEI DE ESCALA E EXPOENTE DE CREEP	
	5.6.1	Suscetibilidade	
	5.6.2	Lei de escala	
	5.6.3	Aplicabilidade do Modelo de Estado Crítico	
	5.6.4	Obtenção do expoente de creep pela aplicação da lei de escala	
	5.6.5	Determinação da barra de erro do expoente de creep	
	5.6.6	Expoente de creep no SPM e mudança na dinâmica de vórtices	
6	CON	CLUSÃO	
7	BIBL	IOGRAFIA	

1 INTRODUÇÃO

1.1 Supercondutividade

As duas principais características de uma amostra no estado supercondutor é a ausência de resistência elétrica e a capacidade de excluir campo magnético de seu interior. A amostra no estado normal apresenta resistência elétrica e, dependendo do material que a compõe, pode ser até isolante. O estado supercondutor existe abaixo de uma temperatura crítica de transição T_c , que depende do material do qual a amostra é feita, da intensidade do campo magnético aplicado nela e da corrente elétrica que ela transporta. Na transição do estado normal para supercondutor, com campo magnético aplicado, a amostra expulsa o campo magnético do seu interior. Esse fenômeno é chamado efeito Meissner e é o que diferencia a amostra supercondutora de um condutor perfeito. Na transição, o que ocorre é uma mudança no comportamento dos elétrons responsáveis pela supercondutividade, ao interagirem com a rede cristalina do material. Dizemos que no estado supercondutor os elétrons passam para um estado condensado, pois há uma energia de ligação entre pares de elétrons. Dois elétrons ligados têm energia menor que se eles estivessem livres, por isso a energia livre de Gibbs de uma amostra no estado supercondutor sem campo aplicado G_{s0} é menor que no estado normal G_{n0} e é dada[1] por

$$G_{n0} - G_{s0} = V H_c^2 / 8\pi, \qquad (1)$$

onde $H_c(T) \sim H_c(0) \Big[1 - (T/T_c)^2 \Big]$ é um campo crítico. O valor $V H_c^2 / 8\pi$ corresponde a

energia que teria no volume V devido a presença do campo H_c se ele não fosse expulso.

1.2 Blindagem do campo magnético aplicado

A amostra supercondutora blinda o seu interior contra um campo magnético aplicado Hpor que é induzida corrente elétrica na sua superfície que gera um campo magnético (uma magnetização \vec{M}) de sentido contrário (diamagnética) ao campo aplicado, que anula a indução magnética \vec{B} no seu interior, pois $\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \vec{M}$.

Existem dois tipos de materiais supercondutores. Nos materiais chamados tipo I, conforme se aumenta o campo magnético aplicado a corrente de blindagem aumenta até que num campo crítico H_c a amostra passa para o estado normal. Nos materiais chamados tipo II, conforme aumenta o campo magnético aplicado há um primeiro campo crítico H_{c1} onde começa a entrar vórtices de

corrente para o interior da amostra. Continuando a aumentar o campo aplicado aumenta o número de vórtices e há um segundo campo crítico H_{c2} onde o interior da amostra é totalmente preenchido de campo magnético, ou seja, passa para o estado normal. Há um terceiro campo crítico $H_{c3} \sim 1,7H_{c2}$, onde uma fina camada supercondutora na superfície da amostra é suprimida. Na Figura 1 apresentamos o diagrama de fases dos supercondutores do tipo II.



Figura 1. Diagrama de fases de um supercondutor do tipo II mostrando a região onde o campo magnético aplicado é blindado do interior da amostra (Estado Meissner). A região onde há vórtices dentro da amostra (Estado Misto). A região onde há supercondutividade apenas numa camada na superfície da amostra (Supercondutividade superficial) e a região onde não há supercondutividade (Estado Normal)

1.3 Comprimento de penetração e comprimento de coerência

A corrente elétrica que blinda o interior da amostra, gerando a magnetização \vec{M} , é limitada a regiões da amostra onde a intensidade de $\vec{h} = \mu \vec{B}$ (campo magnético no interior da amostra) é diferente de zero. Penetrando uma distância x no interior da amostra, seja a partir da superfície ou a partir do núcleo de um vórtice, a intensidade de \vec{h} tem uma queda exponencial $\vec{h}(x) = \vec{h}(0) \exp(-x/\lambda)$, onde $\vec{h}(0)$ é a intensidade \vec{h} na superfície da amostra ou no centro de um vórtice, e λ é chamado comprimento de penetração de campo. Para um supercondutor do tipo II λ é dado[1] por

$$\lambda = \left(\frac{mc^2}{4\pi n_s e^2}\right)^{\frac{1}{2}} \left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4\right]^{-\frac{1}{2}} \left(\frac{\xi_0}{\xi(l)}\right)^{-\frac{1}{2}},\tag{2}$$

onde n_s é a densidade de elétrons supercondutores e ξ é chamado comprimento de coerência, sendo que

$$\frac{1}{\xi(l)} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{l},$$
(3)

onde l é o caminho livre médio dos elétrons.

O comprimento de coerência ξ é a distância entre dois elétrons ligados (chamados par de Cooper) e é, também, uma distância característica a partir da superfície da amostra ou do núcleo de um vórtice onde o valor da densidade de elétrons supercondutores n_s cresce de zero até um valor máximo. Como em um raio ξ , a partir do centro de um vórtice, o valor de n_s tem uma queda brusca, considera-se que cada vórtice tem um núcleo de raio ξ no estado normal. O valor do comprimento de coerência é dado[1] por

$$\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta(0)},\tag{4}$$

onde v_F é a velocidade dos elétrons com energia no nível de Fermi e $\Delta(0)$ é a energia de ligação de um elétron na temperatura 0 K. A energia de ligação do par de elétrons é dada[1] por

$$E_{g} = 2\Delta = 3,528k_{B}T_{c}\left(1 - \frac{T}{T_{c}}\right)^{\frac{1}{2}}.$$
(5)

Os comprimentos λ e ξ são característicos de cada material. Para

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \tag{6}$$

menor que $1/\sqrt{2}$ o material é um supercondutor do tipo I e para $\kappa > 1/\sqrt{2}$ é um supercondutor do tipo II, ou seja, apresentará um estado misto com vórtices.

1.4 Estrutura de um vórtice

Na Figura 2 apresentamos um esquema da estrutura de um vórtice. Em (a) é mostrado que o sentido da densidade de corrente que forma o vórtice é tal que o campo gerado no interior do vórtice tem o mesmo sentido do campo aplicado e fora do vórtice tem sentido contrário ao campo aplicado. Em (b) é mostrada a queda exponencial do campo \vec{h} a partir do centro do vórtice e o comprimento de penetração λ . Em (c) é mostrado o crescimento da densidade de elétrons supercondutores n_s e o comprimento de coerência ξ .

O fluxo magnético que passa através de cada vórtice é quantizado e constante. O fluxo magnético é dado[1] por

$$\Phi_0 = B \cdot A = \frac{h \cdot c}{2e} = 2,07 \times 10^{-7} Gauss \cdot cm^2,$$
(7)

onde A é a área do núcleo do vórtice e h é a constante de Planck.

Conforme aumenta o número de vórtices dentro da amostra as correntes e os campos magnéticos dos vórtices começam a se sobrepor. A corrente de um vórtice ao interagir com o campo magnético de outro vórtice produz uma força de Lorentz que faz com que os vórtices se repilam formando uma rede triangular. Devido a sobreposição dos campos dos vórtices a indução magnética \vec{B} deixa de ser zero no interior da amostra. Quando um vórtice interage com a corrente de blindagem na superfície da amostra ele também sente uma força (de Lorentz) de repulsão, forçando-o para o interior da amostra.



Figura 2. Estrutura de um vórtice. Em (a) é mostrado que o sentido da densidade de corrente que forma o vórtice é tal que o campo gerado no interior do vórtice tem o mesmo sentido do campo aplicado e fora do vórtice tem sentido contrário ao campo aplicado. Em (b) é mostrada a queda exponencial do campo \vec{h} a partir do centro do vórtice e o comprimento de penetração λ . Em (c) é mostrado o crescimento da densidade de elétrons supercondutores n_s e o comprimento de coerência

ξ.

1.5 Densidade de energia superficial

Como o campo magnético aplicado H_a penetra na amostra por uma distância da ordem de λ , se subtraímos a densidade de energia livre de Gibbs de uma amostra completamente diamagnética de uma que tem campo penetrado, teremos o valor $-\frac{H_a^2}{8\pi}\lambda$ para a densidade de energia superficial. Enquanto a energia devido a presença do campo aplicado sofre o decréscimo $-\frac{H_a^2}{8\pi}\lambda$, da superfície da amostra para o seu interior, a densidade de energia também sobre um

acréscimo $\frac{H_a^2}{8\pi}\xi$ devido à destruição do estado supercondutor até a profundidade da ordem de ξ . Portanto a densidade de energia superficial resultante é dada[1] por

$$\alpha_{ns} = \frac{H_a^2}{8\pi} (\xi - \lambda). \tag{8}$$

No caso dos supercondutores do tipo I, $\xi > \lambda$ e $\alpha_{ns} > 0$, sendo desfavorável a criação de interfaces normal-supercondutor na amostra. Isso leva ao aniquilamento súbito da supercondutividade em todo o volume da amostra num campo crítico H_c . No caso dos supercondutores do tipo II temos $\lambda > \xi$ e $\alpha_{ns} < 0$, então a criação de interfaces normal-supercondutor (vórtices) é favorecida, contribuindo para baixar a energia livre total da amostra.

1.6 Fator de desmagnetização

A corrente de blindagem induzida na superfície de uma amostra supercondutora gera no interior dela um campo magnético de sentido contrário ao aplicado. Porém, fora da amostra, o campo gerado pela corrente induzida tem a mesma direção do campo aplicado. Se a amostra for um cilindro infinito ao somar a contribuição total que a corrente induzida faz para o campo no exterior dela, obtém-se que o valor resultante é nulo. Para outras geometrias, ao somar a contribuição da corrente induzida obtém-se um valor finito de campo fora da amostra, que é somado ao aplicado. Portanto, o campo magnético sentido pela superfície da amostra é maior que o aplicado. De modo geral podemos escrever o campo sentido pela amostra como

$$\vec{H} = \vec{H}_a - 4\pi \vec{N} \cdot \vec{M} , \qquad (9)$$

onde \ddot{N} é o tensor de desmagnetização.

1.7 Movimento dos vórtices

Assim como há força entre dois fios paralelos que conduzem corrente elétrica, há também forças entre as correntes de um vórtice com as de blindagem na superfície da amostra, com as correntes de um outro vórtice e com uma eventual corrente de transporte aplicada na amostra. Nestes casos podemos expressar a força sentida pelo vórtice como sendo a Força de Lorentz por unidade de comprimento

$$\vec{F}/l = \vec{J} \times \Phi_0 \hat{n}/c \,, \tag{10}$$

onde \vec{J} é a densidade de corrente (de blindagem, de outro vórtice ou aplicada), Φ_0 é o fluxo quantizado de campo do vórtice e \hat{n} é a direção do vórtice. Quando ocorre uma força de

repulsão entre os vórtices muito maior que eventuais forças de aprisionamento, os vórtices formam uma rede triangular com parâmetro de rede

$$a = 1,075 \left(\Phi_0 / B \right)^{1/2}. \tag{11}$$

Quando os vórtices se movem, uma região que estava no estado supercondutor terá que passar para o estado normal, pois o núcleo do vórtice está sempre no estado normal. Isso gera uma força de resistência viscosa ao movimento do vórtice dada por

$$\vec{F}/l = \beta \vec{v}_{\phi},\tag{12}$$

onde β é o coeficiente de viscosidade e \vec{v}_{ϕ} é a velocidade do vórtice.

Quando um vórtice se move, surge a força de Magnus dada[2] por

$$\vec{F}/l = \alpha n_s e \left(\vec{v}_{\phi} \times \vec{\Phi}_0 \right) / c , \qquad (13)$$

sendo α o coeficiente de Magnus e n_s a densidade de pares de Cooper. Esta força é causada pela diferença entre a velocidade das cargas na corrente de cada lado do vórtice, em relação à amostra.

Além dessas três forças ainda há a força de aprisionamento dos vórtices \vec{F}_p que será discutida adiante com mais detalhes.

Quando a força de Lorentz é maior que a força de aprisionamento, logo após o vórtice começar a se mover as quatro forças se equilibram e o vórtice passa a se mover num estado estacionário, com uma velocidade constante \vec{v}_{ϕ} . Na Figura 3 mostramos as quatro forças agindo em um vórtice e a direção da densidade de corrente aplicada \vec{J} . A equação geral das forças agindo num vórtice fica[3]:

$$\vec{F}/l = 0 = \vec{J} \times \Phi_0 \hat{n}/c - \beta \vec{v}_{\phi} - \alpha n_s e \left(\vec{v}_{\phi} \times \vec{\Phi}_0 \right) / c - \vec{F}_p \,. \tag{14}$$

Enquanto um vórtice se move há variação no campo magnético numa região da amostra, gerando o campo elétrico $\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}_{\phi}/c$, que faz com que circule corrente pelo núcleo do vórtice dissipando energia, ou seja, fazendo com que a amostra apresente resistência elétrica.



Figura 3. Forças agindo num vórtice.

1.8 Força de aprisionamento

A energia de condensação supercondutora em um volume V é dada por $VH_c^2/8\pi$ e a energia por unidade de comprimento de um vórtice é dada[1] por

$$\mathcal{E}_{1} = \left(H_{c}^{2}/8\pi\right) 4\pi\xi^{2} \ln \kappa, \qquad (15)$$

onde $\kappa = \lambda/\xi$. Não homogeneidades na estrutura cristalina da amostra afetam os valores de ξ , λ e H_c numa região, fazendo com que diminua o custo energético para a região passar do estado supercondutor para o normal, favorecendo que um vórtice se mantenha nessa região de menor custo energético. Para tirar um vórtice aprisionado numa região de menor custo energético é necessário uma força que o faça vencer a barreira do poço de energia onde ele se encontra.

Não homogeneidades de escala atômica causam espalhamento dos elétrons reduzindo o caminho livre médio deles e, conseqüentemente, reduzindo ξ e aumentando

$$H_{c2} = \Phi_0 / 2\pi \xi^2 \,. \tag{16}$$

9

Para os centros de aprisionamento serem mais efetivos precisam ter dimensões da ordem de ξ ou λ .

Com os vórtices aprisionados a densidade de corrente não fica numa situação de equilíbrio. A densidade de força de aprisionamento sentida por um conjunto de vórtices em um volume pode ser expressa[1] em termos da força de Lorentz necessária para desaprisionar os vórtices. Então

$$\vec{F}_{p} = \vec{J} \times \vec{B} / c \,, \tag{17}$$

onde $\vec{J} = \vec{J}_l - \vec{J}_{eq}$, ou seja, a densidade de corrente que causa a força de Lorentz é como uma densidade de corrente externa aplicada, por isso ela é a densidade de corrente local \vec{J}_l menos a densidade de corrente de uma situação de equilíbrio dos vórtices \vec{J}_{eq} .

1.9 Modelo de estado crítico

Com a força de aprisionamento maior que a força de Lorentz, os vórtices entram na amostra e ficam ancorados nos centros de aprisionamento, formando um gradiente no número de vórtices da borda para o interior da amostra. Associado com a distribuição de vórtices, também há um gradiente de campo da borda para o interior da amostra que gera uma corrente induzida. A magnetização resultante da amostra é a soma da magnetização reversível mais a magnetização irreversível devido a corrente induzida.

No modelo de estado crítico de Bean[4] é assumido que a densidade de corrente dentro da amostra só pode ter dois valores: zero ou J_c , onde J_c é a densidade de corrente crítica que desancora os vórtices. Como a densidade de corrente é constante, então da equação $\nabla \times \vec{H} = 4\pi \vec{J}/c$ obtemos que o perfil de campo dentro da amostra é linear e tem a inclinação de $4\pi J_c/c$. O campo a uma distância x da face de uma barra longa tem o valor $H(x) = H_a - (4\pi J_c/c)x$. A frente de campo magnético atinge o centro da amostra no campo

$$H_p = \left(2\pi J_c/c\right)d, \qquad (18)$$

onde *d* é a espessura da amostra. Em H_p o momento magnético atinge o valor máximo e depois permanece constante conforme o campo aplicado é incrementado.

Conforme diminui o valor do campo aplicado, inverte-se o sentido de parte da densidade de corrente próxima à superfície da amostra e o momento magnético resultante dependerá da história magnética do experimento. O momento pode ser diamagnético (negativo) se a amostra for submetida a um processo ZFC (*Zero Field Cooled*) ou paramagnético (positivo) se for submetido a um processo FCC (*Field Cooled*, *Cooling*). No processo ZFC a amostra é esfriada sem campo aplicado até a temperatura de medida e depois com a temperatura fixa o campo é incrementado enquanto se mede o momento magnético. No processo FCC a amostra é esfriada com o campo magnético aplicado até a temperatura de medida e depois se diminui o campo aplicado enquanto se mede o momento magnético.

1.10 Arrasto (creep) dos vórtices

Quando a força de Lorentz é menor que a força de aprisionamento os vórtices se arrastam pela amostra pulando de um centro de aprisionamento para outro devido à ativação térmica. Mantendo o campo magnético aplicado fixo, o arrasto dos vórtices provoca uma diminuição do gradiente de número de vórtices e, conseqüentemente, a redução da magnetização irreversível, ou seja, leva à relaxação da magnetização, que em geral tem uma dependência logarítmica com o tempo.

Conforme se aumenta o campo aplicado e a força de Lorentz entre vórtices, a movimentação dos vórtices passa por três estágios: no primeiro eles se arrastam individualmente, no segundo a força de Lorentz leva a se arrastarem em pequenos pacotes ou grupos e no terceiro a força de Lorentz é intensa e o arrasto ocorre em grandes pacotes.

A taxa de saltos de vórtices na direção da força de Lorentz é dada[1] por

$$R = R_{+} - R_{-} = 2\omega_0 \exp\left(-\frac{U_0}{kT}\right) \operatorname{senh}\left(\frac{U_L}{kT}\right),$$
(19)

onde R_+ são salto na direção da força, R_- são saltos na direção contrária à força, ω_0 é uma freqüência característica de tentativa de salto e está entre 10^5 e 10^{11} Hz, k é a constante de Boltzmann, U_L é o trabalho feito para mover o vórtice e U_0 é a energia de ativação térmica, ou seja, é a altura da barreira de energia que o vórtice tem que vencer para se soltar do centro de aprisionamento. O trabalho feito ao mover o vórtice é $U_L = (\vec{J} \times \vec{B}) \cdot \vec{r_p} \cdot V_c / c$, r_p é a distância do salto e V_c é o volume do pacote de vórtices. A energia de ativação é

$$U_{0} = \left(\vec{J}_{c} \times \vec{B}\right) \cdot \vec{r}_{p} \cdot V_{c} / c , \qquad (20)$$

11

onde \vec{J}_c é a corrente crítica de desancoramento.

A velocidade do movimento dos vórtices fica $v = R \cdot r_p$. Lembrando que quando o vórtice se move a variação do campo magnético gera um campo elétrico

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v} / c , \qquad (21)$$

então dos resultados acima temos o campo

$$E = 2r_p \frac{B}{c} \omega_0 \exp\left(-\frac{U_0}{kT}\right) \operatorname{senh}\left(\frac{U_L}{kT}\right), \qquad (22)$$

que faz a amostra apresentar resistência elétrica.

A energia U_L é proporcional à densidade de corrente J que diminui conforme os vórtices se arrastam diminuindo o gradiente de número de vórtices. A densidade de corrente diminui segundo a relação

$$J = J_c \left[1 - \frac{kT}{U_0} \ln \left(1 + \frac{t}{t_0} \right) \right], \tag{23}$$

onde $t_0 = 2\pi kT d^2 / (cv_0 H |\partial U / \partial J|)$, sendo *d* a espessura da amostra e v_0 a velocidade dos vórtices na ausência de centros de aprisionamento.

As características de um gráfico E versus J (ver Figura 4) são:

- Para $J \ll J_c$ a curva é linear ôhmica, sendo $E \propto J \exp(-U_0/kT)$. Esse regime de movimentação dos vórtices é chamado de TAFF (*Thermally Activated Flux Flow*);
- Para J ~ J_c a curva é exponencial, ou seja, E ∝ exp(J). Esse regime é chamado de Flux Creep.
- Para $J >> J_c$ a curva é linear não ôhmica, sendo $E = \rho_f J$, onde $\rho_f = B\Phi_0/\beta c^2$ é a resistividade de escoamento (*flow*) dos vórtices. Esse regime é chamado de *Flux Flow*.



Figura 4. Curvas $V \times i$ para amostras no estado misto com diferentes concentrações de defeitos. Para obter uma curva $E \times J$ basta usar a relação $(V/L) \times (i/A)$, onde $A \in L$ são a área e o comprimento da amostra. Retirada da referência [5].

Pode-se escrever U_L em função da densidade de corrente J e obtém-se[6] $U_L(J) = U_0 \left[\frac{(J_c/J)^{\mu} - 1}{\mu} \right]$. O campo elétrico em função de J fica $E(J) = E_c \exp\left(-\frac{U_L(J)}{kT}\right)$. Para

 $\mu = -1$ se tem E(J) segundo a teoria de Anderson-Kim[7], para $\mu \Rightarrow 0$ se tem a lei de potência onde

$$E(J) = E_c (J/J_c)^n, \qquad (24)$$

onde

$$n = U_0 / kT \tag{25}$$

13

é chamado expoente de *creep*. O regime *flux flow* ocorre para $n \le 1$, *flux creep* para $1 < n < \infty$ e quando $n \to \infty$ os vórtices estão perfeitamente aprisionados, só se movendo quando $J > J_c$, que equivale ao Modelo de Estado Crítico de Bean.

1.11 Dissipação térmica

Na relaxação magnética quando um vórtice se move há transformação de energia magnética em energia térmica. Se o escoamento de calor para fora da amostra não for maior que sua taxa de geração, a temperatura aumentará levando mais vórtices a se moverem, gerando uma avalanche.

A potência dissipada na amostra é dada por $P = F_p \cdot v$, onde F_p é a densidade de força de aprisionamento. A variação da temperatura local é dada pela equação geral $c \partial T/\partial t = K\nabla^2 T + P$, onde *c* é o calor específico por unidade de volume da amostra e *K* é o coeficiente de condutividade térmica. Para que haja estabilização térmica é preciso que $KT/d^2 \gg P$, onde *d* é o diâmetro da amostra, ou seja, ao aumentar o tamanho da amostra pode se chegar a uma situação de instabilidade térmica, favorecendo avalanches de vórtices.

1.12 Teoria elástica

Na teoria elástica o vórtice é tratado como uma linha elástica e um conjunto de vórtices pode ser descrito através das constantes elásticas C_{11} de distensão, C_{44} de inclinação e C_{66} de cisalhamento. A linha de vórtice vibra e a amplitude de vibração aumenta com a temperatura. Após uma certa amplitude de vibração os vórtices conseguem se libertar dos centros de aprisionamento e passam a se mover.

Pretendemos fazer uma discussão qualitativa do comportamento elástico dos vórtices ao longo desse trabalho, portanto não trataremos aqui os detalhes da teoria elástica.

2 O SEGUNDO PICO DA MAGNETIZAÇÃO (SPM) E O EFEITO PICO

Para valores de campo H acima de H_{c1} o esperado é que a histerese em curvas $M \times H$ diminua conforme H aumenta, ou seja, se espera que M aumente continuamente de seu valor negativo próximo a H_{c1} para zero em H_{c2} ou H_{c3} . Entretanto, para alguns materiais, em um certo intervalo de temperatura, a histerese passa por um aumento anômalo (aumento no valor de |M|) para valores de campo acima de H_{c1} . O aumento anômalo é observado em duas regiões da curva $M \times H$: o primeiro é observado para H muito menor que H_{c2} e é chamado de Segundo Pico da Magnetização (também chamado de *fishtail effect*), o segundo é observado bem próximo a H_{c2} e é chamado Efeito Pico. Na Figura 5 a curva $M \times H$ apresenta o Segundo Pico da Magnetização e na Figura 6 a curva $M \times H$ apresenta o Efeito Pico. Nas figuras os gráficos são do momento magnético m, sendo que

$$M = m/V \tag{26}$$

e V é o volume da amostra. Observe que a variação anômala da magnetização ocorre tanto no trecho da curva de H crescente (ZFC - Zero Field Cooled) como no trecho de H decrescente (FCC - Field Cooled, Cooling).

Para que o valor do |m| aumente para valores de H maiores que H_{c1} é preciso que os vórtices assumam uma configuração dentro da amostra tal que forneçam uma resistência por repulsão à entrada de mais vórtices. Então conforme o valor de H aumenta, a corrente de blindagem também aumenta e, conseqüentemente, o valor do |m| aumenta. Esse aumento da corrente de blindagem com o campo vai até um valor onde a pressão magnética tem intensidade suficiente para empurrar mais vórtices para dentro da amostra e então o valor do |m| volta a diminuir. A resistência à entrada de mais vórtices é causada por algo que afeta a movimentação dos vórtices, tal como centros de aprisionamento e interação entre vórtices.



Figura 5. Curva $m \times H$ de uma amostra de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} onde se observa o Segundo Pico da Magnetização (SPM). Os campos H_i e H_{SPM} são o início do SPM e o ponto de mínimo do SPM. Ao longo do texto chamamos de amplitude do SPM o valor $m(H_i) - m(H_{SPM})$.



Figura 6. Curva $m \times H$ para uma amostra de nióbio com deformação plástica onde se observa o Efeito Pico próximo de H_{c2} .

Um exemplo de como os centros de aprisionamento afetam a forma da curva $m \times H$ é o contorno suave que a curva faz logo após a entrada do primeiro vórtice no campo $H = H_{c1}$. Se a amostra for completamente limpa sem centros de aprisionamentos, o valor do |m| cresce linearmente para valores de H menores que H_{c1} e, em H_{c1} , com a entrada de vórtices |m| sofre uma queda abrupta. Com a presença de centros de aprisionamento, em H_{c1} começa a entrada de vórtices, mas esses vórtices logo ficam presos a centros de aprisionamento próximos a superfície da amostra. Esses vórtices presos oferecerem resistência à entrada de mais vórtices, forçando um aumento da corrente de blindagem (e por conseqüência aumentando |m|) até que a pressão magnética seja suficiente para que mais vórtices entrem ou que se soltem de centros de aprisionamento. Esse aumento da corrente de blindagem, necessário para vencer a resistência imposta pelos vórtices aprisionados, faz com que o valor do |m| continue aumentando após H_{c1} enquanto há uma diminuição suave na inclinação da curva $m \times H$ até que o valor do |m| começe a cair.

Em aplicações de materiais supercondutores é desejável que os mesmos suportem uma densidade de corrente mais elevada possível para um determinado valor de campo magnético aplicado. Como o aumento de |m| nos picos da curva $m \times H$ corresponde a um aumento da densidade de corrente dentro da amostra, estudar os mecanismos que levam isso a acontecer é importante tanto para entender o funcionamento de um material supercondutor, como para poder adquirir conhecimento sobre o que devemos introduzir nos materiais para aumentar a capacidade de suportarem densidades de corrente mais elevadas.

2.1 Materiais que apresentam o SPM

Em 1990 o Segundo Pico da Magnetização foi observado em monocristais de YBa₂Cu₃O_{7- δ} por Daeumling *et al*[8] e nos compostos Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} e Tl₂Ba₂CaCu₂O_x por Kopylov *et al*[9]. Desde então, foram reportados vários estudos onde o Segundo Pico da Magnetização apresenta diferentes intensidades e dependências com a temperatura e campo magnético para diferentes compostos com alta temperatura crítica, como: (Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr₂CaCu₂O_{8+ δ}[10], La_{1,85}Sr_{0,15}CuO₄[11], La_{1,6-x}Nd_{0,4}Sr_xCuO₄[12], Nd_{1,85}Ce_{0,15}CuO₄[13], DyBa₂Cu₃O_{7- δ}[14], HgBa₂Ca₂Cu₃O₈[15], ErBa₂Cu₃O_{7- δ}[16], (K,Ba)BiO₃[17]. Em materiais de baixa temperatura crítica, se observa em filmes de Nb[18] um pico semelhante ao SPM, formado pela ocorrência avalanches de vórtices devido a instabilidade termomagnética. Em Ca₃Rh₄Sn₁₃[19] é reportado a presença do efeito pico e de um outro pico próximo dele que é interpretado como sendo um Segundo Pico da Magnetização.

182.2 O que afeta o SPM

Daeumling *et al*[8] mostraram que conforme se diminui a deficiência de oxigênio em amostras de YBa₂Cu₃O_{7- δ}, a amplitude do SPM, $m(H_i) - m(H_{SPM})$, diminui e o SPM tende a desaparecer (ver Figura 5).

Klein *et al*[20] fizeram medidas variando o ângulo do campo aplicado em relação ao eixo cristalográfico c de amostras de YBa₂Cu₃O_{7- δ} e mostraram que apenas a componente do campo paralela ao eixo c influencia no SPM. Mostraram também que conforme o tempo passa e a magnetização relaxa, H_{SPM} se desloca para campos menores. No entanto, com o correr do tempo a densidade de força de aprisionamento não altera sua dependência com o campo magnético, o que implica na presença do SPM mesmo quando o tempo de medida tender a zero.

Yeshurun *et al*[21] mostraram que em amostras de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$, conforme a magnetização relaxa, a janela de temperatura onde se observa o SPM se desloca para temperaturas menores.

Anders *et al*[22] mostraram que em amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} a amplitude do SPM diminui conforme aumenta a rampa ($\partial H/\partial t$) do campo aplicado e para o tempo de medida tendendo a zero o SPM tende a desaparecer.

Anders *et al*[23] mostraram que em amostras de $Tl_2Ba_2CuO_6$ o SPM não desaparece quando o tempo de medida tende a zero.

Kim e Lee[24] mostraram que em amostras de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ a amplitude do SPM é proporcional à amplitude do campo magnético AC aplicado transverso ao campo DC aplicado.

Avraham *et al*[25] aplicaram campo alternado transverso em amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ}, tornando a curva $m \times H$ reversível, e mostraram que na região do SPM há um salto na curva $m \times H$, o que indica uma mudança de fase na dinâmica dos vórtices.

Cardoso e de Lima[16] mostraram que o expoente de arrasto dos vórtices passa por um máximo na região do SPM em amostras de ErBa₂Cu₃O_{7-δ}, ou seja, na região do SPM diminui a taxa de salto dos vórtices entre centros de aprisionamento.

Khaykovich *et al*[26] construíram um diagrama $B_{SPM} \times T$ para uma amostra de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} e mostraram que com o aumento da concentração de oxigênio B_{SPM} se desloca para valores maiores.

Kopelevich *et al*[27] mostraram que para amostras fragmentadas de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ o SPM desaparece a partir de um determinado tamanho dos fragmentos.

Esquinazi *et al*[28] mostram que em filmes de Nb avalanches de vórtices na região da curva $m \times H$ próxima de H_{c1} leva à formação de um pico semelhante ao Segundo Pico da Magnetização.

2.3 Interpretações das origens do SPM

As interpretações da causa do SPM se enquadram em duas linhas de pensamento: uma linha estática interpretando a origem do segundo pico da magnetização como sendo causada por centros de aprisionamentos, outra linha dinâmica interpreta o SPM como sendo devido ao comportamento dos vórtices num determinado instante. Porém, o aprisionamento e a dinâmica dos vórtices estão relacionados um ao outro e não podemos tratar de um sem tratar do outro.

Existem várias interpretações sobre prováveis origens para o SPM, mas até o momento presente ainda não há uma teoria que tenha o consenso de todos ou que explique todos os aspectos do SPM em todos os compostos que o apresentam. Aliás, nem sequer se sabe se o mecanismo que leva à ocorrência do SPM é o mesmo em todos os compostos.

Em YBa₂Cu₃O_{7- δ} uma interpretação[8] muito aceita diz que o SPM se forma devido a presença de regiões na amostra que são deficientes em oxigênio, que se tornam centros de aprisionamento mais efetivos conforme a intensidade do campo magnético aumenta. Essa interpretação não se aplica para o Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ}[29] por que aumentando sua dopagem de oxigênio a intensidade do SPM aumenta e retirando oxigênio ocorre o inverso.

Para o SPM do Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} existe uma grande variedade de interpretações, tais como: interação entre barreira de superfície[30][31] e dinâmica dos vórtices[21][9]; amolecimento da elasticidade dos vórtices[32]; transição da dimensionalidade dos vórtices de 3D-2D onde a constante elástica C₄₄ de inclinação do vórtice desaparece[33]; efeito termomagnético que induz uma avalanche de vórtices que leva à formação do SPM[27]; mudança de fase dos vórtices devido à competição entre as interações vórtice-vórtice, vórtices-defeitos e acoplamento Josephson entre os planos de Cu-O[22][26][29][34][35]. Neste último tipo de interpretação o SPM acontece quando a energia elástica E_{el} é igual à energia de aprisionamento E_{pin} [35]. No SPM ocorre a passagem de uma fase onde os vórtices formam uma quase rede, $E_{el} > (E_{pin}, E_T)$, para uma fase onde os vórtices formam um emaranhado, $E_{pin} > (E_{el}, E_T)$, onde E_T é energia térmica.

2.4 Interpretação da origem do Efeito Pico

Pippard[36] em 1969 forneceu uma explicação para o Efeito Pico, que continua sendo aceita até hoje. Segundo Pippard, o Efeito Pico ocorre por que quando o campo magnético aproxima

20

de H_{c2} a constante elástica de cisalhamento do conjunto de vórtices, C_{66} , tende a zero permitindo que os vórtices se ajustem melhor aos centros de aprisionamento.

3 APRESENTAÇÃO DAS AMOSTRAS

No desenvolvimento deste trabalho usamos cinco amostras, sendo três de nióbio (um monocristal, um monocristal deformado e um monocristal dopado com oxigênio) e dois monocristais de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$. Estas amostras receberam os nomes Nb, NbDef, NbO, R2 e R7, respectivamente.

3.1 Amostras de nióbio

A estrutura cristalina do nióbio é cúbica de corpo centrado com parâmetro de rede[37] de 3,3 Å a 25 °C e pressão de 1 atmosfera. O comprimento de penetração e comprimento de coerência no nióbio são aproximadamente $\lambda \sim 38,2$ nm e $\xi \sim 24,6$ nm a 4K (calculado a partir de medidas $m \times H$ da amostra Nb). A temperatura de transição do nióbio do estado supercondutor para o estado normal é 9,25 K. A Figura 7 mostra o gráfico do momento magnético versus temperatura mostrando a transição do estado supercondutor para o normal de uma das amostras deste trabalho (amostra Nb).



Figura 7. Temperatura crítica de transição da amostra Nb com campo aplicado de 10 Oe.

As amostras de nióbio foram obtidas das amostras usadas na ocasião do mestrado de Oscar Ferreira de Lima no IFGW-UNICAMP (defesa de tese em março de 1977)[38]. Ele obteve as amostras de um cilindro de 3,2 mm de diâmetro e 160 mm de comprimento, cujo material policristalino foi produzido pela empresa *Material Research* e em seguida, para torná-lo monocristal, foi submetido a fusão por zona (*Electron-Beam*, vácuo de 10⁻⁶ torr) na *Rice University* (Texas). Foi assegurada uma pureza de 99,9% com fator de Razão de Resistência Residual RRR=R300K/R4,2K tal que 2000<RRR<2500. Do cilindro de 160 mm ele cortou três cilindros de 50 mm e os chamou de Nb1, Nb2 e Nb3.



Figura 8. Gráfico do ensaio de tensão aplicada versus elongação da amostra Nb1 da qual foi obtida a amostra NbDef

22

3.1.1 Amostra NbDef

O cilindro Nb1 foi submetido a um polimento químico superficial com uma solução de uma parte de H₃PO₄(85%) mais uma parte de HF (35%) mais uma parte de HNO₃ (65%) num tempo de 7 minutos. Depois foi submetido a tratamento térmico, para expulsão de gases do interior, num forno de indução R. F. com temperatura 1950 \pm 50°C, num vácuo de ~10⁻⁸Torr por 8 horas. Esse tratamento térmico foi repetido duas semanas depois.

Após o polimento e tratamento térmico o cilindro Nb1 foi deformado 5% plasticamente (Máquina Instron, *Model* 1127). A deformação ocorreu por deslizamento de planos do tipo (211) (identificado por raios X Laue), sendo que [011] é a direção axial do cilindro. A Figura 8, retirada da referência [38], mostra o gráfico experimental da tensão aplicada no cilindro versus a porcentagem de elongação. Na Figura 8 também mostra um "triângulo" com os vértices nas direções [001], [011] e [111]. O ponto cheio (•) indica a direção [011] antes da elongação, que é aproximadamente a direção do eixo do cilindro. O círculo (°) A indica a direção [011] após a elongação, calculada a partir das equações gerais para rede bcc[39].

A Figura 9 do lado esquerdo mostra um esquema (de forma exagerada) de como o cilindro ficou com os planos deslizados. Do lado direito a Figura 9 mostra uma foto do cilindro Nb1 após a deformação, onde se observa o relevo formado na superfície devido ao deslocamento de conjuntos de planos. Na Figura 10 temos a imagem mais ampliada de uma parte da superfície do cilindro onde ranhuras revelam os planos de deslizamento. A partir da fotografia calculamos que a distância média entre planos é 12,5µm. Os segmentos de reta que traçamos entre planos para medir a distância entre eles também são vistos na Figura 10.

Da foto da Figura 9 estimamos que o ângulo entre os planos de deslizamento e o eixo radial do cilindro é aproximadamente 50°. Usando a informação que o eixo axial do cilindro corresponde à direção cristalográfica [011] e que os planos que deslizaram foram os (211), do esquema da Figura 11 calculamos que o ângulo entre os planos de deslizamento e o eixo radial do cilindro é 54,7°.



Figura 9. A esquerda: ilustração dos planos deslizados vistos de duas perspectivas diferentes. À direita: cilindro Nb1 após a deformação. Na fotografia se vê o relevo gerado na superfície devido ao deslizamento de conjuntos de planos.



Figura 10. Ranhura na lateral do cilindro Nb1 revela os planos de deslizamento. Da fotografia calculamos a distância média entre planos de deslizamento e obtivemos 12,5µm.



Figura 11. Esquema mostrando a inclinação dos planos de deslizamento (211) em relação ao eixo axial do cilindro (direção cristalográfica [011]).

Nossa amostra NbDef é um disco cortado do cilindro Nb1. Para obter o disco usamos serra de diamante para cortar o cilindro numa posição de 1 cm após as marcas das garras usadas para prender o cilindro durante a deformação. Cortamos o disco com 2 mm de espessura, o embutimos em resina e lixamos suas faces com lixa 800 para desbastar 0,2 mm e depois com lixa 1200 para desbastar 0,1 mm de cada face do disco. Depois submetemos o disco NbDef a um polimento químico com uma solução de uma parte de HF mais uma parte de HNO₃ mais uma parte de H₂O. A finalidade de lixar e fazer polimento químico é eliminar a camada de material onde a estrutura cristalina é afetada por tensões durante o corte com a serra. Abaixo está uma tabela com o tempo de polimento químico e a medida da espessura do disco após o polimento.

Tempo de polimento	Espessura do disco*
1 minuto	0,74 mm
1 minuto	0,72 mm
1 minuto	0,70 mm
1 minuto	0,69 mm
1 minuto	0,67 mm**
1,5 minuto	~0,64 mm***

* Antes de começar o polimento químico a amostra tinha 0,76 mm de espessura e 2,90 mm de diâmetro.

** Neste momento a amostra tinha 2,80 mm de diâmetro.

*** Calculamos esse valor a partir de velocidade de reação (0,018 mm/min) obtida pelas medidas anteriores. Esse valor foi calculado por que queríamos evitar o contato da superfície do disco com a do micrômetro para evitar deformações. Do cálculo obtemos o diâmetro 2,77 mm. No final do polimento pesamos a amostra e obtivemos que a massa dela era 0,0313 g.

Na Figura 12 mostramos o disco NbDef após os polimentos. Olhando o disco no microscópio ótico, com luz incidindo de forma oblíqua em relação à face circular do disco, vemos um padrão de linhas paralelas que revelam as linhas de interceptação dos planos deslizados com a face circular do disco. Na Figura 13 do lado esquerdo mostramos um esquema do padrão de linhas observado na face da amostra e do lado direito mostramos uma foto da face do disco ampliada onde se observa o padrão de linhas.


Figura 12. Amostra NbDef cortada do cilindro Nb1.



Figura 13. Padrão de linhas revelando onde os planos deslizados interceptam a superfície do disco (amostra NbDef). Do lado esquerdo está um esquema do padrão de linhas e no lado direito está a foto mostrando a superfície ampliada da amostra NbDef.



Figura 14. Curva da transição da amostra NbDef.

A temperatura crítica da amostra NbDef é 9,25K. Na Figura 14 apresentamos uma curva de transição magnética da amostra NbDef.

3.1.2 Amostra Nb

Do cilindro Nb2 cortamos a amostra que chamamos de Nb. Também submetemos essa amostra a polimentos com lixa e químico. Abaixo está uma tabela com o tempo de polimento químico e a medida da espessura do disco após cada etapa do polimento.

Tempo de polimento	Espessura do disco*
5 minutos	1,24 mm
5 minutos	1,15 mm
6 minutos	1,04 mm**

* Antes do ataque químico o disco tinha 2,80 mm de diâmetro e 1,33 mm de espessura.

**O diâmetro final foi de 2,13 mm. Usando a densidade do nióbio $8,57 \text{ g/cm}^3$ [37] obtemos que a massa do disco é 0,0318 g.

Na Figura 7 apresentamos a curva da transição da amostra Nb, que mostra $T_c = 9,25$ K, coincidindo com o T_c do nióbio citado em *handbooks*[37], o que é um indicativo da alta pureza dessa amostra.

Após uma seção de medidas de curva de magnetização (apresentadas mais adiante) não encontramos o Segundo Pico da Magnetização, por isso fizemos um segundo ataque químico na amostra Nb. Abaixo está uma tabela com o tempo de ataque químico e a medida da espessura do disco após o ataque.

Tempo de polimento	Espessura do disco*
5 minutos	1,00 mm
5 minutos	0,88 mm
10 minutos	0,70 mm
11 minutos	~0,51 mm**

* Antes do ataque químico o disco tinha 2,13 mm de diâmetro de 1,04 mm de espessura.

** Calculamos esse valor a partir de velocidade de reação (0,017 mm/min) obtida pelas medidas anteriores. Esse valor foi calculado por que queríamos evitar o contato da superfície do disco com a do micrômetro para evitar deformações. O diâmetro final foi de 1,5 mm. Usando a densidade do nióbio $8,57 \text{ g/cm}^3$ [37] obtemos que a massa do disco é 0,0077 g.

3.1.3 Amostra NbO

Após o segundo ataque químico da amostra Nb fizemos mais medidas $m \times H$ e ainda não encontramos o Segundo Pico da Magnetização, por isso resolvemos dopá-la com oxigênio numa tentativa de inserir impurezas e aumentar o aprisionamento de vórtices. Usamos um forno de indução para fazer a dopagem. A Figura 15 ilustra a bobina do forno e o fio de tungstênio enrolado que foi usado para suspender a amostra dentro da bobina do forno.

A bobina é um tubo de cobre com água fria passando no interior para retirar calor e impedir que o cobre se funda com a corrente elétrica induzida. Para suspender a amostra no interior da bobina foi usado um fio de tungstênio enrolado por que o tungstênio tem temperatura de fusão acima da do nióbio (nióbio funde a 2469°C e tungstênio a 3422°C) e por que a amostra não tinha extensão suficiente para se amarrada pelo fio.



Figura 15. Do lado esquerdo está o esquema ilustrando a bobina do forno de indução usado para dopar a amostra Nb com oxigênio. Do lado direito está o esquema ilustrando o fio de tungstênio enrolado que foi usado para suspender a amostra Nb dentro da bobina do forno.



Figura 16. Diagrama de fases nióbio-oxigênio.

O vácuo na câmara do forno era de $7,5x10^{-5}$ mBar e com o fluxo de gás oxigênio a pressão ficou $1,2x10^{-4}$ mBar. O tratamento térmico foi feito na temperatura de 1100° C e durou 9 horas, sendo que o fluxo de oxigênio foi mantido por apenas 1 hora e meia. A duração foi de 9 horas por que é preciso manter a amostra na temperatura um tempo suficiente para que os átomos de oxigênio

se difundam pela amostra toda. Portanto, quanto maior o tempo de tratamento se tem mais homogeneidade na distribuição de oxigênio pelo volume da amostra.

A Figura 16 mostra o diagrama de fases[40] do Nb-O. A porcentagem atômica de oxigênio na amostra de nióbio depende da pressão do gás oxigênio na câmara do forno. Aqui, como usamos pressão baixa, as linhas traçadas no diagrama de fases mostram que a concentração de oxigênio na amostra foi de 3 at. %. Esse resultado está de acordo com o esperado a partir da análise da variação da temperatura crítica com o aumento da concentração de oxigênio numa amostra de nióbio[41]. Uma concentração de oxigênio de 3 at. % equivale um aumento de 0,769% na massa da amostra devido ao oxigênio, mas como a massa do disco já era muito pequena inicialmente não foi possível usar uma balança capaz de medir o aumento na massa. Após a dopagem com oxigênio a amostra Nb passou a ser chamada de NbO.



Figura 17. Transição da amostra NbO. Após a dopagem com oxigênio a amostra Nb passou a ser chamada de NbO.

Na Figura 17 apresentamos a curva de transição magnética da amostra após a dopagem com oxigênio. O início da transição ocorre em aproximadamente 6,5 K. Pelos dados da variação de T_c

com a concentração de oxigênio, apresentados na referência [41] e que pode ser visto na Figura 18, vemos que a dopagem de oxigênio foi de cerca de 3at.%, o que está de acordo com as linhas traçadas no diagrama de fases na Figura 16.



Figura 18. Gráfico da variação da temperatura crítica com a concentração de oxigênio usado para determinar a concentração de oxigênio na amostra NbO. Retirado da referência [41].

3.2 Amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8-δ}

A temperatura crítica da amostra de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ que chamamos de R7 é 88,3 K, conforme pode ser visto na Figura 19.

A temperatura crítica de amostras de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ varia em torno 90 K dependendo da concentração de oxigênio. Amostras com temperatura crítica acima de 90 K são ditas otimamente dopadas. Para temperatura crítica menor que 90 K são ditas *under-doped* (faltando oxigênio nos planos de óxido de Bismuto, veja Figura 20) ou *over-doped* (com oxigênio em excesso). As

amostras que usamos neste trabalho são *over-doped*: R7 com T_c =88,3K e R2 com T_c =89K. As amostras têm forma aproximadamente retangular, sendo que a amostra R2 tem 1,4x0,6x0,06 mm³ e a R7 tem aproximadamente 2,0x2,0x0,07mm³. A massa da amostra R7 é de 0,0007 g.

Os comprimentos de penetração e de coerência do Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} dependem da direção cristalográfica, pois é um material fortemente anisotrópico, sendo[6] $\xi_{ab} \approx 2-4$ nm, $\lambda_{ab} \approx 140-200$ nm e $\Gamma = \lambda_c/\lambda_{ab} = \xi_c/\xi_{ab} \sim 1/50-1/200$. A estrutura cristalina do Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} é ortorrômbica com parâmetros de rede a $\approx 5,4$ Å, b $\approx 5,42$ Å e c $\approx 30,8$ Å. A estrutura pode ser vista como sendo formada por uma seqüência de planos conforme a Figura 20.

As amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} (amostras R2 e R7) foram crescidas pelo Dr. Robson Ricardo da Silva durante seu trabalho da tese[42] de mestrado. O processo de crescimento dos monocristais é baseado no método de auto fluxo usando uma da mistura dos pós de óxido de bismuto (Bi₂O₃), carbonato de cálcio (CaCO₃), carbonato de estrôncio (SrCO₃) e óxido de cobre (CuO). A estequiometria da mistura dos pós Bi₂O₃, CaCO₃, SrCO₃ e CuO é, respectivamente, 2,4-2-1-2. Os pós CaCO₃, SrCO₃ e CuO são misturados manualmente num almofariz por duas horas para assegurar homogeneidade da amostra. O motivo de não misturar o pó de Bi₂O₃ inicialmente é evitar a perda de bismuto durante o aquecimento, pois esse material é bastante volátil. A mistura é colocada em cadinhos de alumina (Al₂O₃) do tipo barca e levada ao forno onde é calcinada a 1000 °C por 30 horas. Após a calcinação o pó Bi₂O₃ é acrescentado à mistura e a mistura de pós é rehomogeneizada e submetida a um ciclo térmico realizado ao ar. O ciclo térmico começa com um aquecimento de 100 °C/h até 800 °C, onde é mantido por 6 horas e em seguida é aquecido a 300 °C/h até 1020 °C e outra vez mantido em equilíbrio por 6 horas. Para esfriar comeca-se com 300 °C/h até 920 °C, seguido por 5 °C/h até 890 °C/h onde se mantém a temperatura em equilíbrio por 6 horas. Segue-se com 1 °C/h até 830 °C para ocorrer nucleação e crescimento dos cristais. Depois a temperatura é levada para a ambiente numa taxa de 100 °C/h. A Figura 21 mostra o ciclo térmico.

Dentro do forno há um gradiente de temperatura de ~5 °C/cm entre a parede lateral e a placa da base do forno. Para aumentar o gradiente de temperatura os cadinhos foram dispostos com uma das extremidades fora da placa de base e encostada na parede. O crescimento do cristal ocorre na direção do gradiente de temperatura.



Figura 19. Temperatura crítica da amostra R7, de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$.



Figura 20. Estrutura cristalográfica do Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}.



Figura 21. Ciclo térmico para o crescimento dos monocristais de $Bi_2Sr_2CaCuO_{8+\delta}$. Retirado da referência [42].

Na Figura 22 mostramos uma fotografia da amostra R7. Ela é um trapézio e a base maior tem 3 mm, a base menor tem 2 mm e a altura do trapézio tem 2 mm. Na fotografia a amostra está sobre a escala de um paquímetro.

Durante este trabalho a amostra R7 foi submetida a duas seções de clivagem. Na Figura 23 mostramos os primeiros pedaços que soltaram da amostra no início da primeira clivagem. O pedaço maior na Figura 23 foi clivada em quatro partes e a amostra ficou com um total de oito pedaços na primeira clivagem. Na Figura 24 mostramos a amostra montada dentro de duas lâminas de plástico após a primeira seção de clivagem. Na Figura 25 as lâminas são separadas e vê-se os pedaços que resultaram da primeira seção de clivagem. Na segunda seção de clivagem cada pedaço foi clivado em pelo menos três partes e resultou um total de mais de 24 pedaços. A Figura 26 mostra os pedaços e a Figura 27 mostra a amostra montada entre duas lâminas de plástico sobre uma régua.



Figura 22. Fotografia da amostra R7 (região escura) sobre uma lâmina de plástico, colocada sobre a escala de um paquímetro.



Figura 23. Amostra R7 no início da primeira seção de clivagem.



Figura 24. Amostra R7 dentro das lâminas de plástico após a primeira seção de clivagem.



Figura 25. Lâminas abertas, vê-se os pedaços da amostra R7 que resultaram da primeira seção de clivagem.



Figura 26. Partes da amostra R7 após a segunda seção de clivagem.



Figura 27. Amostra R7 após segunda seção de clivagem montada sobre duas lâminas de plástico. A amostra está sobre a escala de uma régua e está pronta para medidas.

4 EQUIPAMENTOS DE MEDIDA

No desenvolvimento do projeto de pesquisa fizemos medidas de magnetização e suscetibilidade diferencial (AC) das amostras usando os sistemas MPMS 5 (*Magnetic Property Measurement System*) e PPMS modelo 6000 (*Physical Property Measurement System*) ambos fabricados pela empresa *Quantum Design*[43]. Ao longo do texto chamaremos o MPMS de SQUID.

Propriedades do SQUID [43][44]

- Suporta amostras de no máximo 9 mm de comprimento 5mm de diâmetro.
- Consegue medir amostras com momento magnético de 10⁻⁶ emu a 5 emu. Usando a cabeça RSO (*Reciprocating Sample Option*) chega a medir 10⁻⁸ emu para H<2500 Oe.
- Possui magneto de $5,0x10^4$ Oe.
- Consegue controlar a corrente do magneto para gerar o campo magnético com resolução de 1 Oe (usando o modo *High resolution control* pode atingir resolução de 0,1 Oe). Quando zeramos o campo magnético do magneto com o campo oscilando fica um campo residual de cerca de 5 Oe (se não levar o campo para zero oscilando o campo residual pode ser 10 vezes maior). O campo tem uniformidade de ±0,05% sobre ±1,5 cm do centro da bobina coletora (veja a Figura 28).
- Trabalha no intervalo de temperatura de 1.9K a 400K com precisão e estabilidade de ±0,5% da temperatura. A taxa máxima de variação da temperatura é 10K/min para 10K<T<300K e 2K/min para 2K<T<10K.

Propriedades do PPMS com a opção ACMS (AC Measurement System) [43][45]:

- Suporta amostras de no máximo 12,0 mm de comprimento e 5,3 mm de diâmetro.
- No modo DC consegue medir amostras com momento magnético de 2,5x10⁻⁵ emu a 5 emu. No modo AC chega a medir amostras com 2x10⁻⁸ emu para a freqüência do campo excitador de 10 kHz.
- Possui magneto de $9,0x10^4$ Oe.
- Consegue controlar a corrente do magneto para gerar o campo magnético com resolução de 0,2 Oe para campo até 1,0x10⁴ Oe e 20 Oe para campos superiores. O campo tem uniformidade de 0,01% por uma distância de 5,5 cm.

- Possui um intervalo de freqüência para o campo excitador de 10 Hz a 10 kHz.
- Possui um intervalo de amplitude para o campo excitador de 0,087 Oe a 17,3 Oe.
- Trabalha num intervalo de temperatura de 1,9 K a 350 K (400K para períodos menores que 2h), com precisão de ±1%, com estabilidade de ±0,2% para T<10K e de ±0,02% para T>10K. Possui taxa de variação da temperatura de 0,01 K/min a 20,0 K/min.



Figura 28. Uniformidade do campo magnético no SQUID (MPMS - 5) na região da bobina coletora onde se coloca a amostra [43].

4.1.1 Hardware do SQUID

Na Figura 29 apresentamos o esquema dos componentes do sistema SQUID. Os sistemas SQUID e PPMS são compostos de um dewar com hélio líquido e uma "probe" dentro do dewar com o magneto e os sensores. Os sensores são conectados a uma plataforma de controle que se comunica com um software num computador.



Figura 29. Esquema[44] dos componentes do sistema SQUID.

Os sensores na "probe" do sistema SQUID são: um fio para medir o nível do hélio no dewar, dois termômetros (um de germânio para 1,9K<T<40K e outro de platina para 40K<T<400K) e espiras de detecção ligadas a um dispositivo SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*). Nas Figura 30 e Figura 31 apresentamos o esquema das espiras de detecção dentro do solenóide, a ligação das espiras de detecção com o dispositivo SQUID e com a plataforma de controle.



Figura 30. Esquema[43] das espiras de detecção dentro do magneto no SQUID.



Figura 31. Esquema[44] da ligação das espiras detectoras com o dispositivo SQUID e com a plataforma de controle (Amplificador do SQUID modelo 2000)



Figura 32. Esquema do controle da temperatura no sistema SQUID pelo fluxo de hélio[44].

O controle de temperatura no sistema SQUID é feito por um conjunto de válvulas e uma bomba de vácuo que faz circular gás hélio pela parte externa da câmara de amostra. Existe um aquecedor na base da câmara da amostra que ajuda no controle da temperatura e para elevar a temperatura. Na Figura 32 apresentamos um esquema mostrando o interior da base da "probe", onde se vê a câmara da amostra, a região onde circula o gás hélio, a posição da amostra em relação aos termômetros e as espiras detectoras. 44

4.1.2 Hardware do PPMS

A "probe" do sistema PPMS é diferente da do SQUID, pois o PPMS é uma plataforma para fornecer controle de campo magnético e temperatura onde se conecta sistemas contendo os sensores que farão as medidas. Os sistemas mais usados em conexão com a plataforma PPMS são: o de medida de magnetização e suscetibilidade (ACMS), o de medida de transporte de corrente elétrica e o de medida do calor específico. Na Figura 33 mostramos um esquema da "probe" do PPMS e os detalhes da câmara da amostra contendo um *puck* conectado. Os termômetros são um de platina para T>80K e um termistor NTC (*Negative Temperature Coeficient*) para T<100K. Na Figura 34 mostramos um esquema do sistema ACMS e os detalhes do conjunto de bobinas que aplicam o campo AC (azul e amarela), que coletam o sinal da amostra (vermelha) e as usadas pelo sistema para calibração (azul). O campo alternado aplicado é gerado por uma corrente que passa por duas bobinas (azul e amarela) enroladas em sentido contrário, de tal forma que os campos se cancelam fora das bobinas. A espira de calibração serve para simular a resposta magnética de uma amostra e, assim, obter com precisão o atraso da eletrônica do sistema, o que permite separar as duas componentes da suscetibilidade: real (em fase com a resposta de uma amostra ideal) e imaginária (fora de fase).

4.1.3 Processos de medida

4.1.3.1.1 No SQUID

As medidas são baseadas na indução magnética, ou seja, no fato de que ao variar o fluxo magnético do interior de uma espira se induz uma voltagem na espira. A medida do momento magnético de uma amostra é feita movendo-se ela dentro das espiras de detecção. Ao mover uma amostra com momento magnético (seja devido ao campo aplicado ou espontâneo) dentro de uma bobina é induzida uma voltagem na mesma, proporcional ao momento magnético da amostra e à sua velocidade. Enquanto a amostra é movida dentro da bobina é coletado o valor da voltagem induzida nas espiras, em seguida o programa do sistema SQUID faz um gráfico da voltagem induzida versus a posição da amostra em relação à bobina de detecção. O programa faz uma regressão para ajustar os pontos ao gráfico de um dipolo magnético que se move através das espiras detectoras. O momento magnético da amostra é obtido pela integração numérica que o programa faz do gráfico ajustado.

Antes de fazer a medida a amostra é posta no centro da espira detectora para se determinar sua posição inicial. Para a centragem da amostra a mesma é movida numa varredura ao longo de 12 cm em passos, onde em cada passo a amostra se move com velocidade constante e é medida a voltagem induzida na espira detectora, ou seja, um ponto no gráfico da voltagem induzida versus posição da amostra em relação à bobina de detecção. O número de pontos é opcional e sempre

escolhemos 32 pontos. Também escolhemos fazer um gráfico da média de três varreduras. A posição da amostra é a posição onde aparece o maior valor da voltagem induzida.

Durante o processo de medida, na maioria dos casos, usamos 3 varreduras de 3 cm e coleta de 32 pontos em cada varredura (o SQUID tem resolução do posicionamento da amostra de 0,0003 cm). Usamos varreduras de 1,5 cm em medidas quando queríamos um campo mais uniforme (veja Figura 28).



Figura 33. "Probe" do sistema PPMS[43], com detalhe da câmara de amostra e termômetros.



Figura 34. Esquema do sistema ACMS mostrando[43] os detalhes do conjunto de bobinas.

4.1.3.1.2 No PPMS com a opção ACMS

As medidas DC do momento magnético da amostra, assim como no SQUID, são feitas movendo-se a amostra dentro das bobinas de detecção, numa velocidade constante de 1 m/s, ajustando a voltagem induzida na bobina de detecção versus a posição da amostra ao gráfico do movimento de um dipolo pelas bobinas de detecção e fazendo a integração do gráfico. Porém, no PPMS, diferentemente do SQUID, a amostra não é movimentada em passos, o movimento para extração da amostra é contínuo e dura 0,05s, sendo feitas 4096 leituras da voltagem induzida durante o trajeto da amostra. Nas medidas que fizemos usamos uma média de 25 de varreduras.

As medidas de suscetibilidade AC seguem quatro passos. Nos dois primeiros passos a amostra é mantida parada no centro de cada uma das duas bobinas detectoras e um campo h AC excitador, sobreposto a um campo H DC (gerado pelo magneto), é aplicado fazendo variar o momento magnético da amostra e induzindo voltagem na bobina detectora. Nas medidas que fizemos aplicamos o campo AC num tempo de 1 s (tempo de aquisição). A fase da variação do momento magnético é comparada com a fase do campo excitador e a variação do momento é dividida em duas componentes: uma real e outra imaginária. A componente chamada de real é uma onda com 90° fora de fase com o campo excitador. A componente chamada de imaginária é uma onda em fase com o campo excitador. Nos dois últimos passos a amostra fica entre as duas bobinas de detecção e as espiras de calibração simulam uma amostra enquanto se faz a medida. Do resultado da medida da espira de calibração é obtido o atraso do sinal devido à eletrônica do sistema PPMS, o qual é subtraído do resultado da amostra.

Dizemos que a medida retorna uma componente real do momento magnético m' em fase e uma imaginária m'' fora de fase, porém é importante observar que a medida feita não é do momento magnético da amostra, e sim da variação dele. A suscetibilidade real por unidade de volume χ ' é obtida dividindo m' pela amplitude h do campo excitador e a suscetibilidade imaginária por unidade de volume χ '' é a divisão de m'' por h.

Na centragem da amostra no modo DC o sistema move a amostra como se fosse fazer uma medida do momento magnético. Em seguida ele analisa o gráfico e obtém uma posição aparente da amostra. A posição é aparente por que a eletrônica de cada sistema PPMS tem um atraso característico. Após eliminar o efeito do atraso, se tem a posição da amostra.

Na centragem AC o sistema faz medida AC para 64 posições diferentes da amostra de uma bobina coletora até a outra, faz um gráfico da amplitude da voltagem induzida versus posição da amostra (apresentado na Figura 35) e toma o ponto de simetria do gráfico (linha verde na Figura 35) como sendo a posição da amostra. A linha preta na Figura 35 é o sinal da amostra e a linha azul clara é uma guia para uma centragem ideal. Devido à precisão maior na medida AC a centragem AC é três ordens de grandeza mais precisa que a DC.



Figura 35. Gráfico da amplitude da voltagem induzida versus posição da amostra numa centragem da amostra aplicando campo AC.

4.1.4 Montagem das amostras

Em ambos os sistemas, SQUID e PPMS, a amostra é fixada em um suporte que é preso numa vareta que é movimentada por uma cabeça de transporte do sistema. O suporte mais usado é um canudo plástico transparente (semelhante àqueles de beber refrigerante), que tem 19,7 cm de comprimento e 5,5 mm de diâmetro.

No SQUID a vareta é metálica e a amostra é fixada dentro do canudo inteiro de tal forma que ela fique entre 7 cm e 10 cm da extremidade da vareta, ou seja, a amostra fica aproximadamente no centro do canudo. Se a espira de detecção sentir a presença da ponta da vareta o resultado da medida é distorcido.

No PPMS a vareta é de fibra de carbono e a amostra é fixada próxima a uma extremidade do canudo cortado, de tal modo que a amostra fica a 13 cm \pm 4 mm da ponta da vareta.

A seguir apresentamos as montagens usadas para medir cada uma das amostras e no próximo capítulo apresentamos e discutimos os resultados das medidas.

4.1.4.1.1 Amostra Nb

Fizemos medidas $m \times H$ da amostra Nb no PPMS usando as montagens apresentadas na Figura 36. O suporte da amostra, feito de um material chamando Delrin[®], consiste em um recipiente cilíndrico onde é rosqueado uma extensão que é fixada na vareta. Ao rosquear a extensão a amostra é pressionada no fundo do recipiente mantendo-a fixa. Na Figura 36 primeiro apresentamos apenas o conjunto recipiente e suporte, depois apresentamos a amostra (pintada de vermelho para destacar) dentro do recipiente, nas posições horizontal, inclinada e vertical.



Figura 36. Montagens que usamos no PPMS para fazer medidas da amostra Nb e da amostra NbDef com inclinações.

4.1.4.1.2 Amostra NbO

Fizemos medidas $m \times H$ da amostra NbO, no SQUID, usando as montagens apresentadas na Figura 37. Na primeira imagem mostramos a amostra sobre uma argola recortada de um outro canudo e em seguida mostramos a amostra presa por duas argolas. Começamos usando essa montagem para medir, mas ela não prendia a amostra o suficiente para impedir que disco se movesse, devido à força magnética que age nela durante a medida. Substituímos a montagem pela apresentada nas duas últimas imagens da figura, onde a amostra é presa entre dois pinos feitos de Teflon[®].



Figura 37. Montagem que usamos no SQUID para fazer medidas da amostra NbO.

4.1.4.1.3 Amostra NbDef

Fizemos inicialmente medidas $m \times H$ na amostra NbDef, no PPMS, usando a montagem apresentada na Figura 36. A amostra foi medida em três posições: com o disco na horizontal, com o disco inclinado ~45° e com o disco na vertical. Conforme mostrado na Figura 36 usamos peças feitas de Teflon[®] para posicionar o disco.

Fizemos a maioria medidas $m \times H$ da amostra NbDef, no SQUID, usando a montagem apresentada na Figura 38. Primeiro mostramos o suporte feito de Delrin[®], depois o cubinho feito de Teflon[®] onde colocamos a amostra e, por fim, o cubinho encaixado no suporte. Também há uma tampa para o furo do cubinho que não mostramos na figura. Com essa montagem podemos encaixar de forma justa o cubinho num furo quadrado feito em um transferidor, permitindo girar o cubo com precisão de ±1° se baseando no risco (vermelho) feito no suporte. Para garantir que o cubinho não saísse do lugar durante as medidas enrolamos uma fita de Teflon[®], envolvendo o cubinho e o suporte.

4.1.4.1.4 Amostra R2

Fizemos medidas $m \times H$ com dependência angular na amostra R2, no SQUID, usando a montagem apresentada na Figura 39. Usamos um canudo com dois furos diametralmente opostos feitos a meia altura. A amostra, colada com graxa de vácuo entre duas lâminas de plástico, foi inserida pelos furos atravessando o canudo, e uma fita adesiva (amarela) foi colocada dos dois lados para impedir que as lâminas saíssem do furo. As lâminas de plástico foram obtidas de um canudo

aberto e aplainadas com um ferro de passar roupa. Para obter a dependência angular as lâminas foram giradas o ângulo desejado dentro do furo, com uma precisão de $\pm 5^{\circ}$.



Figura 38. Montagem que usamos no SQUID para fazer medidas da amostra NbDef variando o ângulo do campo aplicado em relação aos planos de deslizamento.



Figura 39. Montagem que usamos no SQUID para fazer medidas $m \times H$ com dependência angular nas amostras R2 e R7.

52 4.1.4.1.5 Amostra R7

Fizemos medidas $m \times H$ com dependência angular na amostra R7, no SQUID, usando a mesma montagem usada na amostra R2 que apresentamos na Figura 39.

Fizemos também medidas $\chi \times h$ e $\chi \times T$ na amostra R7, no PPMS, usando as montagens apresentadas na Figura 40. Para fazer estas medidas com a amostra inteira colocamos a amostra presa com graxa de vácuo sobre um pino de Teflon[®]. Depois de fazer algumas medidas $m \times H$, no SQUID, resolvemos fazer as medidas de χ também com a amostra entre lâminas para não precisar mexer na amostra.



Figura 40. Montagem que usamos no PPMS para fazer medidas de suscetibilidade na amostra R7.

5 RESULTADOS

5.1 Amostra Nb

Na tentativa de encontrar um intervalo de temperatura onde aparecesse o Segundo Pico da Magnetização fizemos medidas de curvas $m \times H$, no PPMS, nas temperaturas 4K, 6K e 8K. Os resultados dessas medidas são mostrados na Figura 41.



Figura 41. Medidas da amostra Nb para tentar localizar o Segundo Pico da Magnetização. Fizemos medidas em 6 K e 8 K (em vermelho) para a amostra mergulhada em graxa de vácuo para diminuir o contato térmico dela com o ambiente.

Nessas curvas não observamos o Segundo Pico da Magnetização. Resolvemos mergulhar a amostra em graxa de vácuo e repetir as medidas, pois imersa em graxa de vácuo o contato térmico da amostra com o ambiente é alterado. Se o calor gerado na movimentação dos vórtices não for liberado para o ambiente o aquecimento local da amostra leva a entrada de mais vórtices. Essa instabilidade térmica pode levar ao aparecimento de picos na curva. Os dados da medida da amostra mergulhada em graxa de vácuo são as curvas em vermelho na temperatura 6K e 8K. Nessas curvas também não observamos instabilidades térmicas ou Segundo Pico da Magnetização, observamos

apenas uma pequena variação na histerese na curva. Nas curvas com e sem graxa a inclinação da reta no trecho Meissner está diferente, ou seja, a amostra mergulhada em graxa de vácuo ficou com uma inclinação diferente em relação ao campo aplicado. Essa pequena diferença na inclinação altera o fator de desmagnetização e o campo H_{c1} se desloca para direita gerando uma aparente diferença de histerese entre as curvas da amostra imersa e não imersa em graxa de vácuo.

Resolvemos diminuir a espessura da amostra com ataque químico, pois há publicações[27][28] de observação do Segundo Pico da Magnetização em filmes de nióbio. A espessura do disco foi reduzida de 1,04 mm para 0,51 mm. Os resultados das medidas $m \times H$ feitas no PPMS após a redução da espessura do disco estão na Figura 42. Nosso objetivo era observar o trecho da curva próximo a H_{c1} , por isso interrompemos algumas curvas antes de tê-las completado.



Figura 42. Após ataque químico, medidas para tentar localizar o Segundo Pico da Magnetização próximo de H_{cl} . Interrompemos algumas curvas antes de tê-las completado.

Outra vez não observamos o Segundo Pico da Magnetização. Vemos apenas que o momento magnético está cinco vezes menor por causa da redução do volume da amostra e H_{cl} está

um pouco menor possivelmente por causa da diminuição do fator de desmagnetização, porém o valor de H_{c2} não varia, como esperado.

Ampliando o trecho da curva para a temperatura de 4K, próximo de H_{c1} observamos que a curva é afetada por instabilidades térmicas, pois a curva não é "lisa", ocorrendo variações bruscas da magnetização. A Figura 43 mostra os gráficos $m \times H$ para as temperaturas 6K e 4K, sendo que o em 6K foi menos afetado por instabilidades térmicas que em 4K.



Figura 43. Ampliação do trecho próximo a H_{c1} das medidas do gráfico da Figura 42. Observamos que na medida em 4K houve mais instabilidades térmicas que em 6K.

No gráfico da Figura 43 também colocamos a variação da temperatura da amostra, que é a temperatura definida para a medida menos a temperatura medida pelo termômetro do sistema (MPMS5). O sistema consegue controlar a temperatura com uma estabilidade tal que variação do valor de temperatura seja da ordem de milésimo de Kelvin. Pelo gráfico é possível observar que durante a medida houve variação da temperatura na ordem de centésimo de Kelvin. Atribuímos essa variação maior no valor da temperatura devido ao calor gerado durante a movimentação de uma

grande quantidade de vórtices que entra na amostra num momento de instabilidade térmica. Adiante essa interpretação será explorada com mais detalhes.

Como não observamos o Segundo Pico da Magnetização que era nosso objetivo, resolvemos dopar a amostra com oxigênio para testar a idéia de que o Segundo Pico da Magnetização poderia ser causado por não homogeneidade na amostra. A amostra Nb após ser dopada com oxigênio passou a ser chamada de NbO.

5.2 Amostra NbO

Para tentar localizar o SPM na amostra NbO fizemos curvas $m \times H$ nas temperaturas 2K, 3K, 4K e 5K, no sistema MPMS usando a opção RSO, e 6K no PPMS, conforme a Figura 44, e não observamos o SPM próximo de H_{cl} .



Figura 44. Amostra NbO. Tentativas de localizar o Segundo Pico da Magnetização.



Figura 45. Ampliação do trecho próximo a H_{c1} das curvas da Figura 44.



Figura 46. Variação da temperatura durante a medida no intervalo de campo próximo a H_{c1} .

Em supercondutores de alta temperatura crítica o Segundo Pico da Magnetização é intenso e aparece para uma janela de temperatura relativamente pequena se comparada ao T_c do material. Como o nióbio dopado com oxigênio tem T_c baixo (6,5 K) uma possível hipótese é que a janela de temperatura onde aparece o SPM seja muito pequena e que talvez a amplitude do Segundo Pico da Magnetização também seja pequena. Por isso resolvemos investigar com maior atenção o trecho da curva $m \times H$ bem próximo de H_{c1} . A Figura 45 e a Figura 47 mostram os trechos próximos de H_{c1} das curvas da Figura 44, de repetições da medida em 5K e da medida na temperatura 5,5K e 6K. Os gráficos $m \times H$ são seguidos por gráficos $\Delta T \times H$, Figura 46 e Figura 47, mostrando como a temperatura variou enquanto se obtinha as curvas $m \times H$.



Figura 47. Ampliação do trecho da curva $m \times H$ na região do H_{c1} nas temperaturas 5,5K e 6K. Embaixo está a variação da temperatura durante as medidas.

Durante as medidas das curvas de 2K, 3K e 4K a variação da temperatura se manteve menor ou igual a um mili-Kelvin, como é visto nos gráficos $\Delta T \times H$ da Figura 46. Essa variação pequena no valor da temperatura indica que não há presença significativa de instabilidades térmicas nessas medidas, como de fato se observa que as curvas são "lisas". Nas medidas em 5K, 5,5K e 6K a

variação da temperatura chega a quatro centésimos de Kelvin. As curvas $m \times H$ nessas temperaturas não são "lisas" indicando a presença de instabilidade térmica, sendo coerente com a variação da temperatura observada.

Repetimos três vezes a medida na temperatura 5K, sendo que na terceira medida, 5K_c, esperamos um minuto antes e depois da medida de cada ponto, o que resultou numa relaxação e a histerese ficou um pouco menor que nas duas primeiras medidas. Na primeira medida a variação da temperatura começa na ordem de 10^{-4} K e com o campo aplicado 39 Oe a variação da temperatura passou a ser da ordem de 10^{-2} K, veja a Figura 46. Na curva $m \times H$, Figura 45, vemos que ela começa "lisa" e no campo de 39 Oe há um salto indicando a entrada de muitos vórtices de uma vez e o início das instabilidades térmicas. Nas duas repetições dessa medida a instabilidade térmica apareceu ao longo de toda a curva $m \times H$. Nas três medidas observamos o mesmo comportamento das curvas $m \times H$: logo após H_{c1} a curva forma uma espécie de pico no campo de 26 Oe e ao longo da curva as instabilidades térmicas coincidem nas três medidas. Nas curvas $\Delta T \times H$ vemos que nos campos 60 Oe, 72 Oe e 82 Oe a temperatura estava num valor mínimo e em seguida sofreu um aumento rápido, indicando a presença do calor liberado na entrada de vórtices ao formar os picos na curva $m \times H$.

Para refinar mais o intervalo de temperatura investigado fizemos medidas no PPMS em 2,5K, 3,5K, 4,5K, 4,75K e 4,85K e também observamos instabilidades térmicas. A Figura 48 apresenta essas medidas $m \times H$ e a Figura 49 apresenta a variação da temperatura durante as medidas.

O esperado numa amostra contendo centros de aprisionamento para vórtices é que o valor do módulo do momento magnético m não comece a diminuir logo em H_{c1} com a entrada do primeiro vórtice. Os primeiros vórtices que entram na amostra ficam ancorados nos centros de aprisionamento próximos da superfície. Esses vórtices ancorados oferecem resistência à entrada de mais vórtices e a corrente de blindagem tem que aumentar para elevar a pressão magnética até um certo valor onde ocorra entrada de mais vórtices. Além da corrente de blindagem também há corrente induzida devido aos vórtices ancorados formarem um gradiente de campo magnético no interior da amostra. Esse aumento nas correntes circulando na amostra logo após a entrada dos primeiros vórtices é visto na curva $m \times H$ como um aumento no módulo do valor de m enquanto que a inclinação da curva $m \times H$ deixa de ser a inclinação da reta do trecho Meissner e começa a aumentar.



Figura 48. Trecho próximo a H_{c1} das medidas em 2,5K, 3,5K, 4,5K, 4,75K e 4,85K.



Figura 49. Variação da temperatura durante as medidas da Figura 48.

O processo de ancoramento dos primeiros vórtices pode levar ao aparecimento de picos na curva $m \times H$, pois ao entrar os primeiros vórtices o módulo do momento magnético tende a diminuir, mas quando esses vórtices são ancorados o módulo de m tende a aumentar. Interpretamos esse tipo de ancoramento como possível causa do pico em 26 Oe na curva $m \times H$ na temperatura 5K. Pico semelhante a esse também aparece na curva para 3K em 80 Oe, para temperatura 4,5K em 32 Oe e antes da amostra ser dopada, Figura 43, na medida para a temperatura de 4K em 810 Oe.

Observamos o efeito pico, próximo de H_{c2} , nas medidas em 2K e 3K. Na literatura[41][46] há relato de observação do efeito pico em temperatura acima de 3K em amostras de nióbio dopadas com oxigênio, com dopagens menores que a nossa. Na Figura 50, Figura 51 e Figura 52 apresentamos medidas $m \times H$ destacando o trecho próximo de H_{c2} . Na medida em 3K o efeito pico quase não é observado e em 5K ele não aparece.



Figura 50. Efeito pico próximo de H_{c2} na medida em 2 K.



Figura 51. Efeito pico próximo de H_{c2} na medida em 3 K.



Figura 52. Em 5 K não aparece o Efeito Pico próximo de H_{c2} .
5.3 Amostra NbDef

5.3.1 Medidas variando a inclinação da amostra

Com o objetivo de localizar o Segundo Pico da Magnetização, próximo de H_{c1} , começamos fazendo curvas $m \times H$ nas temperaturas 4K, 6K e 8K. Para verificar como a interação dos vórtices com os planos de deslizamento influenciam na curva $m \times H$, fizemos medidas para o campo magnético aplicado perpendicular à face do disco (disco na posição horizontal), com inclinação de 45° e paralelo (disco na posição vertical). A Figura 53 ilustra as posições da amostra em relação ao campo aplicado.



Figura 53. Posições da amostra NbDef em relação ao campo aplicado: disco na posição horizontal, inclinada e vertical.

Nas curvas $m \times H$ que fizemos (veja a Figura 54), para a amostra NbDef, não observamos o Segundo Pico da Magnetização. A razão para verificarmos se o Segundo Pico da Magnetização apareceria na amostra NbDef é que sabemos que este efeito está relacionado com a interação dos vórtices com centros de aprisionamento e os planos de deslizamento são centros de aprisionamento. Por outro lado, a amostra NbDef apresenta o Efeito Pico próximo de H_{c2} , que também está relacionado à interação de vórtices com centros de aprisionamento, inclusive, antes da amostra ser deformada ela não apresentava o Efeito Pico[38], assim como a amostra Nb não apresentava o Efeito Pico antes de ser dopada com oxigênio.

Fizemos medidas para a amostra NbDef em três posições por que os planos de deslizamento (211) da rede cristalina fazem ângulo de cerca de 54,7° com a face do disco. Portanto, para o disco na posição horizontal os vórtices atravessam os planos de deslizamento com inclinação de 35,3° em relação a eles. Nas posições inclinada e vertical tentamos minimizar o ângulo entre os vórtices e os planos de deslizamento, mas como veremos adiante, esse ângulo depende do ângulo θ de giro do disco em relação ao seu eixo. Na Figura 54 apresentamos os resultados das medidas variando a posição do disco.



Figura 54. Medidas de $m \times H$ variando a posição do disco (amostra NbDef).

Nas curvas $m \times H$ da Figura 54 vemos nas medidas em 6K que ao inclinar a amostra a inclinação da reta do trecho Meissner diminui, pois diminui o fator de desmagnetização da amostra e H_{c1} ocorre para campos aplicados nominais mais elevados. Quando o disco está na posição horizontal uma pequena variação na sua inclinação gera uma mudança razoável no fator de desmagnetização. Isso é visto comparando a inclinação do trecho Meissner na curva de 6 K com disco na horizontal, que foi feita num dia e as curvas 4 K e 8 K que foram feitas em outro dia após a amostra ser remontada no suporte. Para campos próximos de H_{c2} a amostra está praticamente toda preenchida de campo magnético e o fator de desmagnetização dos vórtices com os planos for a mesma para as diferentes inclinações. Ao inclinar a amostra a interação dos vórtices com os planos de deslizamento muda e afeta a histerese ao longo de toda a curva $m \times H$ para $H > H_{c1}$, mas a

mudança no fator de desmagnetização, ao inclinar o disco, também afeta a visualização da histerese, principalmente para H próximo de H_{cl} .

5.3.2 Medidas variando o ângulo de giro da amostra

Para explorarmos com detalhes a interação dos vórtices com os planos de deslizamento mantemos o disco na posição vertical e usamos o padrão de linhas formado pelos planos de deslizamento na face do disco (veja a Figura 13) para orientar o campo magnético em relação aos planos. Com o disco na vertical e com o campo magnético paralelo ao padrão de linhas, temos que o campo magnético fica paralelo aos planos de deslizamento. Chamamos essa orientação de $\theta = 0^{\circ}$. A partir desta posição se giramos o disco 90° no sentido anti-horário em relação ao seu eixo axial, teremos que o padrão de linhas ficará perpendicular à direção do campo aplicado. Chamamos essa orientação de $\theta = 90^{\circ}$ e nessa orientação o campo aplicado faz um ângulo de 54,7° com os planos de deslizamento, pois os planos possuem uma inclinação de 54,7° em relação à face do disco.

A Figura 55 mostra o esquema da orientação do disco. De modo geral, o ângulo α entre os planos de deslizamento e o campo aplicado é dado por $\alpha = arcsen[sen(\theta)sen(54,7^{\circ})]$ onde θ é o ângulo do giro do disco. A Figura 56 ajuda visualizar a relação entre α e θ . Na Figura 57 apresentamos como o ângulo α varia ao girar o disco (variar θ).

As medidas variando a inclinação da amostra, que apresentamos na Figura 54, foram feitas no PPMS. Usamos o SQUID para fazer as medidas variando o ângulo θ de giro do disco e mudamos a montagem da amostra e o tempo consumido na medida de cada curva $m \times H$. Como no SQUID usamos menos tempo para tirar cada curva $m \times H$, houve menos tempo para haver relaxação da magnetização e as curvas $m \times H$ ficaram com maior histerese. Na Figura 58 apresentamos a curva $m \times H$ feita no PPMS com o disco na posição vertical e com ângulo de giro do disco desconhecido (porém tentamos montar o disco de tal forma que o campo aplicado fosse paralelo aos planos de deslizamento) e a curva $m \times H$ feita no SQUID com o disco na posição vertical e ângulo de giro $\theta = 0^{\circ}$.

Ao girar o disco variamos o ângulo α do campo aplicado em relação aos planos de deslizamento, conseqüentemente variamos o ângulo entre os vórtices e os planos de deslizamento, variando a intensidade da força de aprisionamento agindo nos vórtices e a histerese na curva $m \times H$. Quanto maior o aprisionamento dos vórtices, maior a histerese. Quando $\alpha = 0^\circ$ o vórtice inteiro está sobre um plano de deslizamento e ele é livre para se mover na direção do plano e tem força de aprisionamento máxima para se mover na direção perpendicular ao plano. Para pequenos ângulos α ,

deve ocorrer o efeito *lock in*[6], onde o vórtice se curva para manter parte dele paralelo ao plano enquanto o atravessa. A Figura 59 mostra como varia a histerese ao aumentar o ângulo entre o campo e os planos de deslizamento.



Figura 55. Definição da orientação dos planos de deslizamento em relação ao campo aplicado para duas orientações de giro do disco ($\theta = 0^\circ e \theta = 90^\circ$) em relação ao seu eixo.



Figura 56. Relação entre o ângulo θ de giro do disco e o ângulo α que o campo aplicado paralelo à face do disco faz com os planos de deslizamento.



Figura 57. Variação do ângulo α do campo aplicado em relação aos planos de deslizamento ao girar o disco (variar θ).

Na Figura 59 observamos que a histerese próximo a H_{c1} para o campo paralelo aos planos $\alpha = 0^{\circ}$ ($\theta = 0^{\circ}$) é menor que para o campo com ângulo $\alpha = 54,7^{\circ}$ ($\theta = 90^{\circ}$) em relação aos planos. Próximo a H_{c2} ocorre o inverso, a histerese é maior para $\alpha = 0^{\circ}$ e menor para $\alpha = 54,7^{\circ}$. A histerese para valores de campo próximos a H_{c1} pode ser entendida pensando que para inclinação $\alpha = 54,7^{\circ}$ todos os vórtices atravessam vários planos de deslizamento, enquanto que para $\alpha = 0^{\circ}$ apenas uma pequena parte dos vórtices estão fortemente aprisionados ao longo dos planos, enquanto que os demais vórtices sofrem apenas força de interação entre si. Convém lembrar que no nióbio o comprimento de coerência ξ é cerca de 24,6 nm, conforme calculamos, e o parâmetro da rede cristalina é cerca de 3,3 Å [37]. Como a distância média entre planos de deslizamento é de 12 µm, mesmo com a tensão do deslocamento se propagando por distância de vários parâmetros de rede cristalina, entre dois planos de deslizamento cabem milhares de vórtices. Talvez o efeito mais relevante é que em $\alpha = 0^{\circ}$ os vórtices aprisionados em um plano podem se mover com facilidade ao

longo do plano. Para valores de campo próximo a H_{c2} embora haja uma grande concentração de vórtices e uma considerável interação com os planos de deslizamento, que é revelado pelo surgimento do efeito pico, parece que a maior influência na variação na histerese ao girar o disco vem da variação do valor de H_{c2} , para diferentes valores de α .



Figura 58. Medida feita no PPMS (vermelha) e medida feita no SQUID (azul). No SQUID usamos menos tempo para fazer as curvas $m \times H$ variando θ e a histerese foi maior.

O esperado é que aumentando a força de aprisionamento dos vórtices a amplitude do efeito pico também aumente. Por outro lado, quanto maior o valor de H_{c2} , menor a histerese próximo a H_{c2} , como mostrado na Figura 60, embora nem todas as curvas, com valor de H_{c2} entre os valores encontrados para $\theta = 60^{\circ}$ e $\theta = 120^{\circ}$, estão entre essas duas curvas ao longo de todo o intervalo de campo. Temos que comparar curvas que têm o mesmo valor de H_{c2} para verificar como a histerese muda devido apenas a variação da interação dos vórtices com planos ao variar α . Na Figura 61 apresentamos curvas com o mesmo valor de H_{c2} e diferentes ângulos α do campo aplicado em relação aos planos. Vemos que de fato a histerese é menor nas curvas onde o ângulo α é menor.



Figura 59. Mudança na histerese quando varia a inclinação α do campo aplicado.



Figura 60. Quando maior o valor de H_{c2} , menor a histerese da curva.

5.3.3 Anisotropia de H_{c2}

Fizemos medidas $m \times H$ para vários ângulos θ de giro do disco, como mostrado na Figura 62. Na Figura 63 mostramos a região próxima a H_{c2} das curvas medidas. Além de observarmos a variação do valor de H_{c2} para diferentes ângulos de giro do disco, observamos uma intensa avalanche de vórtices para alguns ângulos. Na Figura 64 mostramos o critério que usamos para obter os valores de H_{c2} nas curvas sem avalanche de vórtices. Na Figura 64 também vemos que nas curvas não temos m = 0 emu em H_{c2} , ou seja, há supercondutividade superficial até um campo mais elevado H_{c3} .



Figura 61. Variação da histerese ao variar o ângulo α entre o campo aplicado e os planos de deslizamento quando o valor de H_{c2} é constante.



Figura 62. Variação na histerese ao girar o disco variando a interação dos vórtices com planos de deslizamento.



Figura 63. Ampliação do trecho próximo de H_{c2} da Figura 62.



Figura 64. Critério para obter H_{c2} nas curvas sem avalanche de vórtice.



Figura 65. Região próxima a H_{c2} nas curvas com avalanche de vórtices.



Figura 66. Valores de H_{c2} para diferentes ângulos α do campo aplicado em relação aos planos de deslizamento para a amostra na temperatura 4K. No gráfico também indicamos os ângulos θ de giro do disco.

Na Figura 65 mostramos a região próximo a H_{c2} nas curvas com avalanches de vórtices. Após cada avalanche o módulo do valor da magnetização volta a aumentar seguindo uma linha reta paralela ao trecho Meissner até que ocorra outra avalanche e o valor da magnetização caia para próximo de zero. Para obter o valor de H_{c2} nas curvas com avalanche usamos o critério de que em H_{c2} ocorre a última avalanche de vórtices. Além deste ponto o módulo do valor da magnetização aumenta por causa da supercondutividade superficial, mas não ocorre seguindo uma reta paralela ao trecho Meissner.

Na Figura 66 mostramos os valores de H_{c2} para os vários ângulos θ de giro do disco em que fizemos medidas. Colocamos em vermelho os ângulos θ em que observamos avalanche de vórtices. Na Figura 57 também indicamos esses ângulos com setas vermelhas. Na Figura 66 vemos que em torno de $\alpha = 0^{\circ}$ o valor de H_{c2} passa por um máximo.

A curva contínua da Figura 66 representa um ajuste usando a equação[1][47] de H_{c2} para materiais anisotrópicos:

$$H_{c2}(\alpha) = H_{c2}^{\parallel} \left[\cos^{2}(\alpha) + \varepsilon^{2} \operatorname{sen}^{2}(\alpha)\right]^{-0.5}$$
(27)

sendo $\varepsilon = H_{c2}^{\parallel}/H_{c2}^{\perp}$, H_{c2}^{\parallel} representa o campo aplicado paralelo aos planos de deslizamento e H_{c2}^{\perp} representa o campo aplicado perpendicular aos planos. Do ajuste obtivemos um fator de anisotropia relativamente pequeno, $\varepsilon = 1,05$.

Existe uma relação entre a anisotropia de H_{c2} e o caminho livre médio l dos elétrons, através das equações[1] $H_{c2} = \Phi_0/2\pi\xi^2$ e $\xi(l) = l \cdot \xi_0/(l + \xi_0)$. Uma possível explicação para a anisotropia de H_{c2} estaria associada com as variações do caminho livre médio dos elétrons que ocorrem para diferentes direções em relação aos planos de deslizamento, pois l_{\parallel} paralelo aos planos de deslizamento é diferente de l_{\perp} perpendicular aos planos. Assumindo que l_{\perp} é igual à distância d_0 entre os planos de deslizamento, podemos calcular d_0 e comparar com o valor ~ 12,5 μ m obtido através de uma fotografia dos planos deslizados (veja a Figura 10).

Temos que $H_{c2}^{\parallel} = \Phi_0 / 2\pi \xi^{\parallel} \xi^{\perp}$ e $H_{c2}^{\perp} = \Phi_0 / 2\pi \xi^{\parallel^2}$, portanto:

$$\varepsilon = \frac{H_{c2}^{\parallel}}{H_{c2}^{\perp}} = \frac{\xi^{\parallel}(l^{\parallel})}{\xi^{\perp}(l^{\perp})} = \frac{\xi_{0}^{\parallel} \cdot l^{\parallel}}{\xi_{0}^{\parallel} + l^{\parallel}} \cdot \frac{\xi_{0}^{\perp} + l^{\perp}}{\xi_{0}^{\perp} \cdot l^{\perp}} = 1,05$$
(28)

75

Para $T \approx 0$ K temos $\xi_0^{\parallel} \ll d_0$ e $\xi_0^{\perp} \ll d_0$ e podemos considerar $\xi_0^{\parallel} = \xi_0^{\perp} = \xi_0$. Usando $l_{\perp} = d_0$ obtemos:

$$d_{0} = \frac{\xi_{0}}{1,05(\xi_{0}/l_{\parallel}) + 0,05}$$
(29)

Usando os valores de H_{c2} das curvas $m \times H$ da Figura 41 e as relações $H_{c2} = \Phi_0 / 2\pi \xi^2$ e $\xi(T) = \xi_0 (1 - T/T_c)^{-1/2}$ obtemos $\xi_0 = 24,89 \times 10^{-9}$ m.

A Razão de Resistência Residual é RRR=R_{300K}/R_{4,2K}, da nossa amostra é tal que 2000<RRR<2500. Assumimos RRR= $\rho_{300K}/\rho_{4,2K}$ =2000, ou seja, usamos o valor RRR para o estado mais impuro da amostra. Sabemos[48] que $\rho_{4,2K} = m_e \cdot v_F / (ne^2 l_{\parallel})$, sendo $m_e = 9,11 \times 10^{-31}$ kg a massa do elétron, $v_F = 3 \times 10^7$ cm/s [49] é a velocidade dos elétrons com a energia do nível de Fermi, $n = 5,56 \times 10^{22}$ cm⁻³ [48] é a densidade de elétrons e $e = -1,6 \times 10^{-19}$ C é a carga do elétron. Como[37] $\rho_{300K} = 15,2 \times 10^{-8} \ \Omega \cdot m$, obtemos:

$$l_{\parallel} = \frac{RRR \cdot m_e \cdot v_F}{\rho_{300K} \cdot n \cdot e^2} = 2,526 \times 10^{-6} \text{m}$$

Dos cálculos obtemos que o valor d_0 , da distância entre planos de deslizamento, é 0,4µm, que é trinta vezes menor que o valor 12,5µm obtido pela análise da linhas observadas na fotografia da Figura 10. Este desacordo, talvez seja uma indicação de que nossas suposições no modelo utilizado não estejam completamente corretas. Notamos que a combinação de dois fatores poderia explicar o desacordo: 1) pode ser que para a resolução limitada da observação ótica nos forneça distâncias maiores que a real entre os planos de deslizamento; 2) pelo fato da região dos planos envolver várias camadas atômicas deformadas (ou tensionadas), teremos $l_{\perp} = \eta \cdot d_0$, com $0 \le \eta \le 1$, sendo que para obter a equação (29) assumimos $\eta = 1$. Se, por exemplo, $\eta = 0,1$, um novo calculo forneceria $d_0 = 4$ µm, bem mais próximo do valor esperado. Outro exemplo do efeito de l é que a amostra Nb na temperatura 2K, antes de ser dopada com oxigênio, tinha $H_{c2} = 3970$ Oe. Depois de dopada passou a ter $H_{c2} = 15800$ Oe, ou seja, ao reduzir o caminho livre médio eletrônico o valor de H_{c2} passou a ser quatro vezes maior.

Também fizemos medidas $m \times H$ para alguns valores de θ nas temperaturas 6K e 8K (veja Figura 67 e Figura 68). Em 6K, assim como em 4K, também observamos variação na histerese e no valor de H_{c2} . Em 8K, embora os intervalos de campo sejam grandes, também observamos variação na histerese, e acreditamos que se o passo de medida fosse menor também observaríamos a anisotropia de H_{c2} com maior clareza. Portanto, mesmo aumentando a temperatura a anisotropia no valor de H_{c2} continua.



Figura 67. Variação da histerese e de H_{c2} ao variar o ângulo de giro do disco na temperatura 6K.



Figura 68. Variação da histerese e de H_{c2} ao variar o ângulo de giro do disco na temperatura 8K.

5.3.4 Avalanches de vórtices

Nas medidas com ângulo de giro do disco de -90°, -80°, -60°, -50° e 150° observamos avalanches de vórtices. Cada avalanche está associada com a entrada de um grande número de vórtices que leva a uma redução brusca no módulo do momento magnético. Logo após uma avalanche o módulo do momento magnético volta a aumentar linearmente com a mesma inclinação do trecho Meissner. Na Figura 69 apresentamos uma curva com avalanche de vórtices. Ocorrem avalanches ao longo de toda a curva, para $H > H_{c1}$, mas como usamos passos grandes no incremento do campo o comportamento do momento magnético numa avalanche está mais visível apenas próximo de H_{c2} , onde usamos um incremento menor.

Uma avalanche ocorre quando a energia de aprisionamento dos vórtices está muito próxima de sua energia de agitação térmica. Nessa situação, quando um vórtice se solta os vórtices vizinhos também se soltam, pois há interação de repulsão entre os vórtices. Além disso, quando um vórtice se move pela amostra há liberação de calor, que leva a um aquecimento local, levando outros vórtices a se soltarem dos seus pontos de aprisionamento. Dependendo do número de vórtices numa avalanche

e do fluxo de calor do interior da amostra para o ambiente, uma avalanche pode levar a temperatura da amostra a aumentar o suficiente para ser detectada. Na Figura 70 mostramos no gráfico (a) a curva $m \times H$ para o disco com ângulo de giro de -60° e abaixo dele mostramos o gráfico (c) com a variação da temperatura do termômetro do SQUID. No início da curva $m \times H$ não houve avalanches de vórtices e a temperatura se manteve estável com variação da ordem de 10^{-3} K. Quando começou a ocorrer avalanches a variação da temperatura foi cerca de dez vezes maior, indicando que ao ocorrer avalanches a variação da temperatura da amostra era sentida pelo termômetro. Na Figura 70 também apresentamos o gráfico (b) mostrando a região próxima de H_{c2} na curva $m \times H$ ampliada e o gráfico (d), com uma ampliação ainda maior, mostrando também o comportamento do momento magnético na região onde há apenas supercondutividade superficial. Este resultado parece indicar que os chamados vórtices de Kulik[50], presentes na camada supercondutora superficial, também são afetados por algum tipo de avalanche.



Figura 69. Saltos na curva de magnetização devido à avalanches de vórtices.



Figura 70. Relação entre início das avalanches e a variação da temperatura. Há supercondutividade superficial após H_{c2} .

Na Figura 71 mostramos apenas o trecho ZFC (*Zero Field Cooling*) da curva do disco com ângulo de giro θ =150° e a variação na temperatura. Na Figura 71 graficamos o momento magnético, obtido na medida da curva $m \times H$ da Figura 69, em função do tempo t de medida. No gráfico (a) mostramos a curva $m \times t$ com as avalanches e no gráfico abaixo (c) mostramos a variação periódica na temperatura. No gráfico (b), à direita, mostramos o trecho próximo de H_{c2} na curva $m \times t$ ampliado e abaixo (d) a variação da temperatura durante a medida desse trecho. Vemos nos gráficos (b)-(d) que os picos na variação da temperatura ocorrem justamente quando há uma avalanche de vórtices. Quando uma avalanche ocorre o SQUID tenta recuperar automaticamente a temperatura fixada para medida e leva a temperatura a diminuir, o que resulta na variação negativa de temperatura. Enquanto o momento magnético aumenta linearmente o equipamento atinge a temperatura de equilíbrio, mas quando há uma nova avalanche a temperatura volta a aumentar bruscamente. Esses estágios na variação da temperatura estão indicados por duas retas vermelhas no gráfico. É importante notar que mesmo na região onde a curva $m \times H$ indica que há apenas supercondutividade superficial, ainda há variação na temperatura com a mesma amplitude que para $H < H_{c2}$. Os picos na curva da variação da temperatura, gráfico (c), indicam que os primeiros vórtices já entram na amostra em forma de avalanche e que a intensidade da avalanche é máxima quando leva o valor do momento magnético para zero.

Com base nas informações fornecidas pela Figura 71, sobre a variação do momento magnético e a variação da temperatura, a seguir tentaremos verificar a coerência do resultado pela comparação da energia liberada no trabalho magnético com a gasta para aquecer a amostra.

A energia magnética *E* liberada durante uma avalanche é dada por $E = H \cdot \Delta m$. Da Figura 69 e Figura 71 obtemos as seguintes informações sobre o momento magnético e o campo numa avalanche:

H = 3045 Oe ($t \approx 136 \min$)

$$\Delta m = -0,26115 \times 10^{-3} \text{ emu} - (-11,05015 \times 10^{-3} \text{ emu}) = 10,78900 \times 10^{-3} \text{ emu}$$

Portanto:

 $E = H \cdot \Delta m = 32852, 5 \times 10^{-3} \text{ (Oe} \cdot \text{emu)}$

 $E = 32,8525 \text{ erg} = 32,8525 \times 10^{-7} \text{ J}$



Figura 71. Aquecimento da amostra nas avalanches (curva $m \times H$ na Figura 69).

80

Vamos agora calcular a quantidade de calor gasta no aquecimento da amostra usando a relação $\Delta Q = m \cdot c \cdot \Delta T$, onde m = 0,0313 g é a massa da amostra NbDef, c é o calor específico do nióbio e $\Delta T = 1,86453 \times 10^{-1}$ K é a variação de temperatura registrada pelo termômetro do equipamento SQUID imediatamente após a avalanche, em H = 3045 Oe.

Da referência [51] obtemos que o calor específico do nióbio em 4,014 K é

$$c=25,2\times10^{-3}\ \frac{\mathrm{J}}{\mathrm{mol}\cdot\mathrm{K}}\,.$$

Um mol são $6,02 \times 10^{23}$ átomos de Nb. Um átomo de Nb possui 92,90638 u.m.a [37], então da relação 1 u.m.a = $1,660 \times 10^{-24}$ g, temos que um mol de nióbio possui

$$6,02 \times 10^{23} \times 92,90638$$
 u.m.a = $6,02 \times 10^{23} \times 92,90638 \times 1,660 \times 10^{-24}$ g = $92,84320$ g

Então

$$c = \frac{25, 2 \times 10^{-3}}{92,84320} = 2,71425 \times 10^{-4} \frac{\text{J}}{\text{g} \cdot \text{K}}$$
 que é muito menor que $c = 0,265 \frac{\text{J}}{\text{g} \cdot \text{K}}$ [37] em

25°C.

Portanto, $\Delta Q = 0,0313 \times 2,71425 \times 10^{-4} \times 1,86453 \times 10^{-1} = 15,8403 \times 10^{-7} \text{ J}.$

Considerando que a energia do trabalho magnético seja completamente convertida em calor, ou seja, $E = \Delta Q$, vemos que o resultado é coerente, pois a energia liberada no trabalho magnético foi $E = 32,8525 \times 10^{-7}$ J e o aquecimento da amostra gastou apenas $\Delta Q = 15,8403 \times 10^{-7}$ J, pois há também consumo de energia térmica no gás que resfria a amostra, no suporte da amostra e para aquecer o termômetro.

No SQUID o termômetro está localizado no fundo da câmara da amostra e fica a cerca de 10 cm da posição da amostra (veja a Figura 32). Para termos um valor preciso da variação da temperatura da amostra o termômetro teria que estar encostado nela, por isso fizemos medida no equipamento PPMS usando um suporte para medidas de calor específico. Porém, como o disco tinha que ficar na posição vertical sobre o suporte, já que nas medidas onde observamos avalanches o disco estava nessa posição, resultou num contato térmico ruim do disco com o suporte. Fizemos medidas para os ângulos θ de giro do disco de 70°, 110°, 250° e 290° que correspondem ao campo aplicado na direção semelhante à da medida com um de giro de -70° (observado avalanches) ou 70° (não observado avalanches). No resultado das medidas observamos variação de temperatura de 10⁻³ K, que está associada com o controle de temperatura do sistema. Não podemos afirmar que as medidas do PPMS foram suficientes para testar os resultados obtidos no SQUID porque nas medidas

no PPMS a amostra estava parada e não medimos o momento magnético da amostra para ver se houve avalanche de vórtices nessas medidas no PPMS. Na Figura 72 apresentamos a rampa de campo magnético aplicado na amostra enquanto se coletava a temperatura do termômetro do suporte de medida. Como não tínhamos controle da taxa de variação do campo, a rampa foi obtida fazendo um incremento no campo e aguardando o sistema colocar o magneto no modo persistente para depois fazer outro incremento. Na inclinação maior da rampa os incrementos foram de 100 Oe e na inclinação menor os incrementos foram de 10 Oe.

Na Figura 73 apresentamos a variação da temperatura do termômetro do suporte enquanto a amostra era submetida à rampa de campo da Figura 72. Nas oscilações da temperatura não observamos nenhum padrão que demonstre aquecimento da amostra por avalanche de vórtices.



Figura 72. Rampa do campo aplicado na amostra NbDef no sistema PPMS para testar os resultados da Figura 71.



Figura 73. Variação da temperatura do termômetro do suporte de medida do calor específico, durante a rampa do campo aplicado. Resultado inconclusivo.

5.4 Amostra R2

Fizemos um conjunto de medidas $m \times H$ na amostra R2 e observamos que o Segundo Pico da Magnetização apareceu numa janela de temperatura que vai de 20 K a 30 K. Na Figura 74 apresentamos curvas $m \times H$ onde se observa que o SPM aparece nas temperaturas 20K, 25K e 30K, mas não aparece nas temperaturas 15K e 40K. Não exploramos em detalhes o limite da janela de temperatura, pois nosso objetivo inicial era verificar a dependência do SPM com o tamanho da amostra e o comportamento do *creep* dos vórtices. Na Figura 74 colocamos três retas, duas em vermelho que são paralelas ao trecho Meissner e outra em preto que segue os mínimos do SPM, delas vemos que ao aumentar a temperatura o campo do SPM diminui, mas a diminuição não segue a mesma inclinação do trecho Meissner. O fato de o H_{SPM} diminuir com o aumento da temperatura era esperado, pois assim como os campos críticos têm uma dependência com a temperatura tal que decrescem ao aumentar a temperatura, os demais fenômenos associados a um determinado campo em geral também ocorrem para um campo menor conforme a temperatura é aumentada.



Figura 74. Janela de temperatura do Segundo Pico da Magnetização na amostra R2.

5.4.1 Dependência do SPM com a direção do campo aplicado

Fizemos medidas variando o ângulo entre o campo aplicado e a direção c da rede cristalina da amostra, para estudar como os vórtices Josephson e os vórtices de Abrikosov influenciam no SPM.

O composto $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ tem uma estrutura em forma de planos como ilustrado na Figura 75 e Figura 20, sendo que a supercondutividade está associada aos planos de Cu-O. Quando se aplica o campo magnético na direção c da rede cristalina, o campo atravessa perpendicularmente os planos e os pares de Cooper que formam os vórtices de Abrikosov se movimentam ao longo dos planos de Cu-O. Quando o campo é aplicado perpendicular à direção c da rede cristalina, ou seja, paralelo aos planos de Cu-O, formam-se os vórtices Josephson, e os pares de Cooper que formam os vórtices têm que tunelar os planos isolantes. A estrutura dos vórtices depende do comprimento de coerência dos pares de Cooper. Se o comprimento de coerência for maior que a distância entre planos de Cu-O, os elétrons atravessam com facilidade os planos isolantes de Sr-O e Bi-O. Se a temperatura é abaixada para um valor tal que o comprimento de coerência fique menor que a distância entre planos de Cu-O tem-se a transição 3D-2D, pois se perde a correlação entre os pares de Cooper que circulam em planos vizinhos. Nesse caso, se o campo magnético estiver aplicado na direção c, as panquecas de vórtices nos planos de Cu-O que formam um vórtice de Abrikosov estarão desacopladas uma das outras. Na Figura 76 mostramos que quando o campo aplicado está inclinado em relação à direção c, a componente do campo paralela a c forma vórtices de Abrikosov e a componente perpendicular a c forma vórtices Josephson.



Figura 75. Estrutura em forma de planos do $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$.

Num monocristal de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} a direção c da rede cristalina é perpendicular à maior face da amostra, então para variar o ângulo θ do campo aplicado em relação à direção c, basta variar a inclinação do campo em relação à maior face da amostra, como ilustrado na Figura 77. Fizemos medidas para os ângulos $\theta = 0^\circ$ e $\theta = 45^\circ$, nas temperaturas de 20K, 25K e 30K, e as apresentamos na Figura 78. Observamos que na medida com $\theta = 45^\circ$ o SPM se desloca para a direita e a amplitude dele diminui, para todas as temperaturas. Quando fazemos o gráfico do momento magnético versus a componente do campo paralelo à direção c, $H \cos(\theta)$, conforme mostrado na Figura 79, observamos que o SPM nas curvas com diferentes valores de θ ocorre para o mesmo valor do campo na direção c. Esse resultado indica que apenas os vórtices de Abrikosov participam na formação do SPM, além disso, como para um determinado valor de campo existe um certo número de vórtices dentro da amostra, podemos pensar que o SPM é um fenômeno que ocorre quando há um determinado número de vórtices de Abrikosov dentro da amostra. Quando falarmos da amostra R7 voltaremos a esse assunto.



Figura 76. Vórtices Josephson e panquecas de vórtices[52].



Figura 77. Inclinação do campo aplicado em relação a direção c da rede cristalina da amostra.

Quanto à diminuição da amplitude do SPM ao aumentar θ , temos a contribuição da anisotropia e da área da amostra para reduzir o valor do momento magnético em um determinado valor de campo aplicado. A contribuição da anisotropia vem do fato da amostra apresentar valores maiores de magnetização se o campo aplicado for paralelo à direção c[6]. A contribuição da área da amostra vem do fato da corrente de blindagem induzida ser proporcional a área perpendicular ao campo aplicado, sendo portanto maior para $\theta = 0^{\circ}$. Pensando também em termos do Modelo de Estado Crítico de Bean temos um maior comprimento de penetração total do campo, d, quando $\theta = 0^{\circ}$, produzindo um maior valor de magnetização[4].

86

A variação de H_{SPM} com a temperatura e ângulo θ , para a amostra R2, é ilustrada no diagrama $H \times T$ da Figura 80. Nesta figura é mostrada também a curva para $H \cos(45^\circ)$, que deveria representar os pontos para $\theta = 45^\circ$ colapsados sobre os de $\theta = 0^\circ$. Entretanto, vemos que a curva $H \cos(45^\circ)$ fica aparentemente um pouco acima daquela para $\theta = 0^\circ$. Isto pode ser explicado pela contribuição do campo de desmagnetização, que faz com que a amostra sinta um campo efetivo (H_{ef}) maior que o campo aplicado (H_a) , dado por $H_{ef} = H_a/(1-D^*)$. O fator de desmagnetização efetivo (D^*) diminui com o aumento de θ , sendo que $0 \le D^* \le 1$ e $D^* \approx 0$ para $\theta = 90^\circ$.



Figura 78. Deslocamento do SPM para campos mais elevados, quando aumenta o ângulo entre o campo aplicado e a direção c da rede cristalina.



Figura 79. Os campos do SPM ocorrem para o mesmo valor da componente do campo aplicado na direção c da rede cristalina.



Figura 80. Variação na amostra R2 de H_{SPM} com a temperatura e com θ .

5.5 Amostra R7

A janela de temperatura onde aparece o SPM na amostra R7 (Figura 81) é a mesma da R2, ou seja, de 20K a 30K nas nossas medidas. Os valores de H_{SPM} na amostra R7 foram um pouco menores que os da R2, isso pode estar relacionado à diferença do conteúdo de oxigênio das duas amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ}.



Figura 81. Janela de temperatura do Segundo Pico da Magnetização na amostra R7.

5.5.1 Dependência do SPM com a direção do campo aplicado

Na amostra R7 fizemos medidas para três valores do ângulo θ entre o campo aplicado e o eixo c: $\theta = 0^\circ$, $\theta = 25^\circ$ e $\theta = 45^\circ$. Na Figura 82 mostramos as curvas medidas, onde observamos que conforme θ aumenta o SPM se desloca para a direita, mas quando fazemos o gráfico do momento magnético versus a componente do campo paralelo à direção c, Figura 83, vemos que, assim como na amostra R2, o H_{SPM} é praticamente o mesmo para os diferentes ângulos θ .



Figura 82. Deslocamento do SPM para campos mais elevados quando aumenta o ângulo entre o campo aplicado na direção c da rede cristalina, para a amostra R7.



Figura 83. Os campos do SPM ocorrem para o mesmo valor da componente do campo aplicado na direção c da rede cristalina, para a amostra R7.

Conforme a discussão apresentada para os resultados da amostra R2, se espera que quando o campo aplicado for perpendicular à direção c não apareça o SPM, pois não haverá vórtices de Abrikosov. Na Figura 84 apresentamos uma medida para $\theta = 90^{\circ}$ para a amostra R7 onde, como esperado, o SPM não apareceu. As oscilações observadas na curva podem ser associadas a avalanches de vórtices Josephson.



Figura 84. Sem a presença de vórtices de Abrikosov não observamos o SPM na amostra R7.

5.5.2 Dependência do SPM com o tamanho da amostra

Submetemos a amostra R7 a duas etapas de clivagens para verificar efeitos do tamanho da amostra sobre o SPM, pois com tamanho reduzido há melhor troca de calor com o ambiente diminuindo a possibilidade de instabilidade térmica e também, dependendo da distribuição dos centros de aprisionamentos, se obtém pedaços com mais homogeneidade. Da Figura 24 à Figura 27 apresentamos detalhes da clivagem da amostra R7. Na Figura 85 apresentamos as curvas $m \times H$ feitas para cada etapa de clivagem da amostra nas temperaturas de 20K, 25K e 30K. As medidas foram feitas para o campo aplicado paralelo à direção c da rede cristalina, ou seja, $\theta = 0^\circ$ e a curva com legenda $\theta = 0^\circ$ é a medida da amostra inteira. Na primeira etapa de clivagem (quebra 1) a amostra foi partida em oito pedaços. Na segunda etapa de clivagem (quebra 2) cada pedaço foi quebrado em pelo menos três partes, resultando em mais de 24 pedaços. Medimos os pedaços juntos, portanto cada curva $m \times H$ representa uma média do comportamento conjunto de todos os pedaços.



Figura 85. Curvas para cada estado de clivagem da amostra, onde se observa a diminuição da intensidade do SPM, que leva à redução da janela de temperatura do SPM. As medidas foram feitas com o campo aplicado paralelo à direção c da rede cristalina e a curva com legenda $\theta = 0^\circ$ é a medida da amostra inteira.

Nas curvas de cada temperatura vemos que a intensidade do SPM diminui conforme a amostra é clivada e o tamanho de cada pedaço é diminuído. Após a segunda etapa de clivagem o SPM está muito reduzido na curva de 20K e em 30 K desaparece, portanto podemos afirmar que a janela de temperatura do SPM reduz conforme o tamanho dos pedaços é diminuído.

A dependência do campo H_{SPM} com a temperatura, com o ângulo θ , e quebras na amostra R7 é apresentada na Figura 86. Comparando o diagrama $H \times T$ da amostra R7 com o da amostra R2 apresentado na Figura 80 vemos que H_{SPM} tem o mesmo comportamento ao variar θ nas duas amostras, porém na R2 os valores do H_{SPM} são maiores que na R7 e isso pode estar relacionado a diferenças no conteúdo de oxigênio das amostras. Na Figura 86 vemos que nas duas últimas quebras da amostra o valor do H_{SPM} permanece constante e coincide com o H_{SPM} da amostra inteira em 20K. Os valores de H_{SPM} para $\theta = 25^{\circ}$ não são bem consistentes com os de $\theta = 0^{\circ}$ e $\theta = 45^{\circ}$,

provavelmente por que a medida de $\theta = 25^{\circ}$ foi feita mais de seis meses depois e a amostra foi mudada de suporte três vezes, para fazer curvas de suscetibilidade.



Figura 86. Variação na amostra R7 do H_{SPM} com a temperatura, θ e quebras.

5.6 Suscetibilidade AC, lei de escala e expoente de creep

5.6.1 Suscetibilidade

Se aplicarmos um campo alternado $h = h_0 \cos(\omega t)$ numa amostra, a resposta da magnetização M = m/V virá com um certo atraso que lhe dá uma diferença de fase ϕ :

$$M = M_0 \cos(\omega t + \phi) = M_0 \left[\cos(\phi) \cos(\omega t) - \sin(\phi) \sin(\omega t) \right].$$

Podemos dizer que a magnetização é composta de dois termos:

 $M = M' \cdot \cos(\omega t) + M'' \cdot sen(-\omega t), \text{ onde } M' = M_0 \cos(\phi) \text{ e } M' \cos(\omega t) \text{ é uma componente}$ em fase com o campo excitador. O termo $M'' = M_0 \operatorname{sen}(\phi),$ onde $M'' \cdot \operatorname{sen}(-\omega t) = M'' \cdot \cos(\omega t + 90^\circ),$ é uma componente que está 90° fora de fase com o campo excitador. Convém notar que quando $\phi = 0^{\circ}$ se tem M'' = 0, ou seja, se tem apenas a componente em fase. A componente M' é associada com a indução de correntes que ocorre na amostra devido a variação do campo aplicado h(t). A componente M'' é associada com processos dissipativos da corrente elétrica na amostra. No caso de supercondutores a dissipação de energia está relacionada com a dinâmica dos vórtices, pois ao variar o campo aplicado ocorre movimentação dos vórtices dentro da amostra.

Para freqüências baixas, se os vórtices não estiverem aprisionados, eles se moverão livremente e a resposta da magnetização será linear ao variar h, ou seja, teremos M'' = 0. Quando há forças de aprisionamento, haverá um gradiente de vórtices dentro da amostra e pelo Modelo de Estado Crítico de Bean o campo AC penetra uma distância $x = (c/4\pi)[h/J(v)]$ na amostra, onde J(v) é a corrente induzida, com $v = \omega/2\pi$. As forças de aprisionamento impõem resistência ao arrasto dos vórtices levando a $M'' \neq 0$. Quando aumenta a freqüência do campo excitador os efeitos da resistência ao arrasto dos vórtices se tornam mais acentuados.

Podemos reescrever a magnetização como:

$$M = h_0 \chi' \cos(\omega t) - h_0 \chi'' \sin(\omega t), \qquad (30)$$

onde $\chi' = M'/h_0$, $\chi'' = M''/h_0$.

Utilizando-se a notação de números complexos podemos escrever:

$$M = \operatorname{Re}\left[\chi h_0 e^{i\omega t}\right], \text{ onde } \chi = \chi' + i\chi'' = \chi_0 e^{i\phi} e \chi_0 = M_0/h_0$$

Daí ser comum a denominação de componente real para χ' e componente imaginária para χ'' .

Para um valor fixo da temperatura T e do campo magnético aplicado H, com a amplitude do campo excitador $h \le (4\pi/c) \cdot J(v) \cdot d$, sendo d a espessura da amostra, o modelo de estado crítico[4] prevê que a suscetibilidade complexa para um supercondutor é:

$$\chi(h,\nu) = \left(-1 + \frac{c \cdot h}{8\pi \cdot J(\nu) \cdot d}\right) + i \cdot \left(\frac{c \cdot h}{6\pi^2 \cdot J(\nu) \cdot d}\right)$$
(31)

5.6.2 Lei de escala

Se graficarmos $\chi'_{T,H}(h,v)$ versus $\tilde{h} = \frac{h}{J(\tilde{v}) \cdot d}$ as curvas de χ' de diferentes freqüências se

sobrepõem. Como o que garante a sobreposição é o valor h/J(v), podemos usar um outro modo

mais conveniente de obter a sobreposição graficando χ' versus $\tilde{h} = \frac{J(v_{ref}) \cdot h}{J(v)}$, sendo v_{ref} uma freqüência de referência arbitrária. Portanto, para duas freqüências $v \in \tilde{v}$, com a lei de escala[53] temos:

$$\chi'_{T,H}(h,v) = \chi'_{T,H}(\tilde{h},\tilde{v}) = \chi'_{T,H}\left(\frac{J(v_{ref})}{J(\tilde{v})} \cdot h,\tilde{v}\right)$$
(32)

Usando a equação (31) vemos que a lei de escala também se aplica para a componente imaginária, ou seja,

$$\chi_{T,H}''(h,v) = \chi_{T,H}''(\tilde{h},\tilde{v}) = \chi_{T,H}''\left(\frac{J(v_{ref})}{J(\tilde{v})} \cdot h,\tilde{v}\right).$$
(33)

No Modelo de Estado Crítico de Bean[4] não está incluso o arrasto dos vórtices, nele o momento magnético medido independe da freqüência do campo excitador e a amplitude h está relacionada com a profundidade que o campo AC afeta a amostra. Para adicionar o arrasto dos vórtices ao Modelo de Estado Crítico usamos o modelo de *flux creep* de Anderson-Kim[7] onde a energia de ativação é $U(J) = U_0(T, H)(1 - J/J_c)$ e a densidade de corrente crítica de desancoramento J_c é:

$$J_{c}(T,H,\nu) = J_{c}(T,H) \cdot \left[1 - \frac{kT}{U_{0}(T,H)} \cdot \ln\left(\frac{\nu_{0}}{\nu}\right)\right]$$
(34)

sendo $v_0 = 1/t_0$ uma freqüência de saltos de vórtices dependente da geometria da amostra (veja a definição de t_0 no capítulo Introdução).

Pela teoria do movimento coletivo de vórtices[54][6] U(J) não é linear, sendo $U(J) = U_0(T,H)(J/J_c)^{\mu}$ e a densidade de corrente é: 96

$$J_{c}(T,H,\nu) = J_{c}(T,H) \cdot \left[\frac{kT}{U_{0}(T,H)} \cdot \ln\left(\frac{\nu_{0}}{\nu}\right)\right]^{\frac{1}{\mu}}$$
(35)

Com a aproximação logarítmica de Zeldov[55] temos $U(J) = U_0(T, H) \cdot \ln(J_c/J)$ e a densidade de corrente é:

$$J_{c}(T,H,v) = J_{c}(T,H) \cdot \left(\frac{v_{0}}{v}\right)^{-1/n}$$
(36)

sendo que

$$n = \frac{U_0(T, H)}{kT} \tag{37}$$

é o expoente de creep. Portanto o fator de escala fica:

$$\frac{J_c(v_{ref})}{J_c(\tilde{v})} = \left(\frac{\tilde{v}}{v_{ref}}\right)^{-1/n}$$
(38)

5.6.3 Aplicabilidade do Modelo de Estado Crítico

Antes de aplicar o fator de escala fazendo as curvas de χ' se sobreporem e obter o valor do expoente de *creep*, vamos verificar se o Modelo de Estado Crítico é aplicável na amostra nas situações medidas, já que essa é uma condição pressuposta pela lei de escala. Civale *et al*[56] propuseram um teste gráfico para verificar a aplicabilidade do Modelo de Estado Crítico. O teste é baseado na relação $\chi' \propto J_c \propto h/L_p$, sendo L_p a profundidade que o campo h penetra na amostra, e na dependência de J_c com a temperatura. Em um conjunto de curvas χ' versus T, como o da Figura 87 e Figura 88, medidas na amostra R7, onde a amplitude do campo excitador para diferentes curvas mantém a relação $h_2 = 2 \cdot h_1$, $h_3 = 2 \cdot 2 \cdot h_1$, $h_4 = 2 \cdot 2 \cdot 2 \cdot h_1$, etc, ao longo de linhas horizontais $(\chi' = \text{constante})$ se tem a mesma profundidade de penetração L_p do campo excitador e ao longo de linhas verticais (T = constante) se tem a mesma densidade de corrente. Portanto, para valer o modelo de estado crítico, na Figura 88 deveremos ter $J_c(P) = J_c(Q)$, $J_c(R) = J_c(S)$, $L_p(P) = L_p(R)$ e $L_p(Q) = L_p(S)$. Para verificar as igualdades usaremos as três primeiras para encontrar a última. Usando a relação

$$J_c = \frac{ch}{4\pi L_p} \tag{39}$$

para os valores de *h* da Figura 88 obtemos de $J_c(P) = J_c(Q)$ que $L_p(P) = 2 \cdot L_p(Q)$; obtemos de $J_c(R) = J_c(S)$ que $L_p(R) = 2 \cdot L_p(S)$. Finalmente, de $L_p(P) = 2 \cdot L_p(Q)$ e $L_p(R) = 2 \cdot L_p(S)$ usando $L_p(P) = L_p(R)$ obtemos a última igualdade: $L_p(Q) = L_p(S)$.

Na Tabela 1 apresentamos todas as medidas que fizemos para aplicar o teste de Civale na amostra R7. Apresentamos aqui apenas a medida feita para H = 350 Oe, com freqüência do campo excitador de 100 Hz (veja a Figura 87 e a Figura 88). Para todas as medidas que fizemos o teste mostra que em certos intervalos de temperatura o Modelo de Estado Crítico é aplicável. Mostra também que melhora a aplicabilidade quando aumenta os valores de H, $h \in v$. Os efeitos da não aplicabilidade do Modelo de Estado Crítico sobre a lei de escala é a eventual não sobreposição das curvas $\chi \times \tilde{h}$ escalonadas (veja por exemplo a Figura 93).



Figura 87. Curvas χ versus T obtidas na amostra R7 para aplicação do teste de Civale[56].



Figura 88. Teste de Civale para verificar se o Modelo de Estado Crítico é aplicável. Destacamos com linhas verdes o intervalo de temperatura onde se observa melhor o resultado do teste.

	Freqüência 100 Hz						
$H(Oe) \setminus h(Oe)$	0,25	0,5	1	2	4	8	16
0	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х
100	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х
350	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х
500	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х
	Freqüência 1000 Hz						
$H \setminus h$	0,25	0,5	1	2	4	8	16
0			Х	Х	Х	Х	Х
100			Х	Х	Х	Х	Х
350			Х	Х	Х	Х	Х
500			Х	Х	Х	Х	Х

Tabela 1 Todas as medidas feitas para testar se o Modelo de Estado Crítico era aplicável para a amostra R7 em diferentes situações de campo aplicado, amplitude do campo excitador e freqüência.
5.6.4 Obtenção do expoente de creep pela aplicação da lei de escala

Para ilustrar a aplicação da lei de escala[53] usaremos os dados de medida de suscetibilidade ac de uma amostra de Bi2212 (amostra R7), realizada na temperatura de 20 K, com campo DC aplicado de 335 Oe. Neste valor de campo a amostra se encontra no estado misto, e na curva $m \times H$, esse é o valor do campo no Segundo Pico da Magnetização.

Ao fazer medidas de suscetibilidade ac o sistema de medida PPMS retorna os valores das componentes do momento magnético: a parte real m' e a parte imaginária m". Os valores das componentes real χ' e imaginária χ'' da suscetibilidade multiplicada pelo volume da amostra são obtidos pela relação $\chi' = m'/h$ e $\chi'' = m''/h$, onde *h* é a amplitude do campo excitador usado na medida. Na Figura 89 e na Figura 90 apresentamos as curvas de suscetibilidade real e imaginária em função do campo excitador ($\chi \times h$).

Na medida com freqüência de 10000 Hz o valor da suscetibilidade tende a ficar constante quando a amplitude *h* tende a zero. Isto significa que está havendo blindagem do campo aplicado, ou seja, conforme o valor do campo excitador varia há indução de corrente de blindagem e reorganização dos vórtices dentro da amostra, mas não há entrada ou saída de vórtices. Nesta situação o valor da parte real da suscetibilidade é $4\pi\chi' = -1$, por isso usaremos o valor de $\chi'(h=0,1;\nu=10000)$ para normalizar as curvas para todas as freqüências, pois quando $h \rightarrow 0$ em geral o valor da suscetibilidade ainda não é constante para as demais freqüências. Na normalização dividimos os valores de χ' e χ'' de todas as freqüências pelo valor $\chi'(h=0,1;\nu=10000)$, pois ao dividir ambos os lados da equação $\chi = \chi' + i \cdot \chi''$ por uma constante a igualdade continua válida. Na Figura 91 e na Figura 92 apresentamos as curvas de χ' e χ'' normalizadas. Somamos 1 ao valor de χ' somente por uma questão de conveniência da apresentação dos dados na escala das ordenadas.

Para cada curva $\chi' \times h$ (ver Figura 91) procuramos um fator de escala que, multiplicado pelos valores de h, produza uma translação horizontal de modo a sobrepor cada curva $\chi' \times h$ com a curva de referência $\chi'_{ref} \times h$ (obtida na freqüência $v_{ref} = 1000$ Hz). De acordo com a lei de escala os fatores de escala obtidos correspondem aos valores de J(1000Hz)/J(v) para cada freqüência.

Assim, cada curva transladada (ou escalonada) corresponderá a $\chi'\left(\frac{J(1000)}{J(v)} \cdot h, v\right)$ para a

componente real, e $\chi''\left(\frac{J(1000)}{J(v)} \cdot h, v\right)$ para a componente imaginária. A Figura 93 e a Figura 94

mostram as curvas de χ' e χ'' escalonadas, para H = 3350e e T = 20K.



Figura 89. Componente real da medida de suscetibilidade ac na amostra R7 ($Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$).



Figura 90. Componente imaginária da medida de suscetibilidade ac na amostra R7

 $(Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}).$



Figura 91. Parte real da suscetibilidade normalizada



Figura 92. Parte imaginária da suscetibilidade normalizada



Figura 93. Escalonamento da parte real da suscetibilidade para a amostra R7.



Figura 94. Escalonamento da parte imaginária da suscetibilidade para a amostra R7.

O valor do expoente de *creep n* é obtido pela relação $\frac{J_c(v)}{J_c(v_{ref})} = \left(\frac{v}{v_{ref}}\right)^{\frac{1}{n}}$. Graficando

$$\log\left(\frac{J_c(v)}{J_c(v_{ref})}\right) = \frac{1}{n} \cdot \log\left(\frac{v}{v_{ref}}\right)$$
 se tem que o inverso do expoente de *creep* é a inclinação da reta no

gráfico em escala logarítmica (veja a Figura 99).

5.6.5 Determinação da barra de erro do expoente de creep

Para determinar a barra de erro no expoente de *creep* obtido repetimos a multiplicação de *h* por um valor um pouco diferente de J(1000)/J(v) de tal modo que as curvas de χ' de diferentes freqüências não ficassem bem sobrepostas, por critério visual. Na Figura 95 e na Figura 96 apresentamos gráficos onde usei diferentes valores do fator de escala para tentar fazer as curvas de χ' se sobreporem.

Na Figura 95 e na Figura 96 a curva em azul, com a freqüência de 1000 Hz, é a que foi usada como referência para fazer as curvas das demais freqüências se sobreporem a ela. As curvas em vermelho, preto e azul são da mesma medida com freqüência de 2000 Hz e cada uma delas possui um diferente valor do fator de escala J(1000)/J(v). A curva em preto usa o valor de J(1000)/J(v) = 0.85 que melhor faz as curvas de v = 1000 Hz e v = 2000 Hz se sobreporem. As curvas em vermelho e verde são, respectivamente, variações do valor para mais e para menos do fator de escala de melhor sobreposição. A Figura 95 mostra a sobreposição de curvas com a variação do fator de escala $J(1000)/J(v) \pm 0.025$ e a Figura 96 mostra a variação no fator de escala de $J(1000)/J(v) \pm 0.05$. Na Figura 97 e na Figura 98 reapresentamos a sobreposição de curvas, mas agora para medidas na freqüência de v = 500 Hz.



Figura 95. Variação de 0,025 no fator de escala J(1000)/J(v) = 0,85 para determinar a barra de

erro no valor do expoente de *creep* obtido, para a amostra R7.



Figura 96. Variação de 0,05 no fator de escala J(1000)/J(v) = 0,85 para determinar a barra de erro no valor do expoente de *creep* obtido, para a amostra R7.



Figura 97. Variação de 0,025 no fator de escala J(1000)/J(v) = 1,325 para determinar a barra de erro no valor do expoente de *creep* obtido, para amostra R7.



Figura 98. Variação de 0,05 no fator de escala J(1000)/J(v) = 1,325 para determinar a barra de erro no valor do expoente de *creep* obtido, para amostra R7.



Figura 99. Fator de escala versus freqüência para amostra R7. O inverso da inclinação da reta do gráfico é o valor do expoente de *creep*.

Na Figura 99 apresentamos o gráfico dos valores de $J(1000)/J(v) \pm 0,025$ usado para calcular o valor do expoente de *creep* para o campo de H = 335 Oe.

Na Figura 100 apresentamos o gráfico do expoente de *creep* versus campo magnético aplicado para a amostra R7 na temperatura 20K. O intervalo de campo magnético apresentado no gráfico corresponde ao que se observa o Segundo Pico da Magnetização. Do gráfico, para H = 335 Oe, obtemos que ao variar o fator de escala de $J(1000)/J(v) \pm 0,025$ obtemos um erro no valor do expoente de *creep* de $n \pm 0,077$. Ao variar o fator de escala de $J(1000)/J(v) \pm 0,025$ obtemos um erro fator de escala de $J(1000)/J(v) \pm 0,05$ obtemos um erro no valor do expoente de *creep* de $n \pm 0,077$. Ao variar o fator de escala de $J(1000)/J(v) \pm 0,05$ obtemos um erro no valor do expoente de *creep* de $n \pm 0,143$. A Figura 95 e a Figura 97 mostram que a variação $J(1000)/J(v) \pm 0,025$ gera uma falha perceptível na sobreposição das curvas, então adotamos o erro para o valor do expoente de *creep* como sendo $n \pm 0,077$.



Figura 100. Gráfico do expoente de creep versus campo aplicado e variação no valor do expoente de creep com a variação no valor do fator de escala (apenas para H = 335 Oe).

5.6.6 Expoente de creep no SPM e mudança na dinâmica de vórtices

Em uma temperatura fixa, para obter um ponto no gráfico n versus H usando a lei de escala, é preciso fazer medidas χ' versus h para várias freqüências ν e depois encontrar o valor do fator de escala que as faz sobrepor. Portanto, um gráfico n versus H é obtido a partir de um grande conjunto de medidas.

Obtivemos gráficos n versus H para quatro situações: em 20 K e 25 K para a amostra inteira, e em duas sessões de clivagem para a amostra em 25 K. Na Tabela 2 apresentamos os valores de campo aplicado, freqüência, temperatura e sessão de clivagem para as quais fizemos medidas de suscetibilidade versus amplitude do campo excitador, para obter o expoente de *creep*. Na Figura 101 e na Figura 102 apresentamos os resultados obtidos para a amostra inteira em 20 K e 25 K respectivamente. Na Figura 103 e na Figura 104 apresentamos os resultados obtidos após a amostra ser submetida a duas sessões de clivagens (veja a Figura 24).

							Amost:	ra inteira								
	20K								25K							
H(Oe).\.F(Hz)	50	100	200	500	1000	2000	5000	10000	50	100	200	500	1000	2000	5000	10000
200	Х	Х	Х	X	X	Х	Х	X	Х	Х	Х	X	X	X	X	X
250	Х	Х	Х	X	X	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х	X	X	X	Х
300	Х	Х	Х	X	X	Х	Х	Х	Х	Х	Х	X	X	X	Х	Х
320	Х	Х	Х	X	X	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х	X	X	X	X
335	Х	Х	Х	Х	X	Х	X	Х	Х	Х	Х	Х	X	X	Х	X
340									Х	Х	Х	X	X	X	X	X
350	Х	Х	Х	X	X	X	X	X	Х	Х	Х	Х	X	X	X	X
355									Х	Х	Х	X	X	X	X	X
365	Х	Х	X	X	X	X	X	X								
380	Х	Х	Х	X	X	X	X	X	Х	Х	Х	X	X	X	X	X
400	Х	X	Х	X	X	X	X	X	Х	Х	Х	Х	X	X	X	X
420									Х	Х	Х	X	X	X	Х	X
450	Х	Х	X	X	X	X	X	X	Х	Х	Х	X	X	X	X	X
500	Х	Х	Х	X	X	X	X	X	Х	Х	Х	X	X	X	X	X
550	Х	Х	Х	X	X	X	X	X								
	Quebra 1								Quebra 2							
	25K								25K							
H(Oe).\.F(Hz)	50	100	200	500	1000	2000	5000	10000	50	100	200	500	1000	2000	5000	10000
250*	Х	X	X	X	X	X	X	X								
300*	X	X	X	X	X	X	X	X								
350*	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
370	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
390	X	X	X	X	X	X	X	X	Х	X	X	X	X	X	X	X
395	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
400*	Х	X	X	X	X	X	X	X	Х	X	X	X	X	X	X	X
405	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
410									Х	X	X	X	X	X	X	X
420*	Х	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
425									X	X	X	X	X	X	X	X
430									Х	X	X	X	X	Х	X	Х
450*	Х	X	X	X	X	X	X	X	Х	X	X	X	X	X	X	X

* Campos medidos para a amostra inteira.

Tabela 2 Valores de campo aplicado, freqüência, temperatura e sessão de clivagem para as quais fizemos medidas de suscetibilidade versus amplitude do campo excitador, para obter o expoente de *creep*.



Figura 101. Expoente de creep na região do SPM na temperatura 20K para a amostra inteira.



Figura 102. Expoente de creep na região do SPM na temperatura 25K para a amostra inteira.



Figura 103. Expoente de *creep* na região do SPM, na temperatura de 25K, para a amostra R7 após a primeira sessão de clivagem.



Figura 104. Expoente de *creep* na região do SPM na temperatura de 25K, para a amostra R7 após a segunda sessão de clivagem.

Conforme aumenta o valor do expoente de creep, $n = U_0(T, H)/kT$, aumenta a força de aprisionamento dos vórtices e a taxa de saltos deles entre centros de aprisionamento diminui, ou seja, aumentando o valor do expoente de creep diminui o arrasto dos vórtices. Na Figura 101 vemos que em 20 K, na região de campo do Segundo Pico da Magnetização (SPM), o arrasto dos vórtices passa por uma mudança brusca: antes do SPM o arrasto dos vórtices diminuía (n aumentava) com o aumento do campo, no SPM há um aumento brusco no arrasto dos vórtices seguido pela diminuição. Interpretamos esse resultado como sendo um indicativo de mudança de fase no estado dos vórtices como a prevista por Vinokur *et al*[35], que apresentamos na Figura 105. No diagrama de fases da Figura 105, a linha tracejada indicando a mudança de regime dos vórtices de um estado de quase rede de Abrikosov para um sólido emaranhado de vórtices já era associada[25] com o SPM no Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}. Na Figura 105 delimitamos com linhas vermelhas o intervalo de temperatura e os valores de campo onde observamos o SPM na nossa amostra de Bi2Sr2CaCu2O8+6. Portanto, a variação brusca do expoente de *creep* na região do SPM pode estar associada com um reajuste dos vórtices aos centros de aprisionamentos. Antes do SPM teríamos os vórtices formando uma quase rede de Abrikosov devido ao seu ancoramento, no SPM teríamos uma diminuição das constantes elásticas, tal que o alcance dos vórtices aumenta permitindo que passem por mais regiões de aprisionamento.

Na temperatura de 25 K, com a amostra inteira e fragmentada (Figura 102, Figura 103 e Figura 104), observamos que o valor do expoente de *creep* também passa por mudanças bruscas. O ponto para H = 350 Oe na Figura 102 e o ponto para H = 395 Oe na Figura 104 estão fora da tendência das curvas, fato que não temos explicação no momento, sendo que repetimos as medidas para confirmar estes pontos. De modo geral, na Figura 102, Figura 103 e Figura 104 o valor mínimo de *n* ocorre para um valor de campo próximo de H_{SPM} (campo de mínimo local na curva *m* versus *H*). Com as clivagens é reduzido o intervalo de campo onde ocorre a mudança brusca de *n*, e seu valor mínimo é deslocado para um campo pouco maior.

Se o SPM ocorresse devido unicamente à transição de fase do sistema de vórtices o tamanho da amostra não influenciaria no valor do expoente de *creep* e a sua variação brusca ocorreria sempre no mesmo valor de H, para uma dada temperatura. Na Figura 102, Figura 103 e Figura 104 vemos que ao clivar a amostra o valor de H_{SPM} se deslocou para um valor maior e o mínimo no expoente de *creep* seguiu esse deslocamento, o que reforça a associação da variação de n com o SPM.

Há duas possíveis explicações para a formação do pico na curva *m* versus *H*. A primeira delas seria que a taxa de relaxação magnética é muito maior antes do H_{SPM} que depois. Esta explicação implica que o valor do expoente de *creep* seja menor antes do H_{SPM} que depois. Em um estudo[16] para um grande intervalo de campo, sobre o SPM em ErBa₂Cu₃O_{7-δ}, foi observado que *n* tem um valor máximo em H_{SPM} . Entretanto, a resolução de pontos no gráfico *n* versus *H*, nesse estudo, é muito menor que a que obtivemos aqui. Observando a Figura 101 vemos que a curva teria um máximo se não fosse a queda brusca no valor de *n*. Disso poderíamos pensar que tanto o efeito da relaxação como o da mudança de fase estão presentes no SPM da amostra R7. A segunda explicação para a formação do SPM seria a de um aumento no aprisionamento dos vórtices, fazendo aumentar a histerese. Nessa explicação se encaixa a idéia de mudança no estado dos vórtices, o que implica que a mudança no expoente de *creep* deveria ocorrer logo no início da formação do SPM, assim como na Figura 101 e Figura 102. Porém, após clivar a amostra (Figura 103 e Figura 104), a variação do expoente de *creep* ocorre em H_{SPM} e não no início da formação do SPM, o que indica que deve haver outros fatores que influenciam o aprisionamento dos vórtices, determinando o aparecimento do SPM.



Figura 105. Diagrama de fases do estado dos vórtices extraído da referência [35].

6 CONCLUSÃO

Nosso objetivo inicial para realização desse trabalho foi estudar as possíveis origens do SPM, em supercondutores de alta e baixa temperatura crítica, usando amostras de Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+ δ} e de Nb. Para estudar o SPM fizemos medidas de curvas de magnetização *M*×*H* e suscetibilidade AC (vs. h e T). Através da aplicação de uma lei de escala para suscetibilidade AC, obtivemos o expoente de *creep* na região do SMP.

Em amostras de Nb verificamos os efeitos sobre as curvas $M \times H$ de não homogeneidades na amostra: deslocamentos de planos e oxigênio intersticial. Em amostras de alta pureza (*bulk* e monocristalina) observamos que as curvas $M \times H$ não apresentam o SPM nem o Efeito Pico, próximo a H_{c2} . Ao adicionar não homogeneidades nas amostras, através de dopagem com oxigênio e deformação por elongação, observamos o aparecimento do Efeito Pico, de instabilidades termomagnéticas e de anisotropia do campo H_{c2} . Em filmes supercondutores de baixa temperatura crítica há relação[18][28] entre o SPM e instabilidades termomagnéticas, no entanto em amostras *bulk* de Nb não observamos o SPM, o que reforça a teoria[18] de que a origem do pico na curva $M \times H$, em filmes de Nb, se deve a instabilidades termomagnéticas associada ao tamanho da amostra.

Em amostras de Bi2Sr2CaCu2O8+8 observamos que o SPM está associado com a componente do campo aplicado paralela à direção c da rede cristalina. Isso é um indício de que o SPM está relacionado com vórtices de Abrikosov e que vórtices Josephson parecem não influenciar no SPM. Em YBa₂Cu₃O_{7-δ} também foi observado[20] que apenas o campo na direção c da rede cristalina influencia no SPM, ou seja, os vórtices que atravessam a estrutura planar da amostra tem uma relação direta com o SPM. Essa idéia é corroborada pelo fato do SPM desaparecer quando se faz medidas aplicando o campo paralelo aos planos de Cu-O da amostra. O SPM também possui relação com o tamanho da amostra e com o arrasto dos vórtices. Ao clivarmos a amostra observamos que a intensidade do SPM se reduz e diminui a janela de temperatura onde ele é visto. Isso está relacionado à dinâmica dos vórtices, pois observamos que ao clivar a amostra o expoente de creep também reduz o intervalo de campo onde ele passa por uma variação brusca. Outros pesquisadores [21][22][24] já observaram que se não tiver tempo para os vórtices se moverem o SPM não se forma, e se dermos bastante tempo para os vórtices se moverem o SPM aumenta sua amplitude e se desloca para temperaturas mais baixas. Isso indica a relevância tanto do aprisionamento quanto da movimentação dos vórtices. Pelos dados que obtivemos nas nossas medidas sobre o expoente de creep, observamos que na região do SPM o arrasto dos vórtices diminui em campos que antecedem o H_{SPM} . Mas, por volta de H_{SPM} , o arrasto aumenta rapidamente e depois volta a cessar. Acreditamos que a variação brusca no expoente de *creep* corrobora com a teoria[35] de que no SPM ocorre uma mudança de fase no sistema de vórtices, que

corrobora com a teoria[35] de que no SPM ocorre uma mudança de fase no sistema de vórtices, que passaria de um estado de quase rede para um emaranhado de vórtices. Já foi observado[25] que há um salto na curva de magnetização na região do SPM quando se tem um campo AC transverso que facilita o desancoramento dos vórtices. Tanto a variação do expoente de *creep* como o salto na magnetização, nos evidenciam características da dinâmica dos vórtices na região do SPM. Mas parece que o surgimento do SPM não está relacionado apenas a mudanças no movimento dos vórtices.

Nesses 15 anos que se passaram, desde a primeira observação do SPM em supercondutores de alta temperatura crítica, várias explicações foram propostas para a sua origem. Porém, as explicações não dão conta das diferentes características do SPM em diferentes compostos. Neste assunto, ainda em aberto, podemos pensar que talvez o SPM não tenha uma única origem.

7 **BIBLIOGRAFIA**

[1] Tinkham, M., Introduction to Superconductivity. Editora McGraw-Hill (1975).

[2] Poole, C. P. Superconductivity. Editora Academic Press, San Diego (1995).

[3] Huebener, R. P., Magnetic Flux Structures in Superconductors. Editora Springer-Verlag, Berlin (1979).

[4] Bean, C. P., Magnetization of high-field superconductors. Rev. Mod. Phys. 36, 31 (1964).

[5] Cyrot, M., and Pavuna, D., Introduction to Superconductivity and High-T_c Materials. Editora World Scientific, Singapore, (1992).

[6] Blatter, G., Feigel'man, M. V., Geshkenbein, V. B., Larkin, A. I., and Vinokur, V. M., Vortices in high-temperature superconductors. Rev. Mod. Phys. **66**, 1125 (1994).

[7] Anderson, P. W., and Kim, Y. B., Hard superconductivity: Theory of the motion of Abrikosov flux lines. Rev. Mod. Phys. **36**, 39 (1964).

[8] Daeumling, D., Seuntjens, J. M., and Larbalestier, D. C., Oxigen-defect flux pinning, anomalous magnetization and intra-grain granularity in YBa₂Cu₃O_{7-δ}. Nature **346**, 332 (1990).

[9] Kopylov, V. N., Koshelev, A. E., and Schegolev, I. F., The role of surface effects in magnetization of high-T_c superconductors. Physica C **170**, 291 (1990).

[10] Cai, X. Y., Gurevich, A., Larbalestier, D. C., Kelley, R. J., and Onellion, M., Static and dynamic mechanisms of the anomalous field dependence of magnetization in Bi-Sr-Ca-Cu-O and Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O single crystal. Phys. Rev. B **50**, 16774 (1994).

[11] Kobayashi, T., Nakayama, Y., Kishio, K., Kimura, T., Kitazawa, K., and Yamafuji, K., Wide temperature scaling law of the secondary peak observed in magnetization curves of single crystals (La,Sr)₂CuO₄. Appl. Phys. Lett. **62**, 1830 (1993).

[12] Sutjahja, I. M. Diantoro, M., Darminto, D., Nugroho, A. A., Tjia, M. O., Menovsky, A. A., and France, J. J. M., Fishtal Effect and the superconducting phase diagram of La_{1,6-x}Nd_{0,4}Sr_xCuO₄ single crystals. Physica C **378**, 541 (2002).

[13] Zuo, F., Khizroev, S., Jiang, X., Peng, J. L., and Greene, R. L., Surface barriers and twodimensional-collective pinning in single crystal Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-δ}. J. Appl. Phys. **76**, 6953 (1994).

[14] Jirsa, M., Pust, L., Dlouhý, D., and Koblischka, M. R., Fishtail shape in the magnetic histeresis loop for superconductors: Interplay between differents pinning mechanism. Phy. Rev. B **55**, 3276, (1997).

116

[15] Maignan, A., Putilin, S. N., Hardy, V., Simon, C., and Raveau, B., Magnetic study of HgBa₂Ca₂Cu₃O_{8+ δ} single crystals: effect of doping on irreversibility and fishtail lines. Physica C **266**, 173 (1996).

[16] Cardoso, C. A., and de Lima, O. F., Fishtail effect studied by ac susceptibility in $ErBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ single crystal. Journal of Appl. Phys. **95**, 1301 (2004).

[17] Klein, T., Harneit, W., Baril, L., Marcus, J., and Filippini, C. E., Fishtail and flux creep phenomena in the cubic (K,Ba)BiO₃ high T_c superconductor. Physica C **282**, 2207 (1997).

[18] Kopelevich, Y., and Esquinazi, P., Second Magnetization Peak at low fields due to thermomagnetic flux-jump instability. J. Low Temp. Phys. **113**, 1 (1998).

[19] Sarkar, S., Paulose, P. L., Ramakrishnan, S., Grover, A. K., Tomy, C. V., Balakrishnan, G., and Paul, D. M., The second magnetization peak and the peak effect phenomenon in the superconductor Ca₃Rh₄Sn₁₃. Physica C **356**, 181 (2001).

[20] Klein, L., Yacoby, E. R., Yeshurun, Y., Erb, A., Muller-Vogt, G., Breit, V., and Wühl, H. Peak effect and scaling of irreversible properties in untwinned Y-Ba-Cu-O crystals. Phys. Rev. B **49**, 4403 (1994).

[21] Yeshurun, Y., Bontemps, N., Burlachkov, L., and Kapitulnik, A., Dynamic characteristics of the anomalous second peak in the magnetization curves of Bi-Sr-Ca-Cu-o. Phys. Rev. B **49**, 1548 (1994).

[22] Anders, S., Parthasarathy, R., Jaeger, H. M., Guptasarma, P., Hinks, D. G., and van Veen, R., Dynamics of second peak in magnetization of $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ crystals. Phys. Rev. B **58**, 6639 (1998).

[23] Anders, S., Xu, M., Jaeger, H. M., Li, T. W., and Hinks, D. G., Evolution of the magnetic-field profile in Tl₂Ba₂CuO₆: Consequences for the second magnetization peak. Phys. Rev. B **59**, 13635 (1999).

[24] Kim, D. H., and Lee, T. W., AC transverse magnetic field dependence of magnetization in Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ single crystal. Physica C **385**, 477 (2003).

[25] Avraham, N., Khaykovich, B., Myasoedov, Y., Rappaport, M., Shtrikman, H., Feldman, D. E., Tamegai, T., Kes, P. H., Li, M., Konczykowski, M., van der Beek, K., and Zeldov, E., 'Inverse' melting of vortex lattice. Nature **411**, 451 (2001).

[26] Khaykovich, B., Zeldov, E., Majer, D., Li, T. W., Kes, P. H., and Konczykowski, M., Vortexlattice phase transitions in Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ crystals with different oxygen stoichiometry. Phys. Rev. Lett. **76**, 2555 (1996). [27] Kopelevich, Y., Moehlecke, S., Torres, J. H. S., Silva, R. R., and Esquinazi, P., *et al.* Themomagnetic flux-jump instabilities and second magnetization peak in Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ high-T_c superconducting crystals. J. Low Temp. Phys. **116**, 261 (1999).

[28] Esquinazi, P., Setzer, A., Fuchs, D., Kopelevich, Y., Zeldov, E., and Assmann, C., Vortex avalanches in Nb thin films: Global and local magnetization measurements. Phys. Rev. B **60**, 12454 (1999).

[29] Yang, G., Shang, P., Sutton, S. D., Jones, I. P., Abell, J. S., and Gough, C. E., Competing pinning mechanisms in Bi₂Sr₂CaCu₂O_y single crystals by magnetic and defect structural studies. Phys. Rev. B **48**, 4054 (1993)

[30] Bean, C. P., and Livingston, J. D., Surface barrier in type II superconductors. Phys. Rev. Lett. **12**, 14 (1964).

[31] Burlachkov, L., Magnetic relaxation over the Bean-Livingston surface barrier. Phys. Rev. B 47, 8056 (1993).

[32] Correa, V. F., Nieva, G., and de La Cruz, F., Vortex softening: Originof the second peak effect in $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$. Phys. Rev. Lett. **87**, 057003 (2001).

[33] Wang, Y. M., Fuhrer, M. S., and Zettl, A., New vortex-matter size effect observed in $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$. Phys. Rev. Lett. **86**, 3626 (2001).

[34] Koshelev, A. E., and Vinokur, V. M., Pinning-induced transition to disordered vortex phase in layered superconductors. Phys. Rev. B **57**, 8026 (1998).

[35] Vinokur, V., Khaykovich, B., Zeldov, E., Konczykowski, M., Doyle, R. A., and Kes, P. H., Lindemann criterion and vortex-matter phase transition in high-temperature superconductors. Physica C **295**, 209 (1998).

[36] Pippard, A. B., A possible mechanism for the peak effect in type II superconductors. Phil. Mag. 19, 217 (1969).

[37] Lide, D. R., CRC Handbook of Chemistry and Physics. CRC Press, 73rd edition, 1992-1993, pg. 12-131.

[38] de Lima, O. F., Perfis da densidade de fluxóides em monocristais de nióbio no estado supercondutor. Tese de Mestrado. IFGW, UNICAMP, Campinas, SP (1977).

[39] Bowen, D. K., and Chistia, J. W. Calculation of shear stress and shear strain for double glide in tension na compression. Phil. Mag. **12**, 369 (1965)

[40] Okamoto, H., Desk Handbook, Phase Diagrams for Binary Alloys. Ed. ASM International, 1^a edição (2000).

118

[41] Koch, C. C., Scarbrough, J. O., and Kroeger, D. M., Effects of interstitial oxygen on the superconductivity of niobium. Phys. Rev. B **9**, 888 (1974).

[42] Silva, R. R., Crescimento e caracterização de monocristais supercondutores de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ com alta qualidade. Tese de Mestrado. Departamento de Engenharia de Materiais, FAENQUIL, Lorena, SP (1998).

[43] <u>http://www.qdusa.com</u> : acessado em maio de 2005.

- [44] Quantum Design. MPMS User's Manual.
- [45] Quantum Design. PPMS User's Manual.

[46] Kopelevich, Y., and Moehlecke, S., Avalanchelike magnetic relaxation in the peak-effect regime of a Nb-O solid solution. Phys. Rev. B **58**, 2834 (1998).

[47] Tilley, D. R., Ginzburg-Landau equations for anisotropic alloys. Proc. Phys. Soc. London **86**, 289 (1965).

[48] Ashcroft, N. W., and Mermin, N. D., Solid State Physics. Editora Saunders College, Estados Unidos (1976).

[49] Finnemore, D. K., Stromberg, T. F., and Swenson C. A., Superconducting properties of highpurity niobium. Phys. Rev. **149**, 231 (1966).

[50] Saint-James, D., Sarma, G., and and Thomas, E. J., Type II Superconductivity. Editora Pergamom, New York (1969).

[51] van der Hoeven, B. J. C., and Keesom P. H., Specific heat of niobium between 0.4 and 4.2°K. Physical Review **134**, A1320 (1964).

[52] Grigorenko, A., Bending, S., Tamegai, T., Ooi, Shuuichi, and Henini, M., A one-dimensional chain state of vortex matter. Nature **414**, 728, (2001).

[53] de Lima, O. F., and Cardoso, C. A., Experimental study of scaling laws for the complex susceptibility of type-II superconductors. Phys. Rev. B **61**, 11722 (2000).

[54] Feigel'man, M. V., Geshkenbein, V. B., Larkin, A. I., and Vinokur, V. M., Theory of colletive flux creep. Phys. Rev. Lett. **63**, 2303 (1989).

[55] Zeldov, E., Amer, N. M., Koren, G., Gupta, A., McElfresh, M. W., and Gambino, R. J., Flux creep characteristics in high-temperature superconductors. Appl. Phys. Lett. **56**, 680 (1990).

[56] Civale, L., AC susceptibility response near the irreversibility line. In: Hein, R. A. *et al*, editors, Magnetic Susceptibility of Superconductors and Others Spin Systems, page 313. Plenum Press (1991).