

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

JEFFERSON RODRIGUES ROCHA

**INVESTIGAÇÃO DOS EFEITOS DO CAMPO
MAGNÉTICO NO TRANSPORTE NO
SUPERCONDUTOR (Hg,Re)-1223**

VITÓRIA

2012

JEFFERSON RODRIGUES ROCHA

**INVESTIGAÇÃO DOS EFEITOS DO CAMPO
MAGNÉTICO NO TRANSPORTE NO
SUPERCONDUTOR (Hg,Re)-1223**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Física do Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau de mestre em Ciências em Física.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.

VITÓRIA

2012

INVESTIGAÇÃO DOS EFEITOS DO CAMPO MAGNÉTICO NO TRANSPORTE NO SUPERCONDUTOR (Hg,Re)-1223

JEFFERSON RODRIGUES ROCHA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Física do Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau de doutor em Física.

Aprovada por:

Prof. Dr. Marcos Tadeu D'azeredo Orlando

Prof. Dr. Luis Gallego Martinez

Prof. Dr. Humberto Belisch Jr

Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos

Universidade Federal do Espírito Santo

Vitóri, .14.. de .Dezembro..... de 2012

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)

Biblioteca Central da Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil

Rocha, Jefferson Rodrigues, 1978 -

INVESTIGAÇÃO DOS EFEITOS DO CAMPO MAGNÉTICO NO TRANSPORTE NO
SUPERCONDUTOR (Hg,Re)-1223 - 1223 / Jefferson Rodrigues Rocha -2012.

77f.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Exatas, Departamento de Física.

1. Supercondutores. 2. irreversibilidade. 3. Corrente crítica. I Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de Ciências Exatas. III. Título

”[...]Todos os dias na África uma zebra acorda e sabe que precisa correr mais rápido do que o leão mais veloz ou será morta. Todas as manhãs um leão desperta e sabe que precisa correr mais rápido que a zebra mais ágil ou morrerá de fome. Não importa se você é um leão ou uma zebra , quando o sol nascer o melhor a fazer é começar a correr[. ..]”

Provérbio

DEDICATÓRIA

Ao meu pai Dr Luis Rocha (*In Memoriam*).

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela saúde , ao Dr Edgard de Barros Nascimento e minha família. Eu agradeço as pessoas que participaram diretamente e indiretamente na realização deste trabalho e em especial:

Ao professor Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando pela orientação no mestrado , aos professores Dr Carlos Augusto Cardoso Passos , Dr. Humberto Belisch Jr e aos meus estimados colegas do grupo de Física aplicada da UFES.

À Universidade Federal do Espírito Santo, ao Departamento de Física da UFES, a agência de fomento: CNPQ

Resumo

Realizamos o estudo do efeito da oxigenação nas propriedades de transporte no sistema policristalino $\text{Hg}_{0,82}\text{Re}_{0,18}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+d}$ (Hg,Re)-1223. Especificamente, o nosso objetivo é determinar a influência da oxigenação nas medidas de resistividade elétrica, além disto, propor um método sistemático para medir a resistividade elétrica. Para este fim foram obtidas amostras de $\text{Hg}_{0,82}\text{Re}_{0,18}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+d}$ preparada através de precursores tratados termicamente com diferentes pressões parciais de oxigênio 5% (amostra A), 10% (Amostra B), 15% (Amostra C). Em principio, utilizou-se 1 mol de $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,17}$ foram adicionados 0,18 moles de ReO_2 em forma de pó. Os precursores preparados termicamente foram então misturados a HgO . Através de MEV e Raios X (EDS) verificou-se que as amostras têm morfologia semelhante dos grãos. Utilizando imagens de SEM um histograma com o tamanho das junções foi feito e verificou-se que o tamanho médio das junções é representado por uma função de distribuição gama. Finalmente, as amostras foram submetidas a resistividade elétrica AC com baixo campo aplicado (400 Oe). As medições foram feitas por meio de técnica de sondas e barras de aproximadamente $7 \times 1 \times 1 \text{mm}^3$. A temperatura em que a resistência é zero (T_Z) foram determinados a partir de $R(T)$. Os resultados foram qualitativamente analisados por meio do aprisionamento (flux trapping) do campo pelos grãos.

Abstract

Samples of the superconducting ceramics $\text{Hg}_{0.82}\text{Re}_{0.18}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+d}$ were prepared by solid vapor technique. Firstly, the preparation of the ceramic precursor started with a mixture of $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_X$ and ReO_2 powders with molar ratio 1:0.18. The precursor material was submitted to an annealing under three different partial pressures of oxygen using a mixture of oxygen/argon at ratios 5/95 (sample A), 10/90 (sample B) and 15/85 (sample C). Secondly the precursors prepared with different O_2 partial pressure were blended with HgO at molar relationship 1:82. The synthesis was done at 865°C at 72 h. Moreover, X-ray powder diffraction scanning electron microscopy (SEM) images, and energy dispersion X-ray spectra (EDS) analysis were done. The results have shown that the samples have similar morphology of the grains. Using the SEM images, a histogram of the grain boundary size was made where the average junction size is represented by a gamma density distribution function. Finally, the samples were submitted to AC electrical resistivity $r(T)$ under low applied magnetic field (up 400 Oe). These measurements were performed by four probe technique and bars of approximately $7 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$ were cut. The zero resistance critical temperature (T_Z) were determined from $r(T)$ curves. The results are compared and qualitatively explained in the framework of flux trapping by superconducting grains.

Lista de Tabelas

3.1	Análise de Raios X as amostras de (Hg,Re)-1223	46
3.2	Análise global média das amostras em uma medida de EDS.	49
3.3	Análise das partículas identificadas nas figuras de Mev para cada amostra .	50
3.4	Parâmetros da distribuição Gama obtidos através dos dados de cada his- tograma.	53

Lista de Figuras

1.1	Elementos Químicos com propriedades supercondutoras.[2]	2
1.2	Estrutura cristalina dos primeiros membros da série $Hg_{12}(n-1)$ [14].	4
1.3	Cela unitária dos primeiros membros da série $Hg_{12}(n-1)$ [15].	5
1.4	Temperatura crítica em função de n [14]	6
1.5	Substituição parcial do Hg por Re o composto formado é o (Hg,Re)-1223[15].	7
1.6	Morfologia do material policristalino.	8
2.1	Resposta ao campo magnético aplicado supercondutor(esquerda), condutor normal (direita)[29].	15
2.2	Diagrama de fase H-T para materiais supercondutores do tipo I[29].	16
2.3	Diferença de energia de Helmotz entre o estado normal e o estado supercondutor[30].	18
2.4	Diagrama esquemático na região do contorno para supercondutores do tipo I e do tipo II respectivamente[31]	21
2.5	Resposta magnética dos dois tipos de materiais supercondutores [32].	21
2.6	Rede de vórtices de Abrikosov[31].	23
2.7	Estrutura de um vórtice isolado[31].	23
2.8	Corrente Josephson DC em função do potencial V.	25
2.9	Amplitude de corrente que atravessa a junção sob ação do campo magnético [29].	26
2.10	Vórtices intergranulares e vórtices intragranulares em um HTS granular.	29

2.11	Diagrama da energia de condensação ao longo da direção da força de Lorentz sem corrente aplicada e com corrente aplicada. para $J=J_C$, ocorre o desancoramento ou depinning.[29, 31]	32
2.12	Diagrama de do campo elétrico E vs J para uma ampla faixa de densidade de corrente mostrando os regimes de dissipação para uma ampla faixa de J[29]	33
2.13	Linha de irreversibilidade magnética no diagrama H - T	36
2.14	Magnetização vs Temperatura nos regimes FC e ZFC.	37
2.15	Mecanismo de Pinning para o campo paralelo a a-b (esquerda) e campo paralelo a c (direita).	37
3.1	Difratograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.	42
3.2	Difratograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.	44
3.3	Difratograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.	45
3.4	MEV do composto A.	47
3.5	MEV do composto B.	48
3.6	MEV do composto C.	49
3.7	Representação de uma partícula que contém um número médio de grãos.	51
3.8	Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra A	51
3.9	Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra B	52
3.10	Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra C	52
4.1	Esquema representativo do sistema usado para medir resistência AC em função da Temperatura.[21, 62]	56

4.2	Isotermas da tensão média em função da densidade de corrente aplicada à amostra B (10% de O ₂ e 90% de Ar). Para $T = 145$ K, foram usados ajustes linear e polinomial, enquanto que para $T = 170$ K o ajuste foi linear.	57
4.3	Isotermas da tensão medida em função da densidade de corrente aplicada as amostras A e C. Para este caso, mostra-se somente o ajuste linear.	58
4.4	Resistência elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra A com teor de oxigênio extra de 5 %.	59
4.5	Resistencia elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra B com teor de oxigênio extra de 10 %.	60
4.6	Resistencia elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra C com teor de oxigênio extra de 15 %.	61
4.7	Energia de pinning em função do campo aplicado para as três amostras feitas a partir do ajuste de Arrhenius.	62
4.8	Medida de irreversibilidade intergranular (T_z , H_{irr}) para as amostras A, B e C.	64
4.9	Medida de irreversibilidade intergranular H_{irr} vs $(1-T_z/T_{co})$ para as amostras A , B e C	65
5.1	Amostra no estado supercondutor com campo magnético aplicado	70
5.2	Amostra transicionando do estado supercondutor para o normal a uma T_z menor.	70

Sumário

Dedicatória	v
Agradecimentos	vi
Resumo	vii
Abstract	viii
Lista de Tabelas	ix
Lista de Figuras	ix
1 Introdução	1
1.1 Resumo Histórico	1
1.2 Estrutura dos Supercondutores Hg-12(n-1)n	4
1.3 Morfologia do (Hg,Re)-1223	7
1.4 Transição de fase em supercondutores granulares	9
1.5 Objetivos	10
2 Aspectos Teóricos	12
2.1 Efeito Meissner	12
2.2 Teoria de Guinzburg Landau	16
2.2.1 Comprimentos Característicos	18
2.2.2 Supercondutores Tipo I e II	19
2.3 Efeito Josephson	24
2.3.1 Efeito Josephson DC	24

2.3.2	Efeito Josephson AC	26
2.4	Modelo de Guinzburg Landau em 2 D	26
2.5	Vórtices Josephson	28
2.6	Processos dissipativos	29
2.6.1	Flux Flow	30
2.6.2	Flux Creep	31
2.6.3	TAFF (Flux flow termicamente assistido)	33
2.7	Energia de Pinning	34
2.8	Irreversibilidade Magnética	35
2.9	Efeitos do campo magnético nos HTS	37
3	Preparação e Caracterização do (Hg,Re)-1223	41
3.1	Síntese das amostras	41
3.2	Análise da morfologia através de MEV	46
3.3	Comparação entre o tamanho dos grãos	50
4	Medidas de Transporte	55
4.1	Método para as Resistência elétrica AC	55
4.2	Estudo sistemático da densidade de corrente	56
4.3	Medidas de resistência elétrica AC	58
4.4	Medidas de irreversibilidade magnética	63
5	Discussão de resultados	67
5.1	Sugestões para trabalhos futuros	71

Capítulo 1

Introdução

1.1 Resumo Histórico

A descoberta do estado supercondutor ocorreu em Leiden, Holanda, por Heike Kamerling Onnes [1] e seu assistente Gilles Holst . Eles investigaram a resistência elétrica de materiais em baixas temperaturas, e verificaram uma queda abrupta da resistência elétrica do mercúrio quando a temperatura é menor que 4,2 K, ponto de liquefação do Hélio. Esse fenômeno foi denominado supercondutividade, e a temperatura em que ocorre a transição para o estado supercondutor foi denominada temperatura crítica T_c .

Posteriormente, o grupo liderado por Onnes, observou a supercondutividade em outros materiais como o chumbo e o estanho cujas temperaturas de transição são respectivamente 3,7 K e 7,2 K. Esse fato denota que o estado supercondutor não é apenas uma característica do mercúrio [2].

Além da descoberta de novos materiais no estado supercondutor, foi verificado que, a transição de fase do estado supercondutor para o estado normal também ocorre em presença de campos magnéticos suficientemente intensos. O campo magnético em que ocorre a transição de fase foi denominado campo crítico H_c . Obsevou se também que para correntes acima de um valor crítico, I_c , o material retorna ao estado normal. [2].

Uma característica ainda mais fundamental que a resistência elétrica nula, foi observada por MEISSNER e OSCHENFELD [3] em 1933. Eles verificaram que abaixo da temperatura crítica T_c , os materiais supercondutores apresentam diamagnetismo perfeito.

Essa característica distingue o estado supercondutor de um hipotético condutor perfeito no qual a resistência elétrica é nula. Assim, um campo magnético aplicado em um material no estado supercondutor é expelido” do interior do material, de maneira que o fluxo magnético resultante é nulo. Esse efeito é denominado efeito Meissner [3].

O estado supercondutor é limitado pelo campo magnético, capacidade de corrente transportada e temperatura. Assim, os elementos químicos conhecidos transicionam para a fase supercondutora em temperaturas muito baixas. A maior parte desses elementos são elementos de transição da tabela periódica, e a maior temperatura crítica é da ordem de 15 K, conforme demonstrado na figura 1.1:

■ Pressão ambiente																					
■ Sob pressão																					
1 H Hydrogen																	2 He Helium				
3 Li Lithium 0.4m K	4 Be Beryllium 0.025 K															5 B Boron 11.2 K	6 C Carbon 15 K	7 N Nitrogen	8 O Oxygen 0.6 K	9 F Fluorine	10 Ne Neon
11 Na Sodium	12 Mg Magnesium															13 Al Aluminum 1.18 K	14 Si Silicon 8.5 K	15 P Phosphorus 18 K	16 S Sulphur 17 K	17 Cl Chlorine	18 Ar Argon
19 K Potassium	20 Ca Calcium 15 K	21 Sc Scandium 0.34 K	22 Ti Titanium 0.5 K	23 V Vanadium 5.4 K	24 Cr Chromium 3 K	25 Mn Manganese	26 Fe Iron 2 K	27 Co Cobalt	28 Ni Nickel	29 Cu Copper	30 Zn Zinc 0.85 K	31 Ga Gallium 1.08 K	32 Ge Germanium 5.4 K	33 As Arsenic 2.7 K	34 Se Selenium 7 K	35 Br Bromine 1.4 K	36 Kr Krypton				
37 Rb Rubidium	38 Sr Strontium 4 K	39 Y Yttrium 2.8 K	40 Zr Zirconium 0.6 K	41 Nb Niobium 9.25 K	42 Mo Molybdenum 0.92 K	43 Tc Technetium 0.5 K	44 Ru Ruthenium	45 Rh Rhodium 35 μK	46 Pd Palladium 3.2 K	47 Ag Silver	48 Cd Cadmium 0.52 K	49 In Indium 3.4 K	50 Sn Tin 3.7 K	51 Sb Antimony 3.6 K	52 Te Tellurium 7.4 K	53 I Iodine 1.2 K	54 Xe Xenon				
55 Cs Cesium 1.66 K	56 Ba Barium 5 K	*	72 Hf Hafnium 0.38 K	73 Ta Tantalum 4.4 K	74 W Tungsten 0.01 K	76 Re Rhenium 17 K	77 Ir Iridium 0.7 K	78 Os Osmium 0.1 K	79 Pt Platinum	79 Au Gold	80 Hg Mercury 4.15 K	81 Tl Thallium 2.4 K	82 Pb Lead 2.7 K	83 Bi Bismuth 8.7 K	84 Po Polonium	85 At Astatine	86 Rn Radon				
87 Fr Francium	88 Ra Radium	†	104 Rf Rutherfordium	105 Db Dubnium	106 Sg Seaborgium	107 Bh Bohrium	108 Hs Hassium	109 Mt Meitnerium													
* 57 La Lanthanum 6 K																					
† 89 Ac Actinium																					
58 Ce Cerium 1.75 K	59 Pr Praseodymium	60 Nd Neodymium	61 Pm Promethium	62 Sm Samarium	63 Eu Europium	64 Gd Gadolinium	65 Tb Terbium	66 Dy Dysprosium	67 Ho Holmium	68 Er Erbium	69 Tm Thulium	70 Yb Ytterbium	71 Lu Lutetium 0.1 K								
91 Pa Protactinium 1.4 K	92 U Uranium 1.3 K	93 Np Neptunium	94 Pu Plutonium	95 Am Americium 1 K	96 Cm Curium	97 Bk Berkelium	98 Cf Californium	99 Es Einsteinium	100 Fm Fermium	101 Md Mendelevium	102 No Nobelium	103 Lr Lawrencium									

Figura 1.1: Elementos Químicos com propriedades supercondutoras.[2]

Visando atingir temperaturas de transição mais elevadas, novos compostos foram sin-

tetizados combinando elementos de transição com outros elementos da tabela periódica assim, a temperatura crítica mais elevada até meados da década de 80 era a do composto denominado A-15. Um dos representantes típicos desses compostos é o Nb_3Ge cuja temperatura crítica $T_c = 23,2\text{ K}$ [2]. Em 1986, utilizando resultados do trabalho de Michel. et.al[4], BEDNORZ e MÜLLER [5] sintetizaram o composto $\text{La}_{1.8}\text{Ba}_{0.2}\text{CuO}_{4-y}$ e verificaram propriedades supercondutoras a uma temperatura $T_c = 30\text{ K}$. Esses compostos cuja composição contém CuO_2 e que apresentam altas temperaturas de transição são denominados HTS (*high temperature superconductors*).

A partir dessa descoberta, temperaturas de transição cada vez mais elevadas foram atingidas, exercendo pressão hidrostática. Para os HTS a base de lantânio, a maior temperatura atingida foi de 57 K para o composto $\text{LaBa}_{2-x}\text{CaCuO}_4$ [6].

No ano seguinte a descoberta feita por Bednorz e Müller, Paul Chu e colaboradores[7], reportaram o estado supercondutor a temperatura $T_c = 92\text{ K}$ substituindo o La por Y que tem o raio iônico menor, a composição nominal encontrada foi $\text{Y}_{1.2}\text{Ba}_{0.8}\text{CuO}_{4-y}$ [7].

Seguindo o mesmo princípio de substituições químicas por elementos de raio iônico menor, foram atingidas temperaturas de transição mais elevadas para os cupratos a base de Bismuto $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$, cuja temperatura de transição é de 110 K e para o sistema Ti-Ba-Ca-Cu-O cuja temperatura crítica atinge 120 K [8].

Em 1993, Putilin.et.al [9] sintetizou o composto $\text{HgBa}_2\text{CuO}_x$ (Hg-1201), cuja temperatura de transição é 94 K e possui apenas uma camada de óxido de cobre na cela unitária. Assim, um aumento no número de camadas de óxido de cobre deveria elevar a temperatura de transição. Atualmente, os compostos supercondutores com maior temperatura de transição são os cupratos da família do mercúrio (Hg) cuja temperatura pode atingir 135 K [10] a pressão normal e 164 K a alta pressão[11].

Além da alta temperatura de transição, que atinge 135 K para o Hg-1223 a pressão ambiente, esses compostos possuem outras propriedades como, alta densidade de corrente crítica e campo crítico irreversível em torno de $0,5\text{ T}$ a 100 K [12]. Essas caracte-

terísticas demonstram um alto potencial para aplicações e, estão relacionadas a características estruturais[13, 14].

1.2 Estrutura dos Supercondutores Hg-12(n-1)n

Esses compostos tem a formulação geral ABO_3 , característica das *perovskitas*, intercalando camadas de óxido de cobre com camadas que funcionam como reservatório de cargas. As camadas intercaladas podem ser compreendidas através do seguinte esquema:

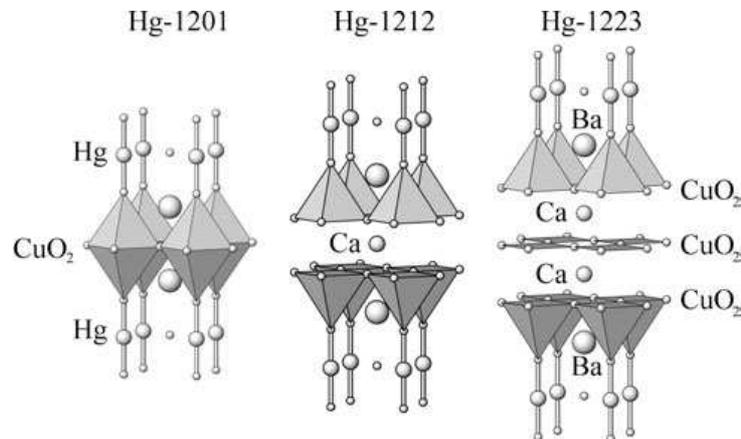
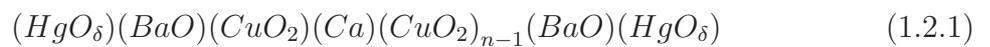


Figura 1.2: Estrutura cristalina dos primeiros membros da série Hg12(n-1)[14].

A estrutura assim formada tem simetria tetragonal do grupo $P4/mm$, na qual a coordenação do cobre (Cu) é um octaedro no Hg-1201 e uma pirâmide tetragonal para o composto Hg-1212. Para valores de n maiores que 2, a coordenação do cobre pode ser uma pirâmide ou uma estrutura quadrada planar devido a duas posições cristalográficas distintas do cobre. A estrutura cristalográfica dos primeiros membros da série pode ser visualizada na figura 1.2.

A cela unitária para os primeiros membros da série é demonstrada na figura 1.3:

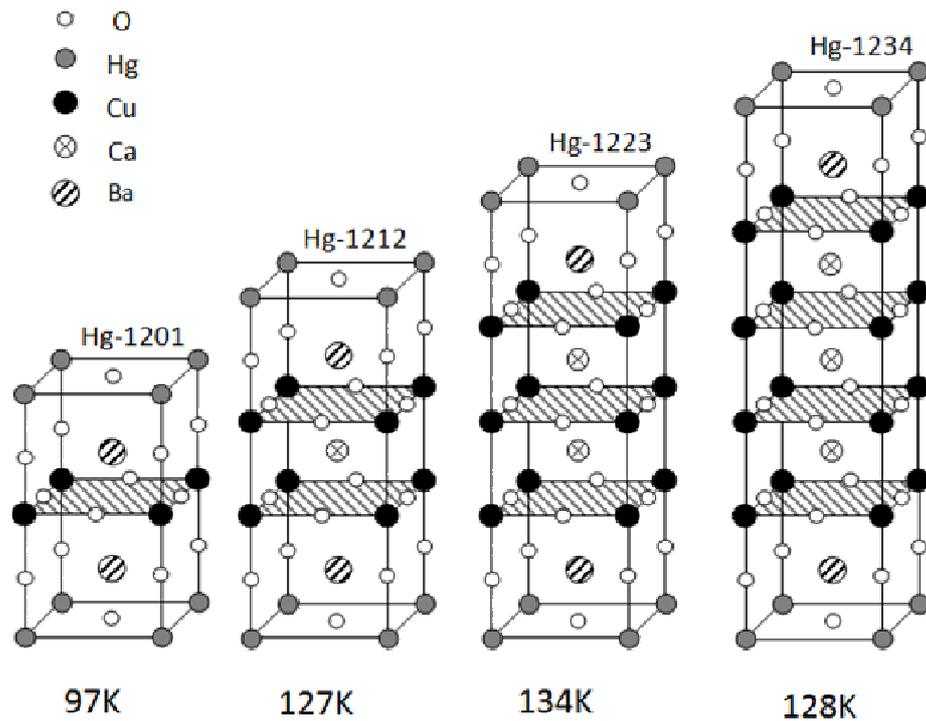


Figura 1.3: Cela unitária dos primeiros membros da série Hg₁₂(n-1)[15].

A maior temperatura de transição ocorre para n=3 isto é, $[(\text{CuO}_2)_3\text{Ca}_2][\text{Hg}(\text{BaO})_2]$, correspondendo ao Hg-1223.

A relação entre o número de camadas de óxido de cobre e a temperatura crítica pode ser observada na figura 1.4.

Uma das características singulares dessas estruturas é a existência de um ânion oxigênio extra no plano HgO_δ , fracamente ligado aos cátions adjacentes mercúrio e bário permitindo assim, uma grande variação no teor de oxigênio (δ). Essa variação influencia tanto o número de camadas de óxido de cobre quanto à temperatura de transição.[13, 14, 16]

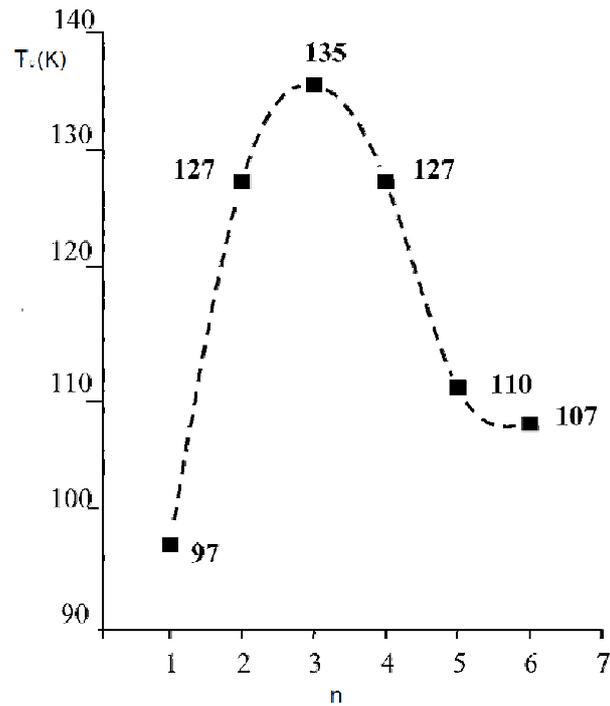


Figura 1.4: Temperatura crítica em função de n[14]

Uma vez que , foi determinado o cátion mais adequado para a substituição parcial do mercúrio, Orlando.et.al e outros [19, 20, 21, 22], concluíram que a concentração nominal de 18% de Re é a que otimiza as propriedades supercondutoras. Essa concentração corresponde a uma concentração de 23% [20].

Além da estabilidade química, a dopagem com rênio influencia no aumento da linha de irreversibilidade magnética cujo comportamento, direciona as propriedades de transporte relacionadas ao campo magnético aplicado, objeto de estudo do presente trabalho .

A dopagem com Re pode ser compreendida a partir da figura 1.5:

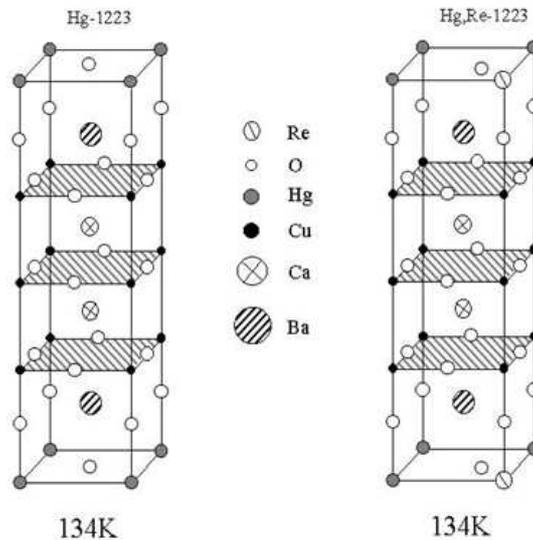


Figura 1.5: Substituição parcial do Hg por Re o composto formado é o (Hg,Re)-1223[15].

Outro fator importante nas propriedades estruturais e de transporte do sistema (Hg,Re)-1223 é a variação no teor oxigênio, que pode produzir condições otimizadas para aplicações das propriedades supercondutoras, através da variação da posição na linha de irreversibilidade magnética e do aumento da variação do aumento na energia de pinning na região intergranular[21].

1.3 Morfologia do (Hg,Re)-1223

As cerâmicas em geral são materiais policristalinos isto é, formados por arranjo de cristais dentro dos quais ocorre a supercondutividade. Esses cristais, que tem ordenamento aleatório, são denominados grãos, as junções entre grãos são denominadas junções fracas ou *weak links*[15, 16, 17, 20].

A figura 1.6 demonstra a morfologia de um material policristalino, com os grãos interconectados fracamente através de *weak links*.

Uma propriedade importante de transporte nas cerâmicas supercondutoras é a den-

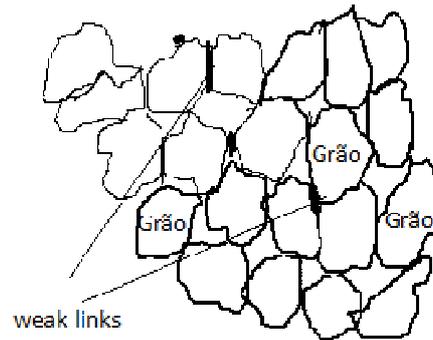


Figura 1.6: Morfologia do material policristalino.

tidade de corrente crítica J_c , cujo comportamento de histerese para $J_c(B_a)$ pode ser compreendido com base no modelo de Altshuler. et.al [23]. Segundo este modelo, a densidade de corrente crítica depende da morfologia dos HTS.

Para compreender esse fato é necessário descrever a transição resistiva de um supercondutor granular.

1.4 Transição de fase em supercondutores granulares

Em geral, a transição para o estado supercondutor em HTS ocorre em duas etapas. A primeira ocorre em uma temperatura definida T_{co} ou temperatura crítica onset[24]. Nessa temperatura ocorre a queda abrupta da resistividade elétrica quando a temperatura atinge T_{co} . Dessa forma, a região intragranular passa para o estado supercondutor, porém, não há conexão entre os grãos assim, se há corrente elétrica fluindo pelo material, haverá dissipação na borda do grão. Essa região também é denominada junção fraca ou *weak link*. As junções entre grãos produzem diferentes comportamentos no campo magnético aplicado devido ao ancoramento *pinning* de fluxóides.

Essa irreversibilidade no campo magnético efetivo nas junções constitui uma característica singular da histerese na magnetização intragranular. Se a temperatura continua a decrescer, ocorre a transição para o estado supercondutor na região intergranular ou seja, ocorre o acoplamento entre os grãos até que toda amostra transiciona. A temperatura na qual ocorre a transição completa é definida como temperatura crítica de resistência nula T_z [24].

As aplicações práticas das cerâmicas supercondutoras dependem das propriedades de transporte, essas por sua vez, são restringidas pelas características das “weak links” que, provocam dissipações em temperaturas ou campos menores que os previstos. Esse comportamento na transição de fase se deve à dinâmica fluxóides. Nesse sentido a linha de irreversibilidade intergranular é definida pelas coordenadas (H_{irr}, T) para as quais a densidade de corrente crítica é zero [24]. Uma estimativa da linha de irreversibilidade magnética pode ser feita pela coordenada (H, T_z) na região intergranular, onde T_z é a temperatura na qual começa a ocorrer dissipação devido ao movimento (*depinning*) dos fluxóides. Essa dinâmica de fluxóides causa o desacoplamento entre os grãos com isso, a “temperatura crítica de resistência elétrica nula” depende da história magnética nos supercondutores de alta temperatura devido às propriedades das “*weak links*”.

Essas junções fracas podem ter a distribuição alterada no material mediante substituições químicas, como a substituição parcial do mercúrio (Hg) por rênio ou do bário (Ba) por estrôncio (Sr) [22, 25]. Outro fator que pode alterar a distribuição das “*weak links*” é o teor de oxigênio extra [21, 26]

1.5 Objetivos

O presente trabalho tem por objetivo um estudo sistemático das propriedades de transporte relacionadas ao campo magnético aplicado no sistema (Hg, Re)-1223. Com esse intuito, foram sintetizadas três amostras com diferentes pressões parciais de oxigênio (δ), 5% amostra A (subdopada), 10% amostra B (otimamente dopada), 15% (sobredopada). Sobre essas amostras foram realizadas medidas de resistência elétrica no regime ZFC isto é, sem campo magnético aplicado, e FC com campo magnético aplicado. Também foram feitas medidas de irreversibilidade nos dois regimes. Entre os dois regimes ocorrem diferenças nas medidas de T_z , feitas nas três amostras A, B e C. Foram observadas diferenças nas curvas de irreversibilidade magnética. Essas medidas indicam uma relação entre a pressão parcial de oxigênio (δ) e a distribuição de defeitos nas amostras, sobretudo na região intergranular por onde o fluxo magnético penetra inicialmente. A dissertação é estruturada como se segue:

- Capítulo 2: Aspectos teóricos da supercondutividade ressaltando os aspectos teóricos e a linha de irreversibilidade magnética.
- Capítulo 3: Síntese e caracterização das amostras.
- Capítulo 4: Medidas de resistência elétrica e irreversibilidade magnética.
- Capítulo 5: Discussão de resultados e sugestões para trabalhos futuros.

INTRODUÇÃO

Capítulo 2

Aspectos Teóricos

2.1 Efeito Meissner

A caracterização da supercondutividade como um estado ocorre através da resposta ao campo magnético aplicado. Assim, no interior de um material no estado supercondutor o campo magnético resultante é nulo, ou seja, $\chi = -1$. A fenomenologia foi descrita através das equações do modelo de F.LONDON e H.LONDON em 1935 [27] tendo por base a teoria de dois fluidos de GOETHER e CASIMIR [28]. Assim, a densidade de partículas é o somatório da densidade de portadores normais e de superelétrons:

$$n = n_n + n_s \quad (2.1.1)$$

No estado supercondutor, a densidade de elétrons normais tende a zero e a densidade de corrente é:

$$\vec{j} = n_s \cdot e \cdot \vec{v} \quad (2.1.2)$$

Utilizando a segunda lei de Newton:

$$e \cdot \vec{E} = m \cdot \frac{d\vec{v}}{dt} \quad (2.1.3)$$

Diferenciando a equação 2.1.2 em relação ao tempo:

$$\frac{d\vec{j}}{dt} = n_s \cdot e^2 \cdot \frac{d\vec{v}}{dt} \quad (2.1.4)$$

$$\frac{d\vec{j}}{dt} = n_s \cdot e^2 \cdot \frac{\vec{E}}{m} \quad (2.1.5)$$

A equação 2.1.5 é a primeira equação de London assim, aplicando o operador rotacional:

$$\frac{\partial (\vec{\nabla} \times \vec{j})}{\partial t} = \frac{n_s \cdot e^2}{m} \cdot \vec{\nabla} \times \vec{E} \quad (2.1.6)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (2.1.7)$$

$$\frac{\partial}{\partial t} \left(\nabla \times \vec{j} + \frac{n_s \cdot e^2}{m} \cdot \vec{B} \right) = 0 \quad (2.1.8)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{j} = -\frac{n_s \cdot e^2}{m} \cdot \vec{B} \quad (2.1.9)$$

A equação 2.1.9 é a segunda equação do modelo de London.

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{j} \quad (2.1.10)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{B} = \vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{B}) - \nabla^2 \vec{B} \quad (2.1.11)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{j} + \mu_0 \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (2.1.12)$$

Impondo a condição de contorno $B = B_0$ aplicado na direção do eixo z e utilizando a 2.1.9 e $\nabla \cdot B = 0$, considerando que a quantidade $\lambda_l = \frac{m}{\mu_0 \cdot n_s \cdot e^2}$ tem unidade de comprimento:

$$B = B_0 \cdot \exp\left(\frac{-z}{\lambda_l}\right) \quad (2.1.13)$$

Portanto, o campo magnético decai exponencialmente à medida em que penetra o material. Se o campo magnético é aplicado paralelo a direção z :

$$B_x(z) = B_0 \cdot \exp(-z/\lambda_l) \quad (2.1.14)$$

Utilizando a lei de Ampère :

$$\nabla^2 J = \frac{1}{\lambda_l^2} J \quad (2.1.15)$$

Assim, a solução para a densidade de corrente é:

$$J = J_0 \cdot \exp\left(\frac{-z}{\lambda_l}\right) \quad (2.1.16)$$

Levando em conta que:

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \frac{\partial B_x}{\partial Z} \hat{y} \quad (2.1.17)$$

$$\vec{J} = \frac{1}{\mu_0} \vec{\nabla} \times \vec{B} \quad (2.1.18)$$

$$\vec{J} = \frac{1}{\mu_0} \frac{\partial B_x}{\partial Z} \hat{y} \quad (2.1.19)$$

$$J_y(z) = -\frac{B_0}{\mu_0 \lambda_l} \exp\left(-\frac{z}{\lambda_l}\right) \quad (2.1.20)$$

Portanto, o campo magnético decai exponencialmente à medida que penetra o material no estado supercondutor, e a densidade de corrente é superficial.

Assim, a corrente induzida é tal que o fluxo magnético **resultante** no interior do material é nulo. [2, 29, 31, 32]

Dessa forma, a supercondutividade se distingue de um hipotético condutor perfeito cuja resistividade é nula conforme demonstrado na figura 2.1:

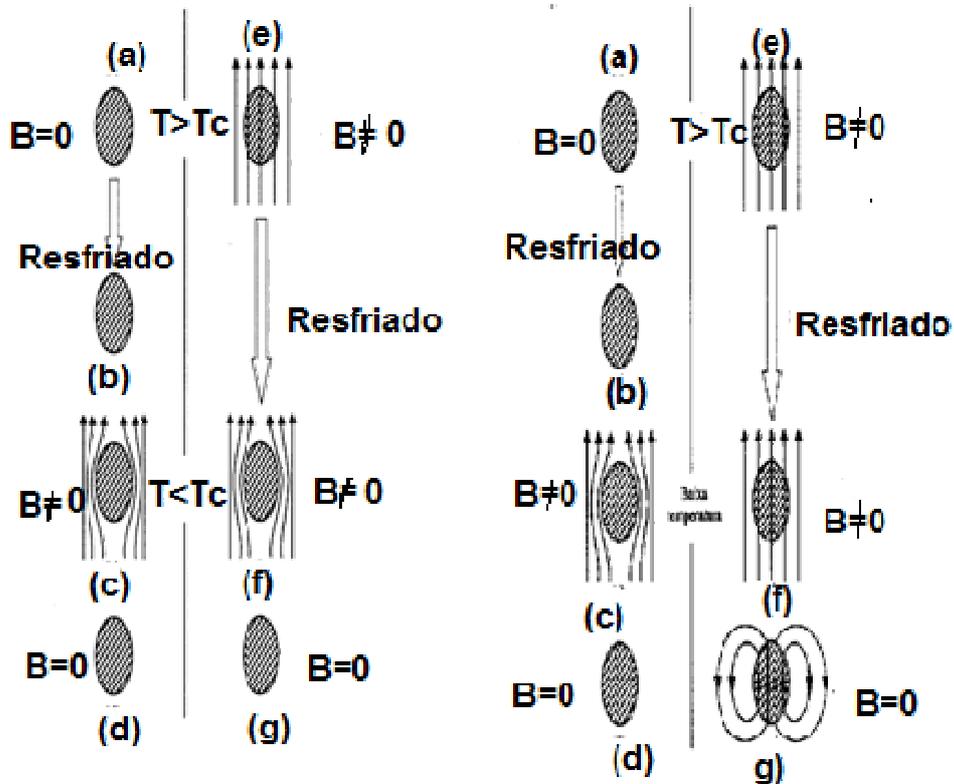


Figura 2.1: Resposta ao campo magnético aplicado supercondutor(esquerda), condutor normal (direita)[29].

Quando o campo magnético aplicado é maior que um limite característico do material, ocorre a transição de fase do estado supercondutor para outro estado. O campo em que ocorre a transição é denominado campo crítico.

Em elementos puros, a transição ocorre do estado supercondutor para o estado normal e a variação do campo crítico com a temperatura é descrita pela equação 2.1.21:

$$H_C(T) = H_{c0} \left[1 - \left(\frac{T}{T_C} \right)^2 \right] \quad (2.1.21)$$

O diagrama de fase H-T para um supercondutor do tipo I é esquematizado na figura 2.2:

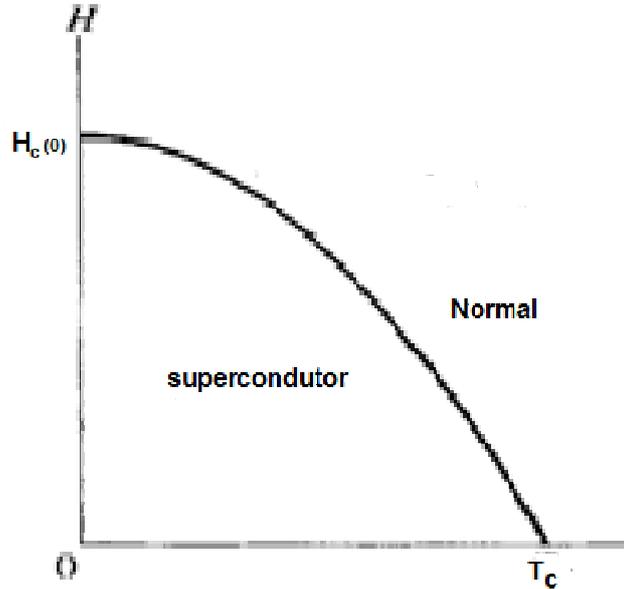


Figura 2.2: Diagrama de fase H-T para materiais supercondutores do tipo I[29].

2.2 Teoria de Guinzburg Landau

O modelo de GUINZBURG e LANDAU[30] descreve o estado supercondutor utilizando uma pseudofunção de onda $\Psi(r)$, isto é, um parâmetro de ordem não nulo análogo à função de onda da Mecânica Quântica:

$$\Psi = |\Psi(r)| \exp(i\theta(r)) \quad (2.2.22)$$

$$\Psi \cdot \Psi^* = n_s \quad (2.2.23)$$

A densidade de superelétrons $n_s = 0$ na fase mais simétrica, ou seja, $t > t_c$ que corresponde ao estado normal. No estado supercondutor, $t < t_c$ e $n_s \neq 0$.

A transição de fase do estado supercondutor para o estado normal é de segunda ordem, esse fato pode ser reforçado pela descontinuidade do calor específico próximo à temperatura crítica.[29, 31, 32]

Assim, a diferença de energia de Helmotz entre o estado normal e o estado supercondutor pode ser descrita por meio do funcional 2.2.24:

$$F(\alpha, \beta, |\Psi|^2) = \int \alpha \cdot |\Psi|^2 + \frac{\beta}{2} |\Psi|^4 dr^3 \quad (2.2.24)$$

O funcional 2.2.24 terá mínimo se:

$$\frac{\partial F}{\partial |\Psi|^2} = 0 \quad (2.2.25)$$

$$\frac{\partial^2 F}{\partial |\Psi|^2} > 0 \quad (2.2.26)$$

$$|\Psi|^2 = \frac{-\alpha}{\beta} \equiv |\Psi_\infty|^2 \quad (2.2.27)$$

Adicionando a contribuição do campo magnético a equação 2.2.24:

$$F(\alpha, \beta, |\Psi|^2) = \int \alpha |\Psi|^2 + \frac{\beta}{2} |\Psi|^4 + \frac{1}{2\mu} (\vec{\nabla} \times \vec{A})^2 + \frac{1}{2m^*} |(-i.\hbar\vec{\nabla} + 2.e.\vec{A}) \Psi|^2 dr^3 \quad (2.2.28)$$

Minimizando o funcional em relação a vetor \vec{A} e a Ψ :

$$\frac{1}{2m^*} (-i.\hbar.\vec{\nabla} + 2.e.\vec{A})^2 \Psi + \alpha |\Psi| + \beta |\Psi|^2 \Psi = 0 \quad (2.2.29)$$

A 2.2.29 é a primeira equação do modelo de Guinzburg Landau.

$$\vec{j} = \frac{i.\hbar e}{m^*} (\Psi^* \vec{\nabla} \Psi - \Psi \vec{\nabla} \Psi^*) - \frac{4e^2}{m^*} |\Psi|^2 \vec{A} \quad (2.2.30)$$

A 2.2.30 é a segunda equação do modelo de Guinzburg Landau.

As condições de contorno para o modelo são determinadas pela constante \mathbf{a} na equação 2.2.31 :

$$\hat{n} \cdot \left(-i\hbar \vec{\nabla} + 2e\vec{A} \right) \Psi = i\mathbf{a} \cdot \Psi \quad (2.2.31)$$

A diferença de energia de Helmholtz entre o estado normal e o estado supercondutor é demonstrada na figura 2.3:

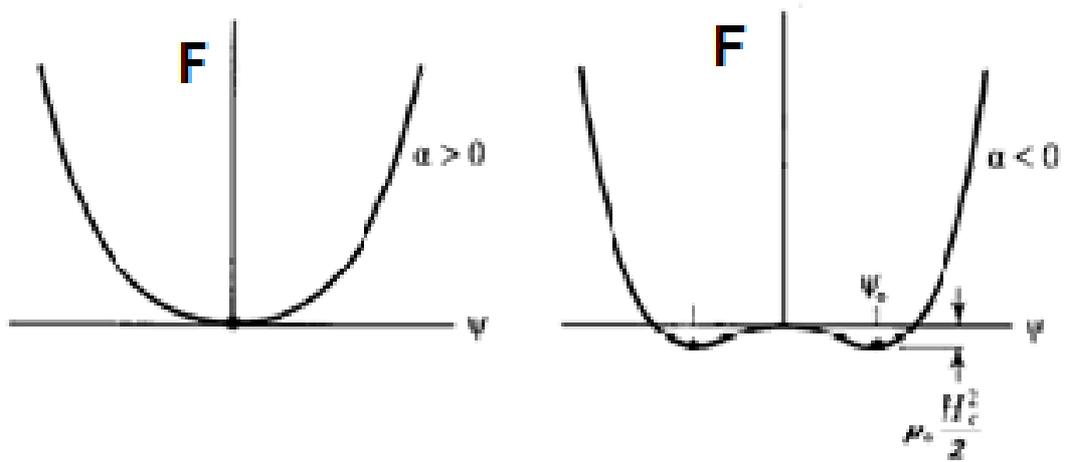


Figura 2.3: Diferença de energia de Helmholtz entre o estado normal e o estado supercondutor[30].

2.2.1 Comprimentos Característicos

A teoria de Guinzburg Landau induz a dois parâmetros característicos , que divergem próximo a temperatura crítica T_c . Essas quantidades são o comprimento de penetração London (λ_l) e o comprimento de coerência (ξ).

A primeira quantidade está relacionada à resposta do material ao campo magnético aplicado, já o comprimento de coerência está associado a distorções no parâmetro de ordem.[29, 31]

Se o campo magnético aplicado for baixo , então a variação no parâmetro de ordem é pequena , e a equação 2.2.30 :

$$\vec{J} = \frac{4e^2}{m^*} |\Psi_\infty|^2 \vec{A}. \quad (2.2.32)$$

O comprimento de penetração λ_l é:

$$\lambda_l = \left(\frac{m^*}{4\mu_0 |\Psi_\infty|^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.2.33)$$

O comprimento de coerência é derivado da linearização da primeira equação de Guinzburg Landau [29]:

$$\xi = \frac{\hbar}{2m^* |\alpha|^{\frac{1}{2}}} \quad (2.2.34)$$

2.2.2 Supercondutores Tipo I e II

Outra constante encontrada a partir da teoria de Guinzburg Landau é a constante κ :

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.2.35)$$

Essa constante varia em função dos comprimentos de penetração e de coerência conforme equação 2.2.35 resultando em dois comportamentos dos materiais supercondutores. Esses dois comportamentos distintos são direcionados pela energia de superfície [29, 31, 32]:

$$\sigma_{ns} = \mu_0 H_C^2 (\xi - \lambda) / 2 \quad (2.2.36)$$

Quando $\kappa < 1/\sqrt{2}$, o comprimento de coerência é maior que o comprimento de penetração λ e a energia de superfície é positiva. Assim, nesses materiais quando o campo magnético é maior que H_C o campo penetra em forma de lamelas, regiões em que o material não mais está no estado supercondutor.[29, 31, 32]

Se $\kappa > 1/\sqrt{2}$ o comprimento de coerência é menor que o comprimento de penetração London, assim a energia de superfície é negativa e quando o campo magnético é maior que H_{C1} o fluxo penetra o material formando regiões singulares denominadas vórtices. Essas regiões tem raio aproximadamente igual ao comprimento de coerência ξ e cada vórtice isolado carrega um quantum de fluxo magnético Φ_0 [29, 31, 32]:

$$\vec{A} = \mu_0 H x \hat{y} \quad (2.2.37)$$

Aplicando essa condição a 2.2.29 :

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2 \Psi}{\partial x^2} + \frac{2e^2 \mu_0^2}{m^*} (Hx^2 - 2H_C^2 \lambda^2) \Psi = 0 \quad (2.2.38)$$

A expressão 2.2.38 é análoga à equação do oscilador harmônico e tem solução somente se:

$$\left(n + \frac{1}{2}\right) \hbar H_e = 2e\mu_0 H_c^2 \lambda^2 \quad (2.2.39)$$

O valor máximo do campo crítico superior ocorre para $n = 0$ conclui se que:

$$H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\mu_0\xi^2} \quad (2.2.40)$$

$$\Phi_0 = hc/2e \quad (2.2.41)$$

$$\Phi_0 = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Weber} \quad (2.2.42)$$

O estado em que há a coexistência da fase supercondutora com fluxóides é denominado estado misto.

Os diagramas da resposta magnética de supercondutores do tipo I e supercondutores do tipo II é ilustrado nas figuras 2.4 e 2.5:

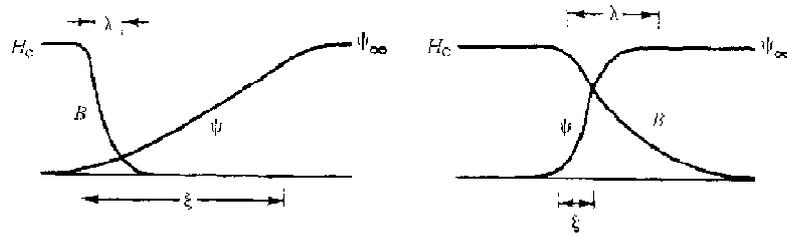


Figura 2.4: Diagrama esquemático na região do contorno para supercondutores do tipo I e do tipo II respectivamente[31]

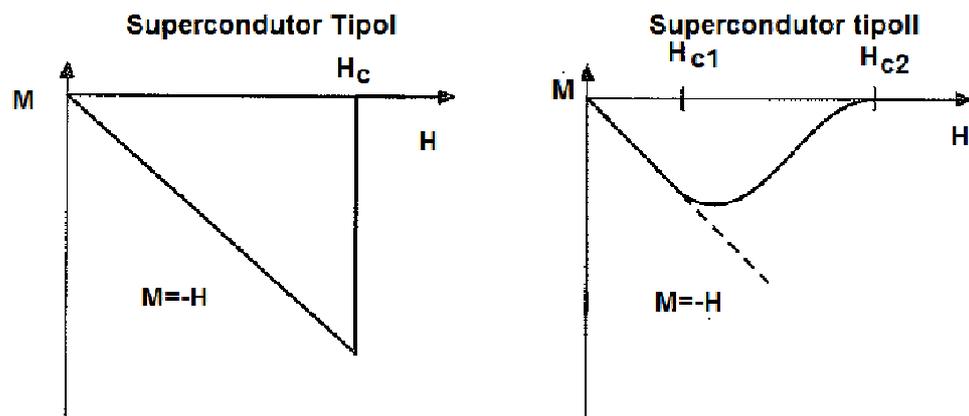


Figura 2.5: Resposta magnética dos dois tipos de materiais supercondutores [32].

Em supercondutores do tipo II há dois campos críticos o campo crítico inferior H_{c1} e o campo crítico H_{c2} . Se o campo aplicado sobre o material é menor que o campo crítico inferior, o fluxo resultante no interior da amostra é nulo (Efeito Meissner). [29, 30, 31, 32]

No entanto, quando o campo é maior que H_{c1} , o fluxo começa a penetrar o material em forma de fluxo quantizado, formando regiões nas em que a supercondutividade é essencialmente suprimida. Essas singularidades são denominadas ‘vórtices’. [29, 30, 31, 32]

Os campos críticos são obtidos por meio das seguintes relações:

$$H_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi \cdot \lambda_L^2} \ln \kappa \quad (2.2.43)$$

$$H_{c2} = \frac{2 \cdot \kappa^2 \cdot H_{c1}}{\ln \kappa} \quad (2.2.44)$$

Para $H_{c1} < H < H_{c2}$ a amostra se encontra na fase mista ou fase Abrikosov formando uma rede de fluxóides que pode se estabilizar de forma triangular ou quadrada.

A forma da rede de vórtices é função do valor do parâmetro de Abrikosov. Se a rede é quadrada, o parâmetro de Abrikosov é $\beta_A = 1.18$. No entanto, se a rede é triangular $\beta_A = 1.16$ [29, 34].

Esses vórtices são vórtices de Abrikosov (intragranulares) e, o transporte dos ‘superelétrons’ ocorre entre os fluxóides aumentando a velocidade das partículas à medida que há aproximação do eixo [31].

Dentro do vórtice o estado supercondutor é suprimido e o material se comporta como material normal ver figura 2.6:

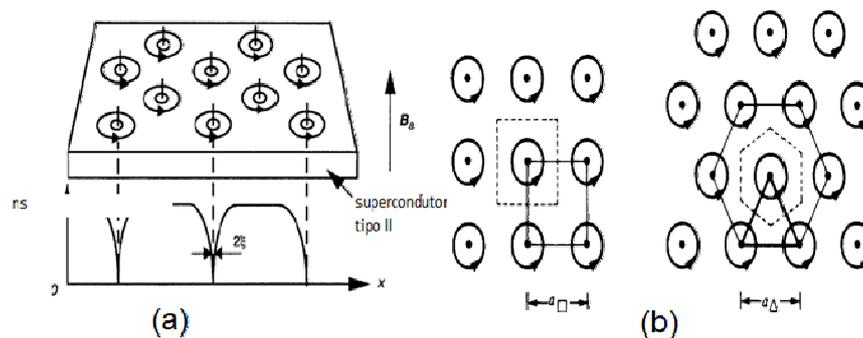


Figura 2.6: Rede de vórtices de Abrikosov[31].

Cada vórtice da rede tem a estrutura demonstrada na figura 2.7:

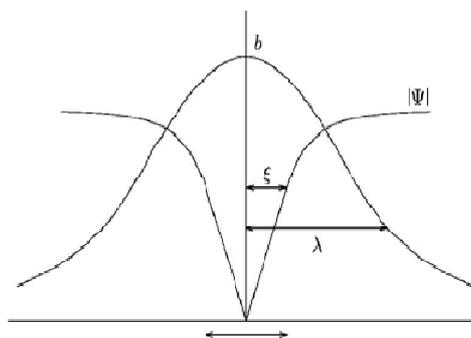


Figura 2.7: Estrutura de um vórtice isolado[31].

2.3 Efeito Josephson

Os superelétrons podem ser transportados através de uma fina barreira como se fosse uma única partícula, trata se da corrente de tunelamento de pares de Cooper [35]. O efeito resultante desse tunelamento de pares é denominado efeito Josephson [36, 37, 38, 39] .

2.3.1 Efeito Josephson DC

O efeito Josephson DC ocorre quando a supercorrente está associada somente a diferença de fase entre dois supercondutores separados por uma fina barreira e então, a corrente flui através da junção sem resistência ou polarização. Se a pseudofunção é $\Psi_j = |\Psi_j| \cdot \exp(i\theta_j)$ então:

$$\Psi_1 = |\Psi_1| \exp(i\theta_1) \quad (2.3.45)$$

$$\Psi_2 = |\Psi_2| \exp(i\theta_2) \quad (2.3.46)$$

Assim , se os supercondutores são preparados com o mesmo material $|\Psi_1| = |\Psi_2|$ e , utilizando a 2.2.30 :

$$J = J_c \text{Sen}\theta \quad (2.3.47)$$

Considerando que o parâmetro de ordem seja constante e, o gradiente da fase seja uniforme para θ pequeno [32]:

$$J = J_c \theta \quad (2.3.48)$$

$$\theta = \theta_2 - \theta_1 \quad (2.3.49)$$

$$J_c = \frac{2\hbar e}{m^*d} |\Psi|^2 \quad (2.3.50)$$

Portanto, se não há diferença de potencial a densidade de corrente é determinada apenas pela diferença de fase entre os supercondutores.

Na prática, quando a densidade de corrente é menor que j_c não há dissipação. Quando $J > J_c$ ocorre dissipação dependendo das características das weak links [39].

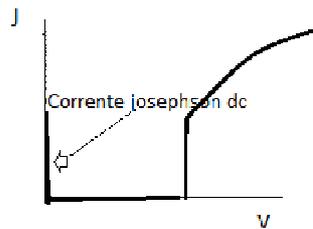


Figura 2.8: Corrente Josephson DC em função do potencial V .

A densidade de corrente crítica é uma função da temperatura. No caso especial de uma barreira isolante separando dois supercondutores idênticos, Ambegaokar e Baratoff [37] obtiveram a forma explícita:

$$J_c = \frac{\pi \cdot \Delta(T)}{2e \cdot R_N} \tan\left(\frac{\Delta(T)}{k_B \cdot T}\right) \quad (2.3.51)$$

R_N é a resistência de tunelamento por unidade de área da junção quando ambos os metais estão no estado normal.

A corrente DC através de uma junção Josephson é bastante sensível a campos magnéticos aplicados, sendo assim a corrente máxima que atravessa a junção é uma função do campo aplicado e a supercorrente fluindo entre os supercondutores oscila com uma frequência característica de acordo com a expressão:

$$J_C = J_0 S e n \left| \frac{(\pi \cdot \Phi / \Phi_0)}{\pi \Phi / \Phi_0} \right| \quad (2.3.52)$$

A amplitude da corrente que atravessa a junção sob ação do campo magnético aplicado pode ser visualizado pela figura 2.9 :

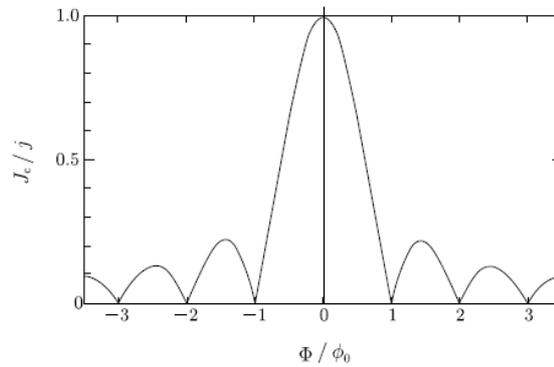


Figura 2.9: Amplitude de corrente que atravessa a junção sob ação do campo magnético [29].

2.3.2 Efeito Josephson AC

Quando há diferença de potencial $V = V_0$, e a densidade de corrente são:

$$J = j_c \cdot \text{Sen}(\theta + w.t) \quad (2.3.53)$$

$$w = 2.e.V_0/\hbar \quad (2.3.54)$$

Assim, a transferência de pares na junção requer uma energia $2.e.V_0$ que aparece na forma de um fóton de energia $\hbar.w$. [35, 36, 37, 38, 39, 40]

2.4 Modelo de Guinzburg Landau em 2 D

Alguns parâmetros dos supercondutores de alta temperatura podem ser estudados com base no modelo de Guinzburg Landau para HTS. Analogamente ao modelo 1 D [29, 31, 32].

$$\alpha\Psi + \beta|\Psi|^2\Psi + \frac{1}{2}\left(-i\hbar\vec{\nabla} + 2e\vec{A}\right) \cdot \left[\frac{1}{m^*}\right] \cdot \left(-i\hbar\vec{\nabla} + 2e\vec{A}\right)\Psi = 0 \quad (2.4.55)$$

m^* é um tensor massivo definido por :

$$m^* = \begin{bmatrix} m_{ab}^* & 0 & 0 \\ 0 & m_{ab}^* & 0 \\ 0 & 0 & m_c^* \end{bmatrix} \quad (2.4.56)$$

m_{ab}^* e m_c^* são respectivamente as massas efetivas dos superelétrons nos planos a-b e c respectivamente. Os parâmetros de coerência e de penetração podem então ser derivados analogamente a teoria G.L em 1 D [29, 31, 32]:

$$\lambda_i = \frac{\hbar}{2\sqrt{2}.e.\mu_0 H_c \xi_i} \quad (2.4.57)$$

$$\xi_i = \frac{\hbar}{(2.m_i^* |\alpha|)^{1/2}} \quad (2.4.58)$$

Os campos críticos superiores nos planos a-b e c são respectivamente:

$$H_{c2}^{ab} = \frac{\Phi_0}{2\pi.\mu_0\xi_{ab}.\xi_c} \quad (2.4.59)$$

$$H_{c2}^c = \frac{\Phi_0}{2.\pi.\xi_{ab}^2} \quad (2.4.60)$$

Assim, é possível estimar o parâmetro de anisotropia γ que demonstra a irregularidade das cerâmicas supercondutoras. Se um campo magnético é aplicado paralelo ao plano a-b o fluxo magnético fica preso nas camadas reservatório, contudo, se o campo é aplicado perpendicular aos planos de óxido de cobre, isto é, paralelo ao plano c. Esse parâmetro é importante em termos de avaliação dos processos dissipativos causados pelo campo magnético em filmes finos, monocristais ou se o campo é aplicado de maneira que haja uma quantidade maior de planos em uma direção no caso das cerâmicas.

O fluxo é quantizado assim como na região intragranular formando vórtices denominados vórtices Josephson [32].

2.5 Vórtices Josephson

Em supercondutores de alta temperatura (HTS), há duas regiões distintas. A região intragranular e a região intergranular, na região intragranular ocorre o estabelecimento de uma rede de vórtices de Abrikosov devido ao campo magnético aplicado [33, 34, 41, ?].

No entanto, se o campo magnético é menor que H_{c1} , o fluxo magnético penetra a região intergrão e, ocorre um processo análogo à região intragranular. Para campos menores que H_{c1j} , a corrente induzida pelo campo gera um fluxo magnético contrário ao campo aplicado e, o fluxo magnético resultante é nulo.[41, 42, 43, 44]

Quando $H_{c1j} < H < H_{c2j}$ o fluxo magnético penetra a amostra em forma de fluxóides denominados vórtices Josephson.

Esses vórtices não são nucleados como os vórtices intragranulares ou vórtices de Abrikosov, no entanto, o fluxo também é quantizado $\Phi_0 = h.c/2e$. [42]

O comprimento de penetração na região intergranular é expresso pela equação[32]:

$$\lambda_j = \left(\frac{\phi_0}{2.\pi.\mu_0.j_s} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.5.61)$$

Com isso, λ_j é muito maior que o comprimento de penetração λ_A . Vale ressaltar que quando $H = H_{c2j}$, o estado supercondutor não é destruído, ocorrendo um empilhamento de fluxóides devido a proximidade. Esse empilhamento eleva o fluxo magnético até que começa a ocorrer a penetração de fluxóides na região intergranular quando $H > H_{c1}$ [43, 44].

Nas seções subsequentes são demonstrados os processos dissipativos e o mecanismo de pinning, que aperfeiçoa o transporte de corrente supercondutora.

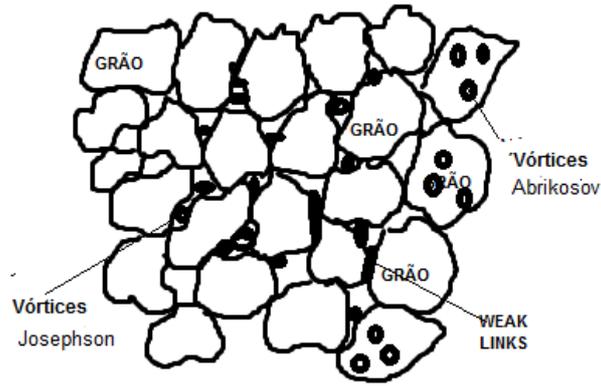


Figura 2.10: Vórtices intergranulares e vórtices intragranulares em um HTS granular.

2.6 Processos dissipativos

No estado misto a densidade de corrente percola a amostra interagindo com os fluxóides que sofrem a ação da força de Lorentz:

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \frac{\vec{B}}{c} \quad (2.6.62)$$

A força de Lorentz tende a colocar os fluxóides em movimento com uma velocidade de arraste \vec{v} . O movimento dos vórtices induz um campo elétrico :

$$\vec{E} = \vec{B} \times \frac{\vec{v}}{c} \quad (2.6.63)$$

A força de Lorentz é então compensada por uma força de fricção proporcional a velocidade:

$$\vec{F}_\eta = -\eta \cdot \vec{v} \quad (2.6.64)$$

No estado estacionário:

$$\vec{v} = \frac{\vec{j}}{c} \times \frac{\vec{B}}{c \cdot \eta} \quad (2.6.65)$$

Para que não ocorra dissipação temos que ter $\vec{v}=0$, mesmo que a força de Lorentz seja diferente de zero, isso ocorre em materiais granulares nos quais existem imperfeições que aprisionam os vórtices. Esses defeitos que também são conhecidos como “centros de pinning” impedem que os vórtices se movimentem livremente pelo material de maneira que [29]:

$$\vec{F}_L + \vec{F}_{Pin} = 0 \quad (2.6.66)$$

Se a densidade de corrente \vec{J} aumenta além de um valor limíte, supondo a densidade de corrente perpendicular as linhas de fluxo magnético, então [29, 32, 43]:

$$J = c \cdot \frac{F_{Pin}}{B} \quad (2.6.67)$$

De acordo com a densidade de corrente \vec{J} associado com a ativação térmica, podem ser destacados três regimes de dissipação decorrentes da dinâmica de vórtices:

- FLUX FLOW
- TAFF
- FLUX CREEP

2.6.1 Flux Flow

Se $J > J_c$ e $F_L > F_{Pin}$ ocorre um movimento contínuo de fluxóides, que além da força de Lorentz sofrem a ação da força de viscosidade $\vec{F}_\eta = -\eta \cdot \vec{v}$ e, igualando a força de viscosidade à força de Lorentz [29, 31, 42, 43, 44, 45]:

$$J \cdot \frac{\phi_0}{c} = \eta \cdot v \quad (2.6.68)$$

A equação 2.6.68 apresenta um comportamento ôhmico com:

$$\vec{J} \sim \vec{E} \quad (2.6.69)$$

Assim :

$$\rho_f = \frac{E}{J} = B \cdot \frac{\phi_0}{c^2 \eta} \quad (2.6.70)$$

2.6.2 Flux Creep

Quando $J < J_c$ e $F_L < F_{PIN}$, pacotes de vórtice saltam entre as barreiras de potencial através de ativação térmica através de um regime denominado ‘flux creep’.

Isso ocorre na hipótese de os centros de pinning serem idênticos e, não existir corrente percorrendo a amostra, Nesse caso os fluxóides tem a mesma probabilidade de saltar para um centro de pinning mais próximo.

Se houver corrente sendo transportada através do material, a probabilidade de que as linhas de fluxo saltem numa determinada direção é determinada pela força de Lorentz em função da densidade de corrente aplicada ao material.[42, 43, 45]

Sendo R_+ é o salto do fluxóide no sentido da força de lorentz e, R_- é o salto no sentido oposto:

$$R_+ = w_0 \exp \left[- \left(\frac{U_0 - U_L}{K_B \cdot T} \right) \right] \quad (2.6.71)$$

$$R_- = w_0 \exp \left[- \left(\frac{U_0 + U_L}{K_B \cdot T} \right) \right] \quad (2.6.72)$$

$$R_{efetivo} = R_+ - R_- \quad (2.6.73)$$

Sendo a vibração característica da linha de fluxo igual a w_0 e k_B é a constante de boltzman e U_L é a energia referente à força de Lorentz, U_0 é a energia de ativação a taxa efetiva do salto dos pacotes é [31, 43, 44, 45]:

$$R_{efetivo} = R_+ - R_- \tag{2.6.74}$$

$$R_{efetivo} = 2.w_0 \sinh\left(\frac{-U_0}{K_B.T}\right) \sinh\left(\frac{U_L}{K_B.T}\right) \tag{2.6.75}$$

Se D é a distancia em média entre os centros de pinning, o campo elétrico induzido pelos saltos pode ser escrito através da expressão:

$$E = \frac{2.w_0.B.D}{c} \exp\left(\frac{-U_0}{K_B.T}\right) \sinh\left(\frac{U_L}{K_B.T}\right) \tag{2.6.76}$$

Sendo que nesse regime, $U = U_0 - U_L$ representa a energia necessária para que os vórtices saltem sobre a barreira de potencial decorrente do ancoramento para $T \neq 0$ isto é, os saltos ocorrem entre estados metaestáveis transportando os fluxóides para o estado de maior equilíbrio por meio de ativação térmica.[46]. (Ver figura 2.11):

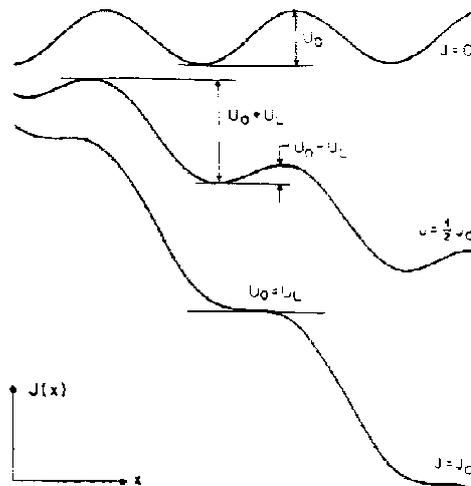


Figura 2.11: Diagrama da energia de condensação ao longo da direção da força de Lorentz sem corrente aplicada e com corrente aplicada. para $J=J_C$, ocorre o desancoramento ou depinning.[29, 31]

2.6.3 TAFF (Flux flow termicamente assistido)

Para $J \ll J_c$ e $F_L < F_{PIN}$, ocorre um processo semelhante ao flux creep mas para pequenas barreiras de potencial. Esse regime é caracterizado por uma resposta ôhmica a densidade de corrente. O campo elétrico induzido pelos vórtices nesse regime pode ser aproximado pela expressão:

$$E \propto J \cdot \exp\left(\frac{-U_0}{K_B \cdot T}\right) \quad (2.6.77)$$

Resumindo os regimes de dissipação acima descritos, a figura 2.12 mostra a curva E versus J para uma ampla faixa de densidade de corrente:

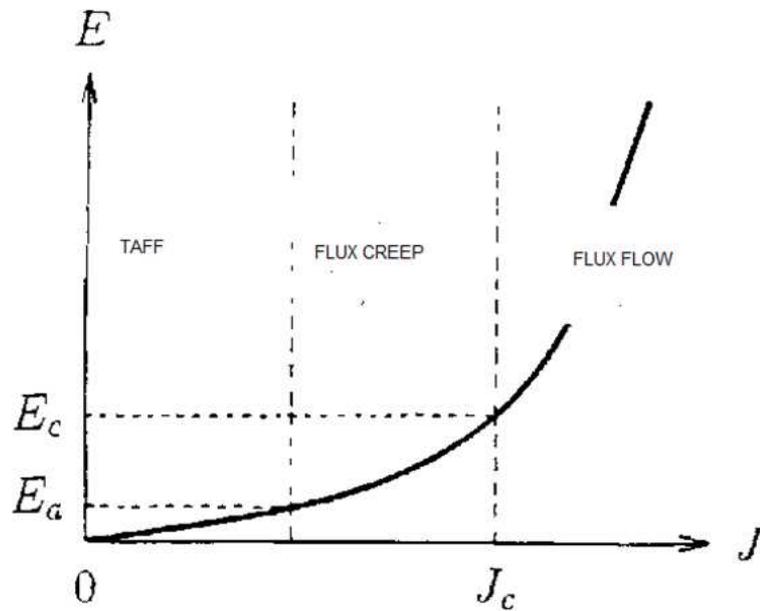


Figura 2.12: Diagrama de do campo elétrico E vs J para uma ampla faixa de densidade de corrente mostrando os regimes de dissipação para uma ampla faixa de J [29]

2.7 Energia de Pinning

Os processos dissipativos resultantes da interação do campo magnético aplicado podem ter seus efeitos minimizados em regiões da amostra nas quais a energia potencial seja maior que a energia necessária para que ocorra movimento de fluxóides. Essa energia é denominada energia de pinning.[43, 44, 45]

Por definição, a energia de ativação $U_0 = 0$ quando $J = J_C$ [46]:

$$U = U_0 \left(1 - \frac{J}{J_c}\right)^\alpha \quad (2.7.78)$$

A energia de pinning pode então ser escrita conforme a expressão [15, 21, 25]:

$$U_P(H, T) = U(H) \left(1 - \frac{T}{T_{c0}}\right)^\alpha \quad (2.7.79)$$

O fator α está relacionado à orientação dos centros de pinning com relação à força de Lorentz, para os HTS, cuja característica é lamelar, nem todos as regiões estão alinhadas perpendicularmente a força de Lorentz. Assim, para contornos de grão simples foi sugerido $\alpha = 1$ [47].

Utilizando um ajuste de Arrenius, levando em conta $\alpha = 1$ para um regime linear devido para o caso de campos magnéticos pouco intensos [15, 21, 25]:

$$\ln \frac{\rho}{\rho_0} = \left[\frac{-U(H)}{K_B} \right] \frac{1}{T} + \frac{U(H)}{K_B T_{c0}} \quad (2.7.80)$$

A dependência da energia de pinning obtida através do ajuste de Arrerinius key-15,key-21,key-25:

$$U(H) = A.H^{-n} \quad (2.7.81)$$

A e n são constantes fenomenológicas[15, 21, 25].

De acordo com Matsushita.et.al [48] , para alto campo , a rede de vórtices se torna mais densa , e os fluxóides se estabilizam melhor aos centros de pinning , assim , há um

aumento na energia de pinning para alto campo , quando a rede se torna mais densa .

2.8 Irreversibilidade Magnética

A característica lamelar dos HTS faz com que os vórtices fiquem aprisionados apenas sob forma de panquecas e não como cilindros infinitos como resultado, esses materiais tem duas regiões demarcadas por uma linha denominada linha de irreversibilidade magnética (LIM).[49, 50, 51]

Na região de baixo campo e temperatura baixa, a corrente elétrica pode fluir sem dissipação de energia. Nesta região, a magnetização é irreversível. Já na região de alta temperatura ou campo magnético , a magnetização é reversível .

A relação entre a magnetização reversível, o campo crítico superior e a temperatura pode ser determinada utilizando a relação de Abrikosov [33, 34]:

$$M(H, T) = \frac{H_{c2}(T) - H_{aplicado}}{\beta_A(2\kappa^2 - 1)} \quad (2.8.82)$$

β é denominado parâmetro de Abrikosov e κ é a constante da teoria de Guinzburg Landau associada às características do supercondutor.

A equação 2.8.82 descreve a magnetização em função da temperatura e do campo magnético aplicado. No regime ZFC, ou seja, inicialmente sem campo magnético aplicado, a amostra é resfriada e então é aplicado um campo magnético maior que H_{c1} e a magnetização é medida.

contudo, se a magnetização é medida no regime (FC), ou seja, já com o campo magnético aplicado a temperatura é reduzida, a medida da magnetização é diferente do regime ZFC. Abaixo da temperatura crítica T_c há um valor para temperatura em que o valor da magnetização é igual no regime FC e ZFC , essa temperatura é denominada temperatura de irreversibilidade $T_{irr}(H)$. A irreversibilidade na magnetização é esquematizada nas figuras 2.13 e 2.14.[52, 53, 54, 55]

Acima e para a direita desta linha, a amostra tem comportamento magnético reversível. Abaixo e à esquerda dessa linha, o amostra tem comportamento irreversível.

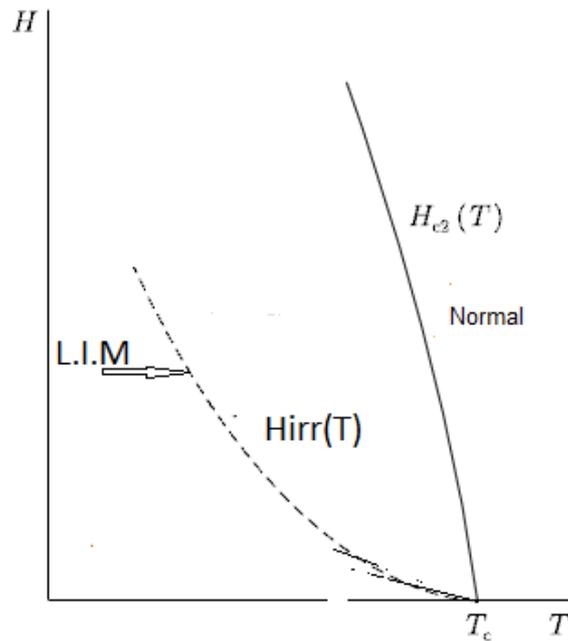


Figura 2.13: Linha de irreversibilidade magnética no diagrama $H - T$.

Abaixo e a esquerda da LIM, ou seja, na condição de irreversibilidade, os vórtices ficam congelados em uma fase sólida ou vidro de vórtices. O campo crítico irreversível pode ser avaliado utilizando a expressão 2.8.83:

$$H_{irr} = H_0 \cdot (1 - T/T_{c0})^n \quad (2.8.83)$$

Para compreensão da influencia da linha de irreversibilidade magnética e , do mecanismo de pinning são ilustradas aplicações do campo magnético paralelamente ao plano a-b e na direção do eixo c em um monocristal , uma já que não há direção bem definida para estabelecer os eixos nas amostras policristalinas .

Quando o campo é paralelo ao plano a-b os vórtices localizam se na camada isolante e a densidade de corrente J perpendicular ao campo aplicado H_{ap} , a força de lorentz se localiza na direção do eixo c e a mobilidade dos vórtices fica restringida ao plano a-b

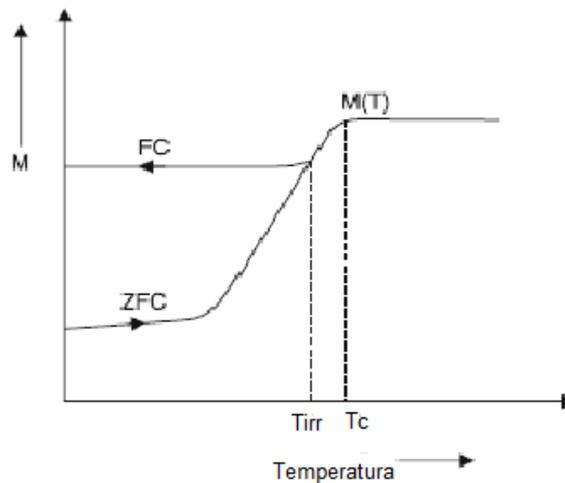


Figura 2.14: Magnetização vs Temperatura nos regimes FC e ZFC.

conforme esquematizado na figura 2.15 [55, 56]:

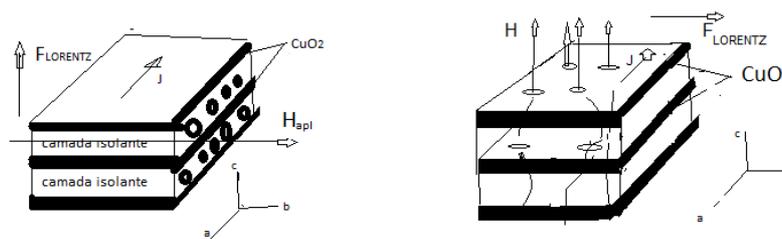


Figura 2.15: Mecanismo de Pinning para o campo paralelo a $a-b$ (esquerda) e campo paralelo a c (direita).

2.9 Efeitos do campo magnético nos HTS

O campo magnético aplicado em supercondutores cerâmicos produz efeitos de histerese na densidade de corrente J . Esse comportamento se deve a estrutura dos HTS, que são constituídos por um arranjo aleatório de grãos separados por junções fracas. O campo magnético efetivo nas junções é calculado através da expressão 2.9.84 [24, 25, 57, 58]:

$$H_{efetivo} = H_{aplicado} - G.M(H_{efetivo}) \quad (2.9.84)$$

Nessa expressão, G é um fator geométrico que depende da forma de distribuição dos grãos na amostra assim, levando em conta a característica granular dos supercondutores de alta temperatura, as amostras podem ser consideradas como uma rede de supercondutores do tipo II interconectados por junções fracas do tipo S-I-S . Assim, a corrente crítica é proporcional à energia de pinning [23, 24, 59, 60]:

$$J_c = J_{co}(H_{aplicado}) \left(1 - \frac{T}{T_{co}}\right)^n \quad (2.9.85)$$

O termo J_{co} na expressão 2.9.85 é a corrente crítica quando $T=0$ essa aproximação é válida no regime ZFC. Para o caso mais geral, a dependência da corrente crítica com a magnetização deve ser considerada.

No regime FC, depois de definir o campo aplicado, a temperatura é elevada e a compensação do termo GM com $H_{aplicado}$ desloca o mínimo de $H_{efetivo}$ desloca se para valores menores que o esperado para temperatura fixa .

Considerando esse comportamento de histerese, a 2.9.85 deve ser modificada da seguinte forma:

$$J_c = J_{co}(H_{aplicado}) \left(1 - \frac{T}{T_{co}}\right)^n \quad (2.9.86)$$

Os fluxóides ancorados pelo mecanismo de pinning na região intergrão controlam o mecanismo de transporte de tal forma que, um mínimo no campo efetivo nas junções aperfeiçoa a densidade de corrente crítica J_c . A temperatura crítica de resistência nula T_z depende das características das weak links. Levando em conta que quando $J = J_c$, definida como a corrente limite em que começa a ocorrer dissipação. A expressão para T_z é dada pela equação 2.9.87 [23, 24, 59, 60]:

$$T_z = T_{co} \left[1 - \left(\frac{J}{J_{co}(H_{efetivo})} \right)^{\frac{1}{\alpha}} \right] \quad (2.9.87)$$

ASPECTOS TEÓRICOS

Capítulo 3

Preparação e Caracterização do (Hg,Re)-1223

3.1 Síntese das amostras

A síntese de cupratos a base de Hg requer o uso de ambiente controlado devido à alta reatividade dos precursores com o ambiente e a toxicidade do mercúrio. O ambiente controlado é constituído de caixa de luvas (glove box) e ampolas de quartzo seladas. A primeira parte da confecção de amostras envolve a preparação do precursor de Re.

Para a confecção do precursor, utiliza-se 1 mol de $\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7+\delta}$ e 0,18 moles de ReO_2 sendo que a mistura é realizada em um morteiro de ágata.

A pesagem é feita em uma caixa de luvas sob atmosfera de N_2 para evitar erros nos valores nominais das massas que podem ser causados pela umidade. A mistura é então submetida a uma pressão de 0,5 GPa.

Depois de feita a compactação, os pós são submetidos a um tratamento térmico no qual as taxas de aquecimento e resfriamento são de $300^\circ/\text{h}$. Para a síntese, os patamares utilizados foram de 850° , 900° , 910° e 900° para o primeiro, segundo, terceiro e quarto tratamentos respectivamente por 12 horas.

Para o quinto sexto e sétimo tratamentos, a duração foi de 24 horas após cada tratamento, a amostra foi pulverizada e em seguida levada para um novo tratamento.

Para o acompanhamento da evolução do precursor, depois de cada tratamento são retiradas pequenas quantidades que, são analisadas por meio de difração de Raios-X (Rigaku modelo-4053A3).

A radiação utilizada é $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1,5418$ Angstroms sob atmosfera de nitrogênio. A partir dessas análises verifica se que o precursor estabiliza sua composição após o sexto tratamento.

A evolução na composição de fases é observada através da inclinação da reta no gráfico da figura 3.1. Essa evolução sugere que após o sexto tratamento a amostra é estabilizada.

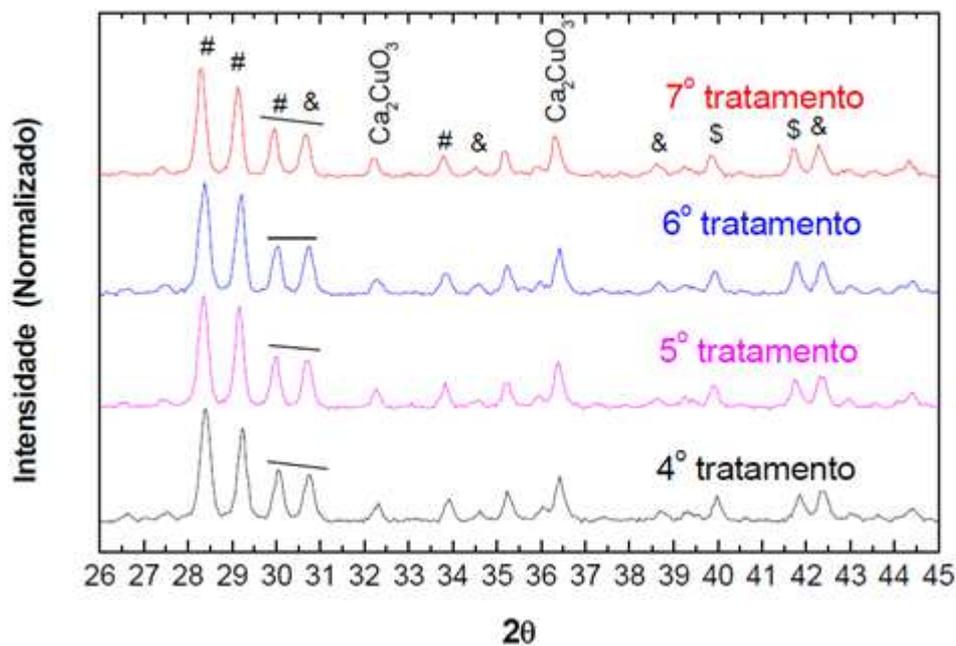


Figura 3.1: Difratoograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.

[15]

A partir dessa análise é possível acompanhar a modificação na quantidade de oxigênio no precursor conforme observado por A.Sin et.al[61]

A segunda parte da preparação das amostras é constituída de um tratamento térmico

com diferentes concentrações de oxigênio do precursor resultante do sétimo tratamento.

Divide se esse precursor em 4 partes e essas partes são submetidas a uma mistura de gases, argônio e oxigênio mantidos a pressão de 1bar. A mistura dos gases é feita em um misturador da marca quanta crome.Então , diferentes porcentagens de oxigênio são adicionadas a fim de estudar as propriedades supercondutoras.

As massas são medidas antes e depois da dopagem com oxigênio e então, é possível classifica las como subdopadas (5% de oxigênio e 95% de argônio) optimamente dopadas (10% de oxigênio e 90 % de argônio) e sobredopadas (15 % de oxigênio e 85% de argônio). Esta classificação é feita a partir de medidas de susceptibilidade AC e resistência AC tendo por base resultados da temperatura crítica das amostras. As amostras são colocadas no forno que, é submetido à taxa de aquecimento e resfriamento de 300° por hora e as amostras permaneceram 24 horas no patamar de 850° . Como anteriormente, os precursores são caracterizados com quantidades diferentes de oxigênio, em forma de pó foram caracterizados através de medidas de difração de raios-X sob atmosfera de nitrogênio.[15, 61]

Algumas composições identificadas não possuem estequiometria definida do oxigênio, por isso, elas fornecem certo grau de incerteza do O_2 . Essas modificações podem ser observadas na figura 3.2 [15].

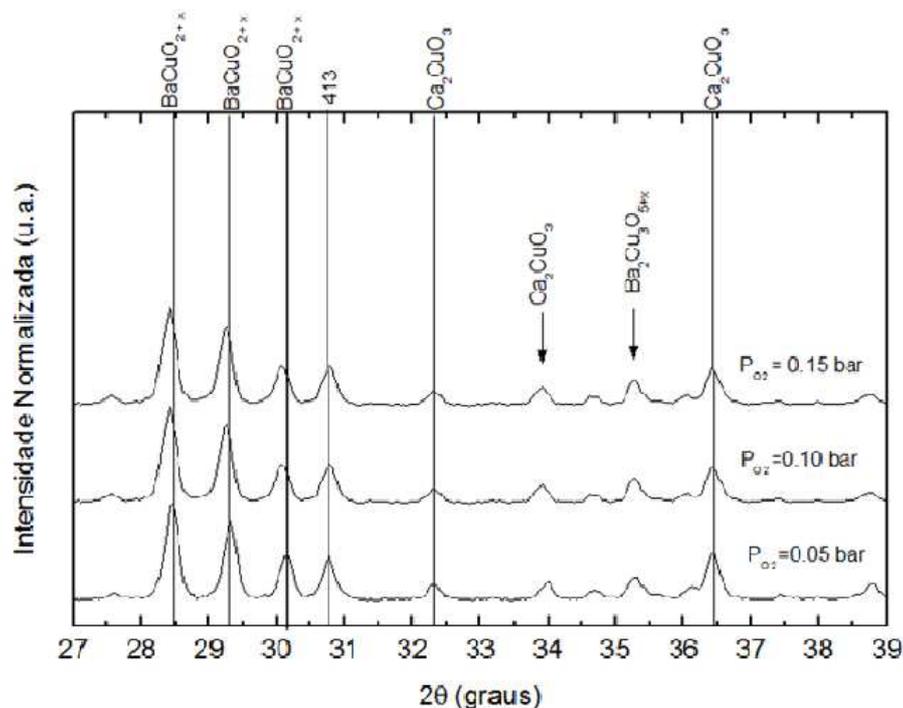


Figura 3.2: Difratoograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.

O controle do oxigênio nos precursores garante a qualidade das amostras, que, foram sintetizadas em tubos de quartzo selados. De maneira que a estequiometria inicial é mantida e, não é necessária qualquer oxigenação após a síntese uma vez que o teor de oxigênio está pré definido nos precursores.

Através desses três precursores, as amostras foram produzidas por meio de reações sólidas com composições do tipo $Hg_{0,82} Re_{0,18} Ba_2 Ca_2 Cu_3 O_{8+d}$ (Hg,Re-1223).

Foram utilizados 1mol de precursor Re-223 e 0,82 moles de HgO (aldrich- 99%) em forma de pó cuja mistura dos compostos foi feita em um morteiro de ágata.

A manipulação e pesagem do pó foi feita em uma caixa de luvas sob atmosfera de

nitrogênio para evitar erros nos valores nominais das massas, assim como foi feito para os precursores. Em seguida o pó foi misturado e compactado sob uma pressão de 0,5 GPa. As amostras compactadas foram enroladas em folhas de ouro e colocadas em tubos de quartzo conectados a uma bomba de vácuo de duplo estágio. Após uma hora de bombeamento, o tubo de quartzo foi lacrado e assim pode ser garantida a estequiometria e que a amostra não sofrerá o processo de envelhecimento perdendo assim as propriedades supercondutoras.

Depois disso, as amostras foram colocadas ao mesmo tempo no forno de pressão para a síntetização a uma taxa de aquecimento de $300^{\circ}/h$ até o patamar de 700° e seguiu com uma taxa de $120^{\circ}/h$ até o patamar de 860° onde permaneceu durante 72 h. A taxa de resfriamento foi de $600^{\circ}/h$ até chegar a temperatura ambiente.

Depois do tratamento as amostras foram colocadas em uma caixa de luvas e então foram retiradas pequenas quantidades de massa e pulverizadas para serem caracterizadas com difratograma de raios-X ver figura 3.3:

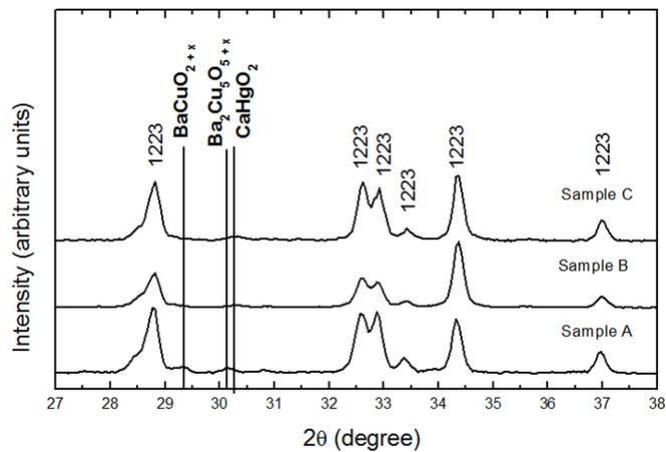


Figura 3.3: Difratoograma de raios-X das amostras de precursor tratadas com diferentes concentrações de oxigênio.

A análise do difratograma de raios-x das amostras é feita na tabela 3.1 :

Tabela 3.1: Análise de Raios X as amostras de (Hg,Re)-1223

FASES	5% de O2	10% de O2	15% de O2
Hg,Re – 1223	64	92	90
BaCuO _{2+x}	15	0	0
Ba ₂ Cu ₃ O _{5+x}	12	1	7
CaHgO ₂	1	2	2
Picos não identificados	8	5	1

De acordo com o difratograma, todas as amostras eram monofásicas (n=3), ou seja, não há presença de picos relacionados a outras fases.

3.2 Análise da morfologia através de MEV

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise foram obtidas em um microscópio eletrônico Cambridge LEICA S440I, equipado com link Oxford para microanálise pertencente à companhia siderúrgica de tubarão (vitória, ES).

Foi utilizada técnica de espectrometria por raios-X por dispersão de energia (EDS) , para obter informações sobre a composição local de alguns pontos das amostras analisadas.

A partir das análises de espectrometria de dispersão de energia (EDS) foi possível comparar as composições nominais iniciais com as obtidas nos cristais para diferentes quantidades de oxigênio em cada amostra.

Nessas amostras , foram analisados o contorno do grão, a borda do grão , o centro de grão e as pequenas singularidades presentes no grão e uma média global de toda a área do grão.

A amostra A subdopada apresentou uma perda relativa de mercúrio e rênio, pois apresentou uma concentração global média de Hg_{0,6}0Re_{0,16}Ba₂Ca₂Cu₃O₁₂.

Observou se que há diferença de composição entre a borda e o centro do grão, isto é, Na borda ocorre a presença de dois compostos, $\text{Hg}_{0,80}\text{Re}_{0,20}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ e BaCuO_{2+x} . No centro do grão, há três compostos: $\text{Hg}_{0,90}\text{Re}_{0,10}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_5$ e CaCu_2O_3 .

A figura 3.4 mostra o MEV da amostra A [15]:



Figura 3.4: MEV do composto A.

[15]

Na Amostra B, optimamente dopada, observou se a existência de dois compostos predominantes: $\text{Hg}_{0,72}\text{Re}_{0,16}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ e CuO_2 na borda do grão foram detectadas as seguintes composições: $\text{Hg}_{0,76}\text{Re}_{0,21}\text{Ba}_2\text{Ca}_{1,86}\text{Cu}_{3,03}\text{O}_{8,77}$ e HgCaO_2 .

No centro do grão a análise por MEV mostrou duas substâncias $\text{Hg}_{0,80}\text{Re}_{0,20}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ e CuO . Assim como a amostra A, a amostra B apresentou singularidades P1 e P2.

A singularidade P1 apresenta os compostos CuO_2 e $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_5$, já na singularidade P2, observou-se os compostos $\text{Ba}_4\text{CaCu}_3\text{O}_8$ e CaCu_2O_3 de maneira que as impurezas associadas a amostra B são CuO_2 , HgCaO_2 , $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_5$, $\text{Ba}_4\text{CaCu}_3\text{O}_8$ e CaCu_2O_3 . O MEV da amostra B é mostrado na figura 3.5:

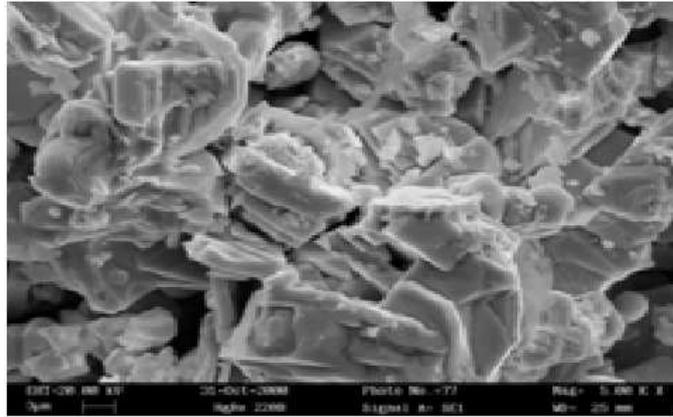


Figura 3.5: MEV do composto B.

[15]

Na análise global feita na amostra C, a concentração global média apresentou os seguintes compostos: $\text{Hg}_{0,70}\text{Re}_{0,14}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ e CuO_2 . Na região da borda do grão encontrou-se $\text{Hg}_{0,79}\text{Re}_{0,21}\text{Ba}_2\text{Ca}_{1,94}\text{Cu}_{2,94}\text{O}_{10,95}$.

Na região central, encontrou-se: $\text{Hg}_{0,82}\text{Re}_{0,18}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ e $\text{Re}_2\text{Ca}_5\text{O}_{12}$. Já a singularidade P1 na amostra caracterizou-se pela presença de dois compostos: HgCaO_2 e CaCu_2O_3 .

Na singularidade P2 apresentou o composto HgCaO_2 . Na singularidade P3 foram encontrados os compostos HgCaO_2 , $\text{Re}_2\text{Ca}_5\text{O}_{12}$ e $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_5$ de maneira que as impurezas encontradas para a amostra C foram CuO_2 , HgCaO_2 , CaCu_2O_3 , $\text{Re}_2\text{Ca}_5\text{O}_{12}$.

O MEV da amostra C é mostrado na figura 3.6:

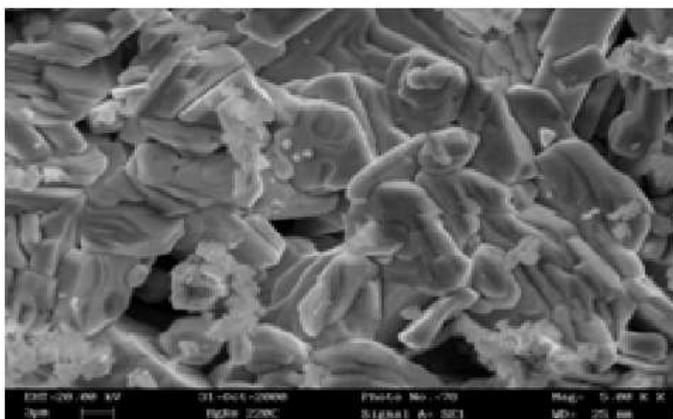


Figura 3.6: MEV do composto C.

[15]

Tabela 3.2: Análise global média das amostras em uma medida de EDS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO GLOBAL
HgRe 200A	$Hg_{0,60}Re_{0,18}Ba_2Ca_2Cu_3O_8$ e $HgCaO_2$
HgRe200B	$Hg_{0,72}Re_{0,16}Ba_2Ca_2Cu_3O_8$ e CuO_2
HgRe200C	$Hg_{0,70}Re_{0,14}Ba_2Ca_2Cu_3O_8$ e CuO_2

A tabela 3.2 demonstra que todas as amostras apresentam composição diferente da composição nominal .

A concentração na borda do grão para cada amostra é mostrada na tabela 3.3:

Tabela 3.3: Análise das partículas identificadas nas figuras de Mev para cada amostra

Amostra	Concentração no centro do grão	Concentração na borda do grão
HgRe200A	Hg _{0,90} Re _{0,10} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ , CaCu ₂ O ₃ e Ba ₂ Cu ₃ O ₅	Hg _{0,80} Re _{0,20} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ e BaCuO ₂
HgRe200B	Hg _{0,80} Re _{0,20} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ e CuO ₂	Hg _{0,76} Re _{0,21} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ e HgCaO ₂
HgRe200C	Hg _{0,82} Re _{0,18} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈ e Re ₂ Ca ₅ O ₁₂	Hg _{0,79} Re _{0,21} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₈

3.3 Comparação entre o tamanho dos grãos

Para obter informações a respeito de imagens de MEV, foram feitos histogramas do tamanho das junções (tamanho médio) $\langle d \rangle$ entre dois grãos. Na inspeção visual foram anotados os tamanhos das secções retas dos grãos em cada amostra e os histogramas foram então ajustados através de uma função $f(x)$ ajustada através da distribuição gama :

$$f(x) = \frac{\lambda^n x^{n-1} \cdot e^{-\lambda x}}{\Gamma(\eta)} \quad (3.3.1)$$

A expressão 3.3.1 é válida quando x maior que zero . De outra forma :

$$f(x) = 0 \quad (3.3.2)$$

A distribuição gama é definida por :

$$\Gamma(\eta) = \int u^{\eta-1} e^{-u} \cdot du \quad (3.3.3)$$

Os parâmetros associados ao ajuste são positivos, o parâmetro λ está associado à frequência e o parâmetro η está associado a forma da distribuição. O tamanho médio das junções é então :

$$\langle d \rangle = \frac{\eta}{\lambda} \quad (3.3.4)$$

Para compreensão desse ajuste, criou-se um modelo de partícula que contém um número médio de grãos. Para as medidas de susceptibilidade magnética AC, as partículas têm um diâmetro máximo de $38 \mu m$ [21]:

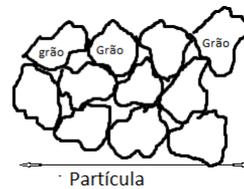


Figura 3.7: Representação de uma partícula que contém um número médio de grãos.

Um histograma que mostra a contagem do tamanho médio das junções para a amostra subdopada (5% de O_2) é mostrado na figura 3.8. Tomou-se por inspeção visual os segmentos de reta que contornam o grão.

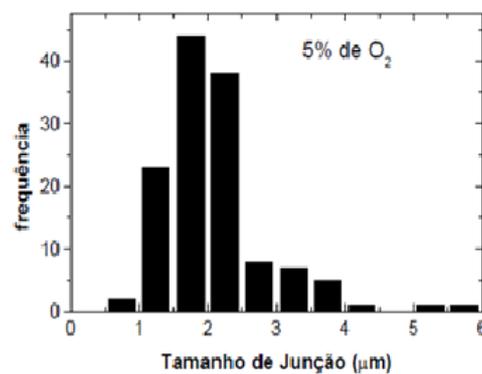


Figura 3.8: Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra A.

A contagem de junções através de inspeção visual para a amostra dopada com 10% de oxigênio é mostrada no histograma da figura 3.9:

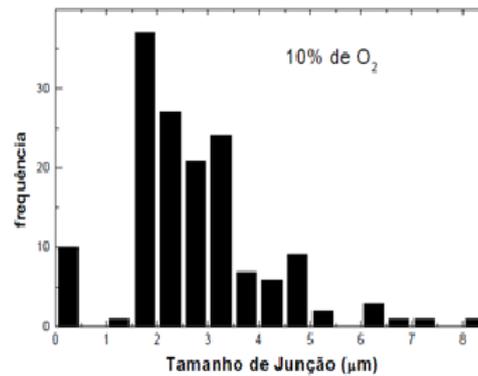


Figura 3.9: Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra B .

[21]

Para a amostra dopada com 15% de oxigênio a contagem resultou no histograma da figura 3.10 :

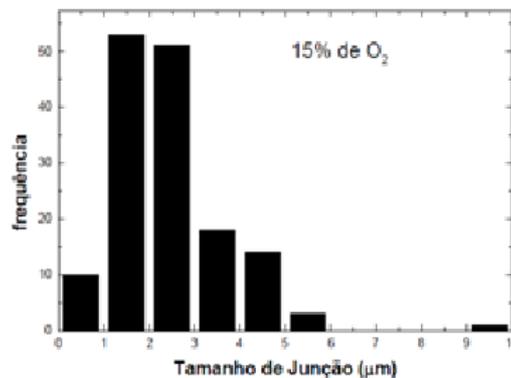


Figura 3.10: Histograma de tamanho médio das junções entre os grãos para amostra C .

[21]

Para ajustar os dados do histograma, foram utilizados os parâmetros da tabela 3.4 :

Tabela 3.4: Parâmetros da distribuição Gama obtidos através dos dados de cada histograma.

Parâmetros	5% de O ₂	10% de O ₂	15 % de O ₂
η	7,22	3,64	3,48
λ	3,42	1,35	1,47
$\langle d \rangle$	2,11	2,70	2,37

O ajuste feito na Tabela3.4 sugere que o maior tamanho médio de grão é o da amostra B o parâmetro λ tem menor valor para as amostras com 10% de oxigênio como η é o número de eventos, o número de ocorrências de junções diminui e os diâmetros médios dos grãos crescem

Comparando os tipos de junções, observa se que o tamanho médio de grãos é maior nas amostras com 10 % de oxigênio do que nos compostos com 5% e 15 %.

A resistência elétrica e a blindagem magnética dependem da quantidade de corrente que pode ser conduzida pela junção. Dessa forma, as implicações sobre as propriedades magnéticas e de transporte dependem do tamanho dos grãos.[15, 21]

Síntese e Caracterização das Amostras

Capítulo 4

Medidas de Transporte

4.1 Método para as Resistência elétrica AC

Campos magnéticos aplicados em supercondutores do tipo II provocam variações nas medidas de resistência elétrica quando aplicados perpendicularmente à direção da corrente elétrica. Assim, a investigação do transporte no sistema (Hg, Re)-1223 é iniciada a partir de medidas de resistência e densidade de corrente transportada.

As medidas de resistência elétrica foram feitas baseando-se no método das quatro pontas. O sistema de detecção da diferença de potencial utilizado nas medidas foi um amplificador Lock-In que funcionou como galvanômetro AC utilizando um sinal de 81 Hz e um amplificador lock in com ruído de 100nV , os contatos feitos com tinta prata. O controle da temperatura foi feito por um autotuning da marca lake shore modelo 330. Em todas as medidas, a taxa de aumento da temperatura foi de 2 K/min.

O campo magnético foi gerado por um solenóide de maneira que o campo aplicado ficasse perpendicular a corrente de excitação e, as medidas foram feitas de maneira que a história magnética não interferisse. Para isso , o campo foi retirado a uma temperatura maior que T_{co} .

O aparato utilizado para a medida encontra se na figura4.1[62].

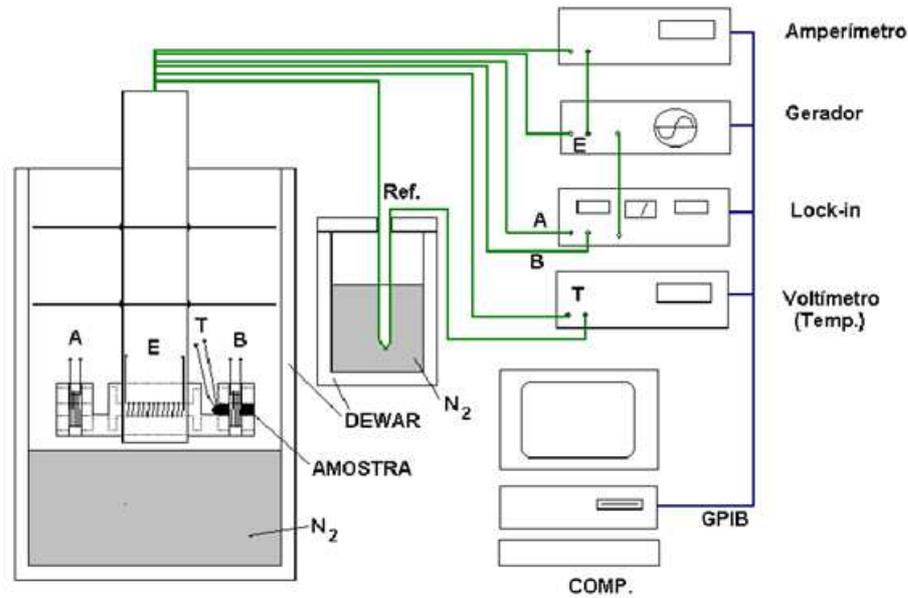


Figura 4.1: Esquema representativo do sistema usado para medir resistência AC em função da Temperatura.[21, 62]

4.2 Estudo sistemático da densidade de corrente

Para a investigação do transporte nas amostras utilizadas nesse trabalho, foram realizadas medidas de densidade de corrente para a qual a relação 4.2.1 é linear :

$$V = R.I \quad (4.2.1)$$

Assim, a relação entre a tensão média e a corrente pode ser escrita através da expressão 4.2.2 :

$$V = a_1 I + a_2 I^2 + \dots \quad (4.2.2)$$

a_1 e a_2 são coeficientes de expansão da série e a_1 tem dimensão de resistência.

O comportamento das amostras pode ser observado sobre o teste de corrente de excitação, visto que é similar em todas as amostras. Para temperaturas próximas a tempera-

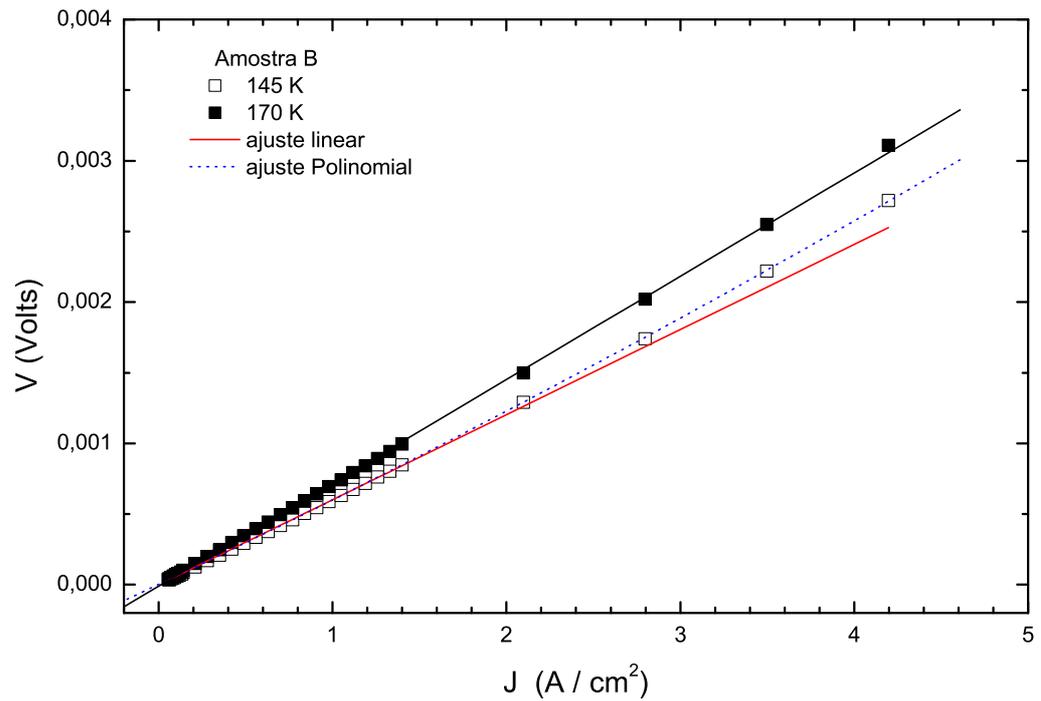


Figura 4.2: Isotermas da tensão média em função da densidade de corrente aplicada à amostra B (10% de O₂ e 90% de Ar). Para $T = 145$ K, foram usados ajustes linear e polinomial, enquanto que para $T = 170$ K o ajuste foi linear.

[15]

tura crítica, um comportamento não linear aparece na voltagem $V(I)$. O comportamento não linear surge a partir de 1,04 A.

Na figura 4.2 é demonstrada a tensão em função da densidade de corrente para qual $V(I)$ é linear.

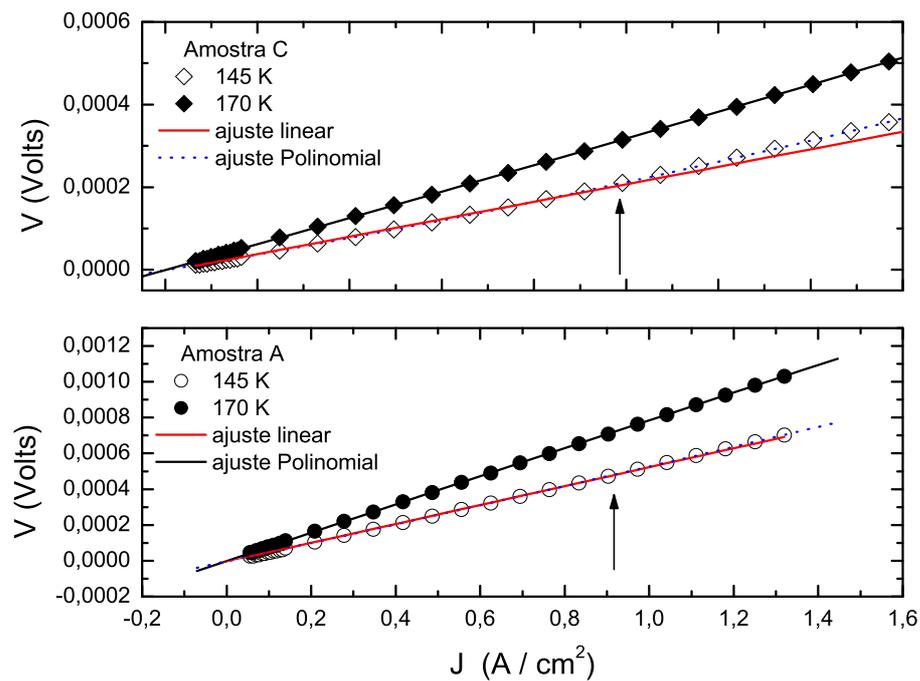


Figura 4.3: Isotermas da tensão medida em função da densidade de corrente aplicada as amostras A e C. Para este caso, mostra-se somente o ajuste linear.

[15]

Para as amostras A e C, os valores máximos que correspondem a um regime linear são 1,05 A/cm² e 1,00 A/cm² respectivamente conforme figura 4.2.

4.3 Medidas de resistência elétrica AC

A aplicação do campo magnético altera a temperatura de transição T_z (temperatura crítica de resistência elétrica nula). Essas alterações podem ser verificadas nas medidas de resistência elétrica realizadas nas três amostras (A, B e C).

O campo magnético foi aplicado de maneira perpendicular a corrente de excitação e os valores do campo variaram entre 0 e 400 Oe .

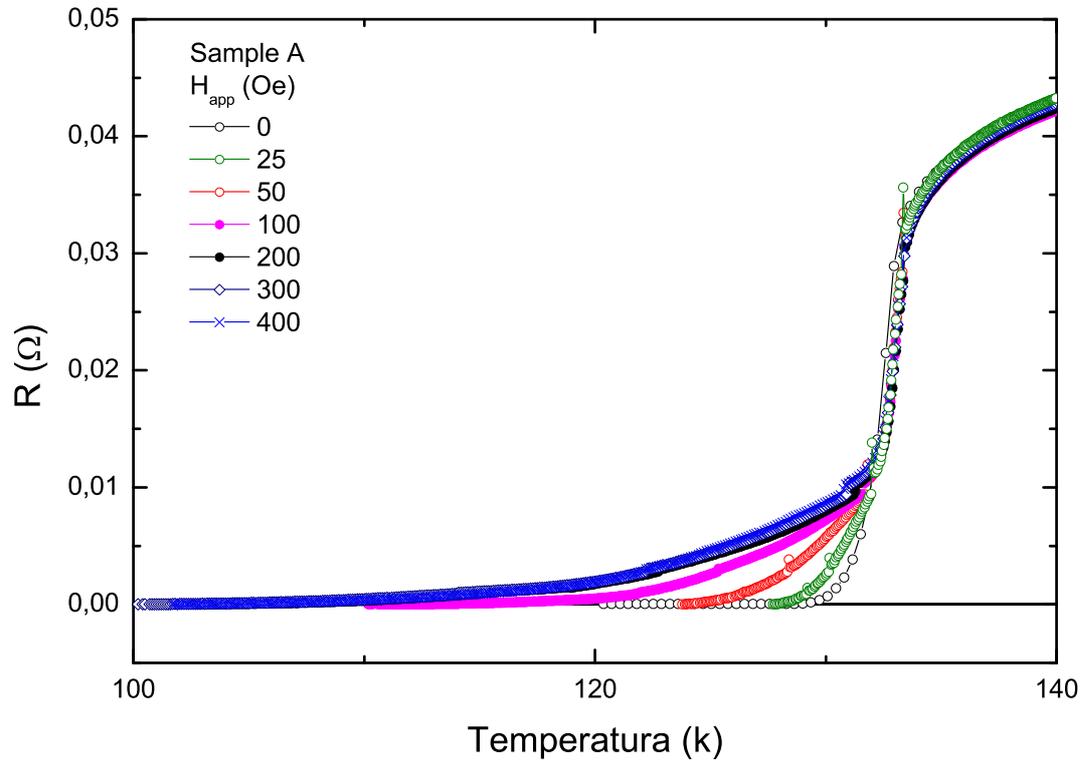


Figura 4.4: Resistência elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra A com teor de oxigênio extra de 5 %.

As medidas assim realizadas nas amostras A, B e C com campo magnético, ou seja, *field cooled* (FC), mostraram que a temperatura crítica de resistência elétrica nula diminui à medida que o campo aumenta nas três amostras. As medidas realizadas sem campo magnético, ou seja, zero *field cooled* (ZFC) mostraram a mesma temperatura de transição T_z para as três amostras como pode ser visto nas figuras 4.4, 4.5 e 4.6.

As diferenças na temperatura de transição T_z observadas nas três amostras estão associadas à mobilidade de vórtices cuja dinâmica é direcionada pela energia de *pinning* e pela energia de ativação térmica. Desta forma, a expressão para a energia de *pinning* é [25]:

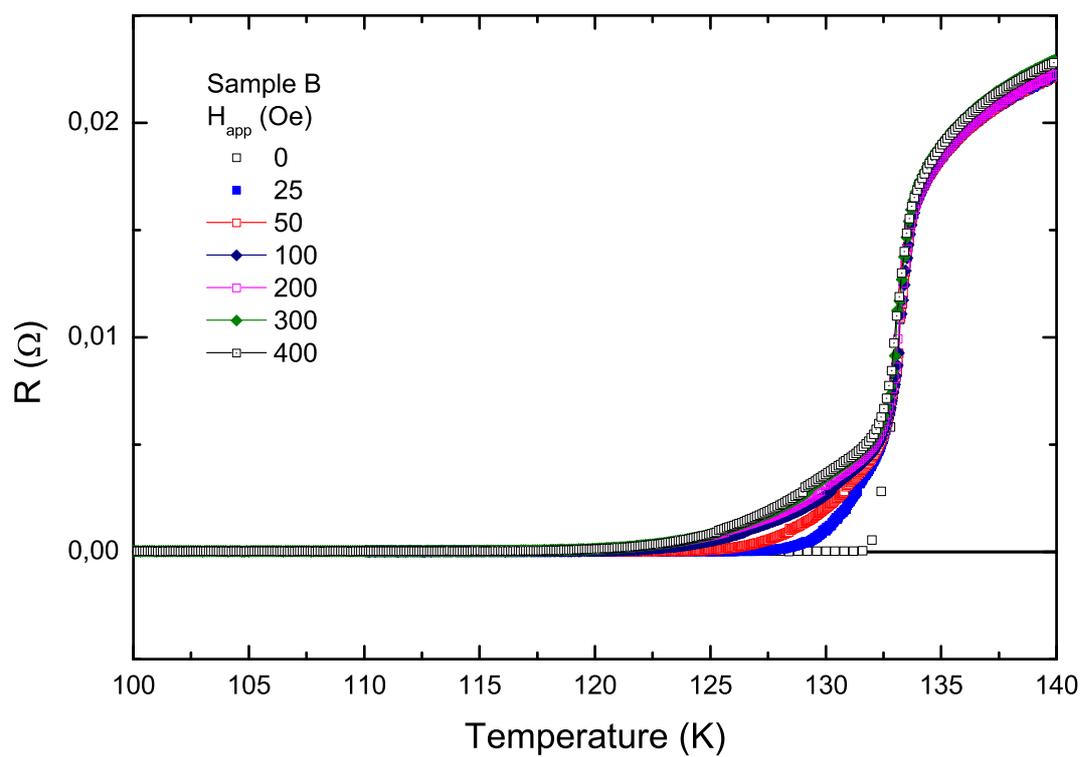


Figura 4.5: Resistência elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra B com teor de oxigênio extra de 10 %.

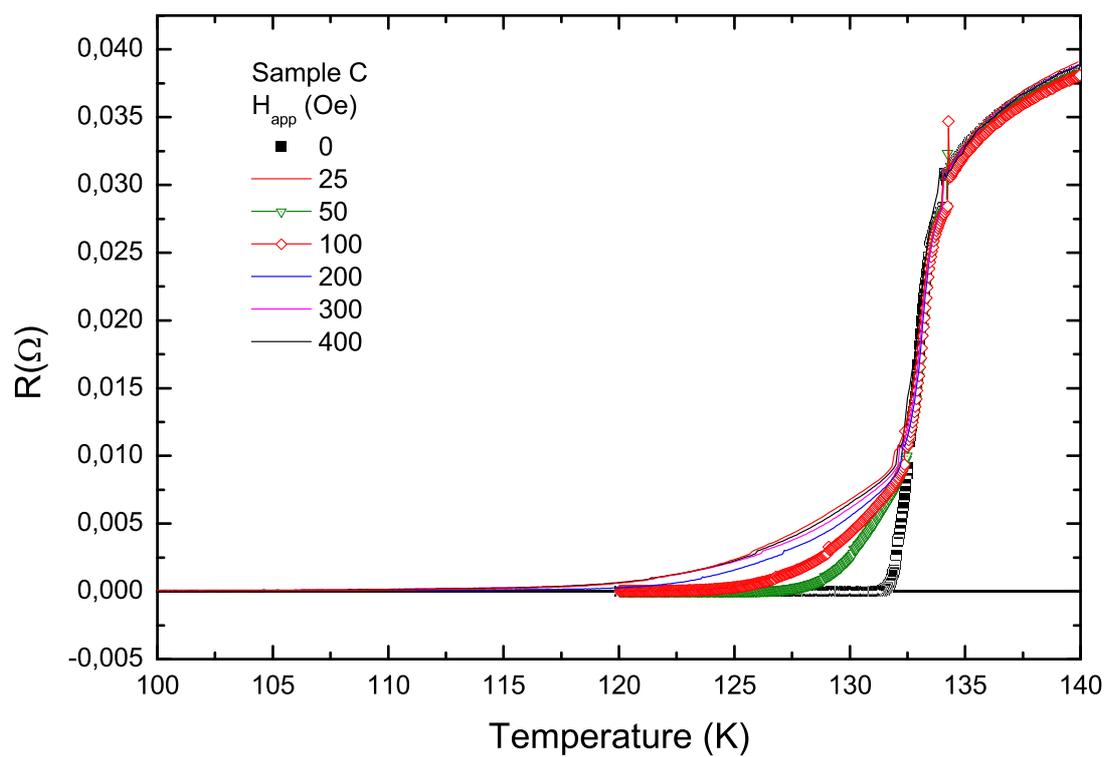


Figura 4.6: Resistência elétrica em função da temperatura quando o campo é aplicado para amostra C com teor de oxigênio extra de 15 %.

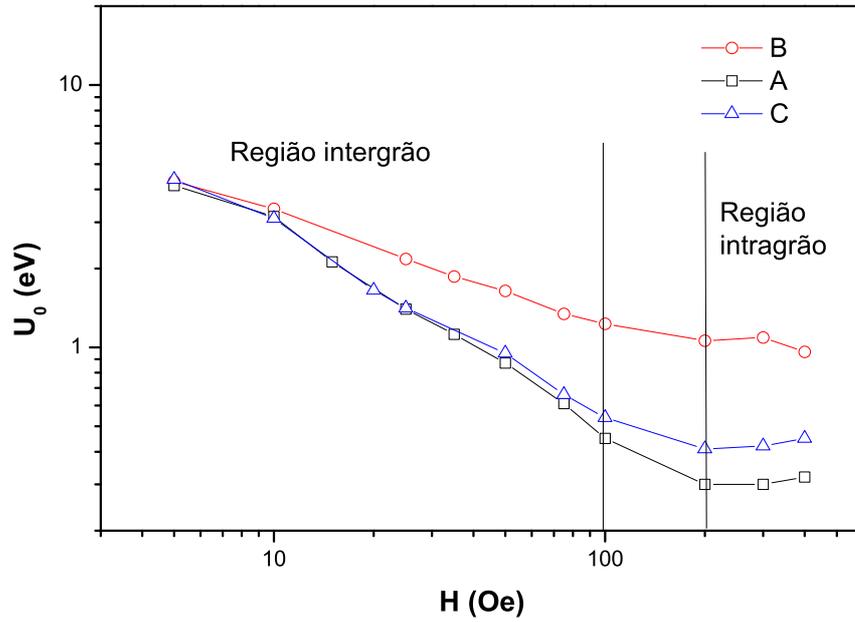


Figura 4.7: Energia de pinning em função do campo aplicado para as três amostras feitas a partir do ajuste de Arrhenius.

$$U_P(H, T) = U(H) \left(1 - \frac{T}{T_{c0}}\right)^\alpha \quad (4.3.3)$$

Através de um ajuste de Arrhenius:

$$\ln \frac{\rho}{\rho_0} = \left[\frac{-U(H)}{K_B} \right] \frac{1}{T} + \frac{U(H)}{K_B T_{c0}} \quad (4.3.4)$$

Como resultado desse último ajuste, a energia de *pinning* em função do campo magnético aplicado $U(H)$ pode ser plotada conforme demonstrado na figura 4.7.

$$U(H) = AH^{-n} \quad (4.3.5)$$

O decréscimo da energia de pinning é diferente para as três amostras e decai bem mais lentamente para a amostra B, o que sugere uma diferença na distribuição de defeitos

nas amostras por onde o campo magnético penetra através de vórtices Josephson. Essa singularidade na distribuição de defeitos em B pode ser corroborada por meio de medidas de irreversibilidade magnética.

4.4 Medidas de irreversibilidade magnética

As medidas de irreversibilidade no regime ZFC são visualizadas na figura 4.8 .A medida é feita em uma temperatura pouco maior que T_{co} e sem campo magnético aplicado , então a temperatura diminui enquanto o campo magnético é aumentado até 400 Oe. Esse efeito está relacionado a histerese na magnetização nas amostras de (Hg,Re)-1223 .

A medida FC sugere que a irreversibilidade na magnetização está relacionada a distribuição dos defeitos por onde o campo magnético penetra .Essa medida é realizada com campo magnético aplicado .

O campo , fica preso entre os defeitos na forma de vórtices Josephson (vórtices intergranulares) até aproximadamente 100 Oe , para esse valor de campo magnético , há uma mudança de regime e , os vórtices penetram na região intragranular por meio de vórtices de Abrikosov .A medida FC feita para as amostras A , B e C pode ser observada na figura 4.9.

Essas medidas demonstram que a amostra B tem maior campo irreversível

A discussão dos resultados obtidos por meio das medidas realizadas nas amostras A , B e C é feita no Capítulo 5.

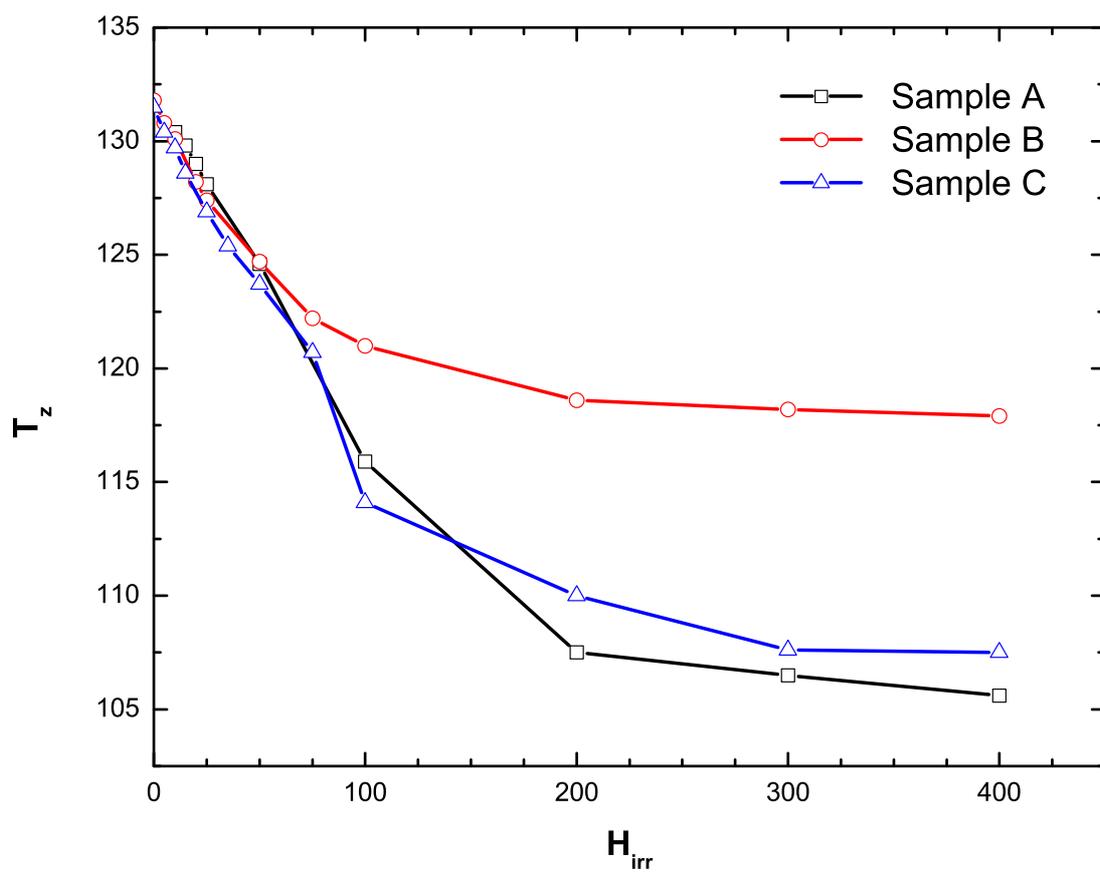


Figura 4.8: Medida de irreversibilidade intergranular (T_z , H_{irr}) para as amostras A, B e C.

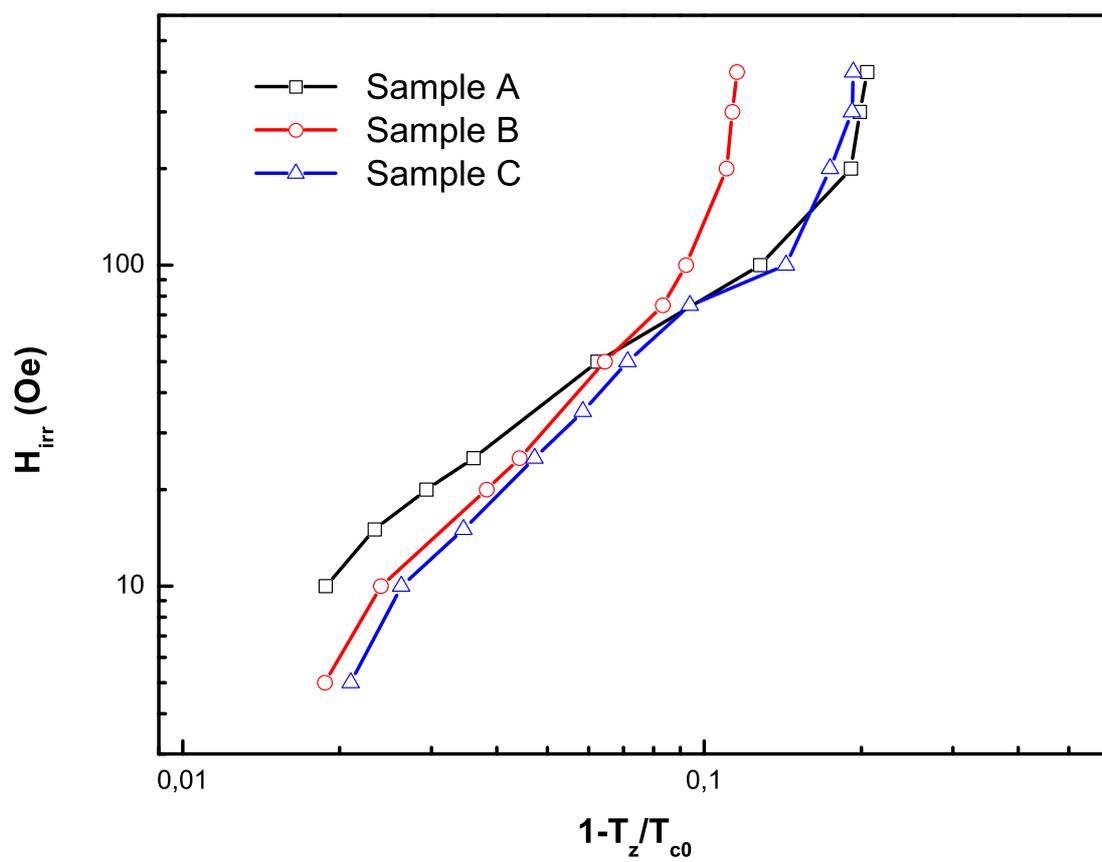


Figura 4.9: Medida de irreversibilidade intergranular H_{irr} vs $(1 - T_z/T_{c0})$ para as amostras A , B e C .

Medidas de transporte

Capítulo 5

Discussão de resultados

As amostras utilizadas nesse trabalho foram preparadas por meio de reação sólido vapor através de método dos precursores. A diferença no teor de oxigênio nas amostras se dá durante a preparação do precursor de Re de maneira que, as amostras de (Hg, Re)-1223 têm teores extra de oxigênio de 5% amostra A, 10% amostra B e 15 % amostra C as amostras são diferentes.

O teor de oxigênio extra se localiza no plano HgO_δ , o efeito de δ na estrutura é criar buracos na camada de óxido de cobre aproximando esses planos e influenciando a temperatura crítica conforme demonstrado na figura ??

A característica de um oxigênio extra no plano HgO_δ nas amostras de (Hg,Re)-1223 permitiu a variação no teor de oxigênio conforme observado por ANTIPOV et al [13] e MARTINEZ et al[14].

A substituição parcial do Hg por Re estabilizou as amostras no que tange as suas características estruturais retardando o envelhecimento e melhorou as propriedades de transporte como a LIM conforme observado por ORLANDO et al [19, 22] e PASSAMAI et al [20]

A estequiometria das amostras mais consistente com a encontrada é verificada para a amostra B, ou seja, para as amostras com teor de oxigênio extra de 10 % essa análise é

feita com base no difratograma de raios-X para as amostras e na microscopia de varredura eletrônica (MEV) ver tabelas 3.1, 3.2, 3.3, também foram observadas diferenças na borda do grão para cada amostra através da tabela 3.3

Além desses aspectos, a morfologia observada nos compostos através de microscopia de varredura eletrônica mostrou que o maior tamanho médio da seção reta dos grãos é o da amostra B, em comparação com as amostras A e C conforme observado na tabela 3.4. O tamanho médio foi determinado através do ajuste de histograma da distribuição de grãos feita por meio da função $f(x)$ ajustada pela distribuição gama. Essas análises de MEV fundamentam algumas conclusões derivadas da forma como os grãos estão dispostos.

As medidas de resistência elétrica com campo magnético aplicado mostradas nas figuras 4.4, 4.5 e 4.6 sugerem que há dois processos dissipativos devido ao campo aplicado: TAFF e FLUX Creep. O regime de Flux Flow não é observado nas medidas devido a baixa intensidade do campo magnético aplicado.

O campo magnético penetra nas amostras através de defeitos e na região intergranular. Para compreensão qualitativa da dinâmica desses fluxóides, foi feito um ajuste de Arrhenius utilizando as medidas de resistência elétrica com a temperatura. Assim, o ajuste linear observado na figura

Outra medida realizada nas amostras, foi a medida de irreversibilidade magnética no regime (ZFC) isto é inicialmente sem campo magnético a temperatura foi reduzida até a temperatura em que a magnetização é irreversível. Para uma estimativa da linha de irreversibilidade magnética, foi realizada a medida com campo magnético aplicado (FC), elevando a temperatura ver figuras 4.8 e 4.9

As medidas de irreversibilidade magnética feitas sem campo magnético aplicado (ZFC) e com campo magnético aplicado (FC) demonstram um comportamento de histerese no campo efetivo entre as junções isto é, as amostras não retornam ao estado inicial apenas retirando o campo magnético.

As diferenças nas linhas de irreversibilidade magnética LIM para as amostras A, B

e C denotam que a energia de pinning, está relacionada a forma como os defeitos estão distribuídos nas amostras. Abaixo da linha de irreversibilidade magnética os fluxóides estão congelados e não há dissipação decorrente dos processos de Flux Creep e Taff, nessa medida, a amostra B demonstra maior temperatura crítica de resistência elétrica nula T_z .

Comparando as figuras 4.7 e 4.9 observa-se que o movimento dos fluxóides é restringido até 100 Oe na região intergranular. Essa última observação sugere que a maior energia de pinning entre as três amostras está relacionada a melhor organização dos defeitos nas amostras o que converge com os resultados encontrados por Passos et al [15].

Podemos assim sugerir que ocorre um processo **análogo** ao de monocristais nos quais os vórtices ficam aprisionados nos defeitos localizados nos planos de óxido de cobre e, a energia de pinning é maior quanto maior é a anisotropia das amostras.

Como medida de aplicação dos efeitos da histerese no transporte, a equação 2.9.87 demonstra a relação entre a corrente crítica e a temperatura crítica de resistência nula.

Para a compreensão da aplicação no transporte, o esquema das figuras 5.1 e 5.2 mostra como a corrente percola a amostra quando o campo magnético é aplicado.

Se a amostra está no estado supercondutor, a corrente percola a amostra e a dissipação começa pela borda dos grãos, o campo aplicado provoca um efeito de histerese e fica aprisionado na região intergranular. Quando o campo é elevado os vórtices começam a penetrar o interior do grão e, os grãos começam a ser desacoplados, transicionando assim para o estado normal. [24]

Essa percolação na corrente converge com o modelo proposto por MULLER e MATHEWS et al [59] e MUNÉ et al [60] assim, a amostra com melhores aplicações para o transporte de corrente é a amostra B, que conforme discussão acima tem melhor distribuição de defeitos por onde o campo magnético penetra e a energia de pinning é maior em comparação com as amostras A e C o campo magnético aplicado fica aprisionado e a T_z é otimizada pelos efeitos da histerese nos grãos.

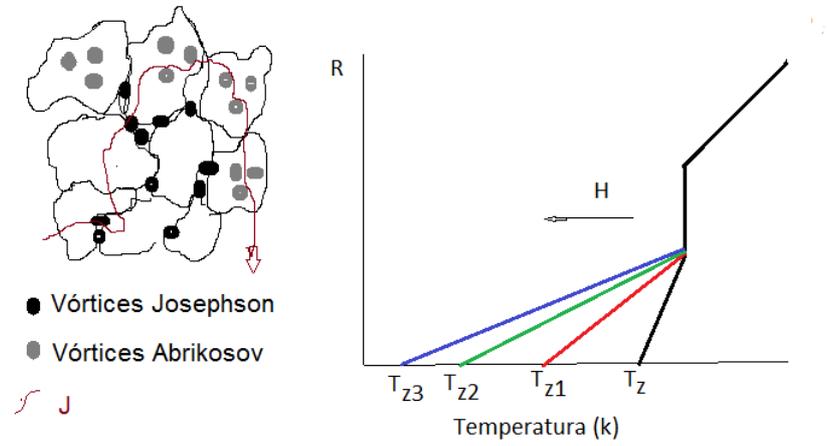


Figura 5.1: Amostra no estado supercondutor com campo magnético aplicado

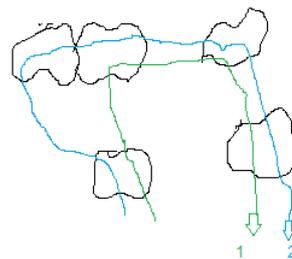


Figura 5.2: Amostra transicionando do estado supercondutor para o normal a uma T_z menor.

5.1 Sugestões para trabalhos futuros

- Utilização de campos magnéticos mais elevados sugerem um aumento na energia de pinning na região intragranular
- Comparação da energia de pinning entre as amostras de Sm-1223 y-1223 e (Hg,Re)-1223
- A investigação do bulk através de MEV ou difração de neutrons deve confirmar maior anisotropia em média para a amostra B
- Estudo dos estados metaestáveis FLUX CREEP e TAFF utilizando os dados das amostras e aproximação de vórtices por partículas

Discussão dos Resultados

Referências Bibliográficas

- [1] ONNES, H. K. Nobel Lectures, v. 1, p. 306-336, Dec.1913.
- [2] Bundell, S. **Superconductivity A Very Short Introduction**, Oxford University Press, 2009.
- [3] MEISSNER, W.; OCHSENFELD, R. Magnetic effects of a rotating superconductor. **Naturwissenschaften**, v. 21, p. 787-788, April 1933.
- [4] Michel, C. and Raveu, B. **Chim. Min. Miner.** v.21 ,p.407 ,1984.
- [5] BEDNORZ, J. G.; MULLER, K. A. Possible high-T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. **Z. Phys.B**, v. 64, p. 189-193, Apr. 1986.
- [6] CHU, C. W. et al. Superconductivity at 52,5 K in the Lanthanum-Barium-Copper-Oxide System. **Science**, v. 235, p. 567-569, 1987.
- [7] WU, M. K. et al. Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. **Phys. Rev. Lett.**, v. 58, p. 908-910, Mar.1987.
- [8] HAZEN, R.M.et.al.Superconductivity in the high-T_c Bi-Ca-Sr-Cu-O system: Phase identification. **Phys. Rev. Lett.**, v.60, p.1174-1177, 1988.
- [9] PUTILIN, S. N. et al. Superconductivity at 94 K in HgBa₂CuO_{4+d}. **Nature**, v. 362, p. 226-228, Mar. 1993.

- [10] SCHILLING, A. et al. Superconductivity above 130K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system. **Nature**, v. 363, p. 56-58 , May 1993.
- [11] GAO, L. et al., Superconductivity up to 164 K in HgBaCaCuO. **PhysicaC**, v. 235 - 240, p. 1493, Aug. 1994.
- [12] SHIMOYAMA, J. et al. Interlayer distance and magnetic properties of Hg-based superconductors. **PhysicaC**, v. 235-240, p. 2795, Dec. 1994.
- [13] MARTINEZ, Luis Gallego et al . Study of the crystal structure of the high Tc superconductor HgRe BaCaCuO by using EXAFS, XANES and XRD. **Mat. Res.**, São Carlos, v. 11, n. 2, June 2008 .
- [14] ANTIPOV, E.V; ABAKUMOV,A.M; PUTILIN,S.N.Chemistry and structure of Hg-based superconducting Cu mixed oxides.**Supercond. Sci. Technol.** 15 (2002) R31 R49.
- [15] PASSOS, C.A.C.Investigação do diagrama de fases do supercondutor (Hg,Re)-1223 através de medidas de transporte.2007. Tese de doutorado em Ciências em Física , Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitoria , 2007.
- [16] SCHRIEFFER, R.J.**Handbook of High-Temperature Superconductivity: Theory and Experiment**,Springer, 2007.
- [17] YAMAURA, K. et al. High-pressure synthesis and superconductivity of a Ba free mercury-based superconductor (Hg,Re)SrCaCuO. **Physica C**, v. 246, p. 351-356, May 1995.
- [18] HAHAKURA,S;SHIMOYAMA,J;SHIINO,O;HASEGAWA,T;KITAZAWA,K; KISHIO,K.Chemical Stabilization of Hg-Based Superconductors,**Physica C**, v.235, p. 915-916 ,1994.

- [19] ORLANDO, M. T. D.; PASSOS, C. A. C. et al. Distortion of ReO octahedron in the HgReBaCaCuO superconductor. **Physica C**, v. 434, p. 53-61, Feb 2006.
- [20] PASSAMAI Jr, J. L. Estudos sobre a valência do rênio no supercondutor (Hg,Re)-1223 através da técnica de Absorção de Raios-X. 2005.77f. Dissertação (Mestrado em Ciência em Física), Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitoria, 2005.
- [21] PASSOS, C. A. C. et al. Effects of oxygen content on the pinning energy and critical current in the granular (Hg,Re)-1223 superconductors. **Physica C**, v. 419, p. 25-31, Feb. 2005.
- [22] ORLANDO, M. T. D. et al. Effects of re-doping on superconducting properties and formation of Hg-1223 superconductor. **Physica C**, v. 328, p. 257-269, Dec. 1999.
- [23] ALTSHULER, E. et al. Generation of J_c (He) hysteresis curves for granular $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ superconductors. **Cryogenics C**, v.33, P.313. 1993.
- [24] FLORES, L. E. et al. Magnetic hysteresis of the zero-resistance critical temperature in YBaCuO ceramic superconductors. **Physica C**, v.234, p. 368-372, Dec.1994.
- [25] BATISTA-LEYVA, A. et al. the resistive transition of $(\text{Hg}_{0.85}\text{Re}_{0.15})(\text{Ba}_{1-y}\text{Sr}_y)_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ superconducting polycrystals. **Physica C**, v.383, P.365-373, April.2002.
- [26] FUJINAMI, K. et al. Effect of overdoping on the irreversibility field and critical current density of the $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ superconductors. **Phys.Rev.B**, v. 56, p. 14790-14796, Dec. 1997.
- [27] LONDON, F.; LONDON, H. The electromagnetic equations of the superconductor. **Proc.Roy.Soc.**, v. A 141, p. 71-88, Mar. 1935.
- [28] GORTER, C. J.; CASIMIR, H. B. G. On supraconductivity I. *Physica*, v. 1, p. 306-320, 1934. **Phys.Z.** v. 35, p. 963-936, 1934

- [29] J. B. Ketterson e S. N. Song, **Superconductivity**, Cambridge University Press, Cambridge, 1999, Cambridge University Press, Cambridge, 1999.
- [30] GUINZBURG, S. L.; LANDAU, L. On the Theory of Superconductivity **Zh. Eksp. Teor. Fiz.**, v. 20, p. 1064-1082, Jan. 1950.
- [31] Tinkham M.; **Introduction to Superconductivity**, McGraw-Hill, New York 1975.
- [32] Matsushita; T. **Flux pinning in superconductors**. Springer 2000.
- [33] A.A.ABRIKOSOV: Zh. Eksp. Teor. Fiz.32,1442 (1957) [English transl.: **Sov.Phys.JETP**5, 1174 (1957).
- [34] D.Saint-James and P. G. de Gennes: **Phys.Lett.** 7 (1963) 306.
- [35] COOPER, L. N. Bound electron pairs in a degenerate fermi gas. **Phys.Rev.**, v. 104, p. 1189-1190, Nov. 1956.
- [36] JOSEPHSON, B. D. Possible new effects in superconductive tunneling. **PhysicsLetters.**, v. 1, p. 251, 1962.
- [37] AMBEGAOKAR, V.; BARTOFF A. Tunneling between superconductors. **Phys.Rev.Lett.**, v. 10, p. 486-489, June 1963.
- [38] MATSUSHITA, T.et.al. weak link property in superconducting Y-Ba-CU-O prepared by QMG process.**IEEE Transactions appl. Supercond** v.3,p 1045-1048, mar 1993
- [39] F. M.Araujo Moreira.et.al.Introduction to artificial superconducting systems: Josephson junction arrays, **Rev. Bras. Ensino Fís.** vol.24 no. 4 São Paulo 2002
- [40] BARONE, A.; PATERNO, G. **Physics and applications of the Josephson Effect**.New York: 1982.
- [41] CLEM, J.R.Granular and superconducting glass properties of the high temperature superconductors. **Physica C** ,v.153,p.51-55,June.1988.

- [42] Qing-Hu Chen et al. Dynamics of vortex glass phase in strongly type-II superconductors, **PHYSICAL REVIEW B**, September 2008.
- [43] KOPNIN, N. **Vortices in type-II superconductors: structure and dynamics** L.D. Landau Institute for Theoretical Physics Moscow, Russia, 1995
- [44] BLATTER, G. et al. Vortices in High-Temperature superconductors. **Rev. Mod. Phys.** v 66, p 1125-1388, 1994
- [45] KOPNIN, N. The flux-flow Hall effect in type-II superconductors. **Journ. Low Temp. Phys.** v 90, 1, 1993.
- [46] ANDERSON, P.W.; KIM, Y.B. Hard superconductivity theory of the motion of Abrikosov flux lines. **Reviews of modern physics** v 36, n 1, p 39 - 43, Jan 1964.
- [47] YETTER, W.E. et al. Grain boundary flux pinning by the electron scattering mechanism. **Phil mag B**, V 46, 523-537.
- [48] MATSUSHITA, T. et al. Enhancement of the superconducting critical current from saturation in NbTi wire. **J APL PHYS**, V.63, 5048-5059, 1988.
- [49] SEIDLER, G.T. et al. Scaling of the irreversibility line with superconducting transition temperature in oxygen deficient $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.
- [50] JIN, S. et al. Critical currents and magnetization in c-axis textured Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors, **Applied Physics Letters**, Woodbury, v.58, n.8 v.58, p 868 - 870, Feb 1991.
- [51] YESHURUN, Y.; MALOZEMOFF, A.P. Giant flux creep in an Y-Ba-Cu-O crystal: an alternative to superconducting - glass model **Physical Review Letters** v.60 n.21 p.2202-2204, May 1988.
- [52] SCHAF, J. Anisotropic Magnetic Irreversibility in Single Crystals and Oriented Grain Systems of $Bi_2Sr_2Ca_lCu_2O_y$ and $YBa_2Cu_3O_{7-d}$. **Physica C**. P.235-240. 1994.

- [53] HOUGHTON, A.et.al.Exact mean-field solution of the two-particle resonance model of high-Tc superconductivity.Physical **Review B**, v.38, p.7037-7040. 1988.
- [54] HUANG ,J.Z.et.al.Irreversibility line of the $\text{HgBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6+\delta}$ high-temperature superconductors **PHYSICAL REVIEW B** , v.49 ,n.6 , Feb 1994.
- [55] SAXENA , A.K. **High-Temperature Superconductors**, Springer , Rewa, India ,2009.
- [56] KLAMUT ,J.**New Developments in High Temperature Superconductivity** ,Springer , AUG.1998.
- [57] A.J BATISTA-LEYVA.et.al.Transport properties of YBCO , HBCCO , TBCCO and BSCCO Superconducting Polycrystals , **Physica C** , P.585-586 . 2004.
- [58] GONZALES , J.L . Pressure and magnetic field effects on the transport critical current in $\text{Hg}_{0.82}\text{Re}_{0.18}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+d}$ ceramic superconductor. *Physica C* , .p.756-758 . 2004.
- [59] MULLER,H.K;MATHEWS,D.N. A model for the hysteretic critical current density in polycrystalline high-temperature superconductors.**PhysicaC**.v. 206 p.275-284.DECEMBER.1992.
- [60] MUNÉ,P.et.al.Hysteresis in the J_c (B) dependence of (Bi-Pb) Sr-Ca-Cu-O polycrystalline superconductors.**Physica C** 226 . P. 12-16.MARCH 1994.
- [61] A. SIN et al. , *Supercond.Sci.Technol.* 12 (1999) 120 – 127.
- [62] ORLANDO, M. T. D .Caracterização física e estudo das propriedades elétricas , magnéticas e térmicas do supercondutor de alto Tc $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

Referências