UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

INSTITUTO DE FÍSICA

Estudo de Irreversibilidades Magnéticas no Supercondutor Granular $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$

LUCIANO DA SILVA BERCHON

Trabalho de conclusão de curso realizado sob a orientação do Dr. Paulo Pureur Neto e coorientação do Dr. Jorge Luiz Pimentel Junior apresentado ao Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, em preenchimento parcial dos requisitos para obtenção do grau de Bacharel em Física.

PORTO ALEGRE

2013

- Trabalho financiado pelo Conselho de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

Este trabalho é dedicado
à minha família.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todas as pessoas que de alguma forma colaboraram para a realização deste trabalho. Gostaria de agradecer em especial:

- Ao Professor Dr. Paulo Pureur pela amizade, pelos ensinamentos tanto experimentais quanto teóricos e pela sua orientação sempre dedicada;

- Ao Professor Dr. Jorge Luiz Pimentel Jr. pela amizade, pela orientação e contribuição a este trabalho;

- Ao Marlon Hneda e a Dr. Rosângela Menegotto pela amostra utilizada nesse trabalho;

- Aos Professores Dr. Jacob Schaf, Dr. Gilberto Fraga e Dr. Mário Baibich pela amizade, pelas discussões e pelo convívio;

- Ao Fabiano Mesquita da Rosa pela grande ajuda e pelas inúmeras discussões sobre esse trabalho e outros assuntos nem sempre de cunho científico;

- Aos colegas de laboratório pela ajuda, pelas discussões e por criarem um bom ambiente de trabalho;

- Ao Rogério Nunes Wolf pela amizade constituída durante estes anos e por sempre buscar solucionar os problemas dos alunos junto ao Instituto de Física;

- Aos amigos de casa de estudante, em especial ao Junior Giacobbo e ao Rafael Pergher por me aturarem durante essa jornada;

- Aos amigos Duda, Juliano, Evandro e André que são grandes responsáveis por essa conquista;

- À família Oliveira, em especial ao seu Edu que sempre torceu por mim e certamente está feliz esteja onde estiver;

- À minha madrinha Necke, que não pôde esperar pra ver seu afilhado formado, mas sempre me deu forças pra continuar;

- Aos meus avós que sempre fizeram tudo pra que eu fosse uma pessoa cada vez melhor;

- À minha família pelo apoio, sempre me incentivando a não desistir de meus objetivos e mesmo com todos os problemas (e não foram poucos) e eventuais brigas durante esse tempo, sempre nos mantivemos unidos;

- Ao meu amor, Vivi, pela confiança, pela compreensão com relação às inúmeras vezes que priorizar a faculdade, mas principalmente pelo amor, carinho e apoio nas horas difíceis.

RESUMO

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de uma rotina de controle e automação de um equipamento baseado num método AC para medidas de resistividade e de magnetorresistência em função da temperatura. Este desenvolvimento é aplicado a uma investigação experimental da magnetorresistividade e da linha de irreversibilidades magnéticas do supercondutor granular de alta temperatura crítica $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$. As medidas de transporte foram realizadas com campo aplicado variando entre 1 Oe e 200 Oe. Os estudos do comportamento resistivo nas proximidades da transição ao estado supercondutor revelam uma transição ao estado de resistência nula em duas etapas. Inicialmente observa-se, à medida que a temperatura decresce, o estabelecimento da supercondutividade no interior dos grãos da amostra. Posteriormente, em temperaturas próximas ao estado de resistência nula, a supercondutividade é estabelecida ativando as ligações fracas entre os grãos da amostra. A transição resistiva é fortemente afetada e dependente da intensidade do campo magnético aplicado. A linha de irreversibilidades magnéticas é estudada através de medidas de transporte elétrico. O comportamento da linha de irreversibilidades magnéticas, na região de campos magnéticos utilizada, segue uma linha do tipo Almeida-Touless. A interpretação física da linha de irreversibilidades magnéticas é discutida com base no modelo vidro supercondutor. Tal modelo parte do princípio da existência de um arranjo desordenado de grãos supercondutores fracamente acoplados via efeitos de proximidade ou efeito Josephson.

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS ..... **II**

RESUMO ..... **III**

ÍNDICE ..... **IV**

ÍNDICE DAS FIGURAS ..... **VI**

ÍNDICE DAS TABELAS ..... **X**

INTRODUÇÃO **1**

CAPÍTULO 1. OS SUPERCONDUTORES DE ALTA TEMPERATURA CRÍTICA **3**

1.1 HISTÓRICO 3

1.2 EFEITO MEISSNER 5

1.2.1 Supercondutores do tipo I *5*

1.2.2 Supercondutores do tipo II *6*

1.2.2.1 O sistema $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 7

1.2.2.2 Propriedades eletrônicas 9

1.2.2.2.1 Resistividade no estado normal 9

1.2.2.2.2 Efeitos na transição resistiva 10

CAPÍTULO 2. IRREVERSIBILIDADES MAGNÉTICAS NOS SUPERCONDUTORES DE ALTA TEMPERATURA CRÍTICA **13**

2.1 ENERGIA DE SUPERFÍCIE 13

2.2 A ESTRUTURA DE UM VÓRTICE 14

2.3 A REDE DE VÓRTICES 16

2.4 APRISIONAMENTO DAS LINHAS DE FLUXO MAGNÉTICO 17

2.5 EFEITOS DISSIPATIVOS 18

2.6 EFEITO JOSEPHSON 19

2.7 VÓRTICES INTERGRANULARES 20

2.8 LINHA DE IRREVERSIBILIDADE MAGNÉTICA 21

2.8.1 Vidro supercondutor *23*

CAPÍTULO 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL **25**

3.1 PRODUÇÃO DA AMOSTRA 25

3.1.1 A amostra policristalina de $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$ *25*

3.2 TÉCNICAS DE MEDIDA 27

3.2.1 O Sistema criogênico *27*

3.2.2 O solenóide para produção de campo magnético *28*

3.2.3 A cana *29*

3.2.3.1 O gradiente térmico 31
3.2.4 Equipamento eletrônico *32*
3.3 PROCEDIMENTO DE MEDIDA 35
3.3.1 Contatos elétricos *35*
3.3.2 Resistividade elétrica *36*
3.3.3 Sistemática de medida *37*
CAPÍTULO 4. O SOFTWARE DE CONTROLE 39
4.1 ENTRADA DE PARÂMETROS INICIAIS 42
4.2 SAÍDA DE DADOS 43
4.3 CONFIGURAÇÃO DAS TEMPERATURAS 44
4.4 CONFIGURAÇÃO DO ZERO INICIAL DA MEDIDA 44
4.5 CONFIGURAÇÃO DO LOCK-IN 45
4.5.1 Configuração do step *45*
4.5.2 Configuração da subida/descida *46*
4.6 EXECUÇÃO DA MEDIDA 47
4.7 O CONTROLE AUTOMÁTICO DA TAXA DE VARIAÇÃO DA TEMPERATURA 48
4.8 A DETECÇÃO AUTOMÁTICA DO STEP DA DÉCADA 48
CAPÍTULO 5. LINHA DE IRREVERSIBILIDADES MAGNÉTICAS NO SUPERCONDUTOR GRANULAR $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$ 51
5.1 A TRANSIÇÃO PARA O ESTADO SUPERCONDUTOR 51
5.1.1 A transição resistiva em campo nulo *51*
5.1.2 Comportamento da transição resistiva sob campo aplicado *53*
5.2 DETERMINAÇÃO DA LINHA DE IRREVERSIBILIDADE MAGNÉTICA 56
5.3 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS 61
CAPÍTULO 6. CONCLUSÃO 63
BIBLIOGRAFIA I

ÍNDICE DAS FIGURAS

Figura 1.1 - Transição supercondutora do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ medida por Wu e col (2)..... 4

Figura 1.2 - Evolução da temperatura crítica máxima dos supercondutores 4

Figura 1.3 – Comportamento do fluxo magnético em um supercondutor na fase normal. (b) Expulsão do fluxo magnético no interior de um supercondutor. Efeito Meissner 5

Figura 1.4 – O comportamento (a) da indução magnética em função do campo aplicado; (b) da magnetização em função do campo aplicado e (c) do campo aplicado em função da temperatura para supercondutores do tipo I 6

Figura 1.5 - O comportamento (a) da indução magnética em função do campo aplicado; (b) da magnetização em função do campo aplicado e (c) do campo aplicado em função da temperatura para supercondutores do tipo II 7

Figura 1.6 - Estrutura cristalina da cela unitária do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. A estrutura cristalina dos compostos do tipo $RBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ é obtida pela substituição do átomo de Y por um átomo de terra-rara. 8

Figura 1.7 - Temperatura crítica do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ em função da concentração do oxigênio (10)..... 9

Figura 1.8 - Resistividade elétrica em função da temperatura ao longo dos eixos cristalográficos a, b e c para o $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (11)..... 10

Figura 1.9 - (a) Medida típica da resistividade em função da temperatura no $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. (b) Derivada da transição para o estado supercondutor (12) 11

Figura 1.10 - (a) Curvas de resistividade elétrica em função da temperatura para os campos magnéticos aplicados de 0, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 e 0.5 kOe. (b) Derivada da resistividade em função da temperatura para os mesmos valores de campo magnético (13).. 12

Figura 2.1 - Energia de superfície na interface normal-supercondutor em sistemas (a) do tipo I e (b) do tipo II (19) 14

Figura 2.2 – (a) Estrutura de um vórtice na rede de Abrikosov. (b) Vista superior de um vórtice (14) 15

Figura 2.3 - Variação espacial (a) da densidade de super partículas e (b) da indução magnética em um vórtice (15) 16

Figura 2.4 - Interação entre dois vórtices. A repulsão deve-se às supercorrentes de blindagem, que são antiparalelas na região entre os vórtices (14) 16

Figura 2.5 - Arranjo hexagonal de vórtices num supercondutor do tipo II no estado misto..... 17

Figura 2.6 - Força defletora de Lorentz causada por uma densidade de corrente em uma rede de vórtices (14) 18

Figura 2.7 - Representação esquemática do efeito Josephson (15) 20

Figura 2.8 - Representação dos vórtices no interior de um supercondutor granular (15) 21

Figura 2.9 - Linha de irreversibilidade magnética de uma amostra de $La_{2-x}Ba_xCuO_{4-\delta}$ (16) 22

Figura 2.10 - Diagrama de fase H versus T ilustrando a linha de irreversibilidade magnética (15) 23

Figura 3.1 - Tratamento térmico utilizado nas calcinações da amostra de YBCO-Fe..... 26

Figura 3.2 - Tratamento térmico utilizado na sinterização da amostra de YBCO-Fe 26

Figura 3.3 - Procedimento geral para confecção da amostra policristalina de YBCO-Fe (23) 27

Figura 3.4 - Sistema criogênico utilizado nas medidas de resistividade elétrica do YBCO-Fe (8) 28

Figura 3.5 - Geometria do culote da bobina utilizada para geração de campos magnéticos de grande conformidade (8) 29

Figura 3.6 - Cana de medidas e seus componentes (8) 30

Figura 3.7 - Porta amostra. (a) vista frontal. A linha pontilhada representa a posição do termômetro; (b) vista lateral (8) 31

Figura 3.8 – Resistividade em função da temperatura nos procedimentos ZFC e FC e gradiente observado quando as taxas de variação da temperatura de 3 a 5 K/h são utilizadas 32

Figura 3.9 - Esquema da montagem eletrônica utilizada nas medidas de resistividade elétrica (25) 33

Figura 3.10 - Disposição dos contatos elétricos utilizando a técnica das quatro pontas, onde L é o caminho elétrico entre os terminais de tensão, S é a área transversal da amostra, V são os terminais de tensão e i os terminais de corrente 35

Figura 4.1 - Software antigo em uma medida de resistividade elétrica em função da temperatura 40

Figura 4.2 – Fluxograma simplificado do software de controle da medida de resistividade elétrica 41

Figura 4.3 - Layout do novo software de medidas de resistividade elétrica..... 42

Figura 4.4 - Layout da configuração dos parâmetros iniciais do software..... 43

Figura 4.5 - Layout da criação do arquivo de saída de dados 44

Figura 4.6 - Layout da criação de seqüência de temperaturas 44

Figura 4.7 - Layout da configuração do valor inicial da década 45

Figura 4.8 - Layout da Configuração do Step 46

Figura 4.9 - Layout da configuração da Subida/Descida 47

Figura 4.10 – Medida de resistividade elétrica em função da temperatura utilizando o novo software 47

Figura 4.11 - Circuito anexado ao gerador de rampa para o controle automático da taxa 48

Figura 4.12 - Relação entre o sinal do canal B e o valor de transformação 49

Figura 4.13 - Procedimento para obtenção do valor do Step 50

Figura 5.1 - Comportamento da resistividade elétrica da amostra de YBCO-Fe em função da temperatura em todo o intervalo estudado 52

Figura 5.2 - (a) Comportamento da transição resistiva do YBCO-Fe. (b) Derivada da transição em relação à temperatura 52

Figura 5.3 - Curvas de resistividade elétrica em função da temperatura, nas proximidades da transição para o estado de resistência nula, em baixos valores de campo aplicado 53

Figura 5.4 – Curvas representativas de resistividade elétrica em função da temperatura, nas proximidades da transição para o estado de resistência nula, em diferentes valores de campo aplicado 54

Figura 5.5 - Derivada de resistividade elétrica em relação à temperatura nas proximidades da transição para o estado de resistência nula na presença de campos magnéticos fracos 55

Figura 5.6 – Exemplos típicos da derivada da resistividade elétrica em relação à temperatura nas proximidades da transição para o estado de resistência nula. A inserção permite uma melhor visualização do pico secundário gerado pela presença de campo magnético 55

Figura 5.7 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC 57

Figura 5.8 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC 57

Figura 5.9 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC 58

Figura 5.10 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC 58

Figura 5.11 – Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC..... 59

Figura 5.12 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC..... 59

Figura 5.13 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC..... 60

Figura 5.14 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC..... 60

Figura 5.15 - Resultados experimentais para a linha de irreversibilidades magnéticas na amostra de YBCO-Fe. As barras de erro na determinação de $T_{irr}(H)$ estão representadas 62

ÍNDICE DAS TABELAS

Tabela 3-1 - Massa estequiométrica dos óxidos precursores para obtenção da amostra de YBCO-Fe 25

Tabela 3-2 - Principais equipamentos envolvidos nas medidas de resistividade elétrica 33

Tabela 3-3 - Dimensões da amostra estudada 35

Tabela 3-4 - Conversão da resistividade elétrica em unidades arbitrárias para unidades convencionais 37

Tabela 5-1 - Temperaturas de pico obtidas a partir da derivada da resistividade em função da temperatura, utilizando o procedimento ZFC, em presença de diferentes valores de campos magnéticos aplicados 56

Tabela 5-2 - Temperaturas de irreversibilidades obtidas a partir de medidas de magnetorresistência para os diferentes valores de campos magnéticos aplicados 61

Tabela 5-3 - Valores dos parâmetros ajustados pela equação de Almeida-Thouless 62

INTRODUÇÃO

Após a descoberta da supercondutividade de alta temperatura crítica, uma diversidade de novos materiais supercondutores foi desenvolvida e intensamente estudada. O composto $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) pertence à classe de sistemas genericamente denominada de cupratos supercondutores. Estes compostos apresentam uma estrutura cristalina complexa, onde a principal característica é a presença de planos atômicos de cobre e oxigênio. A esses planos é atribuída a ocorrência da supercondutividade. Entretanto, muitas das propriedades físicas destes materiais necessitam ser melhoradas para viabilizar aplicações tecnológicas.

Os cupratos supercondutores apresentam características que ainda não são completamente entendidas do ponto de vista teórico. Um exemplo é a transição para o estado de resistência nula em materiais granulares.

A forte anisotropia planar verificada nas propriedades físicas destes compostos é devida à sua estrutura cristalina complexa, caracterizada pelos planos atômicos de Cu-O. Este tipo de estrutura favorece o aparecimento de vários tipos de defeitos. Tais defeitos, aliados aos pequenos comprimentos de coerência, se manifestam em diversas propriedades das fases, normal e supercondutora. Os efeitos de granularidade, por exemplo, se manifestam nas propriedades de transporte na fase mista e nas linhas de irreversibilidades magnéticas. A transição resistiva destes materiais é um processo que se desdobra em duas etapas. Inicialmente o estado supercondutor se estabiliza no interior dos grãos que compõem o material. Em seguida ocorre um fenômeno de percolação entre os grãos do material, por tunelamento Josephson ou por efeito de proximidade. Só quando um agregado de grãos acoplados se estabelece em toda a amostra é obtido o estado de resistência nula.

Flutuações termodinâmicas na fase do parâmetro de ordem, que são associadas à estrutura de defeitos, estão fortemente ligadas às irreversibilidades magnéticas. Estes fenômenos irreversíveis podem ser observados em medidas de magnetização e magnetotransporte. Com a aplicação de campos magnéticos fortes, os efeitos de dinâmica de vórtices de Abrikosov intragrãos passam a dominar o comportamento do sistema.

O presente trabalho é dedicado ao estudo das irreversibilidades magnéticas em uma

amostra policristalina de $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$ (YBCO-Fe), utilizando medidas de magnetorresistência. As medidas realizadas em função da temperatura para diferentes valores de campos magnéticos aplicado possibilitam a obtenção de um diagrama H-T, permitindo o estudo detalhado da linha de irreversibilidades magnéticas no sistema estudado.

No capítulo 1 é apresentado um breve histórico e são abordados tópicos genéricos relevantes à supercondutividade, tais como as propriedades eletrônicas e estruturais e ainda tópicos relacionados à natureza inomogênea dos cupratos supercondutores.

No capítulo 2 é apresentada uma revisão dos conceitos teóricos relacionados aos sistemas estudados. É feita uma descrição das propriedades magnéticas dos supercondutores de alta temperatura crítica, colocando em destaque a linha de irreversibilidades magnéticas.

No capítulo 3 realiza-se a descrição dos procedimentos experimentais utilizados na preparação e caracterização de uma amostra de YBCO-Fe. É descrito, ainda, os equipamentos e os procedimentos utilizados nos experimentos.

No capítulo 4 é apresentado o novo software de controle da medida de resistividade elétrica em função da temperatura, onde são comentados os procedimentos para a configuração inicial da medida. Ainda, são comentadas as técnicas utilizadas para automatizar alguns procedimentos.

No capítulo 5 são apresentados os resultados obtidos nas medidas de resistividade elétrica da amostra policristalina de YBCO-Fe.

Por fim, no capítulo 6 são apresentadas as conclusões relevantes obtidas ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

CAPÍTULO 1. OS SUPERCONDUTORES DE ALTA TEMPERATURA CRÍTICA

1.1 HISTÓRICO

A supercondutividade é um fenômeno físico caracterizado pelo desaparecimento da resistividade elétrica abaixo de uma certa temperatura crítica, Tc. Ocorre também a completa expulsão da indução magnética do interior do material em temperaturas inferiores à Tc.

Em 1911, Heike Kamerling Onnes (1), quando estudava o comportamento resistivo dos metais em baixas temperaturas, verificou que a resistividade do mercúrio caía abruptamente quando sua temperatura era aproximadamente 4,2 K. Vários outros sistemas metálicos supercondutores foram descobertos a seguir. No entanto, as baixas temperaturas exigidas para o desaparecimento da resistividade nos metais tornavam essa tecnologia economicamente inviável.

Para reverter essa inviabilidade se começou a buscar materiais com temperatura crítica elevada. Com o passar do tempo encontrou-se materiais que transitavam para o estado supercondutor em temperaturas mais elevadas, até que em 1987, Wu e col. (2) anunciaram a descoberta de um novo composto que se tornava supercondutor acima da temperatura de ebulição do nitrogênio. Esse era um composto óxido que apresentava uma transição supercondutora em surpreendentes 90 K, como mostrado na Figura 1.1. Esse resultado também foi observado quando o ítrio foi substituído pela maioria dos terras-raras.

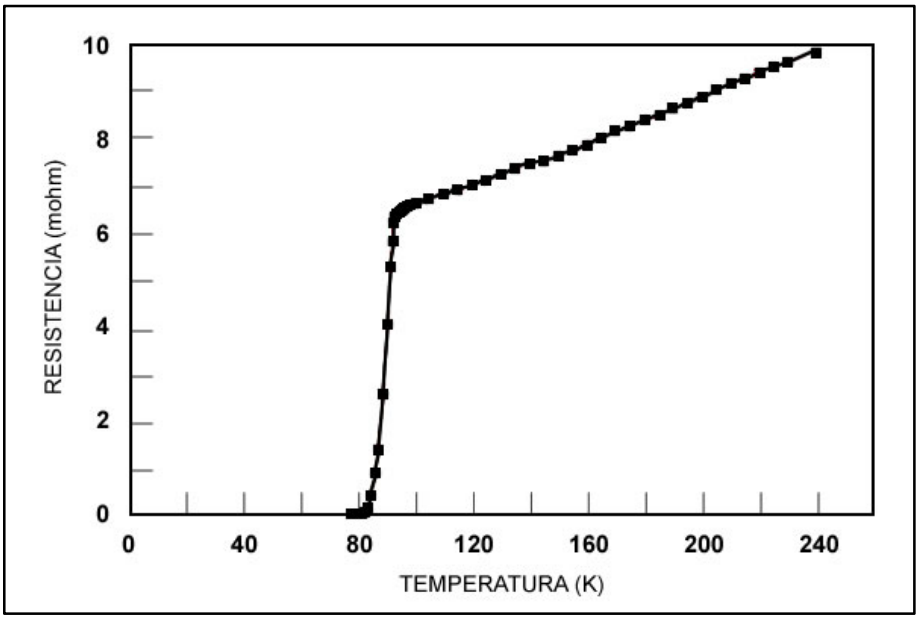

Figura 1.1 - Transição supercondutora do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ medida por Wu e col (2)

A euforia que se seguiu após a descoberta do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) se consolidou com a descoberta de materiais com temperatura crítica ainda mais alta, tais como $Tl_2Ca_2Ba_2Cu_3O_{10}$ que apresenta supercondutividade em 125 K (3) e o $HgBa_2Ca_2Cu_3O_z$ em 135 K (4). Atualmente, os principais trabalhos nessa área têm como objetivo principal o entendimento do mecanismo responsável pela estabilização da supercondutividade em temperaturas tão elevadas. A Figura 1.2 mostra o aumento da temperatura crítica com o passar do tempo, onde se pode notar que, a partir da descoberta dos supercondutores de alta temperatura crítica, houve uma significativa evolução na temperatura de transição, ultrapassando a temperatura de liquefação do nitrogênio.

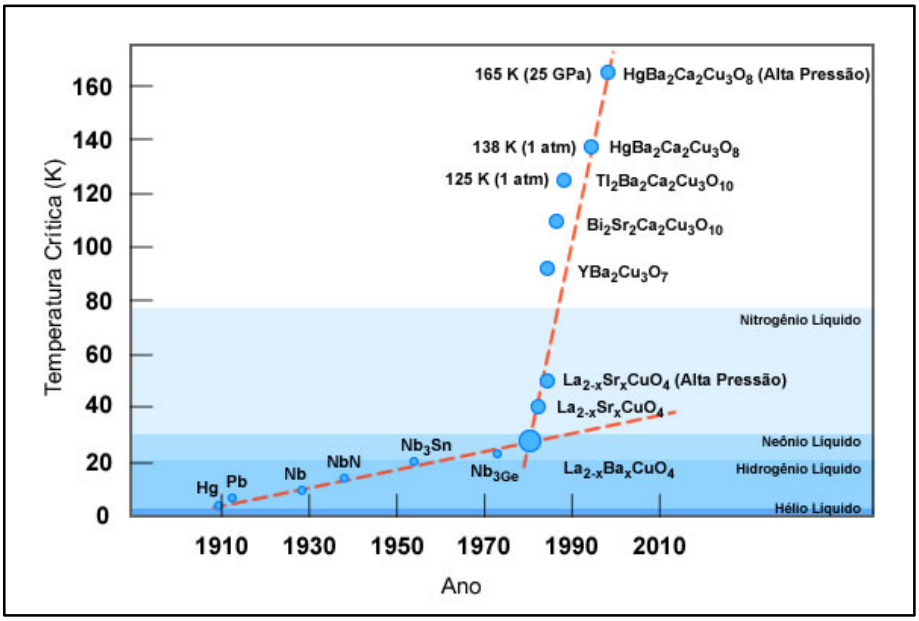

Figura 1.2 - Evolução da temperatura crítica máxima dos supercondutores

1.2 EFEITO MEISSNER

Concomitantemente ao estado de resistência nula, um material supercondutor, na presença de campo magnético externo, expulsa o fluxo magnético de seu interior. Esse efeito é conhecido por efeito Meissner. Um material supercondutor no estado normal, sujeito à presença de um fraco campo magnético externo, tem seu interior penetrado pelo fluxo magnético, conforme é mostrado na Figura 1.3 (a). Ao resfriar este material abaixo da temperatura crítica, esse passa para o estado supercondutor e correntes elétricas superficiais serão induzidas no material. Estas correntes superficiais produzem um campo magnético de igual intensidade, porém de sentido oposto ao campo externo, o que cancela o fluxo magnético no interior da amostra, como visto na Figura 1.3 (b). Desta forma os supercondutores comportam-se como diamagnetos perfeitos.

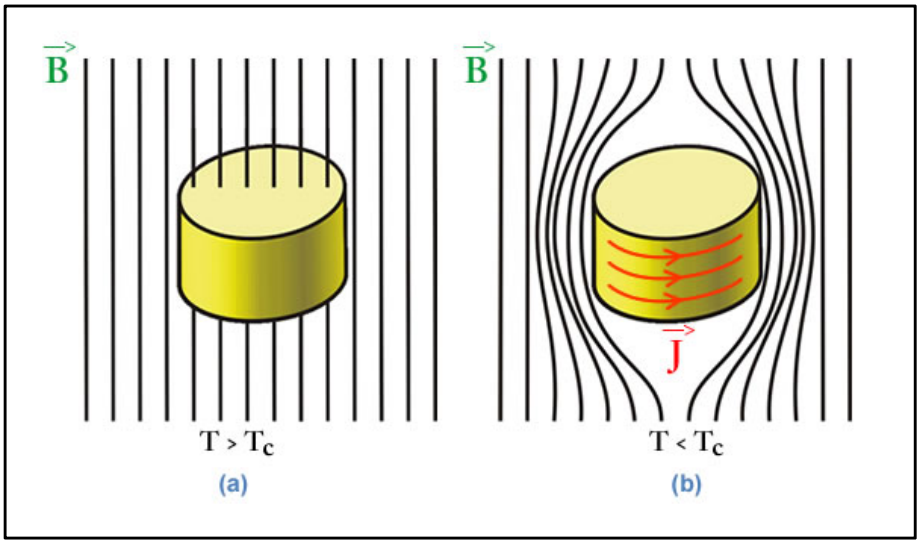

Figura 1.3 – Comportamento do fluxo magnético em um supercondutor na fase normal. (b) Expulsão do fluxo magnético no interior de um supercondutor. Efeito Meissner

Este efeito é observado em todos os supercondutores, desde que sejam aplicados campos magnéticos suficientemente fracos. A resposta desses materiais à presença de campos magnéticos determina sua classificação, que pode ser como: *supercondutores do tipo I* ou *supercondutores do tipo II*

1.2.1 SUPERCONDUTORES DO TIPO I

Estes materiais apresentam somente dois estados, o estado normal e o estado Meissner. A fronteira entre estes estados depende do valor do campo magnético aplicado, denominado campo crítico *Hc* (Figura 1.4 (a) e (b)), e este valor por sua vez depende da temperatura (Figura 1.4 (c)). Em geral estes campos críticos são muito fracos. Abaixo de Hc a

expulsão do fluxo magnético é total e para campos aplicados maiores que Hc o estado supercondutor é totalmente suprimido. A maior parte dos elementos metálicos supercondutores estão nesta classificação.

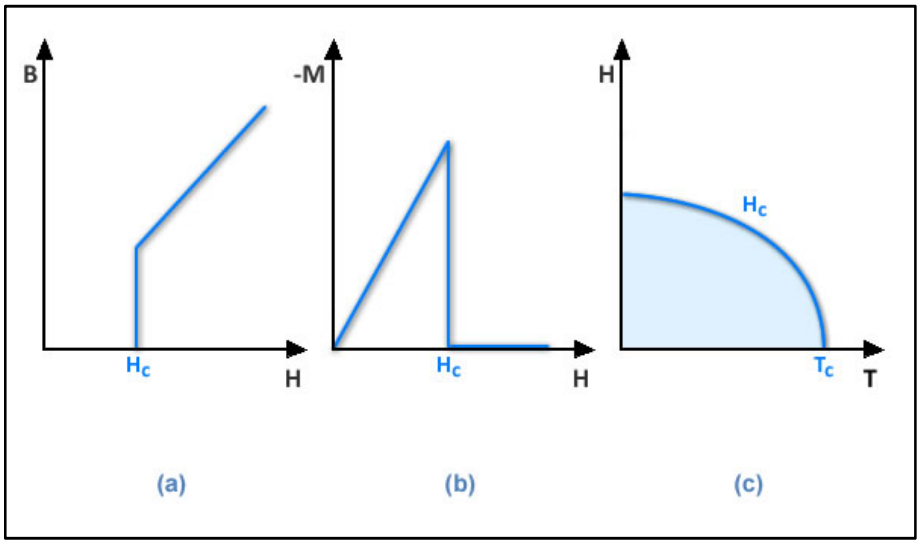

Figura 1.4 – O comportamento (a) da indução magnética em função do campo aplicado; (b) da magnetização em função do campo aplicado e (c) do campo aplicado em função da temperatura para supercondutores do tipo I

1.2.2 SUPERCONDUTORES DO TIPO II

Nos supercondutores do tipo II é observada a presença do estado Meissner somente abaixo de um determinado valor de campo magnético, Hc_1. Acima deste valor observa-se a penetração parcial de fluxo magnético, coexistindo, assim, supercondutividade e fluxo magnético no interior do material. Este é o estado misto ou estado de vórtices, onde temos um efeito Meissner incompleto. Esse estado persiste até outro valor crítico de campo magnético, denominado Hc_2. Assim como nos supercondutores do tipo I, Hc_1 e Hc_2 variam com a temperatura.

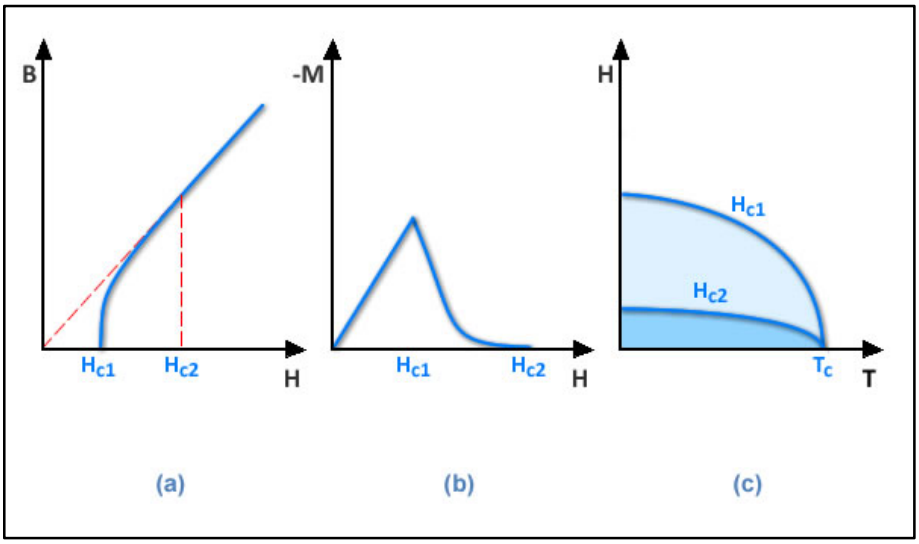

Figura 1.5 - O comportamento (a) da indução magnética em função do campo aplicado; (b) da magnetização em função do campo aplicado e (c) do campo aplicado em função da temperatura para supercondutores do tipo II

A teoria do estado misto foi proposta por Abrikosov (5), que propôs que o campo magnético penetra no material sob a forma de linhas de fluxo quantizadas, denominadas vórtices. Esta previsão foi, posteriormente, confirmada pelos experimentos.

1.2.2.1 O SISTEMA $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

A busca do entendimento deste sistema tem sido motivada por suas muitas peculiaridades, como por exemplo, a estrutura cristalina complexa, excelentes propriedades supercondutoras. A estrutura do YBCO é ortorrômbica e os parâmetros de rede típicos são a=3,820 Å, b=3,893 Å e c=11,688 Å (6)(7). Conforme podemos ver na Figura 1.6, esta estrutura contém dois planos de CuO_2 separados por um plano formado pelo átomo de ítrio. A estrutura ainda apresenta uma dupla cadeia de Cu-O, que é representada na Figura 1.6 através da disposição de átomos de Cu_1 e O_1.

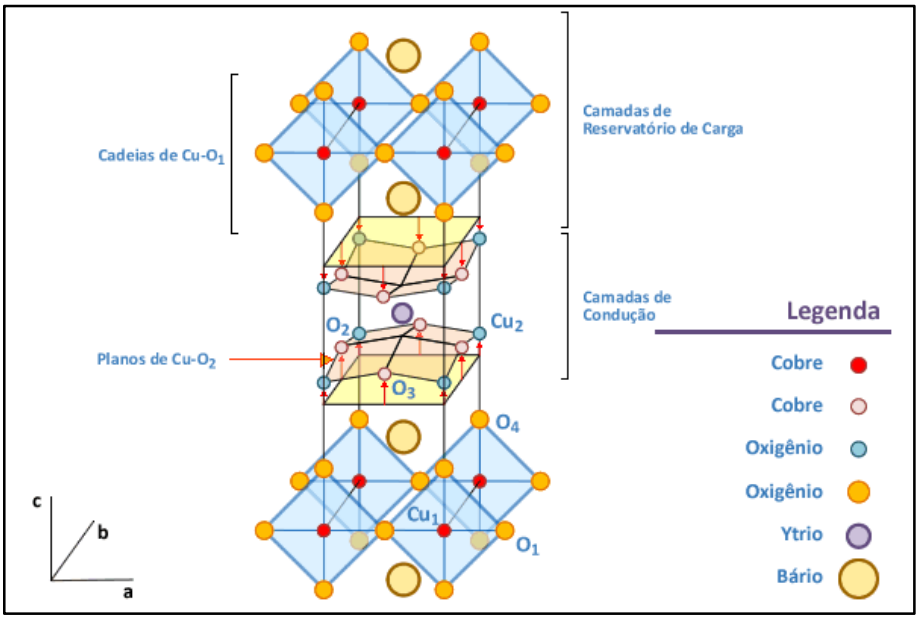

Figura 1.6 - Estrutura cristalina da cela unitária do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. A estrutura cristalina dos compostos do tipo $RBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ é obtida pela substituição do átomo de Y por um átomo de terra-rara.

Acredita-se que os planos de Cu-O_2 tenham um papel relevante para o estabelecimento do estado supercondutor. Na cela unitária dois átomos de cobre estão no plano CuO_2. O terceiro átomo está rodeado por átomos de oxigênios, formando um plano ao longo do eixo a, denominada cadeias de Cu-O. A região em torno das cadeias funciona como um reservatório de portadores de carga, alimentando o plano de condução Cu-O_2.

Sabe-se que em compostos do tipo perovskita os desvios na estequiometria na concentração de oxigênio são uma característica inevitável (8). No YBCO o oxigênio pode variar entre seis e sete átomos por cela unitária. Quando os sete átomos de oxigênio estão presentes, estes estão acomodados de tal forma a constituir as cadeias de Cu-O. Quando a estequiometria corresponde a seis átomos a estrutura se transforma em tetragonal (9) e as cadeias são eliminadas. Esta variação causa uma redução no estado de oxidação do oxigênio. Devido a isto ocorre a transferência de cargas entre a camada de condução e o reservatório, criando lacunas na camada de condução quando os elétrons são transferidos para o reservatório.

O comportamento da temperatura crítica em função da concentração de oxigênio é mostrado na Figura 1.7. No limite de δ=1 o sistema é tetragonal, antiferromagnético e isolante. Abaixo de δ=0,5 o estado fundamental torna-se supercondutor. Nesta concentração ocorre a formação de uma fase ordenada, denominada ortorrômbica II, caracterizada pela presença de cadeias de Cu-O, preenchidas alternadamente, gerando uma cela dupla ao longo do eixo b. Podemos notar que o melhor valor para a concentração do oxigênio corresponde a δ=0,08.

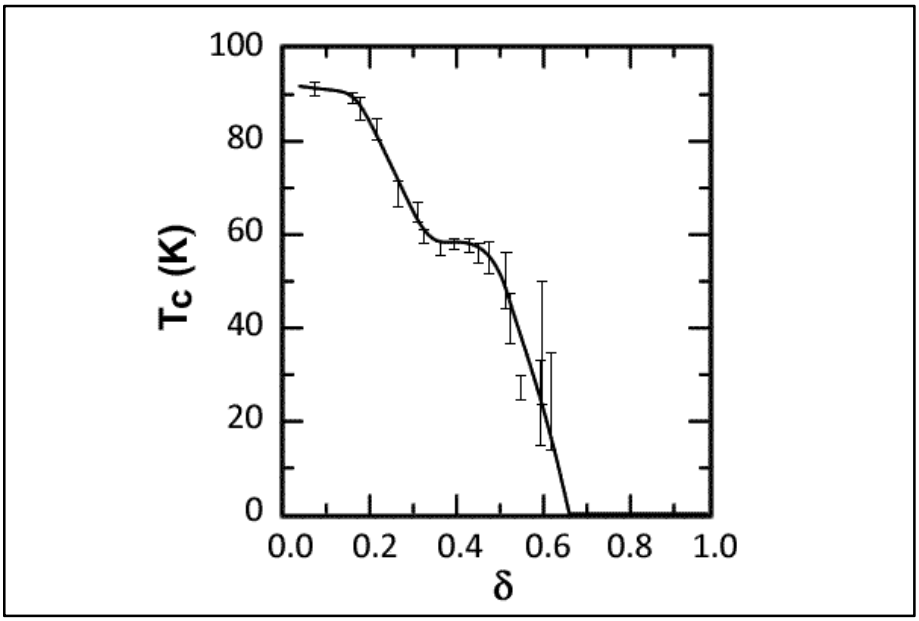

Figura 1.7 - Temperatura crítica do $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ em função da concentração do oxigênio (10)

1.2.2.2 PROPRIEDADES ELETRÔNICAS

1.2.2.2.1 RESISTIVIDADE NO ESTADO NORMAL

Uma característica interessante no sistema YBCO é a possibilidade deste composto ter um comportamento quase que linear da resistividade elétrica com a temperatura em uma região que se estende desde a temperatura ambiente até temperaturas próximas à temperatura de transição. Este comportamento é altamente dependente da concentração de oxigênio no composto. Com a diminuição na concentração de oxigênio surgem vacâncias na estrutura cristalina e, assim, há um rompimento nas cadeias de Cu-O. Em razão disto ocorre uma transição da fase ortorrômbica para a fase tetragonal, que é isolante e também antiferromagnética, como citado anteriormente. Observa-se na Figura 1.7 que, para uma concentração de oxigênio de aproximadamente δ=0,6, ocorre a transição tetragonal - ortorrômbica, uma vez que a partir desse valor de δ começamos a observar estado supercondutor.

Devido ao seu caráter anisotrópico, os supercondutores de alta temperatura crítica apresentam acentuadas variações em suas propriedades ao longo dos seus eixos cristalográficos. Em amostras bem oxigenadas observa-se um comportamento metálico. Uma forte anisotropia é evidenciada quando se compara a resistividade elétrica medida nas direções *a* e *b*, que tem magnitude comparada à sistemas metálicos, com a resistividade medida no eixo *c*, que apresenta valores muito maiores. Esta anisotropia na resistividade ocorre porque os planos CuO_2 (plano *ab*), que são bons condutores, estão separados por planos altamente resistivos. A anisotropia planar característica desses sistemas óxidos

influencia as propriedades de transporte, resultando num comportamento metálico no plano *ab* e, em alguns casos, semicondutor na direção perpendicular *c*. Nesta situação a derivada da resistividade ao longo de c em relação à temperatura é menor que zero

$$\frac{d\rho_c}{dT} < 0. \qquad \text{Equação 1.1}$$

A resistividade no plano ab, ρ_{ab}, apresenta um comportamento linear com relação à temperatura. A dependência da resistividade ao longo do eixo c, ρ_c, com a temperatura se torna não metálica (comparando-se com um metal normal) quando se reduz a concentração de oxigênio no composto. A Figura 1.8 apresenta o comportamento das resistividades: ρ_a, ρ_b e ρ_c para um monocristal de YBCO bem oxigenado.

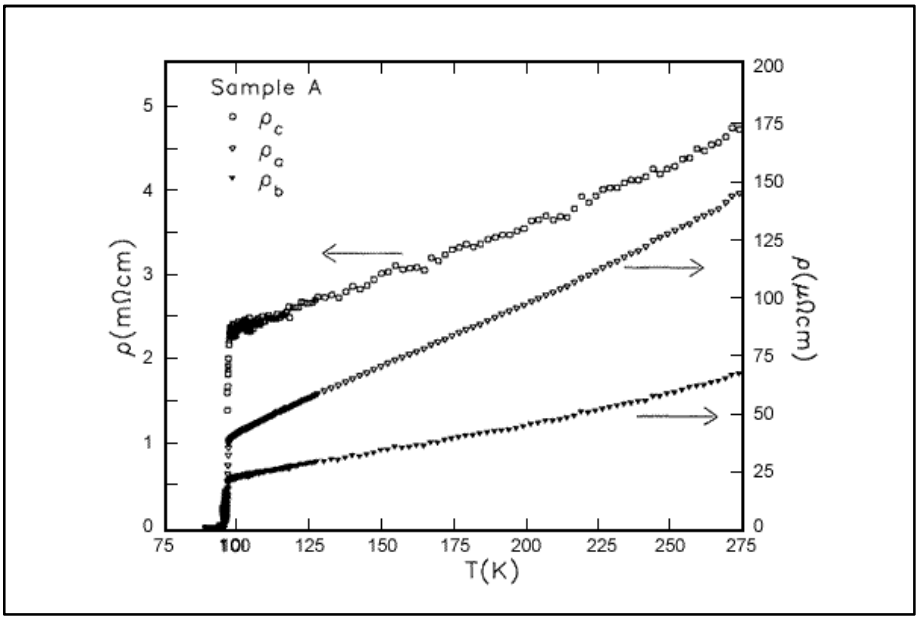

Figura 1.8 - Resistividade elétrica em função da temperatura ao longo dos eixos cristalográficos a, b e c para o $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (11)

As curvas ρ_a, ρ_b e ρ_c representam medidas da resistividade elétrica, nas quais a corrente elétrica foi aplicada paralelamente às direções cristalográficas, *a*, *b* e *c* respectivamente. Nota-se que ρ_a é cerca de duas vezes maior que ρ_b e ρ_c é da ordem de 30 vezes maior que ρ_a e 75 vezes maior que ρ_b. Estas diferenças na resistividade se dão devida a forte anisotropia da estrutura cristalina.

1.2.2.2.2 EFEITOS NA TRANSIÇÃO RESISTIVA

Medidas de resistividade elétrica também revelam o caráter não homogêneo do sistema YBCO. Em amostras policristalinas desordenadas além da granularidade associada aos cristalitos há defeitos estruturais, tais como vacâncias de oxigênio e poros que alargam, com a temperatura, a transição resistiva do estado normal para o estado supercondutor. Em muitos destes casos observa-se que a derivada da resistividade em função da temperatura apresenta

dois picos, conforme mostrado na Figura 1.9 (b). Estes picos sugerem que a transição para o estado supercondutor ocorra em dois estágios.

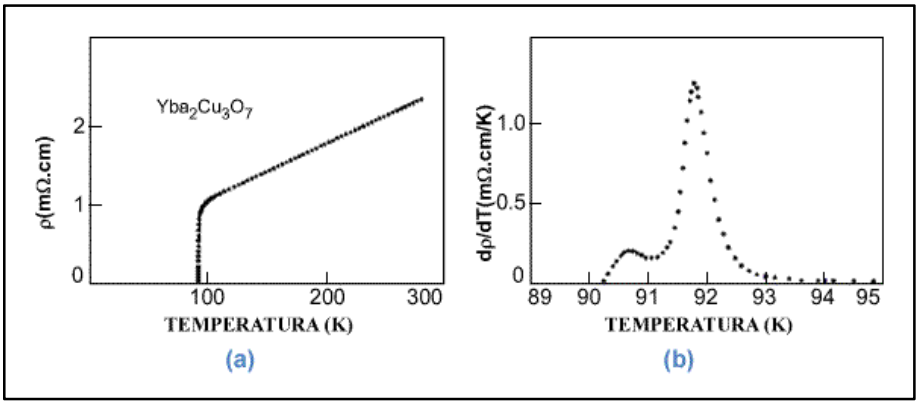

Figura 1.9 - (a) Medida típica da resistividade em função da temperatura no $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. (b) Derivada da transição para o estado supercondutor (12)

O pico de maior temperatura corresponde ao estabelecimento do estado supercondutor no interior dos grãos enquanto que o pico de menor temperatura indica que as junções entre os grãos tornam-se supercondutoras. Estas ligações entre os grãos podem ser conseqüência de tunelamento Josephson ou efeito de proximidade e estas mostram-se dependentes da densidade corrente, do campo magnético aplicado e da temperatura. Com a presença de campo magnético, observa-se um enfraquecimento nas ligações entre grãos colaborando assim para o alargamento com a temperatura da transição supercondutora diminuindo ainda mais a temperatura em que o sistema atinge o estado de resistência nula (Figura 1.10). Efeito semelhante ocorre com o aumento da densidade de corrente aplicada.

Para campos magnéticos acima de um determinado valor, o interior dos grãos é afetado e a dinâmica de vórtices de Abrikosov passa a desempenhar um papel fundamental nos efeitos dissipativos, alargando também a transição resistiva. A aplicação de campos magnéticos seqüencialmente mais altos diminui cada vez mais a temperatura de resistência nula, onde a transição entre grãos é fortemente afetada pelo campo aplicado e a transição intragrão praticamente não é afetada.

Este comportamento de dupla transição também é observado em amostras monocristalinas e texturizadas, evidenciando assim que o caráter inomogêneo é quase uma propriedade intrínseca dos supercondutores óxidos de alta temperatura crítica.

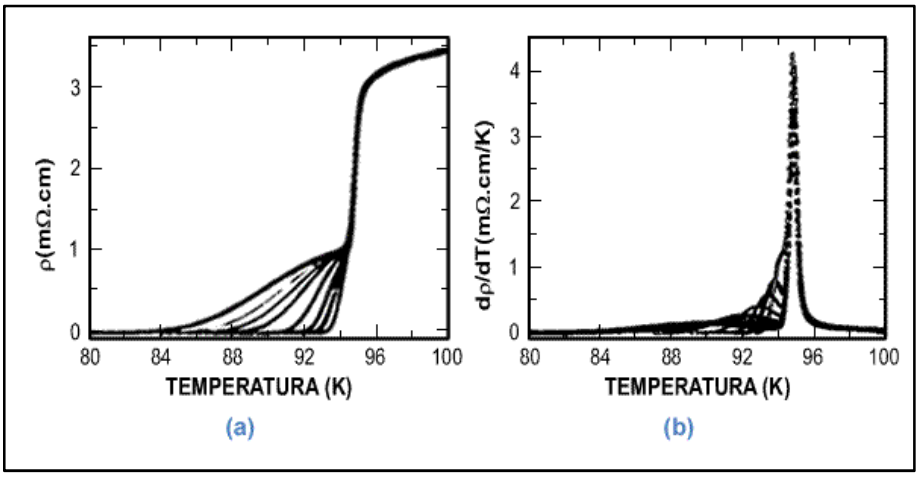

Figura 1.10 - (a) Curvas de resistividade elétrica em função da temperatura para os campos magnéticos aplicados de 0, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 e 0.5 kOe. (b) Derivada da resistividade em função da temperatura para os mesmos valores de campo magnético (13)

CAPÍTULO 2. IRREVERSIBILIDADES MAGNÉTICAS NOS SUPERCONDUTORES DE ALTA TEMPERATURA CRÍTICA

2.1 ENERGIA DE SUPERFÍCIE

A energia extra encontrada na interface entre uma região normal e uma região supercondutora, em uma mesma amostra, é chamada de energia de superfície. Através desse importante parâmetro podemos distinguir os supercondutores do tipo I dos supercondutores do tipo II.

A razão entre o comprimento de penetração λ_L e o comprimento de coerência ξ é definida como parâmetro Ginzburg-Landau

$$\kappa_{GL} = \frac{\lambda_L}{\xi}. \qquad \text{Equação 2.1}$$

Caso $\kappa_{GL} < 1/\sqrt{2}$, a energia de superfície será positiva, ou seja, trata-se de um supercondutor do tipo I e caso $\kappa_{GL} > 1/\sqrt{2}$, a energia de superfície será negativa, ou seja, trata-se de um supercondutor do tipo II (5).

Analisando a Figura 2.1 (a) vemos que a energia de condensação dos elétrons diminui lentamente à medida em que se penetra na região supercondutora, diminuindo a energia da interface normal, enquanto que a energia magnética aumenta rapidamente devido à expulsão do fluxo magnético. Com isso a energia total possui uma energia de superfície positiva que dificulta a formação de interfaces normal-supercondutoras. Já na Figura 2.1 (b) vemos que a energia de condensação decresce mais rapidamente que o aumento da energia magnética, gerando com isso uma energia de superfície negativa, que facilita a formação de interfaces, provocando o estado misto.

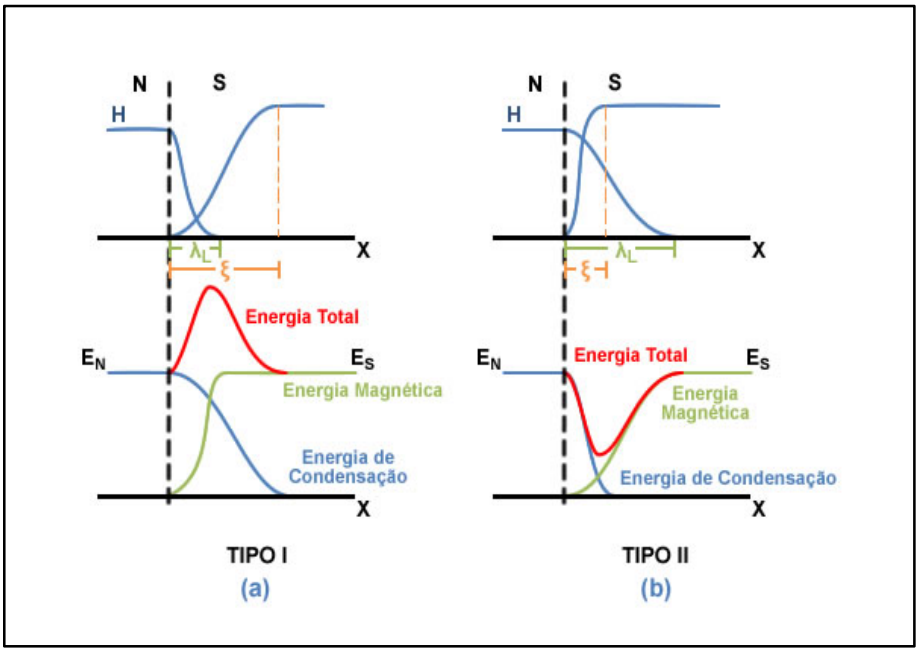

Figura 2.1 - Energia de superfície na interface normal-supercondutor em sistemas (a) do tipo I e (b) do tipo II (19)

2.2 A ESTRUTURA DE UM VÓRTICE

A distribuição do campo magnético no interior de um supercondutor foi solucionada pela teoria de Abrikosov. A penetração do fluxo magnético ocorre na forma de vórtices, que divide a amostra em regiões normais e supercondutoras, conforme a Figura 2.2.

O vórtice, ou fluxóide, apresenta a estrutura de um núcleo cilíndrico circundado por supercorrentes de blindagem, conforme pode ser observado na Figura 2.2. Ele se orienta paralelamente às linhas de indução magnética. No núcleo o material está no estado normal.

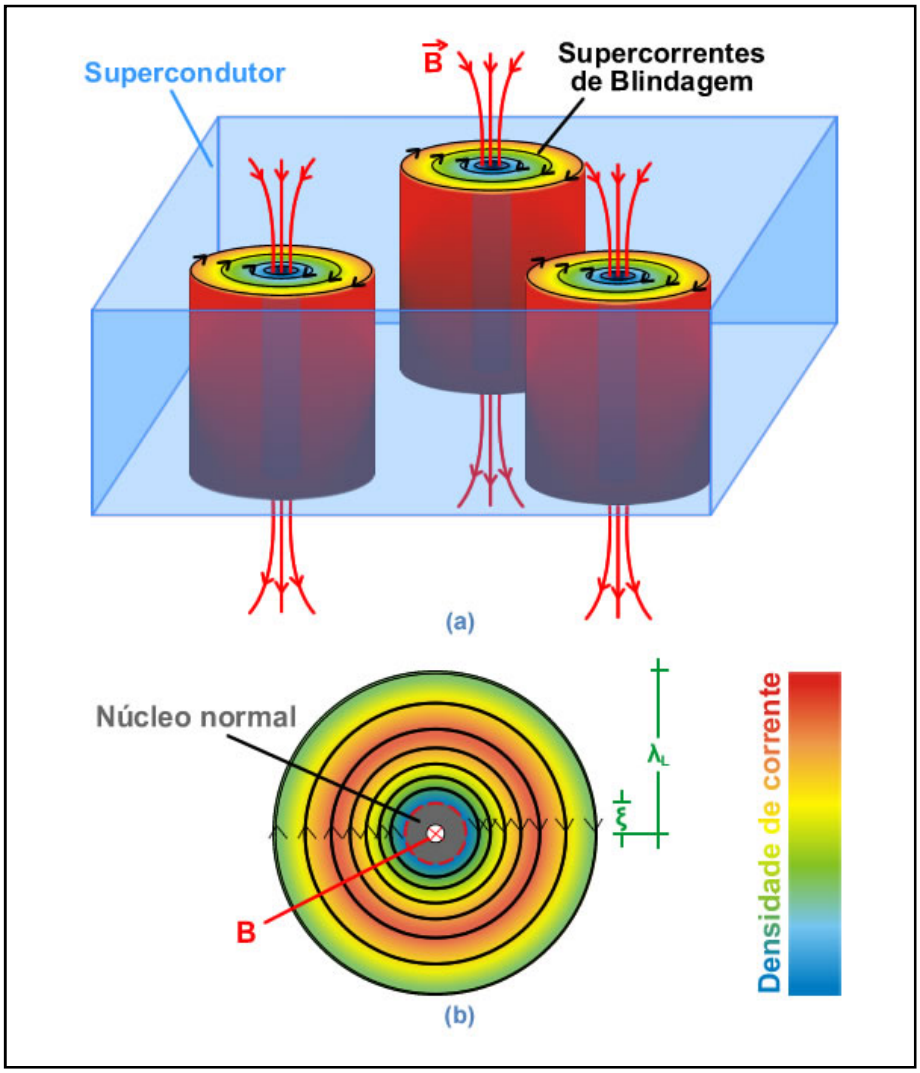

Figura 2.2 – (a) Estrutura de um vórtice na rede de Abrikosov. (b) Vista superior de um vórtice (14)

Uma característica comum a todos os vórtices é que cada um deles é atravessado por apenas um quantum de fluxo magnético, o qual é dado por

$$\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.067x10^{-15}\ Tm^2. \qquad \text{Equação 2.2}$$

O núcleo normal tem raio igual à ξ, comprimento de coerência de Ginzburg-Landau, enquanto que espessura máxima da distribuição das correntes de blindagem é igual ao comprimento de penetração, λ_L. Como, em supercondutores do tipo II, a energia de superfície é negativa, a menor energia livre do sistema corresponderá à maximização do número de vórtices. Por esta razão, cada um deles corresponde a apenas um quantum de fluxo magnético.

Como no centro do vórtice, a supercondutividade é suprimida, o parâmetro de ordem supercondutor, $\psi(\vec{r})$, se anula e conseqüentemente a densidade de super partículas, n_s, vai à zero nesta região, uma vez que $|\psi(\vec{r})|^2 = n_s(\vec{r})$.

Na Figura 2.3 (a) temos a relação entre o comprimento de coerência e a densidade de super-partículas, e em (b) a relação entre o comprimento de penetração e a indução magnética para um vórtice isolado.

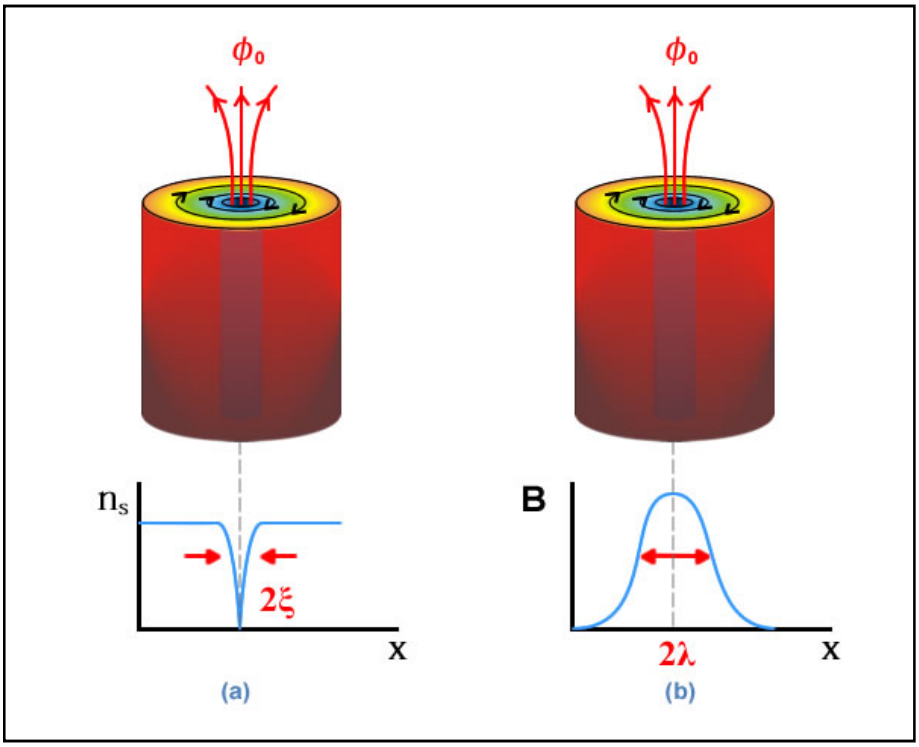

Figura 2.3 - Variação espacial (a) da densidade de super partículas e (b) da indução magnética em um vórtice (15)

2.3 A REDE DE VÓRTICES

No estado misto as linhas de fluxo magnético, na forma de vórtices, não penetram no material aleatoriamente. Uma vez que as linhas de fluxo magnético são circundadas por super correntes, essas interagem repulsivamente (Figura 2.4) via força de Lorentz, tendendo a formar um arranjo periódico.

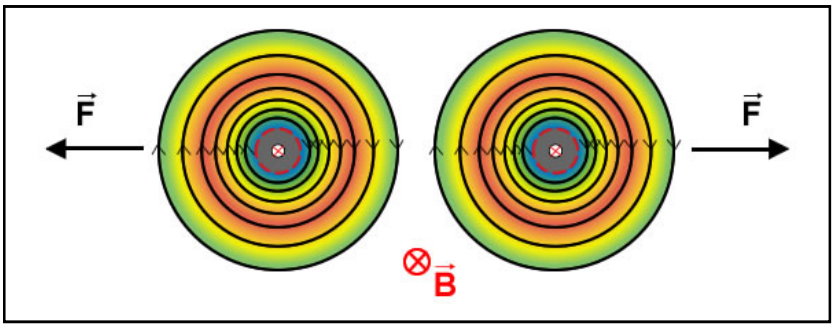

Figura 2.4 - Interação entre dois vórtices. A repulsão deve-se às supercorrentes de blindagem, que são antiparalelas na região entre os vórtices (14)

Uma rede hexagonal ou triangular corresponde à estrutura mais estável, ou seja, o estado de menor energia. Essa estrutura periódica foi proposta, em 1957, por A. Abrikosov (5). Esta rede, conhecida como rede de Abrikosov, é descrita na Figura 2.5.

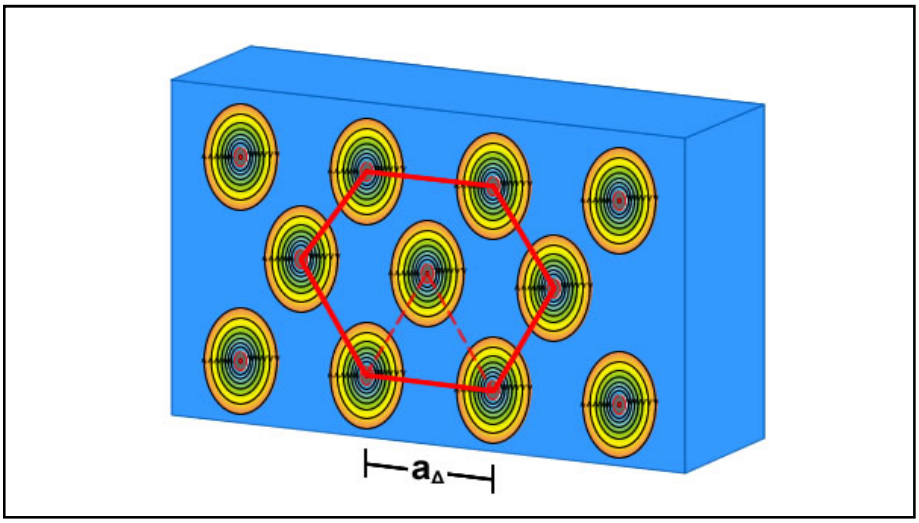

Figura 2.5 - Arranjo hexagonal de vórtices num supercondutor do tipo II no estado misto

Nessa configuração a distância de separação entre os vórtices é dada por (15)

$$a_\Delta = 1.075\sqrt{\frac{\Phi_0}{B}}. \qquad \text{Equação 2.3}$$

Nota-se que a separação entre os vórtices é inversamente proporcional à indução magnética. Com o aumento desse, a distância a_Δ tende a diminuir. Quando a_Δ fica da ordem do comprimento de coerência, ξ, os núcleos normais tendem a se sobreporem, destruindo a supercondutividade do material. Neste ponto o material passa do estado misto para o estado normal, onde é determinado o campo crítico H_{c2}.

2.4 APRISIONAMENTO DAS LINHAS DE FLUXO MAGNÉTICO

Como visto na seção 2.1, no centro de um vórtice a densidade de portadores, $n_s(\vec{r})$, é nula. Como a densidade de portadores é proporcional ao módulo quadrado do parâmetro de ordem,

$$|\psi(\vec{r})|^2 = n_s(\vec{r}), \qquad \text{Equação 2.4}$$

este também é nulo. Em geral, admite-se que os vórtices são atraídos para regiões da amostra que estão no estado normal, ou seja, regiões onde o parâmetro de ordem supercondutor é deprimido. Portanto, nessas regiões cria-se uma condição energeticamente favorável à estabilização de vórtices, razão pela qual motiva o fluxo magnético a ancorar-se pelos defeitos do material.

A energia de aprisionamento de um vórtice é dada por

$$U_p = \Delta E \times V = \frac{1}{8\pi} H_C^2 \times V, \qquad \text{Equação 2.5}$$

onde V é o volume do vórtice aprisionado e ΔE é a energia de condensação por unidade de volume.

Deve-se notar que não há necessidade de um centro de aprisionamento por vórtice. Conforme descrito na seção 2.3, estes interagem repulsivamente e, portanto, bastam alguns vórtices aprisionados para imobilizar a rede como um todo. Esses defeitos na rede impedem as linhas de fluxo de se moverem, a menos uma força exceda a força crítica de aprisionamento.

2.5 EFEITOS DISSIPATIVOS

Um supercondutor do tipo II ideal (sem imperfeições na rede cristalina), no estado misto e na presença de campo magnético, quando percorrido por uma densidade de corrente $\vec{J}$, perpendicular ao campo aplicado, sofre uma força de deflexão que tende a colocar os vórtices em movimento, com uma velocidade $\vec{v_d}$, num sentido perpendicular ao plano formado entre a densidade de corrente e o campo magnético aplicado, como ilustrado na Figura 2.6.

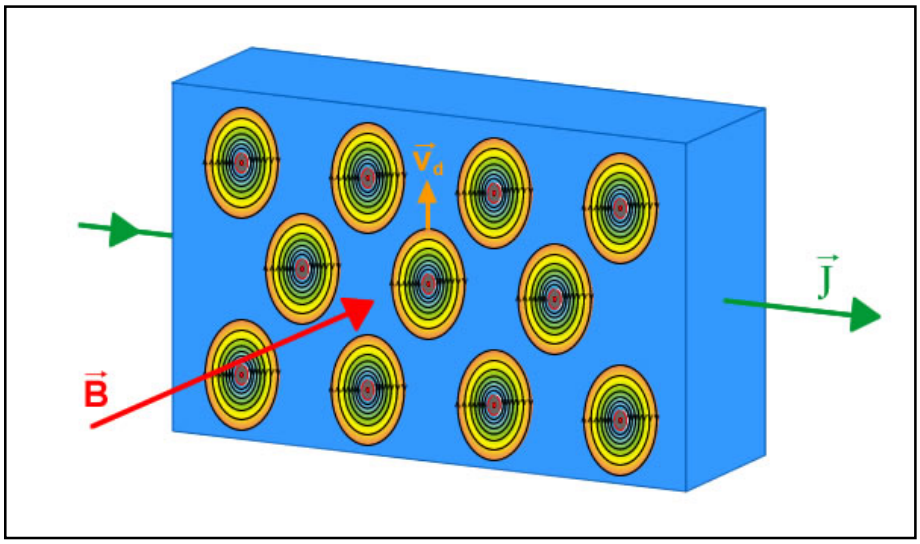

Figura 2.6 - Força defletora de Lorentz causada por uma densidade de corrente em uma rede de vórtices (14)

A força total sobre a rede de vórtices (por unidade de volume) é uma força de Lorentz e é dada por

$$\vec{F_L} = \vec{J} \times \vec{B}. \qquad \text{Equação 2.6}$$

Essa força $\vec{F_L}$ faz com que os vórtices se movam coletivamente com uma velocidade de deriva $\vec{v_d}$ e esse movimento induz um campo elétrico, antiparalelo a $\vec{J}$, dado por

$$\overrightarrow{E_{Ind}} = \vec{B} \times \overrightarrow{v_d}. \qquad \text{Equação 2.7}$$

O campo elétrico induzido gera uma corrente elétrica contrária a $\vec{J}$, degradando-a, e fazendo com que o transporte de densidade de corrente pelo material supercondutor seja dissipativo. Portanto, um supercondutor do tipo II ideal quando percorrido por uma densidade de corrente elétrica e na presença de um campo magnético comporta-se como um condutor dissipativo.

No entanto, a estrutura de um supercondutor não é ideal e possui defeitos que geram forças de aprisionamento. Conseqüentemente, enquanto as forças de aprisionamento forem maiores que a força de Lorentz esse efeito dissipativo não ocorrerá, até o limite de $\overrightarrow{F_L} = -\overrightarrow{F_P}$. Esse limite assinala corrente crítica que o supercondutor pode transportar sem dissipação.

2.6 EFEITO JOSEPHSON

Conforme mencionado no Capítulo 1, seção 1.2.2.2.2, a transição supercondutora de um supercondutor do tipo II granular se dá em duas etapas. A primeira, com temperatura mais elevada, é a transição intragranular e a segunda, com temperatura inferior, é a transição entre os grãos da amostra.

A transição entre os grãos supercondutores ocorre quando há comunicação entre os grãos, já supercondutores, da amostra e essa comunicação se dá através de efeitos de proximidade ou de efeito Josephson.

O efeito Josephson, representado na Figura 2.7, ocorre quando há tunelamento de pares de Cooper entre dois supercondutores através de uma barreira isolante. A barreira isolante está representada na figura pelo material não supercondutor. Na figura, ψ_1 é o parâmetro de ordem do supercondutor S_1, enquanto que ψ_2 é o parâmetro de ordem do supercondutor S_2. Quando a barreira isolante é fina o suficiente, há superposição das funções de onda de um grão com o outro, havendo com isso a transmissão do parâmetro de ordem, ψ, de um supercondutor para o outro. Essa transmissão é denominada efeito de Josephson.

Quando o espaçador entre os eletrodos supercondutores for um metal normal (não supercondutor) ocorre o efeito de proximidade, segundo o qual a supercondutividade é induzida através do material metálico.

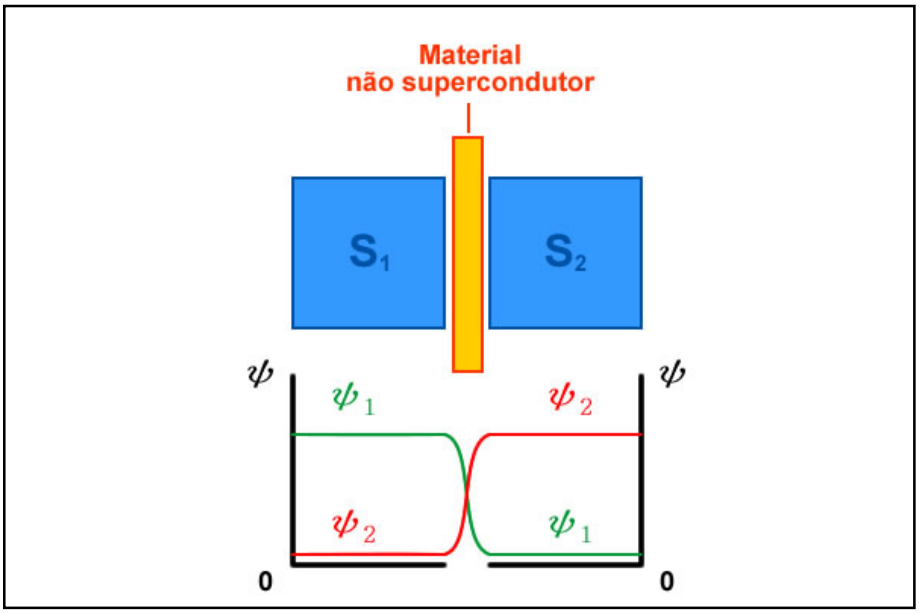

Figura 2.7 - Representação esquemática do efeito Josephson (15)

2.7 VÓRTICES INTERGRANULARES

Os também chamados vórtices de Josephson diferem dos vórtices de Abrikosov pelo fato de estarem situados na região entre os grãos supercondutores, onde o parâmetro de ordem é fraco (15). Devido ao fato da natureza fraca do acoplamento entre os grãos as linhas de fluxo penetram mais facilmente e com maior profundidade nesta região. O aprisionamento desses vórtices é causado pelas junções Josephson. O aumento da intensidade do campo enfraquece o acoplamento dessas junções.

Na figura abaixo podemos observar uma representação esquemática dos vórtices no interior dos grãos supercondutores (vórtices de Abrikosov) e dos vórtices entre os grãos supercondutores (vórtices de Josephson).

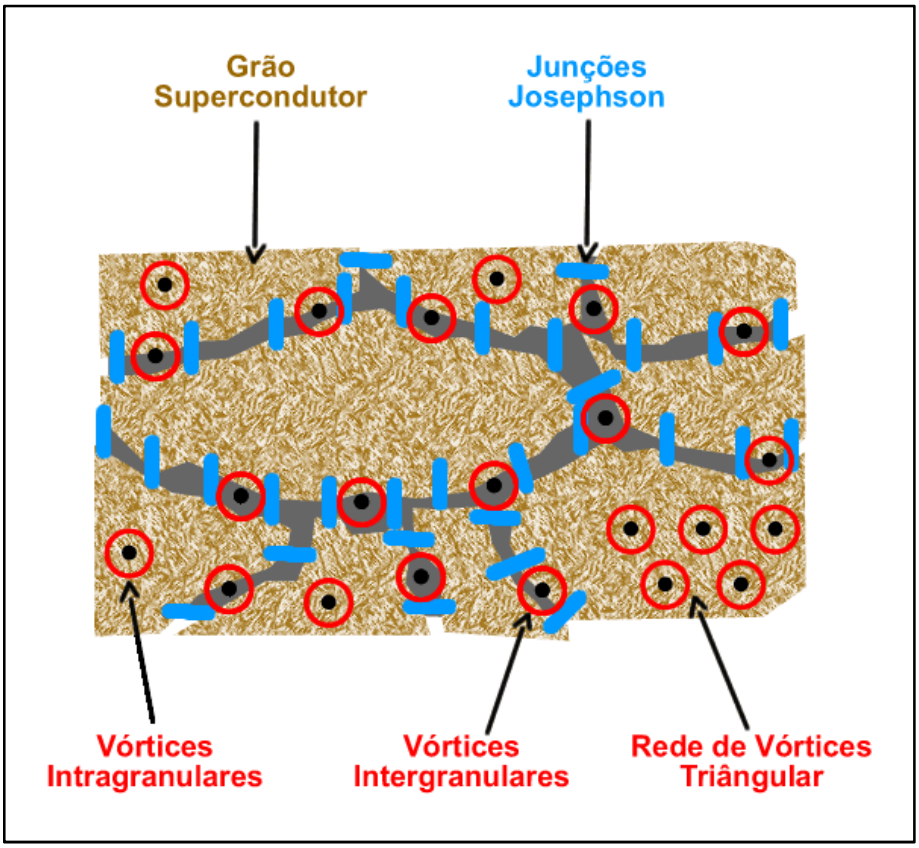

Figura 2.8 - Representação dos vórtices no interior de um supercondutor granular (15)

2.8 LINHA DE IRREVERSIBILIDADE MAGNÉTICA

Em supercondutores do tipo II as forças de aprisionamento dos vórtices e as forças de Lorentz, $\overrightarrow{F_P}$ e $\overrightarrow{F_L}$ respectivamente, que atuam nesses, são responsáveis pelas propriedades dinâmicas e estáticas da rede de vórtices. Quando as forças de Lorentz são maiores que as de aprisionamento temos os vórtices em movimento. Quando as forças de aprisionamento vencem, os vórtices ficam enraizados. O enraizamento dos vórtices acaba gerando uma fase magneticamente irreversível no diagrama H-T desses materiais.

O estudo da linha de irreversibilidade magnética nos supercondutores de alta temperatura crítica começou com o trabalho de Müller (16) em amostras granulares, cujo resultado pode ser visto na Figura 2.9. A linha de irreversibilidades magnética, constituída pelo conjunto de pontos de $T_{irr}(H)$, separa a fase mista em duas regiões distintas. De acordo com a interpretação de Müller, abaixo da linha as forças de aprisionamento são maiores que as forças de Lorentz, mantendo, com isso, os vórtices aprisionados em um estado de congelamento denominado vidro de vórtices. Esse estado é caracterizado por possuir uma fase magneticamente irreversível. Já acima da linha, são as forças de Lorentz que dominam e os vórtices se movimentam livremente, e a magnetização apresenta um caráter reversível, denominado de líquido de vórtices.

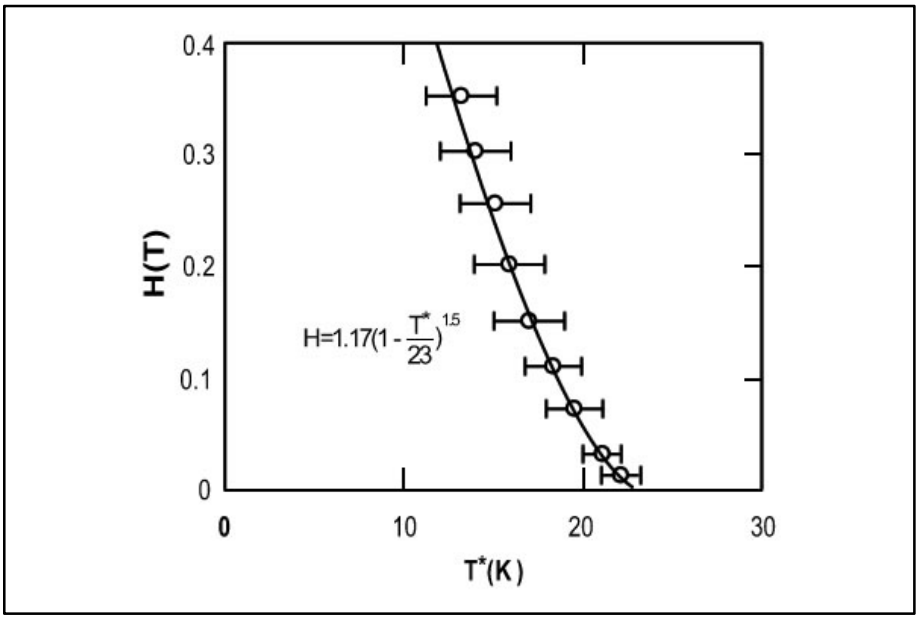

Figura 2.9 - Linha de irreversibilidade magnética de uma amostra de $La_{2-x}Ba_xCuO_{4-\delta}$ (16)

Em um grande número de amostras supercondutoras de alta temperatura crítica, a linha de irreversibilidade magnética apresenta um comportamento em lei de potências do tipo Almeida-Thouless (17) quando campos magnéticos baixos são aplicados. Esse comportamento é dado pela Equação 2.8.

$$H = H_0 \left[1 - \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(H=0)}\right]^{\gamma}, \qquad \text{Equação 2.8}$$

onde $\gamma = {}^{3}/_{2}$.

De uma maneira mais geral, a Figura 2.10 apresenta o diagrama de fase $H \times T$ teórico para um supercondutor de alta temperatura crítica genérico, onde pode ser visualizado as fases normal, mista e Meissner. A linha verde separa a fase normal da fase mista, já a linha azul separa a fase mista da fase Meissner. Entretanto, fase mista é dividida entre a fase sólido e líquido de vórtices, representada pela linha vermelha.

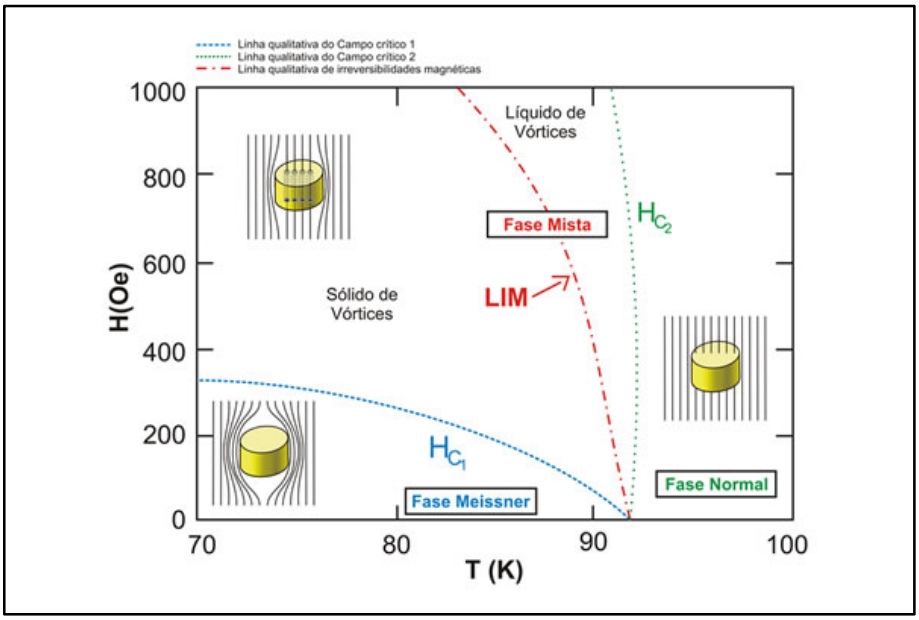

Figura 2.10 - Diagrama de fase H versus T ilustrando a linha de irreversibilidade magnética (15)

Alguns modelos foram propostos na tentativa de descrever a linha de irreversibilidades magnética. Essencialmente, as teorias dividem-se entre aquelas que descrevem a linha $T_{irr}(H)$ como um efeito de aprisionamento termicamente ativado e aquelas que se fundamentam em fenômenos de transição de fase. Este trabalho será somente discutido sobre a perspectiva do modelo de vidro supercondutor.

2.8.1 VIDRO SUPERCONDUTOR

Este modelo apresenta como ingrediente importante a frustração magnética associada às ligações fracas existentes entre os grãos, acoplados via efeito Josephson. Este modelo foi empregado por Müller e col. (16) para interpretar o comportamento da linha de irreversibilidades magnéticas em um supercondutor granular de $La_{2-x}Ba_xCuO_{4-\delta}$. Este modelo baseia-se na aplicação do seguinte Hamiltoniano

$$H = -\sum_{i,j} J_{ij} \cos(\theta_i - \theta_j - A_{ij}), \qquad \text{Equação 2.9}$$

sendo, J_{ij} a energia de acoplamento Josephson entre os grãos vizinhos i e j, θ_i e θ_j as fases do parâmetro de ordem supercondutor e A_{ij} é o deslocamento de fase gerado pelo campo magnético entre os grãos i e j, ou seja

$$A_{ij} = \frac{2\pi}{\phi_0} \int_i^j \vec{H}.d\vec{l}. \qquad \text{Equação 2.10}$$

Os efeitos de irreversibilidades estão associados a uma transição de fase com quebra da ergodicidade do tipo vidro de spin. A desordem e a frustração entre acoplamentos são

introduzidas pelo fator de fase, que gera deslocamentos aleatórios entre os grãos.

Sendo assim, a linha de irreversibilidade magnética, determinada experimentalmente (18), pode ser interpretada como a linha de separação entre a fase vidro supercondutor e um sistema de grãos desacoplados (19)(15).

Experimentalmente observa-se, para campos mais baixos, que a linha de irreversibilidade apresenta comportamento do tipo Almeida-Thouless (17), representado pela Equação 2.8. Para campos magnéticos mais elevados essa linha poderá apresentar um crossover para um comportamento do tipo Gabay-Toulouse (20), onde $\gamma \approx {}^{1}/_{2}$ conforme observado em amostras granulares de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.

CAPÍTULO 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo são discutidos os procedimentos experimentais envolvidos na obtenção do comportamento da resistividade elétrica em função da temperatura de uma amostra policristalina de YBCO-Fe. Primeiramente, é discutido o processo de fabricação da amostra policristalina. A seguir, apresenta-se o aparato criogênico e eletrônico envolvido no experimento. Finalmente, discutem-se as técnicas de medidas utilizadas na obtenção da resistividade elétrica.

3.1 PRODUÇÃO DA AMOSTRA

3.1.1 A AMOSTRA POLICRISTALINA DE $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$

A amostra de $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$, denominada pela sigla YBCO-Fe[1] (21), foi confeccionada por meio do processo de reação em estado sólido. Inicialmente reuniram-se os óxidos precursores para secagem com o objetivo de eliminar qualquer umidade eventual. O Y_2O_3 foi levado ao forno, para um processo de secagem, durante 12 horas a uma temperatura de 600 °C.

Para obter uma amostra de 3,0 g, na estequiometria correta, foi utilizada a massa inicial dos óxidos precursores de acordo com a Tabela 3-1.

Tabela 3-1 - Massa estequiométrica dos óxidos precursores para obtenção da amostra de YBCO-Fe

	Y_2O_3	$BaCO_3$	CuO	Fe_2O_3
Massa (mg)	453,9	1585,7	954,6	4,8

A seguir, os compostos precursores foram macerados, em um almofariz de ágata até a homogeneização da mistura para a otimização do processo de reação. Essa mistura foi colocada em um cadinho de alumina e levada ao forno para calcinação. O processo consistiu

[1] A preparação da amostra foi realizada pelo então mestrando Marlon Hneda sob orientação da Dra. Rosângela Menegotto Costa na Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG.

em três etapas. Na primeira, parte-se da temperatura ambiente e levando 5 horas para atingir a temperatura de 880 °C, ficando por 24 horas nessa temperatura e levando mais 5 horas para retornar à temperatura ambiente. Na segunda etapa o processo é praticamente o mesmo. A diferença é que a temperatura máxima não é 880 °C e sim 900 °C. Na terceira etapa a temperatura máxima foi de 920 °C. Entre uma etapa e outra o composto foi macerado. O tratamento térmico foi realizado conforme mostrado na Figura 3.1

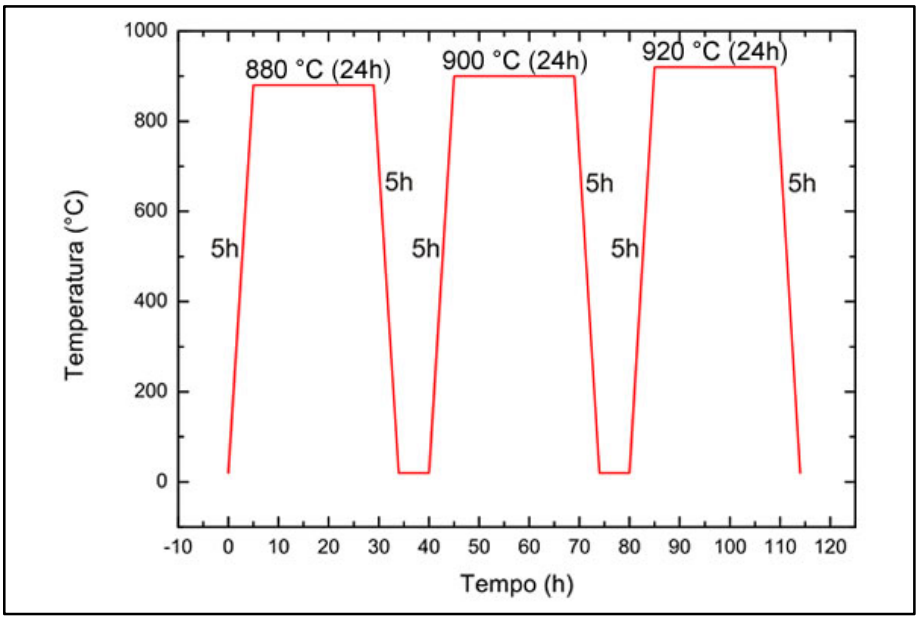

Figura 3.1 - Tratamento térmico utilizado nas calcinações da amostra de YBCO-Fe

Após o processo de calcinação o pó foi então prensado, numa forma cilíndrica sob 5,36 GPa (área=0,64 cm^2), e levado novamente ao forno para sinterização, conforme esquema representado na Figura 3.2.

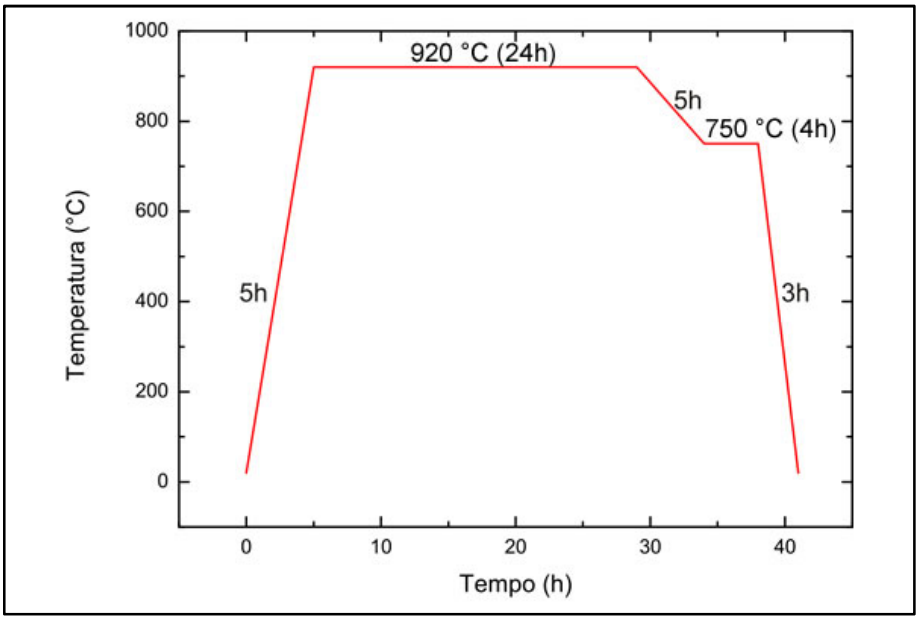

Figura 3.2 - Tratamento térmico utilizado na sinterização da amostra de YBCO-Fe

O resfriamento lento entre 920 °C e 750 °C é importante para que haja a estabilização

da fase ortorrômbica (22). Depois de sinterizada, a amostra foi levada ao forno para oxigenação por 48 horas a uma temperatura de 420 °C. Durante o processo de oxigenação, foi mantido um fluxo contínuo de oxigênio (O_2). Na Figura 3.3 é mostrada uma visão geral do processo de confecção da amostra policristalina.

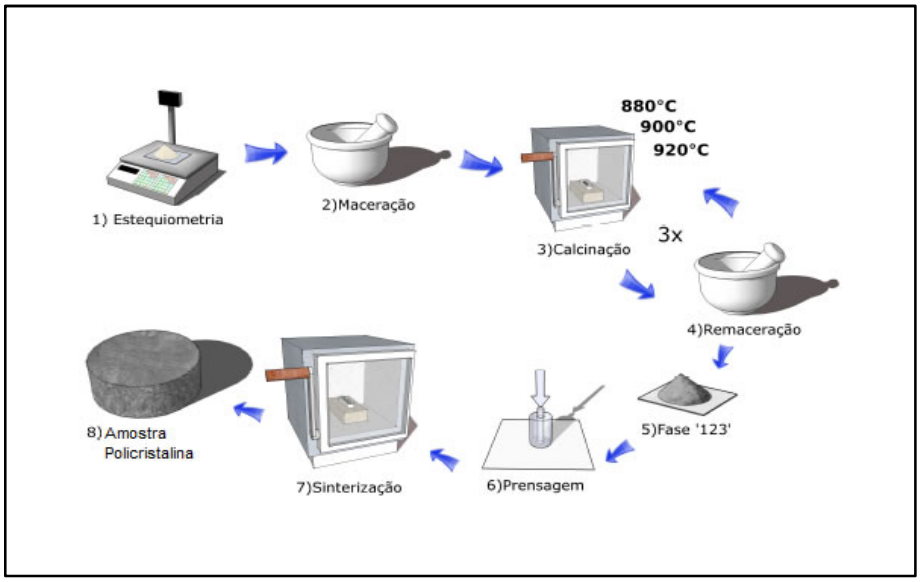

Figura 3.3 - Procedimento geral para confecção da amostra policristalina de YBCO-Fe (23)

3.2 TÉCNICAS DE MEDIDA

3.2.1 O SISTEMA CRIOGÊNICO

O criostato utilizado para estudo da resistividade em função da temperatura está mostrado esquematicamente na Figura 3.4

Este consiste de um *dewar* externo, de inox, onde é colocado nitrogênio líquido o qual fará uma blindagem térmica do sistema com o ambiente que o separa. Existe ainda, um *dewar* interno, de vidro, que pode armazenar hélio ou nitrogênio líquido. Internamente ao *dewar* de vidro está localizado o anticriostato com paredes duplas de inox onde pode ser feito vácuo. A comunicação do anticriostato com o dewar de vidro é feita através de um capilar. Para impedir o fluxo turbulento do gás evaporado e refletir a radiação eletromagnética foram colocadas aletas ao longo do anticriostato.

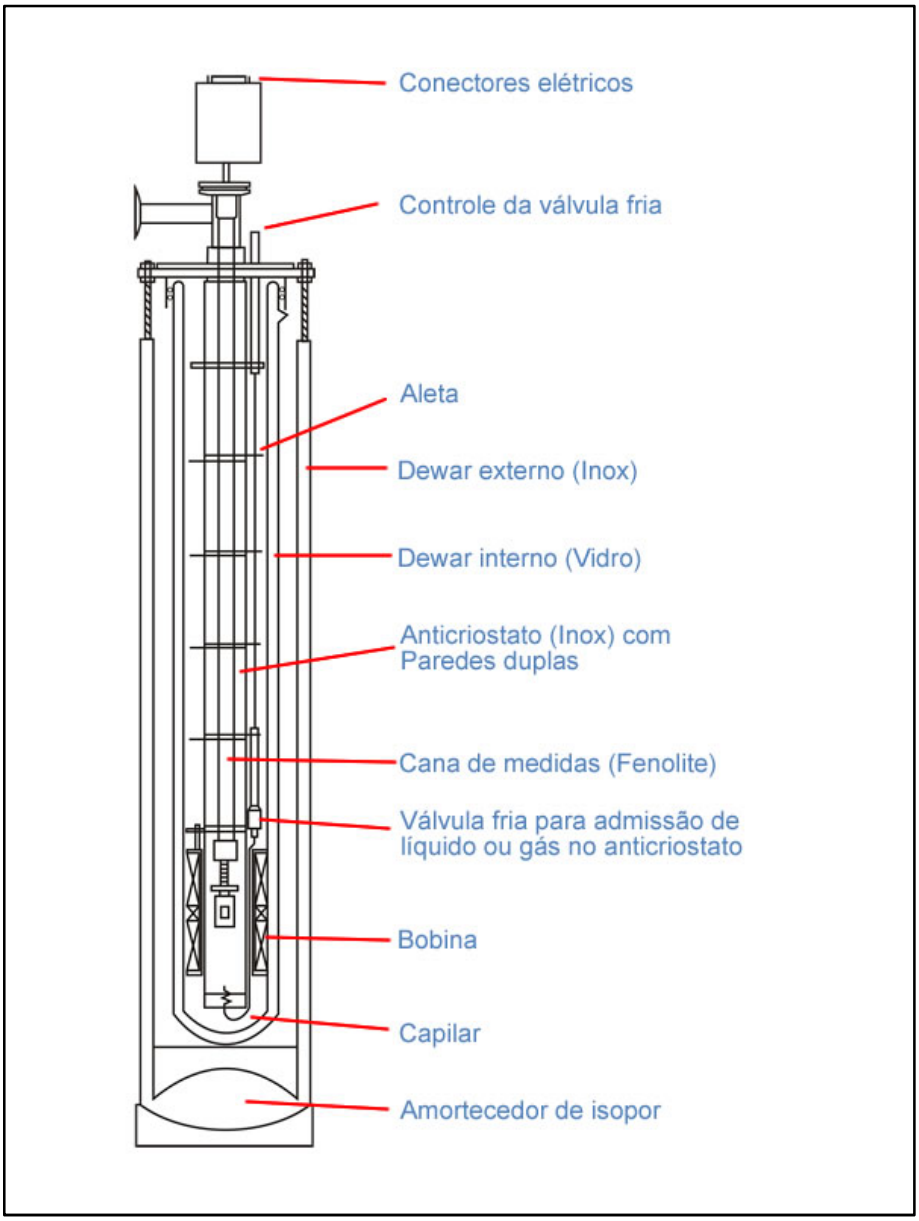

Figura 3.4 - Sistema criogênico utilizado nas medidas de resistividade elétrica do YBCO-Fe (8)

Com o auxílio de uma bomba de vácuo diminui-se a pressão no criostato tornando possível a obtenção, com nitrogênio líquido, de temperaturas mínimas de até 65 K.

3.2.2 O SOLENÓIDE PARA PRODUÇÃO DE CAMPO MAGNÉTICO

As medidas de resistividade elétrica podem ser realizadas em presença de um campo magnético.

A bobina que produz o campo foi confeccionada com fio de cobre e está posicionada na parte inferior do criostato de vidro. Com ela pode-se gerar campos magnéticos da ordem de 1 kOe (8). Em uma região esférica com raio de 7 mm, cujo centro é o centro geométrico do solenóide, a homogeneidade do campo é melhor que 0.6% (8). O culote do solenóide foi

confeccionado com alumínio e nos enrolamentos foi utilizado fio de cobre número 28. O número de espiras varia conforme a região do solenóide, nas regiões 1 e 3 há 6232 espiras e na região 2 há 1850 espiras. Na Figura 3.5 pode ser visualizada a geometria do culote.

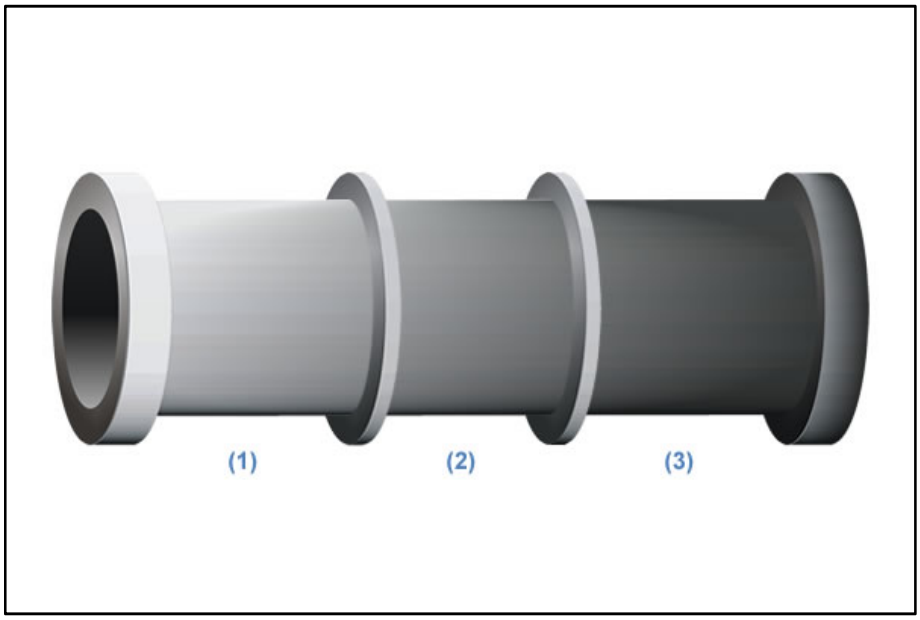

Figura 3.5 - Geometria do culote da bobina utilizada para geração de campos magnéticos de grande conformidade (8)

3.2.3 A CANA

A cana é a intermediária entre a amostra e a eletrônica de medida. Nela há uma mesa onde é colocada a amostra. Como a amostra deve estar no interior do anticriostato, a cana é o agente responsável pelo suporte e posicionamento da amostra no interior do criostato. Na Figura 3.6 está esquematizada a cana de medida.

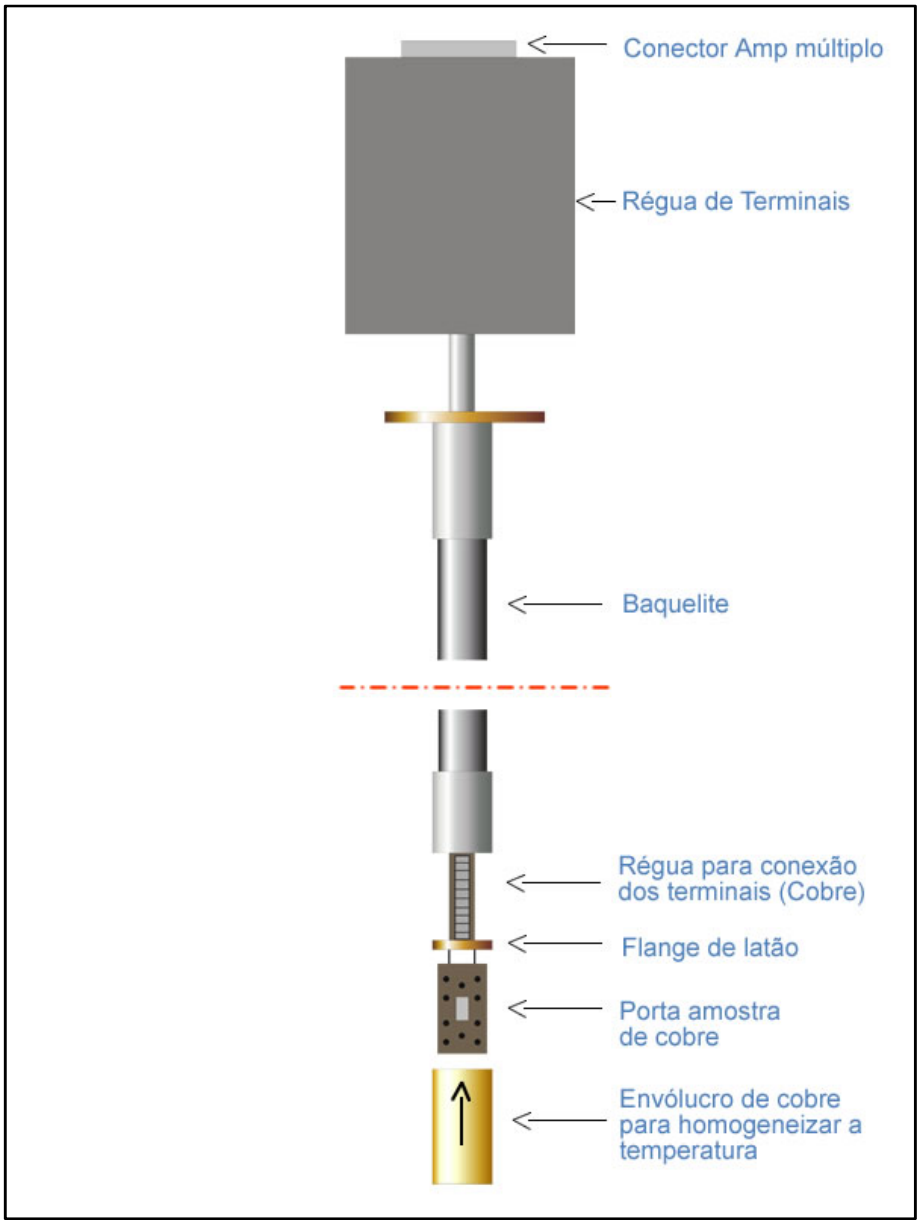

Figura 3.6 - Cana de medidas e seus componentes (8)

Na mesa porta amostra, além da amostra, é acomodado um aquecedor e um sensor térmico. O porta amostra consiste de duas placas de cobre soldadas e entre essas placas está acomodado o sensor térmico, pois assim há um melhor acoplamento térmico. O sensor consiste em uma resistência de Platina Rosemount de 500 Ω (em 273 K). Este termômetro foi calibrado para trabalhar em uma faixa de temperatura de 65 K a 300 K com uma precisão de 1 mΩ (24)

O aquecedor permite a variação de temperatura de maneira controlada. Este controle é feito pela passagem de uma corrente elétrica em um enrolamento de Ni-Cr 100 Ω/m gerando dissipação térmica por efeito Joule. Ainda, para garantir uma maior homogeneidade da temperatura o porta amostra é envolto por um cilindro de cobre. Na Figura 3.7 é mostrado o porta amostra e as posições do termômetro e do aquecedor.

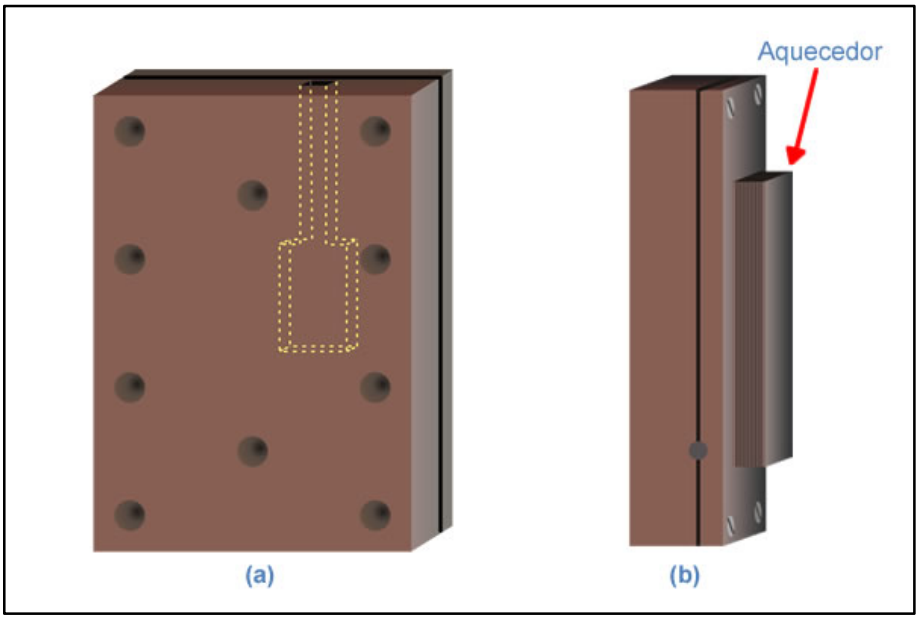

Figura 3.7 - Porta amostra. (a) vista frontal. A linha pontilhada representa a posição do termômetro; (b) vista lateral (8)

3.2.3.1 O GRADIENTE TÉRMICO

O gradiente térmico é um problema intrínseco a qualquer medida envolvendo termômetro e amostra, uma vez que é impossível fixar o termômetro no mesmo lugar da amostra. Com isso, a temperatura registrada pelo termômetro é ligeiramente diferente (podendo ser bem diferente em alguns casos) da real temperatura na amostra. Outro problema consiste em que, dentro do sistema criogênico, uma massa muito grande acarreta em uma inércia térmica muito grande, impossibilitando uma rápida resposta térmica. Por outro lado, uma massa muito pequena dificulta a estabilidade térmica, uma vez que uma pequena energia térmica é suficiente para variar rapidamente a temperatura.[2]

Nesse sistema criogênico o gradiente se dá devido ao fato que o aquecedor está colocado de um lado do porta amostra. Assim, a outra face do porta amostra pode ter uma temperatura diferente se a transferência de calor não é feita de modo quase-estático. Na prática esse gradiente acaba deslocando a curva resistência versus temperatura medida para direita, quando essa é feita esquentando, e deslocando a curva para a esquerda, quando feita esfriando. Para minimizar tal deslocamento utiliza-se taxas de variação de temperatura muito pequenas. Na Figura 3.8 podemos observar o efeito do gradiente térmico em uma medida de resistividade elétrica em função da temperatura para um campo aplicado de 20 Oe. Note que a

[2] Um texto muito bom e esclarecedor sobre cuidados na confecção de um sistema criogênico pode ser encontrado no capítulo 1 do manual controlador de temperatura da LakeShore Model 335 Cryogenic Temperature Controller. Há uma cópia desse manual no laboratório de supercondutividade e magnetismo do IF-UFRGS e o mesmo pode ser obtido no site do fabricante.

curva FCC[3] (esfriando) está deslocada para a esquerda enquanto que as curvas ZFC e FCW (esquentando) estão deslocadas para a direita. Na figura, a taxa de variação da temperatura, durante a medida, foi entre 3 e 5 K/h.

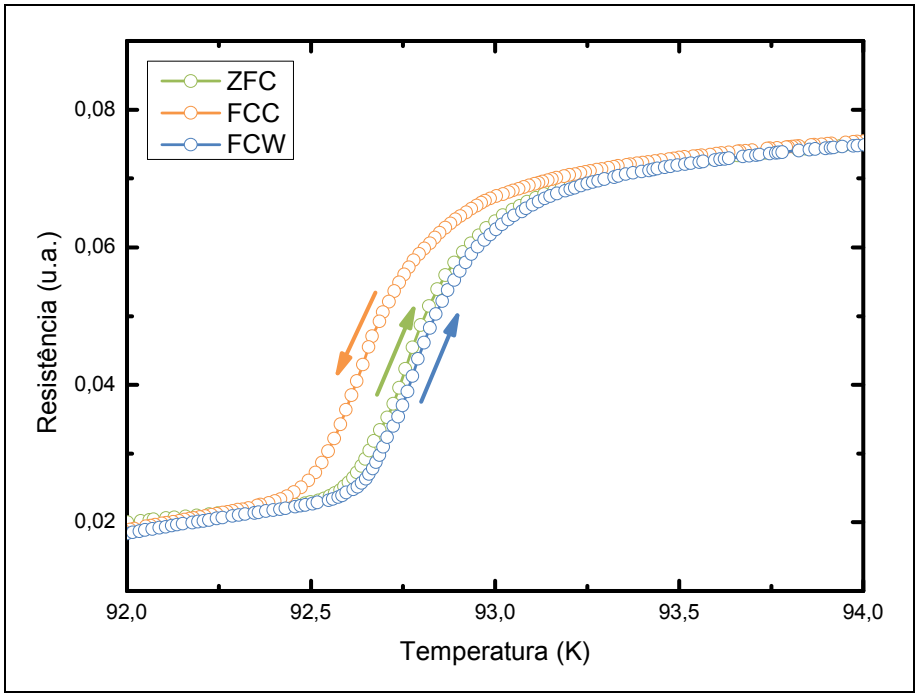

Figura 3.8 – Resistividade em função da temperatura nos procedimentos ZFC e FC e gradiente observado quando as taxas de variação da temperatura de 3 a 5 K/h são utilizadas

3.2.4 EQUIPAMENTO ELETRÔNICO

Os equipamentos utilizados na obtenção da resistividade elétrica são uma fonte de corrente alternada de baixa freqüência (35.7 Hz) fabricada no Instituto de Física - UFRGS, três resistências padrão, duas de 1 Ω e uma de 10 Ω da General Radio Company, um transformador de baixo ruído Princeton Applied Research modelo 1900, um amplificador Lock-in da Stanford Research Systems modelo SR830 DSP, uma Década indutiva da Electro Scientific Industries Inc. modelo 73, dois multímetros digitais Keithley modelo 2001, uma fonte de corrente contínua de 1 mA fabricada no Instituto de Física - UFRGS, uma fonte de corrente contínua Keithley modelo 2400 SourceMeter, um gerador de rampa térmica fabricado no Instituto de Física – UFRGS, uma fonte de corrente contínua fabricada no Instituto de física – UFRGS e um multímetro Keithley 195A (não representado na Figura 3.9).

A Figura 3.9 mostra o esquema da montagem eletrônica e a Tabela 3-2 lista o nome dos equipamentos fazendo referência à Figura 3.9

[3] Os procedimentos ZFC, FCW e FCC serão descritos na seção 3.3.3

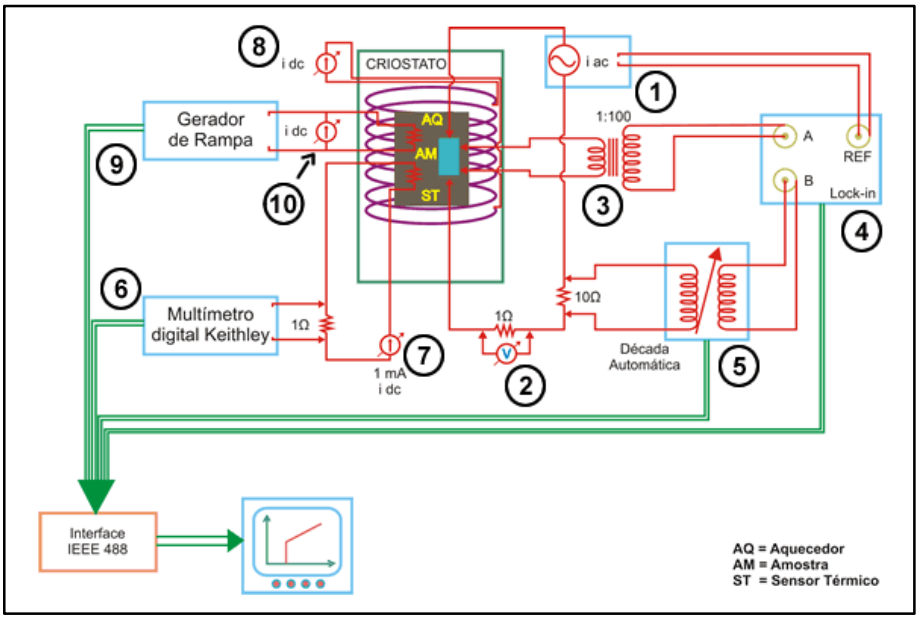

Figura 3.9 - Esquema da montagem eletrônica utilizada nas medidas de resistividade elétrica (25)

Tabela 3-2 - Principais equipamentos envolvidos nas medidas de resistividade elétrica

Referência	Nome do equipamento
1	Fonte de corrente alternada de baixa freqüência
2	Multímetro digital Keithley modelo 2001
3	Transformador de baixo ruído Princeton Applied Research modelo 1900
4	Amplificador Lock-in da Stanford Research Systems modelo SR830 DSP
5	Década indutiva da Electro Scientific Industries Inc. modelo 73
6	Multímetro digital Keithley modelo 2001
7	Fonte de corrente contínua de 1 mA fabricada no IF-UFRGS
8	Fonte de corrente contínua Keithley modelo 2400 SourceMeter
9	Gerador de rampa fabricado no Instituto de Física – UFRGS
10	Fonte de corrente contínua fabricada no IF – UFRGS
11	Multímetro digital Keithley modelo 195A (não representado na Figura 3.9)

As medidas de resistividade elétrica foram realizadas utilizando a técnica de corrente AC. Esta técnica consiste em passar, na amostra, uma corrente elétrica fornecida por uma fonte de corrente alternada. Em série com a amostra existem duas resistências padrão. Uma delas, de 1 Ω, está ligada em paralelo com um voltímetro. A leitura desse voltímetro é que garante a maior precisão do valor da corrente elétrica que está passando pela amostra, uma vez que se sabe o valor da resistência padrão e o voltímetro lê a diferença de potencial, facilmente se obtém o valor da corrente elétrica. Ainda, em série com a amostra há outra resistência, de 10 Ω. Uma Década indutiva está ligada, em paralelo, com essa resistência de forma a gerar um sinal de compensação. A Década atua como um transformador variável

desse sinal e a relação de transformação é dada por um valor ajustável no equipamento. Este sinal, de referência, é lido no canal B de um Lock-in.

Ao passar uma corrente elétrica na amostra uma diferença de potencial é estabelecida entre posições distintas. Esta diferença de potencial é aplicada a um transformador de baixo ruído e este sinal é lido no canal A do Lock-in. Este transformador pode amplificar o sinal da amostra em até 1000 vezes. O Lock-in está configurado para operar no modo a informar a diferença entre o sinal do canal A e do canal B, ou seja, A-B. Com esta configuração, qualquer flutuação na corrente elétrica que passa na amostra será captada pelo canal A e também pelo canal B e como o Lock-in faz a diferença destes dois sinais essa flutuação se anula, cancelando, com isso, o efeito de uma eventual flutuação na corrente elétrica. Ainda, um sinal de referência da fonte de corrente elétrica é lida pelo Lock-in possibilitando um ajuste da freqüência e da fase da corrente aplicada, melhorando assim a relação sinal/ruído.

Com a variação da temperatura, a resistência elétrica da amostra varia na mesma proporção que o valor de tensão lida pelo canal A do Lock-in, uma vez que a corrente é mantida fixa. No momento em que o sinal do canal A (tensão da amostra) se iguala ao sinal de compensação, previamente ajustado, lido no canal B do Lock-in significa que o valor da resistência elétrica da amostra é proporcional ao valor previamente ajustado na Década. Nesta técnica de nulo, a precisão do sinal nas medidas está entre $1:10^5$ e $1:10^6$.

Para a medida da temperatura é utilizado uma fonte de corrente contínua muito estável que alimenta o termômetro de platina. Com um multímetro lê-se a tensão e a corrente elétrica nos terminais do termômetro. De posse do valor da corrente elétrica e da tensão é calculada a resistência elétrica do termômetro, que varia com a temperatura. Existe um polinômio, obtido através da calibração do termômetro, que faz a conversão do valor da resistência elétrica medida para a temperatura do sensor.

O controle da variação da temperatura é feito por um gerador de rampa que controla a potência aplicada no aquecedor, que está acomodado no porta amostra. O gerador de rampa pode ser configurado para operar no modo local ou no modo remoto. O modo local indica que o usuário controla o aquecedor manualmente, aumentando ou diminuindo a potência fornecida. Já o modo remoto indica que esta função será passada para o software que controla os dispositivos durante a medida. É este software quem tomará as decisões de quando deve aumentar ou diminuir a potência no aquecedor[4]. Com esse sistema de controle de temperatura podemos obter taxas de variação de temperatura tão baixas quanto 1 K/h. Assim conseguimos obter, nas medidas de resistividade elétrica, pontos em intervalos de

[4] Mais detalhes sobre o controle automático da variação da temperatura estão explicados na seção 4.7.

temperaturas na faixa de 0.01 K, com uma precisão na medida de temperatura em torno de 1 mK.

3.3 PROCEDIMENTO DE MEDIDA

3.3.1 CONTATOS ELÉTRICOS

Para facilitar a determinação do fator geométrico nas medidas de resistividade elétrica, a amostra, inicialmente cilíndrica, foi cortada na forma de um paralelepípedo. As dimensões da amostra podem ser observadas na Tabela 3-3

Tabela 3-3 - Dimensões da amostra estudada

Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)
8,7	3,0	2,3

Para a confecção dos contatos elétricos, quatro tiras paralelas de cola prata foram depositadas na superfície da amostra. As duas tiras externas são os terminais de corrente elétrica enquanto que as tiras internas são os terminais para medida de tensão. Esta é a técnica das quatro pontas e está representada na Figura 3.10.

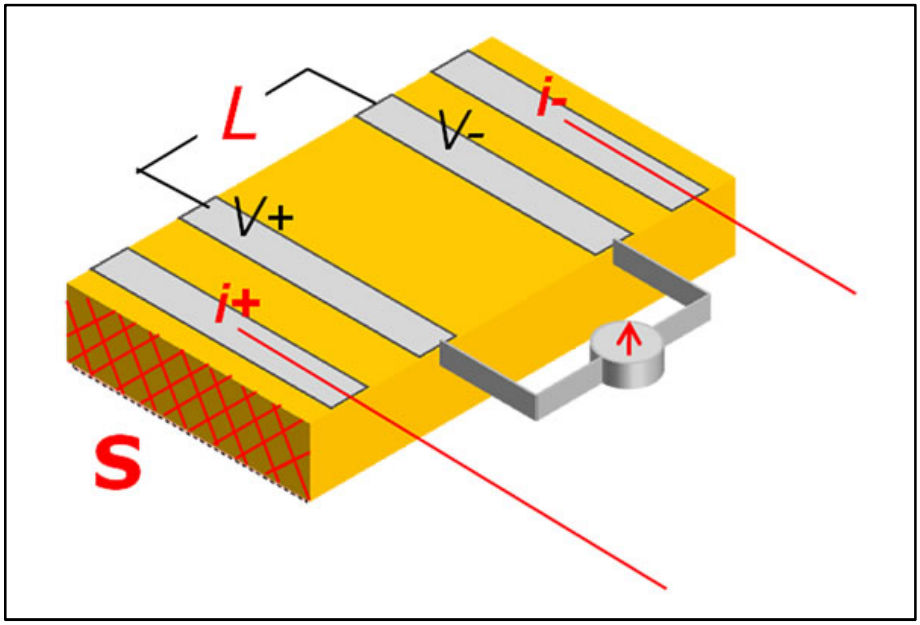

Figura 3.10 - Disposição dos contatos elétricos utilizando a técnica das quatro pontas, onde L é o caminho elétrico entre os terminais de tensão, S é a área transversal da amostra, V são os terminais de tensão e i os terminais de corrente

Para garantir a cura e a aderência da cola prata a amostra foi colocada por uma hora no forno a uma temperatura de 200 °C.

O próximo passo foi confeccionar uma base para servir de suporte para a amostra.

Para a base cortou-se uma chapa plana de cobre, de aproximadamente 1 cm X 1 cm, e espessura da ordem de 100 µm. Para minimizar o gradiente térmico é desejado que este suporte seja o mais fino e plano possível, para melhorar o acoplamento térmico.

Após, a base de cobre foi lixada (ambas as faces) por duas vezes. A primeira utilizando uma lixa média tomando cuidado de tirar alguma deformação deixada pelo corte. A segunda, utilizando uma lixa bem fina, para tirar os riscos deixados pela lixa média. Todo esse procedimento serve para aumentar o contato térmico entre o porta amostra e a base onde será colocada a amostra. Como a base de cobre é condutora elétrica torna-se necessária a utilização de um material isolante para evitar o contato elétrico entre a base e a amostra. Para tal, utilizou-se papel de seda para fumo, que foi colado em uma das faces da base de cobre utilizando verniz General Eletric para baixas temperaturas. Colou-se a amostra na base isolada e logo após foram colados, com cola prata, os fios que ligam a amostra à cana. Para secar a cola prata, que fixa os fios de cobre aos contatos previamente preparados, a amostra foi colocada sob uma lâmpada de 60 W, a uma temperatura de aproximadamente 80 °C, por 6 horas.

Por último, utilizando um micrômetro, foi medida a distância, L, entre os terminais que revelam a diferença de potencial elétrico e o valor encontrado foi de L = 1,6 mm. Com isso a amostra está pronta para ser colocada na cana de medidas.

3.3.2 RESISTIVIDADE ELÉTRICA

Os procedimentos descritos aqui explicam como foram obtidas a resistividade elétrica em função da temperatura para a amostra policristalina de YBCO-Fe em campo nulo ou sob campos magnéticos fixos aplicados. Depois de instalada a amostra na cana[5] e ajustado o valor do campo magnético aplicado, foi aplicado na amostra, usando uma fonte de corrente alternada, uma corrente elétrica de 1 mA. Com isso, ajustando o Lock-in para mostrar somente o sinal do canal A, leu-se a diferença de potencial entre os terminais de tensão. Utilizando a Equação 3.1 calculou-se a resistência elétrica da amostra,

$$R(T_{amb}) = \frac{V(T_{amb})}{i}, \qquad \text{Equação 3.1}$$

onde i é a corrente elétrica, V é a tensão, T_{amb} é a temperatura ambiente e R sua resistência elétrica.

De posse da resistência elétrica, e utilizando a área da seção transversal da amostra e o caminho elétrico entre os terminais de tensão conforme mostrado na seção 3.3.1, foi

[5] A amostra foi instalada de forma que o sentido do campo magnético aplicado fosse paralelo ao sentido da corrente elétrica que passa através dela.

possível calcular a resistividade elétrica utilizando a Equação 3.2,

$$\rho(T) = \frac{1}{g}\frac{S}{L}\,R(T), \qquad \text{Equação 3.2}$$

onde g é o ganho gerado pelo transformador de baixo ruído, S é a área da seção transversal da amostra, L é o caminho elétrico entre os terminais de tensão e R é a resistência elétrica da amostra.

O Lock-in foi colocado a operar no modo A-B e ajustou-se a Década de modo a zerar o sinal lido no Lock-in. Como o valor de transformação da Década, valor ajustado, é proporcional à resistência/resistividade da amostra ele pode ser considerado como um valor de resistência em unidades arbitrárias, e a conversão para unidades convencionais será descrito a seguir.

Para o controle da medida foi utilizado o programa "*Medida de Resistividade v_6.3*"[6] e suas configurações foram feitas de modo a tornar a medida totalmente automatizada. Os dados coletados pelo software e direcionados para um arquivo de saída são a temperatura, em Kelvin e a resistência em unidades arbitrárias, onde essa resistência é o valor de transformação da Década. Como mencionado acima é necessária a conversão destas resistências obtidas em unidades arbitrárias para unidades convencionais.

A conversão é feita multiplicando o valor de Década, obtido no arquivo de saída, pela resistência elétrica obtida em temperatura ambiente e dividir pelo valor de Década que zerou o sinal de tensão em temperatura ambiente. Para obter a resistividade no lugar da resistência elétrica basta levar em consideração os fatores geométricos da amostra. A Tabela 3-4 mostra um exemplo da obtenção da resistividade e resistência elétrica para a temperatura de 150 K.

Tabela 3-4 - Conversão da resistividade elétrica em unidades arbitrárias para unidades convencionais

$R(T_{amb})$	$\rho(T_{amb})$	$Década_{amb}$	$Década_{150}$	$R(T_{150})$	$\rho(T_{150})$
12,29 mΩ	5,3 mΩ.cm	0,1202600	0,1032815	10,56 mΩ	4,56 mΩ.cm

3.3.3 SISTEMÁTICA DE MEDIDA

Foram feitas medidas de resistividade elétrica em função da temperatura para diversos valores de campo aplicado, variando entre 0 e 300 Oe. Os campos foram aplicados paralelamente ao sentido da corrente elétrica. Em todas as medidas a corrente elétrica foi mantida fixa em 1 mA.

[6] Mais detalhes sobre o software de medida de resistividade elétrica estão descritos no Capítulo 4

As medidas foram feitas segundo os procedimentos ZFC, FCC e FCW, pois o objetivo é estudar os efeitos das irreversibilidades magnéticas. Estes procedimentos são descritos a seguir.

i. ZFC (*Zero Field Cooled*) Esse procedimento consiste em resfriar a amostra, do estado normal para o estado supercondutor, sem campo aplicado e sem corrente elétrica aplicada, para garantir que não haja campo induzido. Estando no estado supercondutor aplica-se corrente elétrica e o campo magnético desejado, então se efetua a medida esquentando a amostra do estado supercondutor para o normal.

ii. FCC (*Field Cooled Cooling*) Nesse procedimento a medida é feita resfriando a amostra, do estado normal para o estado supercondutor, com campo aplicado.

iii. FCW (*Field Cooled Warming*) Esse procedimento consiste em esfriar a amostra, do estado normal para o supercondutor, com campo aplicado. Estando no estado supercondutor mantém-se o campo magnético com o valor inicialmente aplicado e então se efetua a medida esquentando a amostra do estado supercondutor para o normal.

Para uma maior precisão dos resultados, as taxas de variação da temperatura foram mantidas bem baixas. Na região medida a taxa foi ajustada entre 3 K/h e 5 K/h, o que permitiu o registro de uma alta densidade de pontos, o que facilita os cálculos numéricos da derivada da resistividade em função da temperatura. O intervalo de temperatura entre os pontos adjacentes é de aproximadamente 0.02 K.

CAPÍTULO 4. O SOFTWARE DE CONTROLE

Durante a medida da resistividade elétrica é necessário efetuar uma série de ajustes de parâmetros nos equipamentos e ainda deve-se fazer a leitura dos dados desejados em determinados momentos. Tais ajustes e leituras podem ser feitos manualmente, tornando a medida cansativa e ainda possibilitando o registro de alguns dados errados, seja por imperícia, descuido ou até mesmo cansaço humano. Para solucionar esse problema foi proposta, na década de 90, a confecção de um programa de computador que gerenciasse a maioria desses ajustes e coletasse os dados desejados. Para isso utilizou-se um microcomputador 486 DX2-66 com uma placa GPIB[7] com barramento ISA[8]. Para a confecção do software utilizou-se a linguagem de programação Quick-Basic por ser uma linguagem de fácil aprendizado e muito estável, o que daria maior segurança durante a medida. Com a confecção do software praticamente todos os procedimentos ajustáveis foram automatizados, o que aumentou em muito a precisão e a quantidade dos dados coletados. No entanto três parâmetros não foram possíveis automatizar:

- o controle do aquecedor, que possibilita o controle da temperatura;
- a determinação se a resistividade da amostra está aumentando ou diminuindo com a temperatura;
- a determinação do passo de variação da Década previamente à obtenção de um ponto experimental.

Estes parâmetros continuaram sendo alterados pelo usuário e embora a medida tenha se tornado mais precisa e menos cansativa, o usuário ainda deveria permanecer em frente ao computador durante toda a duração da experiência, que pode levar várias horas. O software em tempo de execução pode ser visto na Figura 4.1.

---

[7] GPIB é um barramento muito utilizado na indústria para fazer a conexão entre equipamentos. Embora este barramento tenha aproximadamente 40 anos ele ainda é muito utilizado por ser muito confiável, uma vez que já foi amplamente testado. Também importante é o fato de ser um barramento muito robusto, já que ainda hoje apresenta uma boa relação velocidade de comunicação-latência.

[8] ISA é o barramento que faz a conexão entre a placa GPIB e o microcomputador. Este barramento hoje está em desuso.

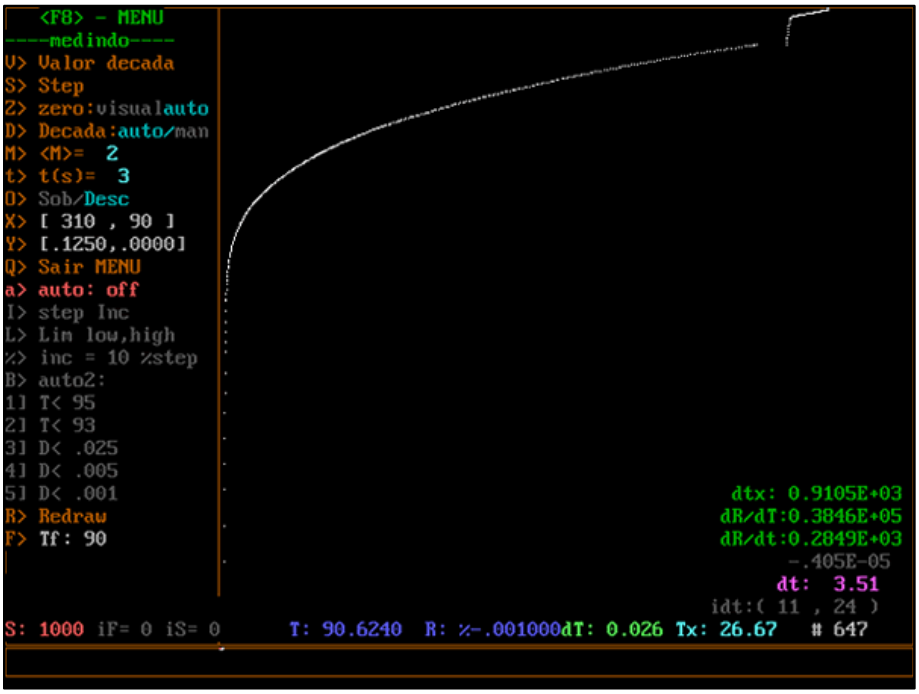

Figura 4.1 - Software antigo em uma medida de resistividade elétrica em função da temperatura

Com o avanço da informática, componentes e barramentos foram mudando e com isso as peças e barramentos antigos deixaram de ser fabricados e utilizados. Com isso, se qualquer peça do computador que controlava a experiência fosse danificada, não poderia ser reposta. Isto acarretaria na interrupção das medidas automatizadas, uma vez que o software foi desenvolvido para utilizar uma placa GPIB específica.

A solução para esse problema foi a aquisição de um microcomputador moderno e uma placa de aquisição de dados nova, com barramento atualizado (PCI) e a confecção de um novo software. Optou-se pela utilização da linguagem de programação Visual Basic .NET, pois esta tem alguma semelhança com a linguagem anterior. Além disso, trata-se de uma linguagem de programação moderna, também considerada de fácil aprendizado.

A idéia básica do novo software de medida é a mesma do antigo. No entanto houve algumas alterações devido às diferenças entre as duas linguagens de programação. A lógica do programa pode ser entendida, de forma muito simplificada, no fluxograma da Figura 4.2.

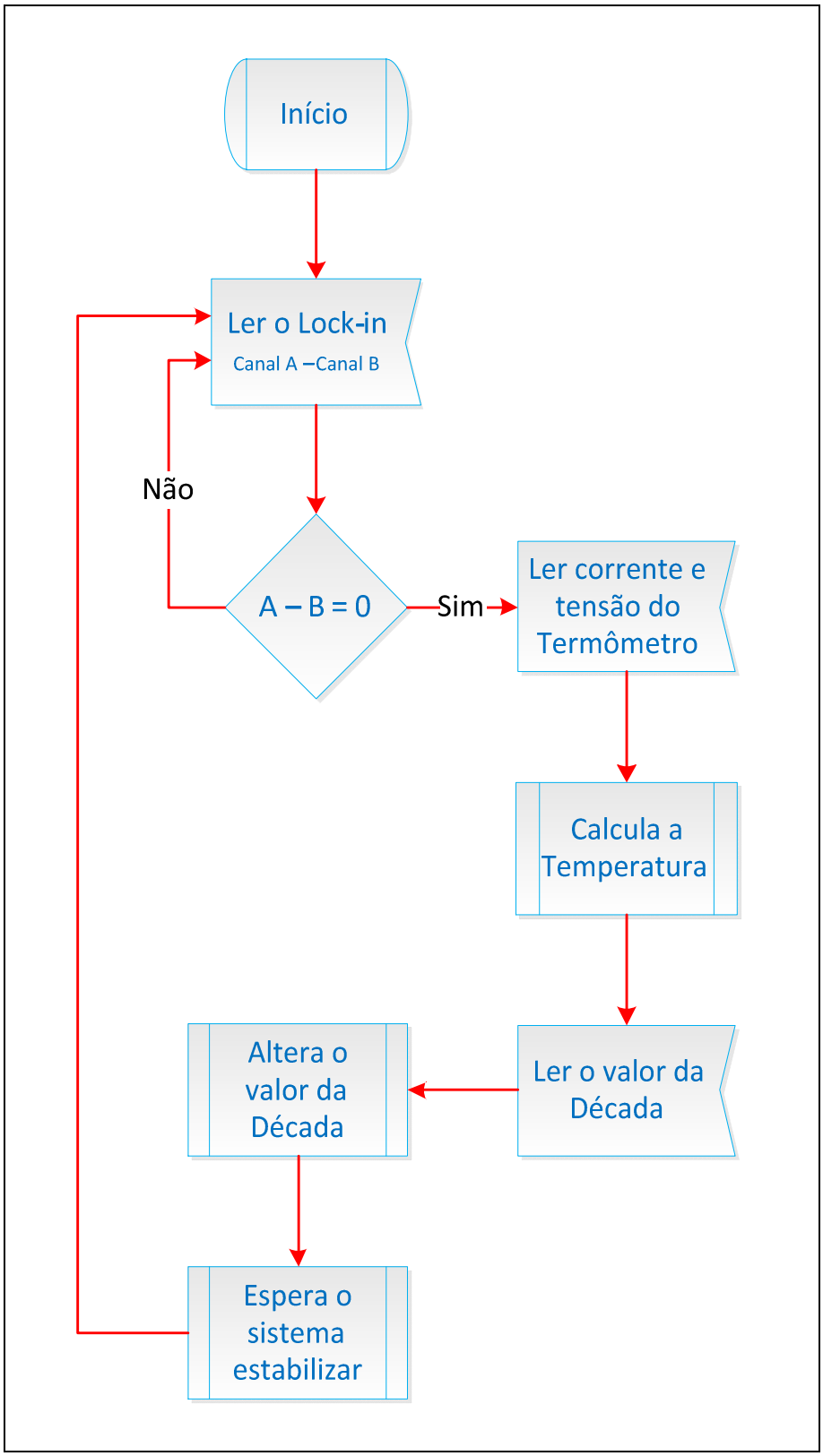

Figura 4.2 – Fluxograma simplificado do software de controle da medida de resistividade elétrica

Basicamente, o programa fica lendo o Lock-in, que informa a diferença entre o sinal do canal A e do canal B, até que identifique que a diferença seja zero, ou seja, que os dois sinais são iguais. Nesse momento são executadas funções para ler a tensão e a corrente elétrica no termômetro e com isso calcular a resistência elétrica do termômetro. Após a obtenção da

resistência do termômetro, uma função que utiliza um polinômio de calibração é executada e esta informa o valor da temperatura. Este valor de temperatura além de ser impresso na tela também é direcionado para um arquivo de saída, para posterior análise, juntamente com o valor de transformação previamente configurado na Década. Este valor de transformação ainda deverá ser convertido para resistência elétrica em unidades convencionais. Essa conversão foi descrita na seção 3.3.2. Após salvar o valor da temperatura e da resistência, em unidades arbitrárias, o software altera o valor de transformação da Década, alterando o valor lido no canal B do Lock-in. Com esse procedimento o programa tira o Lock-in do estado de nulo. O procedimento de mudar o valor de transformação da Década é chamado de *Desbalanço da Década*. A magnitude desse valor é chamado de *Step*. Por fim, o software espera alguns segundos, pré estabelecido pelo usuário, para estabilizar o sistema e retorna a ler o Lock-in fechando com isso o ciclo do programa.

Na inicialização do programa, alguns parâmetros devem ser configurados antes da medida. Na Figura 4.3 podemos ver o layout do software de medida.

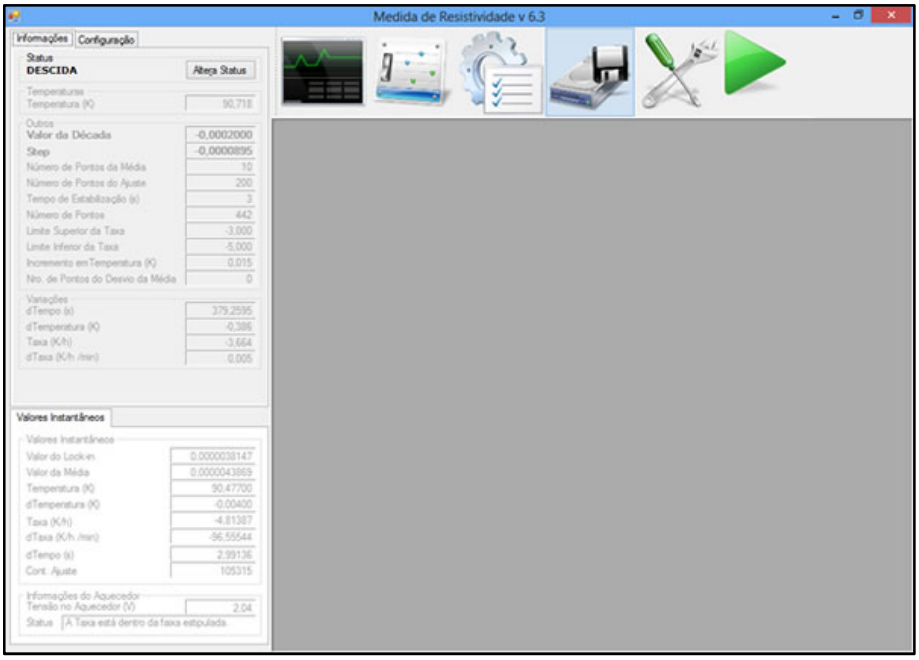

Figura 4.3 - Layout do novo software de medidas de resistividade elétrica

4.1 ENTRADA DE PARÂMETROS INICIAIS

Nesta opção o usuário pode configurar os seguintes parâmetros: número de pontos da média, tempo de estabilização do sistema, distância entre os contatos de tensão, espessura da amostra, largura da amostra e fator de transformação.

i. Número de pontos da Média: Para determinar quando o sinal do Lock-in é nulo o programa faz uma média das últimas “n” leituras e monitora quando essa

média muda de sinal, o que indica que o sinal passou pelo zero. O valor de “n” informado pelo usuário.

ii. Tempo de estabilização do sistema: Toda vez que é alterado o valor do sinal de compensação, ou seja, quando a década é desbalanceada, há uma perturbação no sinal de medida. Essa perturbação é momentânea e por isso o software espera um determinado tempo de estabilização sem coletar dados.

iii. Distância entre os contatos de tensão: Essa opção serve para que o software calcule, conforme descrito na seção 3.3.2, a resistividade elétrica automaticamente.

iv. Espessura e Largura da amostra: Essas opções, como descrito acima, também servem para calcular a resistividade elétrica automaticamente.

v. Fator de Transformação: Como o sinal da amostra pode ser amplificado, esse fator de amplificação deverá ser levado em conta (seção 3.3.2).

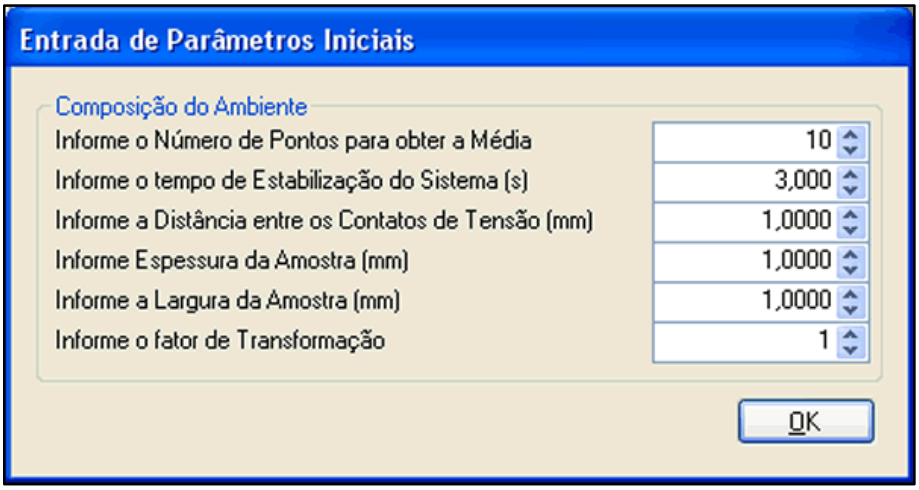

Figura 4.4 - Layout da configuração dos parâmetros iniciais do software

4.2 SAÍDA DE DADOS

Aqui o usuário determina qual o nome do arquivo onde serão salvos os dados coletados na medida e o pasta onde esse arquivo será armazenado.

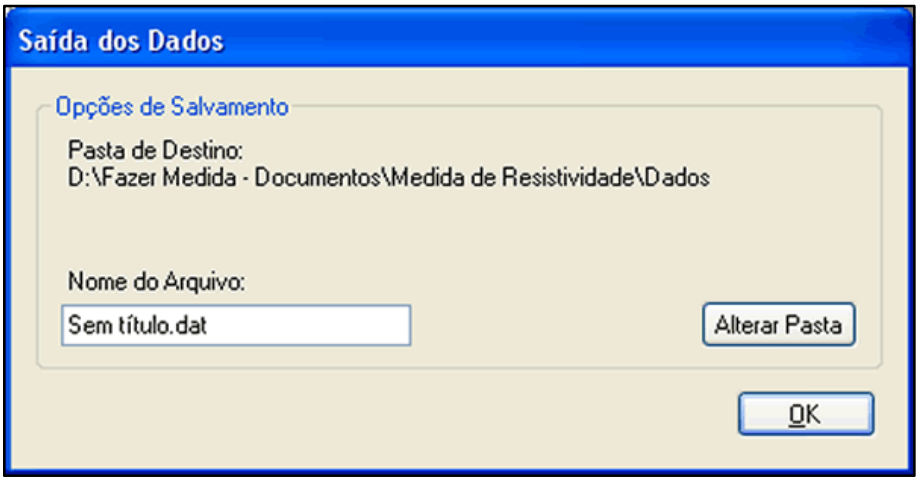

Figura 4.5 - Layout da criação do arquivo de saída de dados

4.3 CONFIGURAÇÃO DAS TEMPERATURAS

O controle da temperatura é determinado nessa janela. O usuário poderá optar por controlar a variação da temperatura manualmente, ou deixar essa atribuição para o software. Na opção em que o software controla a taxa de variação da temperatura há dois métodos. No primeiro, o usuário informa os valores máximo e mínimo para a taxa. No segundo deverá ser feita uma seqüência de medida.

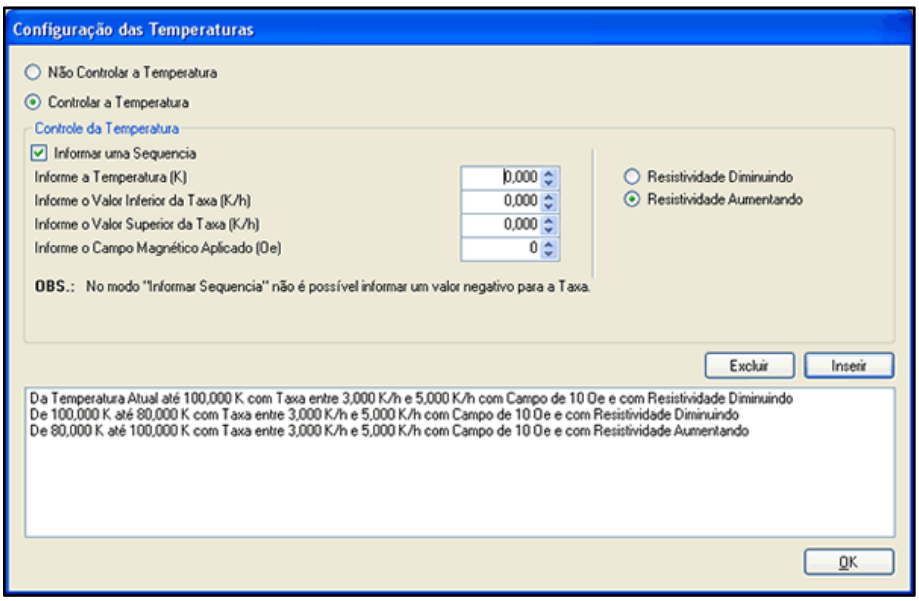

Figura 4.6 - Layout da criação de seqüência de temperaturas

4.4 CONFIGURAÇÃO DO ZERO INICIAL DA MEDIDA

O usuário poderá informar o valor inicial da década, ou solicitar ao software para encontrar esse valor. O procedimento automático só terá êxito quando este for feito em

equilíbrio térmico, ou quando a taxa de variação da temperatura for muito pequena.

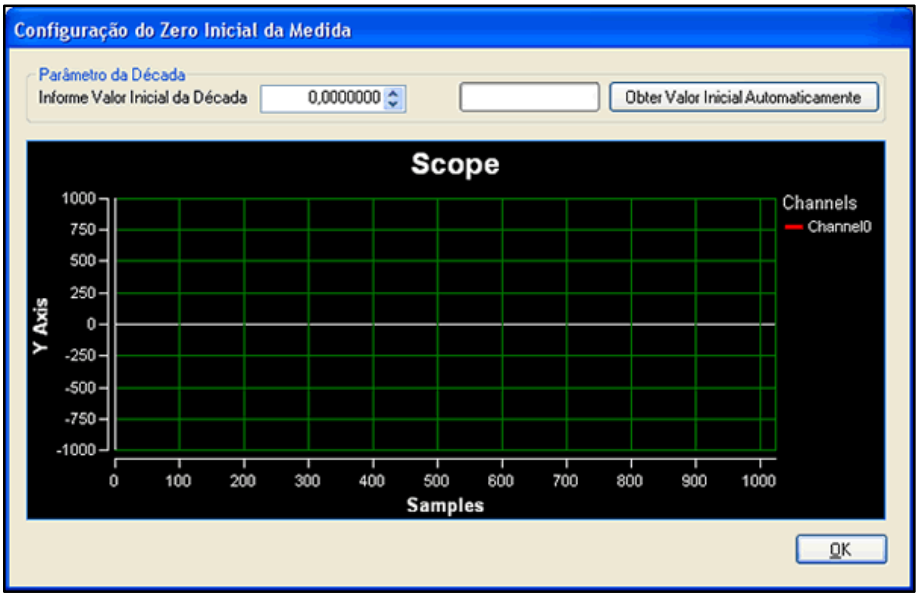

Figura 4.7 - Layout da configuração do valor inicial da década

4.5 CONFIGURAÇÃO DO LOCK-IN

Esta janela está dividida em dois tópicos importantes: a configuração do Step e a configuração da Subida/Descida.

4.5.1 CONFIGURAÇÃO DO STEP

Nesta janela o usuário escolhe se informa manualmente o Step ou se deseja que o programa calcule-o. Independentemente da opção escolhida, o usuário deverá informar dois parâmetros: a tensão inicial da amostra e o Step inicial.

i. Tensão inicial da amostra – Canal A (V)[9]: O usuário poderá informar manualmente esse valor ou solicitar que o software o obtenha automaticamente. Essa opção serve para que o software calcule, conforme descrito na seção 3.3.2, a resistividade elétrica automaticamente.

ii. Step inicial: É o valor inicial do desbalanço da década.

A escolha do Step automático implica na configuração adicional dos seguintes parâmetros: incremento em temperatura, coeficiente angular da reta, coeficiente linear da reta, número de pontos para fazer o ajuste e número de pontos do desvio da média do ajuste.

i. Incremento em temperatura: é a estimativa que o software usa para calcular

[9] Note que falar em tensão é equivalente à falar de resistência, uma vez que a corrente elétrica aplicada durante toda a medida é constante

um Step que possibilite coletar pontos em um intervalo igual ao incremento informado.

ii. Coeficiente angular e coeficiente linear da reta: esses coeficientes determinam a relação entre o valor de transformação da década e o sinal gerado por ela.

iii. Número de pontos para fazer o ajuste: é o número de pontos utilizados para calcular o ajuste que fará a previsão do valor em que estará a tensão após o incremento em temperatura.

iv. Número de pontos do desvio da média do ajuste: após o cálculo do novo Step, esse não poderá ser maior que a média mais o desvio da média dos últimos *n* Steps calculados, onde *n* é o número de pontos do desvio da média do ajuste.

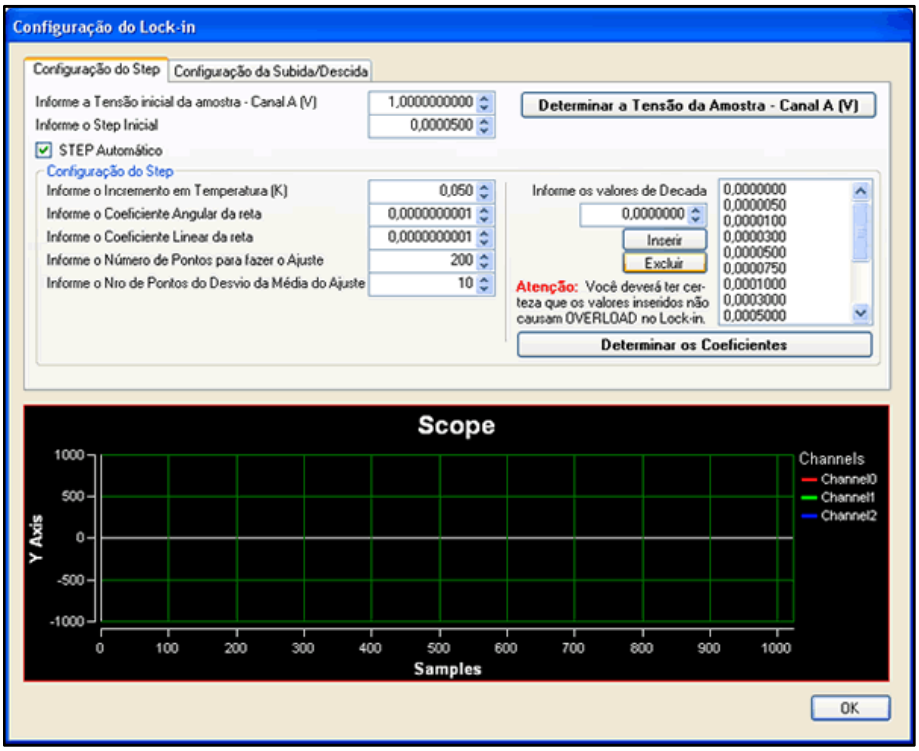

Figura 4.8 - Layout da Configuração do Step

4.5.2 CONFIGURAÇÃO DA SUBIDA/DESCIDA

A opção de determinar automaticamente se a resistência do material que está sendo medido está subindo ou descendo em função da temperatura ainda não foi implementada. Portanto, esta opção não está ativada.

O ruído eletrônico da medida pode ser informado pelo usuário. Alternativamente, o usuário poderá solicitar para que o software determine automaticamente o ruído da medida. Para a determinação automática do ruído é necessário que o sistema esteja em equilíbrio

térmico. Uma variação na temperatura implicará numa variação da resistividade e essa variação será atribuída ao ruído eletrônico.

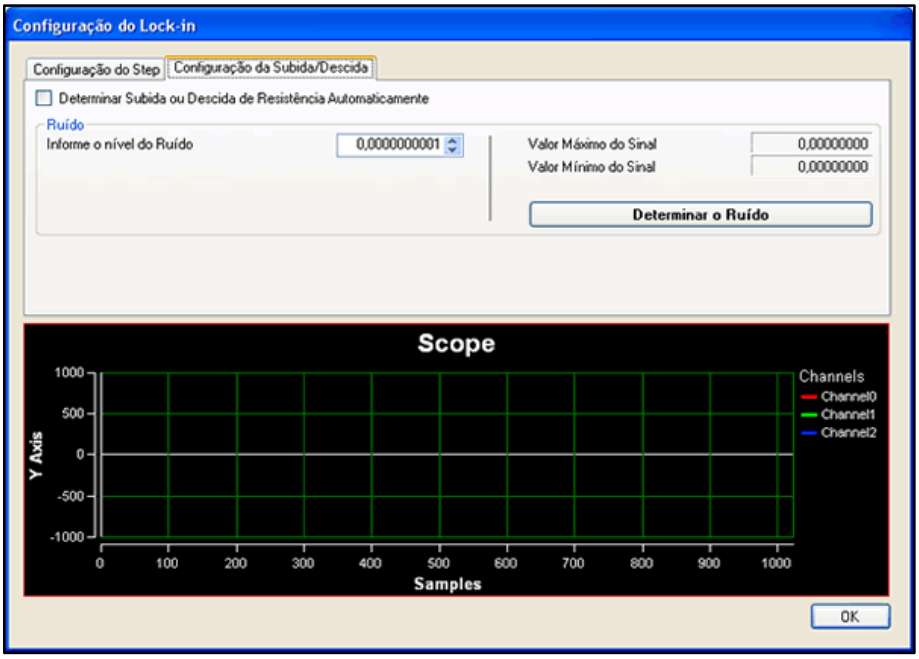

Figura 4.9 - Layout da configuração da Subida/Descida

4.6 EXECUÇÃO DA MEDIDA

Por fim, após fornecidas estas configurações iniciais a medida poderá ser iniciada. Entretanto, muitos dos parâmetros configurados podem ser alterados durante a medida, em tempo de execução. Na Figura 4.10 pode ser observada uma medida de resistividade elétrica em função da temperatura utilizando a versão do software 6.3.

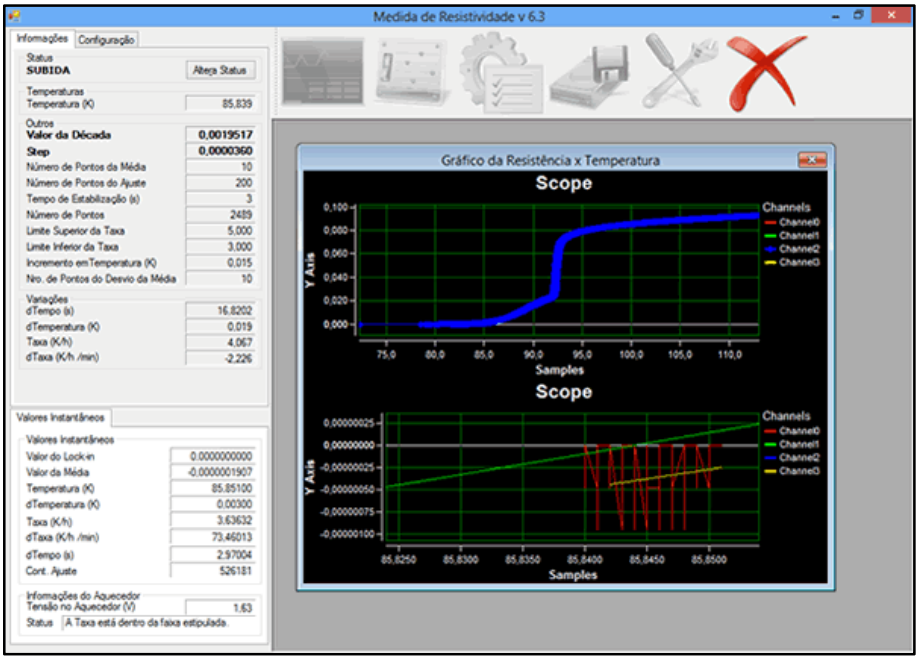

Figura 4.10 – Medida de resistividade elétrica em função da temperatura utilizando o novo software

4.7 O CONTROLE AUTOMÁTICO DA TAXA DE VARIAÇÃO DA TEMPERATURA

Para possibilitar o controle automático da taxa de variação da temperatura, foi necessário a implementação de um novo circuito no equipamento, o qual gera a rampa de potência fornecida ao aquecedor. Este circuito pode ser visualizado na Figura 4.11.

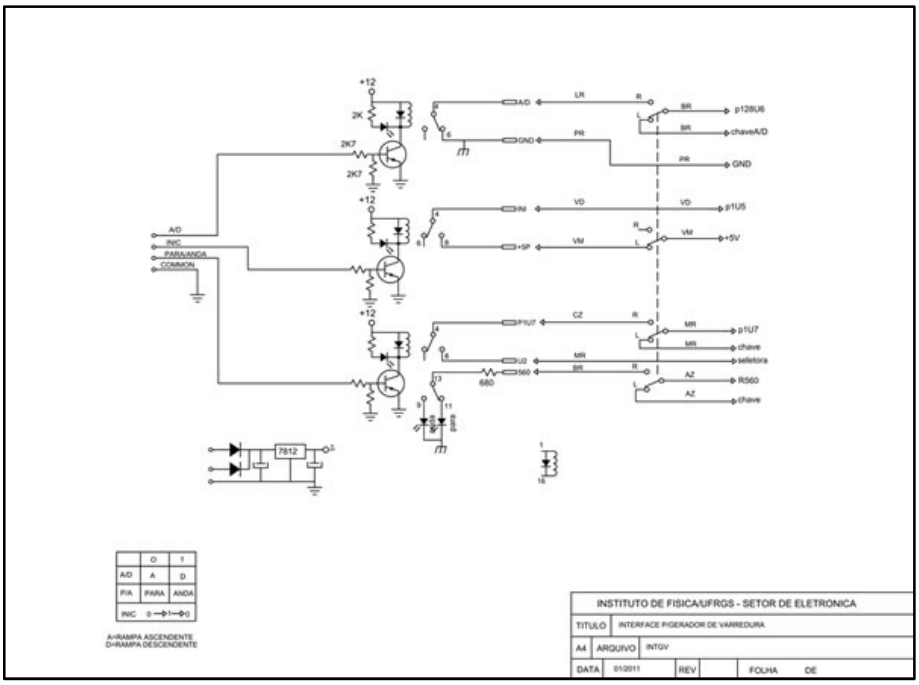

Figura 4.11 - Circuito anexado ao gerador de rampa para o controle automático da taxa

O usuário, manualmente, deve colocar o gerador no modo remoto e, durante a configuração inicial do software, informar o limite superior e inferior da taxa de variação da temperatura. Durante a medida, o software fica monitorando essa taxa, conforme descrito na seção 4.3. Quando esta sai da faixa estipulada é executada uma rotina de tomada de decisão que determinará se a rampa deverá aumentar ou diminuir a potência do aquecedor para manter a taxa próxima ao valor estipulado.

Observa-se que este procedimento não garante que a taxa de variação da temperatura fique entre os limites ajustados, pois o aquecedor é acionado somente quando o software detecta que a taxa está fora dos limites informados. Ao configurar uma seqüência ocorre outro problema, pois quando duas seqüências consecutivas possuem intervalos de taxas muito distantes, leva certo tempo para a rampa se ajustar ao novo intervalo.

4.8 A DETECÇÃO AUTOMÁTICA DO STEP DA DÉCADA

Quando é identificada uma condição de nulo, o que significa que o sinal da amostra é

igual ao sinal gerado pela década é feita a medida e logo após provoca-se um desbalanço na Década. Esse desbalanço nada mais é que a alteração do valor de transformação da Década. Logo após o tempo de estabilização o software fica lendo o Lock-in até o momento em que ocorra outra condição de nulo. Para entender como o programa calcula o quanto deve ser desbalanceada a década deve-se compreender algumas considerações feitas. O Lock-in está configurado para fazer a diferença entre dois sinais, o sinal do canal A e o sinal do canal B. O sinal do canal A é dependente da temperatura, enquanto o sinal do canal B não depende da temperatura e sim do valor de transformação configurado na década. A cada ponto coletado em uma medida, o sinal do canal B está fixo e o que varia é o sinal do canal A, uma vez que a temperatura está variando. No momento do desbalanço, como este é tão rápido, é considerado que o sinal do canal A está fixo e o que deve ser variado é o sinal do canal B. O que falta então é saber o quanto deverá ser variado o sinal do canal B.

Para isso o software faz um ajuste linear dos últimos *n* valores obtidos do Lock-in, onde *n* é o *número de pontos do ajuste*, citado na seção 4.5.1. Supondo que, em uma temperatura próxima à registrada por último, o sinal siga a tendência da reta calculada. Logo, após um determinado incremento de temperatura (descrito na seção 4.5.1), o sinal do canal A terá variado certo ΔV. Portanto é preciso saber de quanto deverá ser mudado o valor de transformação da década para gerar o mesmo ΔV no sinal do canal B.

Só é possível determinar a variação do sinal do canal B em função do valor de transformação porque a relação entre o sinal gerado e o valor de transformação é linear, conforme pode ser visto na Figura 4.12.

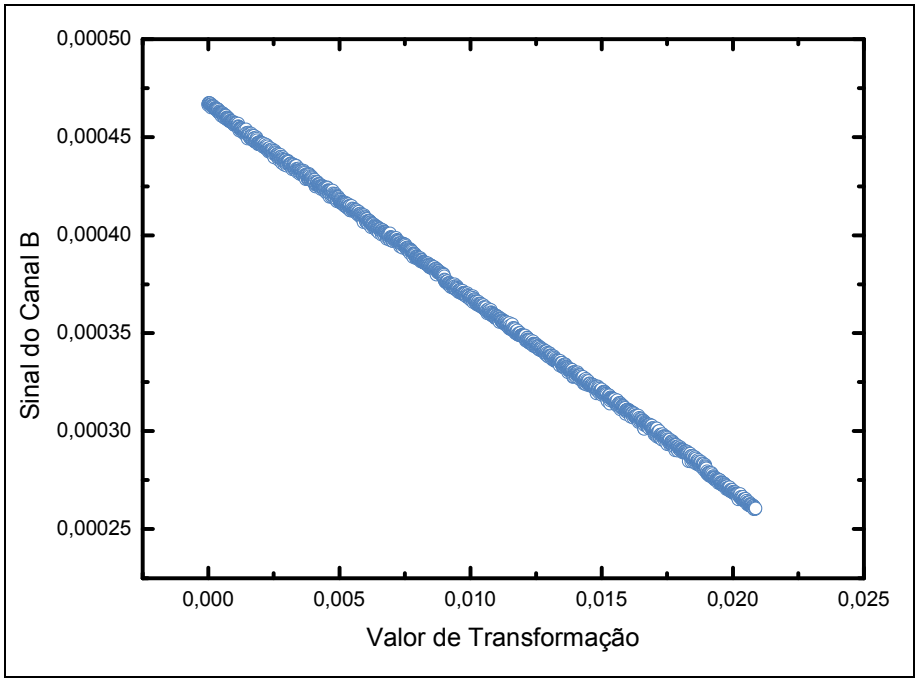

Figura 4.12 - Relação entre o sinal do canal B e o valor de transformação

Com o equilíbrio térmico, ou seja, com o sinal do canal A fixo pode-se obter o coeficiente angular dessa reta (procedimento descrito na seção 4.5.1). Sabendo-se a inclinação da reta e a variação do sinal do canal B, ΔV, calcula-se qual deve ser a variação do valor de transformação, que é o Step. Uma esquematização do procedimento descrito acima pode ser visto na Figura 4.13.

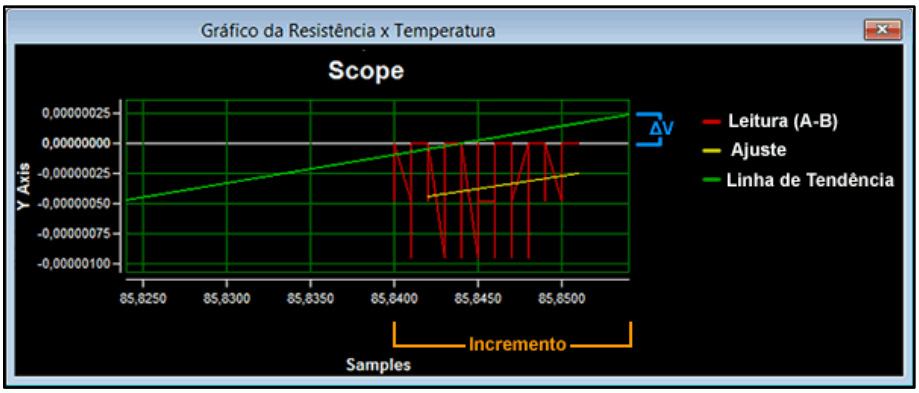

Figura 4.13 - Procedimento para obtenção do valor do Step

Na figura, os pontos em vermelho são as leituras do Lock-in, ou seja, Canal A menos o canal B. Já a linha amarela é o ajuste dos pontos coletados do Lock-in. É este ajuste que fará a previsão do comportamento do sinal da amostra. A linha verde é a extrapolação da linha amarela a partir da última mudança no valor de transformação. Observa-se que a linha verde é a previsão do comportamento do sinal da amostra, enquanto que a linha amarela será a previsão. Ou seja, a linha amarela se tornará a verde quando houver o próximo desbalanço.

CAPÍTULO 5. LINHA DE IRREVERSIBILIDADES MAGNÉTICAS NO SUPERCONDUTOR GRANULAR $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais das medidas de magnetorresistência em função da temperatura em diversos campos aplicados na amostra policristalina de YBCO-Fe. Durante as medidas a amostra foi percorrida por uma corrente elétrica de 1 mA, paralela ao sentido do campo magnético. O objetivo concentra-se na determinação da linha de irreversibilidades magnéticas possibilitando com isso a confecção de um diagrama de fases do tipo H x T.

5.1 A TRANSIÇÃO PARA O ESTADO SUPERCONDUTOR

5.1.1 A TRANSIÇÃO RESISTIVA EM CAMPO NULO

Inicialmente mediu-se a amostra desde a temperatura ambiente, sem campo aplicado, até temperaturas inferiores à temperatura de resistência nula, conforme mostrado na Figura 5.1.

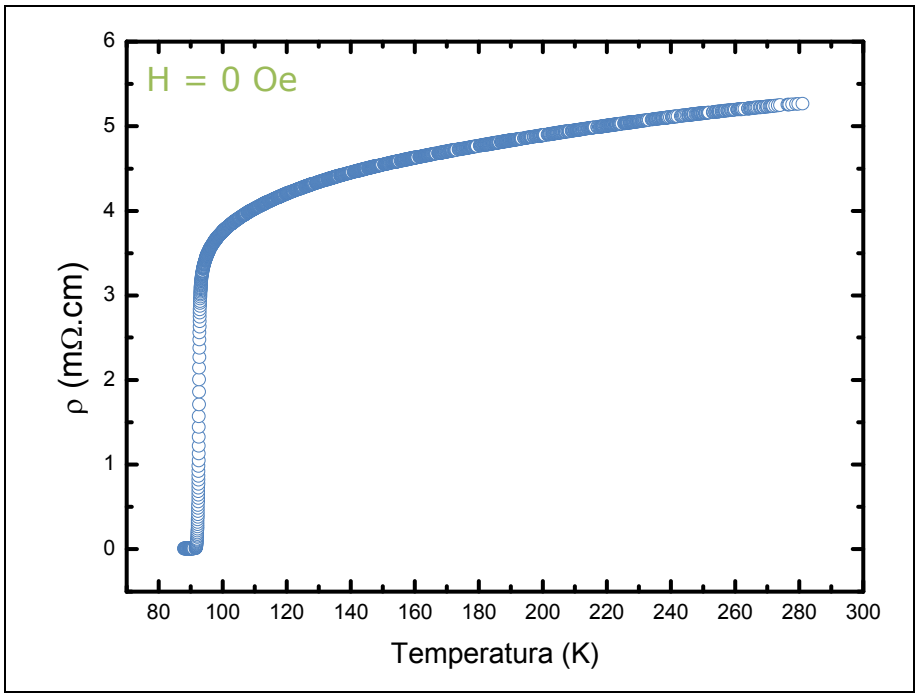

Figura 5.1 - Comportamento da resistividade elétrica da amostra de YBCO-Fe em função da temperatura em todo o intervalo estudado

A Figura 5.2 mostra a curva de resistividade elétrica em função da temperatura e a sua derivada em relação à temperatura nas proximidades da região de transição ao estado supercondutor. A largura da transição é estimada em torno de 2 K. A temperatura de resistividade nula, Tc_0, é aproximadamente 91 K. Já o pico da derivada, Tc_p, está em 92,65 K. Esta temperatura é próxima à temperatura crítica no interior dos grãos supercondutores.

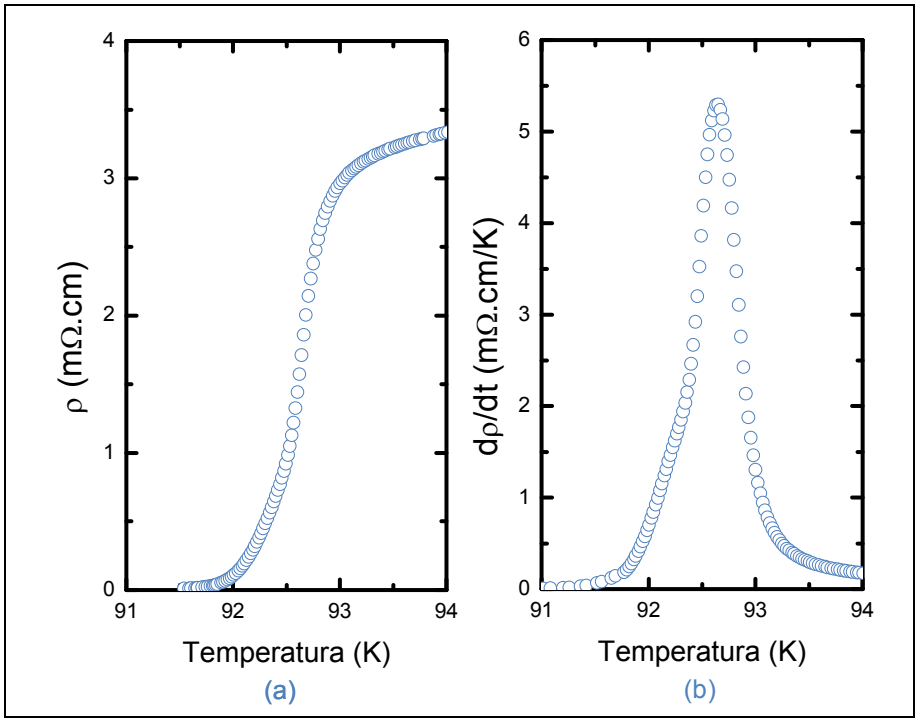

Figura 5.2 - (a) Comportamento da transição resistiva do YBCO-Fe. (b) Derivada da transição em relação à temperatura

5.1.2 COMPORTAMENTO DA TRANSIÇÃO RESISTIVA SOB CAMPO APLICADO

As medidas com campo magnético aplicado foram efetuadas segundo os procedimentos ZFC e FCC. A Figura 5.3 e a Figura 5.4 mostram as curvas de resistividade elétrica em função da temperatura, utilizando o procedimento ZFC, para diferentes valores de campo aplicado, nas proximidades da região de transição para o estado supercondutor. Observa-se que a intensidade do campo alarga a transição resistiva, uma vez que a largura da transição sem campo aplicado é de aproximadamente 2 K, enquanto que para 200 Oe fica em torno de 12 K.

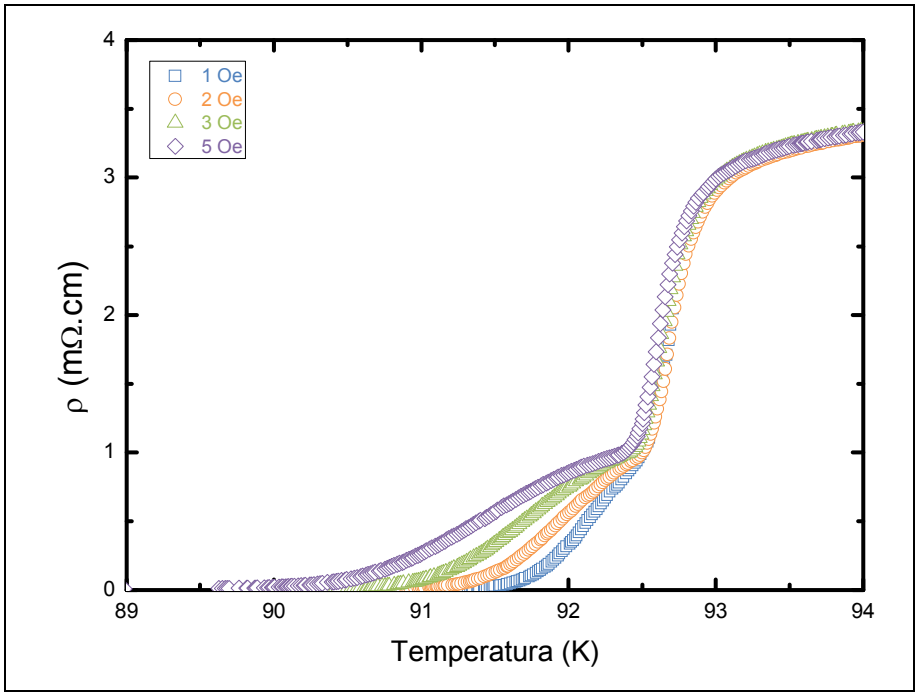

Figura 5.3 - Curvas de resistividade elétrica em função da temperatura, nas proximidades da transição para o estado de resistência nula, em baixos valores de campo aplicado

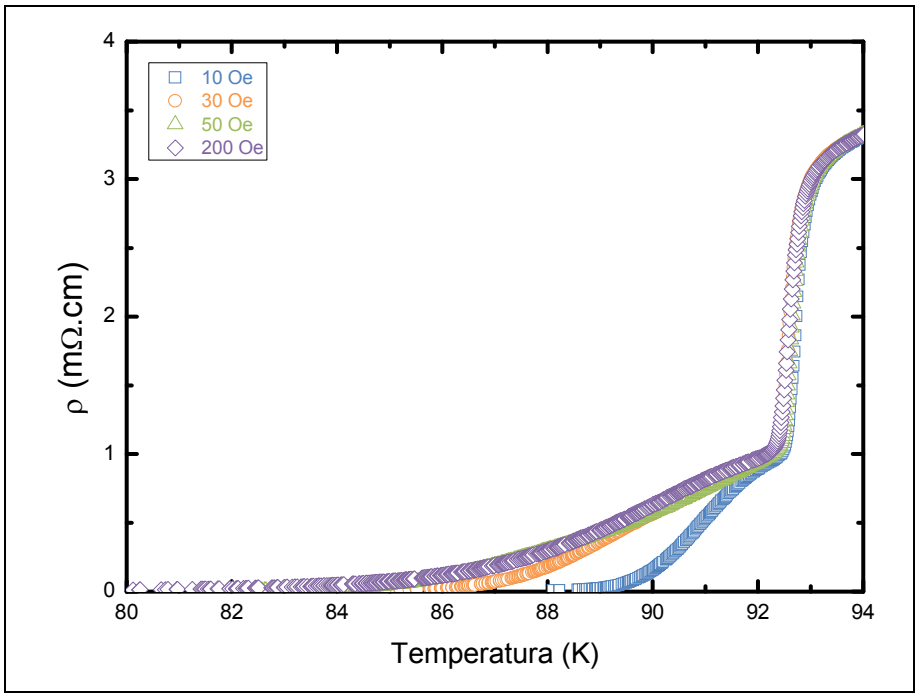

Figura 5.4 – Curvas representativas de resistividade elétrica em função da temperatura, nas proximidades da transição para o estado de resistência nula, em diferentes valores de campo aplicado

Já a Figura 5.5 e a Figura 5.6 mostram o comportamento típico da derivada da resistividade elétrica em relação à temperatura. Note que com a presença de campo magnético há o aparecimento de um segundo pico, de menor intensidade em temperaturas menores. Esse segundo pico evidencia o caráter de transição resistiva em duas etapas na amostra de YBCO-Fe. Note ainda que a presença de campo magnético afeta fracamente a região do maior pico, o que mostra que o campo magnético não é significativo para a transição intragranular. Já o segundo pico, que mostra a transição intergranular, é fortemente afetado pela presença do campo magnético, mostrando os efeitos de ligações fracas no sistema granular.

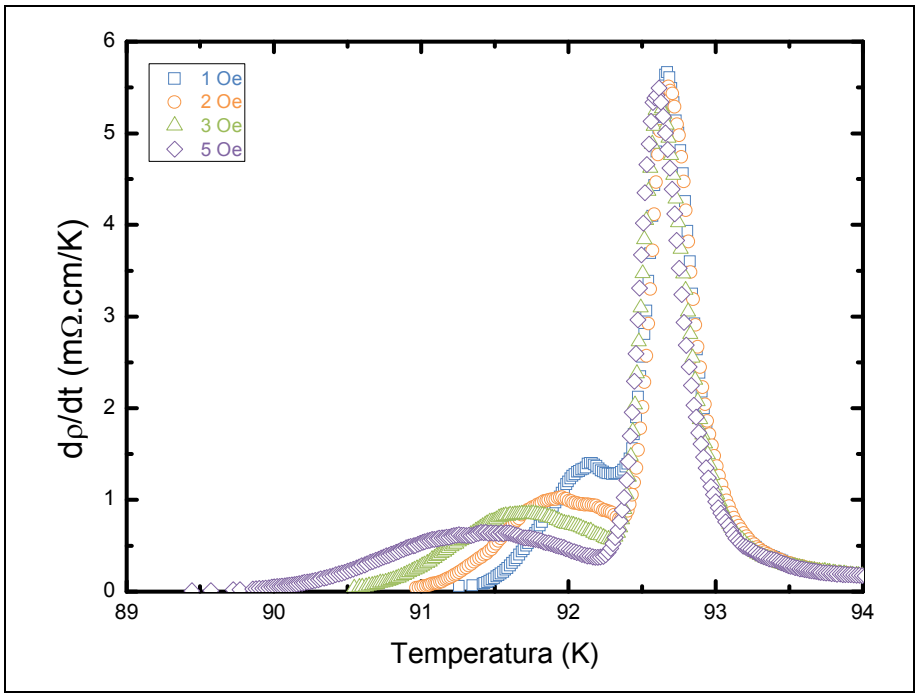

Figura 5.5 - Derivada de resistividade elétrica em relação à temperatura nas proximidades da transição para o estado de resistência nula na presença de campos magnéticos fracos

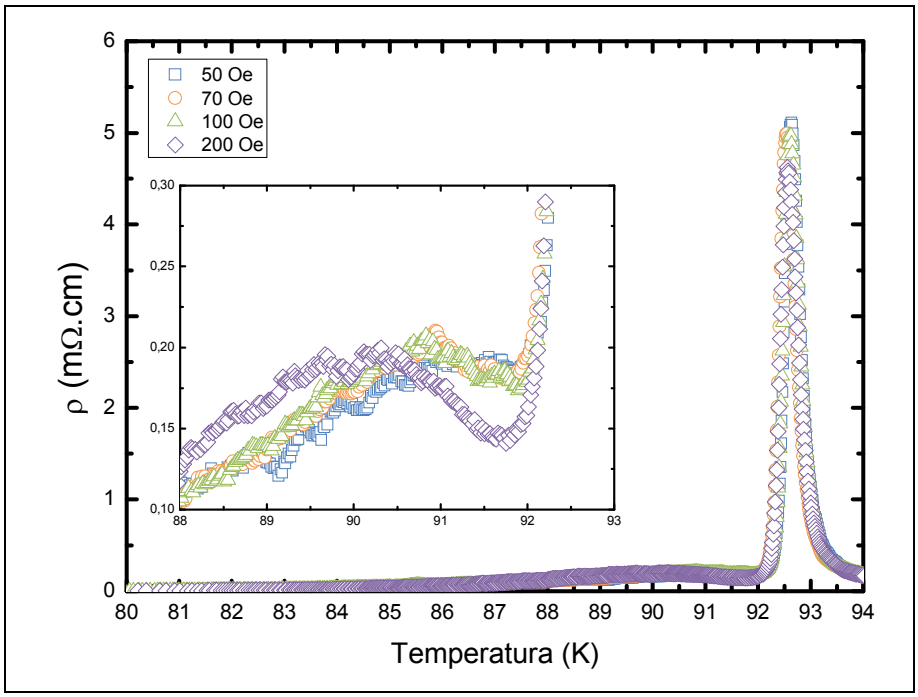

Figura 5.6 – Exemplos típicos da derivada da resistividade elétrica em relação à temperatura nas proximidades da transição para o estado de resistência nula. A inserção permite uma melhor visualização do pico secundário gerado pela presença de campo magnético

Na Tabela 5-1 estão resumidos os valores das temperaturas do pico de $^{d\rho}/_{dT}$ para os diferentes valores de campo magnético.

Tabela 5-1 - Temperaturas de pico obtidas a partir da derivada da resistividade em função da temperatura, utilizando o procedimento ZFC, em presença de diferentes valores de campos magnéticos aplicados

H(Oe)	Tc_p(K)
1	92,67
2	92,68
3	92,62
5	92,62
6	92,62
7	92,64
10	92,72
20	92,63

H(Oe)	Tc_p(K)
30	92,60
40	92,70
50	92,65
60	92,67
70	92,55
100	92,61
200	92,57
300	92,32

5.2 DETERMINAÇÃO DA LINHA DE IRREVERSIBILIDADE MAGNÉTICA

Com medidas de magnetorresistência utilizando os procedimentos ZFC e FCC, descritos na seção 3.3.3, é possível a determinação da temperatura de irreversibilidade magnética, $T_{irr}(H)$, cuja disposição dos pontos de $T_{irr}(H)$ ao longo de um diagrama H-T permita a determinação da linha de irreversibilidade magnética.

Assim, foram feitas medida de magnetorresistência na amostra de YBCO-Fe na presença de diferentes valores de campos magnéticos aplicados. Da Figura 5.7 até a Figura 5.10 são mostradas as curvas ZFC e FCC para alguns valores de campos magnéticos utilizados. A inserção nos gráficos é para uma melhor visualização do ponto o qual marca, em temperatura, a separação entre as curvas.

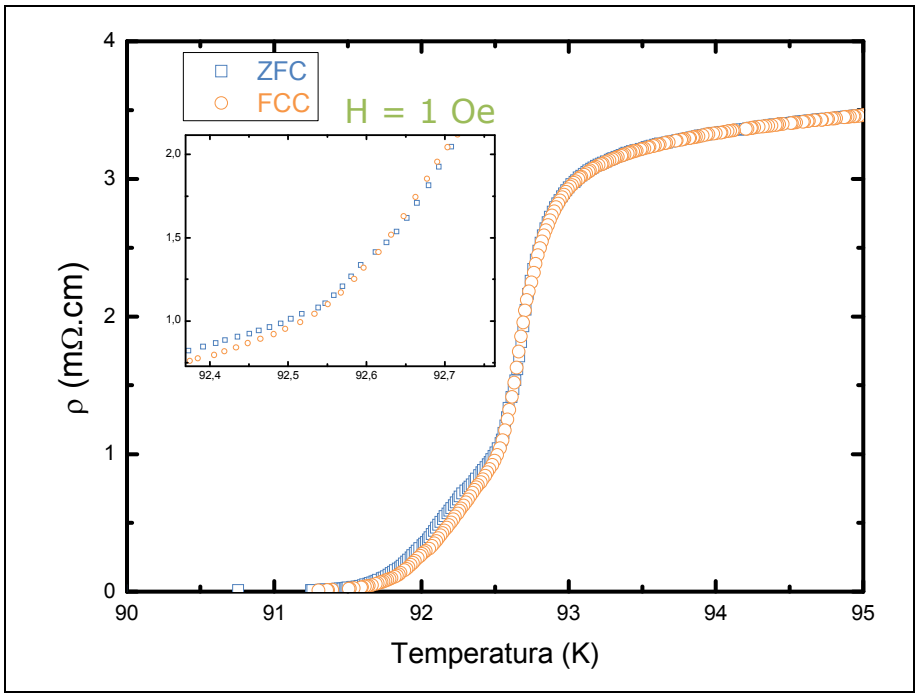

Figura 5.7 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC

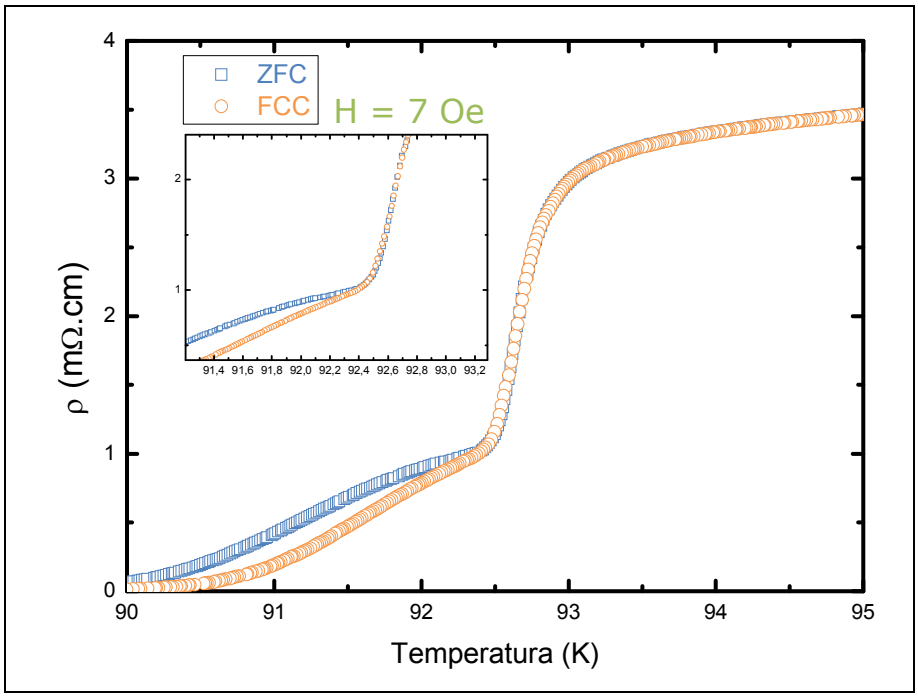

Figura 5.8 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC

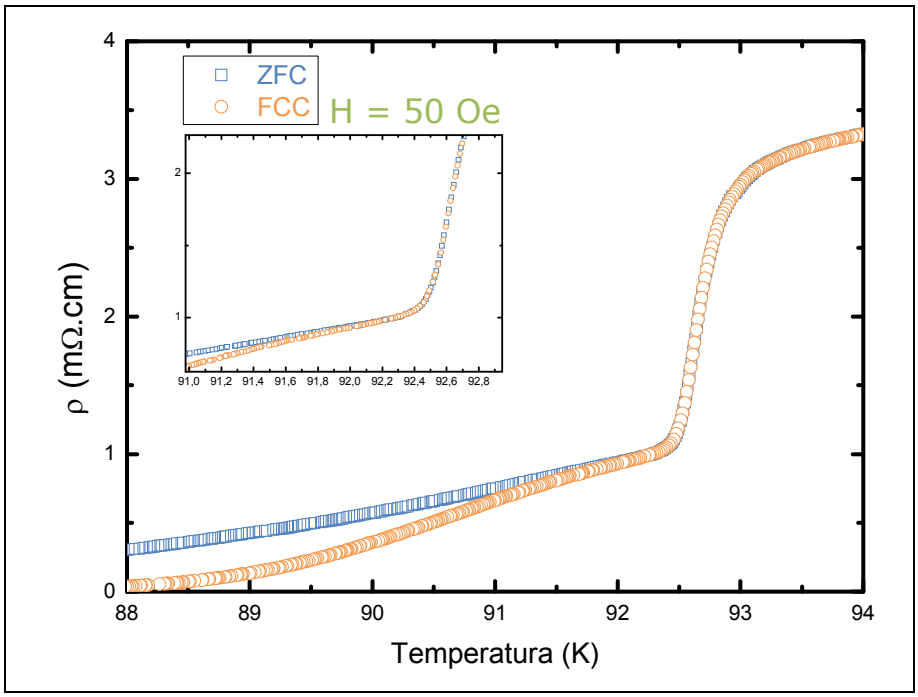

Figura 5.9 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC

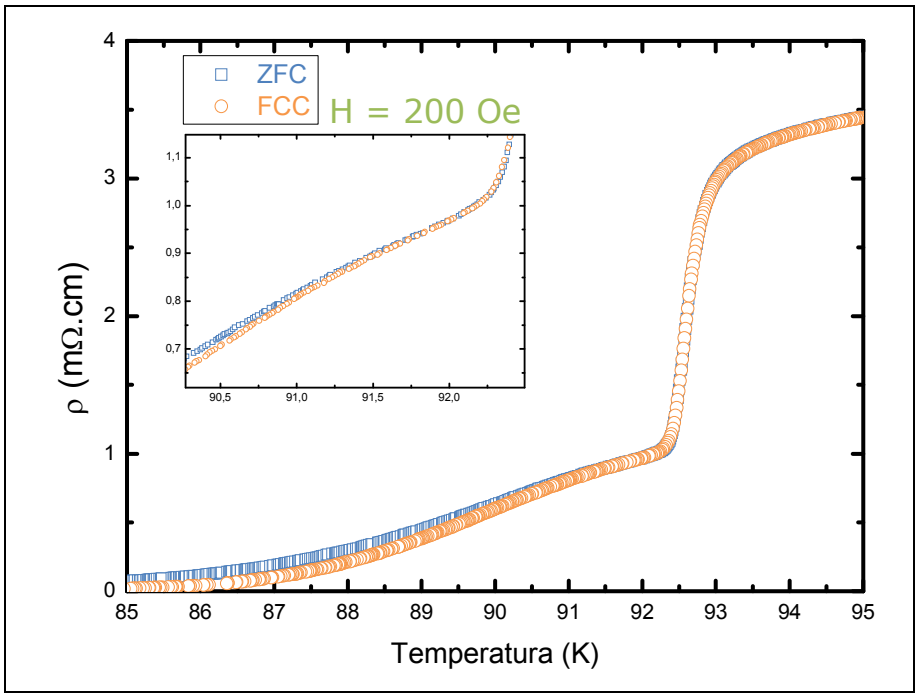

Figura 5.10 - Medidas de resistividade elétrica em função da temperatura realizada segundo os procedimentos ZFC e FCC

Para determinar precisamente as temperaturas de irreversibilidade a partir das medidas de magnetorresistência, as curvas ZFC e FCC foram interpoladas numericamente com o objetivo de igualar as temperaturas, permitindo, com isso, a operação de subtração entre as curvas ZFC e FCC. O critério para a escolha do ponto de separação entre as curvas ZFC e FCC foi escolher o primeiro ponto a partir do qual a diferença não mais ultrapasse a reta de referência

(representada nas figuras abaixo por uma linha de cor laranja). Da Figura 5.11 até a Figura 5.14 são mostrados exemplos das diferenças entre as curvas ZFC e FCC.

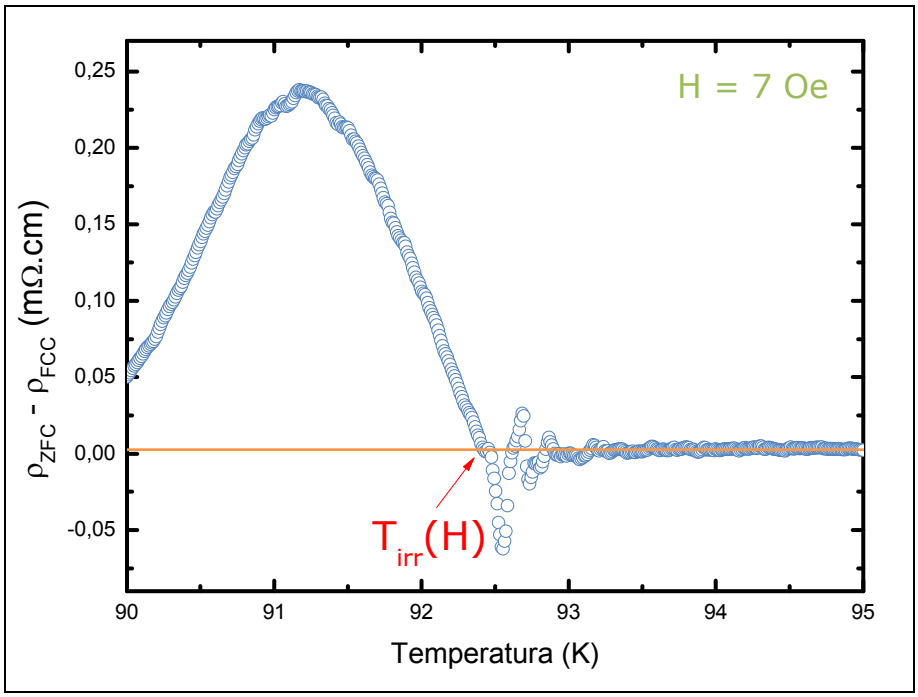

Figura 5.11 – Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC

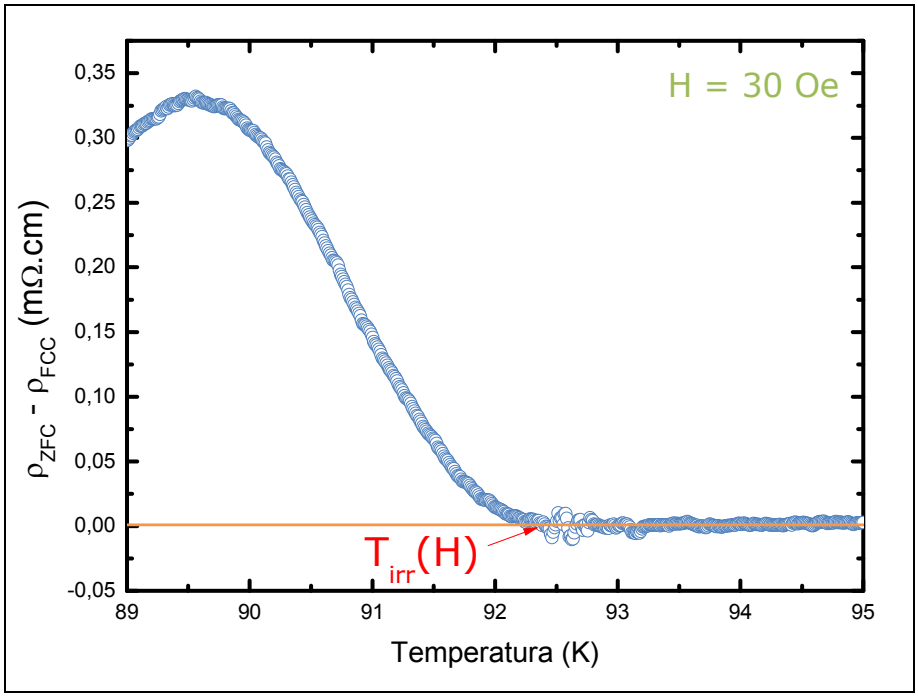

Figura 5.12 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC

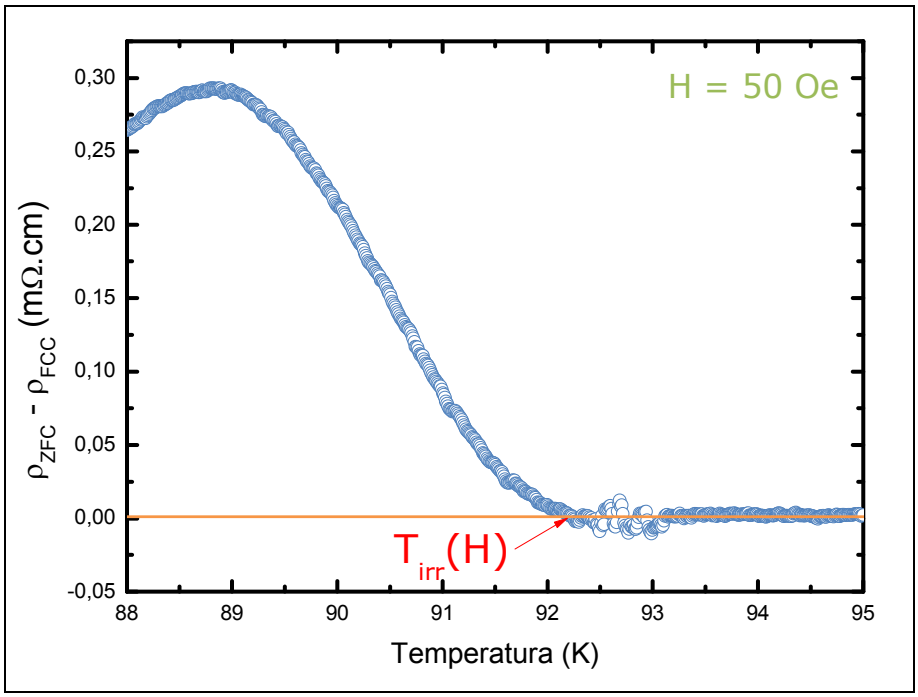

Figura 5.13 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC

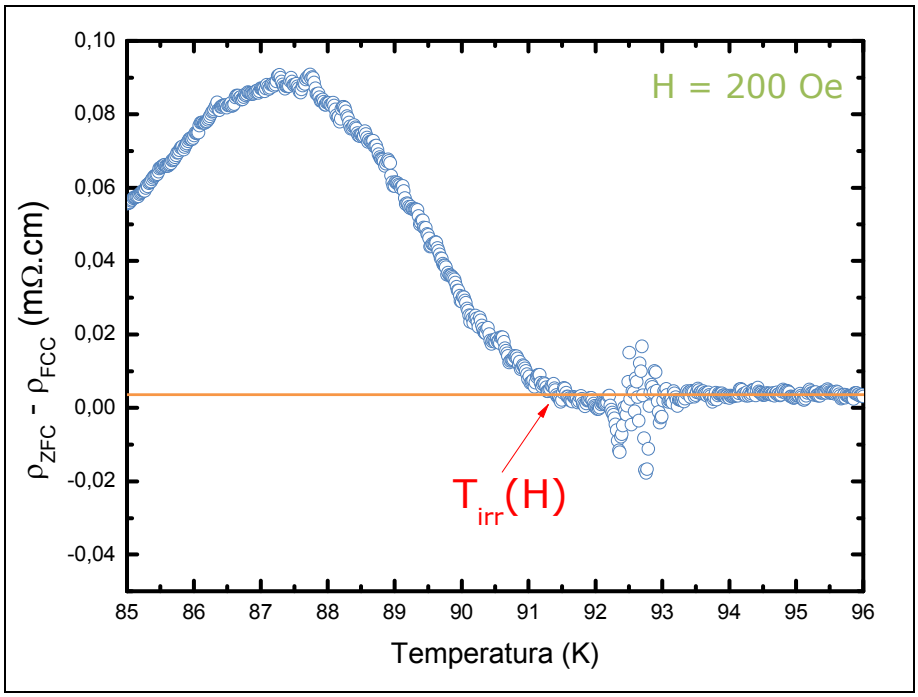

Figura 5.14 - Exemplo de determinação da diferença entre as curvas de magnetorresistência determinadas segundo os procedimentos ZFC e FCC

Na Tabela 5-2 estão resumidos os valores das temperaturas de irreversibilidades para os diferentes valores de campo magnético aplicado.

Tabela 5-2 - Temperaturas de irreversibilidades obtidas a partir de medidas de magnetorresistência para os diferentes valores de campos magnéticos aplicados

H(Oe)	T_{irr}(K)
1	92,62±0,15
2	92,58±0,20
3	92,55±0,20
5	92,48±0,17
6	92,53±0,13
7	92,42±0,22
10	92,49±0,17

H(Oe)	T_{irr}(K)
20	92,32±0,20
30	92,38±0,16
40	92,37±0,30
50	92,23±0,18
70	92,12±0,10
100	91,79±0,40
200	91,41±0,22

5.3 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A partir dos resultados experimentais registrados na Tabela 5-2 obtêm-se o comportamento da linha de irreversibilidades, conforme mostrado na Figura 5.15.

Para os valores de campo aplicado é possível descrever a linha de irreversibilidades magnéticas com um comportamento do tipo Almeida-Thouless(17), onde o ajuste dos pontos experimentais foi feito utilizando a seguinte equação

$$H = H_0 \left[1 - \frac{T_{irr}(H)}{T_{irr}(H=0)}\right]^{\gamma}, \qquad \text{Equação 5.1}$$

onde $T_{irr}(H)$ é a temperatura de irreversibilidade na presença de campo magnético de intensidade H, $T_{irr}(H=0)$ é a temperatura de irreversibilidade em campo magnético nulo e $\gamma = 1{,}5$.

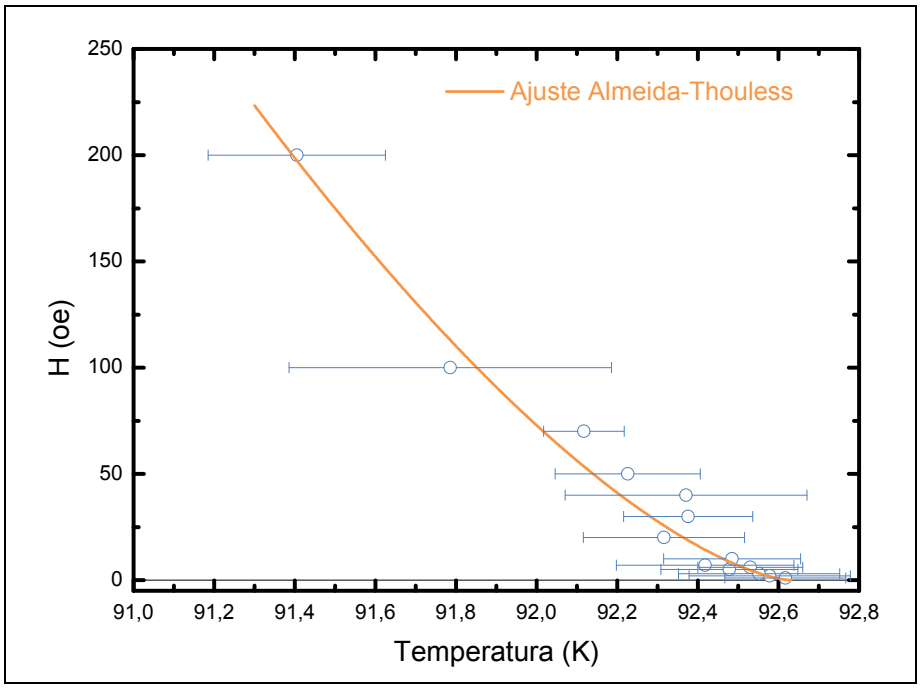

Figura 5.15 - Resultados experimentais para a linha de irreversibilidades magnéticas na amostra de YBCO-Fe. As barras de erro na determinação de $T_{irr}(H)$ estão representadas

Podemos observar que devido aos baixos valores de campos aplicados não é detectado o possível crossover do regime Almeida-Thouless para o regime Gabay-Toulouse, observado nos resultados reportados por Fabris (24).

Os valores dos parâmetros determinados pelo ajuste estão descritos na Tabela 5-3.

Tabela 5-3 - Valores dos parâmetros ajustados pela equação de Almeida-Thouless

$\boldsymbol{H_0}$	130,9 kOe
$\boldsymbol{T_{irr}(H=0)}$	92,6 K
$\boldsymbol{\gamma}$	1,50±0,16

Nota-se que $T_{irr}(H=0)$ foi ajustado com um valor que ficou muito próximo ao valor da temperatura de pico da medida sem campo magnético aplicado, que é $Tc_p = 92{,}65$ K e o valor de γ ficou muito próximo ao previsto pela teoria.

O comportamento da linha de irreversibilidade apresentado pela amostra de YBCO-Fe sugere que nesse sistema as irreversibilidades possam ser interpretadas com base no modelo de vidro supercondutor. Tal modelo parte do princípio da existência de um arranjo desordenado de grãos supercondutores fracamente acoplados via efeito de proximidade ou efeito Josephson.

CAPÍTULO 6. CONCLUSÃO

Este trabalho consistiu na confecção de um software para o controle das medidas de magnetorresistividade em função da temperatura e no estudo experimental de algumas das propriedades de magneto-transporte de uma amostra de $YBa_2Cu_{2.985}Fe_{0.015}O_{7-\delta}$ nas proximidades da transição supercondutora.

A análise das medidas de magnetorresistividade em função da temperatura feitas utilizando o novo software de controle levou às seguintes conclusões:

i. A densidade de pontos obtidos durante a transição ao estado supercondutor é alta. Isso revela que o software é ágil o suficiente para a aquisição de dados, dando uma rápida resposta às variações dos parâmetros de controle da medida.

ii. O controle automático do aquecedor se mostrou eficaz para manter a taxa de variação da temperatura entre os limites estipulados.

iii. O cálculo para a determinação da variação do valor de transformação da década (Step) possui precisão suficiente para possibilitar a obtenção de uma alta densidade de pontos, chegando a coletar mais de 100 pontos/K com a taxa de variação utilizada nesse estudo.

As medidas de magnetorresistividade, utilizando os procedimentos ZFC e FCC, permitiram uma análise da dependência da transição resistiva com o campo magnético aplicado e a determinação da linha de irreversibilidades magnéticas e levaram às seguintes conclusões:

i. A intensidade do campo magnético aplicado afeta a transição para o estado supercondutor, uma vez que com o aumento da intensidade do campo magnético faz com que a largura da transição aumente. A derivada da resistividade elétrica em relação à temperatura sugere, através da presença de dois picos, que a transição resistiva ocorra em duas etapas. Inicialmente a supercondutividade é estabelecida no interior dos grãos do sistema. Esta é a transição intragranular, representada por Tc_p. Posteriormente a

supercondutividade se estabelece na conexão entre os grãos do sistema. Trata-se da transição intergranular, caracterizada pelo pico de menor intensidade. Observa-se ainda que o aumento do campo magnético praticamente não afeta Tc_p. No entanto afeta fortemente o segundo pico, fazendo com que o estado de resistência nula ocorra em temperaturas cada vez mais baixas a medida que a magnitude do campo magnético aumenta. Isso mostra que a presença de campo magnético de fraca intensidade (H<500 Oe) não afeta a transição intragranular, entretanto afeta fortemente a transição intergranular.

ii. Os resultados obtidos de medidas de magnetorresistência segundo os procedimentos ZFC e FCC sugerem que a linha de irreversibilidades magnéticas segue um comportamento do tipo Almeida-Thouless no intervalo de campos estudados, até 200 Oe. O sistema é granular e acoplado através de ligações fracas. A frustração crescente com a intensidade do campo aplicado sugere que a região próxima ao estado de resistência nula pode ser descrita pelo modelo de vidro supercondutor.

BIBLIOGRAFIA

1. **Onnes, H. Kamerlingh.** *The resistance of pure mercury at helium temperatures.* 1911.

2. **Wu, M. K.** *Superconductivity at 93K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure.* 9. Woodbury : s.n., apr. 1987. pp. 73-75. Vol. 58.

3. **Hermann, A. M. et al.** *Magnetization of the 120 K Tl-Ca-Ba-Cu-O superconductor.* Woodbury : s.n., 1988. pp. 9742-9744. Vol. 27.

4. **Schilling, A. et al.** *Superconductivity above 130 K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system.* 6424. London : s.n., May 1993. pp. 56-58. Vol. 363.

5. **Abrikosov, A. A.** *On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group.* In Russian : Soviet Physics JETP, 1957. Vols. 5, pg. 1174.

6. **Beyers, R. et al.** *Crystallography and microstructure of YBa2Cu3O9-d a perovskite-based superconducting oxide.* Woodbury : Applied Physics Letters, June 1987. Vols. 50, n26, p. 1918-1920.

7. **Tarascon, J. M. et al.** *Oxygen and rare-earth doping of the 90 K superconducting perovskite YBa2Cu3O7-d.* Woodbury : Physical Review B, July 1987. Vols. 36, n. 1, p. 226-234.

8. **Costa, R. M.** *Flutuações na condutividade do YBaCuO na presença de campo magnético.* Porto Alegre : Instituto de Física - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1993. p. 94. Dissertação (Mestrado em Física).

9. **Jorgensen, J. D.** *Defects and superconductivity in the cooper oxides.* 6. Woodbury : s.n., june 1991. pp. 34-40. Vol. 44.

10. **Jorgensen, J. D. et al.** *Structural properties of oxigen-deficieny YBCO.* 4. Woodbury : s.n., Feb. 1990. pp. 1863-1877. Vol. 41.

11. **T. A. Friedmann, M. W. Rabin, J. Giapintzakis, J. P. Rice, and D. M. Ginsberg.** *Direct measurement of the anisotropy of the resistivity in the a-b plane of twin-free, single-crystal, superconducting YBa2Cu3O7-δ.* Woodbury : Phys. Rev. B, Oct. 1990. Vols. 42, n. 10, p. 6217-6221.

12. **Pureur, P., Schaf, J. and Kunzler, J.** *Electric and Magnetic Measurements on the*

High-Tc Oxide Superconductors YBa2Cu3O7, EuBa2Cu3O7 and GdBa2Cu3O7. Cingapura : High Temperature Superconductivity World Scientific, 1988. Vols. v. 9, p. 137-144.

13. **J. Roa-Rojas, R. Menegotto Costa, and P. Pureur.** *Pairing transition, coherence transition, and the irreversibility line in granular GdBa2Cu3O7-d.* s.l. : PHYSICAL REVIEW B, May 2000. Vols. 61, n. 7 , p. 12457-12462.

14. **Pureur, P.** *Estado Sólido.* 2ª Edição. Porto Alegre : Instituto de Física - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010. p. 284.

15. **Vieira, Valdemar das Neves.** *Efeitos das substituições químicas na irreversibilidade magnética e magnetocondutividade do supercondutor de YBa2Cu3O7-d.* Porto Alegre : s.n., 2004.

16. **Müller, K. A., Takashige, M. and Bednorz, J. G.** *Flux trapping and superconductive glass state in La2CuO4-y:Ba.* Woodbury : s.n., Mar. 1987. Vols. 58, n. 11, p. 1143-1146.

17. **Almeida, J. L. R. de and Thouless, D. L.** *Stability of the scherrington-Kirkpatrick solution of a spin glass model.* Bristol : Journal of Physics A, May 1978. Vols. 11, n. 5, p. 983-990.

18. **Campbell, A. M. and Evetts, J. E.** *Flux vortices and transport currents in type II superconductors.* London : Advanced Physics, Mar. 1972. Vols. 21, n. 89/94, p. 199-428.

19. **Vieira, V. N., Pureur, P. and Schaf, J.** *The effects of Sr and Ca on the magnetic irreversibility and fluctuation conductivity of YBCO-123.* Amsterdam : Physica C, May 2001. Vols. 353, n. 3/4, p. 241-250.

20. **Gabay, M. and Toulouse, G.** *Coexistence of spin-glass and ferromagnetic orderigs.* Woodbury : Physical Review Letters, July 1981. Vols. 47, n.3, p. 201-204.

21. **Hneda, Marlon Luiz.** *Estudo de propriedades elétricas do sistema supercondutor de YBa2Cu2.985Fe0.015O7-d.* Ponta Grossa : s.n., 2012.

22. **Jorgensen, J. D. et al.** *Oxygen ordering and the orthorhombic-to-tetragonal phase transition in YBa2Cu3O7-x.* s.l. : Phys. Rev. B, Sep. 1987. Vols. 36, n. 7, p. 3608–3616.

23. **Pinheiro, Lincon Brum Leite Gusmão.** *Processamento, caracterização e estudo de fenômenos críticos do sistema supercondutor (Y- Er)Ba2Cu3O7-d.* Ponta Grossa : Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2010.

24. **Fabris, F. W.** *Efeitos de ordenamento chiral em supercondutores e sistemas magnéticos desordenados.* Porto Alegre : Instituto de Física - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004. p. 167. Tese (Doutorado em Ciências).

25. **Pimentel Jr., Jorge Luiz.** *Efeito hall extraordinário no supercondutor magnético RuSr2GdCu2O8.* Porto Alegre : s.n., 2007.

26. **Pandre, C. S., et al.** *Domainlike defects observed in the high-temperature*

superconductor YBCO. 10. Woodbury : s.n., June 1987. pp. 5669-5671. Vol. 36.