

Universidade Federal de São Carlos

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia

Programa de Pós-Graduação em Física

# INTERAÇÃO DA MATÉRIA DE VÓRTICES COM ESTRUTURAS DE DEFEITOS EM FILMES DE Nb

Juliana Sens Nunes Kapp

Orientador: Prof. Dr. Wilson Aires Ortiz

Tese de doutorado submetida à Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de São Carlos como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências.

São Carlos

Março de 2009

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da  
Biblioteca Comunitária/UFSCar**

K17im

Kapp, Juliana Sens Nunes.

Interação da matéria de vórtices com estruturas de defeitos em filmes de Nb / Juliana Sens Nunes Kapp. -- São Carlos : UFSCar, 2009.

121 f.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2009.

1. Supercondutividade. 2. Transição de fase. 3. Diagrama de fases. 4. Defeitos colunares. 5. Dinâmica de vórtices. I. Título.

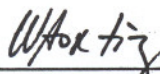
CDD: 537.623 (20<sup>a</sup>)

**Juliana Sens Nunes Kapp**

Tese de Doutorado submetida à  
Coordenação do Programa de Pós-  
Graduação em Física, da Universidade  
Federal de São Carlos, como requisito  
parcial para a obtenção do título de  
Doutor em Ciências.

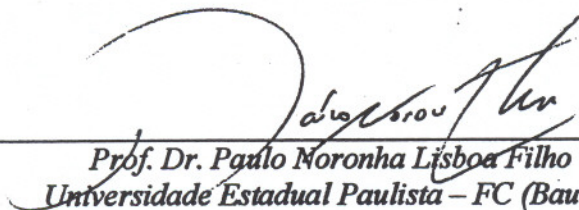
Aprovada em 30 de Março de 2009.

**BANCA EXAMINADORA**



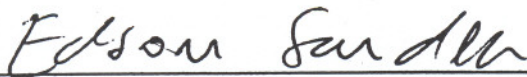
---

Prof. Dr. Wilson Aires Ortiz  
Universidade Federal de São Carlos - DF



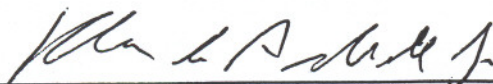
---

Prof. Dr. Paulo Moronha Lisboa Filho  
Universidade Estadual Paulista - FC (Bauru)



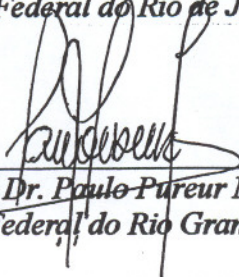
---

Prof. Dr. Edson Sardella  
Universidade Estadual Paulista - FC (Bauru)



---

Prof. Dr. Rubens de Andrade Junior  
Universidade Federal do Rio de Janeiro - DEE



---

Prof. Dr. Paulo Pureur Neto  
Universidade Federal do Rio Grande do Sul - IF

# Agradecimentos

Ao professor Dr. Wilson Aires Ortiz, pela orientação nesta tese e, muitas vezes, na vida. Com certeza seu estilo de liderança no GSM e amabilidade nos relacionamentos serão sempre exemplos que vou procurar seguir. Você e a Lúcia estarão sempre em nossas orações.

A todos os amigos “Magnéticos”, em especial ao Fernando, meu colega de sala. E também aos amigos “Superconduteiros”, pelos anos de convivência: Aninha (minha querida amiga e companheira de viagens), Zad (meu sócio nas amostras), Coluto (colega de sala enquanto escrevo esta tese, sempre prestativo), Césinha (fornecedor oficial de bolachas de natal, amendoim, refrigerante caseiro, frangos gigantes, etc), Alonso (sempre com um truque na manga) e Aline (a caçula).

Aos técnicos da criogenia, “Os Varde”: Claudinho, Ortega, Rafael e Bruno.

À Terezinha, pela prestatividade e competência.

À CAPES e PPG-Fis, pela bolsa de doutorado.

À minha família espiritual aqui em São Carlos, queridos irmãos na fé, pelo carinho, pelas orações, clamores e jejuns. Em especial, agradeço à Pastora Tânia e Pastor Lael: sem vocês não teria conseguido! Obrigada por tudo, amo vocês.

Ao meu pai e minha mãe, que amo muito. Vocês me colocaram “nessa vida” bem cedo: nasci no mestrado e na pré-escola já estava “fazendo” doutorado; vocês compravam para nós “Ciência Hoje das Crianças” e a “Coleção Descobrir”. Começou com uma *schule tute* e hoje é esta tese! Vocês fazem parte disso, obrigada por tudo.

À Dani, minha grande amiga para sempre, te amo.

Obrigada também a todos da família Kapp, sempre enviando aos céus orações em nosso favor, enchendo nossas caixas de e-mail de carinho, e dando um jeitinho de nos mandar pão caseiro, macarrão, feijoada (!!!) e muito amor.

Ao Mario, meu amigo, meu querido esposo, meu companheiro nesta aventura acadêmica e para toda a vida. Você é uma prova do amor de Deus por mim!

Ao amor maior e dono da minha vida: Jesus Cristo. Toda honra, todo louvor e toda glória sejam dadas a Ele, meu melhor amigo. Obrigada por usar este doutorado para me fazer crescer profissionalmente, mas principalmente como pessoa. Diplomas e títulos por si só não são nada para Ti, Senhor, pois enxergas o coração. Ah, Rei dos reis, Orientador dos orientadores, conhecedor de toda ciência e sabedoria, criador de todas as coisas, Todo-Poderoso! Antes da pós-graduação eu te conhecia de ouvir falar, mas agora meus olhos te contemplam, eu sei que meu Redentor vive! Sei que eu posso entrar na Tua intimidade e apenas Te chamar de... Papai!

*“Mas, a todos quantos o receberam, deu-lhes o poder de serem feitos filhos de Deus, aos que crêem no seu nome; os quais não nasceram do sangue, nem da vontade da carne, nem da vontade do homem, mas de Deus. E o Verbo se fez carne, e habitou entre nós, e vimos a sua glória, como a glória do unigênito do Pai, cheio de graça e de verdade.”*

*(João 1:12-14)*

# Resumo

Neste trabalho estudamos a dinâmica da *Matéria de Vórtices* em filmes de *Nb* supercondutor, com diferentes arranjos de defeitos colunares. Para isso estudamos a linha de transição de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$ , através da qual ocorre a fusão da rede de vórtices. A fronteira  $H_{OD}(T)$  foi obtida através da componente imaginária  $\chi''$  da suscetibilidade, em medidas  $\chi \times T$ , cuja temperatura de pico  $T_p(H)$  está associada a um máximo na dissipação de energia, devido ao movimento viscoso dos vórtices, que sinaliza o início de um regime não-linear. Para este estudo modificamos a eficiência da força de *pinning*, em amostras de *Nb*, de três formas diferentes: variando a técnica empregada na fabricação dos defeitos, usando valores elevados de campo de excitação AC e alterando o ângulo entre os defeitos colunares na amostra e o campo magnético aplicado. Conforme a eficiência do ancoramento dos defeitos diminui, dois regimes na curva de fusão tornam-se detectáveis, distinguíveis pelo aparecimento de um *kink* em uma temperatura  $T_k$  característica. Em temperaturas abaixo de  $T_k$  o *pinning* é significativamente mais eficiente, e a linha  $H_{OD}(T)$  pode ser ajustada por uma lei de potência; e a temperaturas mais altas o *depinning* é favorecido pela agitação térmica, e a fusão ajusta-se ao modelo para a transição

*Bose-glass* para sistemas com defeitos colunares. Neste trabalho também estudamos os dois regimes à luz desses modelos teóricos, previamente disponíveis na literatura. Para isto nós construímos o diagrama  $H \times T$  e situamos nele a linha de irreversibilidade  $H_{irr}$ , o campo crítico superior  $H_{C2}$ , e a linha de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$ , estudando a dependência da transição sólido-líquido com o campo de excitação, com a frequência e com o ângulo do campo magnético aplicado. Comparamos as forças de *pinning* atuantes nas diferentes amostras e aplicamos a abordagem de *scaling* universal aos nossos dados experimentais, comprovando a adequação do modelo aos nossos resultados.



# Abstract

In this work we have studied the *Vortex Matter* dynamics in *Nb* superconducting films with different arrays of columnar defects. For that we studied the order-disorder line  $H_{OD}(T)$ , where the melting of the vortex lattice occurs. The  $H_{OD}(T)$  frontier was determined through the imaginary component  $\chi''$  of the susceptibility in  $\chi \times T$  measurements, whose peak temperature  $T_p(H)$  is associated with a maximum in energy dissipation, due to the viscous movement of vortices, which signals the beginning of a non-linear regime. For this study we modified the pinning force efficiency in *Nb* samples using three different approaches: varying the technique employed to fabricate the defects, using large-value excitation fields and modifying the angle between the columnar defects in the sample and the applied magnetic field. As the pinning efficiency decreases, two regimes in the melting line become detectable, distinguished from each other by the appearance of a kink in a characteristic temperature  $T_k$ . For temperatures lower than  $T_k$ , pinning is significantly more efficient, and the  $H_{OD}(T)$  line can be adjusted with a power-law; at higher temperatures, depinning is favored by thermal excitation, and the transition line is adjusted by a *Bose-glass* model for columnar defect systems. In this work we also studied both regimes with these theoretical models, previously available in the literature. For this we built the  $H \times T$  diagram with the irreversibility line  $H_{irr}$ , upper critical field  $H_{C2}$ , and

the order-disorder line  $H_{OD}(T)$ , studying the dependence of the solid-liquid transition with the excitation field, frequency and angle of the applied magnetic field. We compared the pinning forces acting on different samples and applied a universal scaling approach to our experimental data points, proving the adequacy of the model to our results.

# Sumário

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	14
<b>1 SUPERCONDUTIVIDADE DO TIPO II</b> .....	20
1.1 Estados Meissner e Misto.....	20
1.2 Tipos de Vórtice.....	30
1.3 Interação entre Vórtices.....	33
1.4 Flux Flow, Pinning e Creep.....	34
1.5 Modelo de Estado Crítico.....	38
1.6 Vortex Shaking.....	40
1.7 A Dinâmica da Matéria de Vórtices.....	46
1.8 O Kink na Transição Bose-glass.....	53
<b>2 MÉTODOS, MEDIDAS E AMOSTRAS ESTUDADAS</b> .....	58
2.1 Medidas Magnéticas.....	58
2.1.1 Medidas de Magnetização.....	62
2.1.2 Medidas de Suscetibilidade.....	63
2.2 Microscopia.....	65
2.3 Amostras Estudadas.....	66

2.3.1 Filme de Nb Pristino.....	66
2.3.2 Filme de Nb Indentado “Through Holes”.....	67
2.3.3 Filme de Nb Indentado “Blind Holes”.....	68
2.3.4 Filme de Nb “Focused Ion Beam”.....	70
<b>3 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>72</b>
3.1 Construção do Diagrama de Fases Magnéticas.....	72
3.2 A Linha de Transição de Ordem-Desordem.....	78
3.2.1 O Kink na Transição.....	78
3.2.2 Dependência com o Campo de Excitação.....	82
3.2.3 Dependência com a Frequência.....	85
3.2.3 Dependência com o Ângulo do Campo Magnético Aplicado.....	86
3.3 A Força de Pinning.....	91
3.3.1 Dependência com o Ângulo do Campo Magnético Aplicado.....	91
3.3.2 Dependência com a Temperatura.....	94
3.3.3 Comparando as Amostras Estudadas.....	97
3.4 O Scaling Universal.....	101
<b>4 CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS.....</b>	<b>108</b>
<b>Referências Bibliográficas.....</b>	<b>114</b>

# INTRODUÇÃO

Desde a descoberta da supercondutividade, em 1911, na Holanda, este instigante fenômeno físico tem atraído a atenção de pesquisadores teóricos e experimentais, em busca de uma melhor compreensão dos mecanismos que regem sua ocorrência. Ao todo, foram atribuídos cinco prêmios *Nobel* a cientistas que se dedicaram ao estudo da supercondutividade desde então:

- 1913: *H. K. Onnes*, pela pesquisa em propriedades da matéria em baixas temperaturas, incluindo a liquefação do hélio e a descoberta do fenômeno da Supercondutividade<sup>1</sup>;

- 1972: *J. Bardeen, L. Cooper e R. Schrieffer*, pelo desenvolvimeno da teoria microscópica da supercondutividade, conhecida como teoria *BCS*<sup>2</sup>;

- 1973: *B. D. Josephson e I. Giaver*, pelo estudo do tunelamento de elétrons em supercondutores<sup>3</sup>;

- 1987: *K. A. Müller e J. G. Bednorz*, pela descoberta da supercondutividade de alta temperatura crítica em um composto cerâmico<sup>4</sup>;

- 2003: *V. Ginzburg e A. A. Abrikosov*, pelo desenvolvimento da teoria fenomenológica da supercondutividade e da teoria dos supercondutores do tipo II, respectivamente<sup>5</sup>;

Em 1911, quando estudava a resistividade elétrica do mercúrio, *Onnes* observou que próximo de 4 K a resistividade do *Hg* caía repentinamente a zero e identificou este fenômeno como sendo uma transição de fase de um estado com resistência normal para outro com resistência nula. Este estado foi denominado *estado supercondutor* e a temperatura de ocorrência da transição foi denominada temperatura crítica  $T_c$ . Em 1933, *Meissner e Ochsenfeld* descreveram mais uma importante propriedade dos materiais supercondutores, que no estado supercondutor (ou *Meissner*) se comportam como “diamagnetos perfeitos” e excluem o campo magnético do seu interior.

As primeiras teorias que surgiram para explicar a supercondutividade foram macroscópicas, isto é, fenomenológicas. Entre as mais bem sucedidas, surgiu em 1935, a *Teoria de London*, elaborada pelos irmãos *F. London* e *H. London*, descrevendo com sucesso o efeito *Meissner*, entre outras propriedades dos supercondutores. Em 1950 esta teoria foi ampliada e refinada por *Ginzburg e Landau*, inspirados pelo desenvolvimento da *Teoria de Landau* para transições de fase de segunda ordem. Apenas em 1957 *Bardeen, Cooper e Schrieffer* formularam a mais conhecida teoria microscópica da supercondutividade, citada usualmente como teoria *BCS*. A teoria *BCS* permite a descrição quantitativa do fenômeno das

supercondutividade, descrevendo os portadores de carga nos supercondutores como pares de *Cooper*, que são bósons de spin nulo formados por elétrons sujeitos a uma interação atrativa mediada pela rede cristalina (interação elétron-fônon). Em 1959, *Gorkov* demonstrou que é possível obter as equações de *Ginzburg-Landau* a partir da teoria *BCS*, o que deu grande credibilidade à teoria fenomenológica.

Em 1957, no mesmo ano da teoria *BCS*, *A. A. Abrikosov* publicou um trabalho teórico no qual propôs que certos supercondutores poderiam admitir a penetração do campo magnético em seu interior. Para *Abrikosov* seria energeticamente favorável que o campo magnético penetrasse como linhas de fluxo quantizado que se organizassem em um arranjo ordenado. Resultados então revelaram que, para um conjunto de materiais supercondutores havia penetração parcial o campo, embora a resistividade permanecesse nula. Nesse estado misto, proposto por *Abrikosov*, há a coexistência de regiões supercondutoras e normais em uma mesma amostra, e é energeticamente favorável que o material seja parcialmente penetrado por linhas de campo magnético quantizadas, cada uma com  $\Phi_o = 2.07 \times 10^{-15} T.m^2$  (no SI). Uma linha de fluxo magnético (ou fluxóide) é rodeada por correntes supercondutoras, e esta estrutura é conhecida como *vórtice*. Classifica-se como tipo I os supercondutores que exibem apenas o estado *Meissner*, e tipo II aqueles que, além deste, também exibem o estado misto. A figura de mérito que permite identificar o tipo do supercondutor é o parâmetro de *Ginzburg-Landau*,  $\kappa$ .

*A. A. Abrikosov* teve que esperar dez anos pelo avanço das técnicas de microscopia para ver a confirmação de previsões teóricas sobre a quantização do fluxo magnético e seu arranjo ordenado em um material supercondutor no estado

misto. Quatro décadas depois de sua proposta pioneira, foi laureado com o prêmio *Nobel*, em 2003. No estado misto de um supercondutor tipo do II, as linhas de fluxo magnético quantizado penetradas no material formam estruturas cujas propriedades elásticas, térmicas, elétricas e magnéticas assemelham-se às da matéria condensada, justificando-se assim o termo *Matéria de Vórtices* para denominar o objeto de investigação que caracteriza esse estado. O estudo dessas estruturas, de sua dinâmica própria e das propriedades termodinâmicas que apresentam, é muito atual, estando na essência do trabalho de *A. Abrikosov*.

Até então acreditava-se que a supercondutividade ocorria apenas em metais e ligas metálicas, para os quais as teorias existentes funcionam muito bem. Porém em 1986, *Müller e Bednorz* anunciaram a ocorrência do fenômeno supercondutor em um composto complexo, contendo lantânio, bário, cobre e oxigênio, cuja temperatura crítica estava em torno de 30 K, a maior registrada até então. A partir daí foi descoberta uma série de compostos cerâmicos supercondutores, o que permitiu, inclusive, romper a barreira tecnológica do nitrogênio líquido, e continua a impulsionar as pesquisas até hoje.

Uma limitação importante ao emprego de supercondutores decorre de sua capacidade de transportar correntes no estado misto. Para a produção de dispositivos supercondutores, é interessante que a densidade de corrente crítica  $J_C$  suportada pelo material seja da ordem de  $10^4$  a  $10^6$  A/cm<sup>2</sup>, especialmente em presença de campos magnéticos intensos<sup>6</sup>. Sabe-se que  $J_C$  não é uma propriedade intrínseca do supercondutor, mas é fortemente dependente de sua microestrutura e da presença de defeitos. Por sua vez, o movimento das linhas de fluxo magnético na presença de correntes de transporte é viscoso, e a conseqüente dissipação de energia tende a



destruir localmente a supercondutividade, o que pode causar uma rápida passagem de regiões macroscópicas ao estado normal. A maneira mais eficiente de evitar essa passagem catastrófica ao estado resistivo é prevenir a movimentação viscosa dos vórtices, mantendo-os ancorados em poços de potencial, conhecidos como centros de *pinning*. O estudo dos efeitos da interação entre a *Matéria de Vórtices* e centros de aprisionamento existentes em uma amostra é tema largamente desenvolvido, tendo revelado, ao longo da história da supercondutividade aplicada, rotas sistemáticas que têm possibilitado aumentos substanciais na corrente crítica de determinados materiais. Esse conhecimento, majoritariamente obtido de modo empírico, também é acompanhado do desenvolvimento de modelos teóricos que pretendem associar diferentes tipos de centros de ancoramento de vórtices com comportamentos diversos da dinâmica da *Matéria de Vórtices*.

De um modo geral, centros de aprisionamento constituem-se em defeitos no material – tipicamente estruturais ou estequiométricos – que podem ser naturais ou inseridos artificialmente. A melhora nas propriedades do estado misto de um material dotado de centros de aprisionamento depende de um balanço delicado, que envolve os ganhos pelo ancoramento dos vórtices - que deixam de circular pela matriz supercondutora - mas também os danos causados às propriedades da própria matriz pelas alterações estruturais e/ou estequiométricas associadas à inserção dos defeitos. Um exemplo de centros de *pinning* artificiais como arranjos eficazes de aprisionamento em materiais supercondutores é o rastro de defeitos colunares decorrentes da exposição de um amostra ao fluxo de nêutrons, de íons pesados ou mesmo de elétrons. Algumas pesquisas recentes incluem a irradiação por feixes de

partículas, e até mesmo a fragmentação de isótopos radiativos previamente implantados na amostra<sup>7-11</sup>.

O estudo desenvolvido nesta tese de doutorado possibilitou a determinação da linha de máxima dissipação da *Matéria de Vórtices* em filmes de *Nb* com diferentes redes de defeitos colunares, algumas produzidas através de indentações e outras pela ação de feixes de íons (*Focused Ion Beam* - FIB). O trabalho de *Banerjee* e colaboradores<sup>12</sup>, com amostras de *BSCCO*, produzidos por bombardeamento por íons pesados, inspirou o estudo desta tese. Embora conduzidas em materiais diferentes, os resultados similares entre os dois trabalhos, para as linhas de transição sólido-líquido destes estudos, tanto para nossos filmes de *Nb* quanto para aquele material cerâmico com defeitos colunares, puderam ser estudados à luz dos mesmos modelos teóricos.

De fato, a presença de uma estrutura de defeitos influencia a dinâmica da *Matéria de Vórtices*, bem como sua capacidade de auto-organização em uma *Rede de Abrikosov*. Como o movimento dos vórtices é viscoso, a linha de máxima dissipação está associada a uma transição de ordem-desordem da fusão sólido-líquido da rede. Espera-se que a influência dos defeitos sobre a fusão da rede diminua com o aumento de temperatura, de forma que haja dois regimes: um governado pelos centros de ancoramento, a temperaturas mais baixas, e outro influenciado pela agitação térmica, a temperaturas mais altas. No entanto, a “transição” entre estes dois regimes pode não ser perceptível quando os centros de *pinning* são muito eficientes, como no caso de nossas amostras, ao contrário do trabalho de *Banerjee* e colaboradores. Para promover um experimento em que estes dois regimes sejam distinguíveis é preciso “enfraquecer” os defeitos, e nesse trabalho fizemos isso de duas maneiras diferentes:

usando um campo de excitação AC, que ajuda a promover o *depinning*, e variando o ângulo entre o campo aplicado e a normal ao plano do filme (isto é, o “eixo” dos defeitos). Isto é suficiente para promover o aparecimento de um *kink* na linha de transição de ordem-desordem, em uma temperatura  $T_k$  característica. Em temperaturas abaixo de  $T_k$  o regime de *pinning* eficiente é dominante, e a temperaturas mais altas o *depinning* é favorecido pela agitação térmica. Com este procedimento os dois regimes tornam-se detectáveis, e uma vez distinguidos podem ser estudados à luz dos modelos teóricos disponíveis na literatura.

No Capítulo 1 desta tese fazemos uma revisão sobre os tópicos centrais em supercondutividade do tipo II, incluindo conceitos e modelos relevantes para este trabalho, contextualizando o tema.

O Capítulo 2 apresenta os métodos e medidas utilizados para caracterizar as amostras, descrevendo brevemente cada técnica. As qualidades microestruturais do material, bem como os possíveis defeitos artificialmente inseridos nele, como já mencionamos anteriormente, são de extrema importância no estudo da dinâmica da *Matéria de Vórtices*. Portanto, neste mesmo capítulo, também descrevemos em detalhes as amostras utilizadas neste estudo.

No Capítulo 3 apresentamos e discutimos os resultados obtidos, comparando com resultados e modelos já existentes na literatura. Construimos o diagrama  $H \times T$  e situamos nele a linha de irreversibilidade, o campo crítico superior, e a linha de ordem-desordem, onde ocorre a máxima dissipação de energia devida ao movimento viscoso da *Matéria de Vórtices*. Discorremos sobre a dependência desta com o campo de excitação, com a frequência e com o ângulo do campo magnético aplicado.

Também desenvolvemos um estudo comparativo das forças de *pinning* atuantes nas diferentes amostras. Aplicamos, ainda, o *scaling* universal teórico aos nossos dados experimentais, comprovando a adequação do modelo aos nossos resultados.

As conclusões e considerações finais acerca das pesquisas realizadas e descritas nesta tese de doutorado estão no Capítulo 4.

Os resultados mais importantes referentes aos dados obtidos durante a realização deste trabalho de doutoramento são os seguintes:

- Third Prize in the Poster Competition in Vortex V - Fifth Conference on Vortex Matter in Nanostructured Superconductors, European Science Foundation and Japan Society for the Promotion of Science. Poster title: *Vortex matter in the presence of an array of pinning centers of variable strength*. Authors: J. S. Nunes, R. Zadorosny, A. A. M. Oliveira, C. M. Lepienski, E. Patiño, M. G. Blamire, W. A. Ortiz Athens, September 8-14, 2007.

- J. S. Nunes, R. Zadorosny, A. A. M. Oliveira, C. M. Lepienski, E. Patiño, M. G. Blamire, W. A. Ortiz, *JMMM*, 320 (2008) 516.

- J. S. Nunes, R. Zadorosny, A. A. M. Oliveira, C. M. Lepienski, E. Patiño, M. G. Blamire, W. A. Ortiz, *Physica C*, 468 (2008) 820.

- J. S. Nunes-Kapp, R. Zadorosny, C. M. Lepienski, E. Patiño, A. Palau, M. G. Blamire, S.A. Moshkalev, A. R. Vaz, and W. A. Ortiz, *Order-disorder line and vortex matter dynamics in films of Nb with different columnar defects and variable pinning strength*, em preparação.

## Capítulo 1

# SUPERCONDUTIVIDADE DO TIPO II

## Conceitos e modelos

### 1.1 Estados Meissner e Misto

Em 1933 *W. Meissner* e *R. Ochsenfeld*<sup>13</sup> demonstraram experimentalmente que um supercondutor não é apenas um condutor perfeito. No estado supercondutor (ou estado *Meissner*), além da resistividade nula, o fluxo magnético deve ser nulo no interior da amostra, que se comporta como se fosse um diamagneto perfeito. Essa exclusão total de fluxo magnético no interior de um supercondutor é que ficou conhecida como efeito *Meissner*. A resposta dos materiais supercondutores à aplicação de um campo magnético nos leva a classificá-los em dois tipos: os supercondutores do tipo I e os supercondutores do tipo II. Os supercondutores do tipo I somente podem estar no estado normal ou no estado *Meissner*, no qual não há penetração de fluxo magnético dentro do material supercondutor, que blinda seu interior gerando

*supercondutores*. Existe um determinado valor de campo magnético crítico  $H_C$  acima do qual a supercondutividade é destruída, como vemos representado pela região verde nos gráficos da Figura 1.1. A maioria dos supercondutores metálicos (elementos puros e ligas) são do tipo I.

Os supercondutores do tipo II apresentam dois valores de campos magnéticos críticos. A exclusão total do fluxo magnético do interior da amostra, o estado *Meissner*, se dá até um campo  $H_{C1}$  acima do qual começa a haver penetração de linhas de fluxo magnético no interior da amostra, originando o chamado estado *misto*, como vemos representado pela área rosada da Figura 1.1. Nesta situação haverá, no interior da amostra, regiões supercondutoras e regiões normais. Esta situação persiste até um segundo campo crítico  $H_{C2}$ . Os valores dos campos magnéticos críticos dependem da temperatura. O módulo da magnetização  $M$  é máximo em  $H_{C1}$ , pois este é o valor máximo de campo magnético que a amostra suporta sem penetração de fluxo. A magnetização volta a ser nula em  $H_{C2}$ , acima do qual a amostra está no estado normal.

Os óxidos supercondutores são do tipo II.

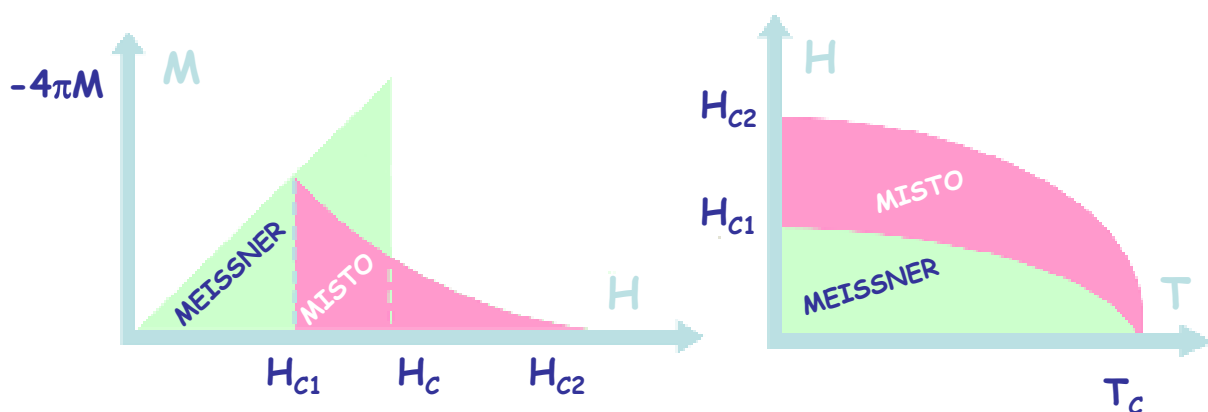


Figura 1.1: Na esquerda, magnetização em função do campo magnético aplicado; na direita, o diagrama de fases magnéticas  $H \times T$ . Supercondutores do tipo I apresentam apenas a região Meissner (apenas em verde) e do tipo II apresentam Meissner + Misto<sup>14</sup>.

Para tentar descrever o efeito *Meissner* e outros efeitos, os irmãos *F. London* e *H. London*<sup>15</sup> estudaram as propriedades magnéticas dos supercondutores e obtiveram uma maneira de incorporar essas propriedades numa descrição eletromagnética baseada nas *equações de Maxwell*, complementadas por algumas condições específicas válidas para supercondutores. Assim surgiu a descrição *London* para os supercondutores:

$$\nabla^2 \vec{B} = \frac{\mu_0 e^{*2} n_s}{m^*} \vec{B} \quad (1.1)$$

Define-se  $n_s$  como o número de portadores, com massa  $m^*$  e carga  $e^*$ , sendo

$\lambda_L = \sqrt{\frac{m^*}{\mu_0 e^{*2} n_s}}$  o comprimento de penetração de *London*. Assim, podemos reescrever

a equação 1.1 como:

$$\nabla^2 \vec{B} = \frac{1}{\lambda_L^2} \vec{B} \quad (1.2)$$

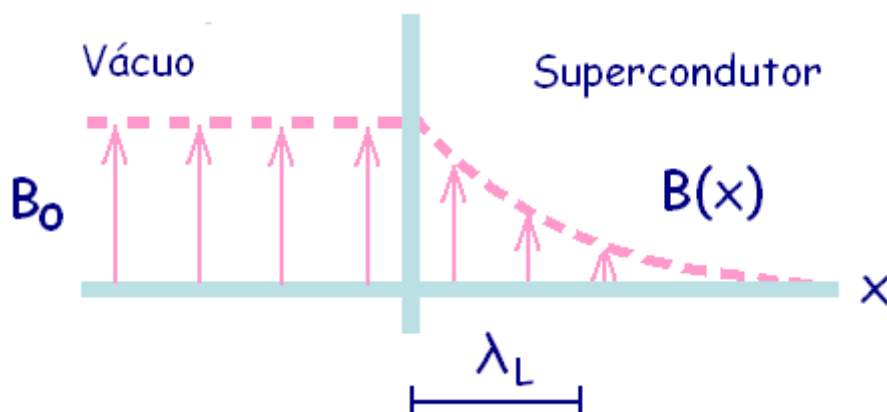
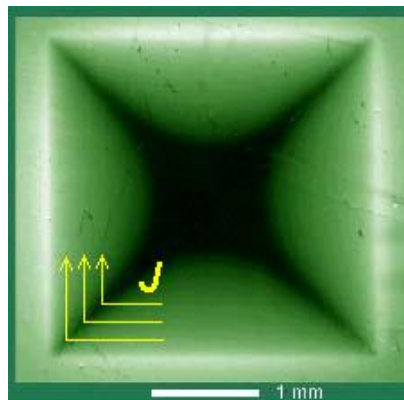


Figura 1.2: Penetração do campo magnético no interior de um supercondutor.<sup>14</sup>

Portanto, o campo magnético  $\vec{B}$  deve ser atenuado exponencialmente quando age sobre um supercondutor, e deve ser apreciável até uma distância  $\lambda_L$  medida a partir da superfície do supercondutor, como vemos na Figura 1.2. Dentro do volume do supercondutor o campo é nulo, como requer o efeito *Meissner*. Assim a restrição de *London* reproduz o principal fenômeno associado à supercondutividade, ou seja, o diamagnetismo perfeito. Uma outra forma escrever a equação 1.1 está descrita na expressão abaixo, em termos da densidade de corrente crítica:

$$\nabla^2 \vec{J}_c = \frac{1}{\lambda_L^2} \vec{J}_c \quad (1.3)$$

Esta é, portanto, a densidade de corrente que circula pela amostra até uma profundidade  $\lambda_L$ , como vemos na Figura 1.3, e decresce exponencialmente da superfície para o interior do supercondutor.



*Figura 1.3: Densidade de corrente  $J$  (representada pelas setas) circulando em um filme supercondutor quadrado penetrado por campo magnético perpendicular (quanto mais clara a imagem, maior a densidade de campo; imagem de microscopia obtida por técnica de magneto-ótica).<sup>16</sup>*



Uma descrição fenomenológica macroscópica da supercondutividade foi introduzida por *Vitaly Ginzburg* e *Lev Landau*, em 1950, e ficou conhecida como teoria *Ginzburg-Landau*<sup>17</sup>. A teoria *Ginzburg-Landau* foi desenvolvida, portanto, antes da teoria microscópica, conhecida como *teoria BCS*<sup>18,19</sup>. Em 1959, *L. Gorkov*<sup>20</sup> demonstrou que, em certas condições e limites apropriados, as equações de *Ginzburg-Landau* podem ser obtidas a partir da teoria microscópica, o que confirmou o grande valor preditivo do trabalho de *Vitaly Ginzburg* e *Lev Landau*.

O aspecto central da teoria de *Ginzburg-Landau* é a noção de parâmetro de ordem supercondutor. Este conceito tem origem na proposta de *London*, que consiste em caracterizar o estado supercondutor como um estado quântico macroscópico, no qual a densidade de partículas  $n_s$  está associada ao comprimento de penetração

$\lambda_L = \sqrt{\frac{m^*}{\mu_0 e^{*2} n_s}}$ . *Ginzburg* e *Landau* generalizaram esta noção introduzindo um

parâmetro de ordem complexo  $\psi(\vec{r})$ , tal que  $|\psi(\vec{r})|^2$  representa a densidade local de superpartículas  $n_s$ , ou seja:

$$|\psi(\vec{r})|^2 = n_s(\vec{r}) \quad (1.4)$$

As variações de  $\psi(\vec{r})$  são determinadas pela minimização da energia livre de *Helmholtz*, cuja expressão é a “versão supercondutora” da expansão de série de potências do parâmetro de ordem da teoria de *Landau* para as transições de fase de segunda ordem. Empregando a notação usual, na ausência de campos magnéticos aplicados, a densidade de energia livre de *Ginzburg-Landau* é escrita como:

$$f_s(|\psi|, T) = f_N(T) + \alpha(T)|\psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\psi|^4 + \gamma|\nabla\psi|^2, \quad (1.5)$$

onde  $f_N(T)$  refere-se ao estado normal e  $\alpha, \beta, \gamma$  são parâmetros fenomenológicos.

Assim, a forma completa da 1ª equação de *Ginzburg-Landau* é obtida pela minimização da energia livre de *Helmholtz*, considerando a condição de equilíbrio

$$\frac{\partial F_S}{\partial \psi^*} = \frac{\partial}{\partial \psi^*} \int f_S d^3 r = 0, \text{ e pode obter-se:}$$

$$\frac{1}{2m^*} \left( \frac{\hbar}{i} \nabla - e^* \vec{A} \right)^2 \psi + \beta |\psi|^2 \psi = -\alpha \psi \quad (1.6)$$

Para obtermos a 2ª equação de *Ginzburg-Landau* devemos minimizar a energia livre de *Helmholtz* em relação ao campo (representado pelo vetor potencial  $\vec{A}$ ), que dá:

$$\vec{J}_C = \nabla \times \vec{H} = \frac{e^* \psi^*}{2m^*} \left( \frac{\hbar}{i} \nabla - e^* \vec{A} \right) \psi + c.c \quad (1.7)$$

ou

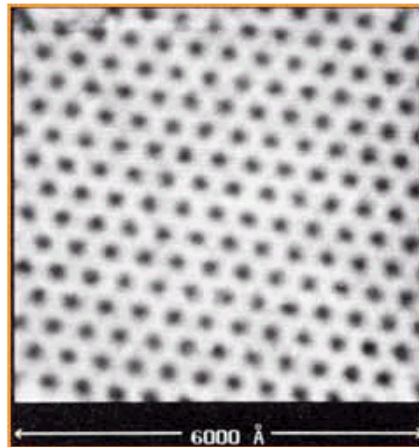
$$\vec{J}_C = \frac{e^* \psi^*}{2m^* i} (\psi^* \nabla \psi - \psi \nabla \psi^*) - \frac{e^{*2}}{m} \psi^* \psi \vec{A} \quad (1.8)$$

As expressões 1.7 e 1.8 formam um par de equações acopladas que devem ser resolvidas simultaneamente. Uma aplicação interessante da teoria de *Ginzburg-Landau* é a que, assim como a teoria de *London* e a teoria *BCS*, também nos permite deduzir que o fluxo magnético é quantizado e obter a definição de um quantum de fluxo magnético  $\Phi_0$  (onde  $\hbar$  é a constante de *Planck*).

$$\Phi_0 = \frac{\hbar}{2e} 2\pi = \frac{h}{2e} \quad (1.9)$$

Este resultado pode ser obtido, por exemplo, usando a segunda equação de *Ginzburg-Landau* para o cálculo do fluxo magnético em um anel ou cilindro supercondutor. Cada vórtice penetrado num supercondutor no estado misto contém apenas um quantum de fluxo (também chamado "fluxóide" ou linha de fluxo magnético), e esta informação é muito relevante no estudo da supercondutividade e em aplicações tecnológicas dos supercondutores.

Podemos ver a rede de vórtices formada pelo fluxo magnético penetrado num supercondutor  $NbSe_2$  na Figura 1.4, também esquematizada na Figura 1.5.



*Figura 1.4: Microscopia de tunelamento da rede hexagonal formada por linhas de fluxo magnético quantizado ( $H = 1$  T, penetrado no material  $NbSe_2$ , com  $T = 1.8$  K).<sup>16</sup>*

Uma aproximação útil para descrever um grande número de problemas em supercondutividade do tipo II é a chamada linearização das equações de *Ginzburg-Landau*. Esta aproximação consiste em desprezar o termo  $\beta|\psi|^2\psi$  na 1ª equação de *Ginzburg-Landau*, justificada se  $|\psi|^2 \ll \psi_o^2 = -\alpha/\beta$ . Assim, de fato, a teoria

linearizada será aplicável em situações nas quais o campo magnético reduzir  $\psi$  a valores bem menores que  $\psi_o$ . Deste procedimento é possível obter, em unidades SI, o valor do campo crítico superior em função dos comprimentos característicos de penetração  $\lambda_L$  e de coerência  $\xi$  (vistos na figura 1.5), sendo este último associado à posição dos elétrons supercondutores e, portanto, ao raio do vórtice:

$$H_{c2} = \frac{\Phi_o}{2\pi\mu_o\xi^2(T)} \quad (1.10)$$

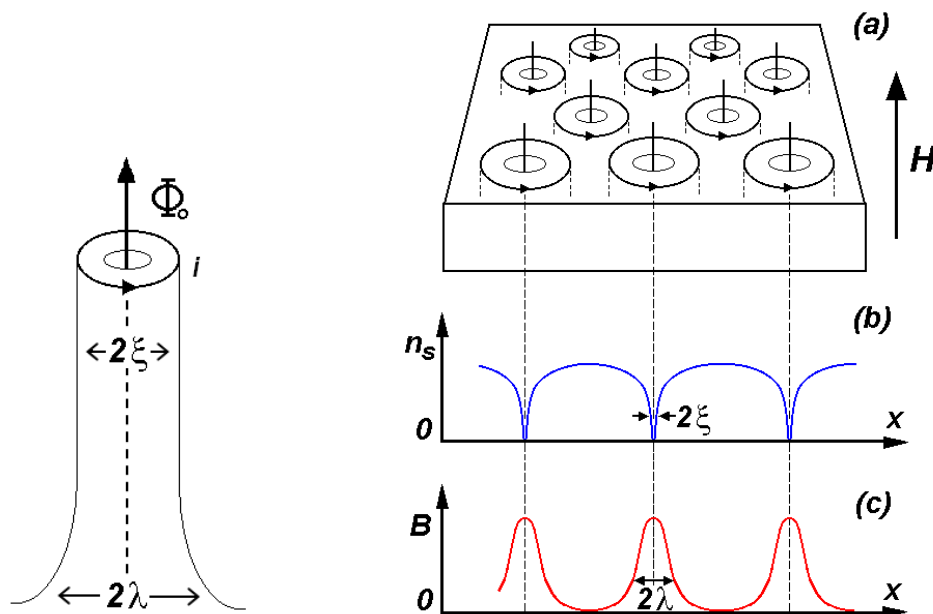


Figura 1.5: Ilustração da estrutura de um vórtice (esquerda) e da rede de Abrikosov (direita), que consiste em linhas de fluxo quantizadas organizadas em uma rede hexagonal.  $H$  é o campo aplicado,  $B$  é a indução magnética ( $B = \mu_o(H + M)$ ),  $n_s$  é densidade de superelétrons,  $\lambda$  é o comprimento de penetração de London e  $\xi$  é o comprimento de coerência.<sup>21</sup>

Sendo  $\xi(T) = \frac{\Phi_0}{H_C \lambda_L(T) 2\pi\mu_0 \sqrt{2}}$  (para um supercondutor do tipo I, onde  $H_C$  é

o campo crítico), e definindo o parâmetro de *Ginzburg-Landau* como  $\kappa = \frac{\lambda_L(T)}{\xi(T)}$ ,

podemos reescrever a equação (1.10) como  $H_{C2} = \kappa\sqrt{2}H_C$ . Isto deixa claro que o valor

$\kappa = 1/\sqrt{2}$  separa os sistemas para os quais  $H_{C2} > H_C$ , supercondutores do tipo II, dos

sistemas onde  $H_{C2} < H_C$ , supercondutores do tipo I.

*Abrikosov* também obteve a quantização do fluxo em supercondutores do tipo II pela minimização da energia livre de *Ginzburg-Landau* em  $B \approx B_{C2}$ . As linhas de “ $|\psi_{GL}|^2$  constante” mostradas na Figura 1.6 são também contornos de  $|B| = cte$ . Assim, as estruturas formadas pelo parâmetro de ordem em torno dos pontos de mínimo são os vórtices. A rede de vórtices quadrada, originalmente proposta por *Abrikosov*<sup>22</sup>, vista na Figura 1.6, não corresponde, porém, ao menor estado de energia possível.

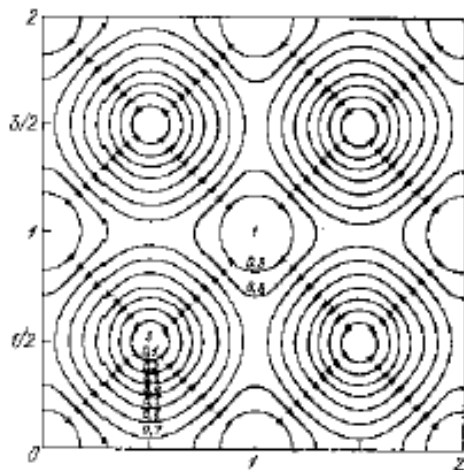


Figura 1.6: Curvas de nível no plano  $(x, y)$  para “ $|\psi_{GL}|^2$  constante” (esquerda) segundo a solução de *Abrikosov*<sup>22</sup> (direita) para a rede de vórtices quadrada.

Para encontrar o menor estado de energia possível, é necessário considerar o termo quadrático na expressão para a energia livre de *Ginzburg-Landau* e resolver o problema numericamente. O emprego das equações linearizadas levou *Abrikosov* a concluir que o arranjo quadrado de vórtices penetrados no supercondutor seria o mais estável. Mais tarde, *Kleiner* e colaboradores<sup>23,24</sup> (1964) retificaram este erro, mostrando que o arranjo hexagonal é, de fato, o mais favorável dentre todas as possíveis soluções periódicas, como ilustra a Figura 1.7.

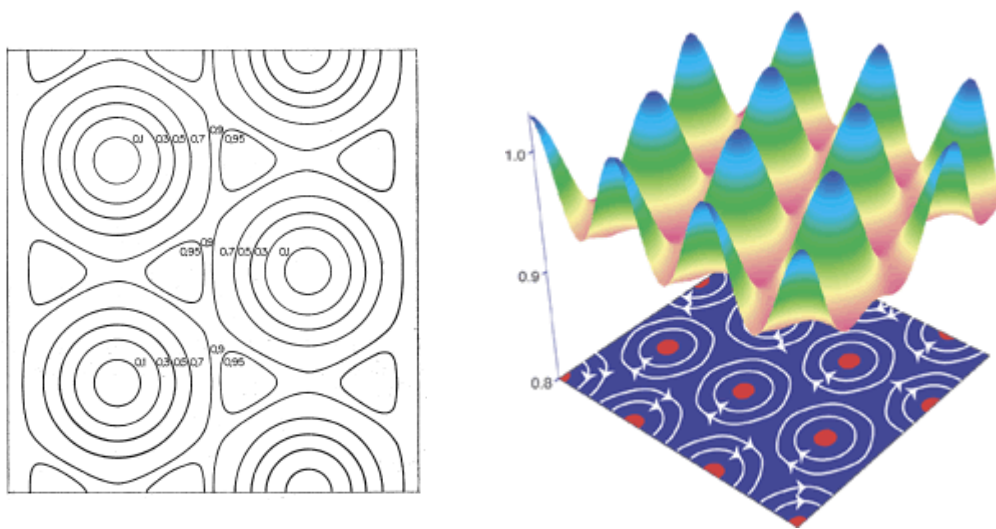


Figura 1.7: Solução de *Kleiner, Roth e Auer*<sup>23</sup> para a rede hexagonal.

Alguns anos depois, *Essmann e Trübler*<sup>24</sup> (1967) demonstraram, através de experiências de decoração com pó ferromagnético, que realmente os vórtices se organizam numa rede hexagonal. A rede hexagonal (também vista na Figura 1.4) ficou conhecida como “*Rede de Abrikosov*”, pelo inestimável valor da contribuição do trabalho de *Abrikosov*.

À *Rede de Abrikosov*, que só pode existir em supercondutores do tipo II, está associado o termo *Matéria de Vórtices*, em analogia à rede cristalina da matéria ordinária no estado sólido.

## 1.2 Tipos de Vórtice

Os vórtices penetrados em material supercondutor homogêneo ou localizados no interior de grãos supercondutores são chamados de *Vórtices de Abrikosov*. Porém diversos supercondutores apresentam microestruturas não homogêneas, sendo compostos por grãos supercondutores rodeados de material não supercondutor, ou mesmo de material supercondutor com  $T_C$  menor. Um exemplo é o pó de nióbio metálico prensado, que se oxida facilmente e cujos grãos ficam envolvidos por uma camada de óxido de nióbio. Ou ainda as complexas cerâmicas supercondutoras de alta temperatura crítica, onde grãos supercondutores crescem em uma fase líquida composta de diversas outras fases, como vemos na Figura 1.8. Em um regime dinâmico os *Vórtices de Abrikosov*, por terem um núcleo normal, podem encontrar nos defeitos do material poços de potencial energeticamente favoráveis, e ali serem ancorados.

Porém as regiões supercondutoras também podem ser separadas por uma barreira isolante “muito fina”, tal que propicie o tunelamento dos superelétrons, formando o que chamamos de *Junções Josephson*.<sup>14,26,27</sup> A transferência de pares de elétrons através da barreira isolante deve-se ao acoplamento das fases do parâmetro de ordem nos dois lados da junção, conseqüência do estado quântico macroscópico característico dos supercondutores.

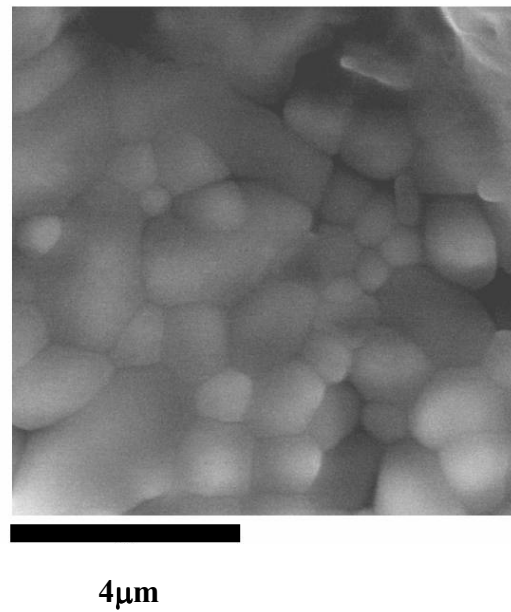


Figura 1.8: Amostra sinterizada de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ , cujos grãos formam uma Rede Tridimensional de Junções Josephson.<sup>25</sup>

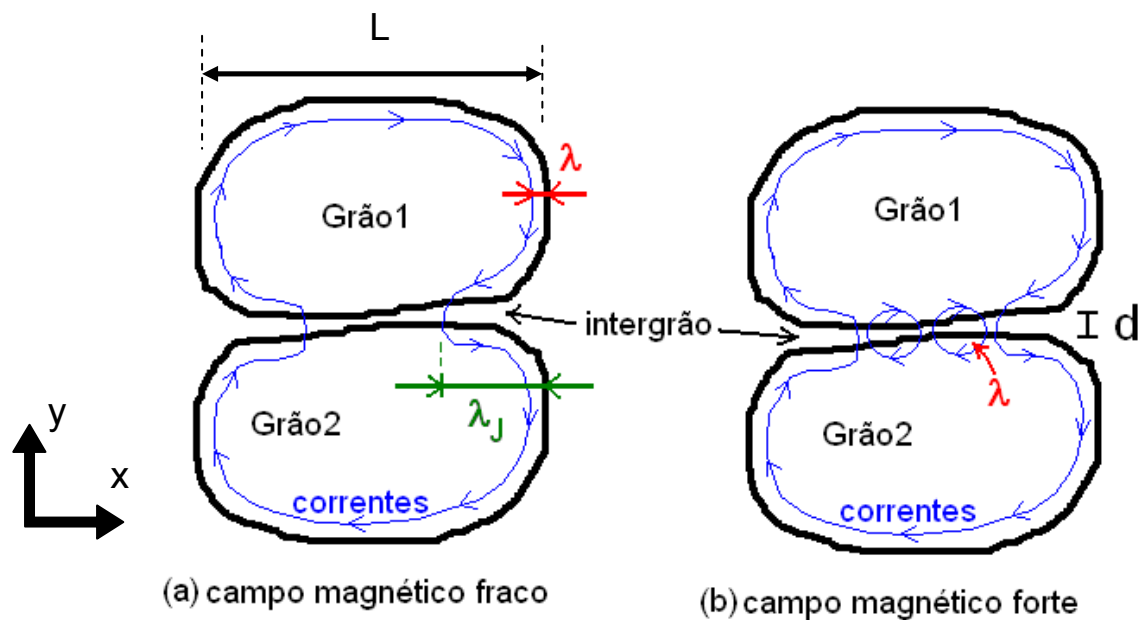


Figura 1.9: Representação de uma Junção Josephson submetida a campos magnéticos fracos (a) e fortes (b), sendo que neste último vemos o surgimento de Vórtices de Josephson.<sup>14</sup>



Se o campo magnético for fraco em uma *Junção Josephson* muito extensa, de tamanho  $L$ , como mostrado na Figura 1.9, esta se comportará de forma análoga a um supercondutor bidimensional quanto ao efeito *Meissner*: há apenas uma pequena penetração do campo nas junções, decaindo exponencialmente num comprimento  $\lambda_J$  devido às correntes de blindagem que circulam através das junções, como representado na Figura 1.9(a). Mas, aumentando o campo magnético, os vórtices começam a penetrar no interior da *Junção Josephson*, e estes vórtices são chamados de *Vórtices de Josephson*, representados na Figura 1.9(b).

O comprimento de penetração de *Josephson*  $\lambda_J$ , representado na Figura 1.9, pode ser escrito como:

$$\lambda_J = \left( \frac{\Phi_o}{2\pi\mu_o J_C (2\lambda + d)} \right)^{1/2} \quad (1.11)$$

Pode-se demonstrar que a estrutura denominada de *Vórtice de Josephson* corresponde exatamente a um quantum de fluxo  $\Phi_o$ . O fluxo devido a um único vórtice, com o campo  $B$  a longo do eixo  $z$ , pode ser calculado por:

$$\Phi = \int B(y)dy = (2\lambda + d) \int_{-\infty}^{+\infty} B(y)dy \quad (1.12)$$

Sendo  $B(y) = \frac{\Phi_o}{2\pi(2\lambda + d)} \frac{d\gamma}{dy}$ , onde  $\gamma$  é um calibre referente à diferença de

fase da função de onda, entre pontos no grão 2 e no grão 1, então a integral da equação 1.12 pode ser reescrita como:

$$\Phi = \frac{\Phi_o}{2\pi} [\gamma(\infty) - \gamma(-\infty)] = \Phi_o \quad (1.13)$$

Levou-se em conta que a diferença de fase do parâmetro de ordem através de um circuito fechado passando por pontos distantes do vórtice deve ser igual a  $2\pi$ . Portanto pode se dizer que os *Vórtices de Josephson* possuem um quantum de fluxo  $\Phi_0$  e o único comprimento que os caracteriza é  $\lambda_J$ ; diferentemente dos *Vórtices de Abrikosov*, estes não possuem um núcleo normal.

### 1.3 Interação entre Vórtices

Dois vórtices em um supercondutor do tipo II interagem através de uma força de repulsão, como vemos representado na Figura 1.10. Somando-se os campos magnéticos individuais de cada vórtice, a força (na direção  $x$ ) do vórtice 1 sobre o vórtice 2 (com o campo magnético ao longo da direção  $z$ , saindo da página) é proporcional à componente da supercorrente gerada pelo vórtice 1 (normal a esta linha), tal que:

$$f_{2x} = \Phi_0 J_{1y} \quad (1.14)$$

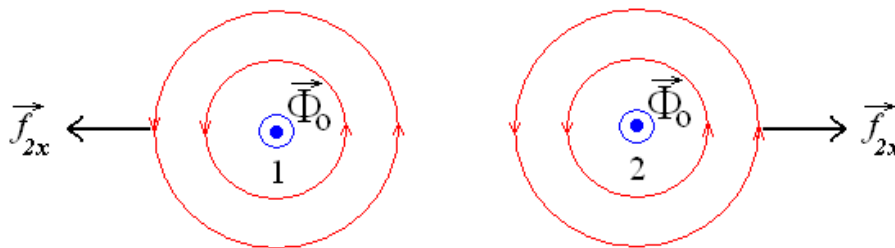


Figura 1.10: Interação repulsiva entre dois vórtices.<sup>27</sup>

Na forma vetorial, com  $\vec{\Phi}_0$  também na direção  $z$ :

$$\vec{f} = \vec{J}_1(r_{12}) \times \vec{\Phi}_o \quad (1.15)$$

Para muitos vórtices interagindo, a superposição de suas contribuições nos permite escrever:

$$\vec{f} = \vec{J}_s \times \vec{\Phi}_o \quad (1.16)$$

onde  $\vec{J}_s$  é a densidade de supercorrente gerada por todos os vórtices na posição do vórtice em questão, e a repulsão entre eles só permite que eles se encontrem em uma posição de equilíbrio se houver um arranjo numa rede periódica, que neste caso será a *Rede de Abrikosov*.

## 1.4 Flux Flow, Pinning e Creep

Se é a interação repulsiva entre vórtices que lhes permite um arranjo estável, por outro lado além desta informação a equação 1.16 também nos diz que mesmo em uma rede irá sentir uma força transversal na presença de qualquer corrente de transporte, como representado na Figura 1.11, induzindo os vórtices ao movimento.

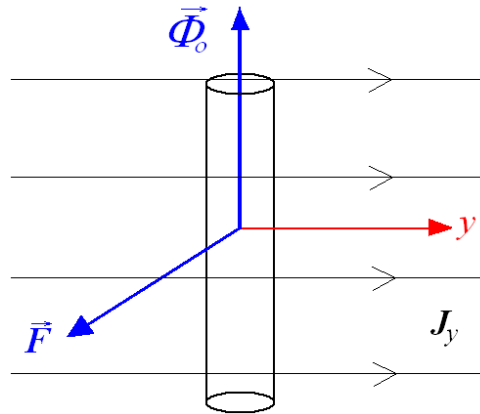


Figura 1.11: Força de Lorentz exercida sobre um vórtice por uma corrente de transporte perpendicular.<sup>14,27</sup>

A deriva do fluxo magnético sob ação da força de Lorentz também é conhecida como *flux flow*. A densidade de força de Lorentz (ou a força de Lorentz por unidade de comprimento), que é a força exercida por uma corrente de transporte perpendicular sobre  $N$  vórtices, pode ser escrita como:

$$\vec{F} = \vec{J} \times N\vec{\Phi}_o \quad (1.17)$$

$$\vec{F} = \vec{J} \times \vec{B} \quad (1.18)$$

As linhas de fluxo tendem a se mover transversalmente à corrente, e chamando sua velocidade de  $v$ , é induzido um campo elétrico paralelo a  $\vec{J}$  e de magnitude:

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v} \quad (1.19)$$

A taxa de dissipação de energia por unidade de comprimento do vórtice não ancorado, considerando apenas a dissipação viscosa, pode ser escrita como:

$$W = -\vec{F} \cdot \vec{v}_L = \eta v_L^2 \quad (1.20)$$

onde  $\eta$  é o coeficiente de arraste viscoso para uma linha de vórtice se movendo com velocidade  $v_L$ .

Como o movimento do fluxo causa dissipação de energia e induz uma voltagem resistiva longitudinal, esta situação é determinante na utilidade de supercondutores do tipo II. É o ancoramento dos vórtices, também chamado de *pinning*, que possibilita a utilização de materiais supercondutores com altas densidades de corrente de transporte sem que estes transicionem ao estado normal devido à dissipação energética local.

O *pinning* resulta, em geral, de inhomogeneidades do material, como impurezas, fronteiras de grão, precipitados, poros, maclas, vacâncias de oxigênio, etc. Estes defeitos microestruturais causam variações na energia livre por unidade de comprimento da linha de vórtice, fazendo com que alguns locais sejam mais favoráveis energeticamente do que outros. Para serem mais efetivas, essas não-homogeneidades devem estar em uma escala da ordem de  $\xi$ . Se o *pinning* é forte o suficiente, o movimento do vórtice pode ser reduzido de tal forma que o supercondutor transporte cargas como um condutor perfeito. Se o *pinning* é fraco comparado à força de *Lorentz*, ocorre o *flux flow*, com uma velocidade limitada pelo arraste viscoso.

O *pinning* também pode impedir o supercondutor de atingir o equilíbrio termodinâmico e causar irreversibilidade na reposta magnética. Isto pode ser observado em medidas  $M \times H$  e  $M \times T$ , por exemplo, e este comportamento irreversível está associado à chamada de *linha de irreversibilidade*, que é uma das fronteiras relevantes do diagrama de fases magnéticas  $H \times T$ .

Em temperaturas não nulas, haverá um movimento termicamente ativado chamado de *flux creep*, no qual há saltos de feixes de vórtices, que passam de um centro de *pinning* para outro em resposta a gradientes de densidade de fluxo. A taxa  $R$  dos saltos é usualmente descrita como na equação 1.21, onde  $\omega_0$  é uma frequência característica de vibração das linhas de fluxo,  $F_0$  é a energia livre de ativação (ou da barreira, que no caso é a energia de *pinning*):

$$R = \omega_0 e^{-F_0/kT} \quad (1.21)$$

Não havendo corrente elétrica fluindo no supercondutor, a probabilidade de um vórtice saltar de um centro de *pinning* para seu vizinho, devido ao arraste termicamente ativado, é igual para todas as direções. Se houver uma força de arraste pela presença de uma corrente elétrica, teremos uma direção favorável  $u$ , como visto na Figura 1.12, para o caso de uma “partícula”, que seria um único vórtice, ou *creep* coletivo, quando muitos vórtices saltam juntos para regiões de potencial diferente.

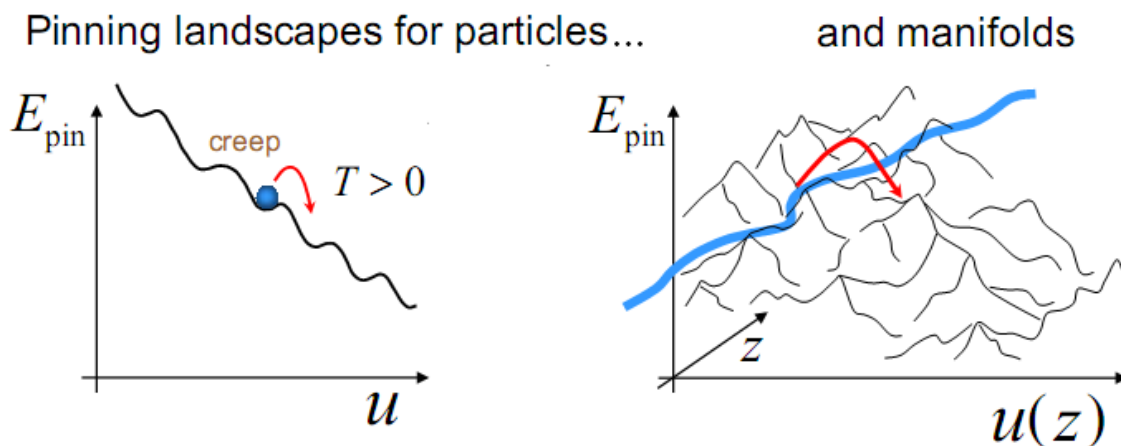


Figura 1.12: Representação da dependência da energia de pinning  $E_{pin}$  para o caso do *flux creep* (esquerda) e *flux creep* coletivo (direita).<sup>29</sup>

## 1.5 Modelo de Estado Crítico

Medidas de magnetização têm um papel importante no desenvolvimento e compreensão dos supercondutores, bem como no entendimento dos perfis de penetração de fluxo nos mesmos. Para modelar a resposta magnética de um supercondutor submetido a um campo aplicado, é preciso conhecer a distribuição espacial do campo no interior da amostra. Modelos de estado crítico assumem, por simplicidade, que a supercorrente presente no material tem sempre seu valor máximo: a densidade de corrente crítica  $J_c(H)$ . O *modelo de Bean*<sup>28</sup>, no qual considera-se  $J_c$  independente do campo aplicado, é o modelo de estado crítico mais largamente utilizado no estudo da penetração de fluxo magnético em materiais supercondutores<sup>14,27</sup>. Numa amostra cilíndrica de diâmetro  $D$ , a penetração de um campo aplicado paralelamente à sua superfície lateral decresce linearmente com a distância à superfície, como é visto na Figura 1.13.

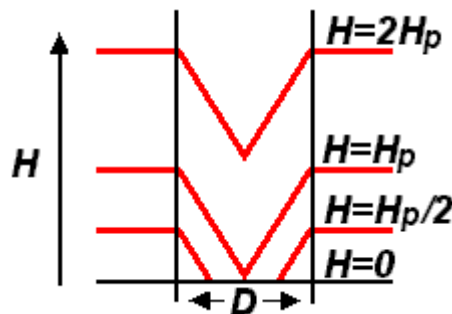


Figura 1.13: Frente de fluxo para o modelo de Bean.

Pela lei de *Ampère*, a inclinação da linha que descreve o perfil de penetração é igual à densidade de corrente,  $J_c = dH/dx$ . Quando tivermos  $H_p = H$ , a frente de

fluxo magnético penetrado alcançou o centro da amostra, e a lei de *Ampère* assegura que:

$$H_p = \frac{1}{2}DJ_C \quad (1.22)$$

Medidas de histerese na magnetização de supercondutores são também utilizadas para calcular  $J_C$ . As curvas de magnetização são obtidas do cálculo da média volumétrica do campo local, dada por:

$$\mathbf{B} = \frac{\int \mathbf{H}dv}{\int dv} \quad (1.23)$$

Considerando que  $B = \mu_o H + M$  (no SI), podemos extrair  $M$  em função de  $H$ , levando em conta a geometria da amostra. No *modelo de Bean*, o valor de  $J_C$  para um determinado valor de  $H$  é proporcional à diferença  $\Delta M$  entre as medidas de magnetização dos ramos crescente e decrescente do *loop* de histerese, segundo a relação:

$$J_C = 2 \cdot \Delta M / d \quad (1.24)$$

onde  $d$  é um parâmetro geométrico característico da amostra (em *cm*) e  $\Delta M$  é dado em unidades eletromagnéticas por volume ( $cm^3$ ) da amostra. Para o caso do cilindro da Figura 1.13,  $d = D$ .

*E. Sheriff* e colaboradores<sup>30</sup> adaptaram, a partir da geometria da amostra quadrada, o resultado do *modelo de Bean* para calcular  $J_C(H)$  para a geometria de um filme com dimensão lateral  $a$  e espessura  $d$  :

$$J_C = \frac{30\Delta M}{da^3} \quad (1.25)$$



onde  $J_c$  é dada em  $A \cdot cm^{-2}$ ,  $\Delta M$  em  $emu/cm^3$  e dimensão lateral  $a$  e espessura  $d$  estão em  $cm$ . A aplicabilidade da equação 1.25 foi verificada em trabalhos teóricos<sup>31</sup> e experimentais em filmes<sup>32</sup> e cristais<sup>33</sup>.

## 1.6 Vortex Shaking

A penetração de campo magnético em materiais supercondutores no estado crítico pode ser alterada se além de um campo DC também for aplicado um campo magnético AC, também chamado de campo de excitação. Trabalhos experimentais como os de *M. Willemin* e colaboradores<sup>34-36</sup> e *N. Avraham* e colaboradores<sup>35</sup> verificaram que, para campos magnéticos  $H_a$  perpendiculares às amostras em forma de plaquetas, um pequeno campo magnético alternado  $h_{ac} = h \cos \omega t$  perpendicular a  $H_a$  pode causar a relaxação da magnetização, que pode ser medida mesmo na presença do ancoramento do fluxo magnético. Este efeito ficou conhecido como *vortex shaking effect*.

*Brandt* e *Mikitik*<sup>37</sup> descreveram o *vortex shaking effect* usando o modelo de estado crítico de *Bean*, assumindo que a componente  $J_{\perp}$  da densidade de corrente crítica, perpendicular ao campo local de indução magnética  $\vec{B}$ , é igual em toda a amostra, tal que  $J_{\perp}$  é independente de  $B$ . Assume-se uma amostra em forma de plaqueta, com dimensões  $|x| \leq w$ ,  $|y| < L$ ,  $|z| \leq d/2$ , e espessura  $d \ll w, L$ , tal qual na Figura 1.15. Para uma geometria simples de uma “tira” infinitamente longa ( $L \rightarrow \infty$ ), com  $H_a$  ao longo de  $z$ , há duas geometrias a distinguir: o *shaking* transverso – com  $h_{ac}$  ao longo do eixo  $x$ , e o *shaking* longitudinal – com  $h_{ac}$  ao longo do eixo  $y$ .

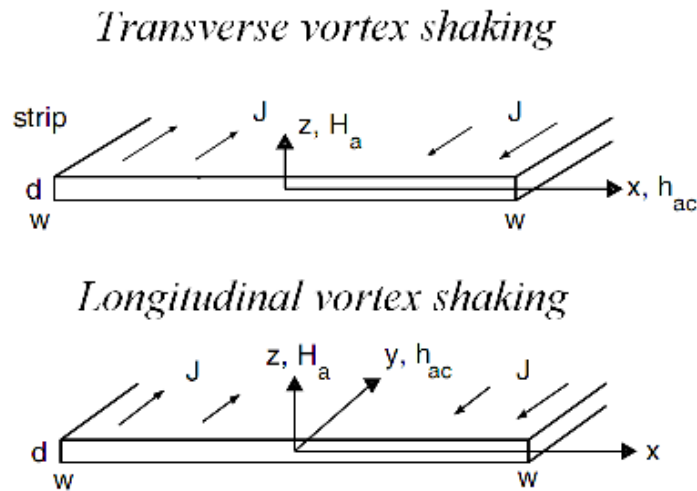


Figura 1.15: Vortex shaking transverso e longitudinal em amostra em forma de “tira”, infinitamente comprida na direção  $y$ .<sup>36</sup>

Em ambas as geometrias o campo  $h_{ac}$  “puxa” os vórtices para o centro da tira, gerando um campo elétrico  $E$ . Isso equilibra a distribuição induzida e não homogênea de campo magnético no estado crítico, mas o mecanismo é diferente para as duas geometrias, isto é, o *shaking* transverso ou *shaking* longitudinal. Para o *shaking* transverso, o campo  $h_{ac}$  é perpendicular não só a  $H_a$ , mas também às correntes que circulam a “tira”, e aos campos gerados pelas correntes se somam a  $h_{ac}$  de forma assimétrica em relação ao plano central da amostra, causando relaxação do estado crítico. Já para o *shaking* longitudinal, as correntes geradas por  $h_{ac}$  não coincidem com o eixo  $y$ .

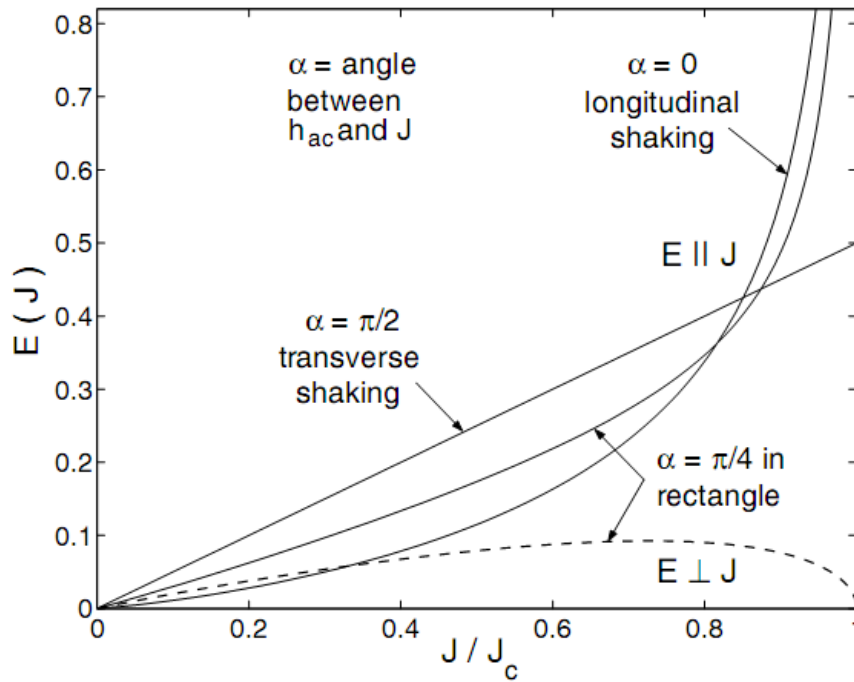


Figura 1.16: Campo elétrico  $E(J)$  gerado pelo efeito do vortex shaking, segundo Brandt e Mikitik<sup>37</sup>. As linhas sólidas mostram as componentes de  $E$  fazendo um ângulo  $\alpha$  com a corrente  $J$ .

A descrição de Brandt e Mikitik ainda propõe uma relação entre o campo elétrico  $E$  e a densidade de corrente crítica  $J_c$ , vista na Figura 1.16, que segue as seguintes equações:

$$\text{- shaking transverso: } E(J) = (\omega/\pi)d(h_{ac})\mu_o J J_c \quad (1.26)$$

$$\text{- shaking longitudinal: } E(J) = \left( \frac{\omega d \mu_o H_a}{\pi \sqrt{3}} \right) \text{arcsenh} \left[ \frac{h_{ac} \sqrt{3}}{H_a} g \left( \frac{J}{J_c} \right) \right] \quad (1.27)$$

onde  $g(u)$  é a função inversa de  $u(g) = (g)\arcsen(1/g)$ . Na Figura 1.17 vemos o efeito do *vortex shaking* na dependência temporal do momento magnético  $M(t)$  para uma “tira” ou plaqueta retangular.

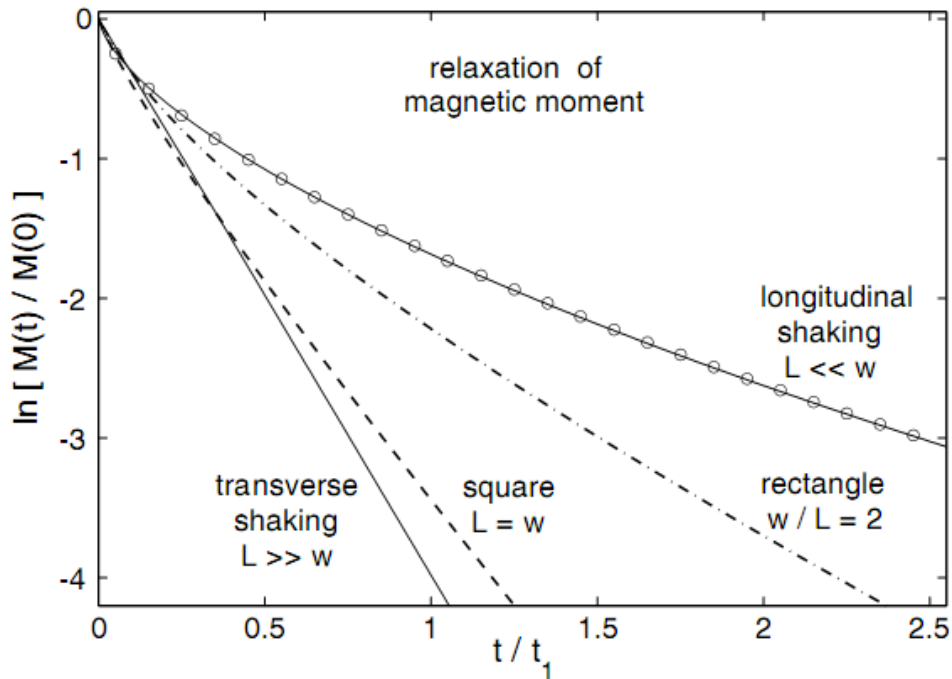


Figura 1.17: Dependência temporal do momento magnético  $M(t)$  para uma “tira” ou plaqueta retangular, segundo Brandt e Mikitik.<sup>37</sup>

Tanto o para *shaking* transverso quanto para o longitudinal, há uma dependência exponencial da magnetização com o tempo, que é proposta por Brandt como sendo:

$$\text{- shaking transverso: } M(t) \approx M(0) \exp(-4.01t / t_1) \quad (1.28)$$

$$\text{- shaking longitudinal: } M(t) \approx M(0) \exp[-1.68(t / t_1)^{0.64}] \quad (1.29)$$

onde  $t_1 = \pi w J_{c\perp} / (\omega h_{ac})$  é a constante de tempo, também usada para normalizar o gráfico visto na Figura 1.16.

Na Figura 1.17, a equação 1.28 foi usada para gerar as linhas e os círculos mostram a aproximação da equação 1.29. Na mesma figura há também os resultados para uma amostra em forma de plaqueta quadrada (*square platelet*) e retangular (*rectangle*).

O *vortex shaking effect* é mais eficiente em sua configuração de  $h_{ac}$  perpendicular a  $H_a$ , mas *Brandt* e *Mikitik* também generalizaram o modelo proposto para diferentes ângulos de  $H_a$ <sup>37</sup>, como vemos na Figura 1.18 e 1.19.

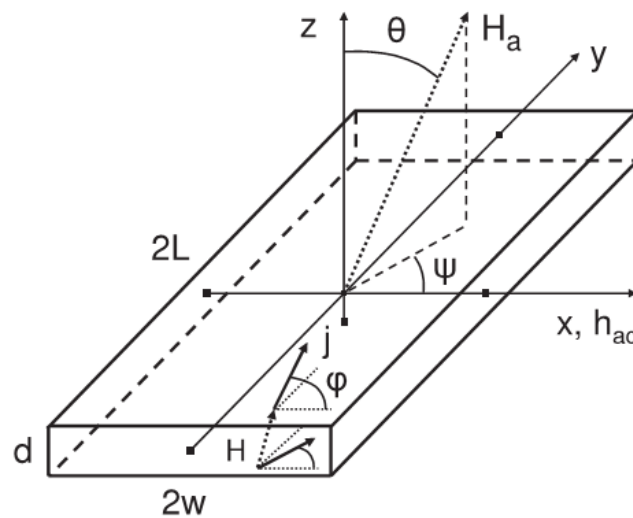


Figura 1.18: *Vortex shaking* com direção do campo  $H_a$  variando em  $\theta$  e  $\psi$ .<sup>38</sup>

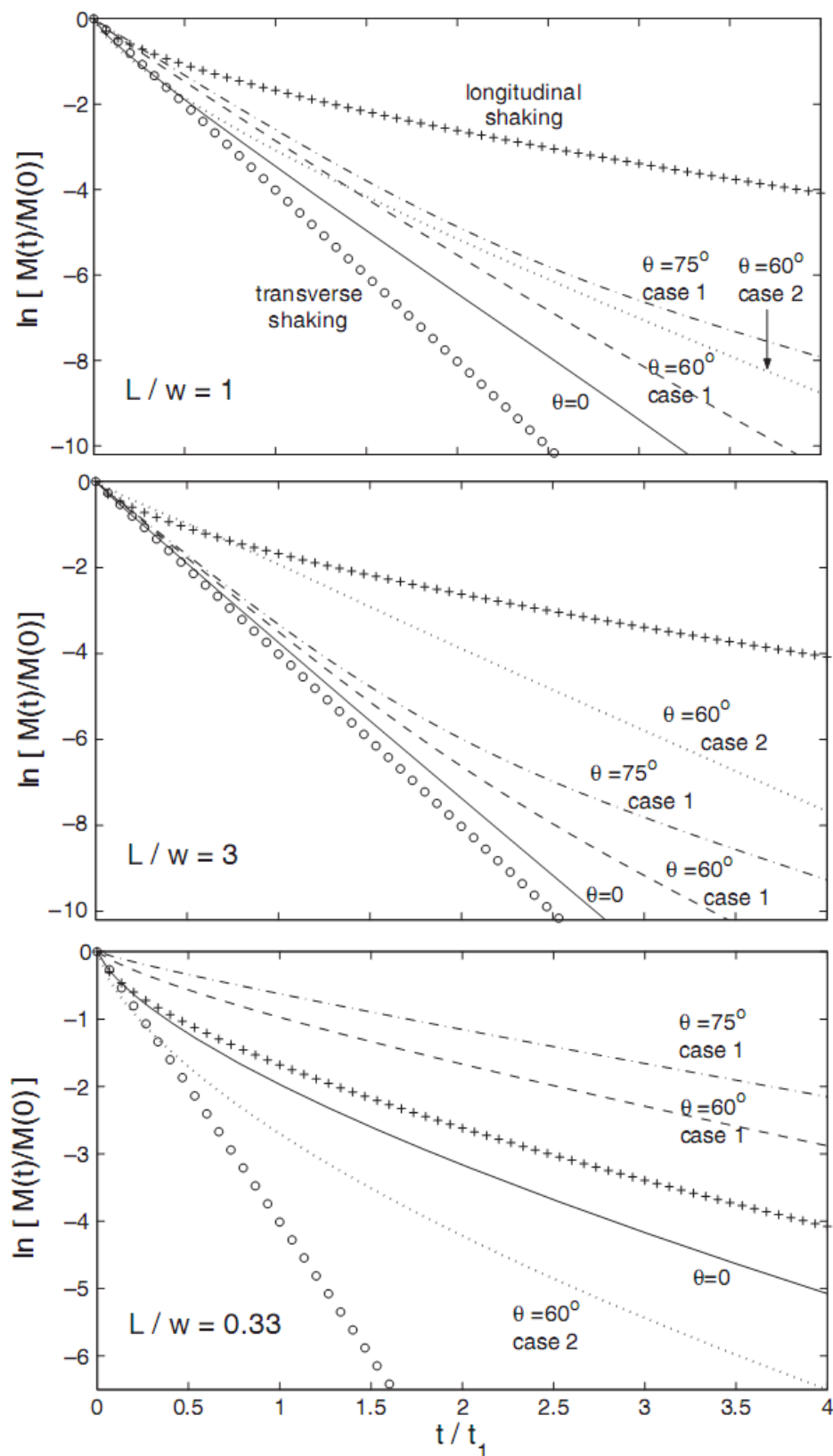


Figura 1.19: Relaxação do momento magnético devido ao vortex shaking em amostra representada na Figura 1.18, com  $L/w = 1$  (no topo),  $L/w = 3$  (no meio) e  $L/w = 0.33$  (em baixo), com direção do campo  $H_a$  variando em  $\theta$ .<sup>38</sup>

Até mesmo para  $H_a$  paralelo a  $h_{ac}$  o *vortex shaking* tem efeito sobre a relaxação magnética<sup>38-41</sup>, embora menos acentuado, e esta é uma configuração muito comum em estações experimentais de medidas magnéticas comerciais que incluem instalações para medidas de suscetibilidade-AC, em que a bobina primária é coaxial com a bobina geradora de campo externo (geralmente um solenóide supercondutor) e pode ser usada para gerar o *shaking field*.

## 1.7 A Dinâmica da Matéria de Vórtices

A *Matéria de Vórtices* pode se encontrar em um estado estável de vórtices formando a *Rede de Abrikosov*, mas a competição entre as diversas forças agindo sobre os vórtices no estado misto também pode levar as linhas de fluxo magnético penetrado no material a se comportarem de forma complexa. A competição entre a energia elástica do vórtice, a energia de *pinning* dos defeitos, a força de *Lorentz* (caso haja uma corrente de transporte presente) e a agitação térmica, determinarão o formato do diagrama de fases magnéticas  $H \times T$  em um supercondutor do tipo II. Portanto, o mapeamento de regimes dinâmicos e dissipativos em  $H \times T$  e dos limites da transição entre uma fase ordenada e um arranjo desordenado de vórtices ajuda a compreender as características do material e permite delinear seus limites de aplicabilidade.

*Yeshurum* e colaboradores<sup>42</sup> estudaram simulações e dados experimentais da transição ordem-desordem da linha de fusão (ou *melting*) para cristais de  $La_{2-x}Sr_xCuO_4$  e sua dependência com a força elástica dos vórtices, força de *pinning* e energia térmica, como vemos no diagrama de fases magnéticas da Figura 1.20. Observa-se nesta figura

uma mudança progressiva na forma da linha de *melting* em função da intensidade da força de *pinning*.

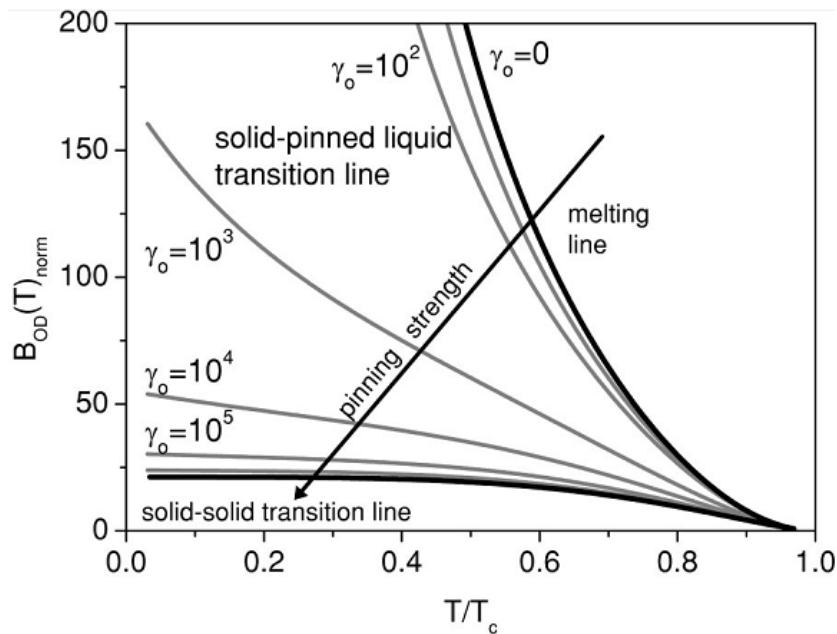


Figura 1.20: Solução numérica para a energia elástica em função da energia de pinning e da temperatura:  $E_{el} = E_{pin} + kT$ . As linhas representam a transição ordem-desordem para diferentes valores  $\gamma_o$  da força de pinning (em unidades arbitrárias).<sup>42</sup>

A Figura 1.21 mostra dados experimentais para a linha de ordem-desordem de diferentes materiais supercondutores – *YBCO*, *NCCO* e *LaSCO* - em trabalho de *Radzyner* e colaboradores<sup>43</sup>, evidenciando até mesmo diferentes concavidades possíveis para esta linha. O mesmo trabalho publicado incluiu simulações numéricas, capazes de prever também teoricamente estas diferentes concavidades da linha de transição.



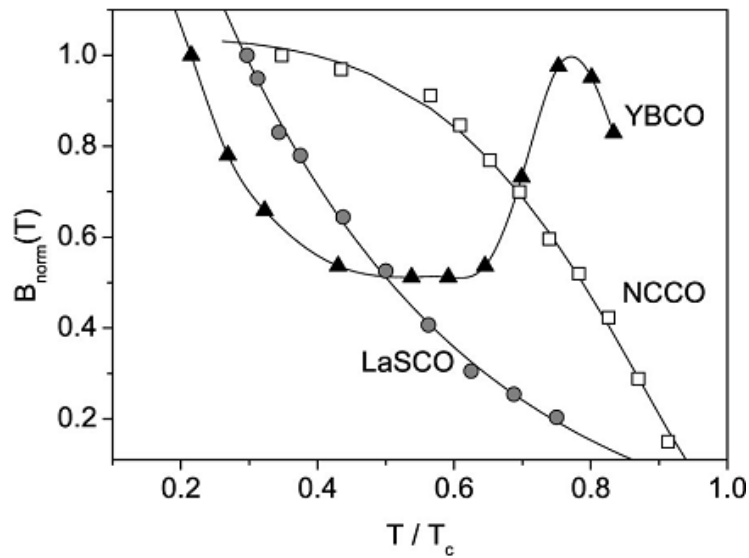


Figura 1.21: Linha de ordem-desordem de diferentes materiais supercondutores: YBCO, NCCO e LaSCO. O campo de transição está normalizado para a temperatura mais baixa em 20.5 kOe, 260 G, 11.8 kOe, respectivamente; a temperatura está normalizada para  $T_c = 93, 26, 32$  K, respectivamente.<sup>43</sup>

A forma da linha ordem-desordem dependerá, portanto, da eficiência dos defeitos agindo como centros de ancoramento de fluxo no material supercondutor e para cada caso um modelo teórico diferente torna-se mais adequado. A seguir discutimos as principais alternativas.

- **Sem defeitos**

Ocorre a fusão de um sólido de vórtices, a *Rede de Abrikosov*. Na fase líquida não existe correlação entre os vórtices e eles se movimentam por agitação térmica, sob a influência da força de *Lorentz*, causando dissipação.

• **Baixa densidade/ baixa eficiência**

O *modelo de pinning coletivo de Larkin e Ovchinnikov*<sup>44</sup> é o tratamento apropriado para verificar a eficiência de ancoramento de distribuições randômicas de defeitos pontuais fracos. Basicamente, nesse modelo, considera-se que nenhuma distribuição randômica de centros de *pinning* seria capaz de ancorar uma rede de vórtices perfeitamente periódica e rígida, pois a somatória destas forças de ancoramento seria nula. Assume-se, então, que às custas da energia elástica dos vórtices, a rede pode ser distorcida ao passar pelos centros de *pinning*, para se acomodar em um estado de mínima energia.

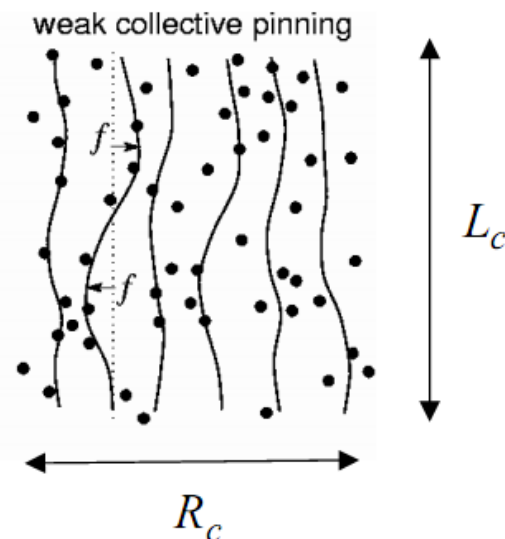


Figura 1.22: Representação esquemática do modelo de pinning coletivo de Larking e Ovchinnikov, usado para potenciais de pinning randômicos e mais fracos quanto ao ancoramento de vórtices, onde  $L_c$  e  $R_c$  definem o volume de coerência da rede distorcida.

Nesse modelo, a coerência longitudinal  $L_c$  e translacional  $R_c$ , representadas na Figura 1.22, são tais que ainda pode-se tratar a rede de vórtices como uma “quase rede”, isto é, uma rede com poucas distorções chamada vidro de *Bragg (Bragg-glass)*<sup>27,45,46</sup>. A

transição para o estado líquido é de 1ª ordem. Sendo assim o modelo é usado para tratar casos em que a densidade de defeitos no material não é muito alta, as distorções na rede ainda preservam a ordem de longo alcance translacional e ainda observam-se os picos de difração de *Bragg*. Exemplos dessa situação são os materiais com defeitos pontuais, vacâncias de oxigênio e impurezas, como na Figura 1.23 (e) e (f).

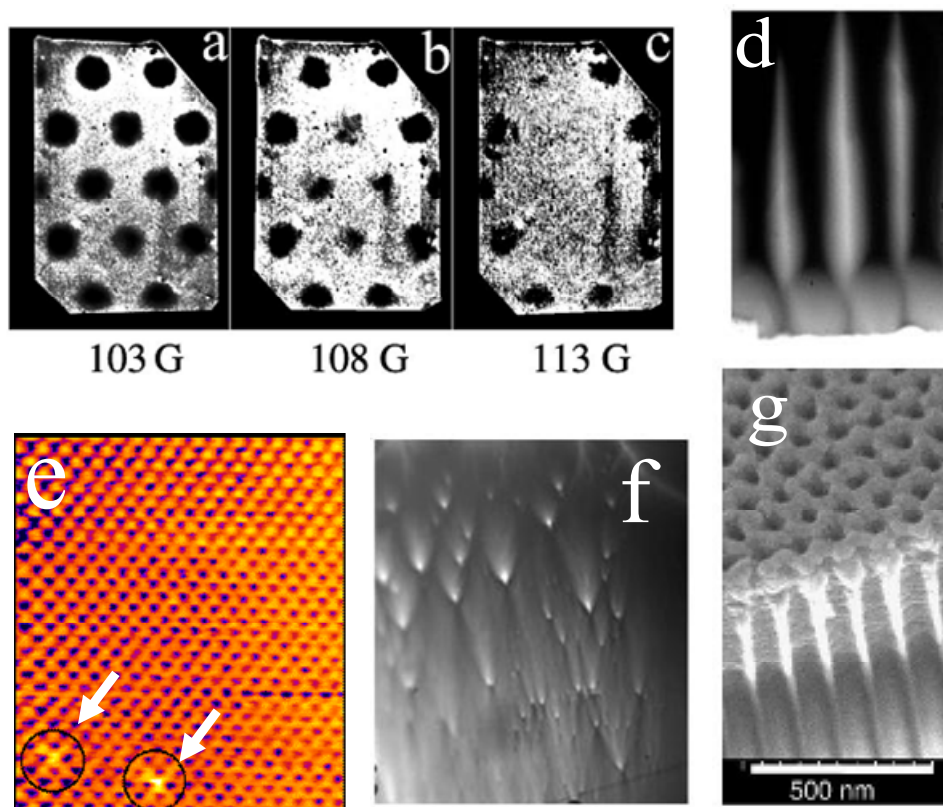


Figura 1.23: Em (a),(b) e (c) temos imagens de microscopia ótica de um cristal de  $BSCCO^{12}$  em diferentes campos magnéticos aplicados e defeitos colunares devido a irradiação com íons pesados; (d) microscopia ótica de maclas  $m$  em um cristal de  $YBCO^{48}$ ; (e) microscopia de tunelamento da estrutura de um cristal de  $NbSe_2$ , com defeitos pontuais<sup>49</sup>; em (f) microscopia ótica de defeitos pontuais em  $YBCO^{50}$ ; (g) microscopia eletrônica de varredura de uma membrana porosa de alumina coberto com textura axial de Nb, formando um filme com “buracos”<sup>51</sup>.

• **Alta densidade/ alta eficiência**

O *modelo de Fisher*<sup>52</sup> descreve a transição entre uma fase vítrea de vórtices, com resistência linear, para uma fase de resistência nula, que é conhecida como transição *vortex-glass*<sup>53</sup> – a transição para o estado líquido é de 2ª ordem. Este modelo é usado para casos em que não há ordem espacial de longo alcance da rede de vórtices, como para defeitos “fortes” causados por maclas, por exemplo, vistas na Figura 1.23 (d).

*Fisher* e colaboradores aproximaram a transição vítrea, que acontece na temperatura  $T_g(H)$ , por médias de escalonamento (ou *scaling*), definindo um expoente  $\nu$  para descrever a divergência do comprimento de correlação da fase de *vortex-glass* como:

$$\xi_G \sim |T - T_g|^{-\nu} \quad (1.30)$$

Também se define um outro expoente  $z$  para descrever a relaxação temporal  $\tau_G$  como:

$$\tau_G \sim \xi_G^z \quad (1.31)$$

Se o parâmetro  $D$  tem a dimensão espacial,  $E$  é o campo elétrico e  $J$  é a densidade de corrente; assim o modelo de *scaling* fornece a seguinte relação:

$$\xi_G^{z+1} E \approx \varepsilon_{\pm} (\xi_G^{D-1} J) \quad (1.32)$$

onde  $\varepsilon_{\pm}$  são diferentes funções para temperaturas acima (+) e abaixo (-) de  $T_g(H)$ .

Escalonando de acordo com a equação 1.32, dados experimentais de curvas  $I \times V$  tomados em diferentes temperaturas, é verificado o “colapso” da densidade de corrente em uma única função universal, como mostrado na Figura 1.24. Isto verifica,

em amostras medidas por Koch e colaboradores<sup>53</sup>, a validade do modelo de *vortex-glass*, simultaneamente em todas as curvas.

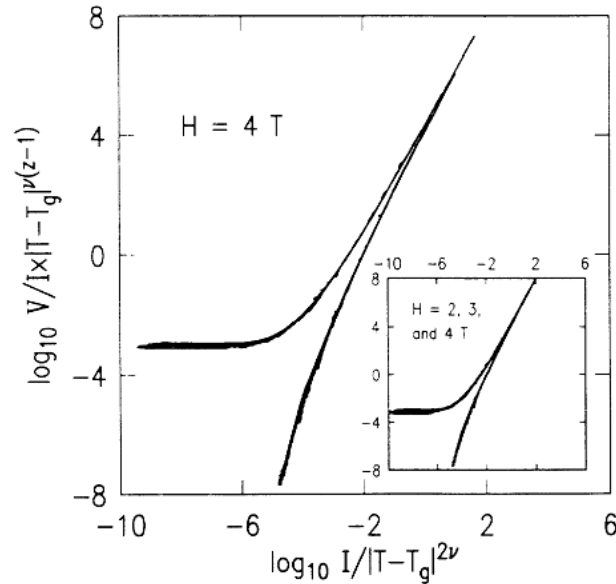


Figura 1.24: Scaling de curvas I-V obtidas por Koch et al.<sup>53</sup> para um filme de YBCO. Nesta figura, 119 isotermas colapsam em duas curvas, uma para  $T > T_g$  e a outra para  $T < T_g$ . Neste estudo, os autores obtiveram  $z = 4,8 \pm 0,2$  e  $\nu \sim 1,7$ . O inset nesta mesma figura mostra superposição semelhante para  $H = 2,3$  e  $4 \text{ T}$ .

#### • Defeitos colunares

O tratamento teórico para o *pinning* causado por este tipo de defeito considera a rede de vórtices análoga a um vidro de Bose (*Bose-glass*)<sup>54</sup>, e trata casos em que a desordem do sistema é correlacionada, como por exemplo defeitos criados pela irradiação de íons pesados<sup>12</sup>, que são defeitos colunares extremamente eficientes, vistos na Figura 1.23 (a)/(b)/(c).

A transição sólido-líquido em supercondutores com defeitos colunares e em campos aplicados ao longo da direção das colunas foi estudada em detalhes por *Nelson* e *Vinokur*<sup>55</sup>, que modelaram para a fase *Bose-glass* uma teoria de escala similar à teoria *vortex-glass*. Na fase em baixas temperaturas, a *Matéria de Vórtices* é um vidro de *Bose* que transiciona para a fase líquido de vórtices na temperatura *Bose-glass*  $T_{BG}$ . A principal diferença entre a teoria de escala da fase vidro de vórtices e a da fase *Bose-glass* é que esta última é descrita por dois comprimentos de correlação anisotrópicos  $\xi_{\perp}$  e  $\xi_{\parallel}$ . De forma análoga à teoria de *Fisher*, para a teoria de *Nelson* e *Vinokur* temos:

$$E_{\xi_{\perp}}^{\xi_{\perp} z_{\perp} + 1} \propto F_{\pm}(J_{\xi_{\perp}} \xi_{\parallel}) \quad (1.33)$$

E como no caso *vortex-glass*,  $F_{\pm}$  é uma função de escala, de forma não conhecida *a priori*, para temperaturas acima (+) e abaixo (−) da temperatura de transição  $T_{BG}$ . Portanto, a teoria *Bose-glass* de *Nelson* e *Vinokur* para os vórtices supercondutores também permite um *scaling* similar ao da Figura 1.24.

## 1.8 O Kink na Transição Bose-glass

Muitos trabalhos experimentais<sup>12,56,57</sup> envolvendo a fusão da fase *Bose-glass* têm revelado um vértice (ou *kink*) na região de baixos campos, sugerindo uma mudança no mecanismo de fusão e um *depinning* induzido pelo aumento da temperatura.

Um recente estudo experimental, realizado por *Banerjee* e colaboradores<sup>12</sup>, em amostras de *BSCCO* com defeitos colunares, permitiu identificar uma transição de *depinning*, localizada em baixos campos e altas temperaturas, caracterizada por um *kink*

na curva de fusão. Um detalhe da amostra estudada pode ser vista na Figura 1.25 e o diagrama de fases, obtido pelos autores, é mostrado na Figura 1.26.

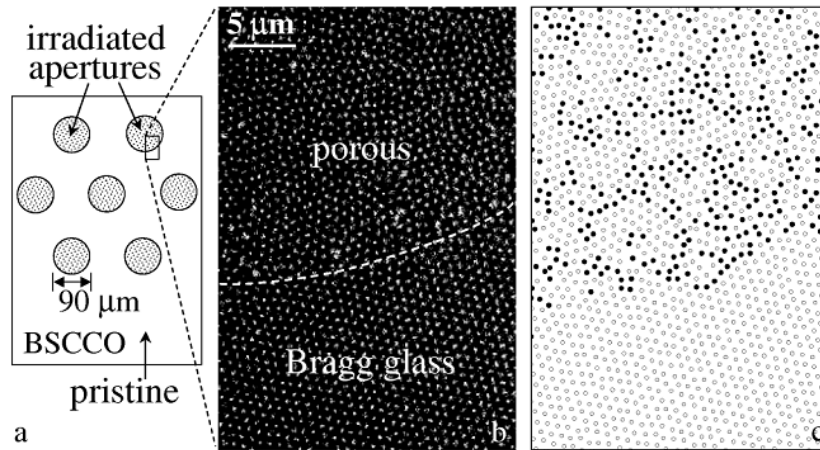


Figura 1.25: Amostra de BSCCO irradiada por íons pesados, cuja máscara permitiu que regiões com diâmetro de cerca de  $90 \mu\text{m}$  recebessem defeitos colunares, tal qual em (a). A interface entre a região porosa e o material prístino aparece em (b). Em (c) está representada a distribuição de centros de pinning com vórtices ancorados (obtido por Delaunaty triangulation).<sup>12</sup>

Banerjee e colaboradores demonstraram em seu trabalho com a “matéria de vórtices porosa” que o efeito dos defeitos colunares é relevante para temperaturas abaixo da temperatura  $T_k$  característica do *kink*, e acima desta temperatura a energia térmica se torna mais relevante do que a energia de ancoramento dos vórtices, como destaca a Figura 1.26, nas regiões (3) e (2), respectivamente. A Figura 1.27 mostra os mesmos dados, apresentados de forma a realçar ainda mais o *kink* nas diferentes amostras.

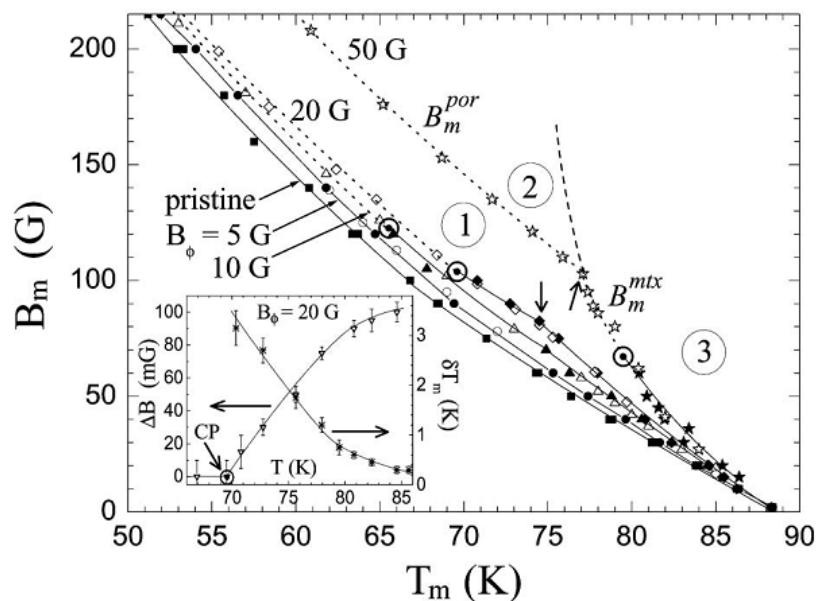


Figura 1.26: Linhas de fusão de amostras de BSCCO irradiadas com íons de Pb, com doses correspondentes aos campos magnéticos  $B_\phi = 5, 10, 20$  e  $50$  G, e também para uma amostra prístina. Observa-se que o kink se desloca para temperaturas mais elevadas à medida que a quantidade de “defeitos” na amostra é aumentada.<sup>12</sup>

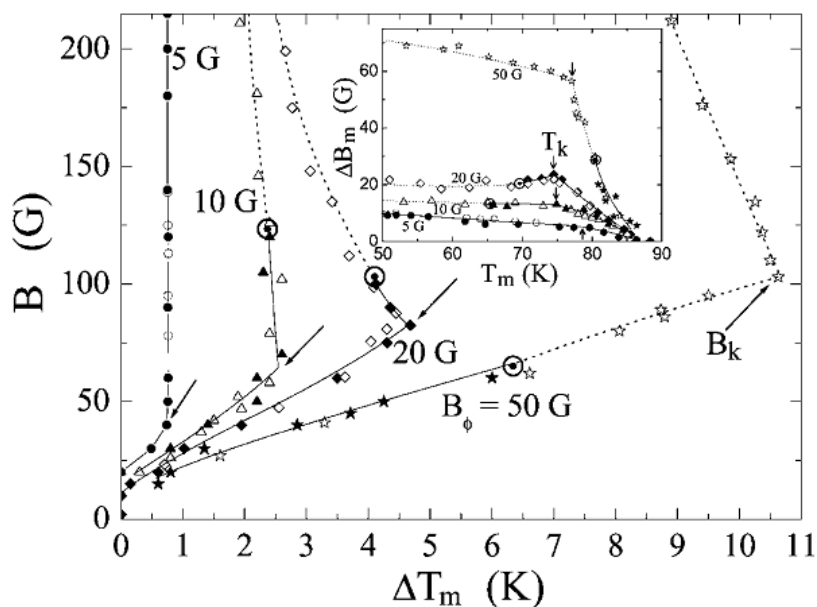


Figura 1.27: O kink é evidenciado levando em conta um  $\Delta T_m$  (a diferença entre a temperatura de fusão da amostra irradiada e a da não-irradiada). O mesmo ocorre no inset da figura, para um  $\Delta B_m$  análogo.<sup>12</sup>



É usual classificar amostras bombardeadas por íons em termos do “campo de *matching*”  $B_\phi$ , isto é, o valor do campo aplicado para o qual haveria um vórtice por defeito colunar. A variação é possível controlando-se a densidade do feixe de íons. Na Figura 1.26 vemos que quanto maior o  $B_\phi$ , mais evidente torna-se o *kink*. Além disso, mais defeitos inseridos na amostra “atrasam” a fusão, como podemos constatar notando que pontos da região (1) estão na fase ordenada para a amostra  $B_\phi = 50G$ , mas pertencem à fase desordenada de todas as outras amostras.

Um estudo teórico, realizado por Lopatin e Vinokur<sup>58</sup> para um sistema de bósons em duas dimensões (*Bose 2D*) com interações de longo alcance na presença de desordem, mapeado para um sistema de vórtices 3D de um material supercondutor com defeitos colunares, também prevê um *kink* e uma transição de *depinning*.

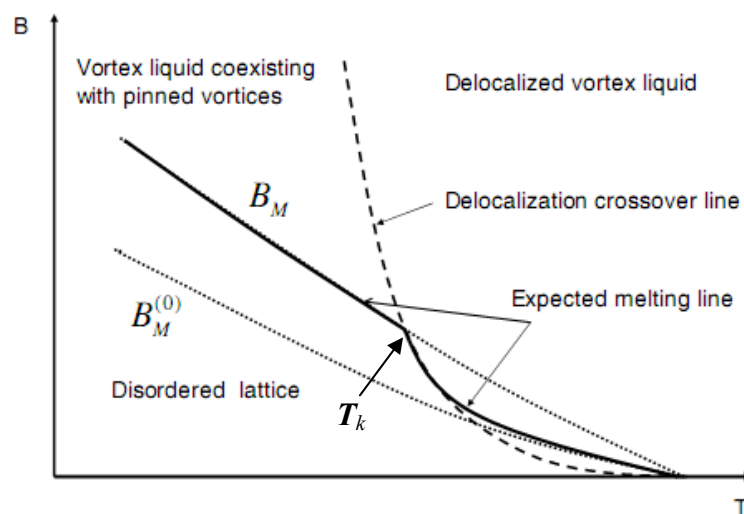


Figura 1.28: Diagrama de fases esquemático para um sistema de vórtices com defeitos colunares proposto por Lopatin e Vinokur<sup>58</sup>. Observe que  $B_m$  é a linha de fusão quando há pinning; para uma amostra sem defeitos, a linha é chamada de  $B_m^0$ . O traço em negrito representa a linha de fusão esperada: defeitos colunares dominam abaixo da temperatura de kink  $T_k$  e o depinning induzido pela temperatura domina acima de  $T_k$ .

A linha de *depinning* é descrita pela equação 1.34 abaixo, e também está esboçada na Figura 1.28 (linha tracejada), juntamente com a linha de fusão no diagrama de fase proposto por *Lopatin* e *Vinokur*, sendo  $c$  um fator numérico,  $\varepsilon_0 = (\phi_0/4\pi\lambda)^2$ ,  $\varepsilon_1$  é a tensão do vórtice,  $L$  é o comprimento de localização e  $T_0$  é uma temperatura efetiva que depende da energia de *depinning*.

$$B_{dp} \cong \phi_0 \frac{cT^2}{\varepsilon_0 \varepsilon_1 \xi^4 \ln(\lambda/L)} \exp\left(-\frac{T}{T_0}\right) \quad (1.34)$$

Na Figura 1.28 vemos que onde a linha de “fusão com *pinning*”  $B_m$  e a linha tracejada de *depinning*  $B_{dp}$  se encontram, temos a temperatura de *kink*  $T_k$  na linha de fusão esperada (em negrito). A influência dos defeitos colunares torna-se irrelevante no intervalo  $B_m^0 < B < B_m$ , isto é, para temperaturas acima de  $T_k$ , onde ocorre a  *fusão induzida por depinning*.

A região de *pinning* mais eficiente pode ser descrita usando-se uma lei de potência descrita por *Nelson* e *Vinokur*<sup>55</sup>, tal qual a equação 1.35, onde  $H_0$  e  $T_0$  são parâmetros de escalonamento, vista abaixo.

$$H = H_0(1 - T/T_0)^n \quad (1.35)$$

Já a região de *depinning* induzido pela temperatura é descrita por uma expressão exponencial de *Vinokur* e colaboradores<sup>55,58</sup>, para sistemas com defeitos colunares, tal qual a equação 1.36 que se segue.

$$H = aT^2 \exp(-T/T_0) \quad (1.36)$$

## Capítulo 2

# MÉTODOS, MEDIDAS E AMOSTRAS ESTUDADAS

### 2.1 Medidas Magnéticas

Para a caracterização magnética dos materiais estudados neste trabalho foram utilizadas as estações experimentais MPMS (*“Magnetic Properties Measurements System”*, modelo 5S da *Quantum Design*) e PPMS (*“Physical Properties Measurements System”*, modelo 6000, também da *Quantum Design*), vistos na Figura 2.1. O equipamento MPMS permite atingir campos magnéticos de até 5 Tesla, temperaturas entre 1.8 K e 800 K, campos de excitação até 3.8 Oe e frequência máxima de 1000 Hz.



*Figura 2.1: Estações experimentais PPMS e MPMS.*

A estação experimental MPMS é dotada de bobinas detectoras supercondutoras através das quais a amostra é excursionada. Um transformador de fluxo transfere o sinal a um sensor tipo SQUID (*Superconducting Quantum Interference Devices*), que é constituído de um anel supercondutor interrompido por uma ou duas *Junções Josephson*. Vemos na Figura 2.2 uma ilustração esquemática de um sensor SQUID com duas junções, e podemos descrever a diferença de fase ao longo do anel como

$\gamma_a - \gamma_b = \frac{2e}{\hbar c} \Phi$  (onde  $\gamma_a$  e  $\gamma_b$  são as diferenças de fase através das junções *a* e *b*). A

corrente total será dada pela soma das correntes através das junções, o que permite escrever a equação 2.1, na qual  $\gamma_o = \gamma_a + \gamma_b$  e  $J_C$  é a corrente crítica das junções, consideradas como idênticas.

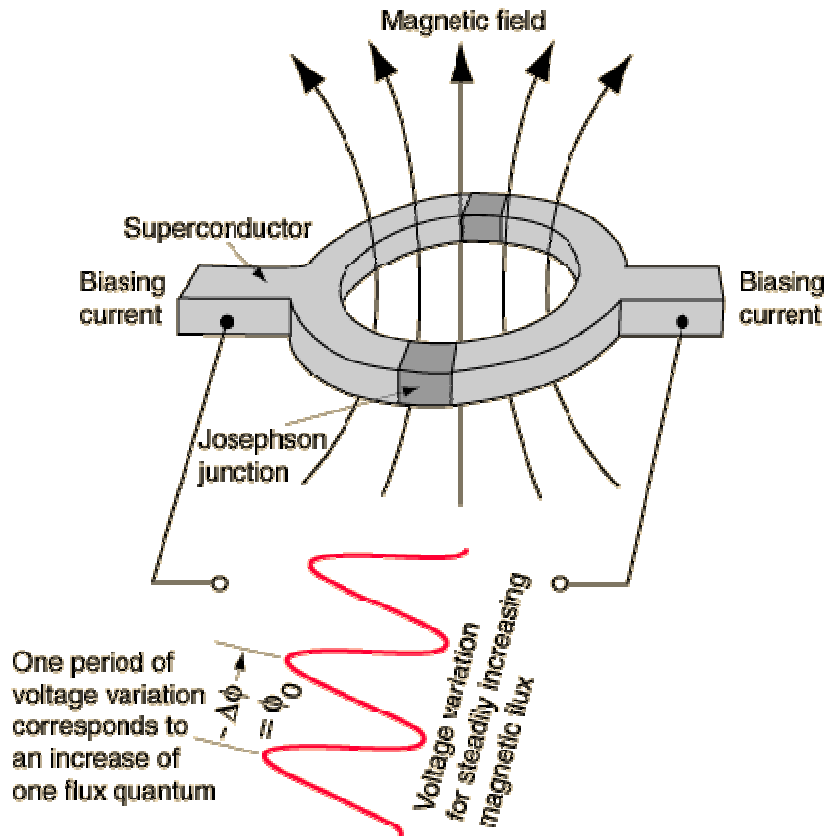


Figura 2.2: Ilustração esquemática de um sensor SQUID com duas Junções Josephson em paralelo.<sup>59</sup>

$$J = 2J_C \sin \gamma_0 \cos \left( \pi \frac{\Phi}{\Phi_0} \right) \quad (2.1)$$

Assim podemos ver que a corrente - ou a voltagem, como ilustra a Figura 2.2 - varia com o fluxo magnético  $\Phi$  e sua magnitude será máxima cada vez que a razão  $\Phi/\Phi_0$  for um número inteiro. Portanto esse dispositivo pode ser usado para medir campos magnéticos muito pequenos e o fará com muita sensibilidade, o que se constitui na principal vantagem frente a outros equipamentos.

Já a estação experimental PPMS atinge até 9 Tesla e opera em temperaturas entre 1.8 e 400K, podendo gerar correntes de transporte de até 5 mA e campos de

excitação de até 15 Oe, com frequências variando entre 10 Hz e 10 kHz. Um magneto supercondutor gera o campo magnético através do qual a amostra é extraída, e a detecção do sinal da amostra é feita por bobinas de cobre. Para este trabalho usamos as duas estações experimentais de modo quase indistinto, reservando especialmente para o PPMS as medidas de suscetibilidade a altas frequências e altos campos de excitação, particularmente nas faixas de valores indisponíveis no MPMS.

Ambas as estações experimentais possuem uma “vareta” própria, para cada equipamento, na qual é fixado um canudo plástico com a amostra. Para algumas medidas deste trabalho variamos o ângulo entre o campo magnético aplicado e o plano das amostras, usando uma coleção de suportes em forma de cunha. Na Figura 2.3 temos uma imagem de 5 pares de cunhas de *teflon* e de um arranjo experimental “canudo + cunha + graxa de vácuo + amostra + linha”, cuja montagem está detalhada na Figura 2.4, e que é introduzido na estação experimental de medida. O arranjo é basicamente o mesmo para o MPMS ou PPMS, apenas difere no comprimento do canudo.

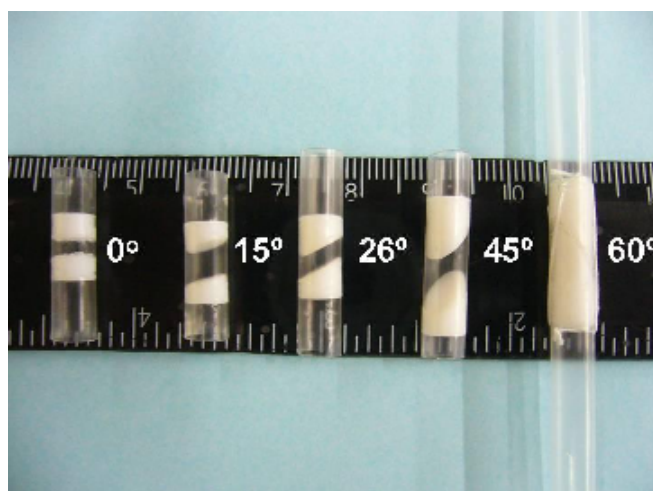


Figura 2.3: Cunhas de  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $26^\circ$  e  $45^\circ$ , da esquerda para a direita. Mais à direita temos um conjunto completo de “canudo + cunha  $60^\circ$  + graxa de vácuo + amostra (filme de Nb indentado FIB) + linha”.

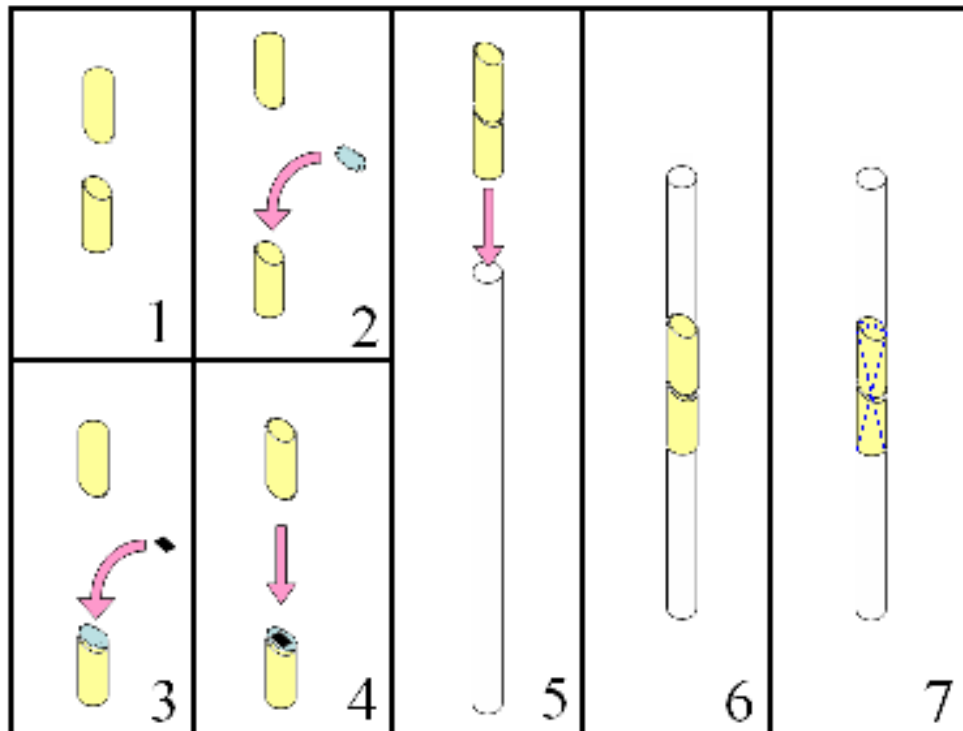


Figura 2.4: A cunha de teflon (1) recebe a graxa de vácuo (2) sobre a qual a amostra (3) fica fixa (4), para ser introduzida (5) no canudo (6) e amarrada com linha na posição correta (7).

### 2.1.1 Medidas de Magnetização

Mantendo a temperatura  $T$  fixa e variando o campo magnético  $H$ , obtemos um diagrama  $M \times H$  que, além de informações sobre o tipo de material caracterizado – ferromagnético, antiferromagnético, diamagnético – também pode nos fornecer informações importantes como  $H_{C2}$  e  $H_{irr}$ . Para este trabalho é relevante ressaltar que é possível obter as densidades de correntes críticas intergranulares a partir das medidas de  $\Delta M$  do *loop* de histerese, como mencionamos no Capítulo 1.

Medidas  $M \times T$ , de magnetização em função da temperatura, também são muito importantes para caracterização de um material supercondutor. De curvas  $M \times T$  feitas

pelos procedimentos *ZFC* (“zero field cooled”) e *FC* (“field cooled”), podemos obter a temperatura crítica do material  $T_C$  e a temperatura de irreversibilidade  $T_{irr}$ . No procedimento *ZFC* a amostra (no estado normal, sem campo magnético aplicado, e com história magnética “apagada”) é resfriada até o estado supercondutor e só aí é submetida a um campo magnético. As medidas são então realizadas enquanto a amostra é aquecida. Já no procedimento *FC*, a amostra no estado normal é submetida a um campo magnético e então levada ao estado supercondutor; as medidas são realizadas durante o resfriamento.

O limite da irreversibilidade magnética pode ser obtido através de  $\Delta M(T) = M_{FC}(T) - M_{ZFC}(T)$ . O ponto no qual os dados de  $\Delta M(T)$  abandonam a reta de base zero, definida pelos dados da região reversível, é tomado como sendo a temperatura de irreversibilidade magnética  $T_{irr}$ . Isto equivale a escolher o primeiro ponto em que a curva *FC* difere da curva *ZFC*.

### 2.1.2 Medidas de Suscetibilidade

A suscetibilidade magnética é definida como a variação da magnetização em decorrência de uma variação do campo magnético aplicado, tal que:

$$\chi = \chi(\mathbf{H}) = \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \mathbf{H}} \quad (2.2)$$

Consideremos o campo aplicado  $H$  como a superposição de dois campos colineares  $H = H_o + h$ , onde  $h$  é um campo magnético alternado



$h = h_0 \cos \omega t = h_0 \operatorname{Re}\{e^{i\omega t}\}$  superposto ao campo DC  $H_0$ . Assim, teremos

$H(t) = H_0 + h_0 \cos \omega t$  e a magnetização pode ser escrita como:

$$m = m_0 \operatorname{Re}\{e^{i(\omega t + \phi)}\} \quad (2.3)$$

onde a defasagem  $\phi$  é devida a causalidade do fenômeno:  $m$  é a resposta à excitação  $h$ .

Assim,

$$\chi = \frac{m_0}{h_0} \exp(i\phi) \quad (2.4)$$

Esta, por sua vez, pode ser separada nas partes real e imaginária:

$$\chi = \chi' + i\chi'' \quad (2.4)$$

A componente  $\chi'$  está relacionada à resposta de  $M(t)$ , em fase com o campo aplicado, e  $\chi''$  está relacionada com a energia  $E = \chi'' \frac{\omega h_0^2}{2}$  absorvida pelo material em um período. Isto é, a componente real  $\chi'$  está associada à resposta dos momentos magnéticos excitados por  $h$ , enquanto  $\chi''$  está associada às perdas de energia durante o processo dinâmico de excitação dos momentos.

As medidas de suscetibilidade-AC,  $\chi_{ac}(T) = \chi'(T) + i\chi''(T)$ , são de grande importância dentro deste trabalho, pois o pico da suscetibilidade imaginária  $\chi''$  nos permite construir, no diagrama de fases magnéticas, a *linha de máxima dissipação de energia*, devida à movimentação viscosa dos vórtices no estado misto. Muitas vezes esta técnica é associada, na literatura, à detecção da fronteira da transição ordem-desordem de fusão da *Matéria de Vórtices*<sup>60-62</sup>. Neste trabalho usaremos a temperatura de pico da suscetibilidade imaginária  $T_p$  para construir a linha de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  da *Matéria de Vórtices* no diagrama de fases magnéticas.

## 2.2 Microscopia

Para a realização deste trabalho as amostras foram caracterizadas utilizando diversas técnicas, dentre elas: microscopia eletrônica de varredura, microscopia de força atômica e microscopia ótica. Cada técnica tem características próprias, e no caso do nosso trabalho algumas imagens foram feitas ao mesmo tempo e pelo mesmo colaborador que inseriu os defeitos em nossos filmes de *Nb*, e é a isso que se deve esta variedade de técnicas utilizadas.

O microscópio ótico consiste em um conjunto de lentes que permitem a observação da amostra com aumento de no máximo 2000 vezes, que é o limite para instrumentos que utilizam a luz visível. É um equipamento simples que permite a obtenção de imagens sem muitos detalhes, para o caso de nosso trabalho. O microscópio ótico utilizado nesse trabalho é um *Nikon* modelo *Elipse ME 600* e é pertencente ao *Grupo de Cerâmicas Ferroelétricas da Universidade Federal de São Carlos*.

Já o microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um instrumento utilizado para caracterizar superfícies sólidas, orientação cristalina, composição química, granularidade, etc. A técnica consiste em focalizar um feixe de elétrons de alta energia em um ponto da amostra. Os elétrons que, por sua vez, são emitidos em uma larga faixa de energia, são coletados e convertidos em sinais elétricos. Assim que o feixe de elétrons emitido varre a superfície estudada, pode-se gerar uma imagem completa da região da amostra. Neste trabalho utilizamos o MEV para observar aspectos superficiais das amostras e redes de defeitos inseridos nelas. O equipamento utilizado neste trabalho pertence ao *Centro de Componentes Semicondutores – UNICAMP*, sistema *Dual-Beam* modelo *NOVA 200 Nanolab* da *FEI Co.*

O microscópio de força atômica (AFM) usa interação entre as forças sonda-amostra para traçar o mapa da superfície e o princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte em cuja extremidade livre onde está montada a sonda. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra. As medidas de AFM foram feitas em um equipamento *Shimadzu SPM9500 J3*, pertencente ao *Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná*.

## 2.3 Amostras Estudadas

### 2.3.1. Filme de Nb Prístino

Os filmes estudados neste trabalho são todos de *Nb* (nióbio metálico), depositados via *UHV DC-magnetron sputtering system* em um substrato de Si (100), em uma câmara resfriada com nitrogênio líquido abaixo de  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  e pressão de pelo menos  $3 \times 10^{-9}\text{ mbar}$ , com pressão parcial de oxigênio abaixo de  $10^{-11}\text{ mbar}$ . Esses filmes de *Nb* apresentam características de granularidade e textura próprias, induzidas durante o crescimento, inclusive pelo substrato. Todas as amostras têm aproximadamente  $1\text{ mm}^2$  e nos foram fornecidas pelo grupo do *Prof. Dr. Mark G. Blamire* do *Department of Materials Science, University of Cambridge-UK*.

Quando nos referirmos à amostra prístina, isto é, ao filme virgem, estaremos tratando de uma amostra específica de espessura  $500\text{ nm}$ . Esta amostra prístina contém, portanto, apenas os defeitos induzidos durante o crescimento do filme. Os demais filmes fornecidos foram alterados com a introdução de redes de defeitos colunares, os quais descreveremos a seguir.

### 2.3.2 Filme de Nb Indentado “Through Holes”

No filme de *Nb* indentado *through holes* (TH), foi produzida uma rede quadrada de 30 x 30 indentações, que consistem em “buracos” transpassando a amostra até o substrato (daí o nome *through holes*), sendo a espessura do filme de 200 nm. Estes defeitos colunares estão distantes entre si 10  $\mu\text{m}$  e a região danificada pela ferramenta de indentação tem aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ , como vemos na Figura 2.5.

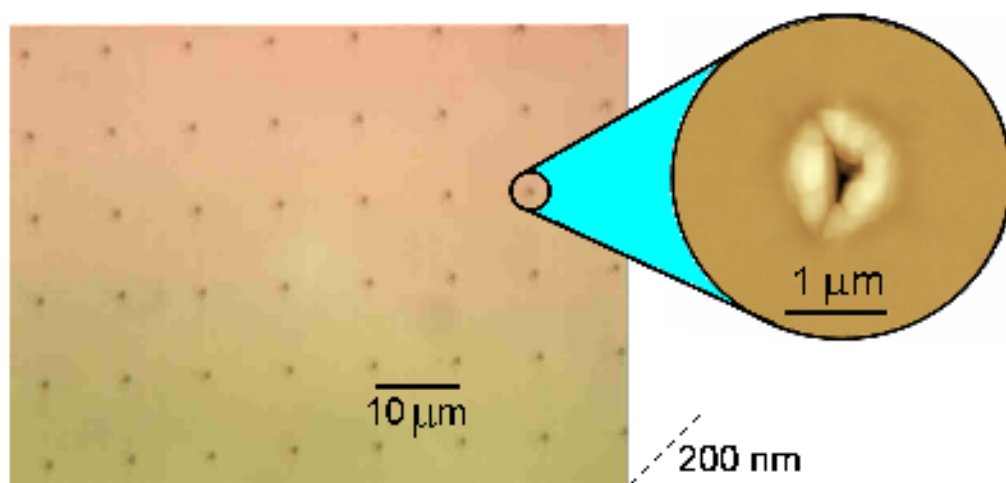


Figura 2.5: Filme de Nb indentado TH, com rede quadrada de 30 x 30 defeitos colunares (imagem de microscopia ótica).

As indentações foram produzidas no filme pelo *Prof. Dr. Carlos Maurício Lepiński* do Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná, usando um equipamento *Nanoindenter XP da MTS Systems*, visto na Figura 2.6. O perfil de penetração típico da ferramenta utilizada será mostrado a seguir.

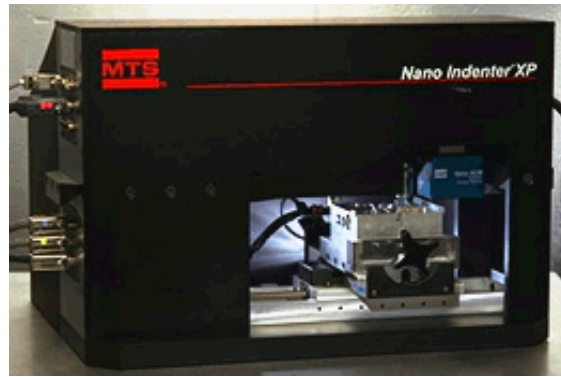


Figura 2.6: Equipamento *Nanoindenter XP* da *MTS Systems*

### 2.3.3 Filme de Nb Indentado “Blind Holes”

No filme de *Nb* indentado *blind holes* (BH), foi produzida uma rede quadrada de 26 x 26 indentações, que consistem em perfurações que não transpassam completamente a amostra, não chegando até o substrato (daí o nome *blind holes*), sendo a espessura do filme de 500 *nm*.

O perfil de penetração típico da ferramenta indentadora utilizada neste trabalho pode ser visto na Figura 2.7, para um filme de *Nb* BH. A linha verde no perfil corresponde às regiões mais claras da figura, e se deve ao acúmulo de material arrastado para as bordas da região indentada pela incisão da ferramenta, cuja ponta tem a forma piramidal. As linhas azul e vermelha do perfil correspondem às regiões G e H da amostra, não atingidas pela indentação, e na tabela abaixo vemos que a profundidade de penetração ali é cerca de pouco mais que 300 *nm*. Como o filme tem 500 *nm* de espessura, fica claro que a ferramenta não atingiu o substrato, ao contrário do filme TH, que tem 200 *nm*.

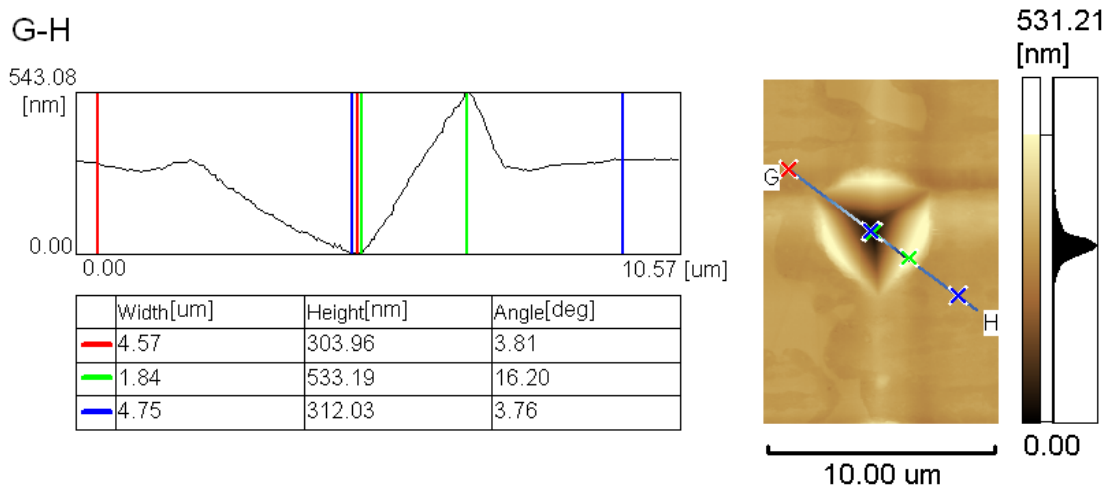


Figura 2.7: Imagem AFM (microscopia de força atômica) da região do defeito e perfil de penetração típico da ferramenta usada para fazer as indentações nas amostras deste trabalho.

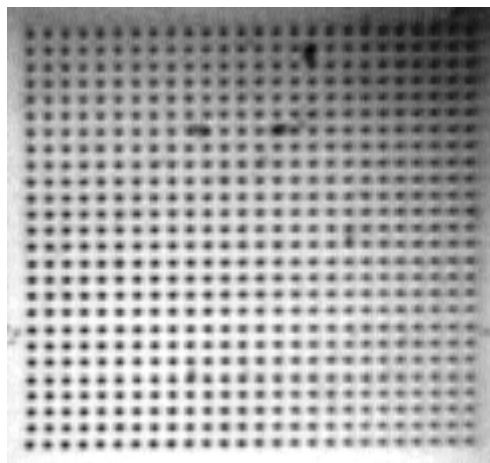


Figura 2.8: Filme de Nb indentado BH, com rede quadrada de 26 x 26 defeitos colunares (imagem de microscopia ótica)

Estes defeitos colunares, produzidos com a mesma ferramenta usada no filme TH, estão  $10\ \mu\text{m}$  distantes entre si e a região danificada pela ferramenta de indentações tem aproximadamente  $1\ \mu\text{m}$ . A rede completa da amostra BH pode ser vista na Figura 2.8.

### 2.3.4 Filme de Nb “Focused Ion Beam”

O filme de Nb *Focused Ion Beam* (FIB), tem uma rede trapezoidal de 120 x 80 defeitos colunares distantes entre si aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . O equipamento utilizado na obtenção desta rede de defeitos foi um *Dual-Beam modelo NOVA 200 Nanolab da FEI Co*, visto na Figura 2.9, e permite gravar padrões na superfície diretamente, sem o uso de máscaras, possibilitando a prototipagem rápida de dispositivos, podendo ser usado para a deposição de metais e dielétricos, além de obter imagens de alta resolução através de microscopia eletrônica de varredura.



Figura 2.9: Sistema Dual-Beam (FIB-MEV).

Um feixe de íons de *Ga* desgastou o filme de 500 *nm* de espessura, produzindo “buracos” que se estendem até o substrato, como podemos observar na Figura 2.10. É nítido que os furos têm diâmetro pouco inferior a 600 *nm*, e que há uma região danificada superficialmente, que se estende por toda a periferia do defeito profundo.

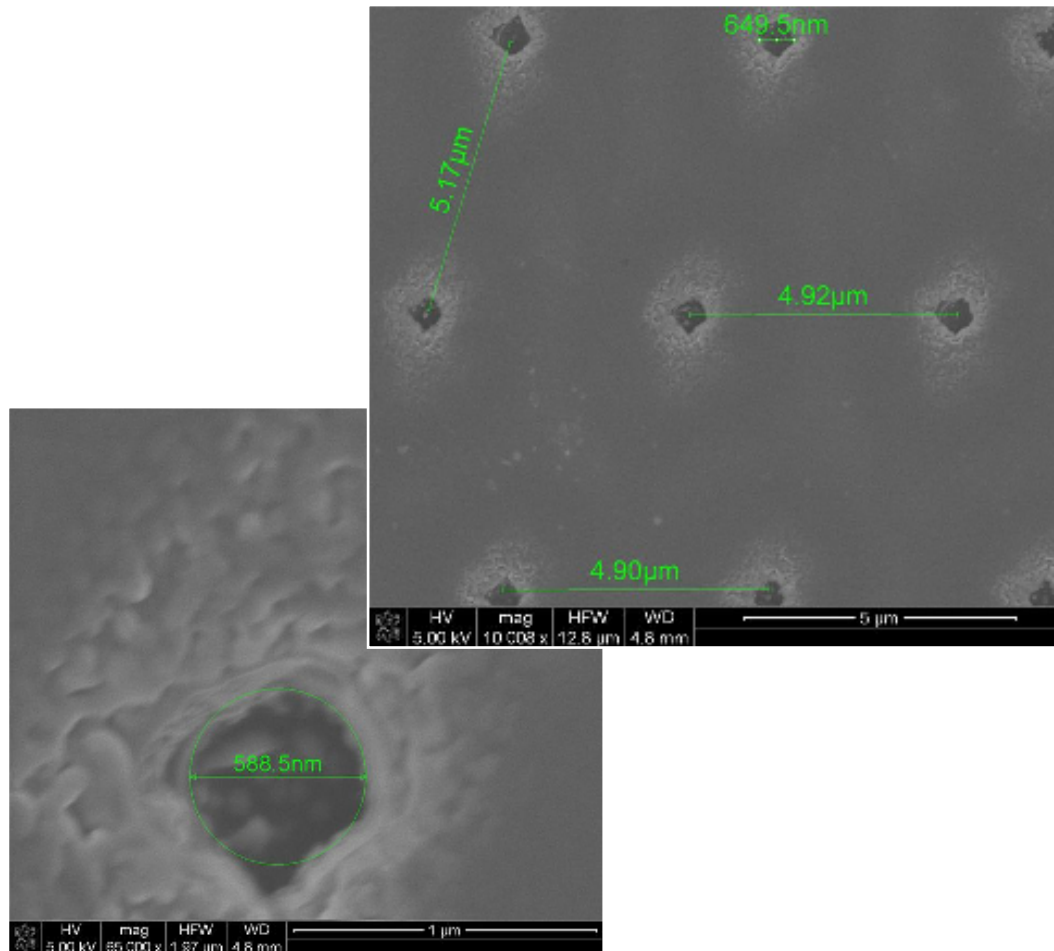


Figura 2.10: Filme de Nb FIB com rede trapezoidal de 120 x 80 defeitos colunares; no detalhe, região atingida pelo feixe de íons (imagem de microscopia eletrônica de varredura – MEV).

Esses defeitos colunares foram produzidos no *Centro de Componentes Semicondutores – UNICAMP*, pelo Dr. Alfredo R. Vaz, do grupo do Dr. Stanislav A. Moshkalev.



## Capítulo 3

# RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 3.1 Construção do Diagrama de Fases Magnéticas

O diagrama de fases  $H \times T$  é uma representação conveniente dos diferentes estados do sistema na fase supercondutora. Neste estudo estaremos particularmente interessados na determinação da fronteira entre os estados ordenado e desordenado da *Matéria de Vórtices*,  $H_{OD}(T)$ . Para melhor situá-la no diagrama, incluímos também a linha de irreversibilidade,  $H_{irr}$ , e a linha de campo crítico superior,  $H_{C2}$ . A porção do diagrama de fases que abriga as diferentes fases da *Matéria de Vórtices* situa-se entre as linhas  $H_{C1}(T)$  e  $H_{C2}(T)$ , mas na geometria adotada neste estudo -  $H$  perpendicular ao filme - a fronteira inferior envolve valores tão baixos de campo ( $H_{C1}(T = 5K) \leq 10^2 Oe$ ) que seria difícil distingui-la do eixo horizontal, razão pela qual optamos por não representá-la nos diagramas das amostras estudadas.

É possível obter  $T_c(H)$  através de medidas  $\chi \times T$ , considerando o primeiro ponto com suscetibilidade nula. Esse é o marco da transição supercondutora do estado misto para o estado normal, e pode ser visto na Figura 3.1.

Nas Figuras 3.1 e 3.2 vemos também a temperatura de pico  $T_p(H)$  de curvas de suscetibilidade imaginária em medidas  $\chi \times T$ , que nos fornece os pontos associados à *linha de máxima dissipação de energia* devido ao movimento viscoso dos vórtices na amostra. Para cada valor de campo magnético aplicado temos um valor de  $T_p(H)$  que formará uma nova linha no diagrama  $H \times T$ .

O pico da suscetibilidade imaginária  $\chi''$ , para valores suficientemente pequenos do campo de excitação  $h_{ac}$  e da frequência  $f$ , está intimamente associado à transição entre dois estados da *Matéria de Vórtices*<sup>60,62</sup>. Neste caso tratamos de uma transição de ordem-desordem, associada por muitos à linha de irreversibilidade<sup>61</sup>. Na verdade,  $T_p(H)$  permite detectar, de forma aproximada, o início da dependência de  $\chi$  com a amplitude<sup>57,60</sup>, o que coincide com o início do regime não-linear de curvas  $I \times V$ <sup>61,63</sup>. Esta não-linearidade é uma marca da fusão da rede de vórtices e da irreversibilidade magnética. Por isso, para este trabalho, associamos o pico da suscetibilidade imaginária  $\chi''$  à transição de fase de ordem-desordem da *Matéria de Vórtices*, construindo com  $T_p(H)$  uma fronteira  $H_{OD}(T)$  no diagrama de fases magnéticas, o que é uma técnica comum na literatura.<sup>61,63</sup>

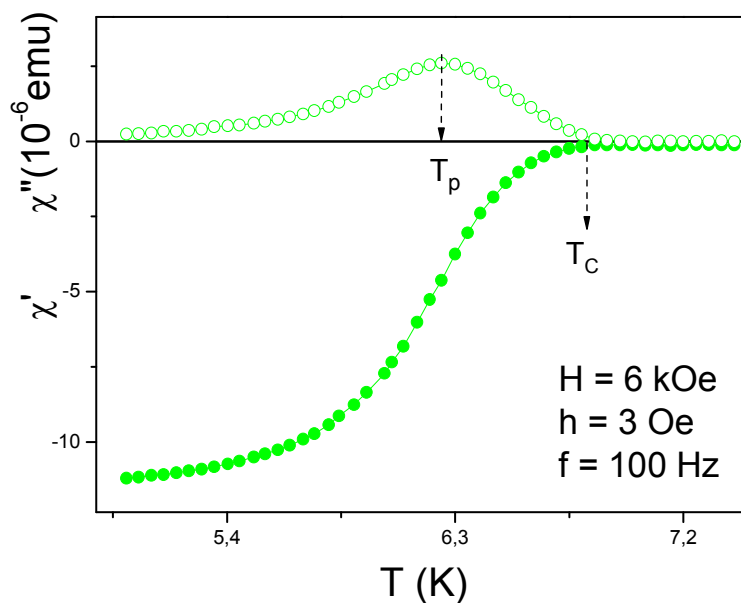


Figura 3.1: Medida  $\chi \times T$  na amostra FIB,  $H = 6$  kOe,  $h_{ac} = 3$  Oe e  $f = 100$  Hz. Transição supercondutora do estado misto para o estado normal demarcada por  $T_c(H)$ ;  $T_p(H)$  está associado a um máximo na dissipação de energia.

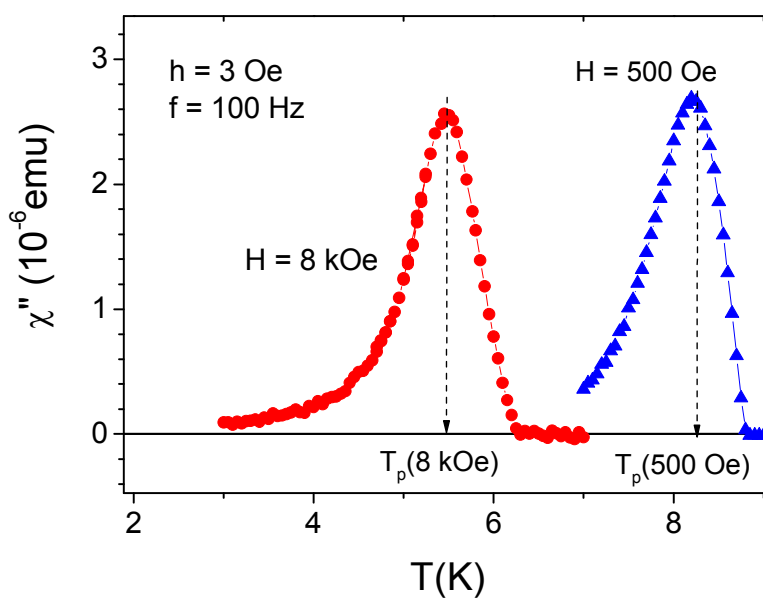


Figura 3.2: Medida  $\chi'' \times T$  para a amostra BH,  $h_{ac} = 3$  Oe,  $f = 100$  Hz, mostrando diferentes valores de  $T_p$  para diferentes valores de campo magnético aplicado.

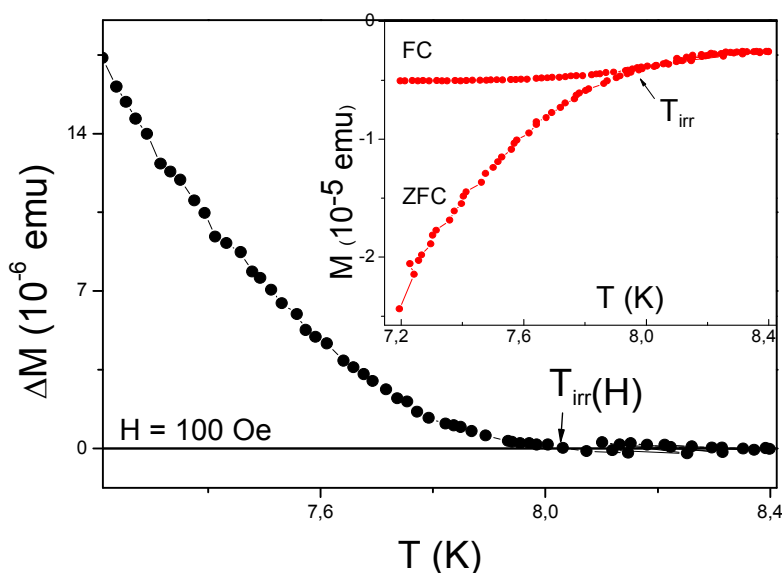


Figura 3.3:  $\Delta M = M_{FC} - M_{ZFC}$  para a medida de magnetização  $M \times T$  vista no painel inserido da figura, para a amostra TH, em  $H = 100$  Oe, com  $T_{irr}(H)$  em destaque.

A linha de irreversibilidade  $H_{irr}$  foi obtida através de medidas  $M \times T$  e procedimento ZFC (“zero field cooled”) e FC (“field cooled”), como já mencionado no Capítulo 2. A Figura 3.3 mostra a estratégia usada na obtenção da temperatura de irreversibilidade  $T_{irr}(H)$  através de  $\Delta M$  referente à medida de magnetização  $M \times T$  vista no painel inserido da figura, para a amostra TH, em  $H = 100$  Oe. É importante obter  $H_{irr}$ , para localizá-la em relação à linha de máxima dissipação de energia,  $H_{OD}(T)$ , pois, embora próximas, ambas delimitam regiões com significados diferentes no diagrama de fases magnéticas, o que discutiremos em detalhes mais adiante.

Nas figuras a seguir veremos 4 gráficos referentes aos diagramas de fases magnéticas com  $H_{OD}(T)$ ,  $H_{irr}(T)$  e  $H_{C2}(T)$ , para as amostras estudadas neste trabalho: Figura 3.4 - filme TH, Figura 3.5 - filme BH, Figura 3.6 - filme FIB, Figura

3.7 - filme prístino. Os pontos obtidos experimentalmente estão unidos por segmentos de reta apenas para clareza visual; ajustes baseados em modelos específicos para as linhas de fusão serão apresentados a seguir. Para realizar as medidas de suscetibilidade que resultaram nestes diagramas, foi usado o mesmo campo de excitação  $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$  e  $f = 100$  e  $500 \text{ Hz}$ . A suscetibilidade não é alterada nesta faixa de valores de frequências, e a razão da escolha destes parâmetros para a realização deste trabalho será discutida mais adiante neste mesmo Capítulo.

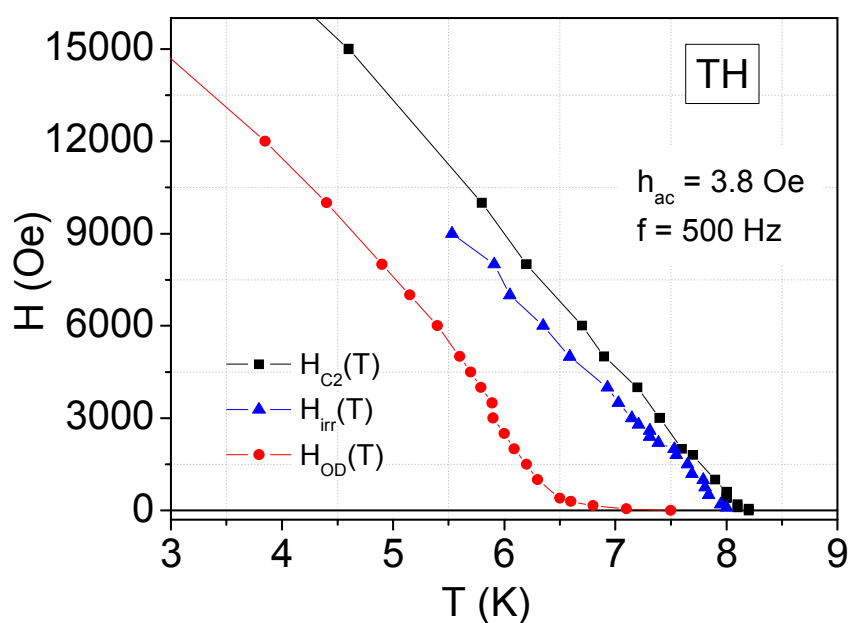


Figura 3.4: Diagrama de fases magnéticas ( $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$ ,  $f = 500 \text{ Hz}$ ) para o filme TH.

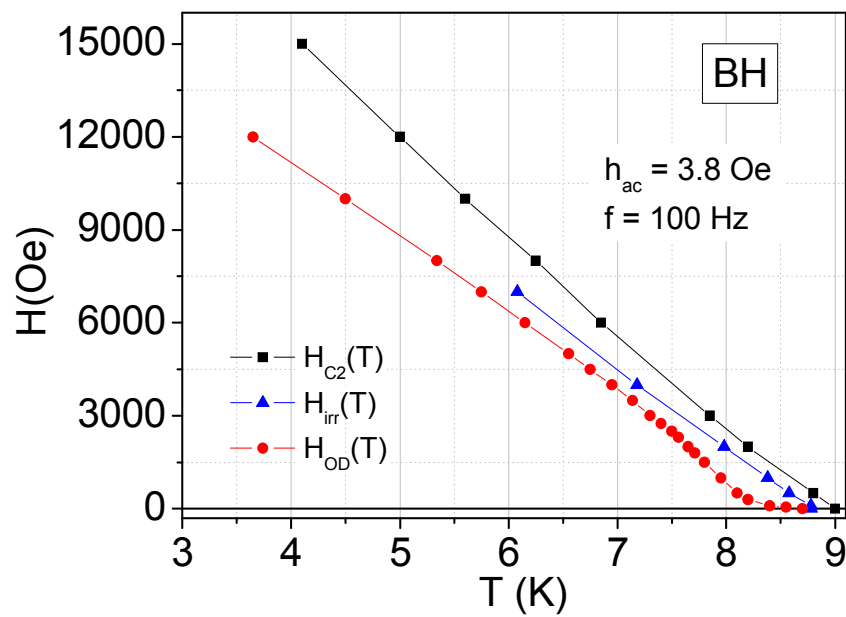


Figura 3.5: Diagrama de fases magnéticas ( $h_{ac} = 3.8$  Oe,  $f = 100$  Hz) para o filme BH.

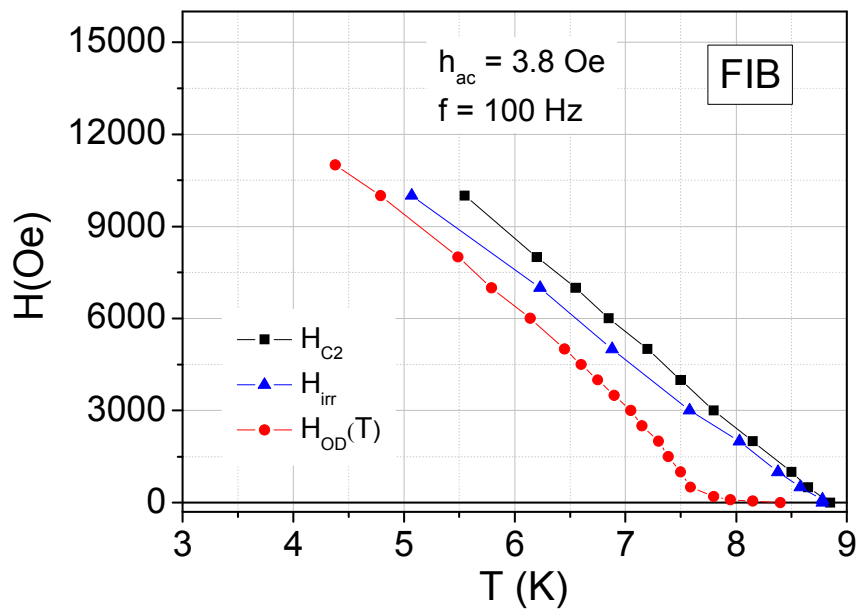


Figura 3.6: Diagrama de fases magnéticas ( $h_{ac} = 3.8$  Oe,  $f = 100$  Hz) para o filme FIB.

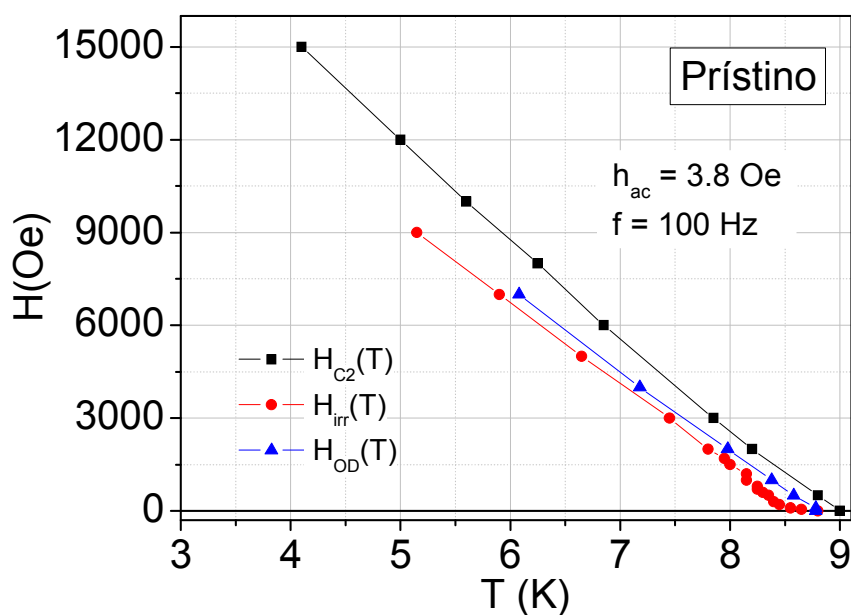


Figura 3.7: Diagrama de fases magnéticas ( $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$ ,  $f = 100 \text{ Hz}$ ) para o filme prístino.

Agora que sabemos em que contexto se encontra a linha  $H_{OD}(T)$  de cada uma das amostras estudadas, em um panorama geral do diagrama de fases magnéticas, faremos um estudo mais detalhado desta fronteira de mobilidade da *Matéria de Vórtices*.

## 3.2 A Linha de Transição de Ordem-Desordem

### 3.2.1 O Kink na Transição

Observando-se atentamente as fronteiras  $H_{OD}(T)$  para as diferentes amostras, nota-se, em todas elas, uma mudança de regime a campos baixos e altas

temperaturas<sup>65,66</sup>. Esta mudança corresponde ao *kink* na linha de ordem-desordem da transição *Bose-glass*, descrito por *Banerjee* e colaboradores<sup>12</sup> e modelado por *Lopatin* e *Vinokur*<sup>58</sup>, que havíamos discutido no Capítulo 1.

Como vemos nos gráficos das Figuras 3.8 a 3.11, onde  $h_{ac} = 3.8$  Oe, há claramente uma temperatura de *kink*,  $T_k$ , que separa dois regimes diferentes da linha de ordem-desordem das amostras estudadas neste trabalho: regiões de altos campos e baixas temperaturas, onde as forças de *pinning* dominam a transição, e regiões de baixos campos e altas temperaturas, onde o *pinning* perde importância frente à energia térmica. Esta inversão na hierarquia da influência dominante sobre os vórtices vale para as quatro amostras estudadas, indicando uma universalidade de comportamento que pode ser descrita pelo modelo de fusão de *Nelson* e *Vinokur*<sup>55</sup>, modificado, em altas temperaturas, pela previsão do desancoramento termicamente ativado, proposta por *Lopatin* e *Vinokur*<sup>58</sup>.

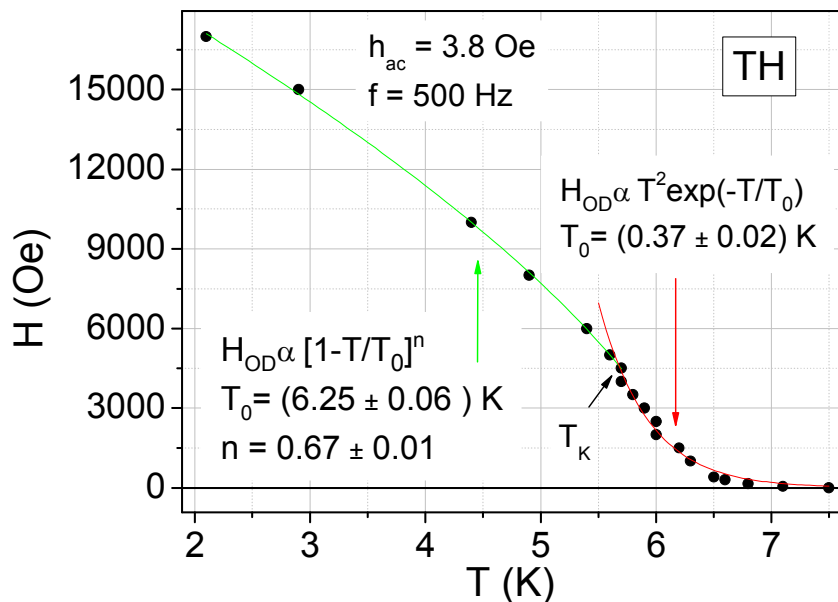


Figura 3.8: Ajuste da curva  $H_{OD}(T)$ , com  $h_{ac} = 3.8$  Oe, para o filme TH.



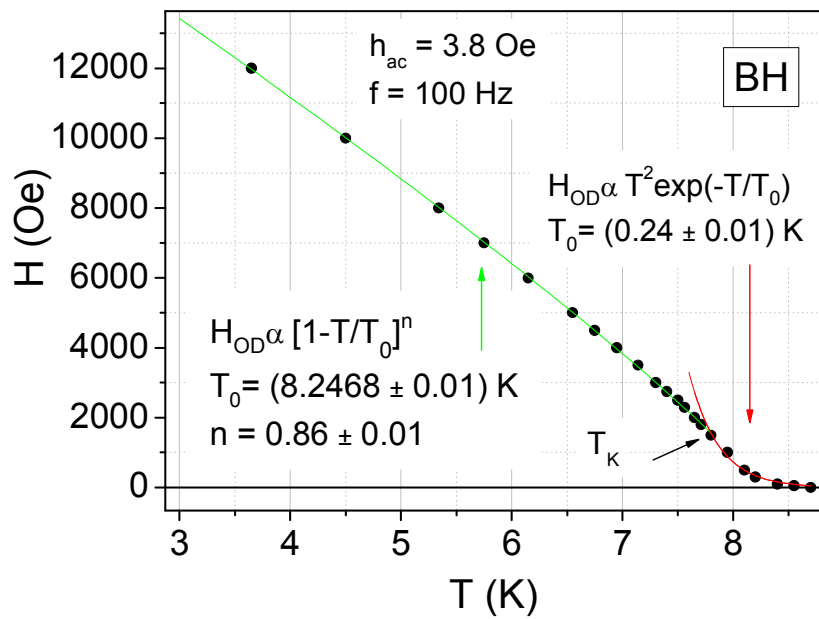


Figura 3.9: Ajuste da curva  $H_{OD}(T)$ , com  $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$ , para o filme BH.

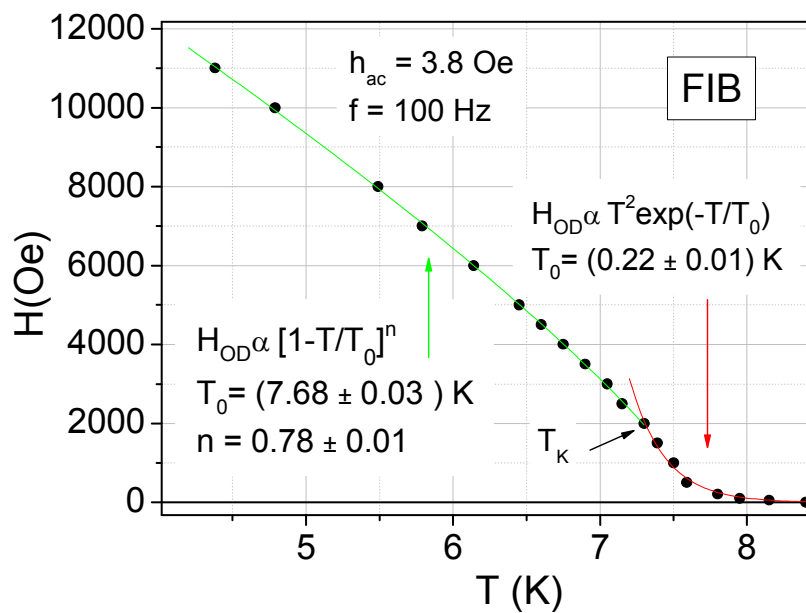


Figura 3.10: Ajuste da curva  $H_{OD}(T)$ , com  $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$ , para o filme FIB.

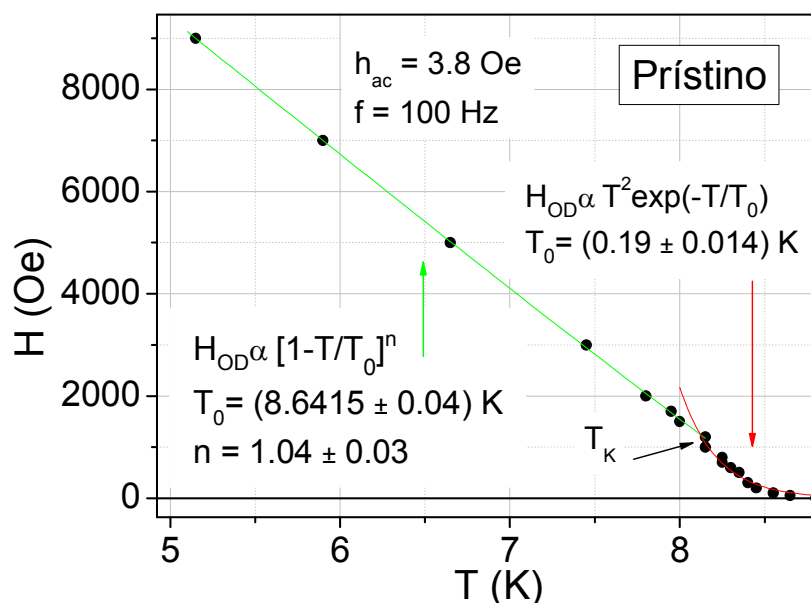


Figura 3.11: Ajuste da curva  $H_{OD}(T)$ , com  $h_{ac} = 3.8$  Oe, para o filme prístino.

Desta forma, ajustamos a região de *pinning* mais eficiente com uma lei de potência  $H = H_0(1 - T/T_0)^n$ , equação 1.35 do Capítulo 1, ajustes em verde, descrita por Nelson e Vinokur<sup>55</sup>. Uma expressão exponencial  $H = aT^2 \exp(-T/T_0)$ , equação 1.36 do Capítulo 1, ajustes em vermelho, foi utilizada para ajustar a região de *depinning* induzido pela temperatura descrita por Vinokur e colaboradores<sup>55,58</sup> para sistemas com defeitos colunares. Os ajustes podem ser vistos na Figura 3.8 - filme TH, Figura 3.9 - filme BH, Figura 3.10 - filme FIB, Figura 3.11 - filme prístino, todas obtidas com  $h_{ac} = 3.8$  Oe. A temperatura de *kink*,  $T_k$ , é definida como o ponto em comum aos dois regimes ajustados.

O expoente  $n$  na expressão  $H = H_0(1 - T/T_0)^n$  é claramente ligado à concavidade da curva ajustada, e um resumo destes dados é encontrado na Tabela 1.

Quando  $n = 1$  essa expressão descreve uma reta,  $n < 1$  indica uma concavidade para baixo. Na Tabela 1 temos valores menores ou aproximadamente iguais a 1 para o expoente  $n$ . Quanto menor o valor de  $n$ , mais evidente é o *kink*. Sabendo que  $n$  está ligado à concavidade da curva e comparando estes dados com o modelo de *Yeshurum* e colaboradores<sup>42</sup>, visto na Figura 1.20, podemos relacionar expoentes menores com valores de  $F_{pin}$  de maior magnitude. Os dados da Tabela 1 sugerem, portanto, uma hierarquia quando comparamos o expoente  $n$  do ajuste das curvas  $H_{OD}(T)$  das diferentes amostras: quanto menor o  $n$  mais eficiente seria o *pinning*.

**Tabela 1** - Expoente  $n$  do ajuste das curvas  $H_{OD}(T)$ , com  $h_{ac} = 3.8$  Oe.

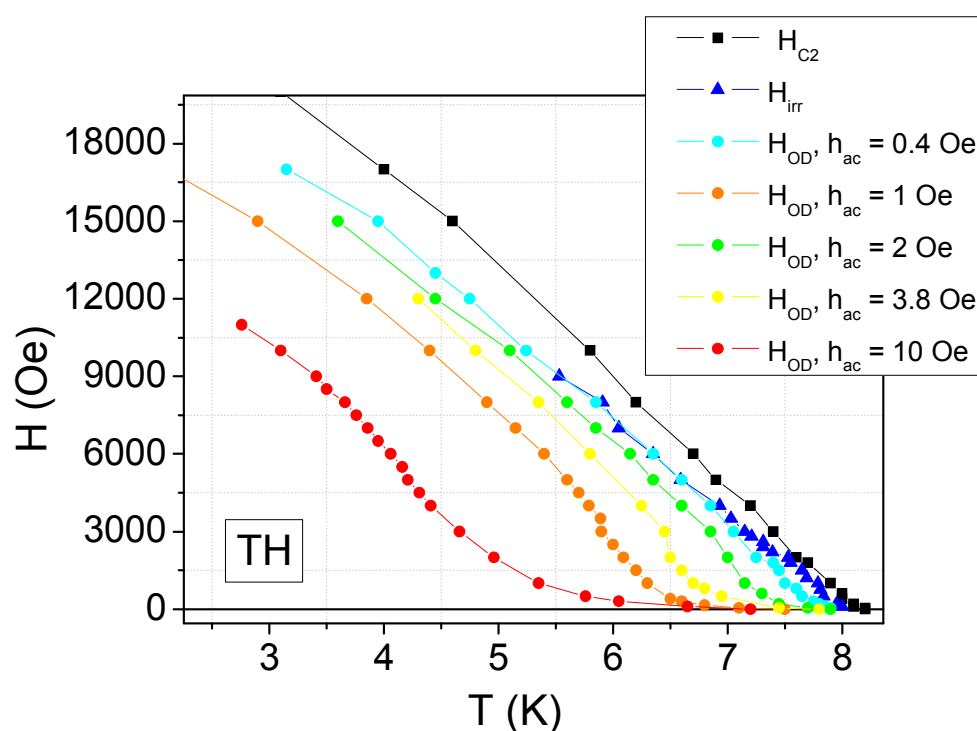
<i>Amostra</i>	<i>n</i>
<i>TH</i>	$0.67 \pm 0.01$
<i>FIB</i>	$0.78 \pm 0.01$
<i>BH</i>	$0.86 \pm 0.01$
<i>Pristina</i>	$1.04 \pm 0.03$

### 3.2.2 Dependência com o Campo de Excitação

Para cada valor fixo do campo de excitação,  $h_{ac}$ , a curva  $H_{OD}(T)$  tem dois regimes: para temperaturas abaixo de  $T_k$  o *pinning* domina a transição; para temperaturas acima de  $T_k$  acontece o *depinning* induzido pela agitação térmica. No entanto, quando os centros de ancoramento de vórtices são muito eficientes,  $T_k$  pode ser imperceptível. Como a linha de ordem-desordem é fortemente dependente do

campo de excitação<sup>57,60,65,66</sup>, um  $h_{ac}$  aplicado pode ser suficientemente grande para induzir a existência desses dois regimes, evidenciando o *kink*. Isto ocorre porque o *shaking field* junta-se à agitação térmica e ajuda no desancoramento dos vórtices. No gráfico da Figura 3.12, com dados da amostra TH, nota-se que quanto maior o valor de  $h_{ac}$  mais evidente é o *kink* e a região de *depinning* induzido pela temperatura.

Isto revela que a *temperatura de máxima dissipação de energia* deve ser escrita como  $T_p(H, h_{ac})$ , como pode ser visto no gráfico da Figura 3.13. O efeito do *shaking field* – tanto mais eficiente quanto maior o valor de  $h_{ac}$  – “antecipa” o desancoramento dos vórtices, tanto no regime de *pinning* eficiente quanto na região onde a energia térmica domina o processo dinâmico dos vórtices supercondutores.



Figuras 3.12: Dependência da linha de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  com o campo de excitação  $h_{ac}$ , para a amostra TH.

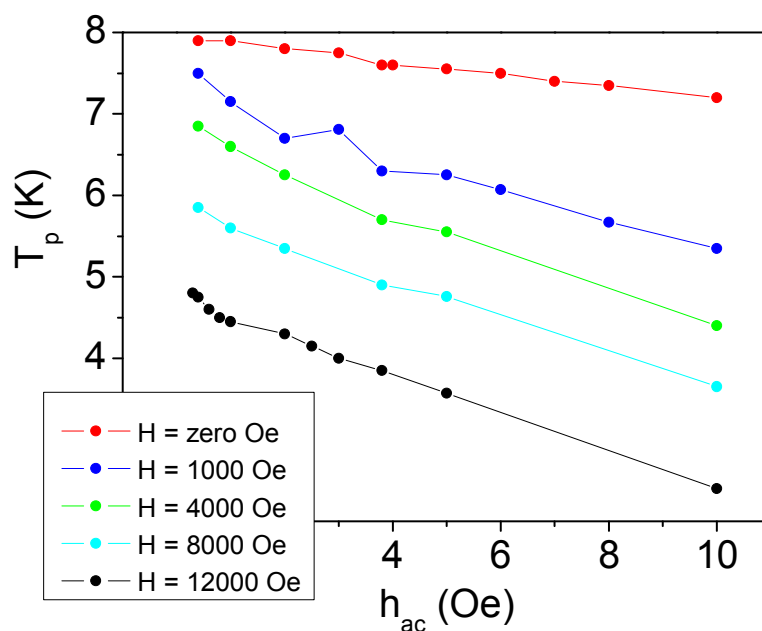


Figura 3.13: Dependência de  $T_p(H)$  com o campo de excitação  $h_{ac}$ , para a amostra TH.

Na Figura 3.12 nota-se também que, a diminuição no valor do campo de excitação  $h_{ac}$ , faz com que  $T_p(H)$  tenda gradativamente a  $T_{irr}(H)$ , de tal forma que  $H_{OD}(T)$  e  $H_{irr}(T)$  serão coincidentes para  $h_{ac}$  suficientemente pequeno. Vemos assim que, como havíamos discutido anteriormente, é mesmo aceitável associar a *linha de irreversibilidade* à *linha de transição de ordem-desordem* que ocorre quando da fusão da rede de vórtices. No entanto um  $h_{ac}$  suficientemente grande “antecipa” o processo de fusão, enquanto que a irreversibilidade persiste até  $T_{irr}(H)$ . Nossos dados experimentais estão em concordância com o conceito de  $H_{irr}$  representar bem a fusão da rede de vórtices, apesar da transição que medimos através de  $T_p(H)$  ser afetada por  $h_{ac}$ , desde que a excitação seja suficientemente alta. Usar  $h_{ac}$  grande é um

artifício experimental proposital que perturba o sistema, antecipando a fusão e induzindo o *kink* que, em condições ordinárias de medida ( $h_{ac} \approx 0$ ), não existe.

A dependência da linha  $H_{OD}(T)$  com o campo de excitação  $h_{ac}$  foi igualmente verificada para as demais amostras estudadas neste trabalho.

### 3.2.3 Dependência com a Frequência

Por completeza, verificamos a influência da frequência do campo de excitação,  $f$ , nas medidas de suscetibilidade magnética. Na Figura 3.14 vemos a variação da suscetibilidade imaginária e da temperatura de máxima dissipação de energia em função da frequência de excitação para o filme BH.

Os valores que utilizamos em nossos procedimentos experimentais neste trabalho foram de 100 Hz e de 500 Hz. Dentro deste limite o valor da suscetibilidade imaginária independe da frequência, como vemos no exemplo da Figura 3.14. No *inset* da figura vemos que, conforme aumenta-se o valor da frequência, há uma discreta variação no valor de  $T_p(H)$ , que se torna significativa apenas para valores muito altos de  $h_{ac}$ , os quais não utilizamos em nossos estudos da linha  $H_{OD}(T)$ . Isto indica que a interação entre a *Matéria de Vórtices* e seu entorno não está sendo modificada conforme variamos a frequência do campo de excitação em nossos experimentos, o que significa que a transição de ordem-desordem não está sendo alterada segundo este parâmetro, mas apenas segundo a amplitude de  $h_{ac}$ .

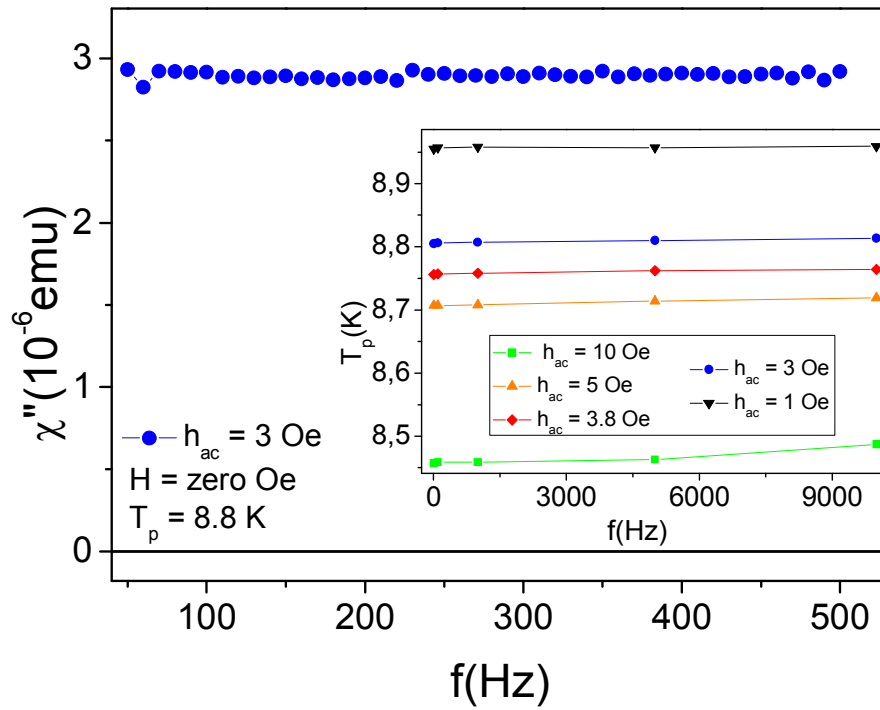


Figura 3.14: Variação da suscetibilidade imaginária e temperatura de máxima dissipação de energia (no inset), ambas em função da frequência de excitação para o filme BH.

De um modo geral, não há diferença apreciável em  $T_p(H)$  obtida a partir de medidas realizadas com frequências entre 40 e 500 Hz, seja no PPMS ou no MPMS. Além disso os valores obtidos nas duas estações experimentais para um mesmo par de valores de  $h_{ac}$  e  $f$  diferem por, no máximo,  $\Delta T = \pm 50$  mK.

### 3.2.4 Dependência com o Ângulo do Campo Magnético Aplicado

A ocorrência de um *kink* e o perfeito ajuste à teoria do *depinning* de *Vinokur* e colaboradores estão presentes no experimento da “matéria de vórtices porosa”, de *Banerjee* e colaboradores<sup>12</sup>. As Figuras 1.27 e 1.28 do Capítulo 1 mostram que o *kink*

se desloca para temperaturas mais elevadas à medida que a quantidade de “defeitos” na amostra é aumentada.

Analogamente àquele experimento, decidimos variar o ângulo  $\theta$  entre a normal ao filme e o campo magnético aplicado, tal como representado na Figura 3.15, a fim de que a força de ancoramento, agindo apenas sobre uma componente de  $H$ , pudesse simular uma eficiência progressivamente mais fraca à medida que a amostra fosse “girada”<sup>65</sup>.

A dependência da linha  $H_{OD}(T)$  com a componente perpendicular  $\vec{H}_\perp$  do campo magnético aplicado pode ser vista nas Figuras 3.16 – filme TH; 3.17 - filme BH e 3.18 – filme FIB, com  $h_{ac} = 3.8$  Oe. As linhas pontilhadas, nestas figuras, são os ajustes para  $T > T_k$ . Este valor para a magnitude da excitação foi escolhido por ser o máximo disponível na estação experimental MPMS. O *kink* exibido para tal excitação é bastante pronunciado para as três amostras.

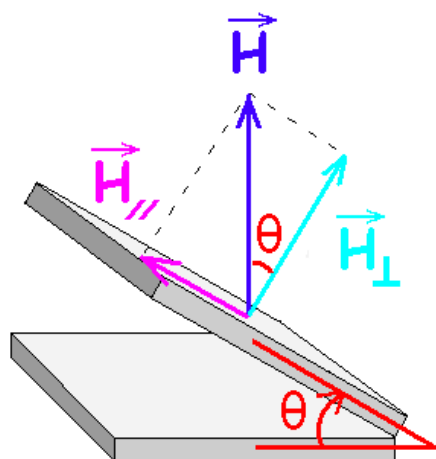


Figura 3.15: Representação da variação o ângulo de incidência  $\theta$  do campo magnético aplicado  $\vec{H}$  e suas componentes perpendicular  $\vec{H}_\perp$  e paralela  $\vec{H}_\parallel$  ao filme.



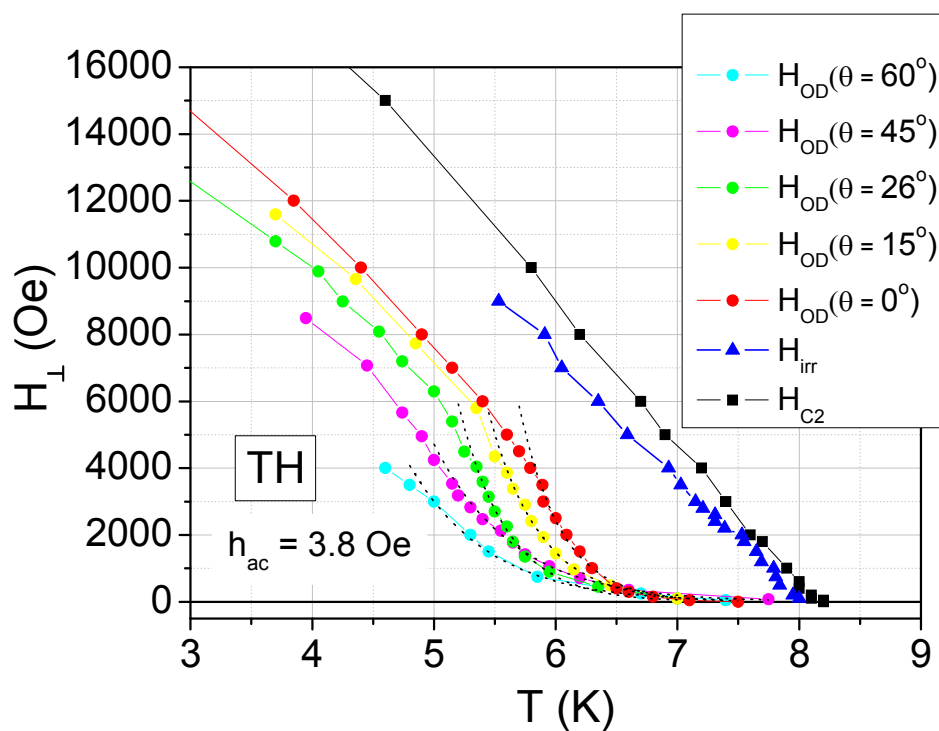


Figura 3.16: Dependência da linha  $H_{OD}(T)$  com o campo magnético perpendicular  $H_{\perp}$ , para o filme TH,  $h_{ac} = 3.8$  Oe.

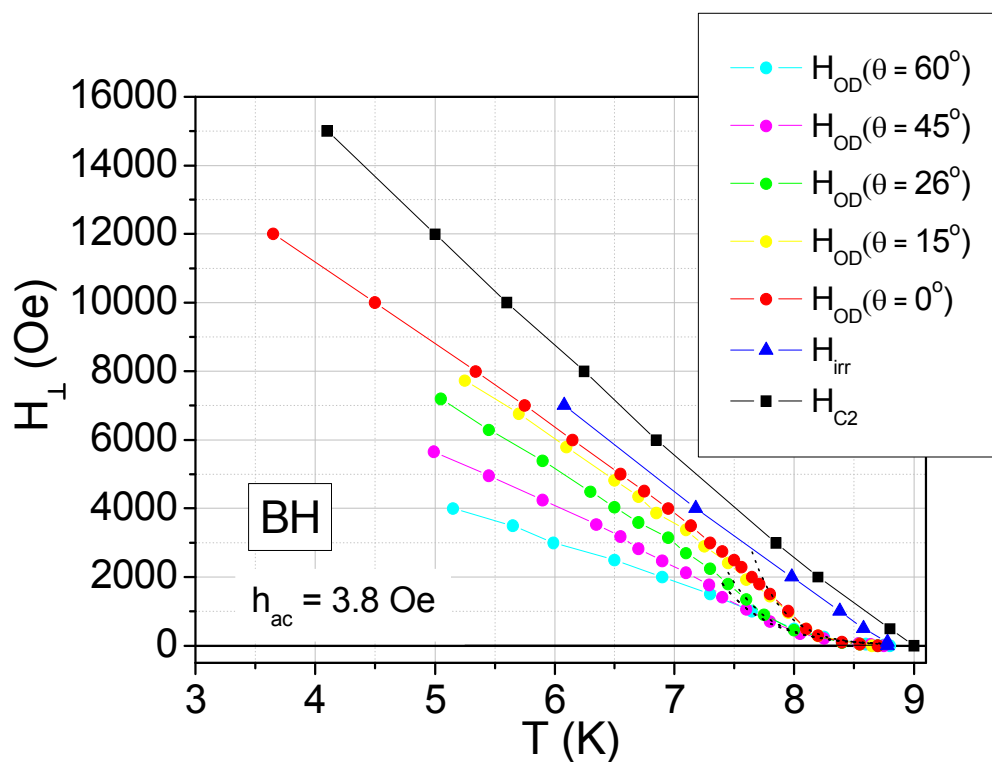


Figura 3.17: Dependência da linha  $H_{OD}(T)$  com o campo magnético perpendicular  $H_{\perp}$ , para o filme BH,  $h_{ac} = 3.8$  Oe.

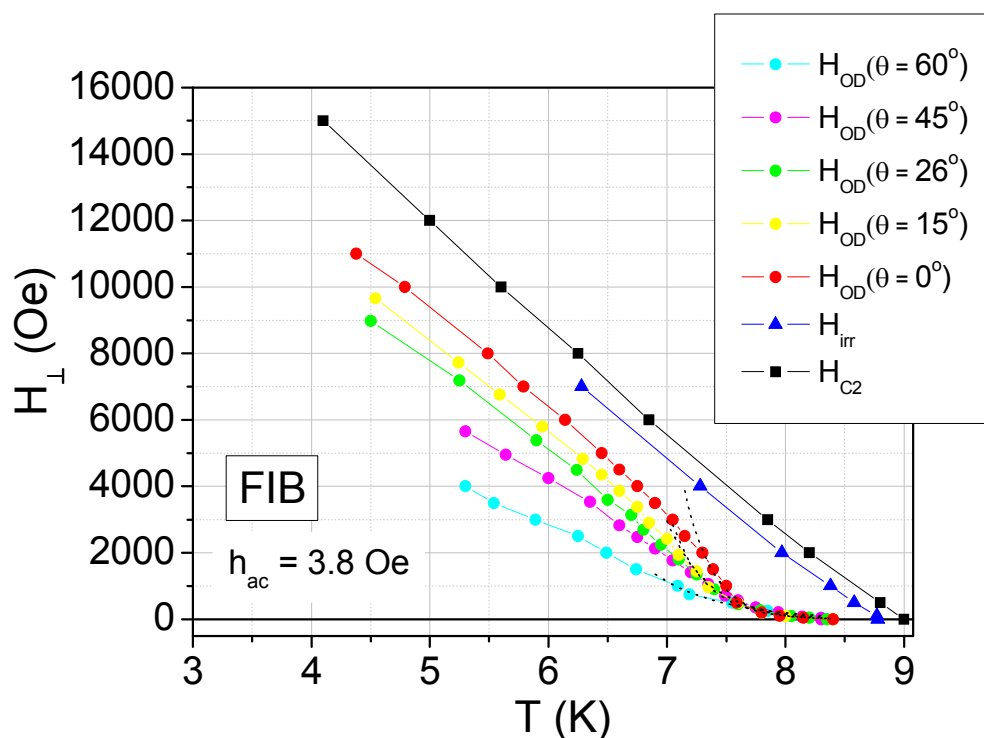


Figura 3.18: Dependência da linha  $H_{OD}(T)$  com o campo magnético perpendicular  $H_{\perp}$ , para o filme FIB,  $h_{ac} = 3.8$  Oe.

O módulo da componente  $\vec{H}_{\perp}$  do campo magnético pode ser descrito como  $H \cos \theta$  e é suprimido à medida que se aumenta o ângulo  $\theta$ , tendendo a zero em  $\theta = 90^{\circ}$ , quando só existe a componente paralela ao filme  $\vec{H}_{\parallel}$ . Por sua vez,  $\vec{H}_{\parallel}$  não “enxerga” os defeitos na amostra como colunas, uma vez que é perpendicular a elas.

Nas Figuras 3.16, 3.17 e 3.18 observa-se que, para uma dada amostra, as curvas tendam a coincidir para  $T > T_k$  e separam-se para baixas temperaturas, o que se repete em todas as amostras. Nessa faixa de temperaturas acima do *kink* a agitação térmica domina a dinâmica de vórtices e os defeitos perdem influência sobre este processo. A força de *pinning*,  $F_{pin}$ , depende de  $\theta$ , de modo que o *depinning* é “antecipado” com o aumento de  $\theta$ . Assim, neste caso, temos a variação da força de

*pinning* efetiva sobre os vórtices supercondutores, o que confirmaremos novamente mais adiante neste trabalho, com resultados de  $F_{pin} \times H_{\perp}$ .

**Tabela 2** - Expoente  $n$  do ajuste das curvas  $H_{OD}(T, \theta)$ , com  $h_{ac} = 3.8$ .

$\theta$	$n - BH$	$n - FIB$	$n - TH$
$0^{\circ}$	$0.86 \pm 0.01$	$0.78 \pm 0.01$	$0.67 \pm 0.01$
$15^{\circ}$	$0.87 \pm 0.01$	$0.78 \pm 0.02$	$0.68 \pm 0.05$
$26^{\circ}$	$0.87 \pm 0.04$	$0.87 \pm 0.02$	$0.67 \pm 0.06$
$45^{\circ}$	$0.91 \pm 0.04$	$0.88 \pm 0.03$	$0.71 \pm 0.10$
$60^{\circ}$	$0.91 \pm 0.03$	$1.31 \pm 0.10$	$1.30 \pm 0.30$

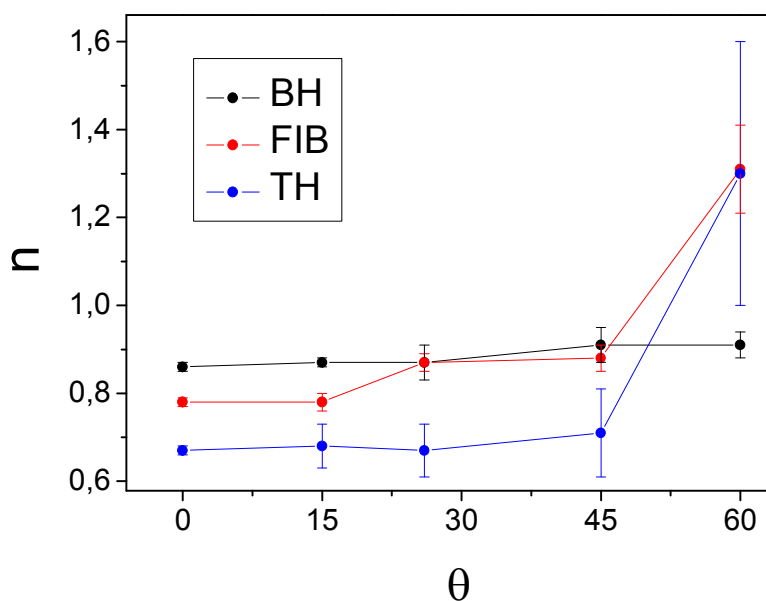


Figura 3.19: Expoente  $n$  em função do ângulo  $\theta$  para as 3 amostras.

Também ajustamos a região de *pinning* mais eficiente com uma lei de potência  $H = H_0(1 - T/T_0)^n$ , dando especial atenção ao expoente  $n$  na expressão, que está relacionado à concavidade da curva ajustada. A Tabela 2 é uma compilação dos valores de  $n$  para as 3 amostras nos 5 ângulos estudados. Conforme aumenta-se o

ângulo de inclinação da amostra, progressivamente o *kink* tende a ser suprimido, de tal modo que a faixa de temperaturas para o ajuste diminui com  $\theta$ . Os resultados para  $n$  estão na Figura 3.19, e mostram uma clara tendência na mudança de concavidade das curvas  $H_{OD}(T, \theta)$ , com  $n$  monotonamente crescente com  $\theta$ . Lembrando que  $n$  está ligado à concavidade da curva e comparando estes dados com o modelo de *Yeshurum* e colaboradores<sup>42</sup>, da mesma forma que fizemos com os dados da Tabela 1, para Tabela 2 também podemos sugerir uma hierarquia: quanto maior o ângulo  $\theta$ , menos eficiente o *pinning* e maior o valor de  $n$ .

### 3.3 As Forças de Pinning

#### 3.3.1 Dependência com o Ângulo do Campo Magnético Aplicado

A força de *pinning* foi calculada usando o *loop* de histerese nas medidas  $M \times H$ , de onde obtivemos o valor de  $\Delta M$ , tal como vemos na Figura 3.20. Para tal usamos a equação 1.18 e 1.25 do Capítulo 1, procedendo da mesma forma que *E. Zeldov* e colaboradores<sup>66</sup> para encontrar  $F_{pin}$ . É importante comentar que as flutuações vistas nas vizinhanças de  $\pm 2 \text{ kOe}$  têm origem conhecida<sup>67</sup>: devem-se ao *flux creep* no fio da bobina supercondutora. Por isso esse “ruído” também se repete nas figuras subsequentes, sendo que este efeito não interfere em nosso estudo.

Portanto, para uma temperatura fixa é possível verificar a variação da força de *pinning*  $F_{pin}$  em função da componente do campo magnético perpendicular ao filme  $\vec{H}_{\perp}$ , como temos na Figura 3.21 – filme TH; Figura 3.22 – filme BH e Figura 3.23 – filme FIB.<sup>68</sup>

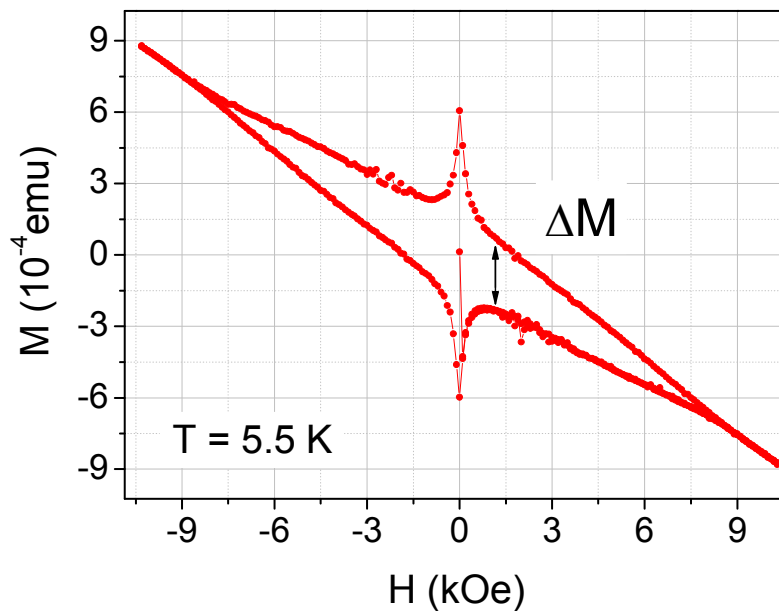


Figura 3.20: Loop de histerese  $M \times H$  para a amostra FIB, com  $T = 5.5 \text{ K}$  e  $\theta = 0^\circ$ , de onde obtêm-se os valores de  $\Delta M$  para cálculo da força de pinning  $F_{pin}$ .

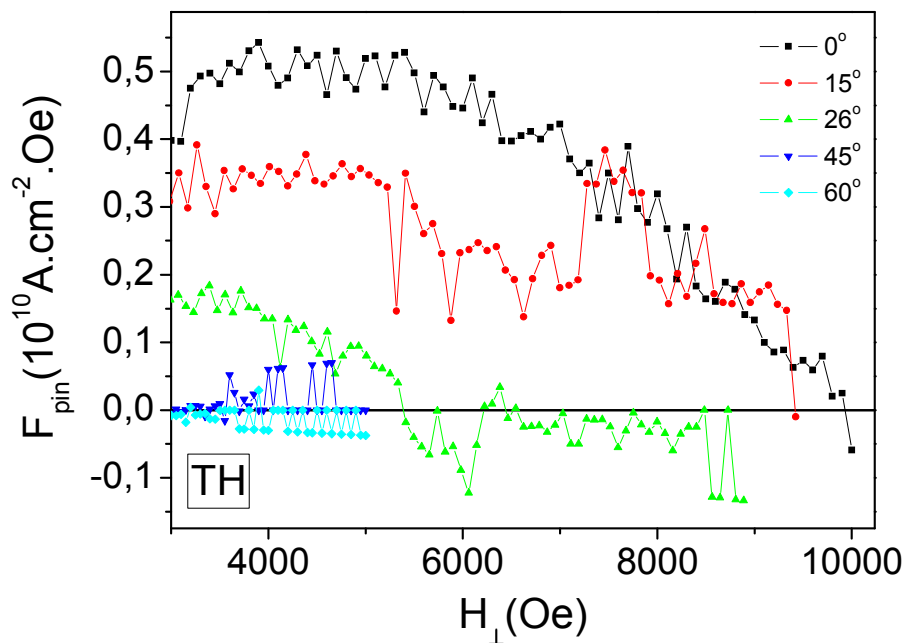


Figura 3.21: Força de pinning  $F_{pin}$  em função da componente do campo magnético perpendicular ao filme  $H_{\perp}$ , para diferentes ângulos de inclinação do filme TH,  $T = 5 \text{ K}$ .

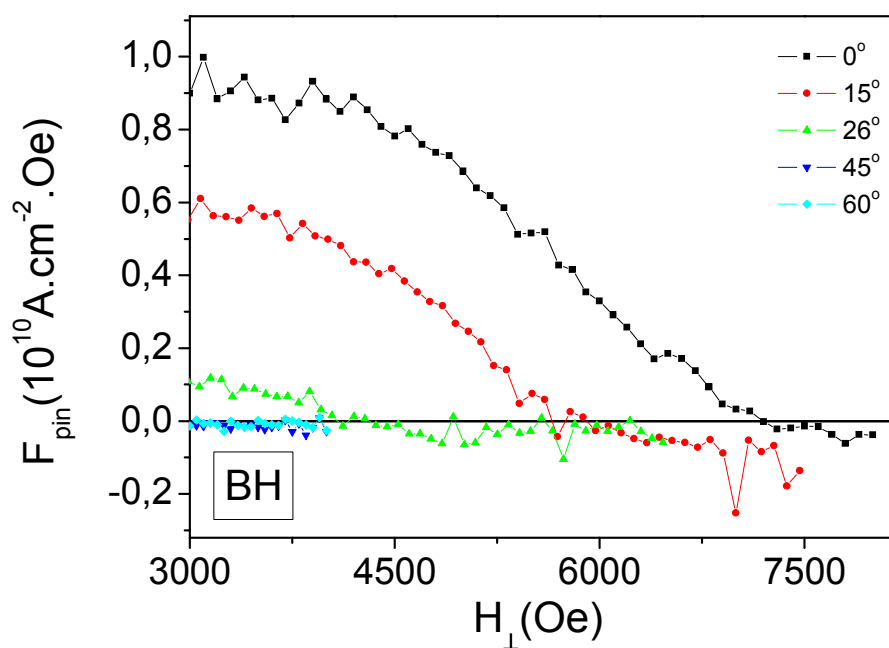


Figura 3.22: Força de pinning  $F_{pin}$  em função da componente do campo magnético perpendicular ao filme  $H_{\perp}$ , para diferentes ângulos de inclinação do filme BH,  $T = 6$  K.

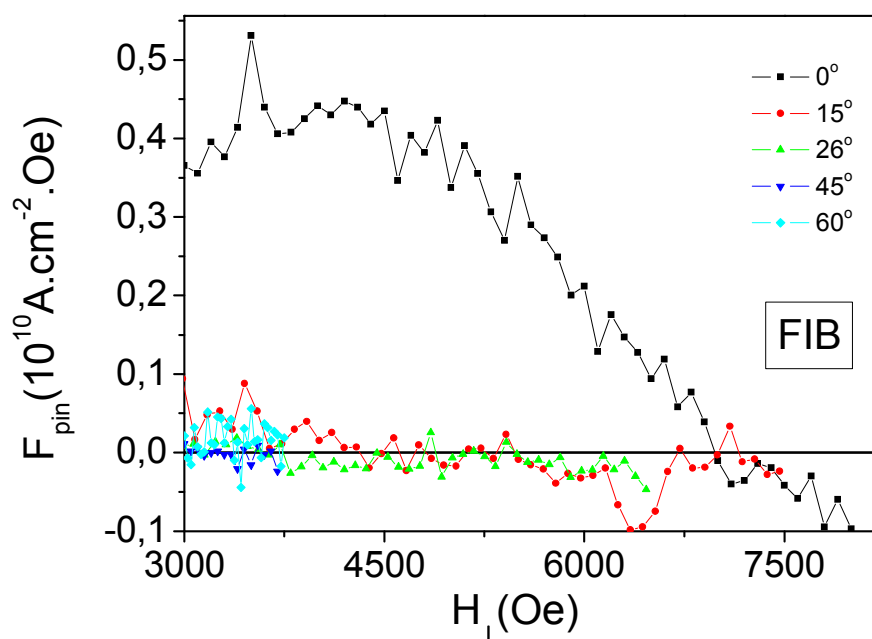


Figura 3.23: Força de pinning  $F_{pin}$  em função da componente do campo magnético perpendicular ao filme  $H_{\perp}$ , para diferentes ângulos de inclinação do filme FIB,  $T = 6$  K.

Estas temperaturas fixas foram escolhidas de forma que as medidas fossem tomadas no regime de *pinning* eficiente, isto é, em uma temperatura fixa abaixo da temperatura de *kink*  $T_k$ . Também nas Figuras 3.21 a 3.23, foi escolhido visualizar o eixo de  $H_{\perp}$  a partir do valor de  $H = 3000 \text{ Oe}$ , uma vez que na temperatura fixada para cada um destes gráficos este é aproximadamente o campo magnético correspondente a  $H_{OD}(T)$  em  $\theta = 60^\circ$ . Para campos magnéticos ou temperaturas mais baixas que este ponto do diagrama  $H_{\perp} \times T$ , para qualquer valor de  $\theta$ , a *Matéria de Vórtices* estaria em sua fase ordenada, e não faria sentido comparar  $F_{pin}$ . Os resultados mostram que, à medida que aumentamos o ângulo de inclinação da amostra, o ancoramento de fluxo magnético nos defeitos colunares torna-se cada vez menos eficiente, uma vez que a força de *pinning* efetiva  $F_{pin}$  sobre os vórtices é reduzida conforme aumenta-se  $\theta$ . Isto confirma que os resultados mostrados nas Figuras 3.16, 3.17 e 3.18 não se devem meramente ao efeito do *shaking field*, pois nas medidas  $M \times H$  que realizamos sequer aplicou-se um campo de excitação sobre as amostras.

### 3.3.2 Dependência com a Temperatura

Também verificamos a força de *pinning* para os diferentes regimes da curva  $H_{OD}$ , comparando-a para três temperaturas fixas: abaixo, acima e nas imediações de  $T_k$  (sempre com  $\theta = 0^\circ$ ). Isto nos permite visualizar a variação de  $F_{pin}$  em função de  $H$  no regime de *pinning* eficiente, na temperatura de *kink*  $T_k$  e no regime de

*depinning* induzido pela temperatura. A seguir veremos  $F_{pin} \times H$  para o TH - na Figura 3.24; para o filme BH – Figura 3.25; e para o filme FIB – Figura 3.26.

A estimativa dos valores de  $F_{pin}$  através de medidas do *loop* de histerese nos permitem obter a força de *pinning efetiva* agindo sobre os vórtices, isto é, a força de *Lorentz* necessária para desancorá-los. Agindo sobre cada vórtice temos a influência da força de ancoramento devida aos defeitos e a força de “agitação” dos vórtices devida à energia térmica, e devemos levar em conta competição de energias ao comparar a força de *pinning efetiva*.

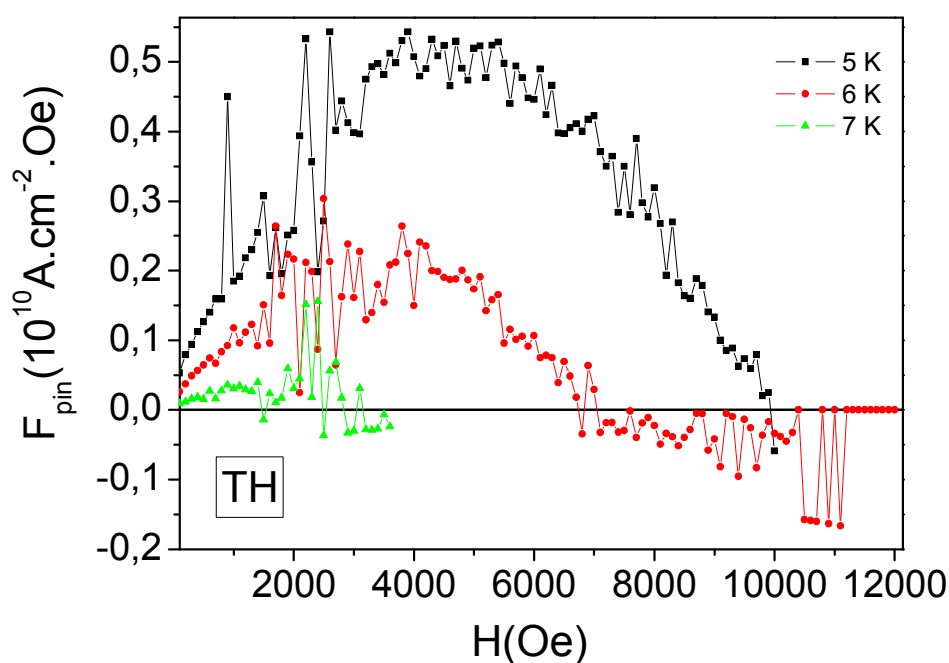


Figura 3.24:  $F_{pin} \times H$  para o filme TH, em  $T = 5 \text{ K}$ ,  $6 \text{ K}$  e  $7 \text{ K}$ .



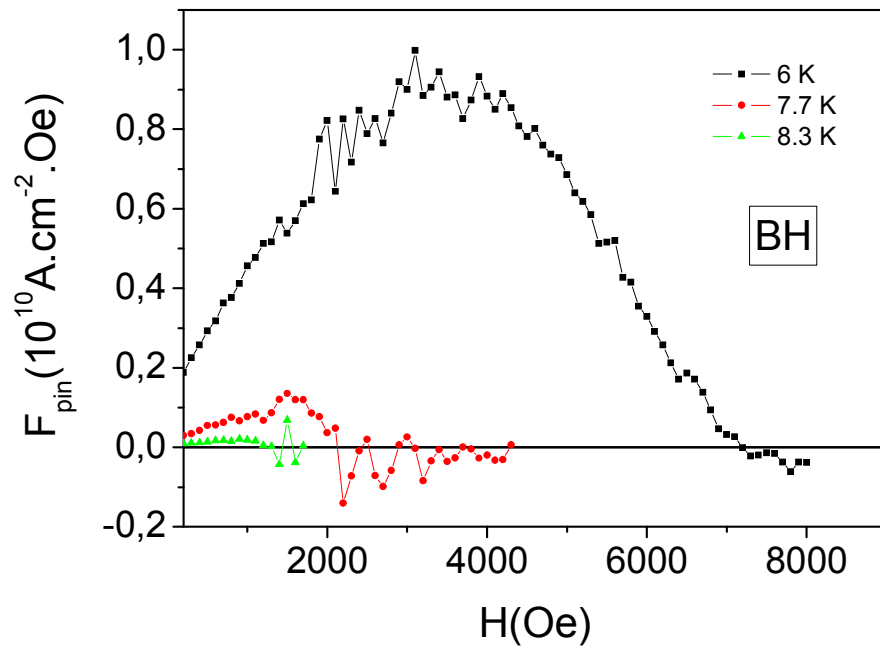


Figura 3.25:  $F_{pin} \times H$  para o filme BH, em  $T = 6 \text{ K}$ ,  $7.7 \text{ K}$  e  $8.3 \text{ K}$ .

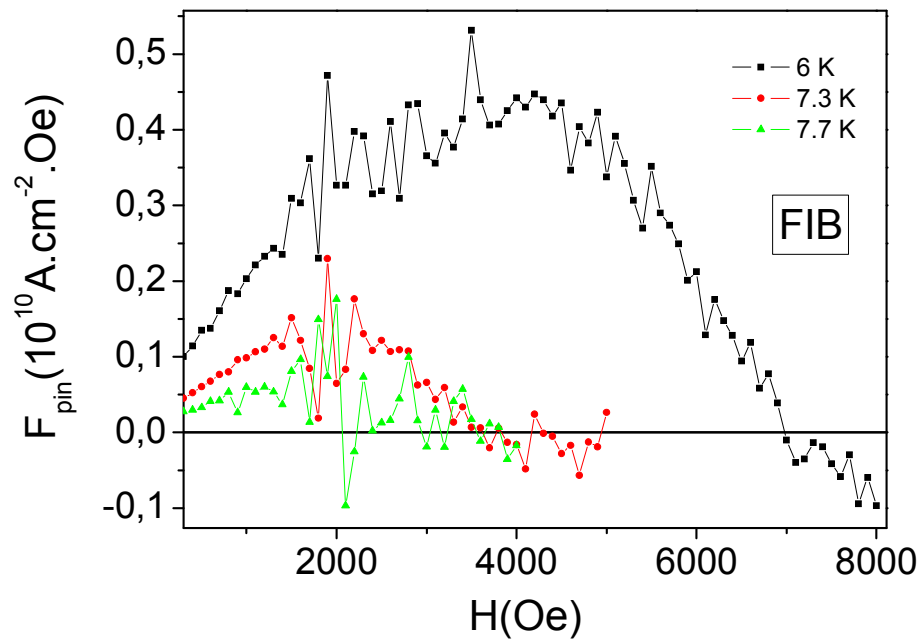


Figura 3.26:  $F_{pin} \times H$  para o filme FIB, em  $T = 6 \text{ K}$ ,  $7.3 \text{ K}$  e  $7.7 \text{ K}$ .

Para temperaturas mais baixas que  $T_k$  a amostra se encontra na região de baixa agitação térmica, cuja contribuição é muito menos significativa do que a do potencial de ancoramento dos defeitos; por isso podemos dizer que nesse regime o potencial de *pinning* efetivo é aproximadamente o valor da força de ancoramento dos defeitos (que não muda para uma mesma amostra e em um  $\theta$  fixo). Entretanto, acima de  $T_k$  a agitação térmica se torna tão significativa frente ao potencial de ancoramento do defeito, que é capaz de “antecipar” o *depinning* ao suprimir a força de *pinning* efetiva, como vemos nas medidas  $F_{pin} \times H$  para as três amostras dotadas de defeitos.

### 3.3.3 Comparando as Amostras Estudadas

A Figura 3.27 mostra as fronteiras de fase  $H_{OD}(T)$  das amostras estudadas, em um mesmo  $h_{ac} = 3.8$  *Oe*. Ao observarmos na Figura 3.28 as linhas  $H_{OD}(T)$  para as diferentes amostras, não é possível termos uma idéia plena da importância relativa das forças de *pinning*. De uma para outra, variamos não só o tipo de defeitos, mas também a forma da rede, a distância entre as colunas até mesmo a espessura dos filmes. Esse é um problema apenas aparente, que pode ser contornado se empregarmos grandezas reduzidas para proceder às comparações, tal como na Figura 3.28.

Na Figura 3.28 escolhemos os eixos  $h = H / H_0$  e  $t = T / T_k$ , sendo que  $T_k$  é a temperatura onde ocorre o *kink*, diferente para cada amostra. Consideramos  $T_k = 5.89K$  para o filme TH;  $T_k = 7.8 K$  para o filme BH;  $T_k = 7.3 K$  para o filme

FIB e  $T_k = 8.15 \text{ K}$  para o filme prístino. Então  $t = 1$  em  $T = T_k$ , como destacado na seta da figura 3.28. Obtivemos  $H_0$  do ajuste das curvas através da expressão

$$H = H_0(1 - T/T_0)^n, \text{ que é um parâmetro de escalonamento.}$$

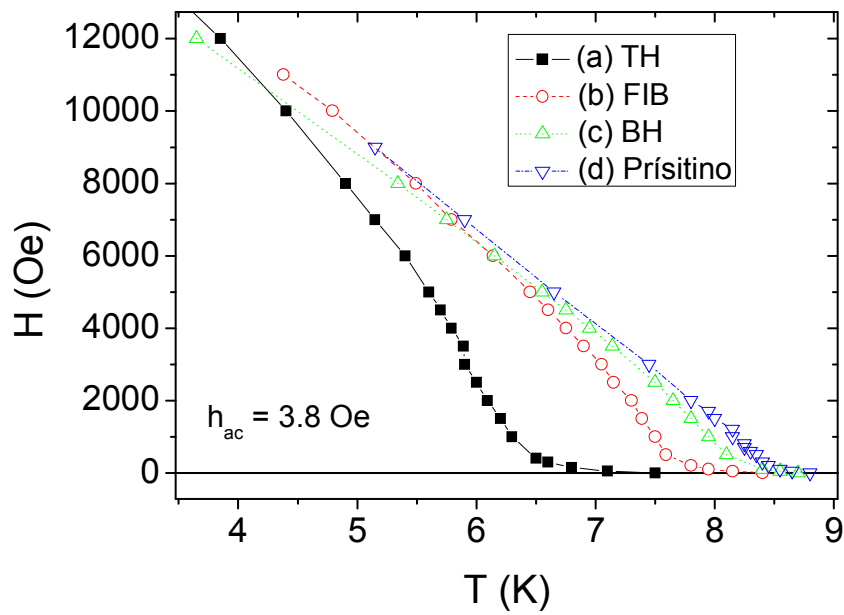


Figura 3.27: Linhas de transição de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  no diagrama  $H \times T$ , com  $h_{ac} = 3.8 \text{ Oe}$ , para as amostras: (a) filme TH, (b) filme FIB, (c) filme BH e (d) filme prístino.

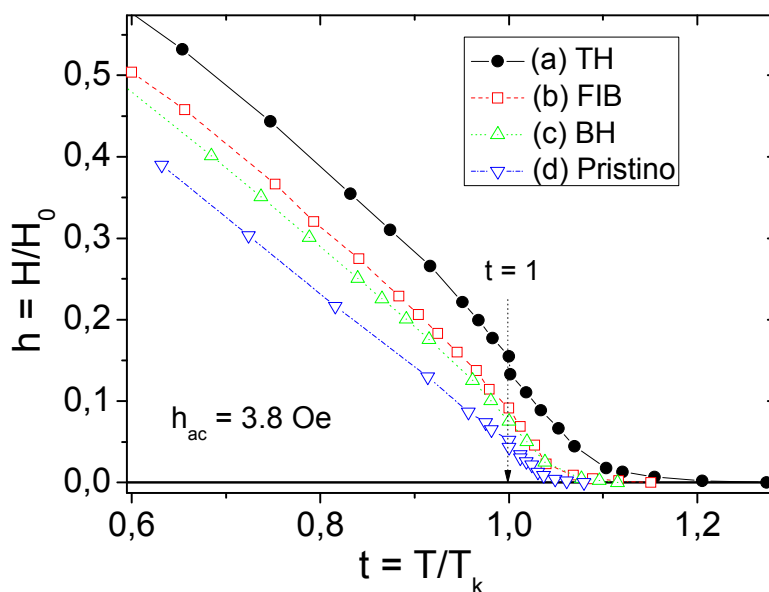


Figura 3.28: Linha de transição de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  em diagrama com grandezas reduzidas  $h = H/H_0$  e  $t = T/T_k$ , com  $h_{ac} = 3,8$  Oe;  $T = T_k$  em  $t = 1$ , com  $T_k$  diferente para cada amostra.

Para interpretar o gráfico da Figura 3.28, devemos lembrar que as amostras são (a) indentada *through holes* e (b) FIB (também *through holes*), (c) *blind holes*, e (d) tem apenas defeitos inerentes à microestrutura do filme. Comparando as amostras (a) e (b), vemos também que os defeitos colunares produzidos pela ferramenta indentadora no filme TH causam um perímetro de “material destruído” muito maior ao redor do “buraco” do que no filme FIB. Desta forma, a força de *pinning* relativa mostrada na Figura 3.28 obedece a uma hierarquia  $F_{pin}^{(a)} > F_{pin}^{(b)} > F_{pin}^{(c)} > F_{pin}^{(d)}$  bastante plausível. Assim, a comparação das linhas de ordem-desordem em um diagrama

construído com as grandezas relativas  $h$  e  $t$  é uma forma qualitativa de comparar por as amostras estudadas quanto à eficiência de seus centros de ancoramento de vórtices.

Para uma análise quantitativa das forças de *pinning*, também usamos *loops* de histerese da magnetização, porém fixamos um valor de  $t = T/T_k$  no diagrama da Figura 3.29. Escolhemos  $t = 0.83$ , para analisar a região de temperaturas menores que  $T_k$ , uma vez que, para  $t < 1$ , todas as amostras encontram-se no regime de ancoramento eficiente de vórtices. Assim, obtivemos o gráfico da Figura 3.29, com a força de *pinning*  $F_{pin}$  em função do campo magnético reduzido  $h = H/H_0$ , confirmando a hierarquia  $F_{pin}^{(a)} > F_{pin}^{(b)} > F_{pin}^{(c)} > F_{pin}^{(d)}$  já antes sugerida pelos dados da Figura 3.28.

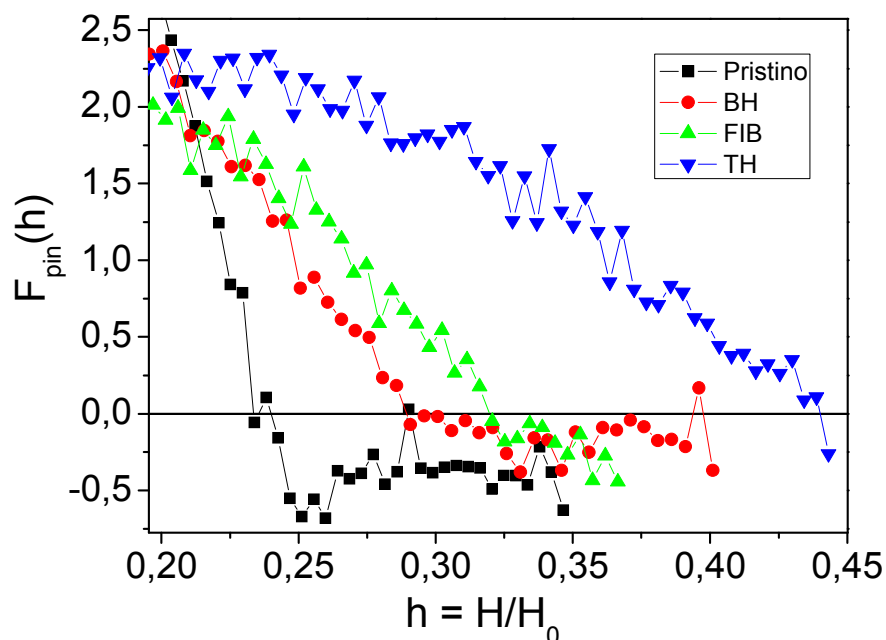


Figura 3.29: Força de *pinning*  $F_{pin}$  em função do campo magnético reduzido  $h = H/H_0$ , para os diferentes filmes estudados neste trabalho, com  $t = 0.83$ .

Desta forma, mesmo para amostras tão diferentes, podemos comparar, de forma criteriosa, as forças de *pinning* atuantes, observando as fronteiras  $h_{OD}(T)$ , isto é,  $\frac{H_{OD}(T)}{H_0} \left( \frac{T}{T_k} \right)$ , obtidas a partir de medidas feitas com o mesmo campo de excitação.

### 3.4 O Scaling Universal

Já mencionamos que a região de altos campos e baixas temperaturas pode ser descrita pela lei de potência  $H = H_0(1 - T/T_0)^n$ . Por outro lado para baixos campos e altas temperaturas predomina o *depinning* induzido pela temperatura, representado pela relação  $H = aT^2 \exp(-T/T_0)$ . É possível verificar a validade de ambos os modelos pela qualidade dos ajustes de cada um dos dados experimentais. Em vista disso, é possível escolher variáveis adequadas de forma que todos os dados colapsem, num tratamento característico de *scaling* para comportamentos universais.

Na Figura 3.30 - para o filme TH; Figura 3.31 - para o filme FIB; e Figura 3.32 - para o filme BH, temos os gráficos de  $T/T_k \times \tau(1 - h^{1/n})$ , onde  $\tau = T_0/T_k$ , em diferentes valores de  $\theta$ . Lembramos que  $h = H/H_0$  e  $t = T/T_k$ ;  $H_0$  e  $T_0$  são parâmetros de ajuste. Observa-se que há um colapso de todos os pontos referentes às regiões de altos campos magnéticos e baixas temperaturas, em cada uma das amostras. Este é o *scaling* para as regiões de *pinning* eficiente, onde aplica-se o modelo de *Nelson e Vinokur*.

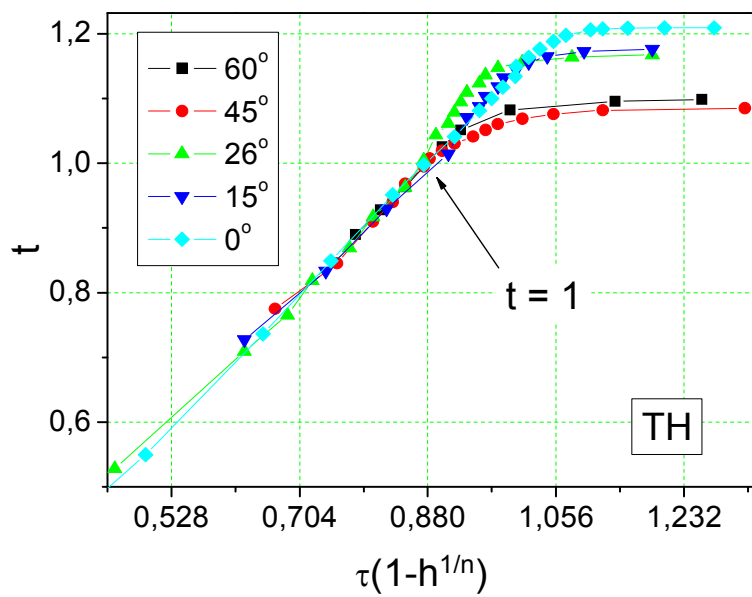


Figura 3.30: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para a região de pinning eficiente, para a amostra TH em diferentes  $\theta$ ;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

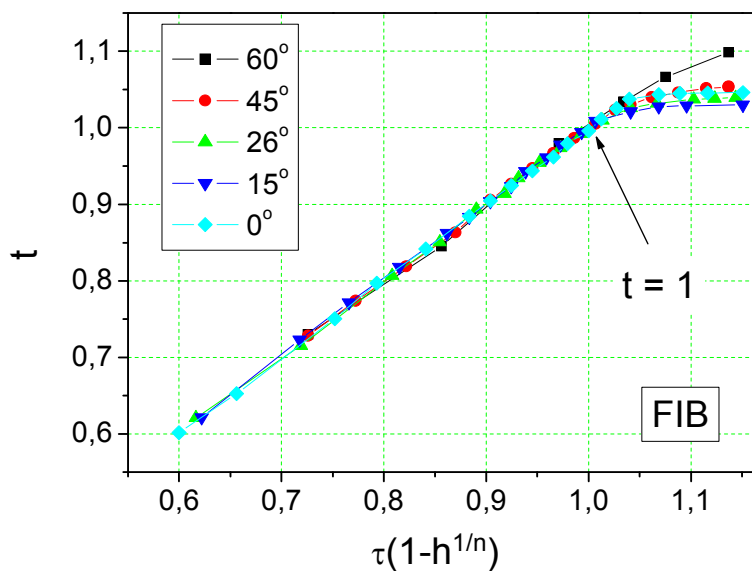


Figura 3.31: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para a região de pinning eficiente, para a amostra FIB em diferentes  $\theta$ ;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

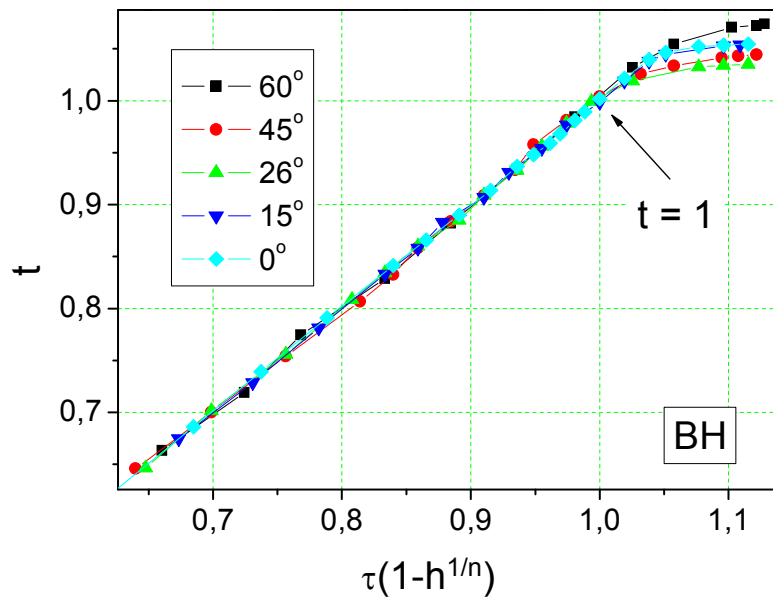


Figura 3.32: *Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para a região de pinning eficiente, para a amostra BH em diferentes  $\theta$ ;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .*

Já na Na Figura 3.33 - para o filme TH; Figura 3.34 – para o filme FIB; e Figura 3.35 - para o filme BH, temos gráficos de  $H_{\perp} \times aT^2 \exp(-T/T_0)$ , para estas amostras com diferentes valores de  $\theta$ . Também verificamos através do *scaling* da região de baixos campos magnéticos e altas temperaturas, que as linhas de  $H_{OD}(T)$  se ajustam muito bem na região do *depinning de Vinokur*.



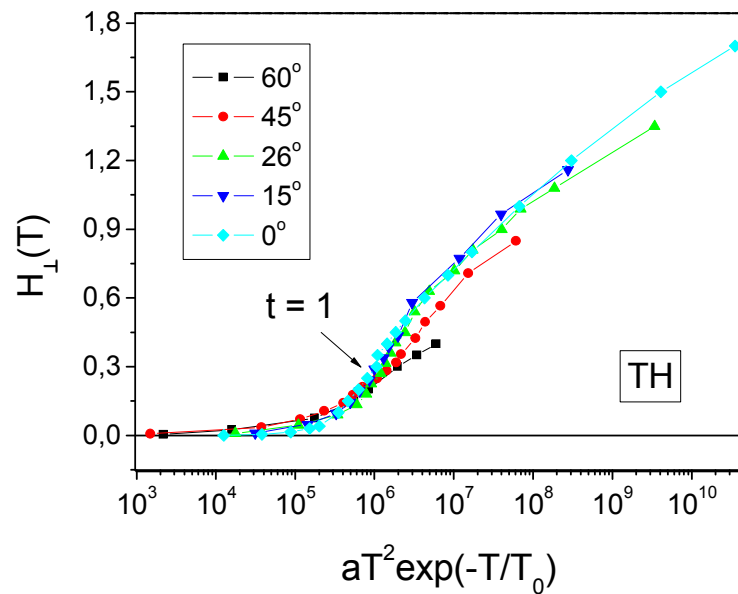


Figura 3.33: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para diferentes  $\theta$ , com o colapso das curvas na região de depinning induzido pela temperatura, para a amostra TH;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

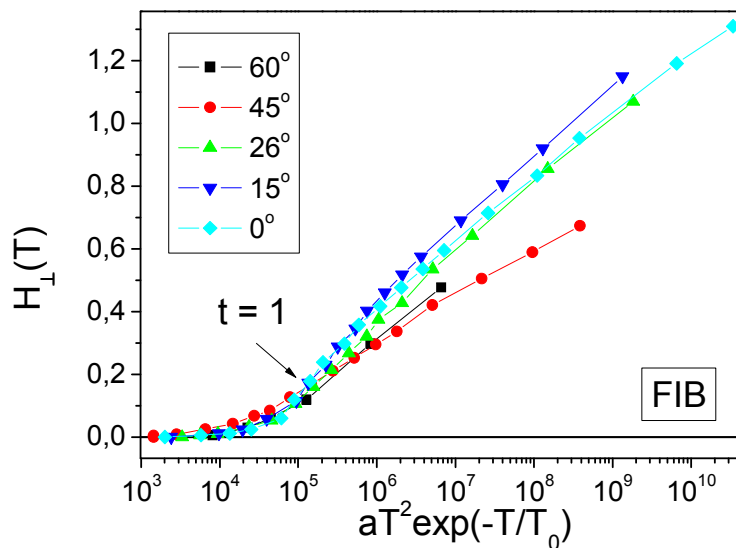


Figura 3.34: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para diferentes  $\theta$ , com o colapso das curvas na região de depinning induzido pela temperatura, para a amostra FIB;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

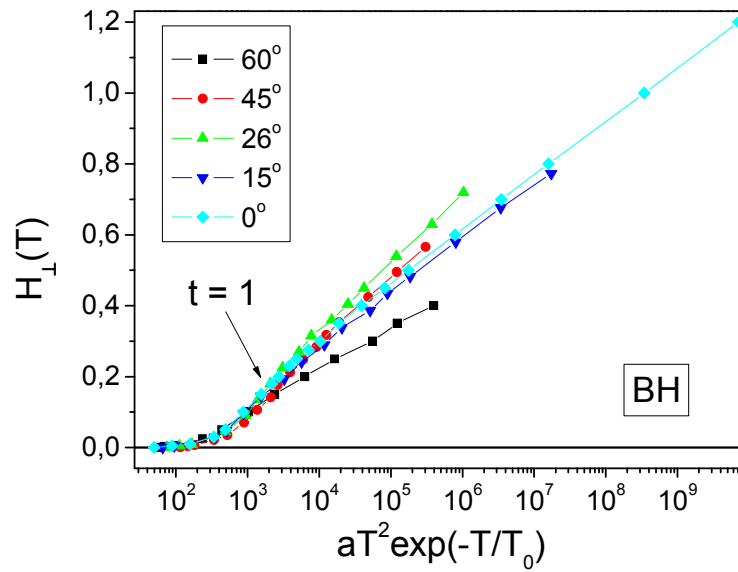


Figura 3.35: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para diferentes  $\theta$ , com o colapso das curvas na região de depinning induzido pela temperatura, para a amostra BH;  $t=1$  corresponde a  $T = T_k$ .

Para comparar as diferentes amostras usaremos as mesmas variáveis reduzidas do gráfico da Figura 3.28, isto é,  $t = T/T_k$  e  $h = H/H_0$ . Assim, de forma análoga aos gráficos anteriores, porém agora para amostras diferentes, teremos as Figuras 3.36 e 3.37.

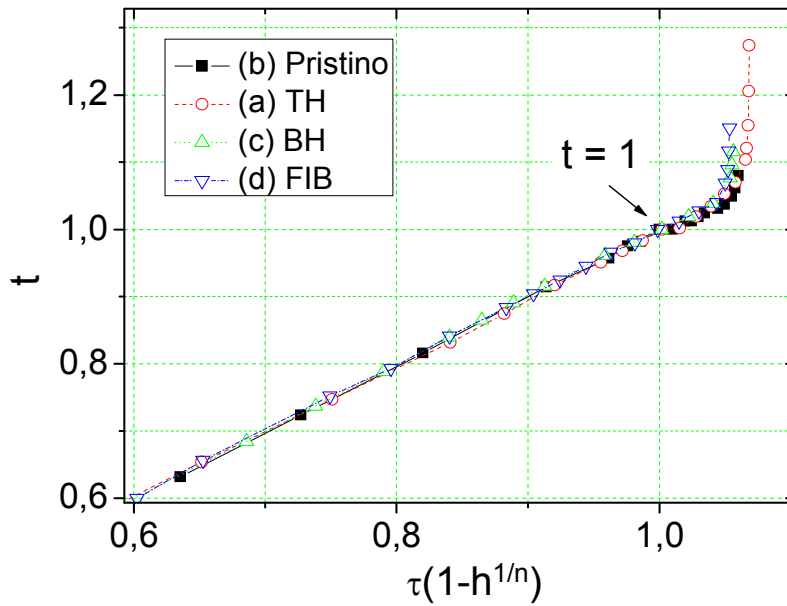


Figura 3.36: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para a região de pinning eficiente,  $\theta = 0^\circ$ ;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

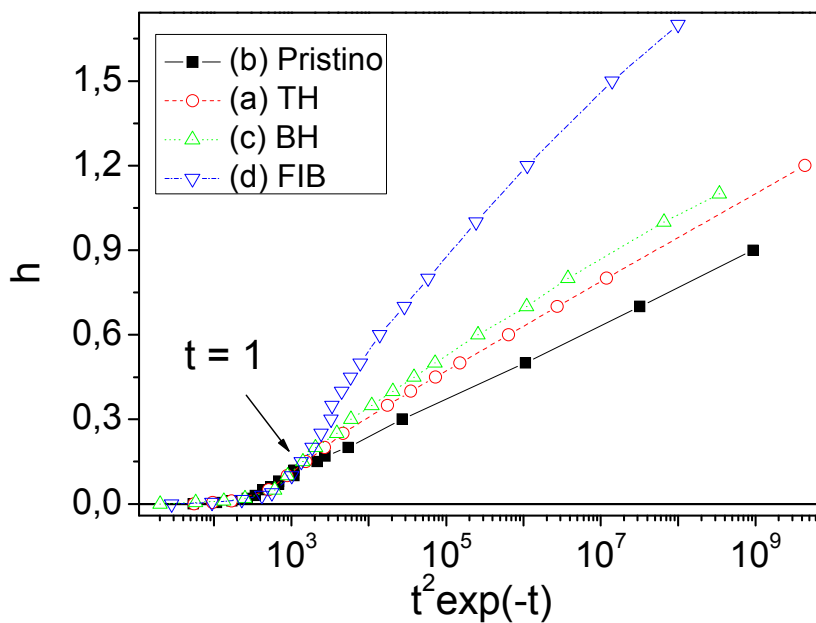


Figura 3.37: Scaling universal das fronteiras  $H_{OD}(T)$  para a região de depinning induzido pela temperatura,  $\theta = 0^\circ$ ;  $t = 1$  corresponde a  $T = T_k$ .

Os resultados compilados nas Figuras 3.36 e 3.37 facilitam a constatação visual de que os dados experimentais das curvas de transição de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  são adequadamente representados pelos modelos teóricos propostos para explicá-las, mesmo quando comparamos amostras com redes de defeitos bastante diferentes.

## Capítulo 4

# CONCLUSÕES E

# CONSIDERAÇÕES FINAIS

A introdução de redes de defeitos que funcionam como centros de ancoramento de fluxo magnético em um supercondutor, cria um cenário bastante rico, que merece ser cuidadosamente estudado, devido à sua implicação na aplicabilidade destes materiais supercondutores. Dentre os vários tipos de centros de *pinning*, os defeitos colunares têm sido alvo de inúmeros trabalhos, e entre eles temos a irradiação de filmes por íons pesados, que deixam colunas de defeitos por onde atravessaram a amostra. Alternativamente, redes de defeitos podem ser produzidas por desgaste mecânico, como nas amostras aqui estudadas.

O trabalho de *Banerjee* e colaboradores<sup>12</sup>, a respeito da “matéria de vórtices porosa” em uma amostra de *BSCCO*, representada na Figura 1.25 e reproduzida na Figura 4.1(a), inspirou o estudo desta tese. Há diversas semelhanças entre esses trabalhos que, apesar disso, tratam de materiais absolutamente diferentes.

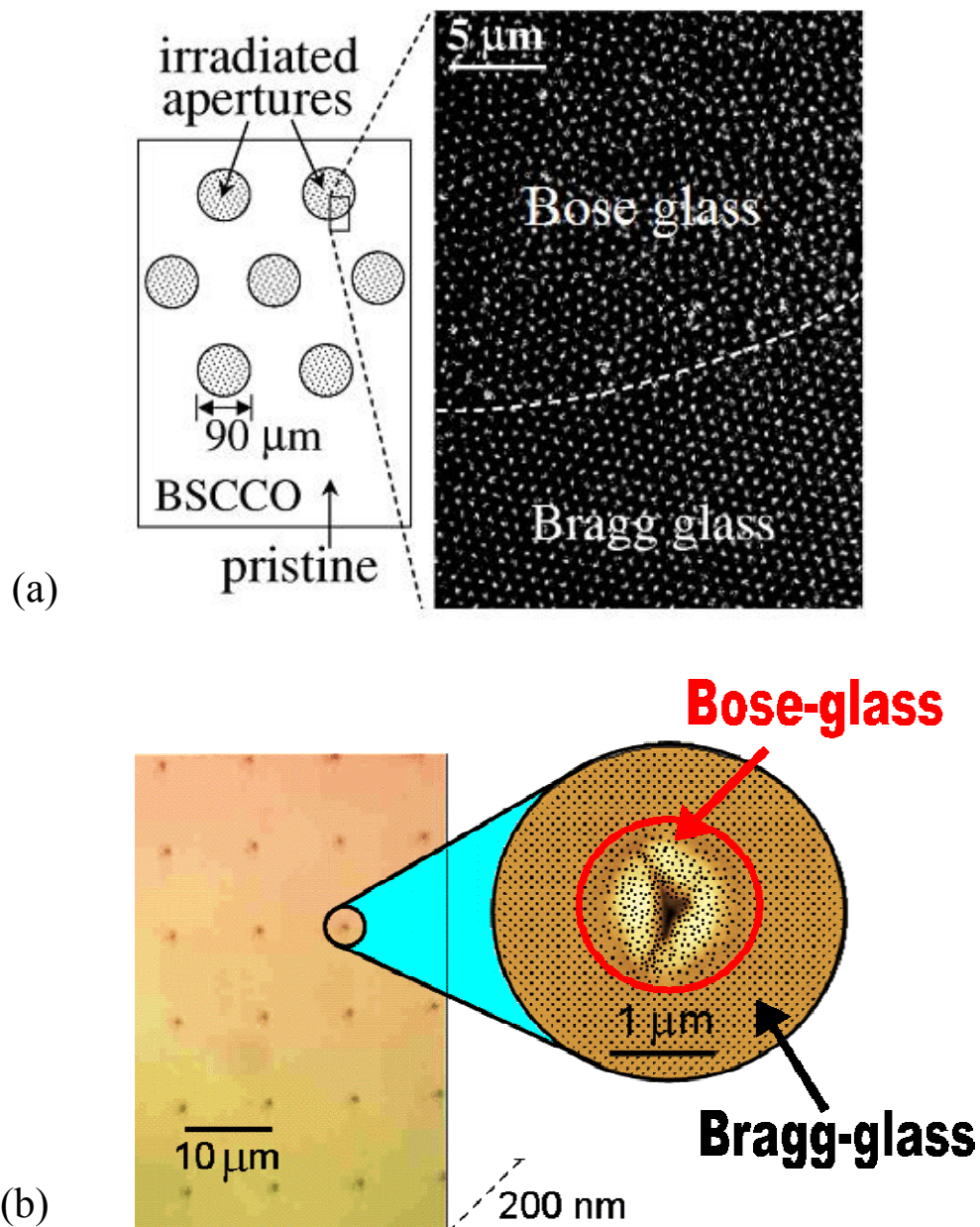


Figura 4.1: Amostra de BSCCO irradiada por íons pesados, estudada por Banerjee e colaboradores<sup>12</sup>, em (a). Filme TH, com destaque para a área de defeitos produzidos pela ferramenta indentadora, em (B).

Este trabalho de doutoramento não propõe investigar os diferentes tipos de defeitos de filmes de Nb, mas o carácter universal da interação da *Matéria de Vórtices*

com estas variadas estruturas colunares artificialmente inseridas nas amostras. Os resultados semelhantes para as linhas de ordem-desordem de nossos filmes de *Nb* e daquele material cerâmico com defeitos colunares, produzidos por bombardeamento por íons pesados, confirmam que ambos apresentam fronteiras  $H_{OD}(T)$  que obedecem ao modelo Bose-glass, com *kink* característico na temperatura  $T_k$ , acima da qual há um regime de *depinning* induzido pela temperatura.

Os defeitos das amostras estudadas nesta tese de doutorado são significativamente mais eficientes do que os estudados por *Banerjee* e colaboradores. Por isto, a mudança de regime na fronteira  $H_{OD}(T)$  não é perceptível, isto é,  $T_k$  não é distinguível quando o sistema é submetido a baixas excitações. Para “enfraquecer” os defeitos fizemos uso de duas estratégias diferentes: numa delas usamos campos de excitação altos, o que ajuda a promover o *depinning*; na outra alteramos o ângulo entre o campo magnético e a normal ao plano do filme (isto é, o “eixo” dos defeitos). Isso foi suficiente para promover o aparecimento do *kink* na linha de transição de ordem-desordem, tornando os dois regimes detectáveis. Uma vez distinguidos, puderam ser estudados à luz dos modelos teóricos disponíveis na literatura.

Na Figura 4.1(b) vemos a representação pictórica dos vórtices (em escala) penetrados no filme TH estudado neste trabalho de doutoramento. Na área prístina do filme temos apenas defeitos relativos ao crescimento do *Nb*, que forma um *Bragg-glass* (uma quase-rede), enquanto na região danificada pela ferramenta indentadora temos um *Bose-glass*, de forma muito semelhante aos defeitos da matéria porosa de *Banerjee* e colaboradores da Figura 4.1(a).

O alcance dos defeitos causados pelo *Focused Ion Beam* na amostra FIB, como vemos na Figura 2.10, não é tão grande quanto a área defeituosa causada pela ferramenta indentadora, mas também produziu defeitos longitudinalmente coerentes,

como na amostra TH, cuja profundidade vai até o substrato da amostra. O mesmo não acontece com a amostra BH, pois suas perfurações não se estendem até o substrato do filme de Nb. Já o filme prístino, estudado neste trabalho, apresenta características de granularidade, que também fornecem a coerência longitudinal dos vórtices, porém com eficiência de *pinning* bastante reduzida em comparação às demais amostras. Neste trabalho foi possível observar e quantificar as forças de pinning relativas entre as amostras estudadas, que obedecem uma hierarquia que já se podia antecipar por conta das características dos defeitos colunares:  $F_{pin}^{TH} > F_{pin}^{FIB} > F_{pin}^{BH} > F_{pin}^{Prístina}$ .

É interessante notar que os dados da Tabela 1, da página 82, também mostram a mesma hierarquia quando comparamos o expoente  $n$  do ajuste das curvas  $H_{OD}(T)$  das diferentes amostras. Sabendo que  $n$  está ligado à concavidade da curva e comparando estes dados com o modelo de *Yeshurum* e colaboradores<sup>42</sup>, visto na Figura 1.20, podemos relacionar expoentes menores com valores de  $F_{pin}$  de maior magnitude. O mesmo pode ser observado para a Tabela 2, na página 90, onde a comparação agora é para uma única amostra em diferentes valores de  $\theta$ : quanto maior o ângulo, menos eficiente o *pinning* e maior o valor de  $n$ .

Em suma, neste trabalho verificamos o comportamento da linha de transição de ordem-desordem  $H_{OD}(T)$  de diferentes amostras, localizando essas fronteiras no diagrama de fases magnéticas  $H \times T$  correspondente a cada espécime. Usamos excitações AC de magnitude apreciável para induzir o aparecimento de duas regiões distintas de *pinning* na linha  $H_{OD}(T)$ , delimitadas pela temperatura  $T_k$ , característica de cada amostra. Os nossos resultados indicam que grandes amplitudes de  $h_{ac}$  antecipam a fusão devido ao *Shaking Field Effect*, e ao mesmo tempo a temperatura de pico  $T_p$ ,



usada para levantar a linha  $H_{OD}(T)$ , tende à  $T_{irr}$  para pequenos valores de  $h_{ac}$ . Em geral a linha de irreversibilidade é tida como um bom indicativo da transição de ordem-desordem, mas o *melting* é afetado pelo campo de excitação, que desancora precipitadamente os vórtices. Por outro lado a interação da *Matéria de Vórtices* não é modificada conforme variamos a frequência do campo de excitação em nossos experimentos, então a transição de fase não está sendo alterada segundo este parâmetro, mas apenas segundo a amplitude de  $h_{ac}$ . Como  $T_p$  indica um máximo na dissipação de energia devido à movimentação dos vórtices, trata-se de um bom indicativo da fusão para nosso experimento.

Usando campos AC para induzir o aparecimento de  $T_k$ , e tornando detectáveis as duas regiões da linha  $H_{OD}(T)$ , delimitadas pela temperatura  $T_k$ , foi possível ajustar os dados experimentais através da lei de potência  $H = H_0(1 - T/T_0)^n$ , proposta por *Nelson e Vinokur*<sup>55</sup>, para regiões de altos campos de baixas temperaturas, e pela forma exponencial  $H = aT^2 \exp(-T/T_0)$ , descrita por *Vinokur* e colaboradores<sup>58,64</sup>.

A mudança do ângulo entre o campo aplicado e a normal ao filme promoveu as alterações esperadas na linha  $H_{OD}(T)$ , isto é, uma diminuição da eficiência do ancoramento dos centros de *pinning*, aumentando relativamente o intervalo de temperaturas no qual a agitação térmica supera o potencial de *pinning*.

Por fim, também foi possível ajustar variáveis adimensionais adequadas para uma comparação entre os diferentes sistemas estudados. Além disso, como todas as situações estudadas envolvem dois regimes que podem ser descritos por expressões algébricas simples, foi possível realizar um *scaling* que realça visualmente a adequação dos modelos empregados e a qualidade dos ajustes.

Muito ainda há para se investigar sobre a dinâmica da *Matéria de Vórtices* em materiais supercondutores, um tema que permanece relevante e atual. Uma das ferramentas mais interessantes para essa pesquisa é a observação direta de vórtices supercondutores. Uma estação experimental dedicada à produção de imagens por técnica de magneto-ótica está em vias de ser implementada no *Grupo de Supercondutividade e Magnetismo da UFSCar*, através de uma forte colaboração com o *Dr. T. H. Johansen*, do *Superconductivity Laboratory at the University of Oslo - Norway*, um dos maiores especialistas da área na atualidade. As amostras estudadas neste trabalho de doutorado, e muitos outros materiais, em breve poderão também ser estudados com apoio dessa importante ferramenta de investigação.

# Referências Bibliográficas

[1] Nobel Prize - [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/1913/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1913/), (acesso em novembro de 2008).

[2] Nobel Prize - [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/1972/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1972/), (acesso em novembro de 2008).

[3] Nobel Prize - [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/1973/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1973/), (acesso em novembro de 2008).

[4] Nobel Prize - [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/1987/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1987/), (acesso em novembro de 2008).

[5] Nobel Prize - [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/2003/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2003/), (acesso em novembro de 2008).

[6] L. F. Schneemayer, J. V. Waszczak, T. Siegrist, *Nature* 328 (1987) 13.

[7] A. Ruyter, L. Ammor, B. Pignon, J. Plain, D. Plessis, P. Topart, A. Maignan, C. Simon, *Materials Science and Engineering B*, 104 (2003) 113-117.

- [8] D. H. Galvan, S. Li, W. M. Yuhasz, J. Kim, M. B. Maple, E. Adem, *Physica C*, 398 (2003) 147-151.
- [9] T. Haugan, P. N. Barnes, I. Maartense, C. B. Cobb, E. J. Lee, M. Sumption, *Journal of Materials Research* 18 (2003) 2618-2623.
- [10] Y. Nonomura, X. Hu, *International Journal of Modern Physics B - IJMPB*, 17 (2003) 3427-3429.
- [11] D. G. Marinaro, J Horvat, S. X. Dou, R. Weinstein, A. Gandini, *Phys. Rev. B*, 68 (2003) 064518.
- [12] S. S. Banerjee, A. Soibel, Y. Myasoedov, M. Rappaport, E. Zeldov, M. Menghini, Y. Fasano, F. de la Cruz, C. J. van der Beek, M. Konczykowski, and T. Tamegai, *Phys. Rev. Lett*, 90 (2003) 087004.
- [13] W. Meissner and R. Oschensfeld, *Naturwiss*, 21 (1933) 787.
- [14] C. P. Poole Jr, H. A. Farach, R. J. Creswick, *Superconductivity*, Academic Press, 1995.
- [15] F. London and H. London, *Proc. Roy. Soc (London)*, 71 (1935) A 149.
- [16] Superconductivity Lab. at the University of Oslo - Norway, Magneto-Optical Imaging of Superconductors, <http://www.fys.uio.no/super/mo/> (acesso em novembro de 2008).

- [17] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, *Zh. Eksp. Theor. Fiz* 20 (1950) 1064.
- [18] J. Bardeen, L. N. Cooper and J. R. Schrieffer, *Phys. Rev.* 108 (1957) 1175.
- [19] L. N. Cooper, *Phys. Rev.* 104 (1956) 1189.
- [20] L. P. Gorkov, *Soviet. Phys. - JETP* 9 (1959) 1364.
- [21] D. R. Tilley, J. Tilley, *Superfluidity and Superconductivity*, Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, *Second Edition*, p. 189.
- [22] A. A. Abrikosov, *Soviet. Phys. - JETP* 5 (1957) 597.
- [23] W. H. Kleiner, L. M. Roth and S. H. Autler, *Phys. Rev.* 133 (1964) A1226.
- [24] U. Essmann and H. Träuble, *Phys. Letters* 24-A (1967) 526.
- [25] J. S. Nunes, *Interação entre a Matéria de Vórtices e arranjos minimamente ordenados de defeitos de aspecto colunar em  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$* , Dissertação (Mestrado em Física) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.
- [26] B. D. Josephson, *Phys. Letters* 1 (1962) 251.
- [27] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, Second Edition, Dover Publications, New York, 1996.

- [28] C. P. Bean, *Rev. Mod. Phys.* 36 (1964) 31.
- [29] <http://larkinconf.itp.ac.ru/presentations/Geshkenbein.pdf> (acesso em novembro de 2008)
- [30] E. Sheriff, R. Prozorov, Y. Yeshurun e A. Shaulov, *J. Appl. Phys.*; 82 (1997) 441
- [31] E. H. Brandt and M. V. Indenbom, *Phys. Rev. B*, 48 (1993) 12893.
- [32] B. Oh, M. Naito, A. Aronson, P. Rosenthal, M. R. Beasley, T. H. Geballe, R. H. Hammond and A. Kapitulnik, *Appl. Phys. Lett.*, 51 (1987) 852.
- [33] Y. Yeshurun, M. W. McElfresh, A. P. Malozemoff, J. Haghorst-Trewhilla, J. Mannhart, F. Holtzberg and G. V. Chandrashekar, *Phys. Rev. B*, 49 (1994) 9802.
- [34] M. Willemin, C. Rossel, J. Hofer, H. Keller and A. Erb, E. Walker, *Phys. Rev. B*, 58 (1998) R5940.
- [35] M. Willemin, A. Schilling, H. Keller, C. Rossel, J. Hofer, U. Welp, W. K. Kwork, R. J. Olsson, G. W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett*, 81 (1998) 4236.
- [36] N. Avraham, B. Khaykovich, Yu. Myasoedov, M. Rappaport, H. Shtrikman, D. E. Feldman, T. Tamegai, P. H. Kes, M. Li, M. Konczykowski, K. van der Beek, E. Zeldov, *Nature* 411 (2001) 451.
- [37] E. H. Brandt and G. P. Mikitik, *Physica C*, 404 (2004) 69.

- [38] E. H. Brandt and G. P. Mikitik, *Supercond. Sci. Technol.* 20 (2007) S111.
- [39] D. Shaltiel, H-A. Krug von Nidda, B. Ya. Shapiro, B. Rosenstein, A. Loidl, B. Bogoslavsky, I. Shapiro and T. Tamegai, *Phys. Rev. B*, 77 (2008) 214522.
- [40] D. Shaltiel, H. A. Krug von Nidda, A. Loidl, B. Rosenstein, B. Y. Shapiro, I. Shapiro, T. Tamegai, and B. Bogoslavsky, *Phys. Rev. B*, 77 (2008) 014508.
- [41] N. Bontemps, Y. Bruynseraede, G. Deutscher and A. Kapitulnik, *The Vortex State*, Kluwer Academic Publishers, Series C: Mathematical and Physical Sciences – Vol. 438. Netherlands, 1993.
- [42] Y. Yeshurun, A. P. Malozemoff, A. Shaulov, *Rev. Mod. Phy*, 68 (1996) 911.
- [43] Y. Radzyner, A. Shaulov, and Y. Yeshurun, *Phys. Rev. B*, 65 (2002) 100503.
- [44] I. Larkin, Yu. N. Ovchinnikov, *J. Low Temp. Phys.*, 34 (1979) 409.
- [45] D. R. Nelson, H. S. Seung, *Phys. Rev. B*, 39 (1989) 9153.
- [46] T. Klein, I. Joumad, S. Blanchard, J. Marcus, R. Cubitt, T. Giamarchi and P. Le Doussal, *Nature*, 413 (2001) 405.
- [47] T. Giamarchi and P. Le Doussal, *Phys. Rev. B*, 55 (1997) 6577.

- [48] Superconductivity Center at Argonne National Laboratory,  
[http://superconductivity.et.anl.gov/Facilities/Images/twin\\_boundaries.jpg](http://superconductivity.et.anl.gov/Facilities/Images/twin_boundaries.jpg) (acesso em novembro de 2008).
- [49] Institut des NanoSciences de Paris,  
[http://www.insp.upmc.fr/axe1/Dispositifs%20quantiques/AxeI2\\_more/PRINCIPLE/STSpin\\_fichiers/image014.gif](http://www.insp.upmc.fr/axe1/Dispositifs%20quantiques/AxeI2_more/PRINCIPLE/STSpin_fichiers/image014.gif) (acesso em novembro de 2008).
- [50] Superconductivity Center at Argonne National Laboratory,  
<http://superconductivity.et.anl.gov/Facilities/Images/inclusions.jpg> (acesso em novembro de 2008).
- [51] G. W. Crabtree, U. Welp, Z. L. Xiao, J. S. Jiang, V. K. Vlasko-Vlasov, S. D. Bader, J. Liang, H. Chik and J. M. Xu, *Phys. C*, 387 (2003) 49.
- [52] D. S. Fisher *et al.*, *Phys. Rev. B*, 43 (1991) 130.
- [53] R. H. Koch *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* 63 (1989) 1511; R. H. Koch *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* 64 (1990) 2586.
- [54] S. Giorgini, L. Pitaevskii, and S. Stringari, *Phys. Rev. B*, 49 (1994) 12938.
- [55] D. R. Nelson e V. M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett.*, 68 (1992) 2398.
- [56] T. Klein, C. Marcenat, S. Blanchard, J. Marcus, C. Bourbonnais, R. Brusetti, C. J. van der Beek, and M. Konczykowski, *Phys. Rev. Lett.*, 92 (2004) 037005.



- [57] A. A. M. Oliveira, P. A. Sharma, N. Hur, S-W. Cheong and W.A. Ortiz, *Physica C*, 468 (2008) 753.
- [58] A.V. Lopatin and V. M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett*, 92 (2004) 067008.
- [59] <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/HBASE/Solids/Squid.html> (acesso em novembro de 2008).
- [60] A. A. M. Oliveira, P. N. Lisboa-Filho A. and W.A. Ortiz, *JMMM* 320 (2008) E510-E512.
- [61] L. Krusin-Elbaum *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* 72 (1994) 1914.
- [62] A. V. Samoilov and M. Konczykowski, *Phys. Rev. Lett*; 75 (1995) 186.
- [63] L. Krusin-Elbaum *et al.*, *Phys. Rev. Lett*; 75 (1995) 187.
- [64] J. Kierfeld and V. M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett*; 94 (2005) 077005.
- [65] J. S Nunes, R. Zadorozny, A. A. M. Oliveira, C. M. Lepienski, E. Patiño, M. G. Blamire, W. A. Ortiz, *JMMM*, 320 (2008) 516.
- [66] J. S Nunes, R. Zadorozny, A. A. M. Oliveira, C. M. Lepienski, E. Patiño, M. G. Blamire, W. A. Ortiz, *Physica C*, 468 (2008) 820.

[67] J. S. Nunes-Kapp, R. Zadorosny, C. M. Lepienski, E. Patiño, A. Palau, M. G. Blamire, S.A. Moshkalev, A. R. Vaz, and W. A. Ortiz, *Vortex matter in films of Nb with different columnar defects and variable pinning strength*, em preparação.

[68] J. S. Nunes-Kapp, R. Zadorosny, C. M. Lepienski, E. Patiño, A. Palau, M. G. Blamire, S.A. Moshkalev, A. R. Vaz, and W. A. Ortiz, *Order-disorder line and vortex matter dynamics in films of Nb with different columnar defects*, em preparação.

[69] E. Zeldov, J. R. Clem, M. McElfresh and M. Darvin, *Phys. Rev. B*, 49 (1994) 9802.

[70] <http://www.qdusa.com/resources/pdf/mpmsappnotes/1014-820.pdf> (acesso em dezembro de 2008).