

PERFIS DA DENSIDADE DE FLUXÓIDES EM MONOCRISTAIS  
DE NIÓBIO, NO ESTADO SUPERCONDUTOR

- OSCAR FERREIRA DE LIMA

TESE APRESENTADA AO INSTITU  
TO DE FÍSICA "GLEB WATACHIN" COMO PRÉ-REQUI-  
SITO PARCIAL PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MES  
TRE EM CIÊNCIAS.

Março, 1977.

A

Gumercindo Ferreira ( † )

Davina de Lima Ferreira

Sœur Maria Del Pino ,

peessoas que, em primeiro lugar, possibilitaram este trabalho .

## RESUMO

Medidas de curvas de magnetização e susceptibilidade diferencial em pequenos lupos de histerese ( $H_{c1} < H < H_{c2}$ ) foram efetuadas, em amostras cilíndricas de monocristal de Nb, para três estados diferentes de deformação plástica ( $\xi = 0.0, 0.05, 0.12$ ), em temperaturas entre 3.0 e 6.0 K. Gráficos da distribuição interna de campo são obtidos a partir das curvas de susceptibilidade diferencial. A influência da "história magnética" (maneira de estabelecer o campo externo) foi observada, produzindo variações de até 4 vezes no valor da força de pinning volumétrica. Também confirmamos a influência da deformação plástica no aumento da força de pinning.

## AGRADECIMENTOS

Sou profundamente agradecido ao Prof. Günter Zerweck , pela orientação eficaz e a convivência amigã, que muito contribuíram para os avanços de meu conhecimento e a produção deste trabalho.

Agradeço ao Prof. Daltro Garcia Pinatti , pela acolhida ao importante laboratório que dirige, pela prontidão de suas ajudas, e pela sua orientação.

Ao colega Alberto de Sousa Brito, cujo trabalho de tese foi desenvolvido concomitante a este, na mesma montagem experimental, fica meu grande reconhecimento de sua contribuição, seja no trabalho árduo da obtenção e manipulação dos dados, ou nas valiosas discussões que tivemos.

Agradeço ao Prof. Dionísio Pinatti e sua equipe técnica , da Universidade Federal de São Carlos (SP), pelas facilidades que nos proporcionaram no uso da máquina "Instron" (Model 1127), onde deformamos os monocristais que usei neste trabalho.

Meus agradecimentos a todos os colegas e amigos do Laboratório de Baixas Temperaturas e do Instituto, que direta ou indiretamente me ajudaram .

À FAPESP , pela ajuda financeira durante os dois anos transcorridos nesta pesquisa .

Por fim, agradeço a Odete , que mais de perto me acompanhou com o carinho humano (e um filho), que me faz cada vez mais seguro e desejoso de estar com os pés na terra. Como se não bastasse, ainda ajudou na confecção de vários gráficos e montagem final do texto .

\* \* \*

## ÍNDICE

	pág.
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1 - TEORIAS ENVOLVIDAS NO TRABALHO	
1.1 - Resumo dos fatos e teorias para o supercondutor	3
1.2 - Supercondutores tipo II	5
1.2.1 - Estado Mixto	5
1.2.2 - Defeitos na rede de fluxóides	6
1.2.3 - Gradiente de campo e Estado Crítico	8
1.2.4 - Efeitos da Superfície	10
1.2.5 - Propriedades elásticas da rede de fluxóides	10
1.2.6 - Força de "pinning" e seus mecanismos	13
1.2.7 - Correntes de Transporte	16
1.3 - Métodos de Medida	17
1.3.1 - Curvas de Magnetização	18
1.3.2 - Curvas de Susceptibilidade Diferencial	19
CAPÍTULO 2 - MONTAGEM EXPERIMENTAL E AMOSTRAS	
2.1 - Montagem experimental	24
2.1.1 - Criogenia e Vácuo	24
2.1.2 - Suporte de Amostra	24
2.1.3 - Magneto	26
2.1.4 - Eletrônica	27
2.2 - Amostras	28
CAPÍTULO 3 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS E CÁLCULOS	
3.1 - Curvas de Magnetização	31
3.1.1 - Efeito de Pico	34
3.2 - Curvas de Susceptibilidade Diferencial	36
3.3 - Programas de cálculo	36
CAPÍTULO 4 - APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS FINAIS E DISCUSSÕES	
4.1 - Parâmetros primários ( $T_c, H_c$ ) e secundários ( $\kappa_1, \kappa_2, H_{c1}, H_{c2}$ )	43
4.2 - Constantes elásticas da rede de fluxóides	46
4.3 - Perfil de campo e forças de "pinning"	46
4.3.1 - Simetria dos perfis de campo	46
4.3.2 - Perfis X Campo reduzido	48
4.3.3 - Perfis X Deformação	52
4.3.4 - Força de "pinning" volumétrica	52
4.3.5 - Força de "pinning" elementar	54
4.3.6 - Influência da deformação	54
4.3.7 - Influência da história magnética	58
CONCLUSÃO	60
REFERÊNCIAS	61

## INTRODUÇÃO

Utilizando monocristais de Nióbio em alto estado de pureza (>99.9), fizemos medidas de curvas de magnetização/1/ e de susceptibilidade diferencial para pequenos lupos de histerese/2/, em temperaturas entre 3.0 e 6.0 K, obtendo informações para a determinação de vários parâmetros supercondutores. As curvas obtidas nos lupos de histerese fornecem gráficos de funções inversas do perfil de campo ( $\Delta B \times x$ ) distribuído no interior da amostra. Este perfil está correlacionado a corrente crítica do material/3//4/.

Fizemos medidas em amostras cilíndricas (3.0 X 50.0 mm), para tres estados diferentes de deformação plástica ( $\xi = 0.0, 0.05, 0.12$ ), tendo feito inicialmente tratamento térmico e polimento químico superficial.

Escrevemos dois programas para computador, destinados a realização de vários cálculos de interesse geral e que possam ser realizados a partir dos dois tipos de curvas citadas acima. O primeiro programa faz um ajustamento estatístico por pontos retirados da curva de magnetização (regressão polinomial) e obtém expressões analíticas (polinômios) que possibilitam o cálculo rápido de várias grandezas de interesse:  $K_1, K_2, H_c, B_0, C_{11}, C_{44}, C_{66}$ , etc. O segundo programa, usando resultados do primeiro e dados das curvas de susceptibilidade diferencial, calcula forças de "pinning" na superfície e no volume ("bulk"), o gradiente crítico em vários pontos na direção radial da amostra, e o perfil de campo. Este perfil consiste em um gráfico  $\Delta B \times x$ , onde  $\Delta B$  é a diferença entre o campo no ponto "x" e aquele em equilíbrio na superfície da amostra ( $B_0$ ). A distância radial, "x", é a profundidade a partir da superfície ( $x \ll R$ , R - raio da amostra).

Além de obter tabelas e gráficos das grandezas comuns para comparação com outros trabalhos, é feito o estudo da força de pinning volumétrica na dependência com a temperatura, campo magnético, estado de deformação e história magnética (maneira de estabelecer o campo externo). Fazemos também a análise do perfil de campo na dependência com o campo aplicado, estado de deformação e história magnética.

Acreditamos ter contribuído originalmente com medidas e determinações quantitativas (gradientes de campo, forças de pinning) que evidenciaram a influência da história magnética em amostras deformadas de monocristal de Nb. Diferentes "caminhos magnéticos", usados para estabelecer o campo externo, podem produzir variações de até 4 vezes no valor da força de pinning volumétrica.

Também confirmamos a forte influência da deformação plástica no au

mento da força de pinning, devido aos arranjos de deslocações introduzidas no material.

Tivemos a oportunidade de estender a utilização de um dos métodos de medida, que fornece as curvas de susceptibilidade diferencial (seção 1.3.2), para a determinação rápida e simples do perfil de campo.

Por fim, os programas de cálculo foram escritos de forma bem geral, podendo virem a ser úteis em outras ocasiões, mesmo para outros pesquisadores.

No Capítulo 1 fazemos um resumo bem compacto dos aspectos experimental e teórico para os supercondutores em geral, particularizando em seguida, de forma mais detalhada, para os chamados supercondutores tipo II, que nos interessa mais diretamente pelo fato de Nb estar nesta classe. Neste capítulo é também exposta a teoria dos métodos de medida. No Capítulo 2 descrevemos o essencial da montagem experimental e caracterização das amostras. No Capítulo 3 apresentamos apenas os resultados experimentais diretos, comentando a qualidade e alguns detalhes das curvas medidas. Aproveitamos para expor também neste capítulo uma breve descrição (com Fluxogramas) dos programas de cálculo. No Capítulo 4 aparecem os resultados finais, discussões e conclusões, que representam, na verdade, o cerne desta tese.

O sistema de unidades CGS (de Gauss) foi utilizado em todo este trabalho. Poucas exceções, onde aparecem unidades mixtas de uso mais comum, serão mencionadas nos locais apropriados. Em particular, foi empregada a unidade mixta de  $A/cm^2$  para a densidade de corrente.

Sempre que nos referimos a intensidade do campo externo aplicado usamos o símbolo "  $H_a$  " ou "  $H$  ". Com o símbolo "  $B$  " denotamos sempre o campo médio local, no interior da amostra.

\* \* \*

## CAPÍTULO 1

### TEORIAS ENVOLVIDAS NO TRABALHO

. . .

#### 1.1 - Resumo dos fatos e teorias para o supercondutor .

O estado supercondutor/5/ é caracterizado basicamente pela ausência de resistência elétrica detectável ( $\rho < 10^{-23} \Omega\text{-cm}$ ) e a presença do diamagnetismo perfeito ( $B = 0$ , no interior da amostra) .

Para cada temperatura abaixo de  $T_c$  existe um campo crítico,  $H_c$ , no qual é destruída a supercondutividade :

$$H_c \approx H_0 \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1.1)$$

$H_c$  é chamado também de campo crítico termodinâmico, devido a relação:

$$g_n(0) - g_s(0) = - \int_0^{H_c} M(H) dH = \frac{H_c^2}{8\pi} \quad (1.2)$$

onde  $g_n(0) - g_s(0)$  representa a diferença entre a densidade de energia livre no estado normal e supercondutor, considerados em campo nulo.

Existem duas classes de supercondutores: tipo I e tipo II. Nos tipo II o estado Meissner (diamagnetismo perfeito) é incompleto, dando lugar ao chamado "estado mixto", a partir de um campo crítico  $H_{c1} < H_c$ . Somente em um segundo campo crítico,  $H_{c2} > H_c$ , ocorre então a transição (2a. ordem) para a fase normal.

As teorias que surgiram, foram inicialmente fenomenológicas. Dentre elas destacamos a de Ginzburg-Landau (G-L) (1950), onde desenvolveram um método que modifica a absoluta rigidez da função de onda do sistema, já anteriormente introduzida por F. e H. London (1935). Obtêm as seguintes equações, numa forma especial de unidades reduzidas:

$$\left( \frac{i\vec{\nabla}}{\kappa} + \vec{A} \right) \psi = \psi - \psi |\psi|^2 \quad (1.3)$$

$$\text{rot rot } \vec{A} = |\psi|^2 \vec{A} + \frac{i}{2\kappa} (\psi^* \vec{\nabla} \psi - \psi \vec{\nabla} \psi^*)$$

onde  $\psi$  é chamado de "parâmetro de ordem", cuja normalização exige:  $|\psi|^2 = n_s$ , sendo  $n_s$  a densidade dos elétrons supercondutores. O parâmetro  $\kappa$ , frequentemente chamado fator de G-L, possui a seguinte definição :

$$\kappa = \frac{\lambda(T)}{\xi(T)} \quad (1.4)$$

onde  $\lambda(\tau)$  é uma "profundidade de penetração" para o campo magnético (já introduzida na teoria de London), e  $\xi(\tau)$  é um "comprimento de coerência" onde se dá a maior variação de  $\psi$ .  $\vec{A}$  é o vetor potencial, associado ao campo magnético aplicado. O parâmetro  $\kappa$  é uma constante típica para cada material, sendo bastante sensível ao livre caminho médio dos elétrons normais, portanto, às impurezas, e é independente da temperatura, pelo menos na vizinhança de  $T_c$ .

A teoria de G-L estabelece explicitamente uma expressão para o cálculo da "energia de superfície", devido a contribuição da interface normal-supercondutor para a energia total do sistema. Ela tem um valor negativo para altos valores de  $\kappa$  (supercondutores tipo II), valor positivo para baixos  $\kappa$  (supercondutores tipo I) e zero para  $\kappa = 1/\sqrt{2}$ . Nos supercondutores tipo II fica portanto favorecida uma fina subdivisão do material em "domínios" supercondutores e normais (estado mixto).

A teoria de G-L é válida apenas para temperaturas próximas da temperatura crítica,  $T_c$ . Contudo, muitos dos fenômenos preditos e descritos por esta teoria são também observados para temperaturas baixas, até próximo de 0 K. Vários autores (Neumann-Twordt, Maki, de Gennes, Eilenberger, Brandt, etc.) têm realizado extensões valiosas, ampliando o domínio de validade da teoria de G-L para temperaturas mais baixas, em geral introduzindo novas definições para o parâmetro  $\kappa$ , dependentes da temperatura. No caso da teoria de Maki/6/ são introduzidos os parâmetros  $\kappa_1(\tau)$  e  $\kappa_2(\tau)$  através das seguintes equações:

$$\kappa_1(\tau) = \frac{H_{c2}(\tau)}{\sqrt{2} H_c(\tau)} \quad (1.5)$$

$$\left. \frac{d(-4\pi M)}{dH} \right|_{H_{c2}} = \frac{1}{1.16(2\kappa_2^2(\tau) - 1)}$$

Para temperaturas próximas de  $T_c$  estes valores se aproximam até tornarem-se iguais em  $T_c$ :  $\kappa_1(T_c) = \kappa_2(T_c) = \kappa$ .

Uma teoria microscópica surgiu em 1957, desenvolvida por Bardeen, Schriffer e Cooper (BCS). Baseava-se no fato, já estabelecido por Cooper (1956), de que na presença de uma interação atrativa os elétrons na vizinhança da superfície de Fermi condensam em um estado de mais baixa energia, no qual cada elétron está emparelhado com outro de momento e spin contrários ("par de Cooper"). Não nos interessa aqui entrar nos detalhes desta teoria e seus avanços posteriores/8/.

## 1.2 - Supercondutores tipo II .

O estudo dos supercondutores tipo II foi iniciado por Shubnikov e outros/7/, sendo por isto as vezes chamado "fase de Shubnikov", ao estado que seque para campos  $H > H_{c1}$ . Abrikosov/9/ chamou esta região de estado mixto, onde obteve resultados importantes, utilizando as equações de G-L, para  $\kappa > 1/\sqrt{2}$ . De acordo com sua solução o estado mixto consistiria numa rede de "linhas de fluxo" ("fluxóides"), quantizadas ( $\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2 \times 10^{-7} \text{Gcm}^2$ ) e paralelas ao campo magnético externo.

### 1.2.1 - Estado Mixto .

De acordo com Abrikosov as linhas de fluxo formam uma rede quadrática para todos os campos, exceto na vizinhança de  $H_{c1}$ , onde seria triangular. Posteriormente/10//11/ foi mostrado que o arranjo triangular é energeticamente mais favorável em todo o estado mixto. De fato, investigações utilizando a difração de neutrons/12/ e a decoração da superfície do supercondutor com pó ferromagnético/13/, comprovaram definitivamente a estrutura triangular. Contudo, em alguns casos, é conhecido/14/ a ocorrência dos dois tipos de rede para o intervalo  $1/\sqrt{2} < \kappa < \sqrt{2}$ .

Na Fig. 1.1 está descrito graficamente a estrutura de uma linha de fluxo. Vemos a variação espacial ( $r$ ) do campo magnético microscópico ( $h(r)$ ) e da densidade de "superelétrons" ( $n_s \equiv |\psi(r)|^2$ ). Essencialmente, temos um núcleo cilíndrico (raio  $\xi$ ) onde  $n_s$  cresce de 0 a 1, e outra região cilíndrica maior (raio  $\lambda$ ) na qual circula a "supercorrente" ( $\vec{j}$ ) necessária para gerar o quantum de fluxo. É importante notar que  $\psi(r)$  tem um valor finito em todo o material, exceto no centro dos fluxóides, onde surge um filamento normal de volume desprezível, o que permite considerarmos o material como totalmente supercondutor para  $H < H_{c2}$ . Por fim, vale observar que uma linha de fluxo nunca termina dentro do material; ou termina na superfície, ou forma um laço fechado.

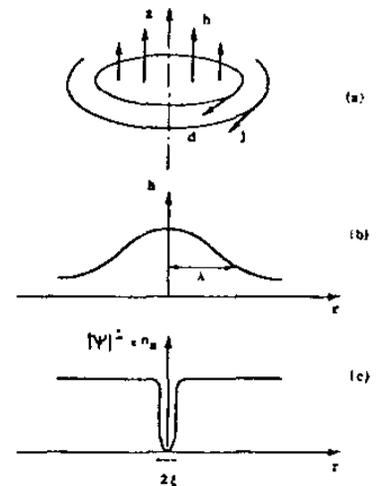


Fig. 1.1

O comportamento do supercondutor tipo II, no volume ("bulk"), sob a ação de um campo externo  $H_a$ , pode ser pensado como descrevemos a seguir. Para pequenos valores de  $H_a$  temos o diamagnetismo perfeito (Estado Meissner), onde nenhum campo penetra no material, além da profundidade de London,  $\lambda_L$  (algumas centenas de Angstroms).

No campo crítico inferior,  $H_a = H_{c_1}$ , a energia de superfície torna-se negativa, favorecendo a entrada dos fluxóides paralelamente ao campo aplicado; ou seja, a auto-energia magnética de um fluxóide é menor que o aumento da energia magnética, se este fluxóide não penetrasse no material. Com o crescimento de  $H_a$  a densidade dos fluxóides aumenta, a distância entre os mesmos diminui, até que eventualmente seus núcleos se sobrepõem ( $r \sim \xi$ ), desaparecendo então a supercondutividade, pois  $\psi(r)$  reduz-se a zero em todo o material, para o campo crítico  $H_{c_2}$ . No caso em que a superfície da amostra esteja em contato com o vácuo ou um meio isolante, e o campo aplicado seja paralelo à superfície, Saint-James e de Gennes/15/ previram a existência de uma supercondutividade superficial, até um campo crítico  $H_{c_3} = 1.695 H_{c_2}$ .

A distribuição de equilíbrio dos fluxóides, no volume, é determinada pela interação entre si e com os defeitos presentes no material. Estes defeitos aprisionam os fluxóides e são chamados em geral de centros de "pinning" (seção 1.2.6).

A teoria de G-L possibilita deduzir apenas a interação repulsiva entre as linhas de fluxo. Entretanto, para supercondutores de baixo  $\kappa$  ( $\sim 1$ ) acontece uma interação atrativa para as linhas que penetram inicialmente ( $H_a = H_{c_1}(1 - D)$ ), determinando uma densidade de equilíbrio  $B_0$ , para o campo médio inicial no interior da amostra. Podemos calcular, neste momento, uma distância média de equilíbrio ( $d_0$ ) entre as linhas de campo, considerando uma rede triangular:

$$d_0 = \left( \frac{2 \Phi_0}{\sqrt{3} B_0} \right)^{1/2} \quad (1.6)$$

Neste ponto há uma descontinuidade na curva de magnetização/16//17/, levando a uma transição de 1ª ordem, que caracteriza os chamados supercondutores tipo II/1 /18/. Se o fator de desmagnetização,  $D$ , não é nulo ocorre um estado intermediário, porém diferente daquele do supercondutor tipo I, pelo fato de que os "domínios" normais são aqui substituídos por "domínios" de estado misto/64/. Com o aumento do campo e conseqüente diminuição da distância de equilíbrio, inicia a repulsão entre as linhas, seguindo daí o comportamento geral dos supercondutores tipo II de alto  $\kappa$ .

### 1.2.2 - Defeitos na rede de fluxóides .

Apesar de diferenças fundamentais entre a rede cristalina e a rede de fluxóides, esta última apresenta também propriedades elásticas (seção 1.2.5) e defeitos.

A ocorrência de deslocamentos foi primeiramente predita por Labusch

/19/, confirmada em seguida por Träuble e Essmann/20/, que observaram em adição outros tipos de defeitos. Damos logo abaixo uma tabela que sumariza os resultados .

DEFEITO	OBSERVAÇÕES
Vacância	. Ocorrem apenas para campos baixos ( $B \ll B_{c2}$ ) : 6000 Å $\leq d \leq$ 8500 Å; d, distância entre as linhas
Intersticial	. Densidade pequena: 1 defeito em $10^4$ linhas de fluxo .
Deslocação	. Ocorre em todo intervalo de campo, no estado mixto . Vetor de Burgers sempre perpendicular ao campo ( $\vec{b} \perp \vec{B}$ ) . Tipos: Cunha ( $\vec{\lambda} \perp \vec{b}$ ) e Helicoidal ( $\vec{\lambda} \parallel \vec{b}$ ); $\vec{\lambda}$ , direção da deslocação . Densidade: 1 defeito em $10^3$ linhas de fluxo ( $\sim 2 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$ ) .
"Disclination"	. Tipo de deslocação predito por Volterra (1907) e observado pela primeira vez na rede de fluxóides. - O deslocamento da rede, fazendo-se uma volta em torno do núcleo do defeito (volta de Burgers), aumenta linearmente com a distância a este núcleo
Deslocação parcial	. Aparecem, p. ex., no contorno de uma região de rede quadrática, com uma região de rede triangular. . Uma deslocação pode diminuir sua energia total, dividindo-se em duas deslocações parciais, aparecendo falha de empilhamento entre as mesmas.
Falha de Empilhamento	. Numa região triangular, pode ser formada, pela introdução de uma pequena faixa de rede quadrática
Contornos de Grão	. Para pequena densidade de campo retido ( $B_{rem}$ ) a rede de fluxóides tende a se separar em grãos.

Algumas experiências descritas na literatura/21/ sugerem que os defeitos da rede de fluxóides sejam importantes na determinação de propriedades elásticas e dinâmicas desta rede, em certos materiais. Contudo, necessita-se mais experiências para obter-se idéias conclusivas a respeito da influência destes defeitos nas propriedades supercondutoras macroscópicas do material .

### 1.2.3 - Gradiente de campo e Estado Crítico .

Os defeitos presentes na rede cristalina do material impedem o livre movimento dos fluxões, aprisionando-os em locais de menor energia, permitindo um gradiente na distribuição de campo. Com a variação do campo externo as linhas de fluxo são "pressionadas" sempre da região de maior para a de menor densidade de campo. Esta força magnética, proporcional ao gradiente da densidade de campo, foi calculada por Friedel e outros/22/, através de argumentos termodinâmicos aplicados a um sistema de linhas de fluxo retas. A força,  $P_v(B)$ , por unidade de volume, é dada pela expressão:

$$P_v(B) = - \frac{B}{4\pi} \frac{\partial H_{rev}(B)}{\partial x} = - \frac{B}{4\pi} \frac{\partial H_{rev}}{\partial B} \frac{\partial B}{\partial x} \quad (1.7)$$

onde  $B \equiv B(x)$  é o valor médio do campo magnético local e  $H_{rev}(B)$  refere-se ao valor do campo externo necessário para produzir o campo  $B$ . O subscrito "rev" indica tratar-se da quantidade obtida em uma curva reversível.

O gradiente crítico,  $\left. \frac{\partial B}{\partial x} \right|_c$ , é estabelecido no momento em que a força  $P_v$  é exatamente balanceada pela força de pinning ( $P_v = -F_p$ ). Para temperatura nula, uma linha de fluxo só é liberada de um ponto de aprisionamento quando a condição  $|P_v| > |F_p|$  acontece. Esta condição causa uma redistribuição dos fluxões, de modo que rapidamente um novo gradiente crítico e novo equilíbrio de forças é restabelecido.

A curva de magnetização ( $-4\pi M \times H$ ) de um material reflete a influência dos defeitos, apresentando histerese, ou seja, é irreversível. Em campos crescentes, devido aos obstáculos para a penetração das linhas de fluxo, a magnetização se apresenta maior que em uma amostra reversível. Em campos decrescentes ela se apresenta menor, por causa do aprisionamento dos fluxões.

Para temperaturas acima de 0 K as linhas de fluxo são liberadas mesmo quando  $|P_v| < |F_p|$  /23/. Este movimento termicamente ativado recebe na literatura o nome de "flux creep". Portanto, para temperaturas acima de 0 K não podemos falar em um estado de equilíbrio perfeito, com um gradiente crítico bem definido, independente do tempo. Contudo, este efeito é muito pequeno, produzindo lenta modificação, de modo que no intervalo de tempo típico para a medida de curvas de magnetização sua influência pode ser desconsiderada .

Seja a equação de Maxwell:

$$\vec{J} = \frac{10}{4\pi} \text{rot} \vec{H} ; J \rightarrow [A/cm^2] ; H \rightarrow [Oe] \quad (1.8)$$

Considerando o campo  $H$ , aplicado paralelamente ao eixo de um cilindro, sendo  $x$  a distância radial, teremos:

$$J = \frac{10}{4\pi} \frac{dH}{dx} \quad (1.9)$$

Dai então:

$$J = \frac{10}{4\pi} \frac{\partial H}{\partial B} \frac{dB}{dx} \quad (1.10)$$

Teremos portanto no interior da amostra, uma corrente crítica macroscópica ( $J_c$ ) associada ao gradiente crítico local ( $\left(\frac{\partial H}{\partial B}\right)_c$ ):

$$J_c = \frac{10}{4\pi} \left. \frac{\partial H}{\partial B} \frac{dB}{dx} \right|_c \quad (1.11)$$

A derivada  $\frac{\partial H}{\partial B}$  pode ser calculada a partir de uma curva reversível  $H(B)$ , inferida, p. ex., de uma curva de magnetização reversível.

Conhecendo-se então a distribuição interna do campo ou a corrente crítica  $J_c(B)$ , a curva de magnetização pode ser explicada, desde que seja assumida uma condição de contorno adequada para  $B$  na superfície do material, e tendo em conta que  $\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \vec{M}$ .

O primeiro modelo de estado crítico foi proposto por Bean/3/, com o intuito de calcular a curva de magnetização irreversível de supercondutores tipo II. Ele assume que para cada valor de campo externo existe uma densidade de corrente crítica,  $J_c$ , circulando na amostra até uma certa profundidade de penetração macroscópica ( $\Delta$ ). Como condição de contorno supõe o campo  $B$  na superfície igual ao campo externo aplicado,  $H_a$ . Para simplificar os cálculos, supõe  $J_c$  independente de  $B$ .

Kim e outros/4/ estenderam em seguida as idéias de Bean, introduzindo um conceito de estado crítico, e encontraram, através de medidas de magnetização em tubos, que  $J_c(B) = \alpha_c / (B - B_0)$ , onde  $\alpha_c$  e  $B_0$  são duas constantes características do material. O estado crítico ocorreria no momento em que a densidade de corrente crítica se estendesse em todo o volume do material. Em termos da profundidade de penetração referida por Bean, neste momento teríamos  $\Delta = R$ , considerando um cilindro de raio  $R$ .

Vale a pena frisar que, pelo modelo de Bean,  $J_c$  depende apenas da microestrutura do material e do valor do campo externo, porém não interessa a situação experimental utilizada (p. ex., a maneira de estabelecer certo valor de campo externo).

Apesar do modelo de Bean ser bastante simplificado fornece ótimos resultados (precisão em torno de 5%, segundo Campbell/21/), principalmente mostra a importante correlação entre a magnetização e a corrente macroscópica distribuída no material.

#### 1.2.4 - Efeitos da Superfície .

A superfície oferece em geral uma blindagem a penetração de campo, devido a variados efeitos discutidos na literatura/24/ : defeitos, barreira superficial, etc. Interessa-nos aqui apenas observar que esta blindagem causa uma descontinuidade para o campo,  $\frac{\Delta B}{2}$ , na superfície do material, à qual podemos associar uma corrente crítica macroscópica:

$$I_s = \frac{10}{4\pi} \left( \frac{\Delta_o H}{2} \right) \quad (1.12)$$

( A expressão acima é imediatamente obtida da Eq. 1.9 tendo em conta que a descontinuidade no campo:  $\Delta_o B = \frac{d}{\partial H / \partial B} \Delta_o H$ , ocorre numa pequena distância  $\Delta x$  a partir da superfície:  $I_s \equiv J \Delta x = \frac{10}{4\pi} \left( \frac{\Delta_o H}{2} \right)$  ).

De fato, pode ser observado (Cap. 4) que não ocorre entrada ou saída perceptível de linhas de campo, quando produzimos uma pequena variação  $\Delta_o H \ll H_a$ , crescente ou decrescente, em torno do campo aplicado  $H_a$ . Estes efeitos de superfície devem portanto ser considerados para uma definição mais correta das condições de contorno magnéticas.

#### 1.2.5 - Propriedades elásticas da rede de fluxóides .

O conceito de elasticidade para as linhas de campo magnético foi introduzido por Maxwell (1892) em seu tratado clássico de eletricidade e magnetismo. Praticamente as mesmas idéias são utilizadas no cálculo das propriedades elásticas da rede de fluxóides. Entretanto, deve ser observado que o fato dos fluxóides serem discretos e distribuídos numa rede triangular certamente produzirá efeitos anisotrópicos.

As constantes elásticas  $C_{11}$ ,  $C_{44}$  e  $C_{66}$  foram calculadas por Lausch/25/, em termos da curva de magnetização reversível.

Por conveniência foi considerado  $C_L = C_{11} - C_{66}$ , que é o módulo para a deformação que muda somente o tamanho da célula da rede, mas não sua forma. Expressando este módulo em termos da derivada da energia livre por unidade de comprimento de um conjunto de fluxóides, com secção transversal " $S$ " (" $S$ " bem maior que a área de uma célula da rede) :

$$C_L = S \left[ \frac{\partial^2 (f S)}{\partial S^2} \right]_N \quad (1.13)$$

onde  $f$  é a energia livre por unidade de volume e  $N$  é o número constante de fluxóides do conjunto considerado .

Portanto, sob deformação :

$$BS = \text{constante} \Rightarrow \frac{\partial}{\partial S} \rightarrow - \frac{B}{S} \frac{\partial}{\partial B} \quad (1.14)$$

Alguns cálculos simples nos dão:

$$C_L = B^2 \frac{\partial^2 f}{\partial B^2} \quad (1.15)$$

A constante  $C_{44}$  é o módulo para a deformação que produz uma inclinação ( $\alpha$ ) das linhas de fluxo com respeito a direção "z", tomada ao longo do comprimento das linhas, inicialmente retas.  $C_{44}$  vem dado por:

$$C_{44} = \frac{1}{S} \left[ \frac{\partial^2 (fS)}{\partial \alpha^2} \right]_N \quad (1.16)$$

O campo B na direção "z" se mantém constante, e na direção definida pelo ângulo  $\alpha$  teremos:

$$B = B_2 \cos^{-1} \alpha \quad (1.17)$$

Dai então:  $\frac{\partial^2 B}{\partial \alpha^2} = B$  e  $\frac{\partial B}{\partial \alpha} \approx 0$ , considerando pequenas deformações, de modo que  $\sin \alpha \approx \alpha \approx 0$ . Da própria definição de  $C_{44}$  temos que:  $\frac{\partial S}{\partial \alpha} = 0$ .

Após algumas manipulações simples, na expressão 1.16, onde são usados os resultados do parágrafo anterior, obteremos:

$$C_{44} = B \frac{\partial f}{\partial B} \quad (1.18)$$

A densidade da energia de Gibbs para a rede de fluxóides vem dada por:

$$g = - \frac{BH}{4\pi} + f(B) \quad (1.19)$$

onde H é o campo aplicado. Os termos de entropia são omitidos, porque permanecem constantes sob deformação elástica. A condição para que o campo aplicado esteja em equilíbrio com B é dada por

$$\frac{\partial g}{\partial B} = 0 \quad \text{Dai:} \quad \frac{\partial f}{\partial B} = \frac{Heq}{4\pi} \quad \text{e} \quad \frac{\partial^2 f}{\partial B^2} = \frac{1}{4\pi} \frac{\partial Heq}{\partial B} \quad (1.20)$$

Substituindo este resultado nas Equações 1.15 e 1.18:

$$C_L = C_{11} - C_{16} = \frac{B^2}{4\pi} \frac{\partial Heq}{\partial B} \quad (1.21)$$

$$C_{44} = \frac{B Heq}{4\pi} \quad (1.22)$$

A constante  $C_{66}$  refere-se ao cisalhamento no plano x-y, de modo que o volume das células permaneça constante e também não haja inclinação dos fluxóides. Próximo de  $Hc_1$  Labusch considera a aproximação de que os fluxóides são bem separados, de modo que o cálculo possa ser realizado por meio da expressão envolvendo o potencial de dois corpos, com simetria cilíndrica ( $V(r^2)$ ).

Partindo do tensor geral para as constantes elásticas/26/ e considerando as propriedades particulares da rede de fluxóides, com simetria hexagonal, obtêm-se:

$$C_{66} = n \sum_v \left( \frac{1}{4} r_v^4 V''(r_v^2) + \frac{1}{2} V'(r_v^2) \right) \quad (1.23)$$

onde  $n = \frac{B}{\Phi_0}$

A energia de Gibbs do sistema será:

$$G = HB + \frac{n}{2} \sum_v V(r_v^2) \quad (SI) \quad (1.24)$$

$$\frac{\partial G}{\partial B} = 0 \Rightarrow H = \frac{1}{2} \frac{1}{\Phi_0} \sum_v (V(r_v^2) - r_v^2 V'(r_v^2)) \quad (1.25)$$

onde usamos que:  $B \propto \frac{1}{r_v^2}$  e  $\frac{\partial r_v}{\partial B} = -\frac{r_v}{2B}$

Integrando a expressão 1.25 com respeito a B :

$$\frac{n}{2\Phi_0} \sum_v V(r_v^2) = \int_0^B H(b) db \quad (1.26)$$

Derivando a equação 1.25 :

$$\frac{\partial H}{\partial B} = \frac{1}{2\Phi_0 B} \sum_v r_v^4 V(r_v^2) \quad (1.27)$$

Das Equações 1.25, 1.26, 1.27 e 1.23 concluímos:

$$C_{66} = \frac{1}{2} B^2 \frac{\partial H(B)}{\partial B} - BH(B) + \int_0^B H(b) db \quad (1.28)$$

Aplicando a seguinte identidade (integração parcial) :

$$\frac{1}{2} \int_0^B b^2 \frac{\partial^2 H}{\partial b^2} db = \frac{B^2}{2} \frac{\partial H(B)}{\partial B} - BH(B) + \int_0^B H(b) db \quad (1.29)$$

teremos finalmente:

$$C_{66} = \frac{1}{2} \int_0^B b^2 \frac{\partial^2 H(b)}{\partial b^2} db, \quad B \ll B_{c2} \quad (1.30)$$

No sistema CGS :

$$C_{66} = \frac{1}{8\pi} \int_0^B b^2 \frac{\partial^2 H(b)}{\partial b^2} db, \quad B \ll B_{c2} \quad (1.31)$$

Na vizinhança de  $H_{c2}$  Labusch considera a expressão para a energia livre que pode ser escrita como segue:

$$f = \frac{B^2}{8\pi} - \frac{H_c^2}{4\pi} \frac{\kappa^2}{[1+(2\kappa^2-1)\beta]} \left(1 - \frac{B}{B_{c2}}\right) \quad (1.32)$$

onde  $\kappa$  é o fator de G-L e  $\beta$  é um parâmetro que depende da simetria do arranjo das linhas de fluxo. Para a rede triangular  $\beta=1.1596$ , obtido numericamente com auxílio de computador.

Para uma pequena deformação de cisalhamento,  $\varepsilon$ , tem-se a seguinte densidade de energia elástica, relacionada a variação da energia livre do sistema :

$$\delta f = \frac{1}{2} C_{66} \varepsilon^2 \quad (1.33)$$

A variação de  $\beta$  devido a deformação pode ser calculada por métodos numéricos e o resultado final de Labusch fornece:

$$C_{66} = 0.48 \frac{H_c^2}{4\pi} \frac{\kappa^2(2\kappa^2-1)}{[1+(2\kappa^2-1)1.16]^2} \left(1 - \frac{B}{B_{c2}}\right), \quad (1.34)$$

$$B \approx B_{c2}$$

A fórmulas para  $C_{11}$  e  $C_{44}$  valem para todos os campos ao passo que  $C_{66}$  possui apenas expressões aproximadas para os dois extremos de campo:  $B \approx 0$  e  $B \approx B_{c2}$ .

Para supercondutores tipo II de baixo  $\kappa$  não existe estado de equilíbrio para  $0 < B < B_0$ , onde  $B_0$  representa a descontinuidade na indução devido a transição de 1.ª ordem em  $H_{c1}$ . Neste caso a constante de cisalhamento para campos baixos deve ser recalculada. Isto foi feito por Zerweck/27/ através de argumentos termodinâmicos gerais, obtendo a seguinte expressão:

$$C_{66} = \frac{1}{8\pi} B_0^2 \left. \frac{\partial H(b)}{\partial B} \right|_{B_0^+} + \frac{1}{8\pi} \int_{B_0}^B b^2 \frac{\partial^2 H(b)}{\partial b^2} db, \quad B \ll B_{c2} \quad (1.31)'$$

Em publicação bem recente/28/ Brandt apresenta novo cálculo de  $C_{66}(B, \kappa, T)$  utilizando as equações microscópicas da teoria de Gor'kov. Fornece uma expressão aproximada, válida para qualquer campo, temperatura, e fator  $\kappa$ .

### 1.2.6 - Força de pinning e seus mecanismos/29/

A interação total entre as linhas de fluxo e os defeitos da rede cristalina pode ser decomposta em uma parte de longo alcance, devido aos campos de tensões elásticas, e outra parte de curto alcance, devido a variações locais na estrutura eletrônica e no espectro de fonons no núcleo do defeito.

Nas teorias, são considerados em geral tres mecanismos de interação: (a) Efeito  $\Delta V$ , devido ao fato de que o volume específico é maior no estado supercondutor ( $\Delta V/V \sim 10^{-7}$ ), daí surgir um campo de tensões em torno dos fluxóides (núcleo normal), capaz de interagir com o campo de tensões dos defeitos vizinhos. (b) Efeito  $\Delta E$ , resultante do fato que as constantes elásticas da rede cristalina são menores quando o material está no estado supercondutor ( $\Delta C/C \sim 10^{-5}$ ). Assim, a linha de fluxo é repelida pelos defeitos da matriz supercondutora (ex.: deslocções) quando tenta cruzá-los, porque há um aumento na densidade da energia elástica armazenada nestes defeitos se vão para o estado normal. (c) Efeito  $\Delta \kappa$ , resultante de flutuações no caminho livre médio dos elétrons, causadas pelos defeitos. A variação local do parâmetro de G-L produz mudancas locais na energia da linha de fluxo, podendo resultar numa interação atrativa ou repulsiva entre as linhas de fluxo e os defeitos.

Defeitos cristalinos tais como vacâncias ou intersticiais, de dimensões bem menores que  $\lambda$  e  $\xi$ , não são centros de pinning efetivos quando distribuídos no material. Para serem efetivos estes defeitos devem ter uma distribuição não homogênea.

De acordo com a geometria da interação os obstáculos podem ser classificados em "pontuais" (ex.: precipitados, buracos, etc.), "lineares" (ex.: deslocamentos, precipitados ou fibras alongados, etc.) e "volumétricos" (ex.: grandes precipitados). Se o volume de um obstáculo é grande comparado com  $\lambda^3$ , pode surgir também pinning superficial.

Os obstáculos mais importantes, onde o campo de tensões no material possui considerável contribuição, são as deslocamentos introduzidas pela deformação plástica. Grupos de deslocamentos emaranhados ("tangles"), em estruturas celulares ("cell walls") ou empilhadas ("pile-ups") são mais importantes que deslocamentos individuais. A orientação relativa com respeito as linhas de fluxo é também de grande importância, visto que resultam maiores forças de pinning quando são paralelas. Portanto, os efeitos da deformação plástica parecem depender da densidade de deslocamentos resultantes e da distribuição detalhada destes defeitos.

Para relacionarmos a força volumétrica,  $P_v$ , com as forças elementares resultantes da interação com defeitos individuais estas últimas têm que ser somadas de alguma maneira adequada. Neste sentido foram e são produzidas várias teorias. De início, se a rede de fluxões for "perfeitamente" rígida, a força total resultante,  $F_p$ , de um arranjo aleatório de centros de pinning, será nula.

Existem dois caminhos distintos sendo utilizados para atacar o problema da soma das forças elementares, um baseado num método estatístico/30//31/ e outro num método dinâmico/32//33/. Nos dois casos aplica-se um critério ("threshold criterion") que estabelece um valor mínimo para o gradiente da força de pinning elementar ( $\frac{dF_p}{dx} > \epsilon$ ), abaixo do qual não há uma contribuição significativa para a força total. Pelo primeiro método, a situação da rede rígida, interagindo com um arranjo aleatório de defeitos, é explicada pelo fato de que a média de todas as forças elementares, dirigidas em direções aleatórias, é nula. Numa rede real, o estado crítico pode ser explicado pelo fato de existirem fluxões alojados mais de um lado que do outro nos obstáculos, de modo que a soma estatística apropriada nos dará uma força resultante no volume.

A seguir fazemos um resumo dos cálculos da teoria estatística, para a obtenção da força volumétrica,  $P_v$ . É considerado um sistema diluído de centros de pinning, onde  $\ell \gg 10 a_0$  ( $\ell$  - distância entre os centros;  $a_0$  - distância entre os fluxões), e é incluído apenas a participação de forças elementares pontuais.

Se uma força pontual,  $p$ , atua na direção "x", a partir da origem, o deslocamento na distância "x" será:

$$\mu(x) = \frac{p}{4\pi\mu x} \quad (1.35)$$

onde  $\mu$  é o módulo de cisalhamento.

A expressão acima diverge na origem, ponto importante para a teoria de pinning. Para definir o deslocamento  $\mu_0$  na origem é necessário assumir que a força de pinning é aplicada numa pequena região e considerar a maneira como a força é distribuída. O resultado envolve uma constante elástica efetiva,  $\mu_e$ , e vem dado por :

$$\mu_0 = \frac{p}{4\pi\mu_e a_0}; a_0 = \theta \left(\frac{\Phi_0}{B}\right)^{1/2}, \theta = \left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right)^{1/2} \quad (1.36)$$

Labusch encontrou em seus cálculos a seguinte expressão para  $\mu_e$  :

$$\mu_e = \frac{1}{\theta\sqrt{\pi}} \left( \frac{1}{(C_{44} C_{11})^{1/2}} + \frac{1}{(C_{44} C_{66})^{1/2}} \right)^{-1} \quad (1.37)$$

A probabilidade de encontrar um fluxóide sujeito a uma força entre  $p$  e  $p+dp$ , para um centro de pinning, é igual a probabilidade de que o fluxóide passe pelo pequeno elemento de área aleatório, perpendicular a linha de fluxo :

$$\delta S = 2d\mu_0 \left( \frac{dp}{p_m} \right) \quad (1.38)$$

onde  $2d$  é a distância de atuação de um centro de pinning e  $p_m$  é o valor máximo da força ( $p$  varia de 0 a  $p_m$ ). Esta probabilidade é dada pelo produto de  $\delta S$  e a densidade de fluxóides (por unidade de área) :

$$P_{\text{prob}} = (\delta S)(n') = (2d\mu_0) \left( \frac{dp}{p_m} \right) \left( \frac{B}{\Phi_0} \right) \quad (1.39)$$

Considerando uma densidade  $N_V$  de centros de pinning, a força volumétrica total será :

$$P_V = N_V (2d\mu_0) \left( \frac{B}{\Phi_0} \right) \frac{1}{p_m} \int_0^{p_m} p dp \quad (1.40)$$

$$P_V = N_V (2d\mu_0) \left( \frac{1}{2} p_m \right) \left( \frac{B}{\Phi_0} \right) \quad (1.41)$$

Substituindo  $\mu_0$  para a situação de força máxima :

$$P_V = \frac{2d N_V p_m^2}{8\pi\mu_e \theta} \left( \frac{B}{\Phi_0} \right)^{3/2} \quad (1.42)$$

ou seja:

$$P_V = \frac{N p_m^2}{8\sqrt{\pi} C^{ef}} \left( \frac{B}{\Phi_0} \right)^{3/2} \quad (1.43)$$

com

$$C^{ef} = \left( \frac{1}{(C_{44} C_{11})^{1/2}} + \frac{1}{(C_{44} C_{66})^{1/2}} \right)^{-1}$$

e  $N = 2d N_V$  significa o número de centros de pinning por unidade de área do material .

O método dinâmico considera a energia dissipada quando cada linha de fluxo é liberada de seu ponto de aprisionamento e iguala ao trabalho realizado pela força volumétrica  $P_v$ , ou seja:

$$P_v a_0 = F_s(p_m) N_p \quad (1.44)$$

onde  $P_v a_0$  dá a dissipação total por unidade de volume, quando a rede de fluxóides move exatamente uma constante de rede ( $a_0$ ).  $F_s(p_m)$  é a energia armazenada em cada centro de pinning, sendo uma função da força elementar máxima,  $p_m$ , presente no momento limiar de transposição da barreira.  $N_p$  representa o número de centros de pinning que dissiparam a energia  $F_s(p_m)$  durante a translação da rede.

$$F_s(p_m) = \int_0^{p_m} p du_0 = \frac{1}{4\pi\mu_e\theta} \left(\frac{B}{\Phi_0}\right)^{1/2} \int_0^{p_m} p dp \quad (1.45)$$

$$\therefore F_s(p_m) = \frac{p_m^2}{8\pi\mu_e\theta} \left(\frac{B}{\Phi_0}\right)^{1/2}$$

como

$$N_p = N_v (2da_0)(n')$$

$$N_p = N_v \left(\frac{2d}{a_0}\right) \theta^2 = \frac{N}{a_0} \theta^2 \quad (1.46)$$

Da Eq. 1.44 :

$$P_v = \frac{p_m^2}{8\pi\mu_e\theta} \left(\frac{B}{\Phi_0}\right)^{1/2} \frac{N\theta^2}{a_0^2} \quad (1.47)$$

$$\therefore P_v = \frac{N p_m^2}{8\pi\mu_e\theta} \left(\frac{B}{\Phi_0}\right)^{3/2} \quad (1.48)$$

A equação 1.48 mostra o mesmo resultado já encontrado anteriormente na Eq. 1.42. Em geral os dois métodos descritos concordam bem, a não ser em algumas circunstâncias especiais/21/.

Uma "força elementar média" ( $P_L$ ) pode ser definida, considerando que  $P_L = \sqrt{N} p_m$ . Na verdade  $P_L$  significa o valor médio da força de pinning elementar máxima, por unidade de comprimento da linha de fluxo.

### 1.2.7 - Correntes de Transporte .

Até agora estivemos falando apenas em correntes macroscópicas induzidas no material e associadas ao gradiente crítico de campo, quando a amostra está submetida a um campo externo. Queremos salientar todavia a grande capacidade dos supercondutores tipo II, na condução

de corrente elétrica, também quando aplicada por uma fonte externa.

A corrente de transporte pode ser aplicada no material juntamente com um campo externo perpendicular ou paralelo, ou ainda, na ausência deste. A análise detalhada de cada um destes casos é de grande interesse prático, em vista das variadas aplicações tecnológicas (construção de magnetos, instrumentos eletrônicos, etc.) .

No caso em que não temos campo externo aplicado, mas apenas a corrente de transporte e seu campo magnético associado, ocorre o que descreveremos a seguir. Uma corrente superficial circula sem nenhuma dissipação, até que o campo por ela produzido atinja o valor  $H_{c1}$  na superfície (consideremos um fator de desmagnetização,  $D$ , nulo) . A partir daí os fluxóides são nucleados e começam a movimentar para o interior, produzindo dissipação de energia (resistência a corrente elétrica) . Contudo, se o material contém defeitos capazes de aprisionar os fluxóides, serão estabelecidos gradientes internos de campo, assegurando o transporte de corrente sem dissipação, até um valor crítico  $J_c$  . Isto corresponde praticamente à mesma situação atingida no estado crítico, já discutido pouco atrás para o caso de correntes induzidas. Os centros de pinning são portanto ingredientes fundamentais para a definição da corrente crítica máxima.

Quando a corrente aplicada é aumentada acima do valor crítico os fluxóides entram num regime de movimento viscoso/34/ produzindo dissipação de potência e uma resistência elétrica associada a este processo.

No momento em que o campo magnético atinge o campo crítico  $H_{c2}$  é restituído o comportamento normal, onde os transportadores de corrente são somente elétrons normais. Entretanto, instabilidades térmicas ("flux jumps") sempre trazem mais cedo o estado normal .

### 1.3 - Métodos de Medida .

Em nosso trabalho experimental fizemos medidas de curvas de magnetização (  $4\pi M \times H$  ) e curvas de susceptibilidade diferencial (  $\chi \times H$  ), cujos métodos descrevemos a seguir. Os diagramas e esquemas ilustrativos dos aparelhos são mostrados no Cap. 2 . Chamamos a atenção para o fato de que todas as grandezas determinadas através da voltagem induzida na bobina de prova são valores médios, devido a resposta global da amostra em toda a extensão envolvida pela bobina. Entretanto omitiremos as barras, quase sempre, em todas estas grandezas (  $\bar{B}$ ,  $4\pi\bar{M}$  ), para simplificar a notação .

Nos cálculos que sequeem, estaremos sempre nos referindo a uma amostra comprida, de forma cilíndrica, com pequeno fator de desmagnetização, e cuja distância radial, a partir da superfície, é simbolizada pela variável "x" .

### 1.3.1 - Curvas de Magnetização .

Utilizamos o método exposto por Fietz/1/, que consiste em obter o registro contínuo da magnetização, usando integração eletrônica, estando a amostra submetida a uma variação lenta do campo externo .

A amostra é colocada no interior de uma bobina de prova, devidamente compensada por outra bobina semelhante (Fig. 2.2) . Todo o conjunto é centrado verticalmente numa região de campo bem uniforme do magneto, que por sua vez é controlado por um gerador de varredura, a fim de fornecer uma variação linear do campo externo. As bobinas são montadas sob um mesmo eixo, invertidas, e um pouco separadas, de modo que a voltagem induzida, resultante da variação do campo externo, seja nula nos terminais extremos das bobinas ligadas em série. Quando a amostra passa para o estado supercondutor, desejamos que sua influência no campo magnético não atinja a bobina de compensação (sensib.) , daí o cuidado de manter certa distância entre as bobinas.

Chamando de  $u_A$  e  $u_B$  as voltagens induzidas, respectivamente na bobina de prova e na de compensação, obteremos:

$$\mu = \mu_A - \mu_B = \eta_A \frac{dB_s}{dt} - \eta_B \frac{dH_a}{dt} \quad (1.49)$$

onde  $\mu$  será a voltagem resultante,  $\eta_A$  é um produto envolvendo o número de espiras e a área transversal da bobina,  $B_s$  é o campo magnético médio "percebido" pela bobina em torno da amostra, e  $H_a$  o campo aplicado. Como  $B_s = H' + 4\pi M$  e  $H' = H_a - D(4\pi M)$ , sendo  $D$  o fator de desmagnetização, teremos:

$$\mu = \eta_A(1-D) \frac{d(4\pi M)}{dt} \quad (1.50)$$

Se usarmos um integrador eletrônico de constante de tempo  $\tau$  sua voltagem de saída estará relacionada a de entrada pela relação seguinte:

$$V_{saída} = \frac{1}{\tau} \int_{t_0}^t \mu(t) dt + V_0(t_0) \quad (1.51)$$

Daí então :

$$V = \frac{\eta_A(1-D)}{\tau} (4\pi M) \quad (1.52)$$

Nestes cálculos simplificados procuramos apenas mostrar a proporcionalidade entre a voltagem registrada e a magnetização média da amostra. Na verdade, nunca construímos bobinas perfeitamente idênticas, de modo que a sensibilidade ( $\eta_A$ ) seja a mesma. Este fato é corrigido através de um circuito externo de compensação (Fig. 2.6), o qual calibramos adequadamente, antes de iniciar as medidas .

A precisão garantida para este método de integração eletrônica situa-se em torno de 5% /1/. Comparando com outros métodos existentes, este possui a vantagem de ser bem rápido, consumindo em cada

curva somente o tempo necessário para variar o campo externo ( $\sim 5$ min). Isto minimiza a influência de "flutuações" ("drift") no campo aplicado. Outro fato a destacar é que o registro contínuo da curva de magnetização possibilita a observação de detalhes, tais como pequenos saltos, associados aos chamados "flux jumps".

### 1.3.2 - Curvas de susceptibilidade diferencial.

O método que segue foi desenvolvido por Zerweck/2/, com a finalidade de medir o gradiente de campo crítico no volume ( $\chi_c = \frac{\chi H_c}{H_c}$ ), e a descontinuidade sofrida pelo campo ( $\Delta_o B = \frac{2B}{\Delta H} \Delta_o H$ ) na superfície do material.

A montagem da amostra, bobina de prova, bobina de compensação e magneto é a mesma já descrita na seção anterior. A amostra deve fornecer curvas de magnetização irreversíveis, pois o método que segue baseia-se na existência da histerese magnética.

As medidas são realizadas estabelecendo-se inicialmente um certo campo externo,  $H_o$ , entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ . Produzimos em seguida uma pequena variação  $\Delta H$  no campo inicial, decrescente se inicialmente estamos no ramo crescente da curva de magnetização, e crescente se estamos no ramo decrescente (ver Figuras 4.18 e 4.19). Esta pequena variação em torno de  $H_o$  faz com que seja percorrido meio ciclo do laço de histerese entre os dois ramos da curva de magnetização irreversível. A voltagem total induzida nas bobinas será proporcional à derivada temporal da variação na magnetização. Daí então:

$$\frac{d(\Delta H \pi M)}{dt} = \frac{d(\Delta H \pi M)}{d\Delta H} \frac{d\Delta H}{dt} \quad (1.53)$$

$$\therefore \mu = \beta \chi, \quad \chi = -\frac{d(\Delta H \pi M)}{d\Delta H}$$

Chamamos  $\chi$ , de susceptibilidade diferencial, para o pequeno lupo de histerese.  $\beta$  é uma constante que envolve fatores geométricos da bobina e características dos aparelhos eletrônicos.  $\frac{d\Delta H}{dt}$  é a velocidade constante de variação do campo externo, controlada pelo gerador de varredura. Esta constante pode ser positiva ou negativa, dependendo do sentido de variação do campo.

Assim:

$$\frac{\mu}{|\beta|} = \pm \chi, \quad \begin{array}{l} +, \text{ se } H \text{ é crescente} \\ -, \text{ se } H \text{ é decrescente} \end{array} \quad (1.54)$$

As curvas  $\mu \times \Delta H$  obtidas diretamente no registrador X-Y têm em geral a forma vista na Fig. 1.2 (traco grosso). Zerweck/2/ considerou as duas retas aproximadas (traços finos), definindo o valor  $\Delta_o H$  na abcissa do ponto de mudança de inclinação, e mostrou que a inclinação da primeira reta ( $m, \approx 0$ ) está associada ao forte gradiente na su-

perfi cie ( $\alpha_0 > 5 \times 10^3 \text{ G/cm}$ ) :

$$m_0 = \frac{C}{2\alpha_0 S} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \quad (1.55)$$

onde  $S$  e  $C$  s o respectivamente a  rea e o per metro da sec o transversal da amostra. Da mesma forma mostrou que a inclina o da segunda reta ( $m_1$ ) est  associada ao gradiente no volume ( $\alpha_1$ ) :

$$m_1 = \frac{C}{2\alpha_1 S} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \quad (1.56)$$

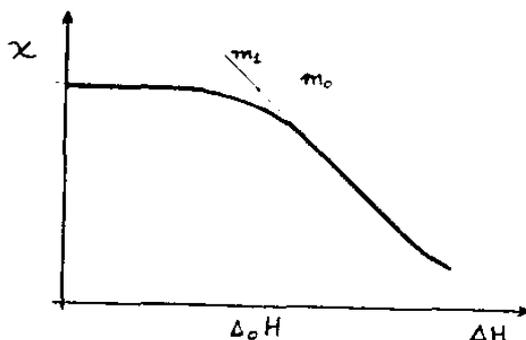


Fig. 1.2

Em nosso trabalho o m todo de Zerweck/2/ foi estendido para uma aplica o mais geral. Fizemos a correspond ncia entre as curvas obtidas e o "perfil de campo", para pequenas profundidades da amostra ( $< 700 \mu\text{m}$ ). De fato, as curvas  $x \Delta H$  nada mais s o que gr ficos invertidos da distribui o do campo ( $B(x) \times x$ ), de acordo com o modelo te rico que apresentamos a seguir.

Quando o campo externo   elevado at  o valor  $H_0$  ( $H_{c1} < H_0 < H_{c2}$ ) estabelece-se uma certa distribui o de campo no interior da amostra (Fig. 1.3), a qual passaremos a chamar de perfil de campo. Ap s o pequeno decr scimo  $\Delta H$  ( $\Delta H < H_0$ ) ocorre a sa da de linhas de fluxo, estabelecendo-se um novo perfil invertido, at  o ponto  $x_0$ . Este ponto  $x_0$  corresponde   profundidade at  onde a distribui o dos flux ides est  sendo afetada, devido a varia o do campo externo, portanto   uma fun o de  $\Delta H$ .

O modelo de Zerweck se ap ia na suposi o de que os perfis s o sim tricos:

$$\frac{\partial B}{\partial x} = \begin{cases} -\alpha(x), & \text{depois de elevar } H_a \text{ at  } H_a = H_0 \\ +\alpha(x), & \text{depois do pequeno decr scimo } \Delta H \end{cases} \quad (1.57)$$

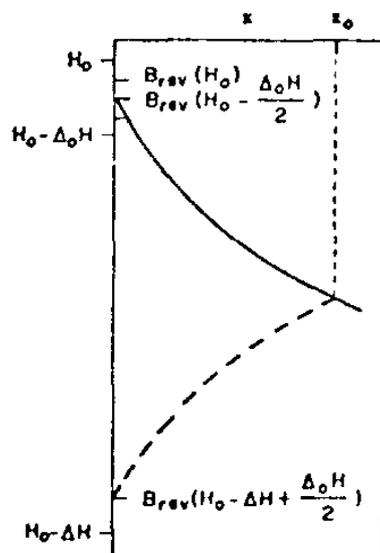


Fig. 1.3

A condição de contorno para o campo na superfície,  $B(0)$ , é tal que:

$$B_{rev}(H_a - \frac{\Delta_0 H}{2}) \leq B(0) \leq B_{rev}(H_a + \frac{\Delta_0 H}{2}) \quad (1.58)$$

A igualdade da esquerda vale para o caso de um aumento monotônico do campo aplicado, e a igualdade da direita para um decréscimo monotônico. Portanto, depois de um aumento monotônico do campo aplicado até o valor  $H_0$ :

$$B_{H_0}(x) = B_{rev}(H_0 - \frac{\Delta_0 H}{2}) - \int_0^x \alpha(x') dx' \quad (1.59)$$

Pela Eq. 1.58 percebemos que a distribuição  $B_{H_0}(x)$  fica inalterada se diminuimos o campo externo até  $H_a = H_0 - \Delta_0 H$ . Esta "blindagem" da superfície à pequena variação  $\Delta_0 H$  do campo externo, já foi tratada na seção 1.2.

Diminuindo o campo externo, até o valor  $H_0 - \Delta H$  (Fig. 1.3) obteremos a seguinte distribuição:

$$B_{H_0 - \Delta H}(x) = \begin{cases} B_{rev}(H_0 - \Delta H + \frac{\Delta_0 H}{2}) + \int_0^x \alpha(x') dx' , & x \leq x_0 \\ B_{rev}(H_0 - \frac{\Delta_0 H}{2}) - \int_0^x \alpha(x') dx' , & x \geq x_0 \end{cases} \quad (1.60)$$

O ponto  $x_0$  pode ser determinado pela igualdade das duas soluções acima:

$$\int_0^{x_0} \alpha(x') dx' = \frac{1}{2} [B_{rev}(H_0 - \frac{\Delta_0 H}{2}) - B_{rev}(H_0 - \Delta H + \frac{\Delta_0 H}{2})] \quad (1.61)$$

$$\therefore \int_0^{x_0} \alpha(x') dx' = \frac{1}{2} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H)$$

Fizemos uma expansão em série até 1ª. ordem considerando que  $\Delta H \ll H_0$ .

A diminuição do campo, pontualmente, vem dada por:

$$\Delta B(x) = B_{H_0}(x) - B_{H_0 - \Delta H}(x) = \begin{cases} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H) - \int_0^x \alpha(x') dx' , & x < x_0 \\ 0 , & x > x_0 \end{cases} \quad (1.62)$$

O valor médio (medido pela bobina) será:

$$\overline{\Delta B} = \frac{1}{S} \int_S \Delta B(x) ds \quad (1.63)$$

onde  $S$  é a área da seção transversal da amostra.

Assumindo que:

$$x_0^{max} \ll R \quad (1.64)$$

onde  $x_0^{max}$  representa a profundidade  $x_0$  máxima, e  $R$  o raio do cristal, poderemos escrever com boa aproximação:

$$\overline{\Delta B} = \frac{1}{S} \int_0^{x_0} \Delta B(x) C dx \quad (1.65)$$

onde  $C$  é o perímetro da amostra.

Daí então :

$$\Delta \bar{B} = \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H) \frac{C}{S} x_0 - \frac{2C}{S} \int_0^{x_0} \alpha(x') dx' \quad (1.66)$$

Lembrando a Eq. 1.50 , teremos :

$$\mu \propto \frac{d}{dt} (B - H) = \frac{dB}{dt} - \frac{dH}{dt} = - \frac{d\Delta \bar{B}}{dt} + \frac{d\Delta H}{dt}$$

$$\therefore \mu = \beta \left[ 1 - \frac{d\Delta \bar{B}}{d\Delta H} \right], \text{ ou } \chi = 1 - \frac{d\Delta \bar{B}}{d\Delta H} \quad (1.67)$$

Da Eq. 1.66 vem :

$$\frac{d\Delta \bar{B}}{d\Delta H} = \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S} x_0 + \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H) \frac{C}{S} \frac{dx_0}{d\Delta H} - \frac{2C}{S} \int_0^{x_0} \alpha(x') dx' \frac{dx_0}{d\Delta H}, \quad (1.68)$$

Substituindo a integral acima pelo resultado da Equação 1.61 :

$$\frac{d\Delta \bar{B}}{d\Delta H} = \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S} x_0 \quad (1.69)$$

Então, a voltagem fica :

$$\mu = \beta \left[ 1 - \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S} x_0 \right] \quad (1.70)$$

A expressão acima nos dá uma relação direta entre a profundidade de penetração do perfil de campo e a voltagem que é registrada nas medidas :

$$x_0 = \frac{(1 - \mu/\beta)}{\frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S}}, \text{ ou } x_0 = \frac{(1 - \chi)}{\frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S}} \quad (1.71)$$

No início das curvas:  $x_0 = 0 \Rightarrow \chi = 1$  (Calibração da escala).

O campo médio no ponto  $x_0$  pode ser calculado usando as equações 1.60 e 1.61 :

$$\int_0^{x_0} \alpha(x') dx' = B_{rev}(H_0 - \frac{\Delta_0 H}{2}) - B(x_0) = \frac{1}{2} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H)$$

Daí :

$$B(x_0) - B_{rev}(H_0) = - \frac{1}{2} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \Delta H \quad (1.72)$$

onde foi considerado que  $\left. \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right|_{H_0} = \left. \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right|_{H_0 - \frac{\Delta_0 H}{2}}$

Podemos provar que, de fato, a inclinação em qualquer ponto da curva medida ( $\mu \times \Delta H$ ) tem uma relação bem definida com o gradiente de campo no interior da amostra. Usando a expressão 1.70 :

$$\frac{d\mu}{d\Delta H} = -\beta \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \frac{C}{S} \frac{dx_0}{d\Delta H} \quad (1.73)$$

Da Eq. 1.72 :

$$\frac{\partial B(x_0)}{\partial x_0} \frac{dx_0}{d\Delta H} = - \frac{1}{2} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H}$$

Portanto :

$$\frac{d\mu}{d\Delta H} = - \frac{\beta}{2\alpha(x_0)} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \frac{C}{S} \quad (1.74)$$

onde  $\frac{\partial B(x_0)}{\partial x_0} = -\alpha(x_0)$

Constatamos então que as expressões 1.55 e 1.56 são apenas casos particulares do resultado acima.

O método que acabamos de descrever é muito útil devido a rapidez e a simplicidade com que são efetuadas as medidas. Sua principal fonte de erro são os ruídos eletrônicos (indução de R.F. , ruídos pela rede de alimentação, etc. ) . Como o fator de amplificação para o sinal coletado na bobina de prova é muito grande (  $\sim 10^6$  ), as vezes os ruídos adquirem alto nível. Em nossas medidas sempre rejeitamos estas curvas, retirando outras, em outro momento, até obtermos um mínimo de ruído .

A profundidade  $x_c \approx 5\mu m$  é a menor que pode ser discriminada, utilizando as curvas medidas e a Eq. 1.71 .

Existem outras possibilidades de realizar medidas com o método descrito, por exemplo, fazendo-se variações cíclicas de  $\Delta H$ , de modo que o lupo completo de histerese seja percorrido. Neste caso, dois perfis invertidos e aproximadamente simétricos são obtidos. Teste de simetria dos perfis são descritos na exposição dos resultados, feita no Cap. 4 .

\* \* \*

## CAPÍTULO 2

### MONTAGEM EXPERIMENTAL E AMOSTRAS

. . .

#### 2.1 - Montagem experimental .

Descreveremos a seguir todo o sistema utilizado nas medidas de curvas de magnetização e susceptibilidade diferencial. Para conveniência da descrição dividimos nas seguintes partes mais importantes: Criogenia e Vácuo, Suporte de Amostra, Magneto, e Eletrônica. Todo o equipamento, com exceção das bombas de vácuo e alguns aparelhos da Eletrônica, foram construídos no Laboratório de Baixas Temperaturas-UNICAMP .

##### 2.1.1 - Criogenia e Vácuo .

Vemos na Fig. 2.1 um esquema completo de toda a parte de Criogenia e Vácuo com a qual trabalhamos.

O vácuo final medido foi sempre melhor que  $10^{-6}$  torr. Uma transferência de 6 litros de  $He^4$  em geral possibilitava um período de trabalho de 10 horas.

O criostato possui um variador de temperatura, que possibilita a obtenção de temperaturas entre 1.5 - 20.0 K . Ele consiste de uma serpentina, para a circulação de  $He^4$  até a câmara de amostra (baixar a temperatura), conjugada com um resistor de fio de Manganin, alimentado por uma fonte de corrente externa (elevar a temperatura). Para temperaturas abaixo de 4.2 K usamos uma bomba externa, para baixar a pressão de vapor do  $He^4$  .

Em geral transferimos para a câmara de amostra, abrindo a válvula agulha, uma quantidade de  $He^4$  que permitia medidas com boa estabilidade na temperatura ( $\pm 0.02$  K), por aproximadamente 1 hora .

##### 2.1.2 - Suporte de Amostra .

Na Fig. 2.2 destacamos o suporte de amostra usado em todas as medidas. Consta de duas bobinas montadas sob um mesmo eixo e distanciadas de aproximadamente 20 mm . A bobina de prova (inferior) tem um furo axial com 3.6 mm de diâmetro, permitindo introduzir a amostra que se apóia em dois discos de PVC, convenientemente dispostos. A bobina de compensação (superior) foi construída de modo a ter a máxima semelhança com a outra, entretanto sem furo central. Cada bobina possui 4900 espiras de fio de cobre, AWG - 40, enrolados em carretéis de PVC, tendo cada um o comprimento externo de 30 mm.

FIOS DE LIGAÇÃO

SUPOORTE DE AMOSTRA

"O" RING

ESCOTILHA ("LOCK")

(VÁCUO DE LIMPEZA, BOMBEAMENTO)

MEDIDA DE NIVEL

TRANSFERÊNCIA

(VÁCUO DE LIMPEZA)

P/ AQUECEDOR

He

1

VÁCUO SELADO

VÁCUO

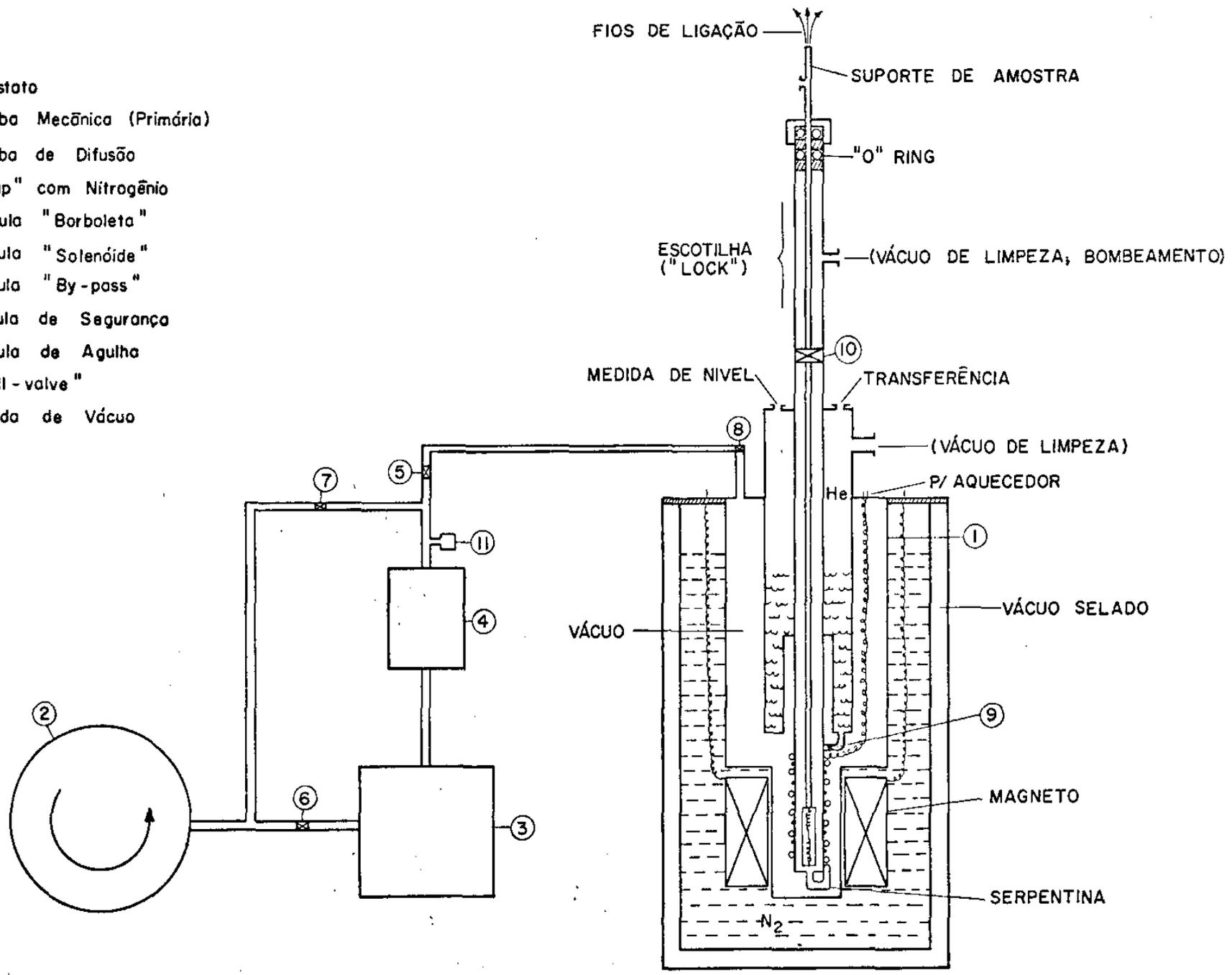
9

MAGNETO

SERPENTINA

N<sub>2</sub>

- 1 - Criostato
- 2 - Bomba Mecânica (Primária)
- 3 - Bomba de Difusão
- 4 - "Trap" com Nitrogênio
- 5 - Válvula "Borboleta"
- 6 - Válvula "Solenóide"
- 7 - Válvula "By-pass"
- 8 - Válvula de Segurança
- 9 - Válvula de Agulha
- 10 - "Ball - valve"
- 11 - Medida de Vácuo



As bobinas são ligadas em série e invertidas, de modo que a voltagem resultante nos extremos seja nula, para o caso de haver uma variação do campo externo, em toda a região uniforme que envolve as duas bobinas (sem a amostra ou com a mesma no estado normal).

Um resistor de carvão (Allen e Bradley,  $50\Omega$  a temperatura ambiente,  $1/8$  W), calibrado entre  $1.5$  K e  $10.0$  K, foi utilizado como termômetro, durante todo o trabalho. Os fios de ligação do resistor foram colados em um disco de PVC de modo que o resistor ficou suspenso bem na vizinhança ( $\sim 2$  mm) de uma das pontas da amostra. A medida da resistência foi realizada através de quatro fios, soldados dois a dois em cada terminal do resistor; um par para a voltagem e outro para a corrente. Este método de 4 pontas tem a vantagem de excluir a participação indesejável da resistência dos fios de ligação.

A mudança de amostra e qualquer outro ajuste no suporte é rapidamente executado, devido as porcas rosqueadas e de fácil manejo.

### 2.1.3 - Magneto .

A bobina que fornece o campo externo aplicado na amostra ( $H_a$ ) foi construída utilizando fio de cobre (seção retangular:  $1.2 \times 5.5$  mm) apresentando uma resistência ôhmica total de  $5.0\Omega$  a temperatura ambiente. Após ser colocada no local de operação, em banho de Nitrogenio líquido, sua resistência passa a ter o valor de  $0.6\Omega$ .

No projeto desta bobina foram impostas as condições de máximo na homogeneidade e no valor do campo em seu interior, para definir sua geometria e dimensões. Seu diâmetro interno é de  $40$  mm, o externo de  $200$  mm numa região central com o comprimento de  $100$  mm (Fig. 2.3), e  $280$  mm na região de compensação das duas extremidades, com  $100$  mm cada. O comprimento total do magneto resulta em  $320$  mm (medida externa).

Os resultados obtidos no teste com magnetômetro, apresentaram uma região com extensão de  $120$  mm de campo uniforme e um fator  $127$  G/A de eficiência. Esta região de campo uniforme foi bem satisfatória, ten

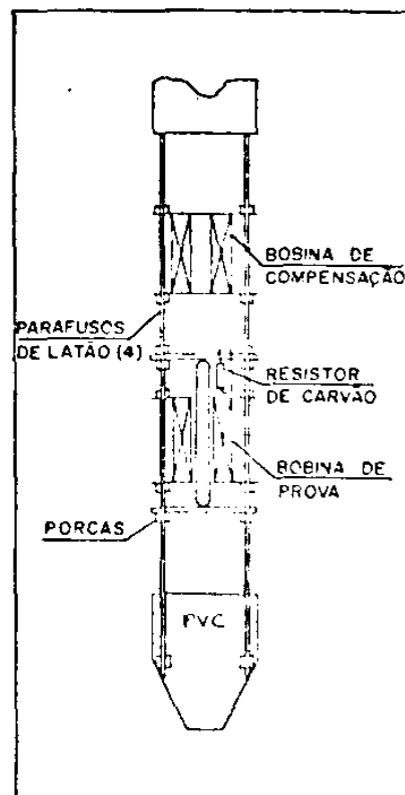


Fig. 2.2

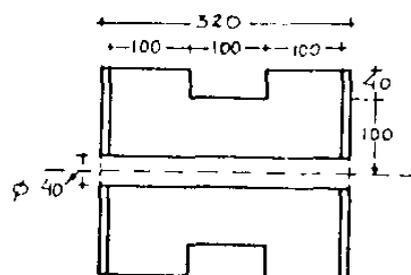


Fig. 2.3

do em vista que a extensão ocupada pelas bobinas e amostra não excede a 100 mm. Podemos obter campos magnéticos até 5 kG pois temos disponível uma fonte de corrente com capacidade para 50 A, apesar de que o campo máximo é também limitado pela dissipação de potência, que já começa a ser crítica para 5 kG ( $\sim 1$  kW) .

#### 2.1.4 - Eletrônica .

Os aparelhos que compõem a parte eletrônica do sistema serão citados a seguir e referenciados pelas Figuras 2.4 e 2.5, onde aparecem, em esquema de blocos, na disposição correta para a realização das medidas.

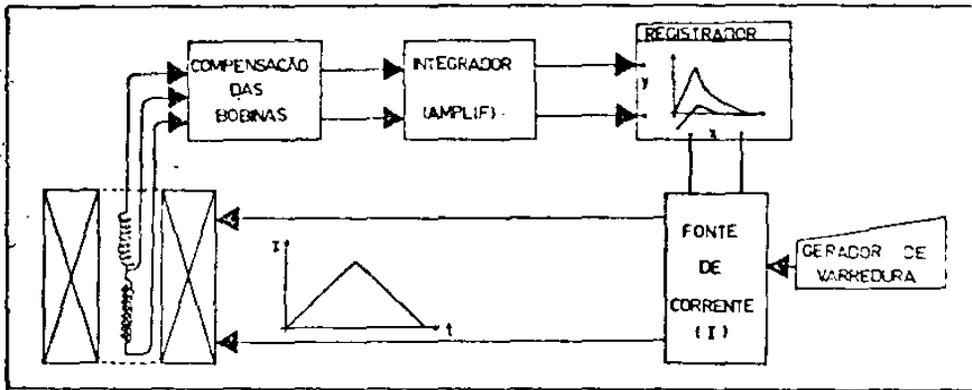


Fig. 2.4  
Medida de curvas  
de Magnetização

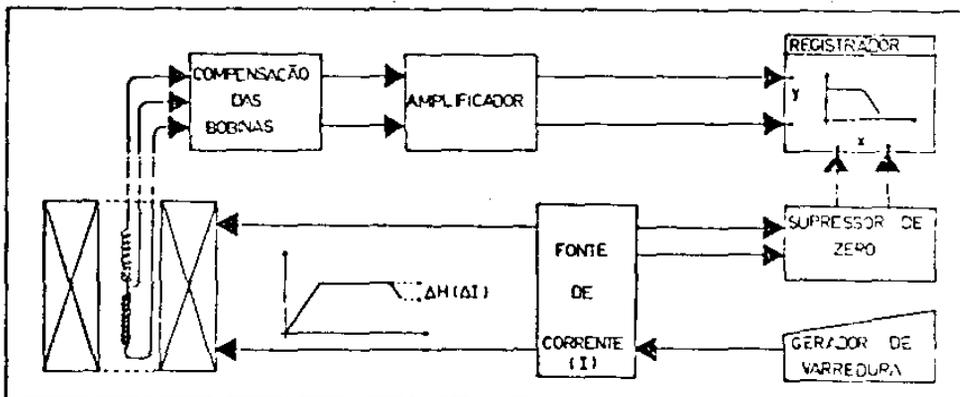


Fig. 2.5  
Medidas de curvas  
de Susceptibilidade  
diferencial

- Amplificador DC (140 Precision Nanovolt DC Amplifier; Marca: Keithley )
- Integrador
- Compensador - Compensar diferenças nas bobinas do suporte de amostra (Fig. 2.6)

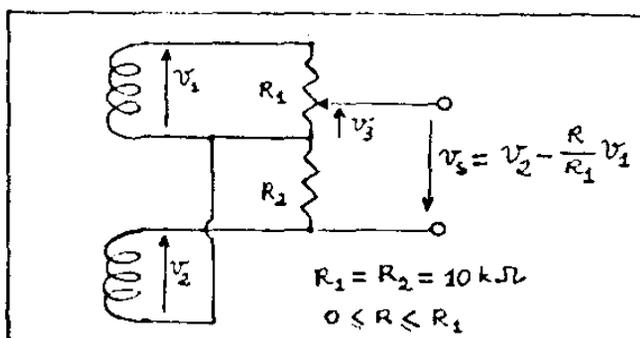


Fig. 2.6

- d) Supressor de zero - Usado para redefinir o zero da corrente circulante no magneto, quando é estabelecido o campo  $H_0$ , nas medidas de susceptibilidade diferencial
- e) Registrador X-Y (Marca: Philips - PM 8120)
- f) Gerador de varredura - Usado para produzir variações constantes na corrente (campo) do magneto
- g) Fonte de Corrente - 50 A (Marca: Tectrol)
- h) Fonte de Corrente - 250 mA - Para o resistor de Manganin, responsável pelo aquecimento do variador de temperatura do criostato.
- i) Fonte digital - Medida de resistência (termômetro) (Marca: General Radio - 1683)

Todos os aparelhos que não tiveram a referência explícita de Marca, foram construídos no Laboratório de Baixas Temperaturas - UNICAMP .

## 2.2 - Amostras .

Usamos monocristal de Nióbio como material de estudo. Esta escolha pode ser justificada por vários motivos, dentre os quais destacamos os que seguem. O Nb é um supercondutor tipo II/1 (baixo  $\kappa$ ), de temperatura crítica relativamente alta (9.2 K), o que é conveniente para as experiências. Nosso laboratório dedica grande interesse ao desenvolvimento dos conhecimentos e aplicações tecnológicas do Nb/35/, metal de transição que tem no Brasil 96% de suas reservas mundiais. Ademais, a literatura científica já possui um bom volume de valiosas informações sobre as propriedades gerais e supercondutoras do Nióbio.

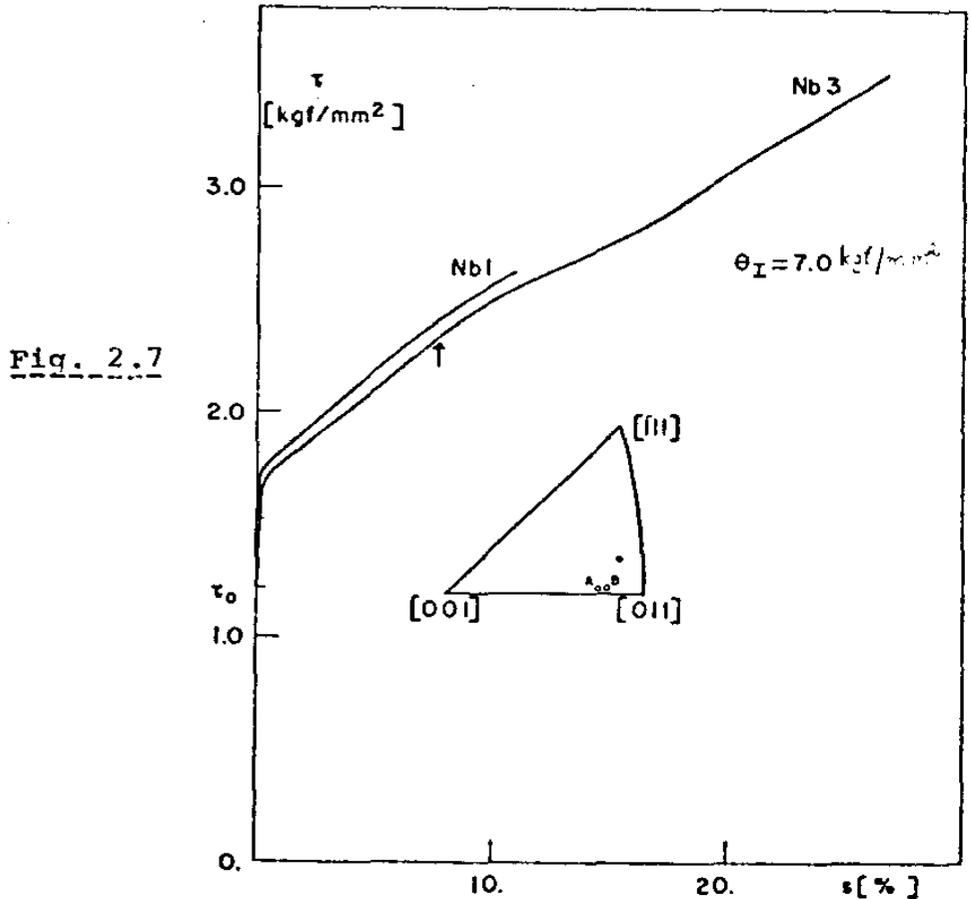
Recebemos inicialmente um monocristal de forma cilíndrica, com 160 mm de comprimento e 3.4 mm de diâmetro. O material policristalino foi produzido pela "Materials Research" e em seguida feito a fusão por zona (Electron-Beam, vácuo  $10^{-6}$  torr) na "Rice University (Texas)", para a obtenção do monocristal. No final foi-nos assegurado uma pureza 99.9% com um fator  $RRR = R_{300K}/R_{4.2K}$ , tal que  $2000 < RRR < 2500$ .

Cortamos tres amostras (Nb1, Nb2 e Nb3) de 50 mm cada, cujas pontas foram em seguida abauladas usando-se uma lima bem fina e polimento com pó de Carborundum de fina granulação. As pontas abauladas permitem uma menor retenção de linhas de fluxo no interior do material/36/ contribuindo portanto para uma maior reversibilidade nas curvas de magnetização.

Usamos neste trabalho apenas os resultados obtidos com as amostras Nb1 e Nb3, nas quais fizemos polimento químico superficial (Solução: 1 parte de  $H_3PO_4$  (85%) + 1 parte de HF (35%) + 1 parte de  $HNO_3$  (65%); tem-

po: 7 min., amostra em agitação) e tratamento térmico para expulsão de gases do interior/37/ (Forno de indução-R.F. com  $T = 1950 \pm 50^\circ\text{C}$ ; vácuo  $\sim 10^{-8}$  torr; tempo: 8 horas). Na amostra Nb1 repetimos o mesmo tratamento térmico (8 h) após 3 semanas, o que possibilitou a obtenção de curvas de magnetização bem reversíveis (ver Cap. 3). Após os tratamentos que acabamos de descrever passamos a denominar as amostras de Nb1T e Nb3T.

A seguir, fizemos uma deformação plástica de 5% na amostra Nb1T e 12% na amostra Nb3T, obtendo os correspondentes gráficos de Carga (kg) X Elongação (mm) (Máquina Instron, Model 1127). Depois da deformação as amostras passaram a ter uma secção transversal levemente elíptica, devido ao cisalhamento ocorrido nos planos que formam aproximadamente  $45^\circ$  com o eixo do cristal. O sistema de deslizamento foi identificado, com o uso de raios X (Laue), como sendo constituído de planos tipo (211).



Vemos na Fig. 2.7 a curva de tensão ( $\text{kgf/mm}^2$ ) X deformação (%) para os planos de deslizamento do tipo (211), calculada através das equações gerais para redes bcc, publicadas por Bowen e Christian/38/. Chamamos a atenção para o fato de que este gráfico corresponde apenas a parte do comportamento plástico. A pequena seta vertical indica o ponto até onde houve deslizamento simples e a partir do qual são ativa-

dos os planos simétricos, havendo então um deslizamento duplo. De fato, observando pelo microscópio ótico (ver fotografia, Fig. 2.8), detectamos dois conjuntos simétricos de linhas de deslizamento ("slip lines"), fazendo um ângulo de aproximadamente  $45^\circ$  com o eixo da amostra.

Pela inclinação da curva ( $\theta_r \approx 7.0 \frac{\text{kgf}}{\text{mm}^2}$ ) podemos concluir/39/ que atingimos apenas o chamado "estágio I" de endurecimento ("work-hardening") do material.

De acordo com Bowen e outros/39/, neste estágio aparecem principalmente deslocamentos de cunha e multipolos, arranjados em trançados irregulares ou em barreiras ("walls"). A pequena região de transição bem no início da curva é denominada de "estágio 0".

As pontas das amostras (6 mm de cada extremidade) ficaram "mordidas" após a fixação de garras rosqueadas, que foram fortemente comprimidas em torno de cada extremidade, a fim de evitar o escorregamento da amostra durante o ensaio de tração. Nas medidas das curvas de susceptibilidade diferencial percebemos a influência destas pontas o que nos levou a cortar e abaular novamente aquelas da amostra Nb3T para pesquisar o efeito, que mostrou ser devido a influência da deformação das pontas na história magnética (seção 4.3.7). Nesta situação passamos a denominar as amostras de Nb1TD e Nb3TD.

A orientação cristalográfica (Laue) do eixo das amostras foi determinada antes e depois da deformação. Acha-se também na Fig. 2.7 a projeção estereográfica do triângulo padrão  $[00\bar{1}] - [01\bar{1}] - [\bar{1}1\bar{1}]$ , comumente usado na literatura. O ponto cheio (•) indica a orientação inicial do eixo do cristal, como recebido ( $\sim [01\bar{1}]$ ). Os pequenos círculos (◦) indicam a nova orientação do eixo, após a deformação plástica (A - Nb3TD ; B - Nb1TD).

Neste trabalho não nos interessamos em uma caracterização mais precisa dos processos envolvidos na deformação plástica. Para uma melhor exposição e discussão referimo-nos a literatura/40/.

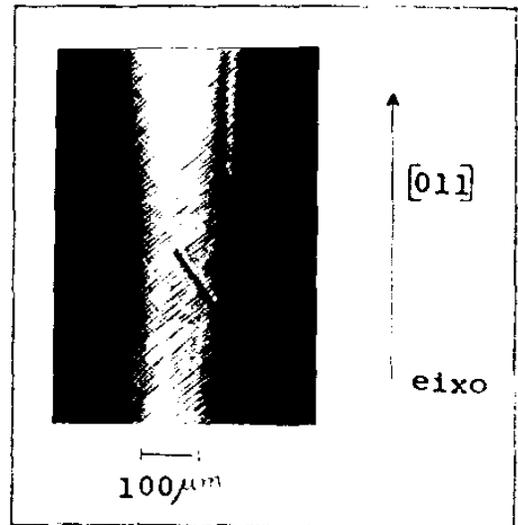


Fig. 2.8

. . .

## CAPÍTULO 3

### RESULTADOS EXPERIMENTAIS E CÁLCULOS

. . .

Algumas dezenas de curvas de magnetização e algumas centenas daquelas de susceptibilidade diferencial, foram retiradas. Os métodos e a montagem experimental já foram descritos nos capítulos anteriores.

#### 3.1 - Curvas de Magnetização .

O nosso maior interesse nas medidas de magnetização consistiu em obter curvas bem reversíveis, requeridas para os cálculos que mencionaremos na seção 3.3 (constantes elásticas, forças de pinning, etc. ) .

Extraímos curvas para todos os estados das amostras e em temperaturas que variaram entre 3 K e 9 K . Os estados Nb1T e Nb3T apresentaram curvas com muito boa reversibilidade entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$  . Apenas a partir de campos bem próximos de  $H_{c1}$ , no sentido decrescente, surgiu irreversibilidade, denunciando a existência de campo retido na amostra. Por isto, ao retirarmos uma nova curva, sempre aquecíamos a amostra acima de  $T_c$  , para garantir a volta ao "estado virgem" inicial, sem fluxo retido. A amostra Nb1T, tratada termicamente duas vezes (8 h + 8 h), mostrou levemente uma maior reversibilidade que a Nb3T entretanto, em geral, podemos dizer que para os dois casos as curvas são praticamente idênticas, quando consideradas na mesma temperatura.

Escolhemos para realizar todo o trabalho de cálculo o conjunto de 8 curvas reversíveis, obtido da amostra Nb1T, em temperaturas distribuídas entre 3 K e 6 K. A fig. 3.1 mostra estas curvas em um gráfico normalizado entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ . A transição no campo crítico  $H_{c1}$ , obviamente não ocorreu definindo os vértices ponteaquados que aparecem neste gráfico, cujo trecho abaixo de  $H_{c1}$  é adicionado apenas para ilustrar o aspecto global das curvas, incluindo a reta diamagnética (  $\frac{\partial(-4\pi M)}{\partial H} = -1$  ). Para algumas temperaturas próximas, as curvas normalizadas foram praticamente iguais. Isto realça a importância dos campos críticos  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$  como parâmetros fundamentais do processo. A dependência explícita com a temperatura pode ser percebida ao considerar-se curvas mais separadas.

Nas Figuras 3.2, 3.3 e 3.4 aparecem exemplos típicos das curvas de magnetização na forma como foram registradas. Nas duas primeiras aparecem, respectivamente, uma das curvas reversíveis ( $T = 4.14$  K) da amostra Nb1T, e uma curva irreversível para a amostra Nb1TD ( $\epsilon = 0.05$ ). As anotações no papel referem-se as escalas do registrador X-Y, velocidade de varredura do campo ( $sw$  10 ~ 40 Oe/s), temperatura (R; T), inclinação no ponto  $H_{c2}$ , etc. Os riscos paralelos (lâpis) que cortam a cur

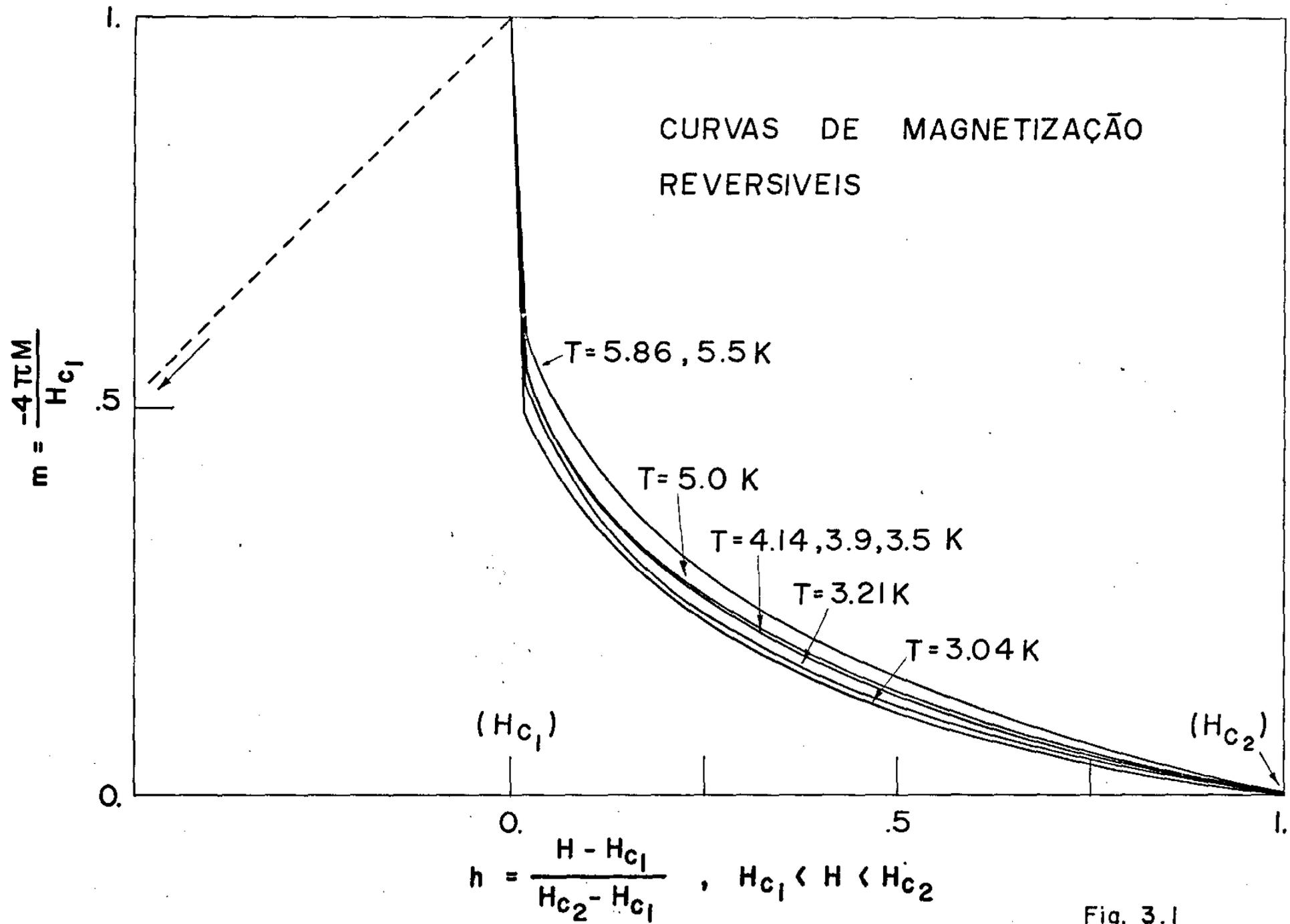


Fig. 3.1



va da Fig. 3.2 em vários pontos ( $\sim 40$ ), entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ , serviram de auxiliares na escolha de pontos aproximadamente equidistantes, cujas coordenadas foram retiradas para utilização nos programas de cálculo.

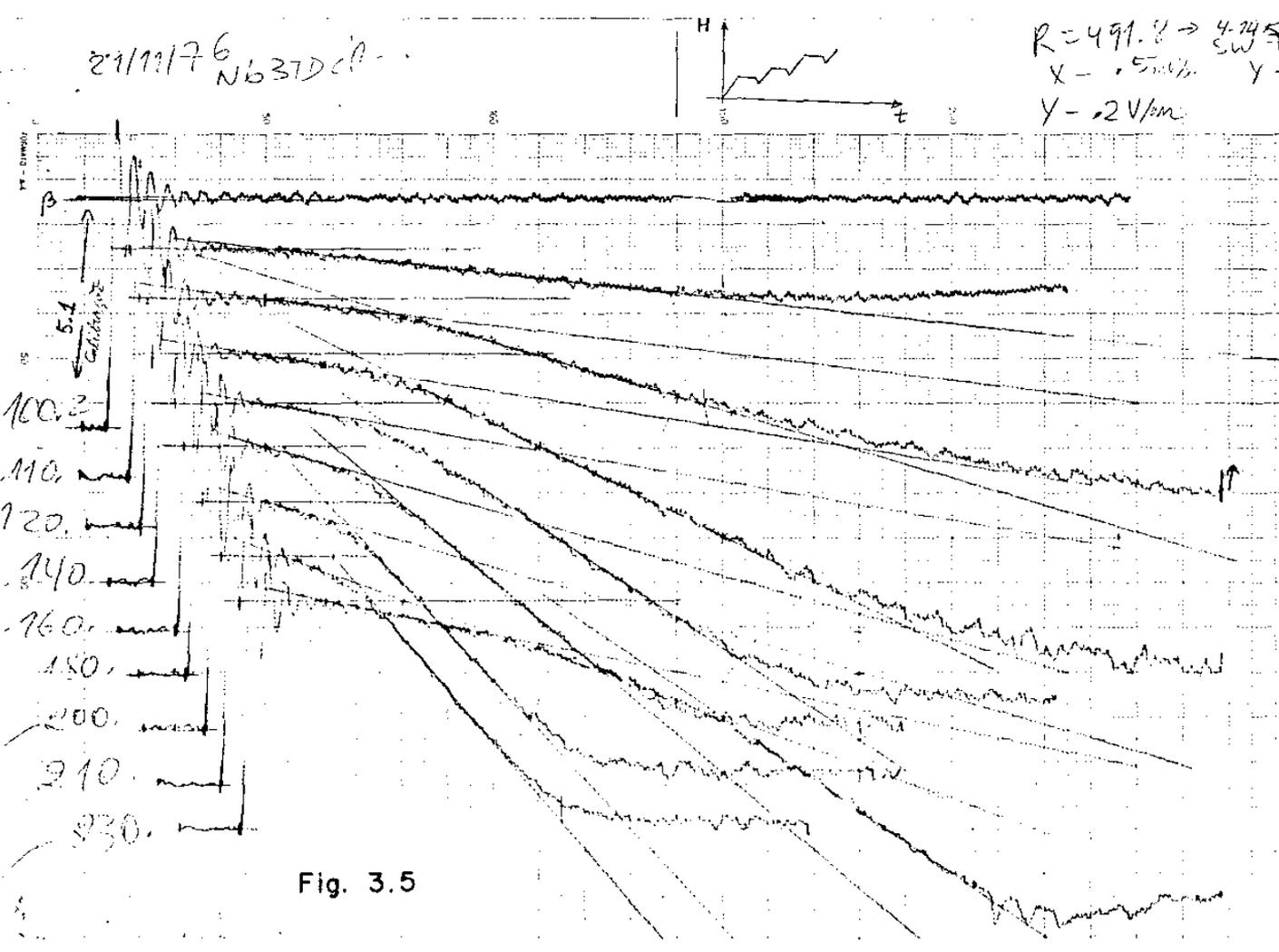
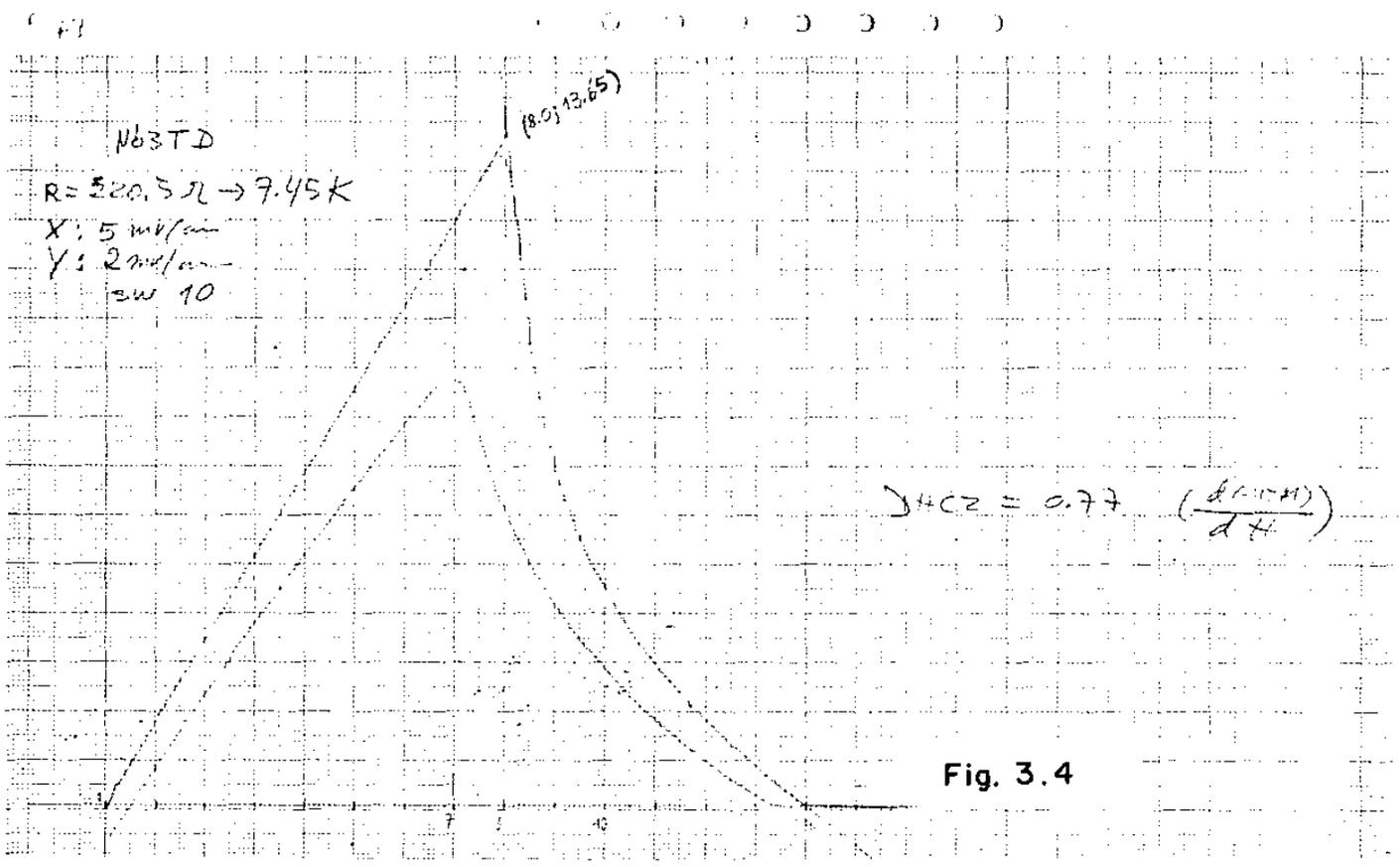
Nestas figuras podemos ver também o critério usado para definir os campos críticos  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ . O primeiro foi encontrado no ponto de intersecção das duas retas extrapoladas, uma para o trecho Meiss - ner e outra para o trecho da caída brusca da magnetização. Por sua vez,  $H_{c2}$  foi definido no ponto de cruzamento das retas extrapoladas do "cotovêlo" formado no momento da transição supercondutor-normal, para o volume do material (persiste ainda uma supercondutividade superficial até o campo crítico  $H_{c3}$ ). O detalhe do "cotovêlo" foi ampliado no canto direito de quase todas as curvas, quando se fez necessário para maior clareza. Isto nos permitiu uma precisão melhor que 1% nestas medidas.

### 3.1.1 - Efeito de Pico .

Depois da deformação das amostras (Nb1TD e Nb3TD) as curvas de magnetização passaram a apresentar um pequeno pico bem próximo de  $H_{c2}$  (Fig. 3.3), tanto no ramo crescente como no decrescente. Com o aumento da temperatura a altura do pico diminuiu, até que para temperaturas mais próximas de  $T_c$  ele desapareceu, como podemos constatar pela Fig. 3.4 ( $t = 0.81$ ,  $T = 7.45$  K).

Este "efeito de pico irregular" ("Irregular peak effect") já foi observado em vários trabalhos anteriores/41/. Até o momento não existe um acordo total quanto aos diferentes mecanismos e tipos de efeito de pico que são propostos por vários autores. (Excluímos o chamado "efeito de pico regular", devido a presença de um arranjo regular de centros de pinning, que proporciona para um certo valor de campo  $B$ , o aprisionamento coletivo das linhas de fluxo, causando daí um máximo na força de pinning).

Pippard/42/ sugeriu que o acréscimo da força de pinning próximo de  $H_{c2}$  seria explicado pelo decréscimo de  $C_{66}$  (constante elástica de cisalhamento da rede de fluxóides) proporcional a  $(1 - B/B_{c2})^2$ , em vista do decréscimo da força de pinning elementar proporcional a  $(1 - B/B_{c2})$ . Em certo momento ( $B/B_{c2} \approx 1$ ) as deformações da rede de fluxóides ( $C_{66} \rightarrow 0$ ) seriam suficientes para permitir a interação simultânea de uma quantidade bem maior de centros de pinning com as linhas de fluxo. Esta sugestão de Pippard tem boa acolhida entre os pesquisadores da área, principalmente devido a alguns modelos/41/ que têm obtido razoáveis concordâncias com dados experimentais.



Recentemente, Brandt/43/ expôs a opinião de que, apenas o decréscimo de  $C_{66}$  não explicaria o efeito de pico observado na vizinhança de  $H_{c2}$ , visto que o elevado módulo de compressão ( $C_L = C_{11} - C_{66} \approx B^2/4\gamma$ ) permitiria apenas a circulação de um "fluido" incompressível de linhas de fluxo em torno dos defeitos. Brandt obtém um novo resultado, onde o módulo de compressão uniaxial ( $C_{11}$ ) também vai a zero quando  $B \rightarrow B_{c2}$ , de acordo com  $(B_{c2} - B)^2$ . Mostra mais, a possibilidade do efeito de pico para casos em que  $C_{44} \rightarrow 0$ , quando  $B \rightarrow B_{c2}$ , pois com uma maior facilidade para as linhas de fluxo se curvarem, haveria uma maior interação por forças pontuais.

### 3.2 - Curvas de Susceptibilidade diferencial .

Na Fig. 3.5 apresentamos um exemplo típico de curvas de susceptibilidade diferencial, retiradas para vários campos iniciais ( $\sim 10$  valores entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ ), em uma temperatura fixa. Os números anotados a esquerda de cada curva correspondem aos valores do campo inicial aplicado. Para obter estes valores em "Oersted" faz-se necessário uma multiplicação pelo fator de transformação 12.7 Oe/mV. O pequeno gráfico  $H \times t$  (tempo), no alto da figura, procura explicar o trajeto do campo magnético aplicado, em função do tempo. Podemos notar os pequenos decréscimos e subseqüentes acréscimos no campo, produzidos na retirada de cada curva, o que corresponde a percorrer um pequeno lupo de histerese, entre os dois ramos da curva de magnetização. O salto no início de cada curva atinge sempre uma altura constante,  $\beta$ , percorrendo em seguida um trecho horizontal ( $\chi = -1$ ) de comprimento variável e que corresponde a barreira superficial  $\Delta_s H$  (seção 1.2.4).

As várias retas traçadas sobre alguns trechos das curvas, serviram como auxiliares na retirada de dados necessários ao programa de cálculo. Em particular, podemos observar as duas retas mencionadas por Zerweck/2/, cuja significação já discutimos na seção 1.3.2 .

### 3.3 - Programas de cálculo .

Todos os cálculos de interesse foram realizados por dois programas que escrevemos em linguagem FORTRAN e executados no computador PDP-10 (Digital Corporation) .

O primeiro programa, chamado "TES1" (Fluxograma 1), realiza uma regressão estatística/44/ procurando um polinômio entre grau 2 e 8 que melhor se ajuste à curva de magnetização reversível, fornecida através das coordenadas normalizadas de vários pontos entre  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$ . A normalização definida, visa reduzir as curvas ao intervalo comum entre

INICIO

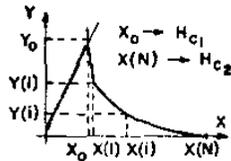
PROGRAMA  
"TES I"

·LÊ FATOR DE DESMAGNETIZAÇÃO (D)

A

·LÊ DADOS DE UMA CURVA DE MAGNETIZAÇÃO :

- a) TEMPERATURA (T)
- b) PONTO  $(X_0, Y_0)$
- c) PONTOS  $(X(i), Y(i))$   
 $i = 1, N = 40$
- d) ESCALA DO EIXO "X" ( $a_1$ )
- e) INCLINAÇÃO EM X(N)



T = 0 ?

SIM

FIM

NÃO

·DEFINE ESCALA DO EIXO "Y" ( $a_2 = \frac{a_1 X_0}{(1-D)Y_0}$ ), DE MO

DO QUE :  $\frac{d[-4\pi M]}{dH} = -1, H < H_{c1}$

· $[-4\pi M](i) = a_2 Y(i)$

;  $i = 1, N$

· $H(i) = a X(i) + D[-4\pi M](i)$

·REDEFINE AS COORDENADAS DOS PONTOS, PARA O INTERVALO  $[0, 1]$  :

$$m(i) = \frac{[-4\pi M](i)}{H_{c1}}$$

,  $i = 1, N$

$$h(i) = \frac{H(i) - H_{c1}}{H_{c2} - H_{c1}}$$

·REGRESSÃO POLINOMIAL : AJUSTA AOS PONTOS O MELHOR POLINOMIO (MENOR DESVIO), ENTRE GRAU (K) 2 E 8, DETERMINANDO OS COEFICIENTES  $C_j$

$$\therefore m(h) = \sum_{j=0}^k C_j h^j$$

$C_j, H_{c1}, H_{c2}, T$ , SÃO GRAVADOS EM ARQUIVO

·UTILIZANDO O POLINÔMIO AJUSTADO, CALCULA :  $H_c, K_1, K_2, C_{11}, C_{44}, C_{66}$  (VER O TEXTO)

·SAIDA : IMPRIME RESULTADOS E ESTATÍSTICA DA REGRESSÃO

A

0 e 1, para a variável  $h$  :

$$h = \frac{H(i) - H_{c1}}{H_{c2} - H_{c1}}, \quad H_{c1} < H < H_{c2} \quad (3.1)$$

$$m(i) = \frac{4\pi M(i)}{H_{c1}}$$

Esta normalização facilita a interpolação futura de novos polinômios em temperaturas onde não tivemos curva de magnetização, mas que possam ser de nosso interesse.

Obtido o polinômio, as seguintes grandezas, cujas fórmulas já foram apresentadas no Cap. 1, são calculadas :  $H_c, \kappa_1, \kappa_2, C_{11}, C_{44}, C_{66}$ .

Considerando que a expressão analítica para uma curva de magnetização seja dada pelo polinômio de grau  $k$  :

$$m(h) = \sum_{j=0}^k C_j h^j \quad (3.2)$$

as fórmulas de cálculo, usadas no programa tomarão o seguinte aspecto:

$$H_c = [H_{c2}^2 + 2H_{c1}(H_{c2} - H_{c1}) \sum_{j=0}^k \frac{C_j}{j+1}]^{1/2} \quad (3.3)$$

$$\kappa_1 = \frac{H_{c2}}{\sqrt{2} H_c} \quad (3.4)$$

$$\kappa_2 = \left[ 0.5 + \frac{1}{2.32} \frac{1}{\frac{d(-4\pi M)}{dH} |_{H_{c2}}} \right]^{1/2} \quad (3.5)$$

$$C_{66}(B) = \begin{cases} C_0 + \frac{1}{8\pi} \int_{B_0}^B \frac{\partial^2 H_{inv}}{\partial b^2} db, & B \ll B_{c2} \\ \text{onde } C_0 = \frac{B_0^2}{8\pi} \frac{\partial H_{inv}}{\partial B} |_{B_0}^+ \\ \frac{H_c^2 \kappa_2^2 (2\kappa_2^2 - 1) 0.48}{4\pi [1 + (2\kappa_2^2 - 1) 1.16]^2} \left(1 - \frac{B}{H_{c2}}\right), & B \approx B_{c2} \end{cases} \quad (3.6)$$

$$C_{44}(B) = \frac{B H_{inv}(B)}{4\pi} \quad (3.7)$$

$$C_{11}(B) = \frac{B^2}{4\pi} \frac{\partial H_{inv}}{\partial B} - C_{66} \quad (3.8)$$

Observando que :

$$B = H - P(H), \quad \text{onde } P(H) = -4\pi M = H_{c1} m(h) \quad (3.9)$$

Então :

$$\frac{\partial P(H)}{\partial H} = \frac{Hc_2}{Hc_2 - Hc_1} \sum_{j=1}^k C_j h^{(j-1)} \quad (3.10)$$

$$\frac{\partial^2 P(H)}{\partial H^2} = \frac{Hc_2}{(Hc_2 - Hc_1)^2} \sum_{j=2}^k j(j-1) C_j h^{(j-2)} \quad (3.11)$$

e

$$\frac{\partial H_{rev}}{\partial B} = \frac{1}{1 - \frac{\partial P(H)}{\partial H}} \quad (3.12)$$

$$\frac{\partial^2 H_{rev}}{\partial B^2} = \frac{\partial^2 P(H)}{\partial H^2} \frac{1}{\left(1 - \frac{\partial P(H)}{\partial H}\right)^3} \quad (3.13)$$

A segunda aproximação para  $C_{66}$  ( $B \approx Bc_2$ ) foi obtida/25/ com o uso da teoria de Ginzburg-Landau, cuja validade se restringe apenas a temperaturas bem próximas de  $T_c$ , onde  $\kappa_1 = \kappa_2 = \kappa$ . Em nossos cálculos aplicamos esta fórmula para todas as temperaturas, usando o parâmetro de G-L-Maki,  $\kappa_2(T)$ , que traduz melhor o comportamento da curva na vizinhança de  $Hc_2$ .

Resta ainda observarmos que, para o cálculo de  $\kappa_2$ , a inclinação da curva de magnetização no ponto  $Hc_2$  foi retirada diretamente do papel de gráfico. Este processo mostrou-se mais preciso do que o cálculo da derivada do polinômio ajustado, isto porque pequenos desvios do polinômio, para a vizinhança de  $Hc_2$ , reflete em grandes variações de sua derivada, calculada no ponto  $Hc_2$ .

A integral que aparece na primeira fórmula para o cálculo de  $C_{66}$  (Eq. 3.6), foi calculada numericamente através de uma subrotina (OSF-SSP) que realiza a integral de uma função, pela regra de Simpson/45/.

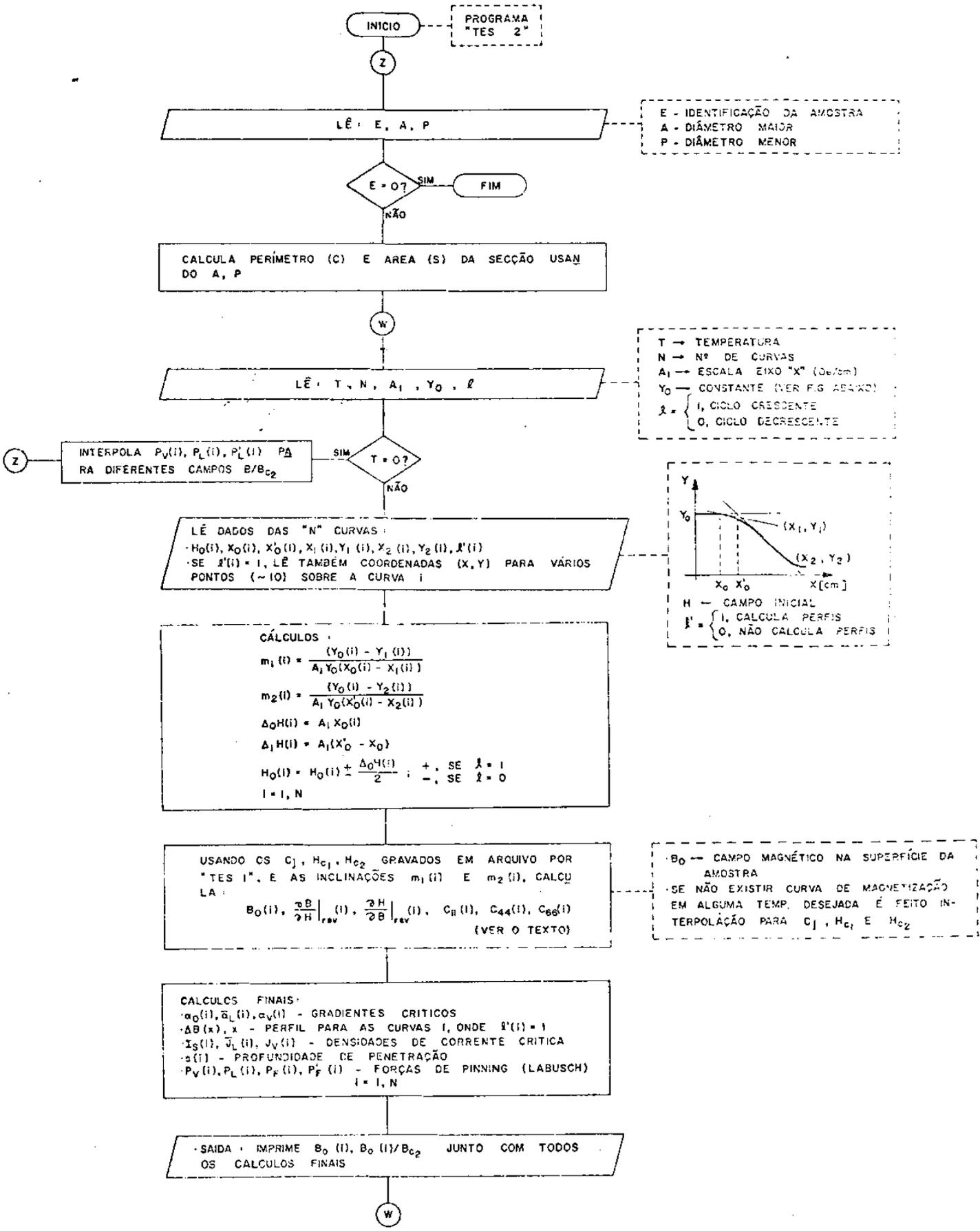
O fator de desmagnetização,  $D$ , lido logo no início do programa, foi calculado com a utilização de uma fórmula/46/ para elipsóides:

$$D = (\ln 2\delta - 1)/\delta^2; \delta = a/b, \delta \gg 1 \quad (3.14)$$

onde  $a$  e  $b$  são os eixos do elipsóide. Em nosso caso, considerando as amostras cilíndricas de pontas abauladas, como boa aproximação de um elipsóide, achamos um pequeno fator em torno de 0.01.

O programa "TES1" grava, em um arquivo, todos os coeficientes dos polinômios ajustados, com os correspondentes valores de  $Hc_1$ ,  $Hc_2$  e  $T$ .

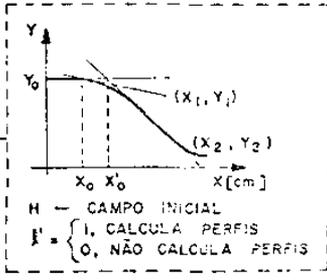
O segundo programa, chamado "TES2" (Fluxograma 2), tem como finalidade o cálculo dos perfis de campo, gradientes críticos, densidades de corrente crítica e as forças de pinning. Para tanto, são lidos os dados das curvas de susceptibilidade diferencial ( $\chi \times \Delta H$ ), e as informações concernentes às curvas de magnetização reversíveis, já grava



PROGRAMA "TES 2"

E - IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA  
A - DIÂMETRO MAIOR  
P - DIÂMETRO MENOR

T → TEMPERATURA  
N → Nº DE CURVAS  
A<sub>1</sub> → ESCALA EIXO "X" (Oe/cm)  
Y<sub>0</sub> → CONSTANTE (VER FIG ABAIXO)  
λ = { 1, CICLO CRESCENTE  
0, CICLO DECRESCENTE



B<sub>0</sub> → CAMPO MAGNÉTICO NA SUPERFÍCIE DA AMOSTRA  
SE NÃO EXISTIR CURVA DE MAGNETIZAÇÃO EM ALGUMA TEMP. DESEJADA É FEITO INTERPOLAÇÃO PARA C<sub>1</sub>, H<sub>c1</sub> E H<sub>c2</sub>

dos em arquivo.

O Fluxograma 2 expõe detalhadamente todas as operações realizadas por "TES2". Faremos mais algumas observações apenas com respeito aos cálculos finais.

Consideramos que a variação espacial do gradiente crítico pode ser ajustada pela expressão/47/ :

$$\alpha(x) = \frac{\partial B(x)}{\partial x} = \frac{\alpha_v}{1 - f \exp(-\frac{x}{a})} \quad (3.15)$$

onde  $\alpha_v$  é o gradiente constante que se estabelece no volume, para  $x \gg a$ , sendo "a" uma profundidade de penetração ( $a \sim 100 \mu m$ ) até onde se dá a maior variação do gradiente, na vizinhança da superfície. O fator  $f$ , constante para cada curva, está relacionado às inclinações  $m_1$  e  $m_2$  das duas retas mostradas na figurinha do Fluxograma 2. A primeira reta ( $m_1$ ) é tangente a curva no ponto correspondente a  $\Delta_0 H$  e a segunda representa o comportamento constante da curva para  $\Delta H \gg \Delta_0 H$ .

Integrando  $\alpha(x)$  de acordo com a equação 1.61 obteremos :

$$\int_0^{x_0} \frac{\alpha_v dx}{1 - f \exp(-\frac{x}{a})} = \alpha_v (x_0 + a) \ln \left( \frac{1 - f \exp(-\frac{x_0}{a})}{1 - f} \right) = \frac{1}{2} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} (\Delta H - \Delta_0 H) \quad (3.16)$$

Dai

$$\frac{dx_0}{d\Delta H} = \frac{1}{2\alpha_v} \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} [1 - f \exp(-\frac{x_0}{a})] \quad (3.17)$$

Usando a Eq. 1.73 para calcular a inclinação no ponto  $\Delta_0 H$  ( $x_0=0$ ):

$$\left. \frac{d\mu}{d\Delta H} \right|_{\Delta_0 H} = m_1 = -\beta \frac{C}{S} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \frac{1}{2\alpha_v} [1 - f] \quad (3.18)$$

Mas como (Eq. 1.74) :

$$\left. \frac{d\mu}{d\Delta H} \right|_{\Delta H \gg \Delta_0 H} = m_2 = -\beta \frac{C}{S} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \frac{1}{2\alpha_v} \quad (3.19)$$

Obteremos :

$$f = \left( 1 - \frac{m_1}{m_2} \right) \quad (3.20)$$

O gradiente crítico na superfície ( $\alpha_0$ ), o gradiente médio na vizinhança da superfície ( $\bar{\alpha}_L$ ) e o gradiente no volume ( $\alpha_v$ ) possuem então as seguintes fórmulas :

$$\alpha_0 = \left. \frac{\partial B}{\partial x} \right|_{0^+} = \alpha(0) \quad (3.21)$$

$$\bar{\alpha}_L = \frac{1}{a} \int_0^a \alpha(x) dx = \alpha_v \left[ 1 + \ln \left( \frac{1-f/e}{1-f} \right) \right] \quad (3.22)$$

$$\alpha_v = -\beta \frac{C}{2m_2 S} \left( \frac{\partial B_{rev}}{\partial H} \right)^2 \quad (3.23)$$

Para obter as expressões acima usamos os resultados das Equações 3.15, 3.16 e 3.19 .

A densidade de corrente crítica (A/cm<sup>2</sup>) na superfície, na vizinhança da superfície (valor médio), e no volume serão:

$$I_s = \frac{10}{4\pi} \Delta_0 H \quad (3.24)$$

$$\bar{J}_L = \frac{10}{4\pi} \bar{\alpha}_L \quad (3.25)$$

$$J_v = \frac{10}{4\pi} \alpha_v \quad (3.26)$$

O cálculo dos perfis é opcional, de modo que no programa existe uma variável "chave",  $\ell'(i)$ , que comanda a execução ( $\ell'(i) = 1$ ) ou não ( $\ell'(i) = 0$ ) desta tarefa. No caso de  $\ell'(i) = 1$ , as expressões 1.71 e 1.72 do Cap. 1 serão utilizadas.

A força de pinning volumétrica ( $P_v$ ) e a força média elementar ( $P_L$ ) são calculadas utilizando-se as fórmulas já apresentadas no Cap. 1, ou seja :

$$P_v = - \frac{B}{4\pi} \frac{\partial H_{rev}}{\partial B} \alpha_v \quad (3.27)$$

$$P_L = \left( \frac{\Phi_0}{B} \right)^{3/4} (P_v 8\sqrt{\pi} C^{ef})^{1/2} \quad (3.28)$$

onde

$$C^{ef} = \left[ \frac{1}{(C_{44} C_{33})^{1/2}} + \frac{1}{(C_{44} C_{11})^{1/2}} \right]^{-1}$$

$$\Phi_0 = 2 \times 10^{-7} \text{G cm}^2 - \text{quantum de fluxo}$$

Por fim, a força de pinning superficial ( $P_f$ ) e o seu valor médio por unidade de comprimento de linha de fluxo ( $P'_f$ ) serão/2/ :

$$P_f = \frac{B}{8\pi} \Delta_0 H \quad (3.29)$$

$$P'_f = \left( \frac{\Phi_0}{B} \right)^{1/2} P_f \quad (3.30)$$

\* \* \*

## CAPÍTULO 4

### APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS FINAIS E DISCUSSÕES

. . .

Neste capítulo serão expostos todos os resultados que julgamos de relêvo, para uma caracterização geral do trabalho experimental. Algu- ma novidade pode ser atribuída aos dados que reportam a influência da história magnética no Nióbio. Os resultados serão discutidos, fazen- do-se algumas sugestões e comparações com a literatura.

Nos gráficos, o sinal " $\delta$ " que aparece ao lado das curvas, signifi- fica o erro máximo cometido ao traçar as linhas contínuas pelos pontos experimentais. Naqueles gráficos onde não aparece, significa não ha- ver nenhum desvio. Em geral, as curvas representam perfeitamente os dados experimentais.

Vale observar que os termos "*campo reduzido*" e "*temperatura redu- zida*", de uso bastante comum na literatura, se referem às seguintes definições:  $b = B/Bc_2$  ( $Bc_2 \equiv Hc_2$ ),  $t = T/Tc$ .

#### 4.1 - Parâmetros primários ( $Tc, Hc$ ) e Secundários ( $\kappa_1, \kappa_2, Hc_1, Hc_2$ )

Os campos críticos  $Hc_1$  e  $Hc_2$  e o campo crítico termodinâmico  $H_c$  são vistos na Fig 4.1 em dependência com a temperatura.  $H_c$  segue o comportamento parabólico (Eq. 1.1) esperado para os supercondutores de acoplamento médio, mas com desvios em torno de 10%. Um desvio de 13% foi encontrado por Finmore e outros/48/, cujos dados estão representa- dos pela curva tracejada da Fig. 4.1. Alertamos entretanto para o fa- to de nossas curvas de magnetização serem um pouco irreversíveis em campos próximos de  $Hc_1$ .

Os parâmetros de G-L-Maki (Fig. 4.2) concordam com a previsão de Maki e Tsuzuki/49/ de que  $\kappa_2 > \kappa_1$  para supercondutores puros. Comparan- do com os resultados de Finmore e outros (tracejado), algumas diferen- ças são encontradas, principalmente para  $\kappa_1$ , onde uma diferença aproxi- madamente constante ( $\sim 0.1$ ) ocorre ao longo de toda a curva. Por fim, nossos valores de  $Hc_2$  e  $Hc_1$  são maiores, cerca de 8% e 4% respectiva- mente.

Comparações com o trabalho de Moehlecke/50/, realizado em monocris- tais de Nb de mesma procedência, mostram perfeita concordância, quando comparamos com sua amostra (Nb2P3E2T6) cujos tratamentos se aproximam bastante daqueles que submetemos a nossa amostra Nb1T.

Acredito que os desacordos com as medidas de Finmore e outros se expliquem, principalmente, pelo fato de usarmos amostras de menor grau de pureza. De fato, utilizando a diferença entre nossos valores de  $\kappa$

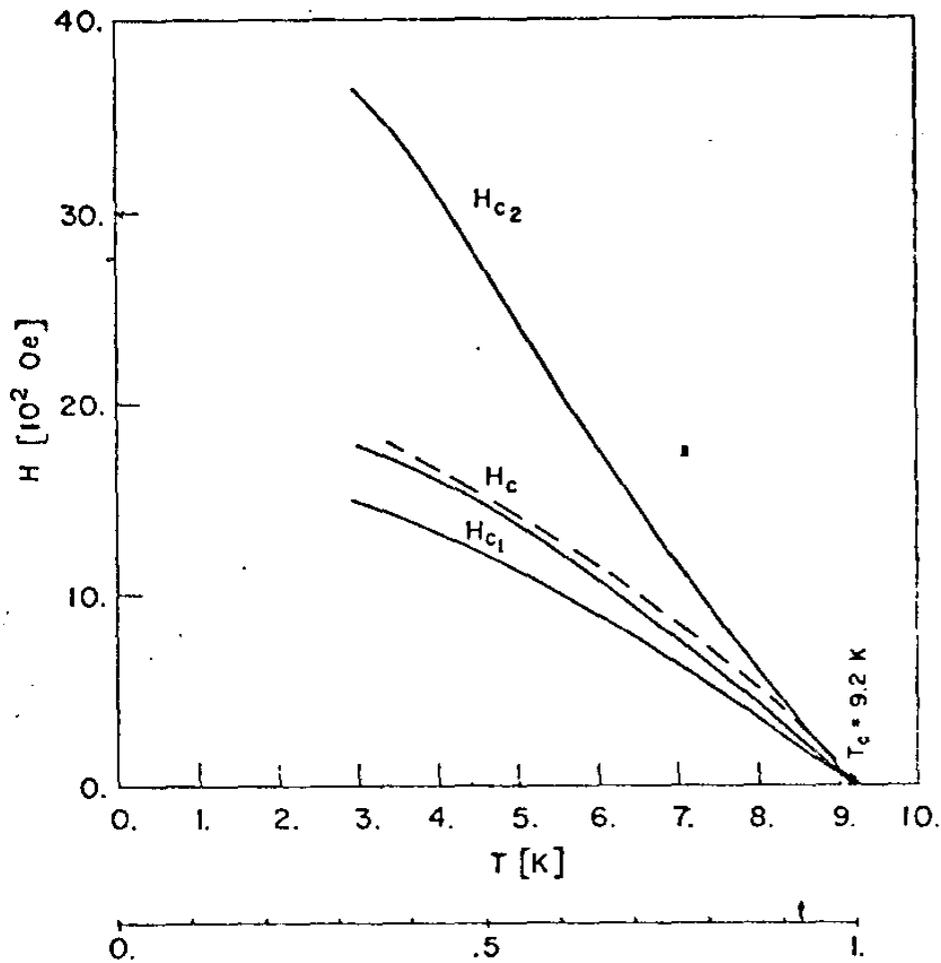


Fig. 4.1

Campos críticos na dependência com a temperatura. A curva tracejada representa os valores de Finmore e outros, para  $H_c$ .

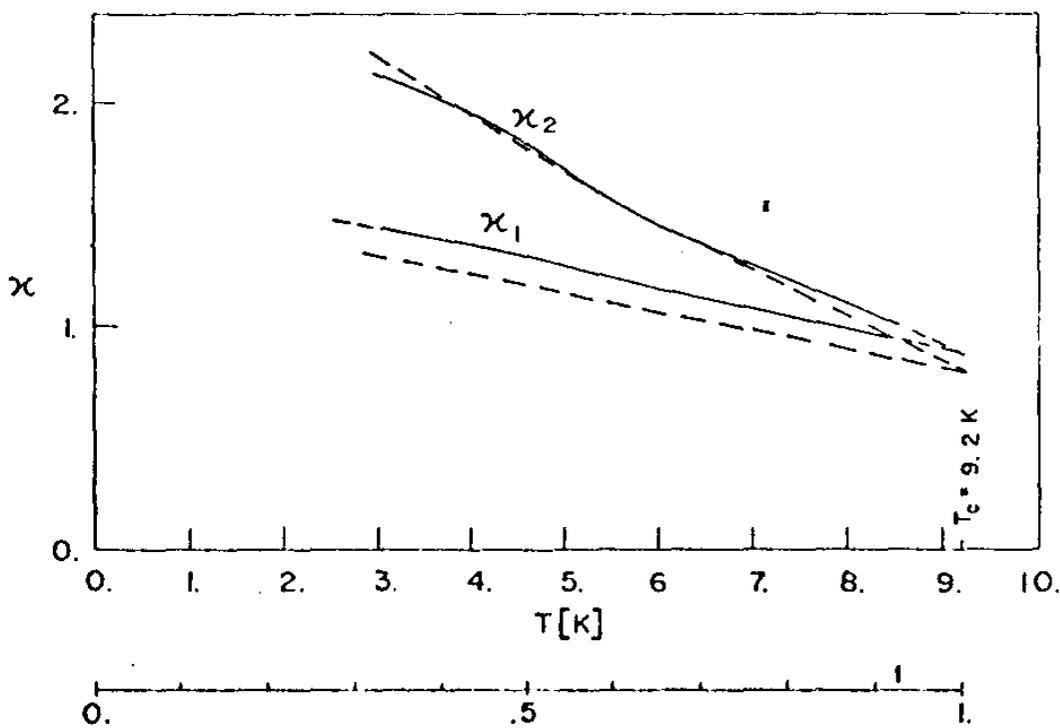


Fig. 4.2

Parâmetros de G-L-Maki na dependência com a temperatura.

extrapolados para o ponto em que  $\kappa_1(T_c) = \kappa_2(T_c) = \kappa$ ,  $\Delta\kappa = 0.08$ , e a equação de Goodman/51/:

$$\Delta\kappa = 7.5 \times 10^{-3} \gamma^{1/2} \rho_n \quad (4.1)$$

onde  $\gamma = 7.8 \times 10^{-3} \text{ J/molK}^2$  - Coeficiente de calor específico eletrônico

$\rho_n$  - Resistividade residual (normal) em  $\mu\Omega\text{-cm}$ ,

pudemos estimar o fator  $\text{RRR} = R_{300\text{K}}/R_{9.2\text{K}}$ , como sendo um valor em torno de 110, tendo tomado como referência o valor de Finmore e outros/48/,  $\text{RRR} \approx 1600$  e  $\rho_{295\text{K}} = 14.5 \mu\Omega\text{-cm}$  para o Nb/52/. Esta estimativa entretanto é grosseira, mas serve para indicar que os resultados experimentais, juntamente com a teoria, nos forçam a concluir que nossas amostras possuem um menor grau de pureza ( $100 < \text{RRR} < 1600$ ).

Todos os pontos experimentais para  $T > 6.0\text{K}$ , nas Figuras 4.1 e 4.2 foram retirados já na parte final do trabalho, quando então a amostra utilizada já estava deformada ( $\epsilon = 0.05$ ) e com 120 dias passados da data do último tratamento térmico, estando a amostra em constante contato com o ar. Podemos pensar que estes fatos, e mesmo ocorrências fora de nosso controle, possam ter contribuído para aumentar a resistividade residual, visto ser uma grandeza que depende do livre caminho médio dos elétrons na rede cristalina.

As extrapolações lineares de todas as curvas das Figuras 4.1 e 4.2, para as temperaturas altas, mostraram que  $T_c = 9.2 \pm 0.05 \text{ K}$ .

Damos logo abaixo uma tabela, sumarizando os resultados para todas as temperaturas medidas.

t	T (K)	$\kappa_1$	$\kappa_2$	Hc <sub>1</sub> (Oe)	Hc <sub>2</sub> (Oe)	Hc (Oe)
0.98	9.00					
0.92	8.50	0.94	1.02	190.	296.	222.
0.87	8.04	0.99	1.12	337.	571.	403.
0.81	7.45	1.03	1.20	513.	890.	606.
0.76	7.00	1.10	1.27	640.	1152.	752.
0.64	5.86	1.19	1.52	912.	1854.	1077.
0.60	5.52	1.22	1.56	1002.	2064.	1188.
0.54	5.00	1.29	1.75	1117.	2400.	1320.
0.45	4.14	1.35	1.89	1310.	3035.	1573.
0.43	3.92	1.39	2.01	1348.	3175.	1625.
0.38	3.54	1.41	2.04	1387.	3365.	1688.
0.35	3.21	1.44	2.04	1438.	3543.	1740.
0.33	3.04	1.42	2.14	1490.	3632.	1780.

#### 4.2 - Constantes elásticas da rede de fluxões .

As constantes  $C_{11}$ ,  $C_{44}$  e  $C_{66}$ , da teoria de Labusch/25/, foram calculadas para várias temperaturas, utilizando as curvas de magnetização reversíveis. Na Fig. 4.3 apresentamos como exemplo os resultados para a temperatura de 5.52K. As curvas iniciam no valor  $b_0 = 0.18$  (512 G), devido a transição de 1a. ordem que se dá no campo  $H_{c1}$  (ver seção 1.2.1 e Figuras 3.2 e 3.3) .

A constante  $C_{66}$  possui duas expressões distintas para o cálculo, nos dois extremos de campo . Por isso, as curvas se cruzam num certo ponto ( $b \sim 0.4$ ), indicando um valor comum para as duas aproximações. Os valores de  $C_{66}$  aparecem multiplicados por um fator 10 com o único fim de melhorar a apresentação gráfica.

O cálculo das constantes elásticas foi realizado com o fim de calcular a força de pinning elementar ( $P_L$ ) da teoria estatística de Labusch/30/ .

#### 4.3 - Perfil de Campo e forças de pinning .

Os perfis de campo, para uma pequena profundidade  $x \ll R$  ( $x \sim 700 \mu m$ ), são obtidos pela medida da voltagem induzida na bobina de prova, quando provocamos pequenas variações  $\Delta H$  no campo externo. Estes perfis, mesmo considerados como uma aproximação da realidade ( seção 4.3.1), dão-nos importantes informações com respeito a um melhor entendimento do estado crítico, no qual se estabelecem os gradientes de campo e correntes críticas do material.

No eixo vertical dos gráficos de perfil, aparece a diferença entre o valor do campo suposto em equilíbrio na superfície da amostra ( $B_0(H_0)$ ), e o campo  $B(x)$ , no ponto  $x$  ao longo da direção radial.

##### 4.3.1 - Simetria dos perfis de campo .

Quando expusemos as equações do modelo teórico, para determinação do perfil de campo, vimos ser de fundamental importância a validade da condição:  $\frac{\partial E}{\partial x} \uparrow = - \frac{\partial E}{\partial x} \downarrow$  (Eq. 1.57) .

Para testar a simetria do perfil em campo crescente ( $\uparrow$ ) e decrescente ( $\downarrow$ ) fizemos a medida do lupo completo de histerese, para dois casos, começando em campos externos ( $B_0$ ) diferentes (Fig. 4.4) . Na parte (b) da figura as curvas tracejadas correspondem a perfis para campos decrescentes, invertidos para fins de melhor comparação. Como vemos, os perfis para campo decrescente possuem uma curvatura mais acentuada, entretanto podemos dizer que é razoavelmente boa a simetria entre os mesmos .

A única afirmação que pode ser feita com segurança é a de que o processo de entrada e o de saída das linhas de fluxo são bem semelhan-

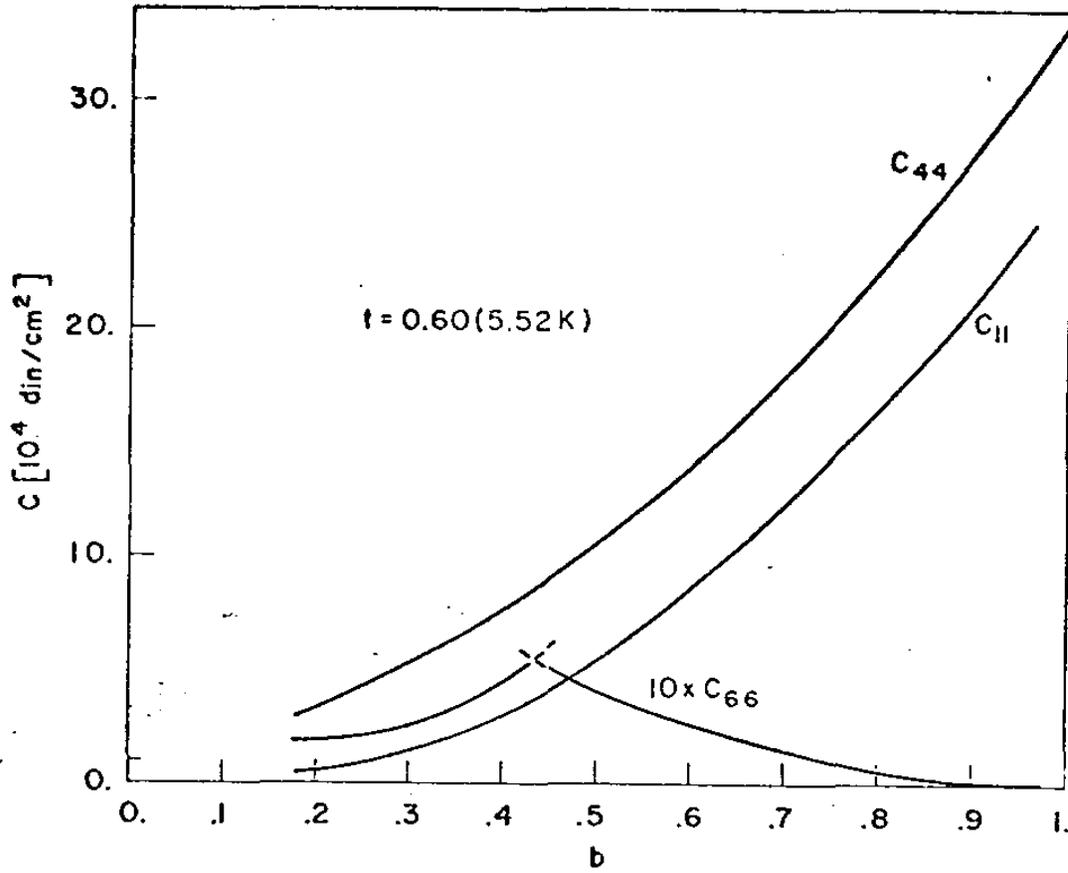


Fig. 4.3

Constantes elásticas na dependência com o campo reduzido.

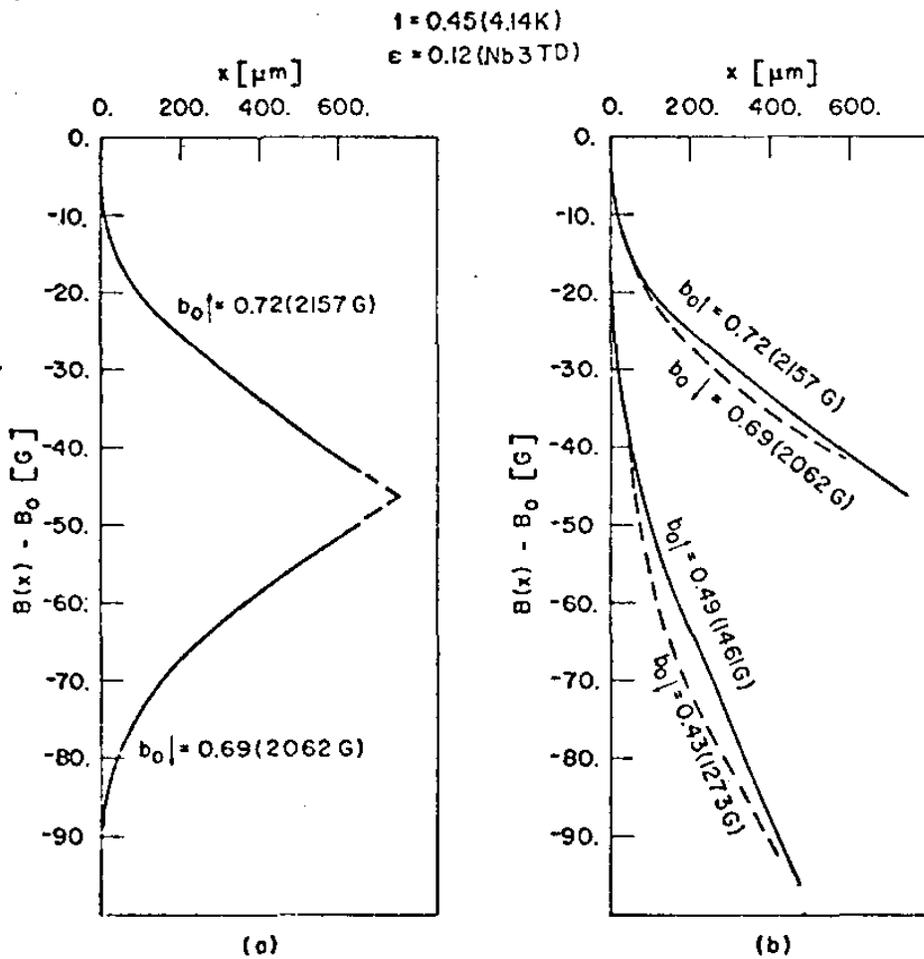


Fig. 4.4

Perfis de campo para as situações de campo crescente e decrescente, procurando mostrar a simetria.

tes, porque, quando registramos os perfis, na verdade o que estamos medindo é uma voltagem induzida na bobina de prova. Entretanto o consenso geral, considerando outros autores/53//54/, através de métodos semelhantes (pequenas variações cíclicas do campo em torno e um valor fixo), é de que vale a condição da Eq. 1.57. Acho que a situação merece estudo mais detalhado, com mais experiências e, provavelmente, algumas inovações no modelo de estado crítico. Desconfiamos de que a região na vizinhança do ponto  $x_0$  (Fig. 4.5) onde forma-se um "cotovêlo" no perfil, quando acontece um decréscimo no campo externo, seja um dos pontos importantes a considerar. Penso que um tipo de força como a de Friedel/22/ mas envolvendo grandezas não locais, de modo que considere a influência mais distante de variações na distribuição do campo, seja a principal causa para estabelecer a distribuição de equilíbrio naquela região. Na verdade, pela força de Friedel, com grandezas locais ( $B, \frac{dB}{dx}$ ), o ponto  $x_0$  será sempre o vértice de um ângulo formado pela intersecção dos dois perfis simétricos (linha tracejada na Fig. 4.5).

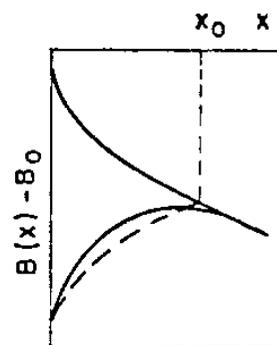


Fig. 4.5

Eckert e Handstein/55/ observaram também a ocorrência deste "arredondamento" do perfil em torno do ponto  $x_0$ . Sugerem a intervenção de "flux creep", sem maiores comentários.

#### 4.3.2 - Perfis X Campo reduzido .

O comportamento geral dos perfis para a amostra Nb3TD e Nb1T é visto nas Figuras 4.6-9. Na amostra Nb3TD usamos dois "caminhos magnéticos" diferentes para estabelecer mesmos campos externos. O primeiro (Fig. 4.18) forneceu os perfis da Fig. 4.6 e trata-se da situação denominada "s/ fluxo", onde a amostra inicialmente não possui fluxo retido. O segundo caminho (Fig. 4.19), forneceu os perfis da Fig. 4.7. Na seção 4.3.7 estes caminhos magnéticos serão explicados com mais detalhes.

Na amostra Nb1T apresentamos apenas os perfis para o caso "s/ fluxo", pois não encontramos praticamente influência da história magnética nesta amostra sem deformação.

Existe uma região bem próxima a superfície ( $x \sim 100 \mu m$ ) onde o gradiente de campo sofre um grande aumento. Na superfície ( $x = 0$ ) o campo sofre uma descontinuidade  $\Delta_0 B$ , associada a uma certa corrente superficial:  $I_s = \frac{10}{4\pi} \frac{\partial H_{ext}}{\partial B} \Delta_0 B$ . Este salto necessita uma definição precisa, que em nosso trabalho foi tomada como sendo a descontinuidade do campo B para uma penetração  $\delta \approx 5 \mu m$ . Este valor corresponde nada ma

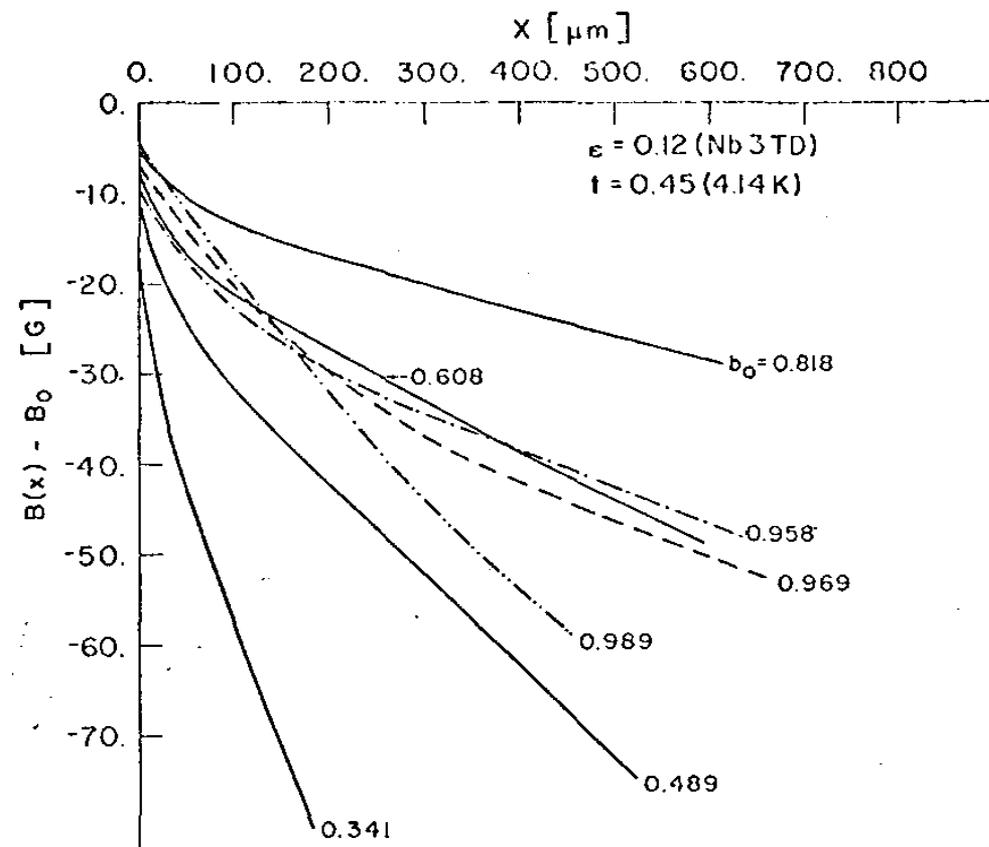


Fig. 4.6

Comportamento geral do perfil de campo, para diferentes campos externos. Amostra "s/ fluxo".

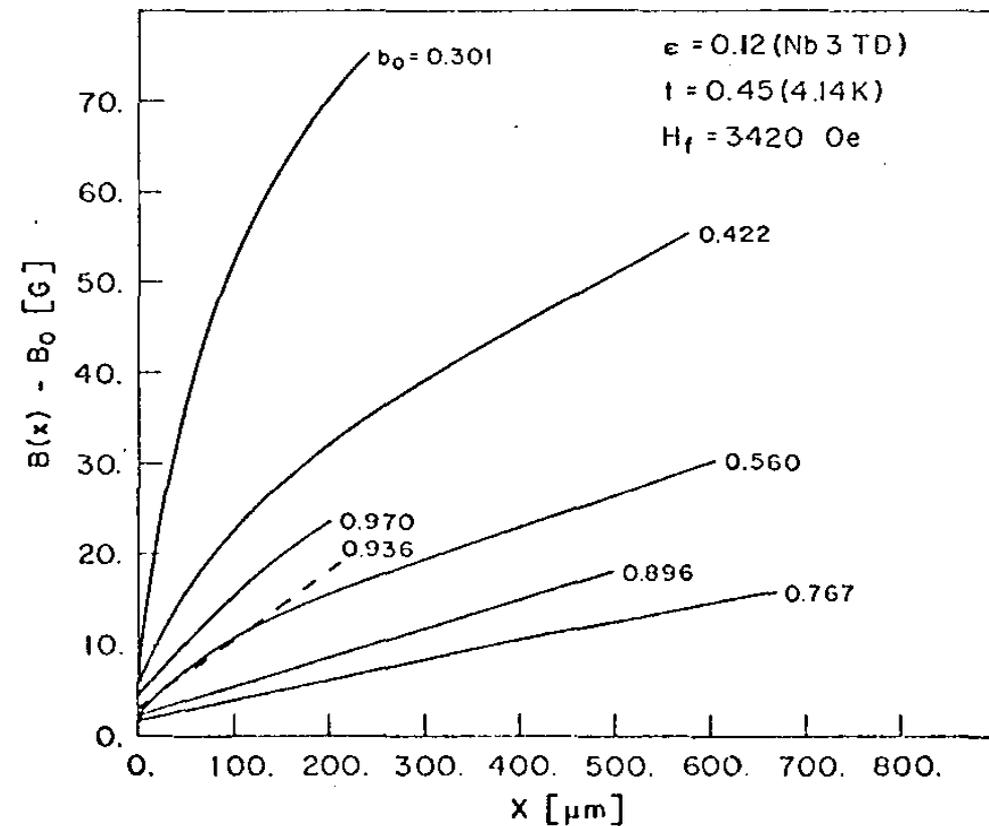


Fig. 4.7

Comportamento geral do perfil de campo, para diferentes campos externos.

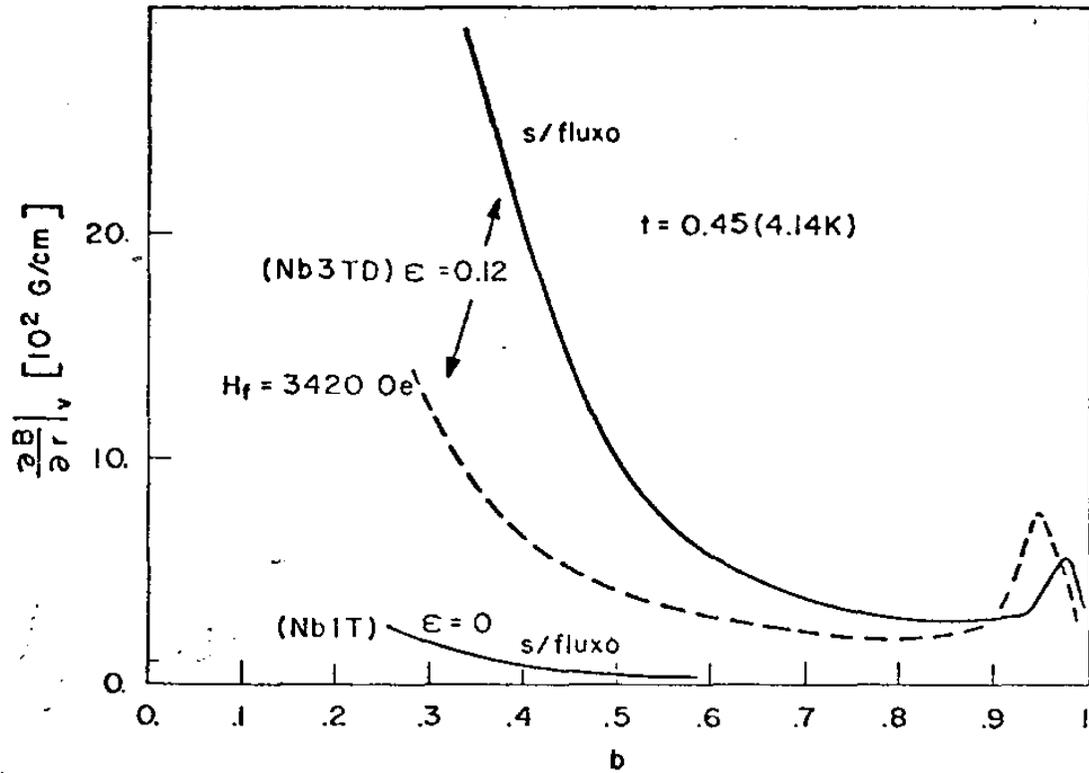


Fig. 4.8

Gradiente crítico no volume, na dependência com o campo reduzido.

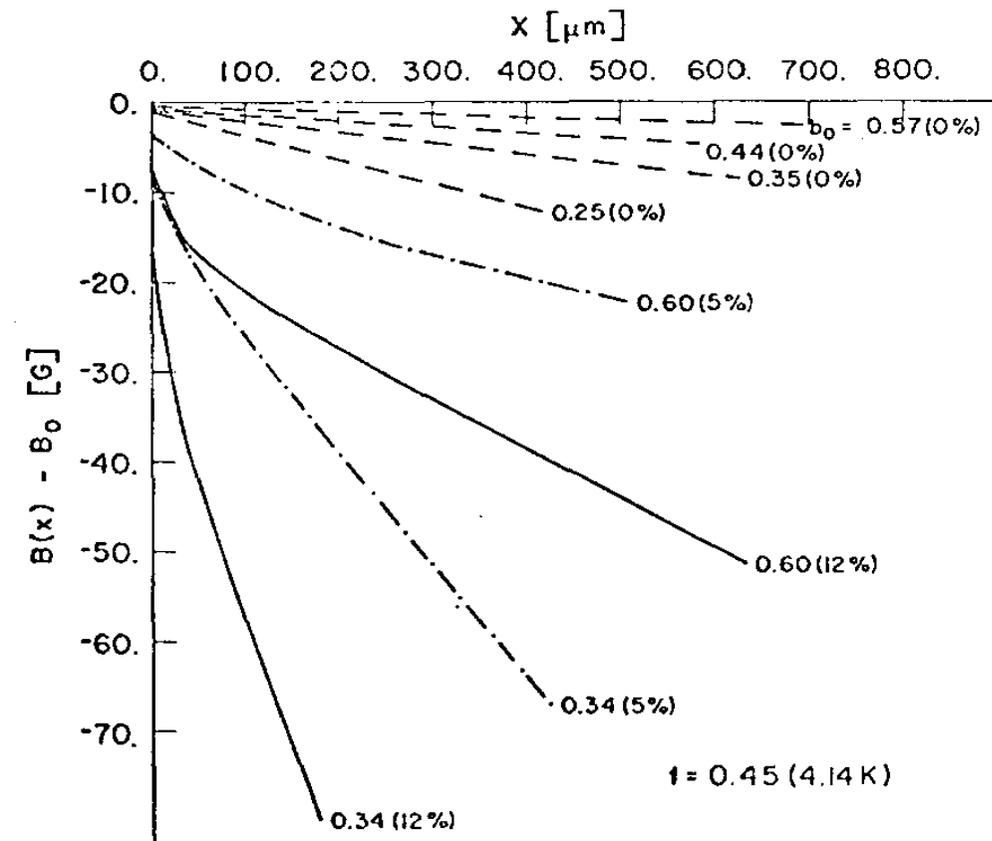


Fig. 4.9

Perfil de campo para três estados de deformação, em alguns valores de campo externo.

is que ao limite imposto pela precisão do método utilizado (seção 1.3. 2) . Os motivos para o forte gradiente na vizinhança da superfície e o entendimento da corrente superficial são discutidos por Brito/24/ em seu trabalho de tese, realizado concomitantemente a este. As explicações encontradas em geral na literatura são bem variadas, incluindo a influência de gases ( $O_2$ ,  $H_2$ ,  $N_2$ , C) e precipitados (NbO, NbN)/54/, diminuição da constante elástica de cisalhamento,  $C_{66}$ /56//33/, etc. Aqui em nosso trabalho faremos referência sempre ao gradiente no volume ( $x \gg 100\mu m$ ), onde o perfil é praticamente linear .

Embora existam diferenças entre os perfis para um mesmo campo inicial, mas estabelecido de maneiras diferentes (Figuras 4.6 e 4.7), a variação com o campo reduzido é praticamente a mesma. Isto vale também para a amostra Nb1T (Fig. 4.9), com a diferença de que aí os gradientes de campo são bem menores.

O gradiente diminui inicialmente (Fig. 4.8) com o aumento de  $b$  . Próximo de  $B_{c2}$  há novamente um aumento (região do efeito de pico) para depois cair rapidamente em  $B_{c2}$  .

O mesmo comportamento que acabamos de descrever para os perfis foi encontrado por Bodmer/57/, em amostra de  $Nb_{66}Ta_{34}$  , com 16% de deformação plástica, utilizando o método A.C. de Campbell/58/ .

Damos logo abaixo uma tabela contendo valores calculados da densidade de corrente crítica na superfície ( $I_S$ ), o valor médio na região próxima a superfície ( $\bar{J}_L$ ) e o valor para o volume ( $J_V$ ) (ver seção 3.2) . Estes dados referem-se a amostra Nb3TD , para campos crescentes, na temperatura de 4.14 K .

$b_0$	$B_0$ (G)	$I_S$ (A/cm)	$\bar{J}_L$ ( $10^2 A/cm^2$ )	$J_V$ ( $10^2 A/cm^2$ )
0.34	1022.	14.1	19.4	11.6
0.49	1465.	11.4	9.9	5.3
0.61	1821.	9.6	6.9	3.4
0.82	2451.	7.0	4.0	1.9
0.97	2905.	9.6	6.4	3.8

Um importante resultado foi mostrado por Cullen e outros/59//60/, ao estabelecerem que as correntes críticas inferidas das medidas de magnetização são consistentes com os valores medidos diretamente por corrente de transporte. Este fato confere maior significação (prática) aos dados da tabela acima .

Os tratamentos teóricos utilizados em geral, no estudo do estado crítico, são eletrodinâmicos. Contudo, argumentos baseados na microestrutura do arranjo das linhas de fluxo podem ser de grande utilidade. A seguir damos uma explicação, apenas qualitativa, dos perfis observa -

dos.

Próximo de  $H_{c1}$  temos uma maior efetividade dos centros de pinning, devido a uma menor densidade das linhas de fluxo, o que faz a rede menos rígida, favorecendo as interações que levam ao aprisionamento dos fluxóides, gerando os fortes gradientes observados. O aumento no gradiente, em campos próximos de  $B_{c2}$ , corresponde a região do efeito de pico, já discutido na seção 3.1.1.

#### 4.3.3 - Perfil X Deformação .

Destacamos na Fig. 4.9 a variação do perfil com a deformação, para alguns valores do campo externo, ao longo da curva de magnetização. Notamos de imediato que o gradiente de campo é maior em toda extensão do perfil, para as amostras mais deformadas, desde que comparados entre si para campos externos correspondentes.

O mesmo comportamento do perfil com a deformação é reportado por Bódmer/57/, para uma amostra de  $Nb_{66}Ta_{34}$  em vários estados de deformação ( $\epsilon = 0.07, 0.16, 0.30, 0.60$ ).

#### 4.3.4 - Força de pinning volumétrica ( $P_v$ ) .

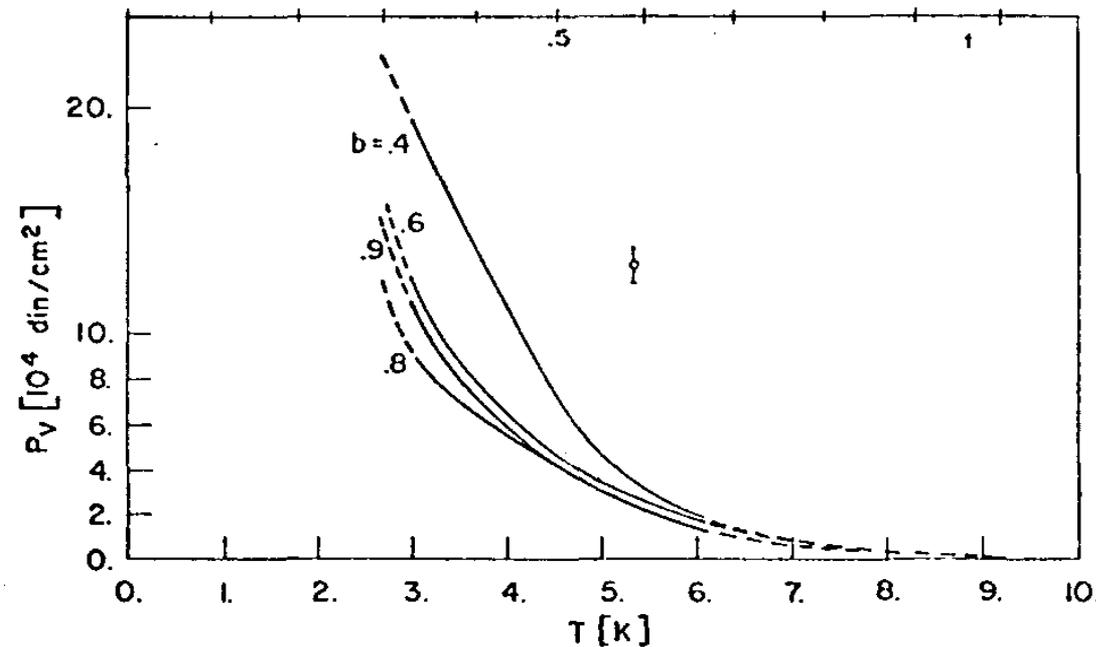
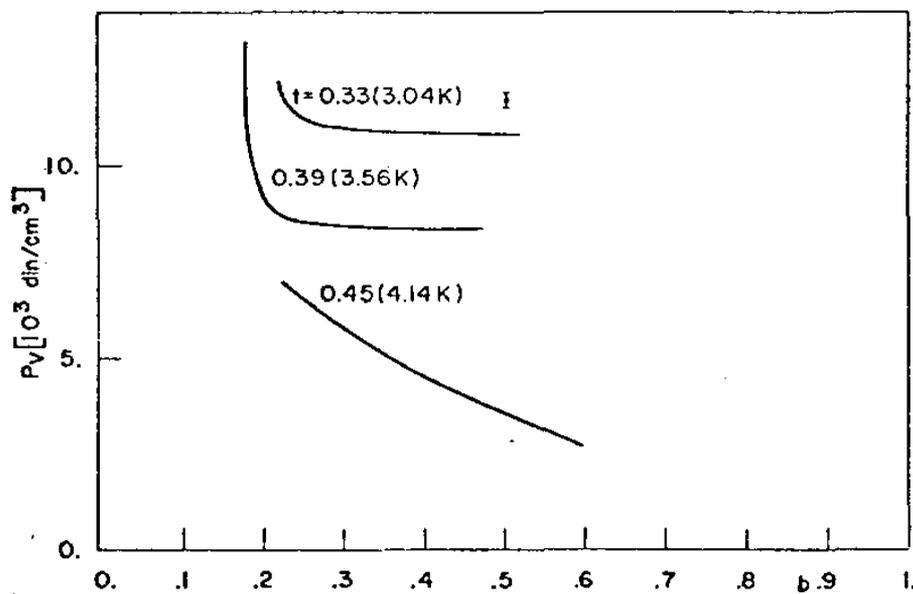
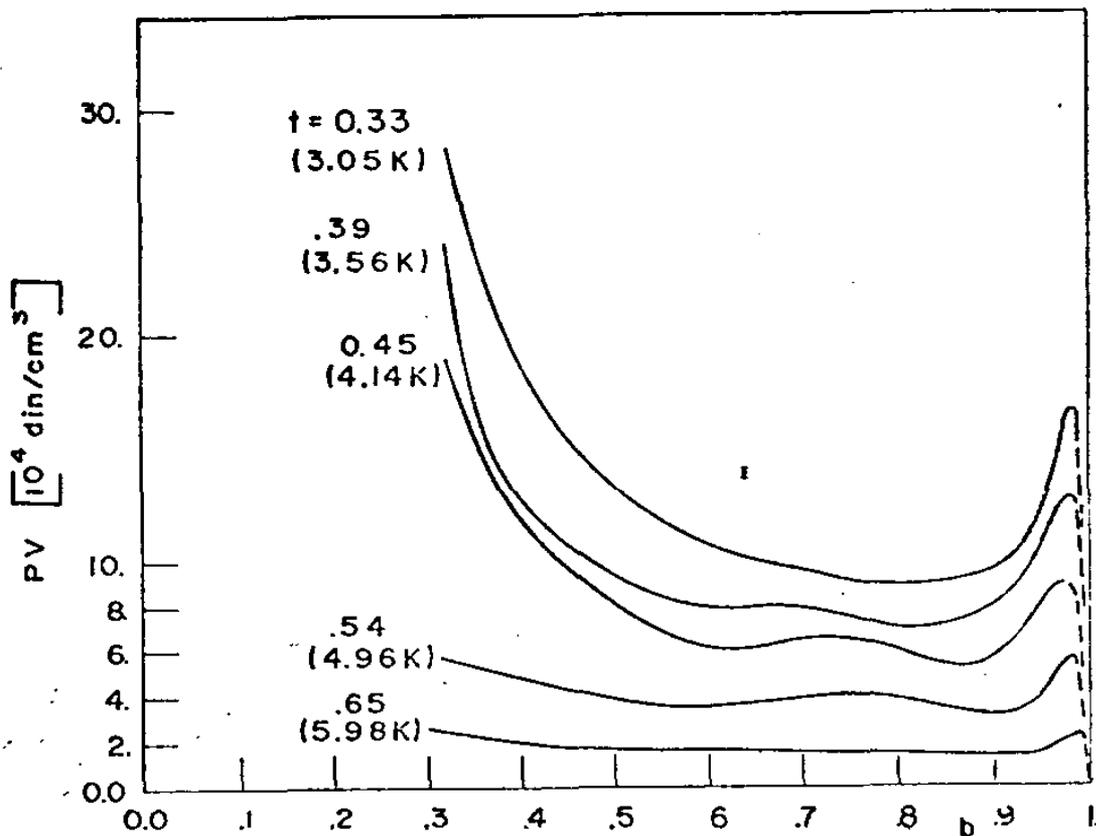
A força de pinning no volume ( $P_v$ ), para a amostra deformada (Fig. 4.10), possui um comportamento semelhante para as várias temperaturas em toda extensão medida, que vai de  $b_0 = 0.3$  até  $b_0 \approx 1$ . Próximo de  $b_0 = 1$  existe um máximo, associado ao efeito de pico (seção 3.1.1).

A Fig. 4.11 mostra  $P_v$  X  $b$  em algumas temperaturas, para a amostra sem deformação (Nb1T). Pelo fato de quase não existir histerese na curva de magnetização (bem reversível), a tomada de medidas ficou limitada apenas a poucos campos, próximos de  $H_{c1}$ . Esta Fig. mostra o que poderíamos chamar de comportamento da força de pinning inicial, devido a não homogeneidades ainda presentes no cristal, mesmo depois de tratado.

Comparando as curvas das Figuras 4.10 e 4.11 (observar que os fatores de escala são diferentes) notamos que  $P_v$  é aumentada mais ou menos de um fator 10, depois da deformação plástica ( $\epsilon = 0.12$ ).

A variação de  $P_v$  com a temperatura, considerando  $b$  fixo é aproximadamente linear para temperaturas mais baixas, curvando-se positivamente para temperaturas mais próximas de  $T_c$  (Fig. 4.12). A parte medida da curva é apenas a de linha cheia ( $0.33 < t < 0.65$ ).

Os resultados descritos acima encontram boa concordância com a literatura/33//2/. Com o trabalho de Zerweck/2/ nossas comparações são apenas qualitativas pois ele fez medidas em monocristal de Pb-In(5%).



#### 4.3.5 - Força de pinning elementar ( $P_L$ ) .

Aqui foram utilizados os valores de  $C_{11}$ ,  $C_{44}$  e  $C_{66}$  como foi mencionado atrás.

O comportamento de  $P_L$  com o campo e a temperatura é visto nas Figuras 4.13 e 4.14. Comparações com o trabalho de Freyhardt/61//62/, também efetuado com monocristais de Nb deformados, mostram boa concordância quantitativa (95%) para os valores de  $P_L$ . Contudo, nossos valores não seguem uma variação bem linear com  $b$  e  $t$ , como os reportados nestes trabalhos. O tipo de variação com o campo reduzido que encontramos se assemelha ao de Good e Kramer/33/, que também mediram monocristais de Nb. Quantitativamente seus resultados concordam com os nossos em torno de 80% .

O desvio positivo, com respeito a uma reta, na vizinhança de  $Bc_2$ , certamente deve estar ligado ao efeito de pico, onde, pela sugestão de Pippard/42/, os centros de pinning são mais eficazes, devido a um "relaxamento" na rede de fluxóides ( $C_{66} \rightarrow 0$ ) . Como consequência, a força de pinning elementar cresce nesta região. Na verdade, Schlump, Freyhardt e Nembach/62/ , parecem não incluir o efeito de pico em seus resultados.

Para calcular o valor máximo da força de pinning elementar ( $p_m$ ), entre uma linha de fluxo e uma deslocação, precisamos conhecer a densidade ( $N$ ) destes defeitos no material, e utilizar a relação (seção 1.2.6) :  $P_L = \sqrt{N} p_m$  . De acordo com Bowen e outros/39/, a densidade média de deslocações no plano de deslizamento é da ordem de  $10^9 \text{ cm}^{-2}$  para o Nb deformado em torno de 10%. Assim, considerando  $P_L \sim 10^{-2} \text{ din/cm}$ , encontramos  $p_m \sim 10^{-7} \text{ din/cm}$ , que coincide perfeitamente com o valor citado por Freyhardt,

#### 4.3.6 - Influência da Deformação .

A deformação plástica introduz defeitos (deslocações) na rede cristalina. Estes interagem com as linhas de fluxo, impedindo seu livre movimento pelo interior do material, daí criando um gradiente na distribuição do campo  $B$  .

Algumas teorias e mecanismos propostos para o cálculo da força de interação entre as linhas de fluxo e as deslocações já foram apresentadas na seção 1.2.6 . Vimos também (seção 2.2) que tanto para a amostra Nb1TD ( $\epsilon = 0.05$ ) como para Nb3TD ( $\epsilon = 0.12$ ), foi alcançado apenas o estágio I da curva de tensão X deformação . De acordo com Bowen e outros/39/ este estágio consiste principalmente de deslocações de cunha e multipolos, arranjados em trançados irregulares ou em barreiras :

Na Fig. 4.15 apresentamos um gráfico de  $P_v \times b$  ( $T = 4.14 \text{ K}$ ), onde

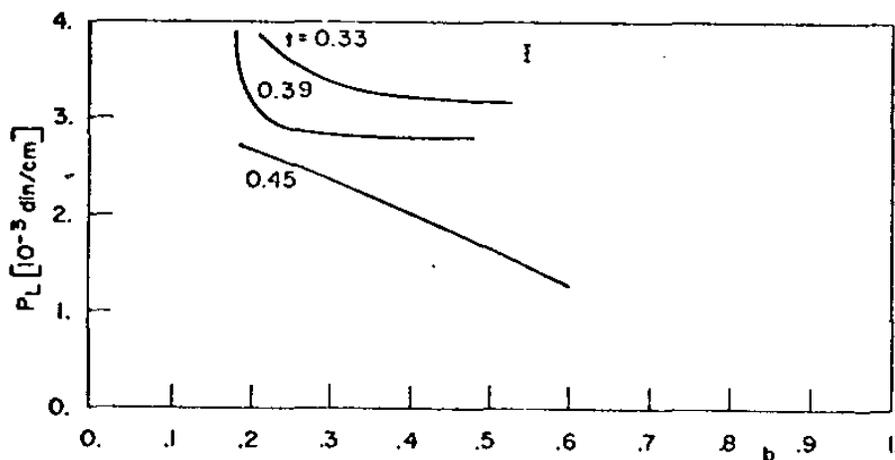


Fig. 4.13

Valor inicial da  
força de pinning  
elementar. Amostra:  
Nb1T .

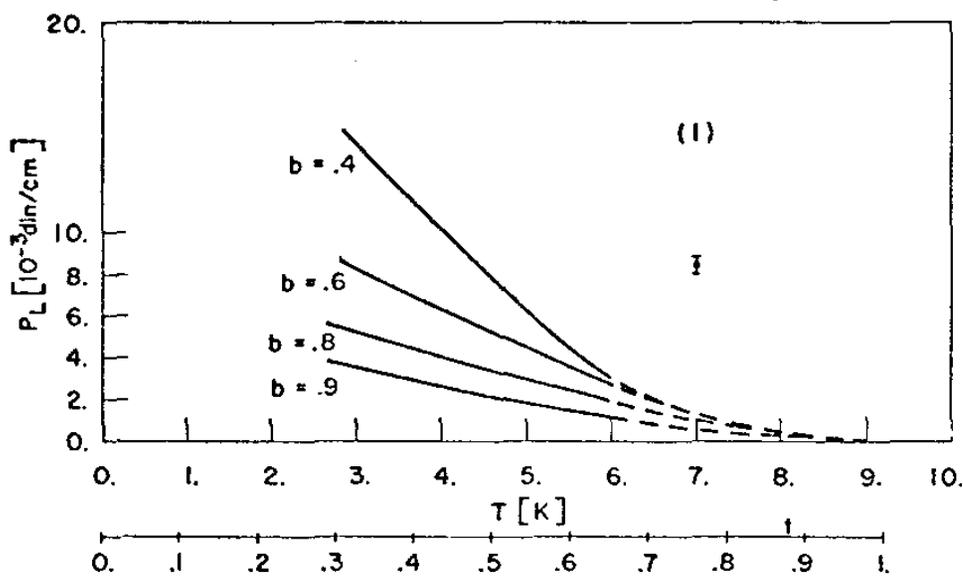
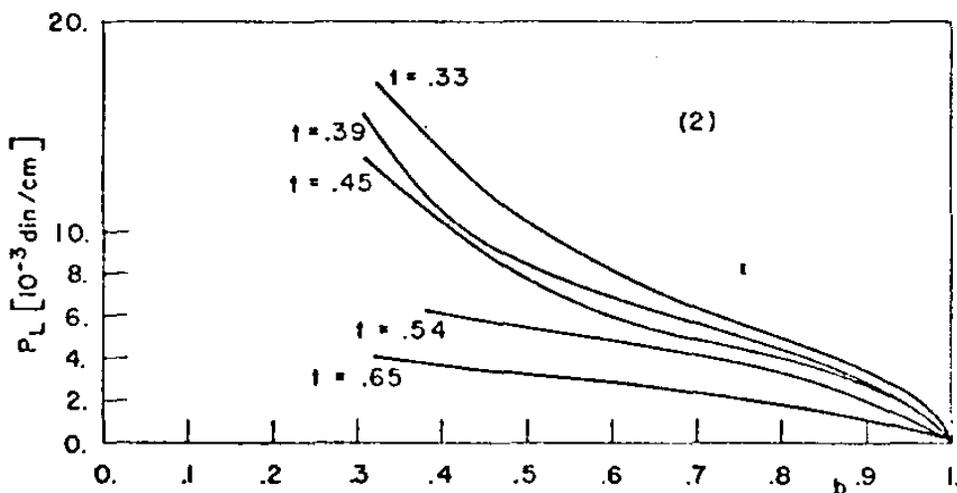


Fig. 4.14

Força de pinning  
elementar na depen-  
dência com a tempe-  
ratura (1) e na  
dependência com o  
campo reduzido (2) -  
Amostra: Nb3TD .



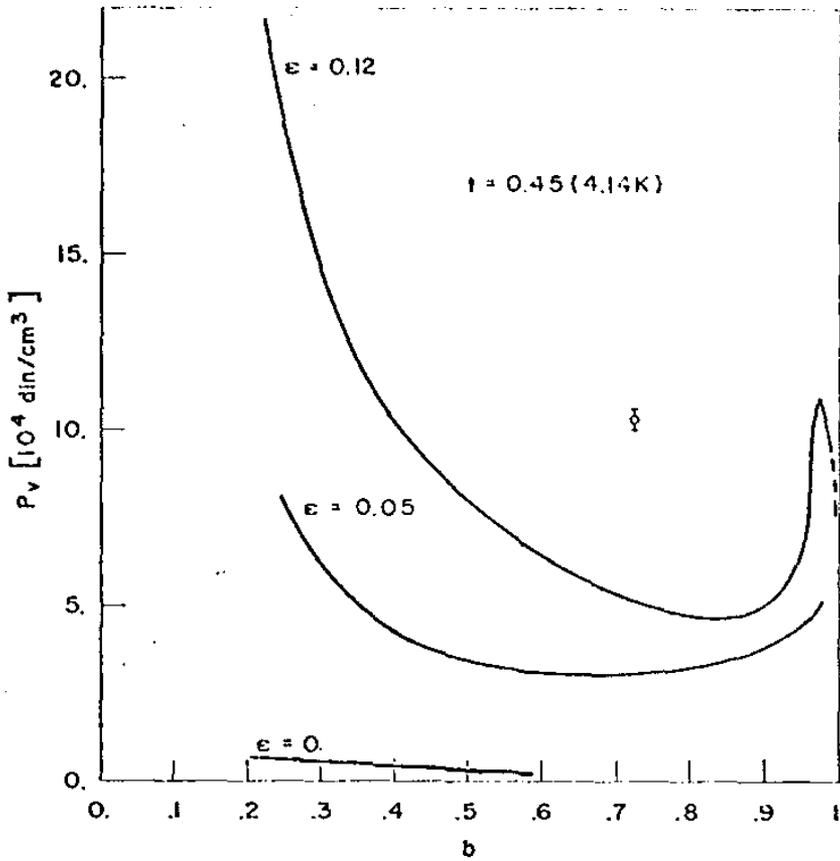


Fig. 4.15

Força de pinning volumétrica para três estados diferentes de deformação .

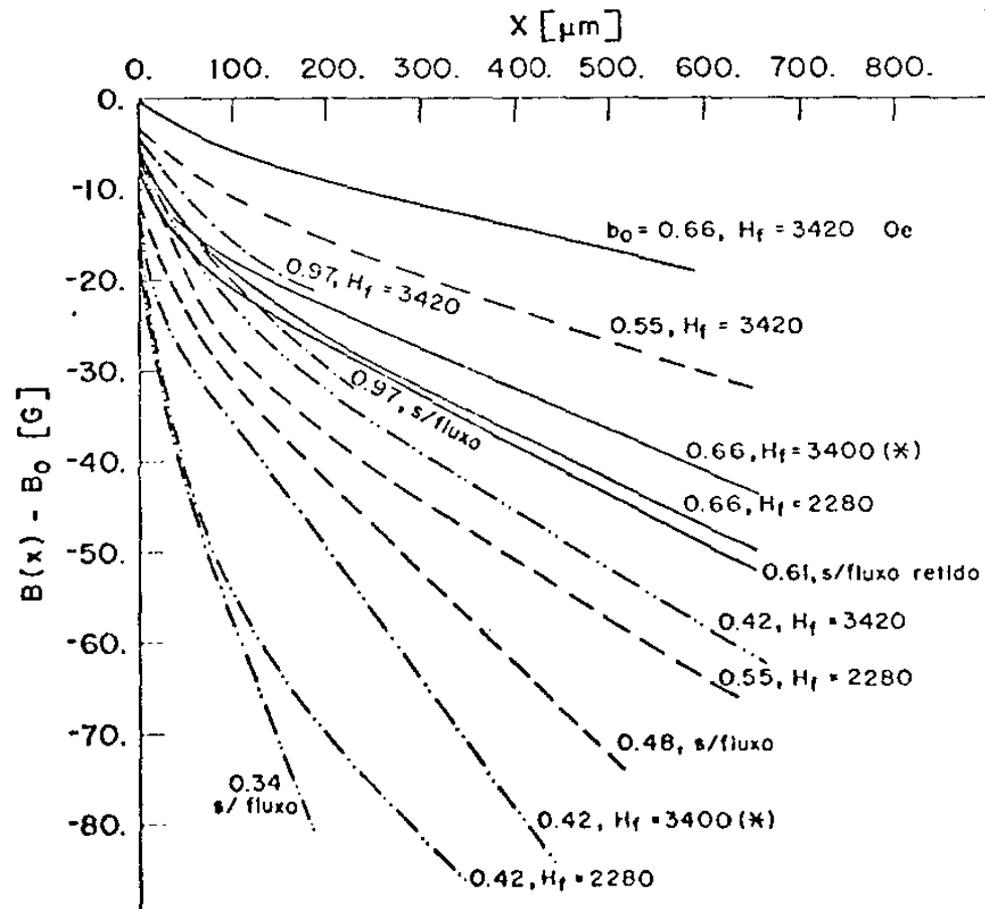


Fig. 4.16

Perfil de campo para vários "caminhos magnéticos", e vários campos externos. O tracejado diferente procura destacar as curvas referentes a um mesmo campo externo, ou ao valor mais próximo disponível . (Nb3TD)

tres estados de deformação ( $\epsilon = 0.0, 0.05, 0.12$ ) são considerados em conjunto, para evidenciar a influência positiva das deslocções, no aumento da força de pinning volumétrica. Para campos  $b < 0.5$  acentua-se mais a influência do aumento da deformação. A mesma sugestão feita na seção 4.3.2, para a causa de uma maior eficácia dos centros de pinning em campos baixos (pequena densidade de linhas de fluxo), aplica-se também aqui. De fato, isto explicaria a maior sensibilidade em campos baixos para uma certa variação na densidade de deslocções.

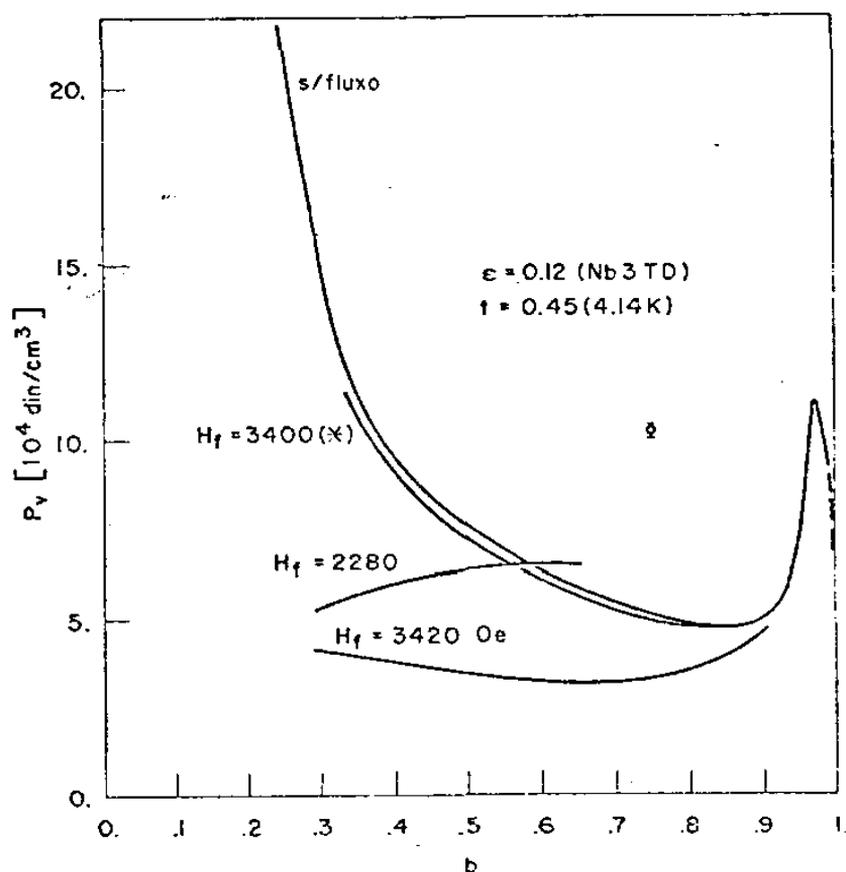


Fig. 4.17

Força de pinning volumétrica para quatro caminhos magnéticos diferentes. (Nb3TD)

Os perfis da fig. 4.9 mostram de outra maneira a mesma influência da deformação, referida no parágrafo anterior.

Valores típicos para a força elementar  $P_L$ , calculados em torno de  $b = 0.4$  são:  $1.0 \times 10^{-2}$ ,  $5.0 \times 10^{-3}$ ,  $1.9 \times 10^{-3}$  din/cm, respectivamente para os estados de deformação:  $\epsilon = 0.12, 0.05, 0.0$ .

O comportamento qualitativo dos perfis e da força de pinning com a deformação, concorda muito bem com aquele que pode verificar na literatura/57//2/ onde, entretanto, as medidas são feitas em outros materiais.

### 4.3.7 - Influência da história magnética .

Recentemente tem aparecido algumas publicações/53//54//63/ onde a influência da história magnética é pesquisada, e onde são expostas algumas opiniões a respeito.

Em nosso trabalho observamos, através dos perfis de campo (Fig. 4.16) e da força  $P_v$  (Fig. 4.17), que existe a influência da história magnética em monocristal de Nb, deformado plasticamente. Em amostras menos deformadas foi menor este efeito.

Pesquisamos esta influência estabelecendo o mesmo campo externo ( $b_0$ ), através de diferentes caminhos magnéticos, anotados no final de cada curva da Fig. 4.16 e explicados a seguir.

Quando escrevemos "s/ fluxo" estamos nos referindo ao estado magnético da amostra que foi inicialmente aquecida, acima de  $T_c$  ( $H_a = 0$ ), para garantir um estado "virgem", sem fluxo retido. Em seguida, a temperatura foi fixada (4.14 K) e o campo crescido sucessivamente até os vários pontos, onde foram percorridos os pequenos lupos de histerese como ilustra a Fig. 4.18. Registramos neste caso apenas a curva correspondente a parte decrescente do ciclo de histerese ( $\Delta H \downarrow$ ).

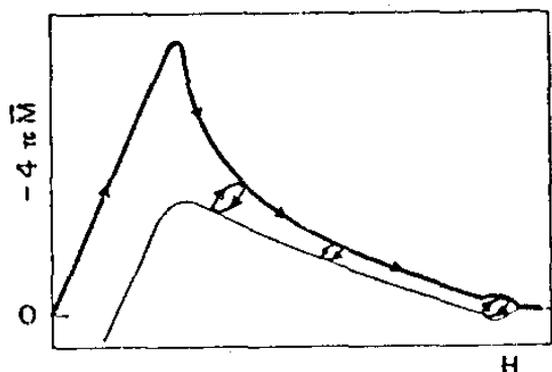


Fig. 4.18

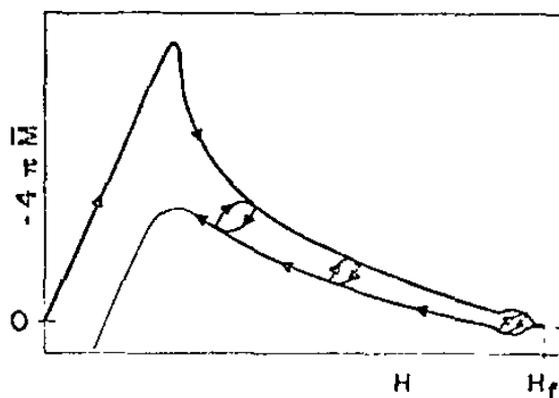


Fig. 4.19

A fig. 4.19 mostra outro tipo de caminho magnético. Após o aquecimento, para deixar a amostra "virgem", é crescido o campo aplicado até um certo valor  $H_f$ , e, em seguida, decrescido sucessivamente, percorrendo em vários pontos os pequenos lupos de histerese. Fizemos medidas para dois valores de campo final:  $H_f = 3420 \text{ Oe} > H_{c2}$  e  $H_f = 2280 \text{ Oe} = 0.75 H_{c2}$ , registrando apenas as curvas correspondentes a parte crescente do ciclo ( $\Delta H \uparrow$ ). Claro, que para o último valor de  $H_f$ , fizemos medidas apenas para  $H_a < 2280 \text{ Oe}$ .

Um terceiro tipo de caminho magnético, semelhante ao da Fig. 4.18, foi também realizado e consta das curvas marcadas com asterisco "\*". A diferença consiste em que neste último caso a amostra já possuía inicialmente um campo remanente (520 G), resultante da elevação de  $H_a$  até um campo acima de  $H_{c2}$  ( $H_f = 3400 \text{ Oe}$ ) e subsequente decréscimo até um

certo ponto da reta diamagnética ( $H_a < H_{c1}$ ). A partir daí foi então seguido o mesmo caminho descrito na Fig. 4.18, percorrendo os pequenos lupos de histerese para a medida das curvas de susceptibilidade diferencial .

Na Fig. 4.16 os tracejados diferentes procuram destacar as curvas referentes a um mesmo campo externo, para diferentes caminhos magnéticos. Para o caso "s/ fluxo" não tínhamos perfis retirados em campos externos coincidentes com aqueles dos outros caminhos magnéticos, daí apresentarmos os perfis para campos um pouco menores ( $\sim 8\%$ ). Todos os perfis, com excessão daqueles "s/ fluxo", estão invertidos para melhor efeito de comparação. Os gradientes estabelecidos por aquele caminho magnético ilustrado na Fig. 4.19, fazem com que  $B(x) - B_0 > 0$ , ou seja, a densidade de campo cresce radialmente no sentido do eixo da amostra.

Os maiores gradientes de campo ocorreram para a amostra sem fluxo retido e os menores para o caso de  $H_f = 3420$  Oe. Essas comparações são bem realçadas na Fig. 4.17, onde fizemos os gráfico de  $P_v \times b$  para as quatro diferentes "histórias magnéticas" a que submetemos a amostra.

Pelas nossas medidas, podemos concluir que a existência de campo retido inicialmente no material faz com que obtenhamos menores gradientes quando aplicamos novo campo externo, ou, em outros termos, parece que a eficácia dos centros de pinning fica diminuída. Outro detalhe importante a mencionar é que parece haver a influência do tipo de distribuição do campo já existente no interior da amostra, quando vamos retirar uma nova curva, isto é, o fato da densidade de campo crescer ou decrescer da superfície para o interior oferece situações diferentes que devem ser consideradas no cálculo .

A dependência da história magnética com o campo se acentua a medida que se aproxima de  $H_{c1}/53/$ . Entretanto, encontramos que esta dependência se estende até a vizinhança de  $H_{c2}$ , ainda que seja menor o efeito.

Concluindo, deixo algumas sugestões que resultaram da análise de minhas medidas e do conhecimento de outros trabalhos sobre o assunto:

1 - As linhas de fluxo retidas após um acréscimo no campo aplicado e subsequente decréscimo, devem ficar aprisionadas nos emaranhados de deslocções (defeitos), constituindo localmente pequenos arranjos semelhantes aos grãos em uma estrutura policristalina, entretanto apartados uns dos outros de acordo com a distribuição dos defeitos. Quando então o campo externo é aumentado novamente as novas linhas de fluxo que penetram no material encontram mais facilidade para "deslizar" entre esses "grãos", diminuindo assim a eficácia dos centros de

pinning.

2 - A força de Friedel ( $P_v$ ) deve certamente ser reconsiderada , a fim de envolver grandezas não locais, de modo que seja dependente de interações mais distantes.

3 - Os defeitos da rede de fluxóides/20/ devem ter uma influência importante na história magnética .

. . .

### CONCLUSÃO

Neste trabalho, acreditamos ter contribuído, com bons resultados experimentais, destacando a influência da história magnética que nem sempre é considerada nos modelos e teorias para o estado crítico, nos supercondutores tipo II. Em particular fizemos algumas medidas originais, e determinações quantitativas (gradientes de campo, forças de pinning) que evidenciaram a influência da história magnética em amostras deformadas de monocristal de Nióbio. Diferentes caminhos magnéticos podem produzir variações de até 4 vezes (ver Fig. 4.17) no valor da força de pinning volumétrica, para campos mais próximos de  $H_{c1}$ .

Tendo em vista que uma das grandes aplicações do supercondutor tipo II trata-se do transporte de altas correntes, onde também se fazem presentes altos campos externos, o correto conhecimento da influência da história magnética poderá melhorar consideravelmente a eficiência no transporte de mais altas correntes, pela indicação do melhor caminho para estabelecer o ponto de operação.

Também confirmamos a forte influência da deformação plástica no aumento da força de pinning, devido aos arranjos de deslocações introduzidos no material.

Tivemos a oportunidade de estender a aplicação do método de Zerweck (seção 1.3.2), para a determinação rápida e simples do perfil de campo, que se estabelece no interior do material ( $x \ll R$ ), sob ação de um campo externo aplicado.

Por fim, fazemos referência aos programas de análise das medidas, que escrevemos de forma bem geral, e se acham documentados, podendo vir a ser úteis em outras ocasiões, mesmo por outros pesquisadores.

\* \* \*

REFERÊNCIAS

- /1/ Fietz, W.A., Rev. Sci. Instr., 36, 1621 (1965)
- /2/ Zerweck, G., Phil. Mag., 27, 197 (1973)
- /3/ Bean, C.P., Phys. Rev. Lett., 8, 250 (1962)
- /4/ Kim, Y.B., Hempstead, C.F., e Strnad, A.R., Phys. Rev., 129, 528 (1963);  
Phys. Rev. Lett., 9, 306 (1962)
- /5/ Lynton, E.A., Superconductivity, John Wiley and Sons, New York (1969)
- /6/ Maki, K., Physics, 1, 21 (1964a); Idem, 1, 127 (1964b)
- /7/ Shubnikov, L.W., Sotkevich, N.I., Shepelev, J.D., e Riabinin, J.N., J.E.P.  
T. (URSS), 7, 221 (1937)
- /8/ Parks, R.D., ed., Superconductivity (2 vol.), Marcel Dekker INC.,  
New York (1969)
- /9/ Abrikosov, A.A., Sov. Phys. JETP, 5, 1174 (1957)
- /10/ Kleiner, W.H., Roth, L.H., e Autler, S.H., Phys. Rev. A, 133, 1226 (1964)
- /11/ Matricon, J., Phys. Lett., 9, 289 (1964)
- /12/ Cribier, D., Jacrot, B., Madhov Rao, L., e Farnoux, B., Phys. Lett., 9,  
106 (1964)
- /13/ Essmann, U., e Träuble, H., J. Sci. Instr., 43, 344 (1966); Phys. Lett.,  
24A, 526 (1967)
- /14/ Obst, B., Phys. Lett. A, 28, 662 (1969)
- /15/ Saint-James, D., e de Gennes, P.G., Phys. Lett., 7, 306 (1963)
- /16/ French, R.A., Cryogenics, 7, 52 (1967)
- /17/ Kumpf, U., Phys. Stat. Sol., 44, 829 (1971)
- /18/ Auer, J., e Ullmaier, H., Phys. Rev. (b), 7, 136 (1973)
- /19/ Labusch, R., Phys. Lett., 22, 9 (1966)
- /20/ Träuble, H., e Essmann, U., Phys. Stat. Sol., 18, 813 (1968a); Idem, 25,  
373; J. Appl. Phys., 39, 4052 (1968b)
- /21/ Campbell, A.M., e Evetts, J.E., Adv. Phys., 21, 199 (1972) - Ver este  
grande artigo de revisão para obter referências.
- /22/ Friedel, J., de Gennes, P.G., e Matricon, J., Appl. Phys. Lett., 2,  
119 (1963)
- /23/ Anderson, P.W., Phys. Rev. Lett., 9, 309 (1962)
- /24/ Brito, A.S., Tese de Mestrado, UNICAMP (1977) - Ver este trabalho  
para obter referências.
- /25/ Labusch, R., Phys. Stat. Sol., 19, 715 (1967); Phys. Stat. Sol., 32,  
439 (1969)
- /26/ Leibfried, G., Handb. Phys., VII-1, Springer Verlaq, (1955) (pág. 185ff)
- /27/ Zerweck, G., Phys. Stat. Sol. (b), 78, K15 (1976)
- /28/ Brandt, E.H., Phys. Stat. Sol. (b), 77, 551 (1976)

- /29/ Proceedings on the International Discussion Meeting on Flux Pinning in Superconductors, Akademie der Wissenschaften, Göttingen, Distribuído por: E. Goltze KG, D-34 Göttingen, Stresemannstr. 28, Germany (1974) - Nesta publicação encontra-se uma exposição geral das principais experiências e teorias sobre "pinning". Em especial citamos os artigos de H. Kronmüller, A.M. Campbell e H.C. Frevhardt .
- /30/ Labusch, R., Crvstal Lattice Defects, 1, 1 (1969)
- /31/ Lowell, J., J. Phys. C, 3, 712 (1970)
- /32/ Yamafuji, K., e Irie, F., Phys. Lett. A, 25, 387 (1967)
- /33/ Good, J.A., e Kramer, E.J., Phil. Mag., 22, 329 (1970)
- /34/ Kim, Y.B., e Stephen, M.J., in Superconductivity, Parks, R.D., ed., New York, Marcel Dekker INC., (1969)
- /35/ Pinatti, D.G., e Dainesi, C.R., 2º Congresso Brasileiro de Eng. e Ciência dos Materiais, São Carlos - SP (1976)
- /36/ Stout, J.W., e Guttman, L., Phys. Rev., 88, 703 (1952)
- /37/ Ver referências /24/ e /50/ para informações sôbre gases em Nb
- /38/ Bowen, D.K., e Christian, J.W., Phil. Mag., 12, 369 (1965)
- /39/ Bowen, D.K., Christian, J.W., e Taylor, G., Can. J. Phys., 45, 903 (1967)
- /40/ Schmid e Boas, Plasticity of Crystals, Chapman e Hall LTD., London (1968) - Texto clássico, onde são analisadas as propriedades plásticas dos cristais;  
Mitchell, T.E., Foxall, R.A., e Hirsch, P.B., Phil. Mag., 8, 1895 (1963) - Neste artigo é analisado com detalhe todo o processo de deformação plástica em monocristal de Nióbio.
- /41/ Kramer, E.J., Proc. Int. Disc. Meet. on Flux Pinn. in Superc., Sonnenberg, Germany (1974), (Akademie der Wissenschaften, Göttingen, 1975) - Este artigo faz uma boa revisão, com referências, sobre os mecanismos propostos por vários autores e alguns resultados experimentais, concernentes ao efeito de pico .
- /42/ Pippard, A.B., Phil. Mag., 19, 220 (1969)
- /43/ Brandt, E.H., Comm. Phys., 1, 57 (1976)
- /44/ Ostle, B., Statistics in research, The Iowa State College Press (1954)
- /45/ Hildebrand, F.B., Introduction to Numerical Analysis, McGraw-Hill, New York (1956)
- /46/ Becker/Sauter, Theorie der Elektrizität, B.G. Teubner Verlags
- /47/ Esta função foi sugerida pelo prof. G. Zerweck, baseado em argumentos que se apoiam nas idéias que Brandt expõem no artigo da ref. /43/
- /48/ Finnemore, D.K., Stromberg, T.F., e Swenson, C.A., Phys. Rev., 149, 231 (1966)

- /49/ Maki, K., e Tsuzuki, T., Phys. Rev., 139, A868 (1965)
- /50/ Moehlecke, S., Tese de Mestrado, UNICAMP (1974)
- /51/ Goodman, B.B., IBM Journal, 6, 62 (1962)
- /52/ Kittel, C., Int. Sol. State Phys., 4a. ed., John Wiley and Sons, New York (1971)
- /53/ Rollins, R.W., K pfer, H., e Gev, W., J. Appl. Phys., 45, 5392 (1974)
- /54/ Das Gupta, A., Gev, W., Halbritter, J., K pfer, H., e Yasaitis, J.A., J. Appl. Phys., 47, 2146 (1976)
- /55/ Eckert, D., e Handstein, A., Phys. Stat. Sol. (a), 37, 171 (1976)
- /56/ Zerweck, G., Brito, A.S., e de Lima, O.F., Congresso da Soc. Alem  de F sica, M nster - Westfalen (1977)
- /57/ Bodmer, A., Dr. rer. nat. (tese), Stuttgart, Germany (1976)
- /58/ Campbell, A.M., J. Phys. C, 2, 1492 (1969)
- /59/ Cullen, G.W., Cody, G.D., e McEvoy, J.P., Phys. Rev., 132, 577 (1963)
- /60/ Cody, G.D., Cullen, G.W., e McEvoy, J.P., Rev. Mod. Phys., 36, 95 (1964)
- /61/ Frevhardt, H.C., Phil. Mag., 23, 345 (1971)
- /62/ Schlump, W., Frevhardt, H.C., e Nembach, E., Acta Met., 20, 257 (1972)
- /63/ Schafe, L.M., Rossiter, P.L., e Rachinger, W.A., Phys. Stat. Sol. (b), 74, 785 (1976)
- /64/ Kr geloh, U., Phys. Stat. Sol., 42, 559 (1970)

\* \* \*