

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

MARCELO ALEXANDRE TIRELLI

**Fios Supercondutores de Nb-Ti: Simulação de Ti- $\alpha$  como Centro de  
Aprisionamento Artificial (APC) obtido a partir de Nb e Ti Puros.**

Lorena – SP  
2008

MARCELO ALEXANDRE TIRELLI

**Fios Supercondutores de Nb-Ti: Simulação de Ti- $\alpha$  como Centro de Aprisionamento Artificial (APC) obtido a partir de Nb e Ti Puros**

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Supercondutividade Aplicada  
Orientador: Profa. Dra. Cristina Bormio Nunes

Lorena – SP  
2008

**AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.**

**Ficha Catalográfica**

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais  
USP/EEL

Tirelli, Marcelo Alexandre

Fios supercondutores de Nb-Ti: simulação de Ti- $\alpha$  como Centro de Aprisionamento Artificial (APC) obtido a partir de Nb e Ti puros. / Marcelo Alexandre Tirelli ; orientador Cristina Bormio Nunes. --Lorena, 2008.

136 f.: il.

Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Fios supercondutores 2. Nb-Ti 3. Centros de aprisionamento 4. Densidade de corrente crítica I. Título.

CDU 538.945

*Essa Tese é dedicada ao meu querido Pai Moacyr  
Tirelli, pelo apoio incondicional, criatividade e pelo  
seu exemplo de vida e arte.  
(In Memorium)*

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, pela vida e por esta incrível oportunidade.

A minha mãe, pela vida, suporte e encorajamento, em todas as horas.

A Elaine Cristina, pelo apoio e paciência durante este trabalho.

A Dr<sup>a</sup>. Cristina Bormio-Nunes, pelas idéias, inspirações, apoio científico e por ter me orientado durante toda a iniciação científica, mestrado e doutorado. Sem ela este trabalho não seria possível.

Ao Dr. Carlos Ângelo Nunes, pelo entusiasmo contagiante e pelas importantes contribuições ao longo do trabalho.

Ao Dr. Durval Rodrigues Jr e Dr. Carlos Yujiro Shigue pelo auxílio nas medidas de caracterização das propriedades supercondutoras.

Ao Dr. Luis Ghivelder da UFRJ, pelo auxílio durante as medidas de magnetização.

Aos doutores Carlos Alberto Rodrigues e João Paulo de Barros Machado pela amizade e sugestões práticas durante o trabalho.

Ao técnico Geraldo do Prado, pelo encapsulamento das amostras produzidas;

Ao Engenheiro Carlos Roberto Dainesi e ao pessoal do Departamento de Usinagem do Departamento de Engenharia de Materiais - DEMAR da Escola de Engenharia de Lorena - EEL pelos vários serviços prestados ao longo do doutorado.

A Bia pelas sugestões na elaboração das apresentações em PowerPoint.

Ao Tiago Antunes Domingos pela colaboração na obtenção de livros e artigos e todas as bibliotecárias do DEMAR - EEL

Ao Engenheiro Eduardo A. Godoy da SOLDAINOX de Sumaré-SP pela trefilação dos fios iniciais com modificação da superfície por jateamento de areia.

A Faculdade de Engenharia Química de Lorena – FAENQUIL, hoje Escola de Engenharia de Lorena, onde tenho o orgulho de ter me tornado engenheiro, mestre e ter concluído este doutorado.

A todos os professores e amigos do DEMAR, que me acompanharam deste 1997.

A PUC-RIO pelo curso de microscopia durante o doutorado.

Ao Laboratório Nacional Luz Síncrotron (LNLS) por permitir a utilização do microscópio de varredura *Field Emission*, para caracterização microestrutural das amostras.

A FAPESP pela concessão de bolsa durante o doutorado.

*“Se pude ver mais longe, é porque estava sobre ombros de gigantes”*

*Isaac Newton*

## RESUMO

Tirelli, M. A. **Fios Supercondutores de Nb-Ti: Simulação de Ti- $\alpha$  como Centro de Aprisionamento Artificial (APC) obtido a partir de Nb e Ti.** 2008. 136f. Tese de Doutorado em (Engenharia de Materiais) Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo Lorena, São Paulo, 2008.

Com o intuito de melhor entender o papel do Ti- $\alpha$  como centro de aprisionamento, foi produzido um fio de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais (APC) de Ti- $\alpha$ . O material APC foi obtido através do embutimento de uma barra de Ti em tubo de Nb. Fios da liga Nb-47%Ti (% em peso) foram combinados com os de Nb+Ti respectivamente na proporção volumétrica de 3,2:1. A redução das dimensões dos centros de aprisionamento à escala nanométrica foi feita usando-se três etapas de embutimento e por deformação a frio. Durante o processo de produção do fio foram aplicados tratamentos térmicos (TT) em temperaturas entre 650° e 750°C por 4h a fim de recuperar a ductilidade dos componentes e facilitar o processo de deformação. Estes tratamentos permitiram através da interdifusão entre o Nb e o Ti do filamento Nb+Ti, a obtenção do Ti- $\alpha$  APC. No terceiro embutimento (3E), foram adotadas 2 rotas de deformação. Na primeira rota, foi cortado um pedaço do fio no diâmetro de 2,0 mm que foi deformado sem tratamento térmico até 0,54 mm (fios STT). Na outra rota, outro pedaço do fio (2,0 mm) foi dividido em 3 partes e receberam TT por 2h em temperaturas de 400°C, 500°C e 600°C, sendo então deformados até 0,54 mm. Em todas as duas rotas foram retiradas amostras dos fios nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm, para caracterização da microestrutura e das propriedades supercondutoras. Medidas de temperatura crítica  $T_c$  e campo crítico  $B_{c2}$  na amostra do fio do 1° embutimento (1E) e nas amostras de fios 3E, resultaram em  $T_c$  variando de 9,8 – 10 K para o fio 1E e de 9,48 – 9,80 K para os fios 3E. As medidas para determinação de  $B_{c2}$  foram realizadas para temperaturas entre 5,5 e 8,5 K, para campos aplicados até 9 T. Os fios 3E apresentaram valores de  $B_{c2}$  entre 8 – 9,8 T, indicando a degradação deste em relação ao campo crítico do fio 1E que apresentou  $B_{c2} = 10,6$  T. A degradação foi atribuída a processos de difusão ocorridos entre a matriz e o Nb, que deterioraram  $B_{c2}$ . Esta conclusão é suportada pelos valores de temperatura crítica que são maiores que da liga matriz Nb-47%Ti (9K). Os melhores valores de  $J_c$  foram obtidos para a amostra do fio STT com 1,37 mm de diâmetro, sendo  $J_c(2T) = 940$  A/mm<sup>2</sup> e  $J_c(5T) = 200$  A/mm<sup>2</sup>. Observou-se um crescimento de  $B_{c2}$  com o decréscimo do diâmetro dos fios, o mesmo efeito que ocorre Nb-Ti convencionais. Este resultado confirma a obtenção do Ti- $\alpha$  APC como foi proposto.

Palavras - chave: Fios supercondutores, Nb-Ti, Centros de aprisionamento, Densidade de corrente crítica.

## ABSTRACT

Tirelli, M. A. **Nb-Ti Superconducting Wires: Simulation of a  $\alpha$ -Ti Artificial Pinning Center (APC) from pure Nb and Ti.** 2008. 136f. Thesis (Doctoral in Materials Engineering), Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo Lorena, São Paulo, 2008.

In order to better understand the role of Ti- $\alpha$  as a pinning center, it was produced a Nb-Ti superconductor wire with Ti- $\alpha$  as artificial pinning center (APC). The APC rod was obtained by the stacking of Ti rods and Nb bars. The Nb-47wt%Ti rods were assembled together with Nb+Ti rods with a volumetric fraction of 3.2:1. The pinning centers sizes were reduced to nanometric scale using three stacking steps and cold deformation. During the wire production process, the material received heat treatment (HT) in temperatures between 650°C and 750°C during 4h to recover the composite ductility and to obtain good drawing properties. These heat treatments were important to promote the Nb and Ti interdiffusion in Nb+Ti filament with the purpose of achieve the Ti- $\alpha$  APC. In the third restacking (3R), two routes were adopted. In the first route, a wire piece length was cut off at the diameter of 2.0 mm. This wire was reduced without heat treatment (WHT) until 0.54 mm diameter. In another route, other wire piece (at 2.0 mm diameter) was separated in three parts and each one was heat-treated during 2h at the temperatures of 400°C or 500°C or 600°C. These wires were also cold deformed until 0.54 mm in diameter. In both routes, samples were collected in the diameters of 1.37, 0.98, 0.70 and 0.54 mm and had their microstructure and superconducting properties characterized. The critical temperature  $T_c$  values attained in a first stacking (1S) wire and in 3R wires were for the 1S wire of about 9.8 - 10 K and for the 3R wire 9.48 - 9.80 K. The  $B_{c2}$  measurements were performed for temperatures fixed between 5.5 and 8.5 K and applied fields up to 9 T. The 3R sample wire presented  $B_{c2}$  values between 8 and 9.8 T, showing the  $B_{c2}$  degradation if compared to the 1E sample wire critical field that is 10.6 T. This  $B_{c2}$  degradation was attributed to inter-diffusion processes occurred between Nb-Ti matrix and Nb. This conclusion is supported by the critical temperature values that are larger than that of the Nb-47wt%Ti matrix alloy (9K). The best  $J_c$  values were obtained for WHT wire at 1.37 mm diameter and these values are  $J_c(2T) = 940 \text{ A/mm}^2$  and  $J_c(5T) = 200 \text{ A/mm}^2$ . A  $B_{c2}$  growth was observed with wire diameter decreasing. The same behavior is present in Nb-Ti conventional wire. This result supports the achievement of the Ti- $\alpha$  APC as proposed.

Key words: Superconductors Wires, Nb-Ti, Pinning centers, Critical current density.

## LISTA DE FIGURAS

- Fig. 2.1** Temperatura Crítica e campo magnético crítico superior a 4,2 K como função da composição de Nb-Ti **33**
- Fig. 2.2** Diagrama de fases do sistema binário Nb-Ti. A seta indica a liga de composição comercial Nb-47%Ti (% peso) **33**
- Fig. 2.3** Imagem de microscopia de transmissão da seção transversal de um supercondutor de Nb-47%Ti mostrando os precipitados de Ti- $\alpha$  em forma de fitas brancas de 1 a 4 nm de espessura. Para comparação, uma estrutura esquemática de uma rede de vórtices a 5 T e 4,2 K, é superposta com a mesma microestrutura tridimensional. **36**
- Fig. 2.4** Densidade de corrente crítica para compósitos convencionais e APC **40**
- Fig. 2.5** Dependência de  $F_p$  com  $b$  mostrada na forma das funções  $f(b)$  obtidas por Dew-Hughes, 1974. As curvas foram normalizadas para seus valores máximos dados pelos pontos de máximo da Tabela 1. Os tipos de aprisionamento estão mostrados como: a) aprisionamento tipo magnético-volume; b) aprisionamento tipo núcleo-volume; c) aprisionamento tipo núcleo-superfície; d) aprisionamento tipo núcleo-ponto. **50**
- Fig. 2.6** Comparação das curvas de força de aprisionamento para o fio convencional e APC **51**
- Fig. 2.7**  $F_p(H)$  em função de  $\mu_0 H_{c2}$  e da deformação final para o fio de Nb-48%Ti (% em peso) **51**

<b>Fig. 3.1</b>	Fig. 3.1 – Fluxograma do processo de fabricação do fio supercondutor de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificial de Ti- $\alpha$ – etapas de fabricação: (a) fabricação do conjunto Nb+Ti, (b) obtenção do fio, por trefilação, da liga Nb47%Ti e 1º embutimento.	<b>56</b>
<b>Fig. 3.2</b>	Fluxograma do processo de fabricação do fio supercondutor de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificial de Ti- $\alpha$ – etapas de fabricação: 2º embutimento e 3º embutimentos	
<b>Fig. 3.3</b>	Desenho esquemático do arranjo de 271 barras de Nb-47%Ti e centros de aprisionamento de Nb/Ti, embutidos em tubo de Nb.	<b>60</b>
<b>Fig. 3.4</b>	Forno tubular resistivo com uma região de temperatura homogênea de três metros	<b>60</b>
<b>Fig. 3.5</b>	Foto dos 169 filamentos em forma de feixe para compor o 2º embutimento	<b>62</b>
<b>Fig. 3.6</b>	2º embutimento: (a) colocação do feixe no tubo de Cu/Nb e (b) tubo de cobre fechado nas extremidades para ser feito o vácuo no sistema	<b>64</b>
<b>Fig. 3.7</b>	Criostato de medida com magneto supercondutor a 9 T	<b>68</b>
<b>Fig. 3.8</b>	Fio supercondutor soldado no suporte de amostras de resistividade elétrica pelo método das 4 pontas	<b>68</b>
<b>Fig. 3.9</b>	Magneto supercondutor de 18 T da <i>Cryogenics</i> do Departamento de Materiais do Instituto de Física da USP.	<b>70</b>
<b>Fig. 3.10</b>	PPMS, equipamento utilizado para a realização das medidas de magnetização.	<b>71</b>
<b>Fig. 3.11</b>	Micrografia (MEV) do fio de Nb-Ti do 3º embutimento	<b>74</b>

<b>Fig. 3.12</b>	Imagem final gerada pelo programa Scion Image após o cálculo da área da Fig. 3.10.	<b>74</b>
<b>Fig. 4.1</b>	Micrografia (MEV) da seção transversal da barra do 1° embutimento com 7,7 mm de diâmetro para diferentes ampliações.	<b>76</b>
<b>Fig. 4.2</b>	Micrografias (MEV) da seção transversal da barra do 1° embutimento com 7,7 mm de diâmetro após tratamento térmico de 750°C/4h para diferentes ampliações.	<b>78</b>
<b>Fig. 4.3</b>	Micrografias (MEV) da seção transversal do fio do 1° embutimento com 1,06 mm de diâmetro (sem cobre) após tratamento térmico a 750°C/4h para diferentes ampliações.	<b>80</b>
<b>Fig. 4.4</b>	Micrografias (MEV) da seção transversal do fio do 1° embutimento com 0,64 mm de diâmetro final, após tratamento térmico a 750°C/4h em 1,06 mm para diferentes ampliações.	<b>81</b>
<b>Fig. 4.5</b>	Micrografias (MEV) de uma barra de 16 mm de diâmetro do 2° embutimento, contendo 169x65 filamentos de Nb+Ti APC para diferentes ampliações.	<b>83</b>
<b>Fig. 4.6</b>	Micrografias (MEV) de uma barra de 6,4 mm de diâmetro do 2° embutimento tratada a 750°C/4h para diferentes ampliações.	<b>84</b>
<b>Fig. 4.7</b>	Micrografias (MEV) do fio trefilado do 2° embutimento com 1,02 mm de diâmetro	<b>85</b>
<b>Fig. 4.8</b>	Micrografias (MEV) de uma barra do 3° embutimento com 7,6 mm de diâmetro contendo 169x169x65 filamentos de Nb+Ti APC	<b>87</b>
<b>Fig. 4.9</b>	Micrografias (MEV) de um fio do 3° embutimento com 1,37 mm de diâmetro tratado previamente a 500°C/2h no diâmetro de 2,0 mm.	
<b>Fig. 4.10</b>	Micrografias (MEV) de um fio do 3° embutimento com 1,37 mm de diâmetro, não-tratado previamente no diâmetro de 2 mm (STT).	<b>89</b>

<b>Fig. 4.11</b>	Micrografias (MEV-FEG) de um fio do 3° embutimento com 2,0 mm de diâmetro (STT) para diferentes regiões da amostra e diversas ampliações.	<b>91</b>
<b>Fig. 4.12</b>	Micrografias (MEV-FEG) de um fio do 3° embutimento com 0,54 mm de diâmetro	<b>92</b>
<b>Fig. 4.13</b>	Imagens do programa Scion Image, durante o cálculo da área supercondutora e a área do Nb no fio do 3° embutimento com 7,6 mm de diâmetro	<b>94</b>
<b>Fig. 4.14</b>	Curvas de campo elétrico versus temperatura do fio do 1° embutimento com 0,64 mm de diâmetro para correntes de teste de 50, 100 e 200 mA.	<b>97</b>
<b>Fig. 4.15</b>	Campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K	<b>98</b>
<b>Fig. 4.16</b>	$\mu_0 H_{c2}$ versus T para o 1° embutimento	<b>99</b>
<b>Fig. 4.18</b>	Densidade de corrente crítica de magnetização $J_c^m$ vs campo aplicado, para os fios de 1,37 e 0,98 mm de diâmetro (válido para qualquer condição de tratamento térmico).	<b>102</b>
<b>Fig 4.19</b>	Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 1,37 mm de diâmetro.	<b>103</b>
<b>Fig 4.20</b>	Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,98 mm de diâmetro.	
<b>Fig 4.21</b>	Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,70 mm de diâmetro.	<b>104</b>
<b>Fig 4.22</b>	Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,54 mm de diâmetro.	<b>105</b>

- Fig. 4.23** Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 1,37 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C e (c) TT a 500°C. **107**
- Fig. 4.24** Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 1,37 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C, (c) TT a 500°C e (d) TT a 600°C. **108**
- Fig. 4.25** Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 0,70 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C, (c) TT a 500°C e (d) TT a 600°C. **108**
- Fig. 4.26** Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 0,54 mm de diâmetro nas condições: (a) STT e (b) TT a 400°C. **109**
- Fig. 4.27**  $H_{c2}$  vs T para amostras dos fios de diâmetros: (a) 1,37 mm, (b) 0,98 mm, (c) 0,70 mm e (d) 0,54 mm para diferentes condições de tratamento térmico. **110**
- Fig. 4.28** Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 1,37 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K. **112**
- Fig. 4.29** Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 0,98 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K. **113**
- Fig. 4.30** Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 0,70 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K. **114**
- Fig. 4.31** Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 0,54 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K. **115**

- Fig. 4.32**  $F_p$  vs  $B$  para fios de Nb-Ti com APC de Nb (HEUSSNER, 1995). Observe que o máximo de  $F_p$  se move para campos mais altos à medida que o tamanho do APC diminui. **118**
- Fig. 4.33** Curvas de  $J_c$  e  $F_p$  versus campo magnético aplicado (4,2 K) dos fios do 3° embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm: (a) Sem tratamento térmico; tratados a (b) 400 °C, (c) 500 °C e (d) 600 °C. **119**
- Fig. 4.34** Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios STT do 3° embutimento em  $T = 4,2$  K, para os fios de diâmetro 2,00, 1,76 e 1,37 mm. **122**

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 2.1</b>	Mecanismos de aprisionamento de acordo com Dew-Hughes (1974).	<b>49</b>
<b>Tabela 4.1</b>	Valor médio das áreas das regiões supercondutoras encontradas nas micrografias usando-se o programa Scion Image	<b>96</b>
<b>Tabela 4.2</b>	Temperatura crítica dos fios do 3° embutimento obtidas por medida de susceptibilidade AC. As amostras foram tratadas termicamente no diâmetro de 2 mm nas temperaturas indicadas por 2 h; SST refere-se às amostras sem tratamento térmico.	<b>105</b>
<b>Tabela 4.3</b>	Campo crítico $H_{c2}$ em 4,2K de amostras dos fios do 3° embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm para as condições: STT (sem tratamento térmico) e tratadas a 400°C, 500 °C e 600 °C.	<b>109</b>
<b>Tabela 4.4</b>	Campo reduzido $b=B/B_{c2}$ em 4,2K das amostras dos fios do 3° embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm para as condições: STT (sem tratamento térmico) e tratadas a 400°C, 500 °C e 600 °C.	<b>123</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

APC	Artificial Pinning Center – Centro de Aprisionamento Artificial
RBAPC	Rod Based Artificial Pinning Center
TT	Tratamento Térmico
STT	Sem Tratamento Térmico
AC	Corrente Alternada
DC	Corrente Contínua
DEMAR	Departamento de Engenharia de Materiais
FAENQUIL	Faculdade de Engenharia Química de Lorena
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura, o mesmo que SEM
FEG	Microscópio eletrônico de varredura field emission
EDS	Espectrômetro de Energia Dispersiva
OFHC	<i>Oxygen Free-High Conductivity</i> (para cobre ou alumínio)
PPMS	Physical Properties Measurement System.
LNLS	Laboratório Nacional Luz Síncrotron

## LISTA DE SÍMBOLOS

B	Indução magnética ou, simplesmente, campo magnético
$B_c$	Campo crítico termodinâmico
$\mu_0$	Permeabilidade magnética do vácuo
H ou $H_a$	Campo externo aplicado
$H_{c1}$	Campo magnético crítico inferior
$H_{c2}$ ou $B_{c2}$	Campo magnético crítico superior
h ou b	Campo magnético reduzido, definido como a razão entre o campo aplicado H e o campo crítico superior $H_{c2}$
$\phi_0$	Quantum de fluxo magnético, ( $\phi_0 = 2,07 \times 10^{-15}$ Wb)
$a_0$	Espaçamento das linhas de fluxo
$F_L$	Força de Lorentz, definida como $F_L = I \times \mu_0 H_a$
$F_p$	Força de aprisionamento de fluxo magnético
$f_p$	Força de aprisionamento elementar
$S_v$	Área específica da interação do vórtice com o centro de aprisionamento, na equação de Dew-Hughes
$\kappa$	Parâmetro de Ginzburg-Landau.
m	Momento magnético
M	Magnetização, definida como a razão entre o momento magnético m e o volume da amostra
$\Delta M$	Diferença entre a magnetização da região supercondutora e da região normal, na equação de Dew-Hughes
$\xi$	Parâmetro de ordem ou comprimento de coerência supercondutor

$\xi_N$	Comprimento de coerência normal
$\lambda$	Comprimento de penetração de London
$I_c$	Corrente Crítica do material supercondutor
$J_c$	Densidade de corrente crítica total, obtida pela divisão de $I_c$ pela área da seção transversal do supercondutor
$L$	Comprimento do fio
$\chi_{AC}$	Susceptibilidade magnética
$T_c$	Temperatura Crítica
$\Delta T_c$	Largura da transição entre a região supercondutora e normal
$d_p$	Diâmetro do centro de aprisionamento
$d_w$ ou $d_f$	Diâmetro do fio
$N$	Número de filamentos
$\beta$	Razão entre o diâmetro do filamento e o diâmetro do centro de aprisionamento
$\phi_i$	Diâmetro inicial do fio
$\phi_f$	Diâmetro final do fio
$\varepsilon$	Deformação real ( $\varepsilon = 2 \ln \phi_i / \phi_f$ )
%peso	Porcentagem em peso de um elemento em um composto (%peso)
%at	Porcentagem atômica de um elemento em um composto (%atômico)

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>22</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>27</b>
<b>2.1</b>	<b>DESENVOLVIMENTO DE FIOS SUPERCONDUTORES DE Nb-Ti COM ALTAS DENSIDADES DE CORRENTE</b>	<b>29</b>
<b>2.1.1</b>	<b>Liga convencional – Centros de Aprisionamento de Ti-<math>\alpha</math></b>	<b>32</b>
<b>2.1.2</b>	<b>Liga Convencional – Centros de Aprisionamento Artificiais (APC)</b>	<b>36</b>
<b>2.2</b>	<b>ANISOTROPIA DE <math>J_c</math> – INFLUÊNCIA EM MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO</b>	<b>40</b>
<b>2.3</b>	<b>APRISIONAMENTO DE FLUXO MAGNÉTICO EM SUPERCONDUTORES</b>	<b>41</b>
<b>2.4</b>	<b>DIMINUIÇÃO DA TEMPERATURA CRÍTICA E DO CAMPO MAGNÉTICO CRÍTICO POR EFEITO DE PROXIMIDADE</b>	<b>52</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>55</b>
<b>3.1</b>	<b>OBTENÇÃO DO CENTRO DE APRISIONAMENTO DE Nb+Ti</b>	<b>55</b>
<b>3.2</b>	<b>OBTENÇÃO DOS FILAMENTOS DA MATRIZ SUPERCONDUTORA DE Nb-47%Ti</b>	<b>58</b>
<b>3.3</b>	<b>PRIMEIRO PROCESSO DE EMBUTIMENTO – (271 FILAMENTOS: 65 DE Nb+Ti APC)</b>	<b>59</b>
<b>3.4</b>	<b>SEGUNDO PROCESSO DE EMBUTIMENTO: 169 FILAMENTOS (65X169 DE Nb+Ti APC)</b>	<b>61</b>
<b>3.5</b>	<b>TERCEIRO PROCESSO DE EMBUTIMENTO – MULTIFILAMENTO: 169 FILAMENTOS (65X169X169 DE Nb+Ti APC)</b>	<b>64</b>

3.6	PREPARAÇÃO METALGRÁFICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	65
3.7	MEDIDAS DE TEMPERATURA CRÍTICA E CAMPO MAGNÉTICO CRÍTICO POR TRANSPORTE	67
3.8	MEDIDAS DE CORRENTE CRÍTICA POR TRANSPORTE ATÉ 9 T	69
3.9	MEDIDAS DE CORRENTE CRÍTICA POR TRANSPORTE ATÉ 12 T	69
3.10	MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO DC E SUSCEPTIBILIDADE AC	70
3.11	ANÁLISE DIGITAL DAS IMAGENS	72
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>75</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	75
4.1.1	<b>1º Embutimento: 271 filamentos (65 filamentos de Nb+Ti APC)</b>	<b>75</b>
4.1.2	<b>2º Embutimento: 169 filamentos (65x169 de Nb+Ti APC)</b>	<b>82</b>
4.1.3	<b>3º Embutimento: 169 filamentos (65x169x169 filamentos de Nb+Ti APC) – Fio Multifilamentar</b>	<b>86</b>
4.1.4	<b>3º Embutimento: 169 filamentos (65x169x169 filamentos de Nb+Ti APC): Microscopia de varredura por <i>field emission</i></b>	<b>89</b>
4.1.5	<b>Cálculo da área supercondutora dos fios caracterizados por medidas de transporte e magnetização</b>	<b>93</b>
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES SUPERCONDUTORAS	96
4.2.1	<b>Medidas de Temperatura Crítica e Campo Crítico por transporte – Fio do primeiro embutimento.</b>	<b>96</b>

<b>4.2.2</b>	<b>Medidas de Magnetização DC e AC</b>	<b>100</b>
<b>4.2.3</b>	<b>Medidas de campo crítico por transporte</b>	<b>107</b>
<b>4.2.4.</b>	<b>Resultados de Densidade de Corrente Crítica por transporte até 9T</b>	<b>110</b>
<b>4.2.5</b>	<b>Medidas de corrente crítica por transporte até 12 T</b>	<b>120</b>
<b>4.2.6</b>	<b>Análise de densidade de força de aprisionamento <math>F_p</math></b>	<b>123</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>125</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>128</b>

# 1 INTRODUÇÃO

A liga Nb-Ti tem sido estudada quanto as suas propriedades supercondutoras desde meados dos anos 1960. Pfeiffer e Hillmann (1968) deram o primeiro passo importante no desenvolvimento deste material tendo identificado os precipitados de Ti- $\alpha$  como a fase importante para a obtenção de altas densidades de corrente nestes materiais o que estimulou outros pesquisadores a atuar nesta área (NEAL et al, 1971). Outro passo importante foi a constatação de que a homogeneidade da liga seria fundamental para produção de fios supercondutores de boa qualidade, no que diz respeito tanto às características metalúrgicas quanto às propriedades supercondutoras. A composição ideal foi definida, com Nb-47%Ti (% em peso) com uma variação máxima permitida de cerca de 2% (LARBALESTIER et al, 1985a).

Os fios supercondutores de Nb-Ti são produzidos por seqüências de tratamentos termomecânicos: deformações seguidas de tratamentos térmicos de envelhecimento para a produção de uma 2ª fase, os precipitados de Ti- $\alpha$ . Esta 2ª fase é de fundamental importância para que altas densidades de corrente crítica sejam obtidas. Quase 100% dos aparelhos RMN usados na medicina têm magnetos de Nb-Ti como o elemento gerador de campo magnético.

Apesar da ampla utilização deste material comercialmente, os mecanismos de aprisionamento de vórtices (linhas de fluxo) que atuam nestes materiais, responsáveis pela obtenção de altas densidades de corrente crítica, ainda não estão bem estabelecidos.

Ao longo dos últimos 20 anos (DOROFJEV et al, 1985) vêm sendo feitos esforços no intuito de entender estes mecanismos de aprisionamento de vórtices em fios de Nb-Ti. Excelentes artigos de revisão nesta área foram publicados por (COOLEY, MOTOWIDLO, 1999) e (LEE, 1999). Estes esforços concentram-se no estudo de multicamadas (KADYROV, GUREVICH, LARBALESTIER, 1996), (McCAMBRIDGE et al 1996), (McCAMBRIDGE et

al 1997) e também de fios de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais – APC (artificial pinning center) (HEUSSNER et al, 1995), (BORMIO-NUNES, HEUSSNER, LARBALESTIER, 1996; 1997), (MOTOWIDLO, KANITHI, ZEITLIN, 1990), (KANITHI et al, 1992), (MOTOWIDLO et al, 1992), (DIETDERICH, EYLON, SCALAN, 1992), (YAMAFUJI et al, 1991), (MOTOWIDLO et al, 1993), (MIURA et al, 1992), (MATSUMOTO et al, 1991), (MATSUMOTO et al. 1992), (MATSUMOTO et al, 1994), (MATSUMOTO et al, 1993), (HEUSSNER et al, 1996), (HEUSSNER et al, 1997a), (HEUSSNER et al, 1997b), (FUKUOKA, 1997), (RIZZO et al, 1996), (WANG et al, 1997a), (WANG et al, 1997b), (TIRELLI, 2002).

Os fios APC são produzidos numa rota de fabricação que produz centros de aprisionamento artificiais (artificial pinning center – APC), onde a segunda fase (Nb, Ti ou Cu) é introduzida já no início do processo de fabricação do fio, combinando, por exemplo, chapas da liga Nb-Ti com chapas do material APC (MOTOWIDLO, KANITHI, ZEITLIN, 1990), (MOTOWIDLO et al, 1992). O compósito Nb-Ti/APC é então mecanicamente deformado por extrusão e trefilação a frio. Outra rota para fabricação do fio Nb-Ti/APC envolve a produção inicial de um compósito composto por Nb puro e Ti puro, os quais podem ser produzidos ou intercalando chapas de Nb e Ti ou combinando tubos de Nb e barras de Ti (no centro). O compósito é então mecanicamente processado (extrusão, forjamento e trefilação) e após várias seqüências de embutimento, o Nb e o Ti estão presentes em camadas com espessuras reduzidas. Durante a fabricação, tratamentos térmicos são aplicados ao compósito para formar a liga Nb-Ti por difusão, deixando parte do Nb ou do Ti puros no compósito, como material de segunda fase (RUDZIAK, et al, 1995), (SEUNTJENS, et al, 1995), (WONG, et al, 1996), (WONG, et al, 1997), (RENAUD, et al, 1995). Estes tratamentos também têm por objetivo recuperar ou recristalizar os materiais do compósito e assim melhorar a ductilidade.

As multicamadas são produzidas por deposição de camadas intercaladas da liga Nb-47%Ti e do material do centro de aprisionamento desejado. É uma estrutura ordenada e modelar pois as espessuras e separações entre centros de aprisionamento não tem dimensões variáveis (KADYROV, GUREVICH, LARBALESTIER, 1996), (McCAMBRIDGE et al, 1997), (WARNES, FAASE, NORRIS, 1996), (McCAMBRIDGE, et al 1996). Apesar das duas técnicas de produção de material, multicamadas e fios APC, terem se mostrado como promissoras no início dos estudos, ambas apresentaram resultados que não permitiam que o objetivo inicial de “entender” o comportamento de aprisionamento de vórtices no Nb-Ti fosse atingido.

No caso das multicamadas, o sistema considerado ideal para simular a microestrutura encontrada nos fios, os experimentos realizados apresentaram resultados difíceis de ser interpretados, dificuldades estas associadas à dimensionalidade das multicamadas, bem como efeitos de “matching” da rede de vórtices com a estrutura das multicamadas. Para maiores detalhes ver (KADYROV, GUREVICH, LARBALESTIER, 1996).

No caso dos fios APC grande dificuldade foi encontrada na fabricação destes materiais. Uma destas dificuldades diz respeito à compatibilidade metalúrgica entre a liga Nb-Ti e o material APC, compatibilidade esta relacionada aos comportamentos de endurecimento e durezas iniciais semelhantes, temperaturas de recristalização do material APC próximas à da liga e baixa capacidade de formação de fases com propriedades metalúrgicas diferentes da matriz. Estas características foram identificadas como fundamentais para o sucesso da fabricação do material. São importantes para que deformações reais da ordem de  $\varepsilon = 23$  possam ser aplicadas ao material com o objetivo de se atingir os tamanhos e separações entre os centros de aprisionamento APC na faixa de dezenas de nanômetros. No caso da liga convencional em fios de Nb-Ti, as fitas de Ti- $\alpha$  que produzem as maiores densidades de corrente crítica, ou seja, se tornam efetivas para o aprisionamento dos vórtices, têm espessuras

da ordem de 2-4 nm e separações da ordem de 10 nm. Dentre os materiais APC utilizados, o Nb mostrou-se um material APC com um alto desempenho de  $J_c$  para campos de 2-6T ( $J_c = 4600 \text{ A/mm}^2$ ) (HEUSSNER et al, 1996). Outros materiais usados como o Cu, ligas de Nb, Fe, Ti resultaram em materiais com baixa densidade de corrente crítica se comparados ao APC de Nb e mesmo o fio convencional com precipitados de Ti- $\alpha$ . O centro de aprisionamento intrínseco, Ti- $\alpha$ , apresenta ótimos valores de  $J_c$  acima de 6 T, pois o fio com este centro de aprisionamento, não apresenta degradação do campo crítico superior  $H_{c2}$  como ocorre com o APC de Nb.

Com o intuito de melhor entender o papel do Ti- $\alpha$  como centro de aprisionamento, usamos a técnica de fabricação RBAPC (Rod Based Artificial Pinning Center) para a obtenção de um fio de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais de Ti- $\alpha$ , com 24% de fração volumétrica de centros de aprisionamento.

Foi produzido um fio de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais simulando o Ti- $\alpha$ . O material APC foi fabricado pela técnica RBAPC (Rod Based Artificial Pinning Center) (HEUSSNER et al., 1996), (HEUSSNER, 1998). Neste arranjo, combinamos fios da liga convencional de Nb-Ti com fios de centro de aprisionamento. Estes últimos foram produzidos através do embutimento de uma barra de Ti em tubo de Nb e foram deformados por forjamento rotativo até as dimensões desejadas. Durante o processo de deformação do fio, foram aplicados tratamentos térmicos para recristalização dos materiais do compósito. Estes tratamentos também permitiram a interdifusão entre o Nb e o Ti do filamento Nb+Ti, com o intuito de formar um material APC rico em Ti (RUDZIAK et al, 1995), (SEUNTJENS et al, 1995), (WONG et al, 1996), e com baixo teor de Nb. Isso simularia a fase Ti- $\alpha$ , que tem, segundo estimado por Cooley (1996), uma composição próxima de 5-6% de Nb.

Os fios foram caracterizados quanto às propriedades supercondutoras por magnetização AC para obtenção da temperatura crítica e magnetização DC para posterior

cálculo da densidade de corrente crítica  $J_c$  e posterior comparação com resultados por medidas de transporte. A caracterização de  $J_c$  por medidas de transporte foi realizada até campos de 9 T para todas as amostras e até 12 T para as melhores amostras. O campo crítico  $B_{c2}$  também foi determinado para todas as amostras por medidas de transporte.

Resultados como o fato de que quando os fios supercondutores têm seus diâmetros reduzidos, há um crescimento de  $B_{c2}$ , está de acordo com o observado em fios supercondutores de Nb-Ti com centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$ .

No que diz respeito a performance quanto à densidade de corrente crítica, os fios obtidos não tiveram uma excelente performance, devido a fatores denominados extrínsecos às propriedades supercondutoras e que têm origem na etapa de forjamento rotativo do processo de fabricação. Porém, comparados com resultados anteriores em fios APC obtidos pela mesma rota de fabricação, a melhora obtida em  $J_c$  foi alcançada.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Por mais de 40 anos, os supercondutores de Nb-Ti têm sido considerados o carro chefe na fabricação de magnetos supercondutores (SEEBER, 1998a). A dupla Nb-Ti e Nb<sub>3</sub>Sn, também chamados de *low T<sub>c</sub>*, supercondutores de baixa temperatura crítica, tem sido os responsáveis por impulsionar o vasto mercado da indústria de supercondutores, que cobre a fabricação de aparelhos de Imagem por Ressonância Magnética (MRI), Magnetos de Ressonância Nuclear (NMR), magnetos para aceleradores de partículas, dispositivos por fusão por plasma e magnetos empregados em pesquisas (SEEBER, 1998b). Estas aplicações foram favorecidas pelas altas densidades de corrente desses materiais, aliadas com o baixo custo de fabricação.

Os supercondutores de Nb-Ti foram descobertos em meados dos anos 60. Em 1968, Pfeifer e Hillmann deram os primeiros passos no desenvolvimento desse material, tendo identificado os precipitados de Ti- $\alpha$ , como a fase importante para a obtenção de altas densidades de corrente nesses materiais (PFEIFFER, HILLMANN, 1968), (NEAL et al, 1971). Suas propriedades supercondutoras são moderadas: apresentam uma temperatura crítica,  $T_c$ , de 9 K e um campo magnético superior,  $H_{c2}$ , de 11 T a 4,2 K e 14 T a 2 K. A composição ideal da liga comercial foi definida como Nb-47%Ti (% em peso), com uma variação máxima permitida de 2% (LARBALESTIER et al, 1985a). A boa ductilidade da liga Nb-Ti é um dos principais motivos para o seu sucesso na obtenção de longos comprimentos de fio e conseqüentemente para a fabricação de magnetos supercondutores.

Nos trabalhos de (NEAL et al, 1971), a presença de altas densidades de discordâncias que foram criadas após altos graus de deformações a frio foi correlacionada com o aumento da densidade de corrente. Notou-se também que, quando aplicado um tratamento térmico de 385°C/1h no estágio final de deformação a frio, a densidade de corrente crítica aumentava

substancialmente de 400 a 1200 A/mm<sup>2</sup> (5 T, 4,2 K). Estes estudos foram precursores da identificação do precipitado Ti- $\alpha$  como sendo o principal centro de aprisionamento em supercondutores de Nb-Ti.

Ao longo dos últimos 20 anos têm sido feitos esforços no intuito de melhorar o entendimento dos mecanismos de aprisionamento de fluxo no Nb-Ti e incorporar essas melhorias na fabricação comercial dos fios supercondutores de Nb-Ti (LARBALESTIER et al, 1985a). As tentativas de melhorar o desempenho dos fios supercondutores de Nb-Ti quanto a sua capacidade de condução de corrente podem ser divididas em duas categorias: características intrínsecas e extrínsecas.

As limitações extrínsecas foram descobertas e corrigidas. Elas incluem a formação de intermetálicos na interface Cu/Nb-Ti durante os tratamentos térmicos de precipitação da fase Ti- $\alpha$  (LARBALESTIER et al, 1985b). Para evitar a formação desses intermetálicos foi usada uma barreira de difusão de Nb em torno dos filamentos de Nb-Ti durante a fabricação do compósito.

Outro problema extrínseco é a tendência dos filamentos apresentarem variação do diâmetro do fio ao longo do comprimento (ensalsichamento). O ensalsichamento é causado pelo rompimento de alguns filamentos internos, devido à diferença de propriedades mecânicas entre o Nb-Ti e a matriz de Cu. O cobre, por apresentar uma dureza menor e se deformar mais que a liga de Nb-Ti apresenta um “empescoçamento” durante a deformação a frio, causando a ruptura dos filamentos internos, formando o “ensalsichamento”. Isto pode ser prevenido através da melhoria do empacotamento do feixe de fios dentro da matriz de cobre (GREGORY et al., 1987).

A primeira limitação intrínseca que foi encontrada e corrigida foi a heterogeneidade da liga de Nb-Ti, causada pela distribuição das regiões ricas em Ti da liga (WEST et al, 1983). Estas regiões respondem diferentemente ao tratamento térmico de precipitação e,

conseqüentemente, dificultam a formação de uma fase uniforme de fase Ti- $\alpha$ , necessária para um aprisionamento de fluxo eficiente (LEE, LARBALESTIER, 1987).

Como resultado da otimização do tamanho e separação da 2ª fase (Ti- $\alpha$ ) e da melhoria das propriedades da liga de Nb-Ti, a densidade de corrente crítica atingida nos fios teve um aumento substancial desde (NEAL et al., 1971), ou seja, acima de 3700 A/mm<sup>2</sup> (5 T, 4,2 K) (CHENGREN, LARBALESTIER, 1987).

## 2.1 DESENVOLVIMENTO DE FIOS SUPERCONDUTORES DE Nb-Ti COM ALTAS DENSIDADES DE CORRENTE

Os materiais supercondutores exibem supercondutividade em uma região abaixo de valores de temperatura crítica,  $T_c$ , campo magnético crítico superior,  $H_{c2}$  e densidade de corrente crítica,  $J_c$ . Os valores de  $T_c$  e  $H_{c2}$  são principalmente determinados pelas propriedades dos elétrons e fônons do material e dependem da sua composição química e da sua estrutura cristalina. São propriedades intrínsecas e podem ser manipuladas muito pouco durante a fabricação do fio. A densidade de corrente crítica,  $J_c$ , ao contrário é um parâmetro extrínseco e é fortemente dependente da temperatura e do campo magnético. É determinada pela microestrutura do material e pode, portanto ser manipulada durante o processo de fabricação do fio supercondutor.

A supercondutividade é caracterizada por dois estados magnéticos e também pela temperatura crítica. Os supercondutores destinados para aplicações práticas tais como fios e cabos elétricos, são supercondutores do Tipo II, pois estes materiais podem ser utilizados em aplicações de alto campo magnético. Na presença de campo magnético, o fluxo magnético penetra no volume do material supercondutor tipo II acima de um campo crítico inferior,  $H_{c1}$ , o qual é  $< 100$  mT no caso do Nb-Ti e até um campo crítico  $H_{c2}$  entre 10 e 11 T. Este fluxo

magnético existe como um arranjo quantizado de linhas de fluxo ou vórtices, os quais são espaçadamente ordenados de  $a_0 = 1,07\sqrt{\phi_0/B}$ , onde B é a indução magnética e  $\phi_0 = 2,07 \times 10^{-15}$  Wb é o quantum de fluxo magnético. O vórtice pode ser pensado como um tubo de diâmetro  $\lambda$ . No centro deste tubo existe um outro tubo concêntrico (núcleo) de diâmetro  $\xi$ . Dentro do núcleo, o material encontra-se no estado normal, portanto tem fluxo magnético penetrado dentro desta região. Além desta região do núcleo, correntes de blindagem supercondutoras decaem até a distância  $\lambda$ , que é conhecida como comprimento de penetração de London. O diâmetro do núcleo  $\xi$ , também é conhecido como comprimento de coerência supercondutor e depende inversamente do campo crítico, ou seja, à medida que a temperatura aumenta o campo crítico diminui e o diâmetro do núcleo do vórtice aumenta. Na presença de campo magnético, quando o campo aplicado atingir o valor de  $H_{c2}$  os núcleos dos vórtices têm seus diâmetros máximos, se tocam e o material passa para o estado normal como um todo.

Em uma rede de fluxo, os vórtices são sujeitos a uma força de interação repulsiva que resultam das correntes de blindagem presentes. Em um estado de equilíbrio, estas forças se compensam entre si numa rede regular e triangular de vórtices. A presença de correntes externas, no entanto, provocaria o aparecimento de uma força chamada de força de Lorentz,  $F_L$ , formada pelo produto vetorial da corrente J e o campo aplicado ao material  $\mu_0 H$ :  $\vec{F}_L = \vec{J} \times \mu_0 \vec{H}$ . Esta força é perpendicular a corrente aplicada e ao campo e faz os vórtices se movimentarem na sua direção. Esta movimentação tem um caráter resistivo, pois o núcleo do vórtice é normal, cujo efeito é o aumento da temperatura local e como consequência, teríamos uma dissipação de calor que faria com que o material passasse para o estado normal. No entanto, os supercondutores do tipo II podem sustentar uma densidade de corrente crítica mesmo se existir um gradiente de fluxo magnético definido pela equação de Maxwell  $\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J}$ . Este gradiente pode ser sustentado por regiões de defeitos que

aprisionam os vórtices. Estas regiões são chamadas de centros de aprisionamento, que podem ser formados por discordâncias, vacâncias, átomos intersticiais, precipitados de materiais não supercondutores, contornos de grão etc. A interação desses defeitos com os vórtices resulta em uma força de aprisionamento,  $F_p$ , que atua no sentido oposto a força de movimentação dos vórtices,  $F_L$ . Quanto maior for a força de aprisionamento,  $F_p$ , maior será a densidade de corrente crítica do material. Portanto, para maximizar  $J_c$ , é necessário desenvolver centros de aprisionamento eficientes para barrar o movimento dos vórtices. Parâmetros como a quantidade e distribuição desses defeitos, bem como a forma e a natureza do material empregado, devem ser levados em conta no processo de fabricação de um fio supercondutor.

Dois métodos são utilizados para introduzir uma estrutura de centros de aprisionamento em fios supercondutores de Nb-Ti. O primeiro e mais empregado comercialmente, é o método convencional, onde são aplicadas seqüências de deformação a frio da liga Nb-47%Ti (% em peso) seguidas de tratamentos térmicos. Esse processamento termomecânico tem por objetivo a precipitação da fase normal (não supercondutora) Ti- $\alpha$ , intrínseca ao material. Um outro caminho que foi proposto por (DOROFJEV et al., 1985), introduz centros de aprisionamento artificiais ao material (APC – Artificial Pinning Center). A idéia básica desse método é incorporar um metal normal dentro da matriz supercondutora no início do processo de fabricação. Ambos, matriz e APC, seriam em seguida, reduzidos por processos de deformação, como extrusão e trefilação, até que o componente normal do composto atingisse o tamanho e espaçamento ideal para o aprisionamento dos vórtices (SCANLAN et al, 2004)

### 2.1.1 Liga convencional – Centros de Aprisionamento de Ti- $\alpha$

Conforme podemos ver na Fig. 2.1, o campo magnético crítico superior,  $H_{c2}$  atinge um pico máximo quando a quantidade de Ti está da faixa de 40% a 50% em peso de Ti, sendo que o maior valor de  $H_{c2}$  é de 11,5 T a 44% em peso de Ti (LEE. et al, 2001). A temperatura crítica cai continuamente acima dessa faixa com o aumento de Ti. Comercialmente, para o Nb-Ti, um  $H_{c2}$  maior é desejado e por isso as ligas comerciais são ricas em Ti e as ligas de Nb45-50%Ti (% em peso) são preferidas em relação aquelas com Nb25-30%Ti (FONER et al., 1981).

De acordo com a Fig. 2.2, existem somente duas fases estáveis no sistema binário Nb-Ti, a fase Nb-Ti- $\beta$  que é cúbica de corpo centrada (ccc) e a fase Ti- $\alpha$ , que é hexagonal compacta. O Ti- $\alpha$  tem uma composição de 6% de Nb (% atômico) (COOLEY, LEE, LARBALESTIER, 1996). A composição da liga Nb-Ti não só determina as propriedades supercondutoras, mas também a quantidade e a morfologia do centro de aprisionamento Ti- $\alpha$  que pode ser formado. Quanto maior a quantidade de Ti, mais centro de aprisionamento é formado e teremos uma liga de baixo custo, já que o Ti é mais barato que o Nb. Durante o processo de fabricação de um fio convencional, os centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$  são precipitados preferencialmente nos pontos triplos dos contornos de grão (LEE, LARBALESTIER, 1987). Este tipo de precipitação produz um arranjo uniforme de precipitado, que tem sua distribuição controlada pelo tamanho de grão da fase Nb-Ti- $\beta$ . Se aumentarmos muito a quantidade de Ti, no entanto, diminuimos as propriedades supercondutoras e aumentamos a precipitação da fase de “Widmanstätten” nos contornos de grão da liga Nb-Ti, (LEE, LARBALESTIER, MCKINNELL, 1988), (LEE, LARBALESTIER, 2001). Estes precipitados que se formam nos grãos de Nb-Ti, apresentam uma estrutura fina em forma de lamelas ou “*basket wave*”, que aumenta significativamente a

dureza dos filamentos de Nb-Ti, o que pode resultar em filamentos não uniformes e até fraturados.

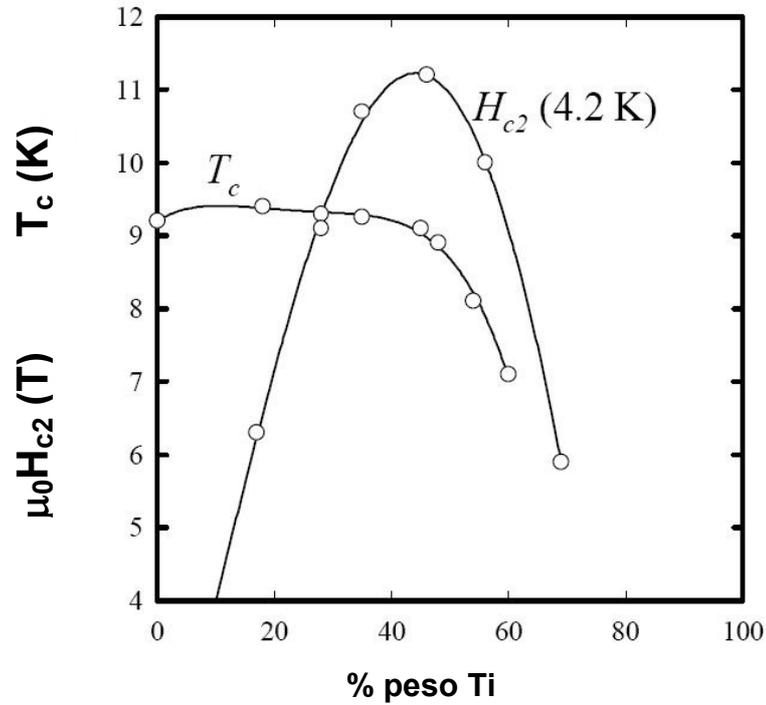


Fig. 2.1 – Temperatura Crítica e campo magnético crítico superior a 4,2 K como função da composição de Nb-Ti (HEUSSNER, 1998)

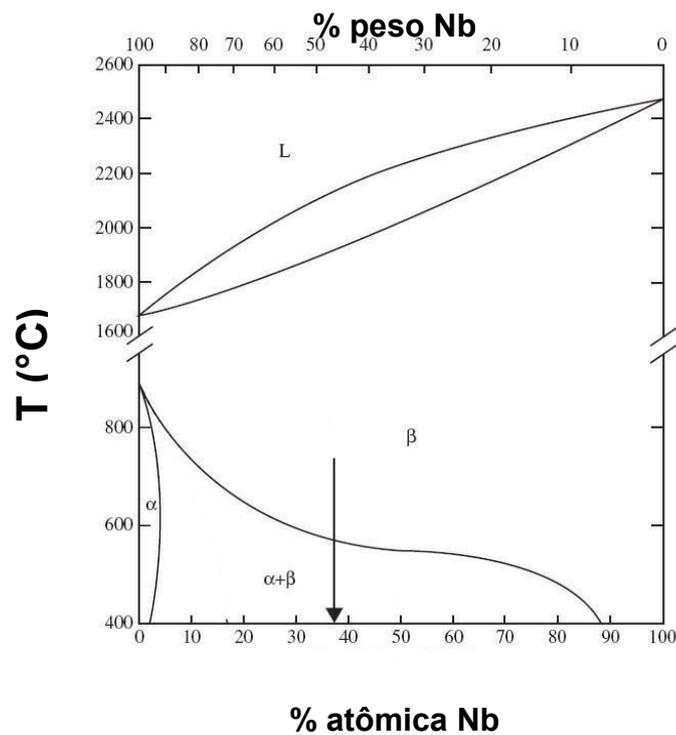


Fig 2.2 – Diagrama de fases do sistema binário Nb-Ti. A seta indica a liga de composição comercial Nb-47%Ti (% peso). (COOLEY et al., 2003)

Os fios convencionais são obtidos por deformação inicial a frio de uma barra de Nb-47% Ti (% em peso) de alta homogeneidade, de forma a acumular um valor de deformação verdadeira,  $\varepsilon \cong 5$ . As deformações relativamente altas têm por objetivo favorecer a cinética de precipitação da fase Ti- $\alpha$ , que ocorrerá preferencialmente nos pontos triplos dos contornos de grão. Séries distintas de tratamentos térmicos e passos de trefilação são usados para nuclear e favorecer o crescimento de 20-25% em volume de precipitados de Ti- $\alpha$ , com diâmetros de 100-200 nm (CHENGREN, LARBALESTIER, 1987) (LEE, LARBALESTIER, 1987). São necessários três ou quatro tratamentos térmicos de 375-420°C por 20-80 h para este propósito, intercalados por deformações de aproximadamente  $\varepsilon=1$ . Numa última etapa, uma deformação final da ordem de  $\varepsilon=5$  é aplicada a fim de diminuir o tamanho dos precipitados. Nas dimensões finais do fio supercondutor, os precipitados têm a forma de fitas alongadas, com espessuras variando de 1 a 4 nm, 50 a 100 nm de largura e 3 a 10 nm de espaçamento (LEE, et al, 1987).

Existe uma relação linear entre a densidade de corrente crítica alcançada e o volume de precipitado Ti- $\alpha$  produzido. Em (LEE, MCKINNELL, LARBALESTIER, 1990),  $J_c$  aumentou linearmente de 0,6-0,8 kA/mm<sup>2</sup> (5 T, 4,2 K) para uma liga sem precipitados (tendo como defeitos, discordâncias, contornos de grão do Nb-Ti) para 3,5-3,8 kA/mm<sup>2</sup> (5 T, 4,2 K) com 20-25% de Ti- $\alpha$ . Os trabalhos de (CHERNYL, et al, 2003) estudaram a influência do tratamento térmico sobre os parâmetros de deformação da microestrutura de fios de Nb-48%Ti (% em peso). A densidade de corrente crítica atingida foi de 3840 A/mm<sup>2</sup>, após uma seqüência de quatro estágios de tratamento térmico a 400°C/400 h. Resultados semelhantes foram encontrados em (CHERNYL, et al, 1991). Em outro trabalho, também para fios de Nb-48%Ti (% em peso), a densidade de corrente crítica excedeu 4000 A/mm<sup>2</sup> (5 T, 4,2 K). Esse feito foi alcançado após um longo tratamento térmico de 420°C/4000 a 8000 h, que produziu aproximadamente 25-33% (% em peso) de Ti- $\alpha$  (CHERNYL, et al, 2002).

Um dos valores mais altos de  $J_c$  encontrados para fios convencionais foi alcançado em (COOLEY et al, 1991) para um fio laminado. Nesse trabalho,  $J_c$  aumentou de 2610 para 3130 A/mm<sup>2</sup> após o aumento da deformação do fio não laminado, até  $\varepsilon = 5,55$ . Após a laminação do fio quando a razão de aspecto atingiu 9,73,  $J_c$  chegou a 5200 A/mm<sup>2</sup> em 5 T. Com a laminação, os precipitados de Ti- $\alpha$  tiveram suas faces mais largas alinhadas com o campo magnético aplicado. Este alinhamento aumenta a eficiência com a qual os vórtices são aprisionados em campo paralelo. Por outro lado, com o campo perpendicular, os valores de  $J_c$  caíram bem abaixo dos valores encontrados para um compósito de Nb-Ti sem tratamento térmico.

Para um fio de Nb-Ti submetido a um campo de 5 T e a uma temperatura de 4,2 K, o tamanho e o espaçamento ideais seriam da ordem de 5 nm e 20 nm, que correspondem, respectivamente, ao tamanho do raio do vórtice e o espaçamento entre eles. A Fig. 2.3 mostra uma estrutura de vórtices nessa situação (5 T, 4,2 K) intercalado com uma microestrutura otimizada de Nb-Ti (LEE, LARBALESTIER, 2001)

Trabalhos de Lazarev et al (1998) em ligas de Nb-60% Ti (% atômica), sugerem que as altas densidades de corrente das ligas de Nb-Ti ocorrem devido à presença de fases ricas em Nb, que se formam nos processos de difusão na liga de Nb-Ti, ao redor do precipitado Ti- $\alpha$ , após os tratamentos termomecânicos empregados na fabricação do fio convencional. Esses resultados só puderam ser comprovados por microscopia de campo iônico, que detectou a presença desses precipitados finos (1-4 nm de espessura) e alongados (>100 nm), com uma concentração de Nb de aproximadamente 80% (% atômica).

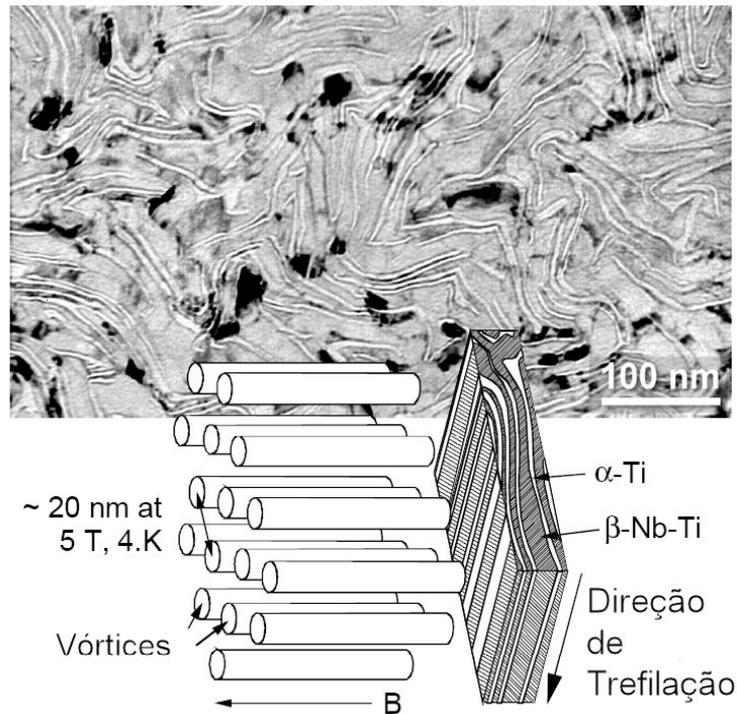


Fig. 2.3 – Imagem de microscopia de transmissão da seção transversal de um supercondutor de Nb-47%Ti mostrando os precipitados de Ti- $\alpha$  em forma de fitas brancas de 1 a 4 nm de espessura. Para comparação, uma estrutura esquemática de uma rede de vórtices a 5 T e 4,2 K, é superposta com a mesma microestrutura tridimensional. (LEE, et al, 2001)

Diferentemente dos mecanismos de aprisionamento sugeridos por Meingast et al, (1989) e Cooley, Larbalestier, Lee, (1996), Lazarev et al (1998) sugere que a otimização de  $J_c$  ocorre devido à região rica em Nb que se forma entre a liga Nb-Ti e o precipitado de Ti- $\alpha$ . Na verdade a região rica em Nb é uma região de composição variável.

### 2.1.2 Liga Convencional – Centros de Aprisionamento Artificiais (APC)

Resultados experimentais (LEE, MCKINNELL, LARBALESTIER, 1990) e teóricos (STEJIC, et al, 1992) mostram que se aumentarmos a fração volumétrica dos precipitados de Ti- $\alpha$ , aumentaríamos também a densidade de corrente crítica,  $J_c$ , devido à maior área de aprisionamento. No entanto, por limitações termodinâmicas e restrições cinéticas, não é possível aumentar a quantidade de Ti- $\alpha$  para além de uma faixa de 20-33% (% peso)

(CHERNYL et al., 2002). A principal vantagem dos fios supercondutores obtidos pela inserção de centros de aprisionamento artificiais é a possibilidade de romper estas restrições termodinâmicas, permitindo produzir fios com uma maior fração volumétrica de segunda fase. Além disso, esta técnica proporciona a escolha da composição e do arranjo dos centros de aprisionamento.

Resumindo, este método confere várias vantagens em relação ao processo convencional:

- (1) Utilização de outros materiais como centros de aprisionamento, os quais poderiam ter uma força de aprisionamento maior que a fornecida pelo Ti- $\alpha$ .
- (2) Os centros de aprisionamento podem ser arranjados em geometria especiais, as quais poderiam ser mais eficientemente ajustadas à rede de vórtices.
- (3) Os centros de aprisionamento podem ter dimensões e formas idênticas no início do processo, permitindo uma distribuição uniforme da microestrutura de centros de aprisionamento nas dimensões finais do fio.
- (4) O material dos centros de aprisionamento pode melhorar outras propriedades supercondutoras do fio final, tal como a temperatura crítica.
- (5) A fração volumétrica dos centros de aprisionamento pode ser muito maior que 20%, sem mudanças significativas no projeto do compósito.

Na literatura, vários materiais foram analisados como centros de aprisionamento artificiais, tais como o Nb, Cu, Ti, Ta, V, Fe, Ni, ligas de Nb-7,5%Ta e Nb-10%W e Ni-Cu.

Um grande sucesso foi obtido com compósitos de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais de Nb (MATSUMOTO et al., 1994) (HEUSSNER et al., 1997a). Estes foram os primeiros compósitos de Nb-Ti a quebrar a barreira de 4000 A/mm<sup>2</sup>. O mais alto valor reportado de  $J_c$  com centros de aprisionamento de Nb foi de 4600 A/mm<sup>2</sup> (HEUSSNER et al., 1997b). O Nb foi escolhido como centro de aprisionamento por duas

razões: primeiramente, com não é supercondutor a campos maiores que 1 T e sua temperatura crítica é praticamente a mesma da liga Nb-Ti, o Nb pode fornecer uma força de aprisionamento elevada sem a degradação excessiva de  $T_c$  e  $H_{c2}$  devido ao efeito de proximidade. Segundo, por razões metalúrgicas, devido a sua excelente ductilidade e à sua melhor compatibilidade com o Nb-Ti, com curvas de endurecimento e dureza iniciais semelhantes. (BORMIO-NUNES et al, 1999).

Vários tipos de geometrias de centros de aprisionamento foram empregados na fabricação de fios APC: arranjos do tipo ilha com Nb APC produzidos por (MIURA et al, 2000), (OKUBO et al, 2000), (LIU et al, 2003) e com Cu APC (TIRELLI, 2002); fios supercondutores de Nb-Ti com Nb APC com arranjo do tipo barreira em (MOTOWIDLO et al, 1990), (MOTOWIDLO et al, 1992) e com Cu APC (MOTOWIDLO et al, 1992), (TIRELLI, 2002). Outra geometria muito usada é o arranjo “rod based” que consiste na combinação dos fios de Nb-47%Ti com os fios APC's, ambos no mesmo diâmetro (HEUSSNER et al., 1996), (HEUSSNER, 1998). Um outro método considerado um dos mais práticos de montagem dos filamentos é conhecido como “Jelly Roll”, que consiste na montagem alternada de chapas de Nb-Ti e Nb APC (SMATHERS et al, 1992). Usando esse tipo de arranjo, longos comprimentos de fio supercondutor foram obtidos com valores de  $J_c$  superiores àqueles obtidos nos fios convencionais em campos de 2-6 T. Anteriormente, o desempenho dos fios com centros de aprisionamento artificiais era ruim em campos de 6-8 T se comparados aos fios convencionais (COOLEY, MOTOWIDLO, 1999). No entanto, trabalhos recentes com centros de aprisionamento artificiais de Cu-Ni obtiveram excelentes propriedades também a campos mais altos ( $> 6$  T) (MOTOWIDLO, RUDZIAK, WONG, 2003).

A razão para a queda de  $J_c$  a campos mais altos é resultado do efeito de proximidade entre a matriz supercondutora e a fase normal. O efeito de proximidade é entendido como a

modificação das propriedades do metal supercondutor quando em contato com a fase normal, não supercondutora (DE GENNES, 1964). Essa alteração nas propriedades do supercondutor somente ocorre quando as dimensões ou espessuras das interfaces entre as regiões supercondutoras e normais são menores ou iguais a 100 nm, tal como é encontrado dos compósitos APC. Como consequência, há redução de  $T_c$  e  $H_{c2}$ , significando também queda nos valores de  $J_c$  em campos mais altos. A região supercondutora se acopla à normal, que tem um  $\xi_N$  maior, perdendo suas melhores características intrínsecas.

No trabalho de Motowidlo, Rudziak, Wong (2003), foram utilizados centros de aprisionamento de Cu e ligas ferromagnéticas de Cu-Ni. Todos os fios foram fabricados com 12% em volume de centros de aprisionamento, com razões xNi: yCu de 6Ni/6Cu, 8Ni/4Cu e 12Cu. Quando comparados entre si, os centros de aprisionamento ferromagnéticos exibiram um melhor aprisionamento de fluxo em altos campos, ao contrário do que ocorreu com o APC de Cu. Os autores sugerem que o melhor desempenho de  $J_c$ ,  $T_c$  e  $H_{c2}$  em alto campo, foi devido ao fato de existir uma barreira resistiva de Ni entre o APC e a matriz de Nb-Ti. De fato, o Ni possui um comprimento de coerência  $\xi_N$  muito pequeno e com isso o efeito de proximidade foi reduzido e as propriedades a campos mais altos não foram degradadas. Além disso, a presença de um material ferromagnético como o Ni dentro do centro de aprisionamento (Cu-Ni), contribui para esse resultado. A densidade de corrente crítica obtida foi de  $5034 \text{ A/mm}^2$  (5 T, 4,2 K).

Os melhores resultados de  $J_c$  já mencionados acima para fios convencionais e APC são mostrados na Fig. 2.4.

Há ainda um outro método de obtenção de fios APC que consiste na combinação de chapas, ou tubos e barras de Nb e Ti puros. A liga Nb-Ti é obtida através da difusão no estado sólido entre o Nb e Ti, utilizando-se as temperaturas e tempos adequados. Este método não prescinde do uso da liga convencional e neste caso os centros de aprisionamento são Nb e Ti

puros, que por ventura, remanescem após os tratamentos térmicos aplicados para formação da liga (RUDZIAK et al, 1995), (SEUNTJENS et al, 1995), (WONG et al, 1996). Esta metodologia foi utilizada no desenvolvimento do presente trabalho.

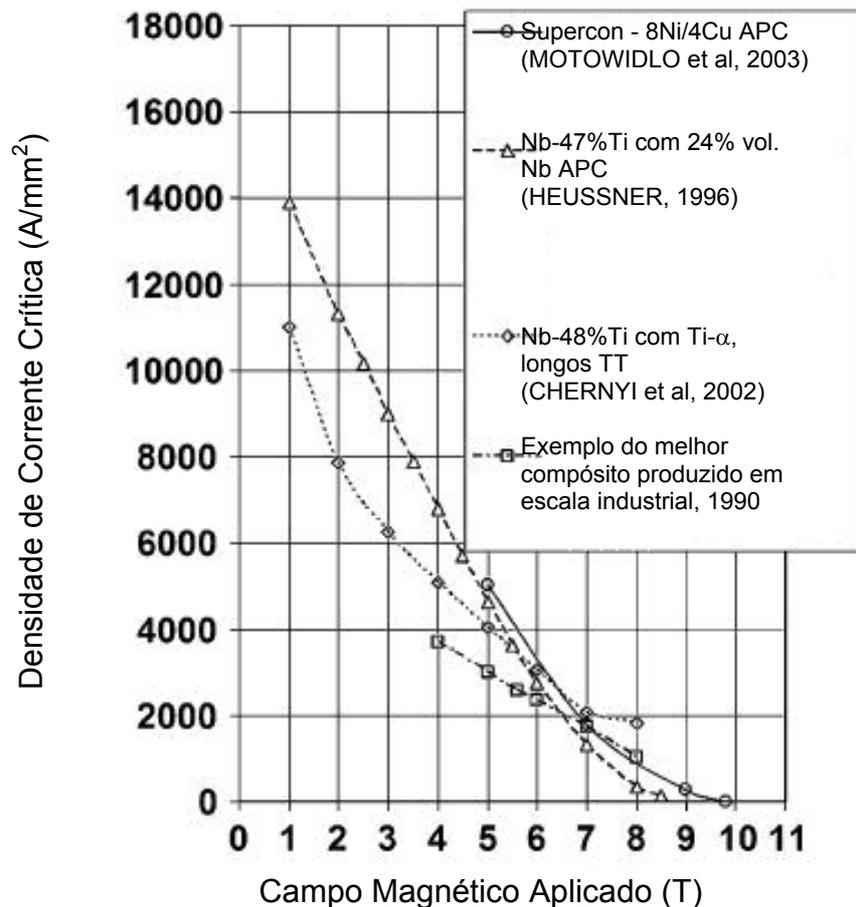


Fig 2.4 – Densidade de corrente crítica para compósitos convencionais e APC. (CHENGREN, et al, 1987), (COOLEY, et al, 1999), (CHERNYI, et al, 2002), (SCANLAN et al, 2004)

## 2.2 ANISOTROPIA DE $J_c$ – INFLUÊNCIA EM MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO

Medidas de magnetização feitas em fios de Nb-Ti com centro de aprisionamento de Nb (BORMIO-NUNES, HEUSSNER, LARBALESTIER, 1996) e em fios convencionais (BORMIO-NUNES, HEUSSNER, LARBALESTIER, 1997) mostraram que a densidade de corrente crítica apresenta uma anisotropia que depende do comprimento da amostra.

Observou-se uma forte dependência da forma e magnitude da largura de histerese de magnetização,  $\Delta M$ , com o comprimento da amostra. Quando a amostra é longa, a largura do laço de magnetização é maior e satura para valores de comprimento maiores que  $L_S$  (comprimento de saturação). Na verdade para  $L > L_S$   $J_c$  obtido a partir de  $\Delta M$  (largura do laço de magnetização) é comparável com  $J_c$  obtido por medidas de transporte. No caso de amostras curtas, os valores de  $\Delta M$  encontrados foram de até seis vezes menor do que para amostras longas, de modo que a densidade de corrente. Isso prova que a estrutura de aprisionamento de fluxo, seja ela, Ti- $\alpha$  ou APC, é anisotrópica. Com isto, ao se tentar extrair  $J_c$  de medidas de magnetização DC ( $\Delta M$ ) é necessário que  $\Delta M$  esteja na condição de saturação. No trabalho de (TIRELLI, 2002) em fios APC de Nb-Ti com centros de aprisionamento de Cu, foi observada a anisotropia de  $J_c$  para os fios produzidos nos arranjos tipo ilha e barreira.

### 2.3 APRISIONAMENTO DE FLUXO MAGNÉTICO EM SUPERCONDUTORES

Os centros de aprisionamento presentes em um supercondutor interagem com a estrutura de vórtices e uma força atrativa de aprisionamento  $F_p$  aparece entre os defeitos e os vórtices. Se a força de aprisionamento é suficientemente intensa, a ação da força de Lorentz pode ser equilibrada, conforme já discutido na seção 2.1. A corrente crítica é definida quando a força de Lorentz é equilibrada pela força de aprisionamento volumétrica  $F_p$ . Matematicamente, temos:  $\vec{J}_c \times \vec{B} = \vec{F}_p$ .

$F_p$  é uma função da temperatura  $T$ , do campo magnético  $B$  ( $\mu_0 H$ ) e da microestrutura do material. Esta última é definida pela dimensão e espaçamento  $d_p$  entre os centros de aprisionamento. Essa dependência da força de aprisionamento volumétrica  $F_p$  com o campo magnético  $B$ , é uma propriedade mensurável de aprisionamento de fluxo. A forma da curva de  $F_p$  vs  $B$  pode sugerir qual é o mecanismo elementar de aprisionamento de fluxo que está

atuando no sistema e, conseqüentemente, qual deve ser o tipo de defeito na microestrutura que está ancorando os vórtices, segundo algumas teorias existentes (FIETZ, WEBB, 1969) (DEW-HUGHES, 1974) e (EKIN, 1980). Estas relações são conhecidas como regra de escalonamento. Na verdade com estas regras é possível comparar a forma da curva de aprisionamento volumétrica com as interações de aprisionamento elementares e os defeitos na microestrutura do material.

De maneira geral, a força de aprisionamento volumétrica pode ser obtida através do cálculo da interação de aprisionamento elementar entre o vórtice e o centro de aprisionamento usando-se uma teoria microscópica e então se somando estas forças de aprisionamento elementares.

Uma boa aproximação para a soma, no limite de alta densidade de centros de aprisionamento, é considerar que cada centro de aprisionamento interage com um vórtice, tal que as forças elementares de aprisionamento podem ser somadas linearmente, sendo esta chamada de soma direta ou total. Desta maneira, a força de aprisionamento volumétrica pode ser dada por:

$$F_p(b, T, d_p) = n(B, d_p) f_p(b, T, d_p), \quad (2.1)$$

onde  $b = B/B_{c2}$  é o campo magnético reduzido,  $B_{c2} = \mu_0 H_{c2}$  é o campo magnético crítico superior do supercondutor e  $n(B, d_p)$  é a densidade de interações de aprisionamento, sendo determinada pela geometria dos centros de aprisionamento e a densidade de vórtices  $n_v$  na amostra, sendo  $n_v \sim B/\phi_0$ , onde  $\phi_0$  é o quantum de fluxo  $\phi_0 = 2,07 \times 10^{-15}$  Wb.

A derivação microscópica com a medida experimental de  $F_p(H)$  pode ser relacionada através da regra de escalonamento dada pela equação (2.2) a seguir:

$$F_p(b, T, d_p) = C.[B_{c2}(T)]^m . A(d_p) . b^p (1 - b)^q \quad (2.2)$$

Esta relação dada pela equação (2.2) foi proposta por (FIETZ, WEBB, 1969). Na expressão acima, o comprimento de coerência supercondutor  $\xi(T)$  é incorporado em  $B_{c2}(T)$  onde  $\xi(T) = [\phi_0 / 2\pi B_{c2}(T)]^{1/2}$ .

Geralmente, cada mecanismo de aprisionamento tem uma dependência distinta em campo magnético e temperatura. Como exemplo, para valores de  $p=1$ ,  $q=1$  e  $m=2$  se aplicados na equação (2.2), temos a expressão para aprisionamento tipo núcleo (*core pinning*) encontrado em Nb-Ti (MEINGAST, 1989). Formas distintas da relação de escalonamento podem então ser associadas com cada mecanismo de aprisionamento, produzindo valores característicos para os expoentes  $m$ ,  $p$  e  $q$ . São relações muito importantes, pois a natureza do mecanismo de aprisionamento pode ser conhecida sem um de prévio conhecimento da microestrutura de defeitos do material.

Quanto a forma da curva  $F_p(B)$  medida, esta não varia quando a temperatura  $T$  ou o espaçamento entre centros de aprisionamento  $d_p$  são alterados, e neste caso apenas um único mecanismo de aprisionamento está presente. Nestas situações, é considerado que  $F_p$  e a curva  $F_p(B)$  exibem escalonamento. A equação (2.2) é chamada de regra de escalonamento. A natureza do mecanismo de aprisionamento pode ser deduzida pela comparação da forma da curva de  $F_p(B)$  medida com a curva resultante de um modelo microscópico. Muitas predições de curvas de  $F_p(B)$  e seus valores associados do expoente  $m$  são apresentados na literatura para o Nb-Ti (CAMPBELL, EVETTS, 1972), (KRAMER, 1978), (DEW-HUGHES, 1974), (DEW-HUGHES, 1987). Em contrapartida, se a forma de  $F_p(B)$  muda com  $T$ , significa que mais de um mecanismo de aprisionamento está atuando e diz-se que o material exibe ausência de escalonamento.

Uma prática comum é medir a forma da curva de  $F_p(B)$  para uma amostra em 4,2 K e assumir que isso representa adequadamente o mecanismo de aprisionamento elementar em qualquer outra situação de B, T ou  $d_p$ . Devido à possibilidade da separação dos termos da equação de escalonamento (2.2), existe uma outra forma de verificar a presença de escalonamento para um determinado material. Toma-se o valor máximo da força de aprisionamento volumétrica  $F_{pmax}$ , para um determinado valor de B, e o gráfico de  $F_p/F_{pmax}$  versus b deverá ser invariante em relação à temperatura.

A equação (2.2) foi modificada por (EKIN, 1980), que propôs uma regra de escalonamento incluindo a deformação do material, mostrada na equação 2.2 a seguir:

$$F_p = K(\varepsilon).f(b) \quad (2.3)$$

sendo:

$$f(b) \propto b^p (1-b)^q \quad (2.4)$$

onde  $\varepsilon$  é a deformação do condutor e  $K(\varepsilon)$  é uma função da deformação, da temperatura reduzida  $t=T/T_c$ , do campo crítico termodinâmico na temperatura zero  $B_{c0}$ , do parâmetro  $\kappa$  (kappa de Ginzburg-Landau) e da densidade e intensidade dos centros de aprisionamento, mas é independente do campo magnético. A influência da deformação poderia vir de todas estas quantidades. A parte dependente do campo,  $f(b)$ , é expressa em função do campo magnético reduzido  $b=B/B_{c2}(T,\varepsilon)$ , onde p e q são expoentes cujos valores variam dependendo do mecanismo de aprisionamento. A constante  $K(\varepsilon)$  dependeria de  $B_{c2}(\varepsilon)$  na forma  $K(\varepsilon) \propto [B(\varepsilon)]^n$ .

O parâmetro n se mostra surpreendentemente constante para um dado tipo de material supercondutor. Foi encontrado que  $n = 4$  para o Nb-Ti (EKIN, 1980).

A unificação da dependência de  $F_p$  em relação à temperatura, campo magnético e deformação é feita por (EKIN, 1980), resultando na equação (2.5):

$$F_p(B, T, \varepsilon) = \left(1 - a|\varepsilon_0|^u\right)^n \left(1 - t^2\right)^m f(b) \quad (2.5)$$

onde,  $f(b)$  é dado pela equação 2.4.

Também foram encontradas expressões para  $T_c(\varepsilon)$  e  $B_{c2}(T, \varepsilon)$  como:

$$T_c(\varepsilon) = T_{cm} \left(1 - a|\varepsilon_0|^u\right)^{1/w} \quad (2.6)$$

$$H_{c2}(T, \varepsilon) = B_{c2m}(4,2K) \left(1 - a|\varepsilon_0|^u\right) \frac{1 - t}{1 - \left(\frac{4,2}{T_{cm}}\right)^2} \quad (2.7)$$

onde,  $w = 3$ ,  $T_{cm}$  é o valor máximo da temperatura crítica independentemente da deformação e do campo magnético e  $B_{c2m}(4,2K)$  é o valor máximo de  $B_{c2}$  medido a 4,2 K, independente da deformação.

Este tipo de unificação entre as dependências de  $F_p$  com relação à temperatura, campo magnético e deformação é de grande importância na caracterização e determinação do comportamento dos supercondutores em qualquer situação de operação.

Devido à complexidade de microestrutural de muitos compósitos e a dificuldade de se quantificar precisamente as fases desses materiais, o entendimento microscópico dos mecanismos de aprisionamento de vórtices é importante para auxiliar no entendimento dessas microestruturas e dos parâmetros supercondutores envolvidos.

Um dos primeiros trabalhos visando o entendimento do aprisionamento de fluxo foi apresentado por Dew-Hughes (1974), que utilizou argumentos energéticos para a determinação das expressões da força de aprisionamento volumétrica dos supercondutores,

dependendo do tipo de defeito existente no material. Neste trabalho foram utilizadas considerações sobre a natureza das interações entre linhas de fluxo individuais e os centros de aprisionamento, e da geometria destes centros.

A equação (2.3) pode ser dividida em várias partes: uma dependente da indução de magnética  $B$  do material, chamada de  $f(b)$  na equação (2.5), outra dependente da estrutura de defeitos, do valor de  $B_{c2}(T)$ , do estado de deformação e fatores geométricos do material. O aprisionamento depende então: do tipo de interação entre as linhas de fluxo e os centros de aprisionamento, da geometria e do tipo destes centros. Estas dependências são influenciadas por:

- a) a natureza supercondutora dos centros, porque a intensidade da interação local entre centros de aprisionamento e vórtices depende da diferença entre as propriedades supercondutoras destes e da matriz ;
- b) o tamanho e o espaçamento da microestrutura de aprisionamento comparados à profundidade de penetração supercondutora  $\lambda$ , porque o valor local de equilíbrio de  $B$  pode ser obtido somente quando essas dimensões forem maiores que  $\lambda$ ;
- c) o tamanho dos centros de aprisionamento comparado com o espaçamento da rede de vórtices  $a_0$ , onde  $a_0 = 1,07(\phi_0/B)^{1/2}$ , sendo  $\phi_0$  o quantum de fluxo magnético. Isto determina o comprimento total do vórtice e a natureza geométrica da interação;
- d) a rigidez da rede de vórtices, que determina se os deslocamentos sofridos pelos vórtices sob forças de aprisionamento locais são puramente elásticos e com resistência dos vórtices vizinhos, ou se as forças de aprisionamento são suficientemente intensas para distorcer completamente a rede e possibilitar que cada linha de fluxo atue individualmente.

O tipo de interação foi separado em mecanismo magnético (*magnetic pinning*) e de núcleo (*core pinning*).

O mecanismo de aprisionamento de núcleo descreve a existência de uma interação direta do núcleo das linhas de fluxo com os centros de aprisionamento. A geometria dos centros pode ser: volume, quando as linhas de fluxo interagem com todo o volume do centro de aprisionamento; superfície, quando as linhas de fluxo interagem com a superfície dos centros (defeitos planares ou contornos de grãos); ou ponto, quando os centros podem ser considerados pontuais quando comparados com as dimensões das amostras e das linhas de fluxo (segregações ou fases normais espalhadas no material). Os tipos de centros de aprisionamento podem ser dois: normal, quando o centro é um material normal localizado dentro da fase supercondutora; e  $\Delta\kappa$ , quando existem pequenas variações locais do parâmetro  $\kappa$  (kappa) de Ginzburg-Landau devido à pequenas variações locais da resistividade de estado normal. A Tabela 1 mostra as funções  $f(b)$  para cada tipo de aprisionamento previsto e a posição dos máximos para essas funções.

O problema dado com o tratamento das equações de Dew-Hughes (1974) reside nos termos independentes do campo magnético. Como pode ser visto na Tabela I, todas as equações de  $F_p(b)$  são proporcionais a  $B_{c2}$  não importando o tipo de aprisionamento. Isso é verdade para um número muito restrito de supercondutores, como é o caso do NbTi. Para os supercondutores A15, como o Nb<sub>3</sub>Sn, por exemplo, a dependência obtida experimentalmente é  $B_{c2}^{5/2}$ .

Outros pontos desfavoráveis à utilização destes mecanismos são listados a seguir:

- 1) Os comportamentos são derivados das interações individuais das linhas de fluxo com os centros de aprisionamento;
- 2) Não são utilizados os comportamentos elásticos e plásticos da rede de linhas de fluxo;

3) É suposto que todos os comportamentos de aprisionamento são regidos pelo balanço de energia, independente das características das microestruturas de cada material.

Apesar dessas discrepâncias, os comportamentos previstos por Dew-Hughes (1974) são utilizados ainda hoje para o entendimento qualitativo do aprisionamento de fluxo magnético em supercondutores, incluindo os supercondutores de alta temperatura crítica.

Na Tabela 1,  $S_v$  é a área superficial por unidade de volume projetada na direção da força de Lorentz;  $V_f$  é a fração volumétrica do supercondutor ( $a^2/l^2$ );  $a$  é a dimensão dos centros de aprisionamento paralela à direção de  $F_L$ ;  $l$  é o espaçamento entre os centros de aprisionamento e  $\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \text{ N/A}^2$ .

Na Fig. 2.5 são mostradas as curvas racionalizadas de  $f(b)/f_{\max}(b)$  em função de  $b$  dadas na Tabela 1. Os tipos de aprisionamento estão mostrados como: aprisionamento tipo magnético-volume; aprisionamento tipo núcleo-volume; aprisionamento tipo núcleo-superfície e aprisionamento tipo núcleo-ponto.

Tabela 2.1 - Mecanismos de aprisionamento de acordo com Dew-Hughes (1974).

Tipo de interação	Geometria do centro de aprisionamento	Tipo do centro de aprisionamento	$F_p(b)$	$f(b)$	Posição do máximo de $F_p(b)$
MAGNÉTICA	VOLUME	<i>Normal</i>	$\frac{S_v B_{c2}^2}{\mu_0 \kappa^3} b^{1/2} (1-b)$	$b^{1/2} (1-b)$	$b=0,33$
		$\Delta\kappa$	$\frac{S_v B_{c2}^2}{\mu_0 \kappa^4} b^{1/2} (1-2b) \Delta\kappa$	$b^{1/2} (1-2b)$	$b=0,17, 1$
NÚCLEO	VOLUME	<i>Normal</i>	$\frac{S_v B_{c2}^2}{5,34 \mu_0 \kappa^2} (1-b)^2$	$(1-b)^2$	—
		$\Delta\kappa$	$\frac{S_v B_{c2}^2}{2,67 \mu_0 \kappa^3} b(1-b) \Delta\kappa$	$b(1-b)$	$b=0,5$
	SUPERFÍCIE	<i>Normal</i>	$\frac{S_v B_{c2}^2}{4 \mu_0 \kappa^2} b^{1/2} (1-b)^2$	$b^{1/2} (1-b)^2$	$b=0,2$
		$\Delta\kappa$	$\frac{S_v B_{c2}^2}{2 \mu_0 \kappa^3} b^{3/2} (1-b) \Delta\kappa$	$b^{3/2} (1-b)$	$b=0,6$
	PONTO	<i>Normal</i>	$\frac{V_f B_{c2}^2}{4,64 \mu_0 \kappa^2 a} b(1-b)^2$	$b(1-b)^2$	$b=0,33$
		$\Delta\kappa$	$\frac{V_f B_{c2}^2}{2,32 \mu_0 a \kappa^3} b(1-b)^2 \Delta\kappa$	$b^2 (1-b)$	$b=0,67$

Uma diferença notável entre compósitos APC e convencionais está na forma das curvas de força de aprisionamento magnéticas. Em particular, os valores de campo para os quais a força de aprisionamento máxima,  $F_{pmax}$ , ocorre, são diferentes. Os compósitos convencionais exibem um ponto máximo de  $F_p$  em  $B \approx 0,5 B_{c2}$  enquanto que para os compósitos APC, o pico máximo de  $F_p$  está em torno de  $B \approx 0,25 B_{c2}$  como pode ser observado na Fig. 2.6.

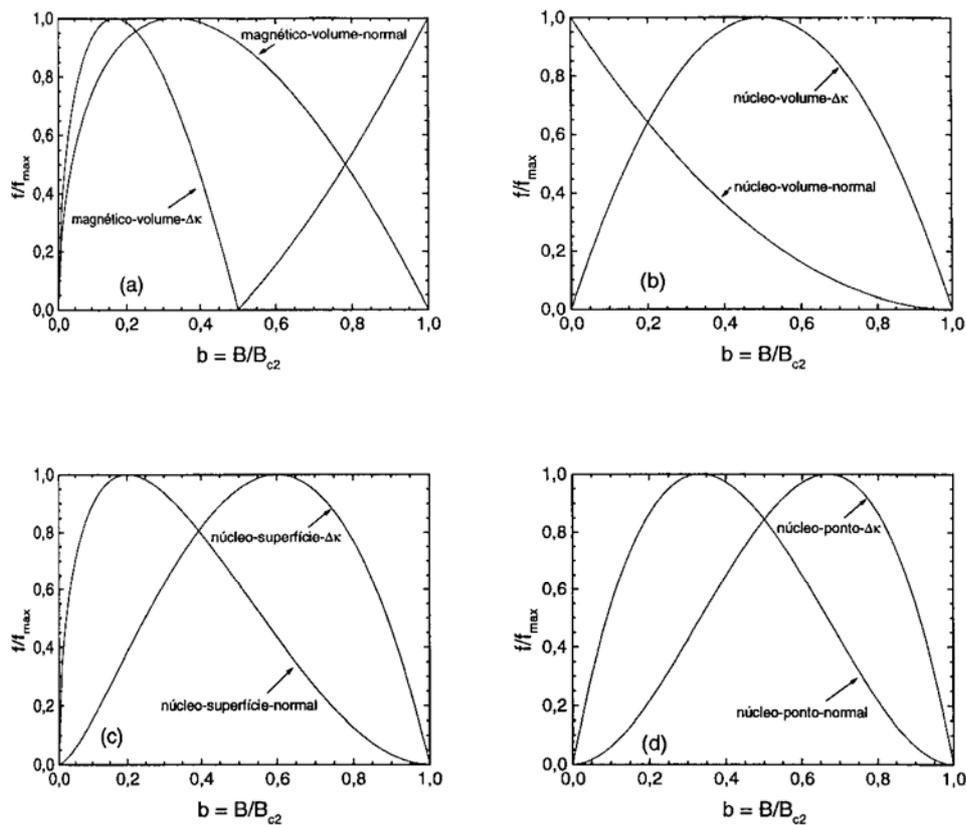


Fig. 2.5 - Dependência de  $F_p$  com  $b$  mostrada na forma das funções  $f(b)$  obtidas por Dew-Hughes, 1974. As curvas foram normalizadas para seus valores máximos dados pelos pontos de máximo da Tabela 1. Os tipos de aprisionamento estão mostrados como: a) aprisionamento tipo magnético-volume; b) aprisionamento tipo núcleo-volume; c) aprisionamento tipo núcleo-superfície; d) aprisionamento tipo núcleo-ponto.

O aprisionamento de fluxo em fios convencionais de Nb-Ti otimizados foi atribuído ao mecanismo de aprisionamento de núcleo (core pinning) por Meingast e Larbalestier (MEINGAST, 1989), para o qual  $F_{pmax}$  ocorre para  $B \approx 0,5 B_{c2}$ , conforme observado experimentalmente na Fig. 2.7 para o fio com deformação verdadeira  $\varepsilon = 5,1$ . A função correspondente do campo reduzido é neste caso  $f(b) = b(1-b)$ . Entretanto, outros resultados para este mesmo fio de NbTi convencional, porém no estado não-otimizado ( $\varepsilon < 5,1$ , na Fig. 2.7), não são consistentes com esse modelo. Mesmo no fio otimizado, argumenta-se que as espessuras das fitas de Ti- $\alpha$  para no tamanho final do fio produzido, são muito finas para interagir fortemente com uma linha de fluxo com um núcleo de 10 nm de diâmetro a 4,2 K.

Além disso, a curva de dados de  $F_p(b)$  perto de  $T_c$  apresentam uma função  $F_p \propto b^{1/2}(1-b)$  ao invés de  $b(1-b)$ .

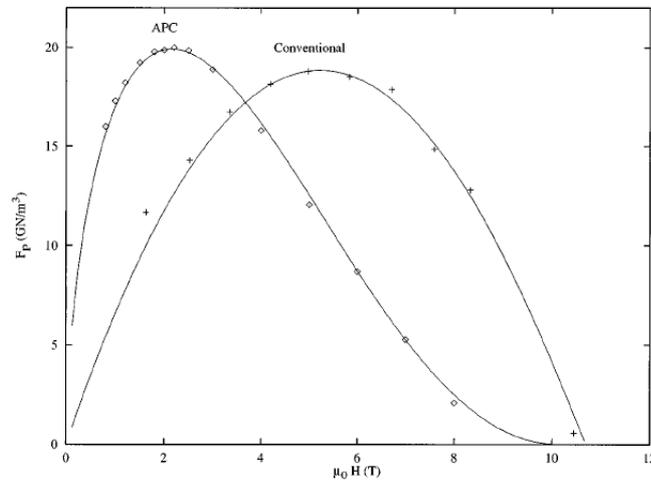


Fig. 2.6 Comparação das curvas de força de aprisionamento para o fio convencional e APC (COOLEY, 1996)

Voltando a comparação entre fios convencionais e APC de NbTi, Cooley (1991) sugere que as diferenças, nos valores de campo reduzido no qual o máximo de  $F_p$  ocorre, estaria relacionada aos diferentes comprimentos de coerência normais,  $\xi_N$ , do Nb puro como APC e das fitas de Ti- $\alpha$  do fio convencional (GUREVICH, 1994).

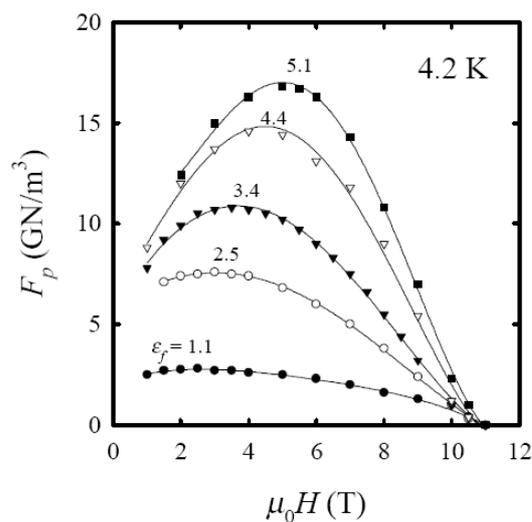


Fig. 2.7  $F_p(H)$  em função de  $\mu_0 H_{c2}$  e da deformação final para o fio de Nb-48%Ti (% em peso) (MEINGAST, 1989)

Estas diferenças entre as curvas de  $F_p$  entre fios convencionais e APC, sugerem que o mecanismo de aprisionamento magnético seria o dominante em relação ao aprisionamento de núcleo, para o caso de fios de Nb-Ti tanto convencional como APC.(COOLEY, 1996)

#### 2.4 DIMINUIÇÃO DA TEMPERATURA CRÍTICA E DO CAMPO MAGNÉTICO CRÍTICO POR EFEITO DE PROXIMIDADE

Conforme foi mencionado no item 2.1.2, existe uma limitação do uso de supercondutores de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais em aplicações em altos campos magnéticos, entre 6 a 8 T, que é a redução de  $T_c$  e/ou  $H_{c2}$ , geralmente acompanhada de uma diminuição de  $J_c$ . A razão para estes baixos valores de  $T_c$  e  $H_{c2}$  no regime de alto campo magnético é devido ao efeito de proximidade entre o metal supercondutor e o material.

De fato, o parâmetro de ordem supercondutor não decai abruptamente na interface entre o material supercondutor e o material normal. Ao contrário, decai exponencialmente como  $\approx \exp(-x/\xi_N)$ . Ou seja, a supercondutividade é induzida na região normal que engloba o centro de aprisionamento em uma região de espessura aproximadamente  $\xi_N$ . Microscopicamente, o efeito de proximidade envolve a difusão de super elétrons do estado supercondutor (matriz) para o estado normal (centro de aprisionamento).

Este acoplamento entre a matriz supercondutora e o centro de aprisionamento homogeneíza os valores de  $T_c$  e  $H_{c2}$ , cuja magnitude é governada por uma mistura das propriedades da porção da região normal no qual a supercondutividade foi induzida e a região supercondutora da matriz. Esta mistura de 2 regiões supercondutoras com propriedades distintas resulta em valores médios menores de  $T_c$  e  $H_{c2}$ , se comparados com os exibidos pela matriz supercondutora (MEINGAST, 1989).

Para fios supercondutores de Nb-47%Ti com centros de aprisionamento artificiais de Nb, a mistura da região supercondutora e normal é mais rica em Nb. Como mostrado na Fig. 2.1, para o aumento de Nb na composição da liga é esperado um ligeiro aumento de  $T_c$ , mas com uma conseqüente diminuição de  $H_{c2}$  (HEUSSNER, 1998). Outros materiais utilizados como centro de aprisionamento, tais como o Cu (MOTOWIDLO, 1992), (MOTOWIDLO et al, 2003), provocam uma redução bem maior de  $T_c$  e  $H_{c2}$ .

O efeito de proximidade também deve ocorrer nos fios supercondutores convencionais de Nb-Ti, onde os precipitados de Ti- $\alpha$  são acoplados junto a matriz. Entretanto, a composição global do compósito não resulta em queda de  $H_{c2}$ . Na realidade, o efeito de proximidade exerce um efeito benéfico no fio convencional, ajudando a restaurar o alto  $H_{c2}$ , que havia sido perdido durante as mudanças de composição da liga que ocorre durante os tratamentos térmicos para obtenção dos precipitados de Ti- $\alpha$ . Portanto, um dos pontos-chaves para não obter uma grande depressão de  $H_{c2}$  nos fios supercondutores APC é trabalhar com ligas supercondutoras de Nb-Ti, cuja faixa de composição em porcentagem em peso resulta em alto  $H_{c2}$  (44 a 48 % Ti), como mostrado na Fig. 2.1. Este ajuste na composição da liga pode prevenir uma queda de  $H_{c2}$  de 2 a 3 T a 4,2 K.

A força de aprisionamento volumétrica,  $F_p$ , é inversamente proporcional ao comprimento de coerência normal  $\xi_N$  do centro de aprisionamento e portanto aumenta com a redução de  $\xi_N$ . Diferentes centros de aprisionamentos, tais como Cu, Cu-Ni e Nb com comprimentos de coerência de 57, 10 e 17 nm, respectivamente,, foram investigados por Hayakawa et al. (2001), que analisou a variação de  $T_c$  e  $F_p$  com  $\xi_N$  em 4,2 K. Para todos os centros de aprisionamento  $F_p$  aumenta com a redução do tamanho do centro de aprisionamento e com o decréscimo de  $\xi_N$ . Dentre os fios com APC normal, ou seja, de Cu e Cu-Ni,  $F_p$  cresce com o decréscimo de  $\xi_N$ . O maior valor de  $F_p$  foi obtido para o fio com APC de Nb, que tem um valor intermediário de  $\xi_N$  comparado ao APC de Cu e Cu-Ni. A

degradação de  $T_c$  para os fios com centros de aprisionamento normal é maior que para o APC de Nb. O valor de  $T_c$  para os APCs normais está em torno de 8,2 K enquanto que para o APC de Nb é de 9,1 K.

Heussner et al. (1997) apresentou resultados de fios de Nb-47%Ti com diferentes centros de aprisionamento, tais como Nb, Nb-10%W e Nb-7,5%Ta, também para avaliar o efeito do comprimento de coerência normal  $\xi_N$  de materiais puros e ligados sobre as propriedades de aprisionamento de fluxo magnético. O comprimento de coerência medido para o Nb puro é de 83 nm e diminuiu para 59 nm para a liga de Nb-7,5%Ta e 32 nm para a liga de Nb-10%W. Este último apresenta  $\xi_N$  muito próximo ao do Ti puro. Fios supercondutores convencionais com centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$  apresentam um  $\xi_N$  ainda menor se comparado as ligas aqui citadas, já que o Ti- $\alpha$  apresenta 5% atômico de Nb (LEE, LARBALESTIER, 1987). Observando-se as curvas de  $F_p$  vs B para estes fios perto de  $B_{c2}$ , observa-se que a  $F_p$  decai exponencialmente com B para os APCs de Nb e Nb-7,5%Ta, que têm um  $\xi_N$  maior e decai linearmente com B para o Nb-10%W, indicando que o efeito de proximidade tem de fato uma dependência importante de  $\xi_N$  nestes materiais.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os procedimentos experimentais utilizados na obtenção do fio supercondutor de Nb-Ti com centro de aprisionamento de Nb+Ti (itens 3.1 a 3.5). As etapas de caracterização de temperatura crítica, campo crítico e corrente crítica, usando técnicas resistivas, são descritas nos itens 3.7 e 3.8. As medidas de corrente crítica e temperatura crítica feitas respectivamente, por magnetização DC e susceptibilidade AC, são apresentadas no item 3.9.

#### 3.1 – OBTENÇÃO DO CENTRO DE APRISIONAMENTO DE Nb+Ti

O fluxograma do processo utilizado na fabricação do fio supercondutor pode ser visualizado nas Fig. 3.1 e Fig. 3.2.

Uma barra de Ti de 20 mm foi inserida dentro de um tubo de Nb de 27 mm de diâmetro externo e 20 mm de diâmetro interno. Este conjunto foi deformado a frio por forjamento rotativo e trefilação com cobre externo até atingir 5,6 mm de diâmetro. O cobre foi removido por decapagem ácida usando uma solução de  $H_2O : HNO_3$ . Neste ponto, o conjunto de Nb+Ti de 4,15 mm de diâmetro, foi tratado termicamente a  $750^\circ C$  por 4h, com o intuito de recrystalizar o Ti. A recrystalização primária do Ti se dá para temperaturas em torno de  $540^\circ C$  e tratamentos térmicos típicos de recrystalização usados na indústria são em torno de  $700^\circ C$  por 2 h (BOZZOLO et al, 2005).

Em uma nova seqüência de deformação a barra de Nb+Ti foi trefilada a frio e sem cobre de 4,15 mm até 0,98 mm de diâmetro.

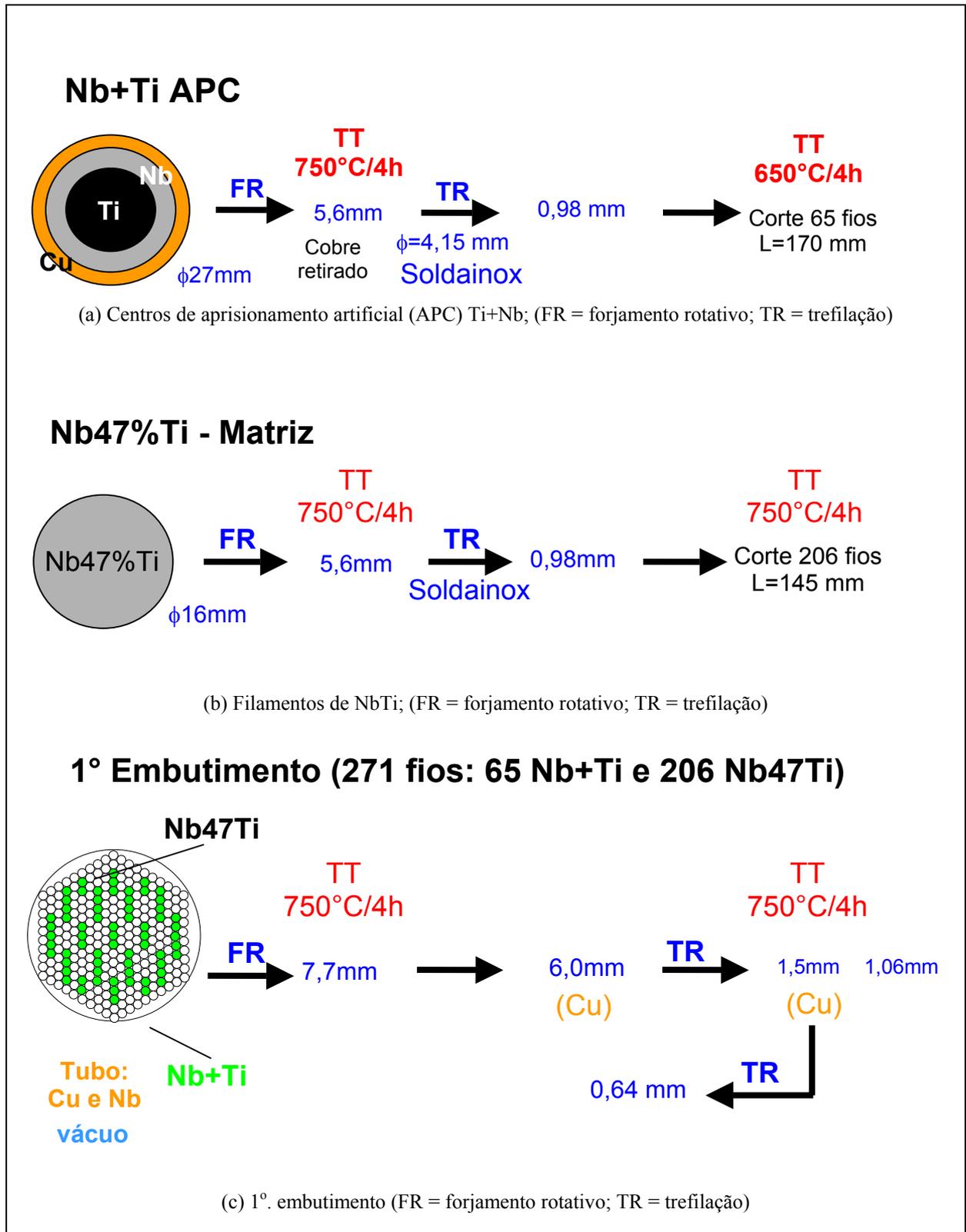


Fig. 3.1 – Fluxograma do processo de fabricação do fio supercondutor de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificial de Ti- $\alpha$  – etapas de fabricação: (a) fabricação do conjunto Nb+Ti, (b) obtenção do fio, por trefilação, da liga Nb47%Ti e 1º embutimento.

Os fios de Nb+Ti de 0,98 mm de diâmetro foram cortados em 65 pedaços de 170 mm de comprimento. Em seguida os fios foram encapsulados em tubo de quartzo sob vácuo e tratados termicamente a 650°C por 4h (BOZZOLO ET AL, 2005).

Após o tratamento térmico, os fios de Nb+Ti de 170 mm de comprimento, foram endireitados manualmente e limpos com esponja de aço, água e detergente.

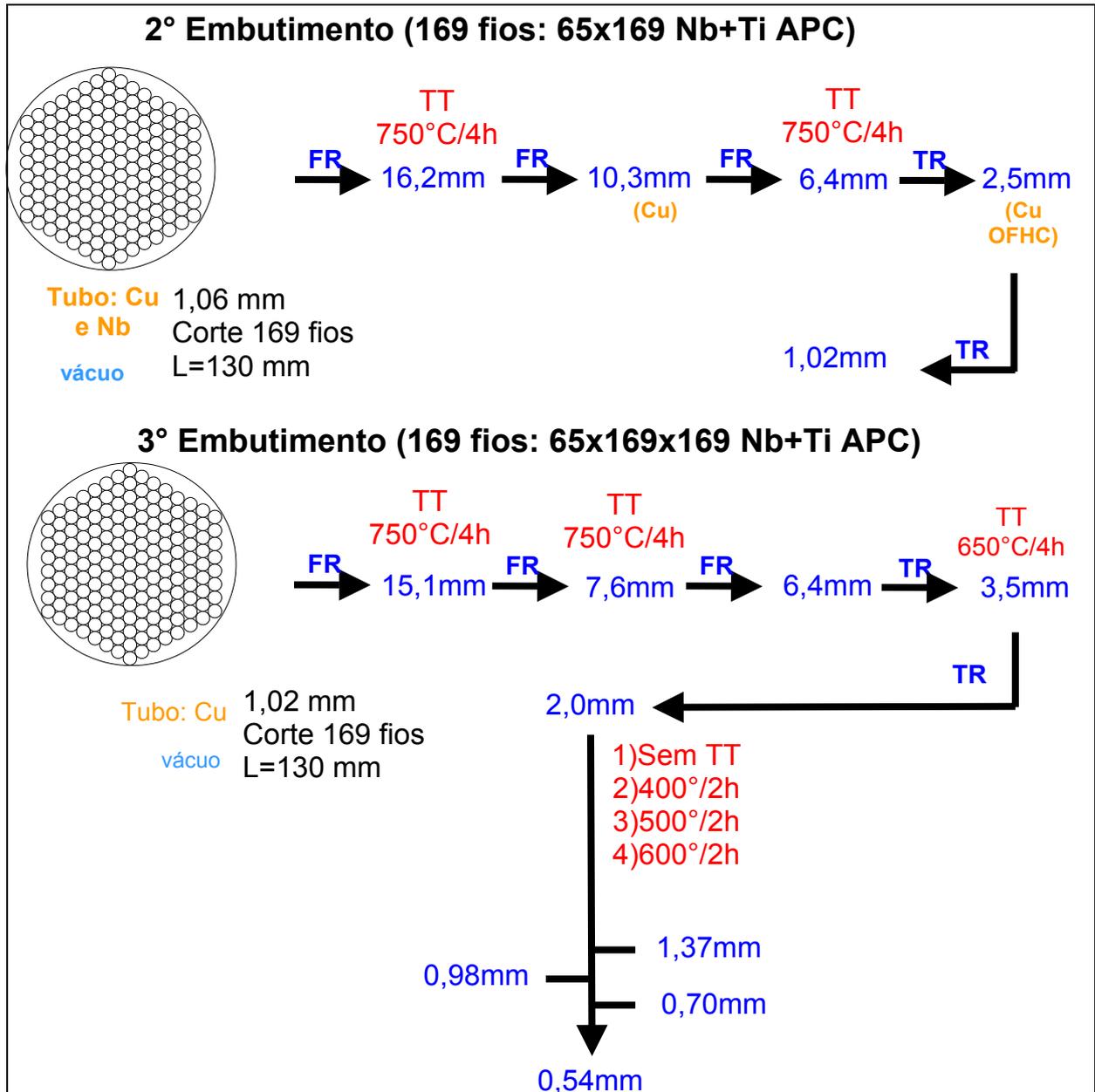


Fig. 3.2 – Fluxograma do processo de fabricação do fio supercondutor de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificial de Ti- $\alpha$  – etapas de fabricação: 2° embutimento e 3° embutimentos

### 3.2 – OBTENÇÃO DOS FILAMENTOS DA MATRIZ SUPERCONDUTORA DE Nb-47%Ti

Uma barra de Nb-47%Ti importada da Teledyne Wah-Chang, Hi-Ho (High Homogeneity), que compõe a matriz supercondutora do fio supercondutor produzido neste trabalho, foi deformada a frio por forjamento rotativo de 16 mm a 5,6 mm de diâmetro. Neste diâmetro a barra deformada foi recristalizada na temperatura de 750°C por 4h, sob atmosfera inerte de argônio após sucessivas purgas com esse gás.

Após o tratamento de recristalização, a barra de Nb-Ti foi enviada à empresa SOLDAINOX – Ind. Comércio Repr. Importação e Exportação Ltda para ser trefilada sem cobre de 5,6 mm até 0,98 mm de diâmetro. Na técnica de se trefilar sem cobre, utilizada pela SOLDAINOX, os fios obtidos têm variação mínima das dimensões ao longo do diâmetro do fio e a qualidade superficial dos fios é melhor que naqueles trefilados com cobre. Nestes se observa o aparecimento de ranhuras ao longo da seção longitudinal. Após o embutimento, os defeitos dos filamentos se propagam ao longo do processo de fabricação e podem resultar em não se chegar ao fio desejado nas dimensões finais projetadas.

O fio trefilado até 0,98 mm de diâmetro foi cortado em 206 pedaços de 145 mm de comprimento. Em seguida os fios foram limpos com esponja de aço, água e detergente para serem tratados a 750°C/4h. Antes do tratamento os fios foram encapsulados em tubo de quartzo sob pressão positiva de Argônio, após várias purgas realizadas com esse gás inerte.

Os fios foram endireitados manualmente e posteriormente limpos usando-se esponja de aço, água e detergente.

### 3.3 PRIMEIRO PROCESSO DE EMBUTIMENTO – (271 FILAMENTOS: 65 DE Nb+Ti APC)

O processo de confecção do 1º embutimento foi feito com os materiais recristalizados obtidos conforme descrito nos itens 3.1 e 3.2. O arranjo deste 1º embutimento consistiu da combinação de 271 filamentos, sendo 65 fios de Nb+Ti (Centro de aprisionamento artificial - APC) e 206 fios de Nb-47%Ti (matriz supercondutora).

Os fios foram arranjados dentro de um tubo de Nb de diâmetros interno e externo de 20 mm e 22 mm, respectivamente. O tubo de Nb de 150 mm de comprimento foi previamente recristalizado na temperatura de 1200°C por 4h. O arranjo mostrado na Fig. 3.3 foi colocado dentro de um tubo de cobre de 25,4 mm de diâmetro externo e espessura de parede de 1,6 mm. Fecharam-se as extremidades com tampas de cobre soldadas, uma das quais foi colocado um tubo de cobre, que foi ligado a uma bomba mecânica através de uma válvula gaveta. O sistema foi mantido sob o vácuo da bomba sob 2 h, com sucessivas purgas de argônio. Após ser desacoplado da bomba, o conjunto foi selado sob vácuo com forjamento rotativo.

Após a etapa de selagem do compósito Cu/Nb-Ti/Nb+Ti APC sob vácuo, prosseguiu-se à deformação por forjamento rotativo até 7,7 mm de diâmetro. Neste ponto o Nb-Ti e o Ti apresentavam uma redução em área de aproximadamente 83%. Com o objetivo de recristalizar o Ti e a liga de Nb-Ti, foi feito um tratamento térmico de 750°C/4h. No caso do Nb-Ti, esta temperatura é adequada no caso do material estar altamente deformado (HEUSSNER, LEE, LARBALESTIER, 1993). Para esse tratamento, a barra foi encapsulada em tubo de quartzo e mantida sobre atmosfera positiva de argônio. O tubo de quartzo com a barra foi colocado no forno resistivo tubular mostrado na Fig. 3.4, sendo que o tubo foi mantido sob um vácuo de uma bomba mecânica de  $7,3 \times 10^{-2}$  mbar.

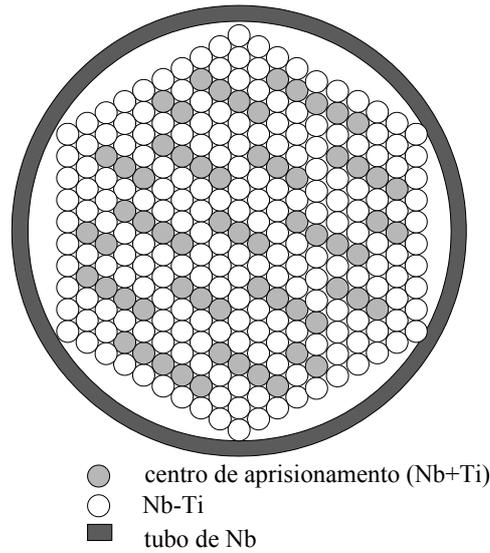


Fig 3.3 – Desenho esquemático do arranjo de 271 barras de Nb-47%Ti e centros de aprisionamento de Nb/Ti, embutidos em tubo de Nb.



Fig. 3.4 – Forno tubular resistivo com uma região de temperatura homogênea de três metros

Após o tratamento térmico de  $750^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ , prosseguiu-se o forjamento rotativo de 7,7 mm até 6,0 mm de diâmetro. Em seguida, o fio foi trefilado até 4,25 mm de diâmetro. Neste ponto, foi necessária a troca do tubo de cobre, que já apresentava uma parede muito fina. Um novo tubo de cobre de 8 mm de diâmetro externo e 6,35 mm de diâmetro interno, foi trefilado até apresentar 4,3 mm de diâmetro interno, para acomodar assim a barra de 4,25 mm de diâmetro. O conjunto Cu+compósito continuou a ser trefilado até 1,5 mm de diâmetro. Nesse ponto, o

fio de Nb/Nb-Ti/Nb+Ti APC apresentava um diâmetro de 1,06 mm (sem cobre). Esse fio foi usado para a realização do 2º embutimento.

Uma parte do fio com 1,5 mm de diâmetro foi tratada a 750°C/4h e foi deformadas por trefilação até 0,64 mm (com cobre), para posterior caracterização das propriedades supercondutoras, e comparações futuras em relação aos diferentes tamanhos de centro de aprisionamento. O fio interno apresentava um diâmetro de 0,56 mm.

#### 3.4 SEGUNDO PROCESSO DE EMBUTIMENTO: 169 FILAMENTOS (65X169 DE Nb+Ti APC)

Foram obtidos 24 metros de fio após a deformação do 1º embutimento. Esse fio foi endireitado manualmente ainda com cobre e cortado em 169 pedaços de 130 mm de comprimento. Em seguida, o cobre foi removido quimicamente em solução de H<sub>2</sub>O:HNO<sub>3</sub> e os fios foram lavados com água e NaHCO<sub>3</sub> para neutralização do ácido residual, seguindo-se de secagem para a realização do 2º embutimento.

Os fios foram endireitados novamente antes da aplicação de tratamento térmico, pois o fato de estarem altamente deformados auxiliou no processo de montagem do feixe. Quando os fios são tratados e depois desentortados a dificuldade é maior, segundo experiências do embutimento anterior, pois os fios tendem a se curvar após o tratamento térmico (memória de forma do Nb-Ti). Assim, optou-se por fazer o tratamento térmico nos fios altamente deformados somente depois do embutimento.

A confecção do feixe foi cuidadosa e cada camada dos 169 fios foi montada manualmente. A Fig. 3.5 mostra o feixe de 169 fios pronto para o embutimento. As linhas que estavam amarrando o feixe foram deixadas apenas nas extremidades do feixe, para assegurar-

se que o conjunto não se soltasse. Os fios estavam bem retos, o que facilitou o processo de montagem do feixe.

Para o embutimento utilizou-se um tubo de Nb de 20 mm de diâmetro interno e com parede de 1 mm de espessura, previamente tratado a 1200°C/4h e um tubo de cobre elétrico de 25,4 mm de diâmetro externo e 22 mm de diâmetro interno. Ambos foram limpos adequadamente. Colocou-se o tubo de Nb dentro do tubo de Cu e deformou-se o conjunto até que o diâmetro interno do tubo de Nb estivesse compatível com o diâmetro do feixe. Em uma das extremidades do tubo foi colocada uma tampa de cobre para vedar o conjunto. O feixe foi colocado dentro do tubo de Nb e fechou-se a outra extremidade com uma barra de cobre com um pequeno furo interno de 5 mm de diâmetro. Dentro deste furo foi acoplado um tubo fino de cobre. A Fig. 3.6 mostra o feixe dentro do tubo de Cu/Nb (Fig. 3.6(a)) e o tubo já fechado (Fig. 3.6(b)). O tubo de cobre fino conectado a uma bomba de vácuo, através de uma mangueira. Entre a bomba e o conjunto foi colocado uma válvula agulha que pudesse ser fechada, mantendo assim o vácuo no conjunto até o empacotamento do mesmo por forjamento rotativo.

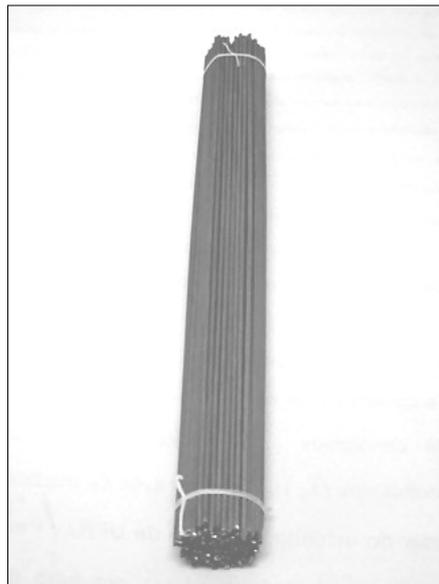


Fig. 3.5 – Foto dos 169 filamentos em forma de feixe para compor o 2º embutimento

Após duas horas, o vácuo feito pela bomba mecânica chegou a  $7,3 \times 10^{-2}$  mbar. A válvula foi fechada e o sistema foi desacoplado da bomba e levado para ser selado em vácuo por forjamento rotativo. O conjunto foi deformado até 16,2 mm de diâmetro. Nesse ponto, o conjunto foi tratado a  $750^{\circ}\text{C}/4\text{h}$  e prosseguiu-se a deformação do compósito.

O compósito foi deformado por forjamento rotativo de 16,2 mm até 10,3 mm. Nesse ponto foi preciso trocar o cobre elétrico, devido à má qualidade superficial do mesmo, que apresentava uma descamação em alguns pontos da barra. O cobre foi retirado com uma solução de  $\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3$ . A barra sem cobre apresentava um diâmetro de 9,6 mm.

Foi utilizado um tubo de cobre de diâmetro externo de 15 mm e um diâmetro de 10,7 mm. Este tubo foi limpo com solução aquosa de  $\text{HNO}_3$ , seguido de limpeza com esponja de aço, água e detergente.

Após a troca do cobre, o conjunto foi deformado de 15 mm até 6,4 mm. Em virtude disso, a barra foi tratada a  $750^{\circ}\text{C}/4\text{h}$  nas mesmas condições de tratamento já descritas.

Em seguida, a barra foi trefilada de 6,4 mm até 2,5 mm. Antes de continuar a trefilação do compósito, o cobre foi substituído novamente. Essa decisão foi tomada já que o cobre seria mantido no 3° embutimento e passaria por todas as etapas de deformação do fio multifilamentar do 3° embutimento. Neste caso o cobre utilizado foi OFHC (Oxygen Free High Conductivity), pois o cobre de alta pureza e condutividade garantirá a estabilidade criogênica do fio final.

Ao retirar-se o cobre, o fio de 1,86 mm foi submetido a mais um tratamento térmico de  $750^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ . O objetivo deste tratamento, mais uma vez, foi de recristalizar o Nb-Ti e Ti. Após o tratamento térmico e a substituição do cobre, o fio foi trefilado até 1,02 mm de diâmetro. O diâmetro interno do compósito Nb+Ti era de 0,55 mm. Foram obtidos 26,2 m de fio.

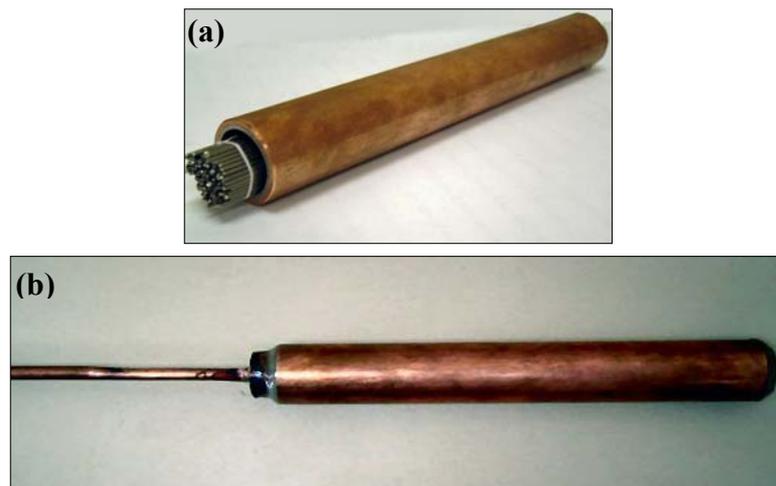


Fig. 3.6 – 2° embutimento: (a) colocação do feixe no tubo de Cu/Nb e (b) tubo de cobre fechado nas extremidades para ser feito o vácuo no sistema

### 3.5 – TERCEIRO PROCESSO DE EMBUTIMENTO – MULTIFILAMENTO: 169 FILAMENTOS (65X169X169 DE Nb+Ti APC)

O fio do 2° embutimento foi cortado em 169 partes, endireitado e arranjado como nas etapas anteriores. O feixe foi inserido dentro de um tubo de cobre OFHC de 19 mm de diâmetro externo e 15,75 mm de diâmetro interno. O conjunto foi deformado por forjamento rotativo até 15,1 mm sob vácuo. Antes de continuar a deformação, o compósito foi submetido a um tratamento térmico de 750°C/4h. O objetivo deste tratamento foi recristalizar o Nb-Ti, Cu e Ti e recuperar o Nb, e também promover algum acoplamento entre os filamentos (Cu/Cu).

Prosseguiu-se o forjamento rotativo até 7,6 mm de diâmetro. Um novo tratamento térmico foi feito a 750°C/4h. Após o tratamento, o compósito foi forjado até 6,4 mm de diâmetro e trefilado até 3,50 mm, onde um novo tratamento térmico a 650°C/2h foi realizado. A diminuição da temperatura e do tempo foi para evitar uma difusão indesejada entre Nb-Ti e Nb. Após o tratamento, o fio foi trefilado até 2,0 mm de diâmetro.

Nesta etapa, foram adotadas quatro rotas de deformação. Na primeira, o fio foi deformado sem tratamento térmico de 2,0 mm até 0,54 mm. Na segunda, terceira e quarta, o fio foi primeiro tratado em 2,0 mm de diâmetro por 2h a 400°C, 500°C e 600°C e em seguida deformado até 0,54 mm. Estes tratamentos térmicos foram escolhidos em baixas temperaturas ( $< 750^{\circ}\text{C}$ ), pois as estruturas (APC) dentro estão muito pequenas ( $< 1 \mu\text{m}$ ) e em temperaturas mais baixas o processo de difusão é mais lento, evitando-se assim homogeneizar o sistema. Em todas as 4 rotas foram retiradas amostras em 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm de diâmetro. Em todas as amostras foram feitas medidas de corrente crítica e temperatura crítica por magnetização DC e susceptibilidade AC, respectivamente. Medidas de corrente crítica e campo crítico por transporte também foram realizadas. Essas amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura.

### 3.6 – PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A caracterização microestrutural dos fios via microscopia eletrônica de varredura foi feita em amostras retiradas após algumas etapas de trefilação, antes e após os tratamentos térmicos.

As amostras foram preparadas metalograficamente utilizando-se o procedimento abaixo:

- 1) Corte das amostras com disco de diamante;
- 2) Embutimento da seção transversal do fio ou barra em resina baquelite condutora de cobre;
- 3) Lixamento com lixas de granulometria 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 2400, 4000;
- 4) Limpeza das amostras com água;

- 5) Polimento inicial com sílica coloidal em pano para polimento químico OP-CHEM da marca “Struers”;
- 6) Polimento químico com uma solução de 65 ml de sílica coloidal (OPS), 10 ml  $H_2O_2$ , 0,25 ml HF e 0,12 ml  $HNO_3$ ;
- 7) Limpeza das amostras com água e neutralização com bicarbonato de sódio em cuba de ultrasom.

O polimento químico teve o objetivo de otimizar o processo de preparação metalográfica, com a redução do tempo de polimento. A solução de polimento empregada ajusta-se bem aos materiais utilizados: nióbio e Nb-Ti.

Durante a etapa de preparação metalográfica foi utilizado um microscópio ótico com platina invertida, da LEICA, modelo DMIRM.

O microscópio eletrônico de varredura utilizado para a caracterização microestrutural das amostras foi o LEO modelo 1450VP de filamento de tungstênio instalado no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena. As imagens foram obtidas no modo elétrons retro-espalhados (BSE) e elétrons secundários (SE), com um “spot size” de 400 e uma voltagem de aceleração de 20 kV.

Para permitir um maior detalhamento da nanoestrutura encontrada nos fios do 3º embutimento, as amostras estão sendo caracterizadas por um microscópio eletrônico de varredura field emission (FEG) modelo JEOL JSM 6330F do Laboratório Nacional Luz Síncrotron – LNLS. Este microscópio apresenta uma resolução de 1 nm, três vezes menos que o microscópio eletrônico de varredura (MEV) convencional. Além disso, outras características como um feixe mais intenso, com brilho de até 1000 vezes maior que o MEV, tornam esse equipamento mais adequado para a caracterização das nanoestruturas dos fios supercondutores, com tamanhos próximos de 2 a 10 nm. As imagens foram feitas no modo

elétron secundário, a 5 KV. Para a obtenção de um melhor contraste entre as fases, as amostras sofreram um ataque químico com uma solução de  $1\text{HNO}_3 : 1\text{HF} : 2\text{H}_2\text{O}$ .

### 3.7 – MEDIDAS DE TEMPERATURA CRÍTICA E CAMPO MAGNÉTICO CRÍTICO POR TRANSPORTE

Foram feitas medidas de temperatura crítica e campo magnético crítico em uma amostra do fio do 1° embutimento com 0,64 mm de diâmetro. O equipamento utilizado foi o Sistema de Campo Magnético a 9 T, com Câmara de Temperatura Variável, Modelo Maglab EXA da Oxford Instruments. A foto deste equipamento pode ser vista na Fig. 3.7.

Foi utilizado o método de quatro pontas, no qual quatro fios são conectados na amostra, dois dos quais são para transportar a corrente elétrica e os outros dois são para a leitura do sinal de voltagem gerado na amostra durante a transição supercondutor-normal. Estes terminais de voltagem são soldados afastados dos terminais de corrente visando fornecer a voltagem sobre uma região com distribuição uniforme de corrente. Na Fig. 3.8 pode ser visto o fio soldado no suporte de amostras, como foi descrito acima.

Foram feitas três medidas de temperatura crítica, para correntes de 50, 100 e 200 mA.

A temperatura crítica,  $T_c$ , foi encontrada calculando-se a média do primeiro ponto da medida de campo elétrico, após a linha de base de voltagem (*base line*), no início da transição ( $T_1$ ) e o primeiro ponto antes do final da transição ( $T_2$ ), ou seja,  $(T_1+T_2)/2 = T_c$ . A largura da transição,  $\Delta T_c$ , é igual a  $(T_2-T_1)/2$ .



Fig. 3.7 – Criostato de medida com magneto supercondutor a 9 T

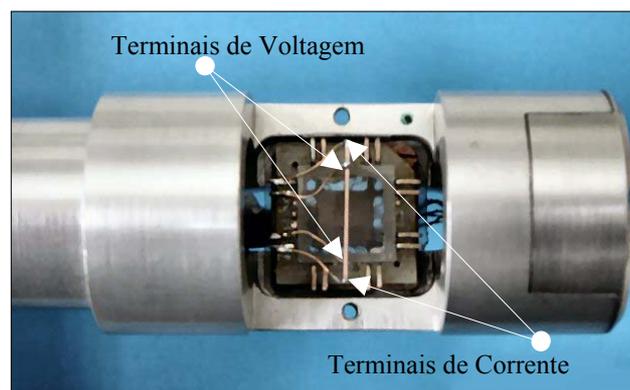


Fig. 3.8 – Fio supercondutor soldado no suporte de amostras de resistividade elétrica pelo método das 4 pontas.

A medida do campo magnético crítico foi feita medindo-se o sinal de voltagem devido a variação do campo magnético aplicado perpendicularmente à amostra de 0 a 9 T, para uma determinada temperatura e corrente de 50 mA. Foram feitas medidas para temperaturas de 5,5 K, 6,5 K, 7,5 K e 8,5 K. Após a determinação do campo crítico para cada uma dessas temperaturas, foi feito um gráfico de  $\mu_0 H_{c2}$  versus  $T_c$ . Os valores de  $\mu_0 H_{c2}$  para as temperaturas abaixo de 5,5 K foram calculadas através de um ajuste polinomial.

### 3.8 – MEDIDAS DE CORRENTE CRÍTICA POR TRANSPORTE ATÉ 9 T

As medidas de corrente crítica foram feitas à temperatura de 4,2 K, em banho de hélio líquido, variando-se o campo magnético de 1 a 9 T em intervalo de 1 T. O equipamento utilizado foi o Sistema de Campo Magnético, modelo Maglab EXA da Oxford Instruments. Foi utilizado o método de quatro pontas já descrito no item 3.7. O critério de medida utilizado foi de 1  $\mu\text{V}/\text{cm}$ . As amostras apresentavam um tamanho médio de 24 mm e a distância entre os terminais de voltagem era de aproximadamente 11 mm.

### 3.9 – MEDIDAS DE CORRENTE CRÍTICA POR TRANSPORTE ATÉ 12 T

As medidas de corrente crítica foram feitas à temperatura de 4,2 K, em banho de hélio líquido, variando-se o campo magnético de 1 a 12 T em intervalo de 0,5 T de 12 até 9,5 T e com intervalo de 1 T de 9 até 1 T. O equipamento utilizado foi o magneto supercondutor de 18 T da *Cryogenics* mostrado na Fig. 3.9 do Departamento de Matérias no Instituto de Física da USP. Foi utilizado o método de quatro pontas, no qual quatro fios são conectados na amostra, dois dos quais são para transportar a corrente elétrica e os outros dois são para a aquisição do sinal de voltagem gerado na amostra.

As medidas foram feitas nas amostras do 3° embutimento, nos diâmetros de 2,0 mm, 1,76 mm e 1,37 mm STT (sem tratamento térmico). Este último já havia sido medido por transporte, mas somente com campo até 9 T.



Fig. 3.9 – Magneto supercondutor de 18 T da *Cryogenics* do Departamento de Materiais do Instituto de Física da USP.

### 3.10 – MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO DC E SUSCEPTIBILIDADE AC

As medidas de magnetização DC e temperatura crítica por susceptibilidade AC foram feitas em um magnetômetro comercial PPMS (*Physical Properties Measurement System*) da Quantum Design da UFRJ. A foto deste equipamento é mostrada na Fig. 3.10.

As medidas foram feitas nas amostras do 3º embutimento, nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm. Os fios foram montados adequadamente em uma das extremidades de um tubo de plástico, que foi o porta amostra utilizado nas medidas de magnetização /susceptibilidade do PPMS. Os fios mais finos, de 0,70 e 0,54 mm de diâmetro, foram enrolados e colocados no porta-amostra. O comprimento utilizado foi de 50 mm. Já os fios mais grossos, de 1,37 e 0,98 mm, não puderam ser enrolados e foram dispostos transversalmente no porta-amostra. O comprimento utilizado para esses fios foi de 5 mm. Dessa forma, os fios foram classificados como amostras longas (comprimento de 50 mm) e amostras curtas (comprimento de 5 mm). Para os fios de amostras longas foram feitas

medidas de magnetização DC a 4,2 K e a 2 K, variando-se o campo de 0 a 9 T. Já para as amostras curtas, foi feita apenas a magnetização DC a 4,2 K.



Fig. 3.10 – PPMS, equipamento utilizado para a realização das medidas de magnetização.

O princípio de funcionamento deste magnetômetro é o método de extração, que consiste no deslocamento da amostra ao longo do eixo da bobina. Isso causa uma variação de fluxo magnético na bobina que induz uma tensão proporcional ao momento magnético da amostra.

A medida de temperatura crítica por susceptibilidade AC foi feita variando-se a temperatura de 7 a 11,2 K a 0,1 K/min e o campo aplicado com uma frequência de 50 Hz e uma amplitude de 1 Oe.

A amostra é inserida no interior da bobina de medida e aplica-se o campo AC. Considerando o campo AC da forma  $H_0 = h_0 \cos(\omega t)$ , a magnetização induzida na amostra será

$$\text{de: } M = M_0 \cos(\omega t - \phi) = M_0 \cos\phi \cos \omega t + M_0 \sin\phi \sin \omega t$$

A expressão acima pode ser escrita em função da amplitude do campo AC, dividindo-se e multiplicando-se cada termo por  $h_0$ .

$$M = h_0 \chi' \cos \omega t + h_0 \chi'' \sin \omega t = \chi h_0 e^{i\omega t}$$

Onde,  $\chi$  é a susceptibilidade magnética que contém a componente real  $\chi'$  (em fase) e a imaginária  $\chi''$  (fora de fase)

$$\chi = \chi' + i\chi'' = \chi_0 e^{i\phi}$$

$$\chi' = (M_0/h_0)\cos \phi$$

$$\chi'' = (M_0/h_0)\sin \phi$$

A componente real da susceptibilidade  $\chi'$  descreve a parte indutiva da magnetização. Já a componente imaginária  $\chi''$  está associada a processos dissipativos no material.

A temperatura crítica pode ser determinada sobre o gráfico de susceptibilidade AC  $\chi'$  e corresponde ao ponto máximo de  $d\chi_{AC}/dT$ .

### 3.11 – ANÁLISE DIGITAL DAS IMAGENS

A medida da área supercondutora real da fase supercondutora foi realizada usando-se o programa de análise e processamento de imagens Scion Image – Versão Beta 4.0.2, da Scion Corporation (SCION CORPORATION, 2002).

O programa Scion Image para Windows trabalha em modo de 256 cores e pode ser usado para medir área, perímetro, média etc, das regiões definidas pelo usuário. Esse software realiza análise automática de partículas e fornece ferramentas para a medida de comprimentos e ângulos. Possui sistema de calibração de medida real de área e comprimento usando um sistema de unidades e escalas definidas pelo usuário. O programa converte “pixels” de uma imagem para o sistema de unidades selecionado.

O processamento usado para medir a área supercondutora do fio supercondutor de Nb-Ti após o 3º embutimento foi o seguinte (RODRIGUES, 2000):

- (1) Após carregar a imagem a ser analisada, escolhe-se dentro do menu “*options*” a opção “*Scale to fit window*”;
- (2) Melhora-se o acabamento da imagem com “*Smooth*” dentro do menu “*process*”;
- (3) Corrige-se a escala da imagem após selecionar “*set scale*” no menu “*Analyse*”;
- (4) Aplicou-se “*Threshold*”;
- (5) Transformou em binário usando “*Make Binary*”;
- (6) Selecionou “*Analyze Particles*”;
- (7) Selecionou “*Show Results*”;

O último passo do programa é mostrar em uma tabela, os valores das áreas das regiões de interesse.

Na Fig. 3.11 temos a micrografia da secção transversal do fio supercondutor com 1,37 mm de diâmetro antes de ser submetido ao programa de análise de imagens. Na Fig. 3.11 é apresentada a imagem final reproduzida pelo programa, mostrando as 169 regiões medidas. Essas regiões incluem as fases supercondutoras de Nb-Ti e APC. A camada de Nb do 2º embutimento foi excluído da medida. As áreas reais medidas foram usadas posteriormente para o cálculo de  $J_c$  dos fios.

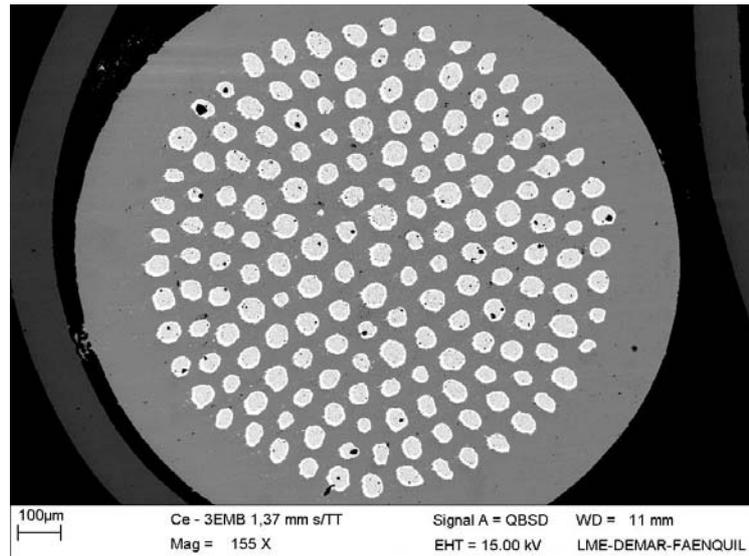


Fig. 3.11 – Micrografia (MEV) do fio de Nb-Ti do 3º embutimento

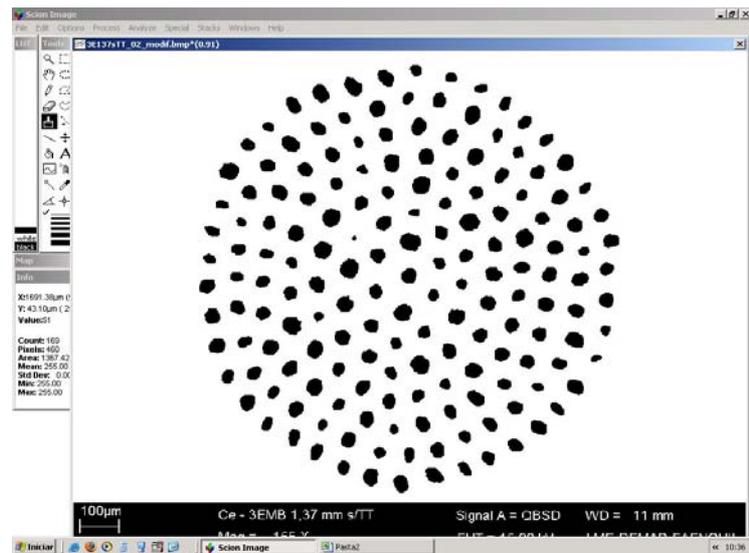


Fig. 3.12 – Imagem final gerada pelo programa Scion Image após o cálculo da área da Fig. 3.10.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

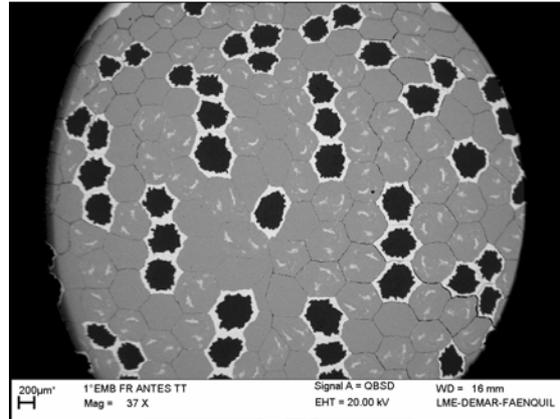
Nesse item são apresentados os resultados da caracterização dos fios obtidos nos itens 3.1 a 3.5, referentes à microestrutura e propriedades supercondutoras  $T_c$ ,  $H_{c2}$  e  $J_c$ .

### 4.1 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

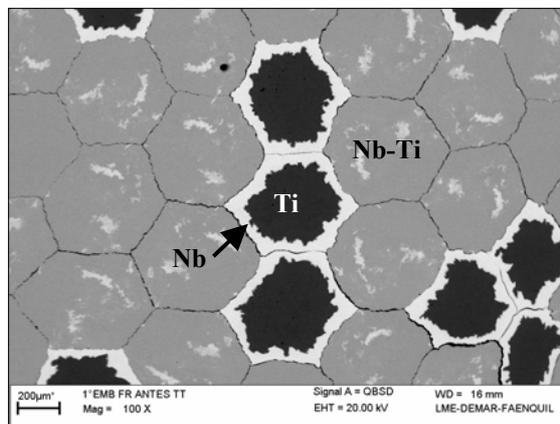
Neste item são apresentados os resultados da caracterização microestrutural do fio supercondutor de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais de Nb/Ti. As análises foram feitas por microscopia eletrônica de varredura durante as etapas de fabricação do fio. Essas etapas foram compostas de processos de deformação por forjamento rotativo e trefilação e tratamentos térmicos de recristalização.

#### 4.1.1 – 1º Embutimento: 271 filamentos (65 filamentos de Nb+Ti APC)

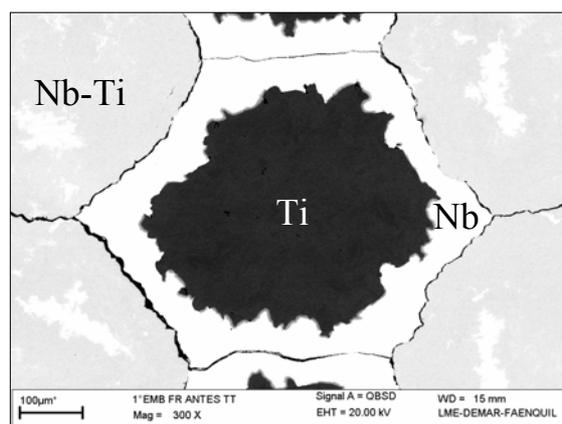
A Fig 4.1 (a-c) apresenta as micrografias da barra de 7,7 mm de diâmetro deformada por forjamento rotativo em diferentes aumentos. Os filamentos de Nb-Ti e Nb+Ti APC adquiriram a forma hexagonal após o empacotamento do feixe. O núcleo de Ti do centro de aprisionamento perdeu a forma arredondada inicial o que tornou sua interface com o Nb bem irregular. Isso ocorreu devido à diferença de estrutura cristalina entre esses dois materiais, já que o Ti apresenta uma estrutura hexagonal compacta (hc) e o Nb e o Nb-Ti apresentam uma estrutura cúbica de corpo centrado (ccc). A variação do formato é regida pelas propriedades de deformação da matriz, ou seja, o Nb-Ti ccc.



(a) Região central; aumento de 37X



(b) Região central; aumento de 100X



(c) Aumento de 300X

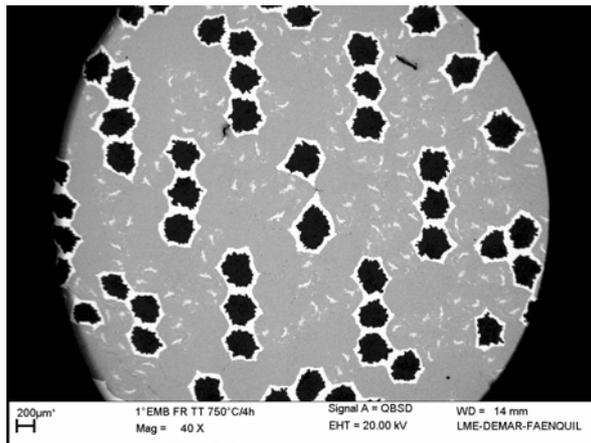
Fig. 4.1 – Micrografia (MEV) da seção transversal da barra do 1° embutimento com 7,7 mm de diâmetro para diferentes ampliações.

Como pode ser observado na Fig. 4.1 (c), não houve bom acoplamento entre os filamentos nesse estágio após a deformação mecânica, já que existe uma interface definida entre os filamentos. Este acoplamento foi posteriormente obtido através do tratamento térmico. Este foi realizado a 750°C/4h, sendo que a continuidade da deformação por trefilação também favoreceu o acoplamento entre os filamentos.

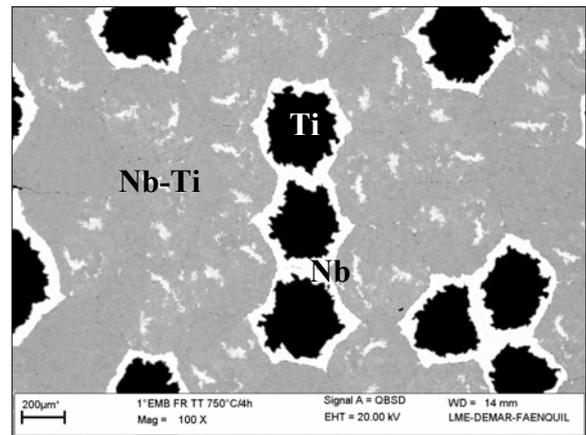
A Fig. 4.2 (a-e) mostra o compósito do 1° embutimento, após o tratamento térmico a 750°C/4h, realizado na barra com 7,7 mm de diâmetro. Este tratamento teve como objetivo a recristalização da liga de Nb47%Ti e do Ti presente nos fios do centro de aprisionamento. As Figs. 4.2 (a-c) mostram as mesmas regiões mostradas nas Fig. 4.1 (a-c). Em todas elas comprova-se que o tratamento térmico melhorou o acoplamento entre os filamentos de Nb-Ti/Nb-Ti, Nb+Ti/Nb+Ti e Nb-Ti/Nb+Ti.

A Fig. 4.2 (d) mostra o filamento mostrado na Fig. 4.2 (c) com mais contraste, para mostrar os grãos recristalizados do núcleo de Ti, com o tratamento térmico. Na Fig. 4.2 (e) é mostrada a formação da região de difusão entre o Ti e o Nb, a 400X. Essa região é uma liga de Nb-Ti de composição variável e esta composição será medida em estágios posteriores na fabricação do fio. Esta camada de difusão é rica em Nb neste estágio, como já foi estudado em trabalhos anteriores (BORMIO-NUNES et al, 2003). Ela é precursora do precipitado de Ti- $\alpha$  “artificial” proposto no presente trabalho.

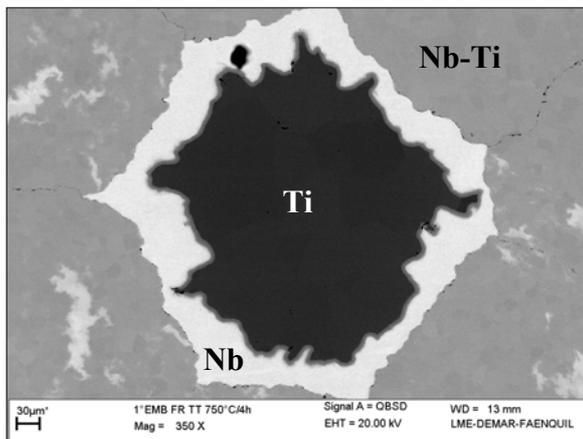
Após o tratamento térmico, o fio foi trefilado até 1,5 mm de diâmetro e o cobre foi retirado para a realização do 2° embutimento. Neste diâmetro de 1,5 mm o fio foi tratado a 750°C/4h. A micrografia desse fio tratado, com 1,06 mm de diâmetro (sem cobre), pode ser vista nas Figs. 4.3 (a-c). A Fig. 4.3 (a) mostra a visão geral do fio, com os 65 filamentos de centro de aprisionamento de Nb+Ti. Estes filamentos estão dispostos segundo o arranjo “*rod based*” planejado na Fig. 3.1 e mostra uma disposição quase regular.



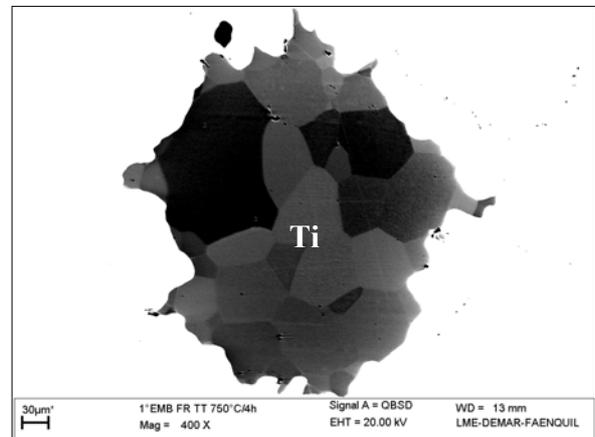
(a) Região central; aumento de 40 X



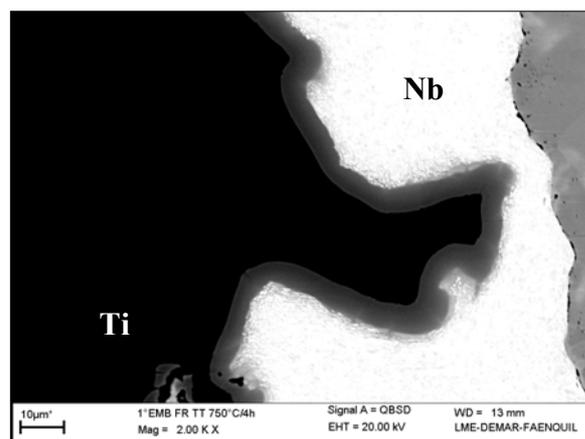
(b) Região central; aumento de 100 X



(c) Aumento de 300 X



(d) Ti recristalizado; aumento de 400 X



(e) Região de Nb-Ti formada pela difusão entre Ti/Nb; aumento de 2000 X

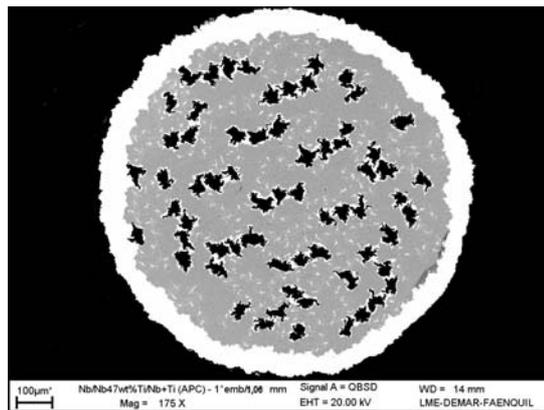
Fig. 4.2 – Micrografias (MEV) da seção transversal da barra do 1° embutimento com 7,7 mm de diâmetro após tratamento térmico de 750°C/4 para diferentes ampliações.

A Fig. 4.3 (b) mostra com um aumento de 500X uma região do centro do embutimento. Os centros de aprisionamento estão deformados e tendem a manter esse comportamento no decorrer do processo de trefilação. Essa mudança de forma pode ser explicada pelo fato do metal ccc (cúbico de corpo centrado) se deformar preferencialmente na direção  $\langle 110 \rangle$ , como é o caso do Nb e do Nb-Ti. Durante a deformação, os grãos ccc deformam-se de modo que a direção  $\langle 110 \rangle$  é alinhada paralelamente ao eixo de deformação, e isto permite que ocorra deslizamento em apenas duas das quatro direções  $\langle 111 \rangle$ . Condições de deformação plana então prevalecem, deformando os grãos para fitas alongadas que se curvam, e que levam à degradação da forma dos centros de aprisionamento redondos. Este mecanismo de mudança de forma é também responsável pelo desenvolvimento da fita Ti- $\alpha$  na microestrutura do fio processado convencionalmente (MALZAHN KAMPE; COURTNEY, 1989). A Fig. 4.3 (c) mostra o centro de aprisionamento com um aumento de 2500X. Observa-se o afinamento da camada de difusão observada anteriormente na Fig. 4.2 (e).

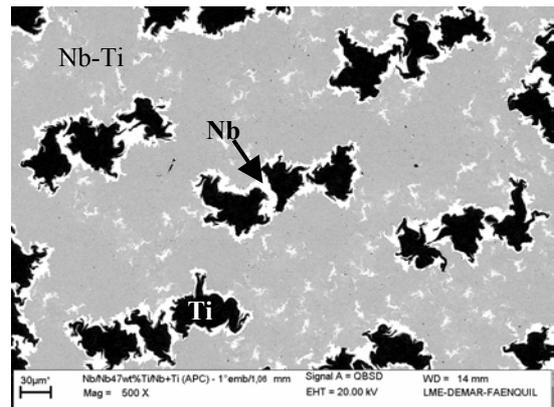
Uma parte do fio tratado de 1,5 mm de diâmetro (com cobre), que não foi usado no segundo embutimento, foi trefilado até 0,64 mm para a caracterização da temperatura crítica e do campo magnético crítico superior, cujos resultados serão apresentados e discutidos no item 4. A micrografia da seção transversal deste fio com 0,64 mm de diâmetro está mostrada nas Figs. 4.4 (a-c). A irregularidade dos filamentos APC tanto na forma quanto na distribuição destes observada na Fig. 4.4 (a) é resultado da alta deformação aplicada (82% em área), sem tratamentos térmicos intermediários, que tinha ocorrido pela última vez no fio no diâmetro de 1,5 mm. Observa-se que alguns centros de aprisionamento colapsaram-se, isto é, se fundiram formando grandes filamentos, enquanto que outros deformaram muito e ficaram bem pequenos. Uma possibilidade é que pode ter ocorrido variações da dureza dentre os filamentos de Nb-Ti,, fazendo com que alguns filamentos deste se rompessem e outros de Nb+Ti

deformassem menos, ocupando lugar dos rompidos. As Figs. 4.4 (b) e 4.4 (c) mostram a camada de difusão formada entre o Nb e Ti dos centros de aprisionamentos.

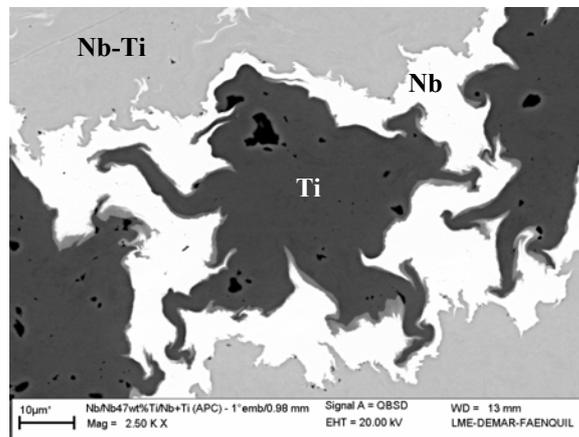
A facilidade com que o fio foi trefilado até 0,64 mm demonstra que o feixe estava bem compactado, devido ao bom acoplamento já observado.



(a) Visão geral; aumento de 175 X

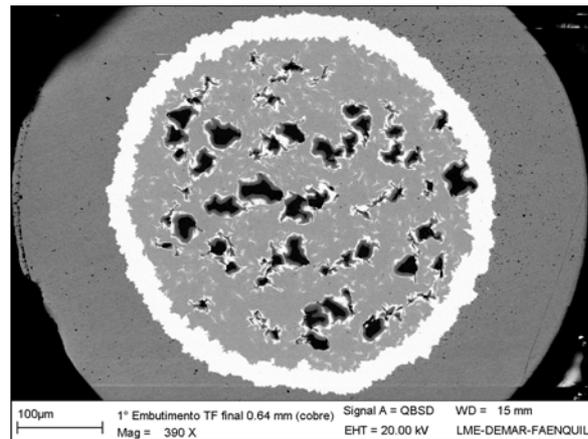


(b) Região central, aumento de 500 X

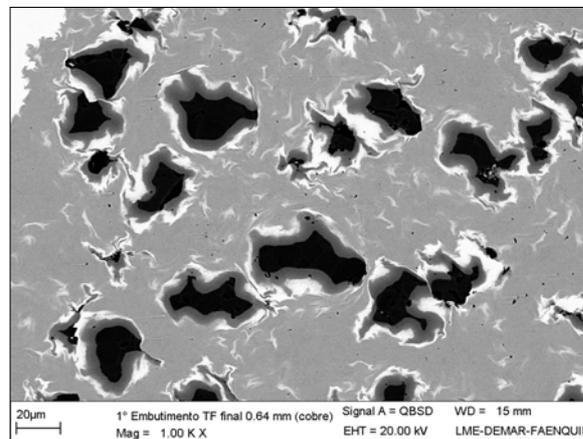


(c) Centro de aprisionamento, mostrando o núcleo de Ti; aumento de 2500 X

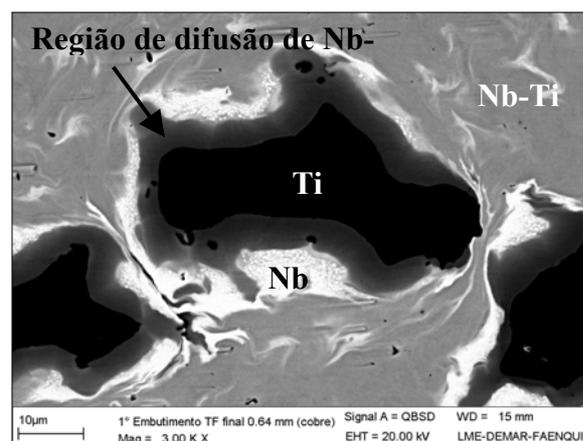
Fig.4.3 – Micrografias (MEV) da seção transversal do fio do 1º embutimento com 1,06 mm de diâmetro (sem cobre) após tratamento térmico a 750°C/4h para diferentes ampliações.



(a) Visão geral; aumento de 390 X



(b) Região central, aumento de 1000 X

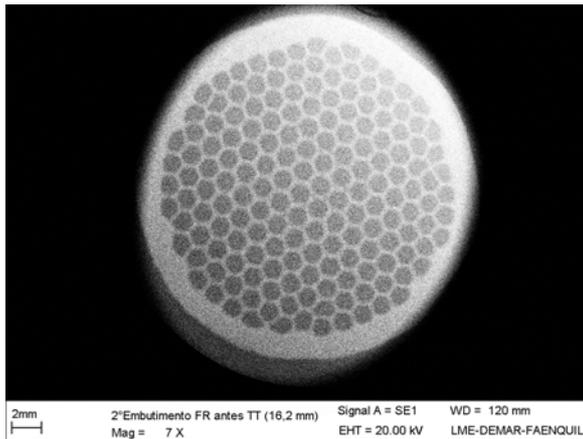


(c) Centro de aprisionamento de Nb+Ti, mostrando a camada de difusão entre o Nb e Ti; aumento de 2500 X

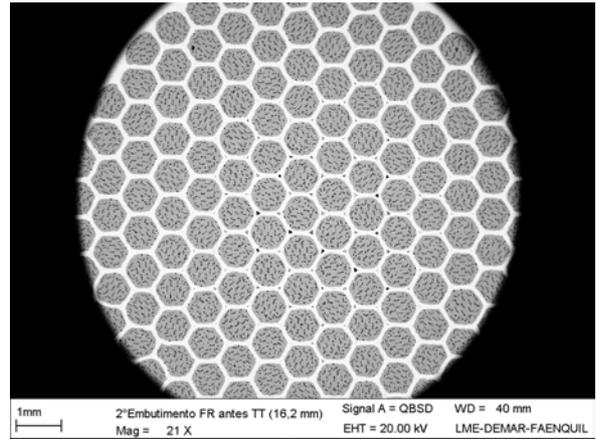
Fig. 4.4 – Micrografias (MEV) da seção transversal do fio do 1° embutimento com 0,64 mm de diâmetro final, após tratamento térmico a 750°C/4h em 1,06 mm para diferentes ampliações.

#### 4.1.2 – 2° Embutimento: 169 filamentos (65x169 de Nb+Ti APC)

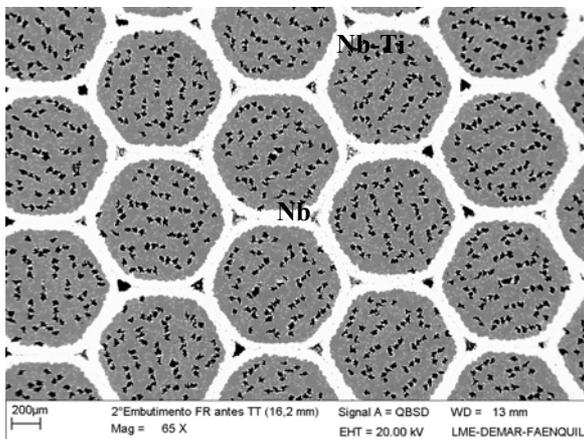
A Fig. 4.5 (a-f) mostra a seção transversal da barra do 2° embutimento de 16,2 mm de diâmetro, no início da etapa de deformação, logo após a selagem do feixe feita à vácuo por forjamento rotativo. Em 4.5 (a), temos a visão geral do feixe de 169 fios montados dentro de um tubo de Nb. Essa micrografia foi feita no MEV, em modo elétrons secundários, para mostrar o arranjo regular dos fios dentro do tubo de Nb. Em 4.5 (b), já em modo de elétrons retro-espalhados, vemos mais claramente a boa distribuição dos filamentos. As Figs 4.5 (c) e 4.5 (d) mostram, com um aumento maior, os filamentos da região central e de uma das bordas, respectivamente. Os fios da região central, como podem ser vistos em Fig. 4.5 (c), apresentam pequenas cavidades (ver círculos na figura) entre os filamentos. Já em Fig. 4.5 (d), na borda do feixe, esses buracos são pouco presentes. Isso está relacionado ao início da deformação por forjamento rotativo, cuja deformação é mais acentuada nas bordas, pois os esforços aplicados pelas matrizes de forjamento são mais intensos na superfície da barra. No entanto, com a continuidade da deformação por forjamento rotativo e por trefilação, essas interfaces entre Nb/Nb da região central do feixe desapareceram. Em Fig. 4.5 (e) vemos com mais detalhes um dos filamentos hexagonais do arranjo. Os 65 filamentos do centro de aprisionamento de Nb+Ti estão bem ordenados ao longo do feixe. A Fig. 4.5 (f) mostra com mais detalhes três destes filamentos com um aumento de 1300X.



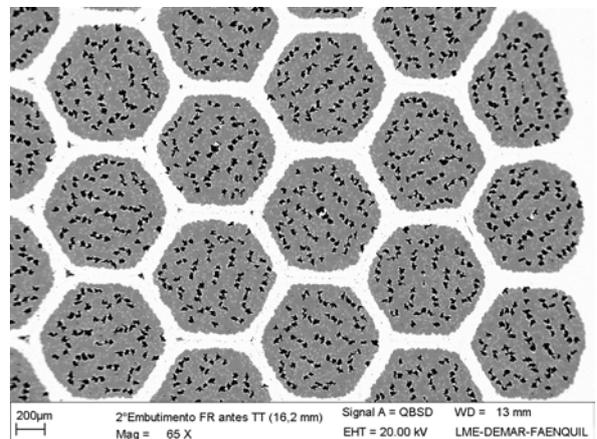
(a) Visão geral; aumento de 7 X



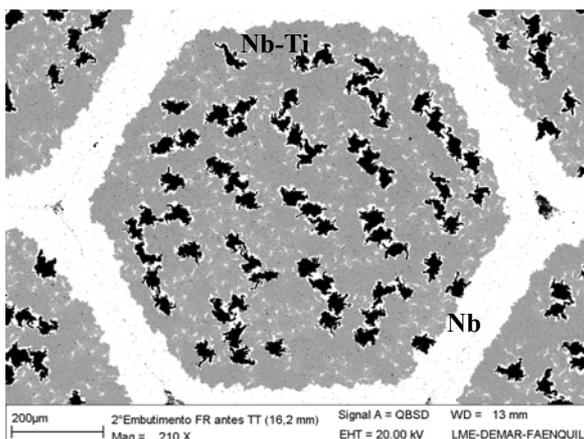
(b) Região central; aumento de 21 X



(c) Região central; aumento de 65 X



(d) Região lateral; aumento de 65 X



(e) Filamento com 65 fios de Nb+Ti; aumento de 210 X

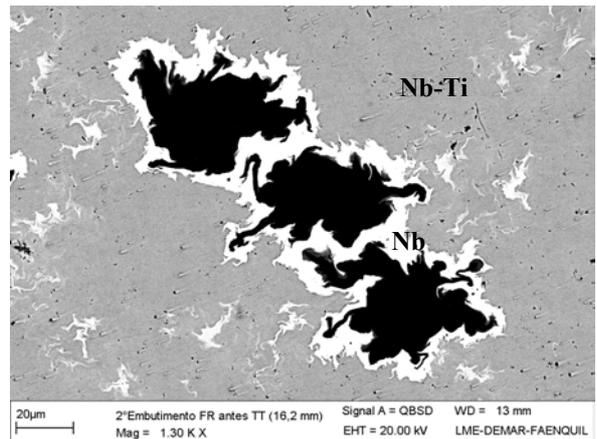
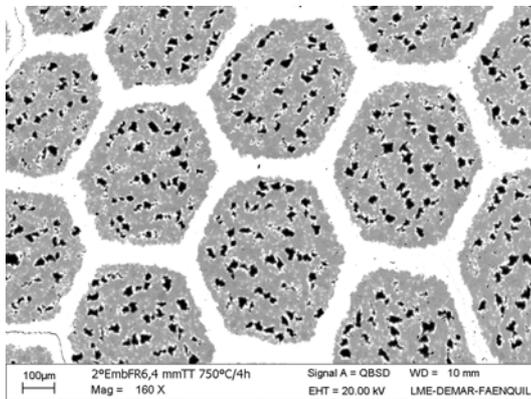
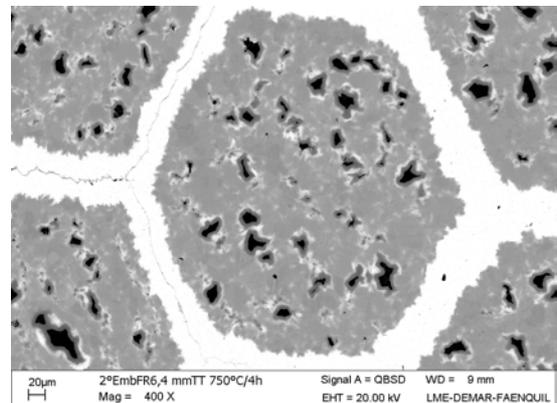
(f) Centro de aprisionamento de Nb+Ti;  
aumento de 1300 X

Fig.4.5 - Micrografias (MEV) de uma barra de 16 mm de diâmetro do 2° embutimento, contendo 169x65 filamentos de Nb+Ti APC para diferentes ampliações.

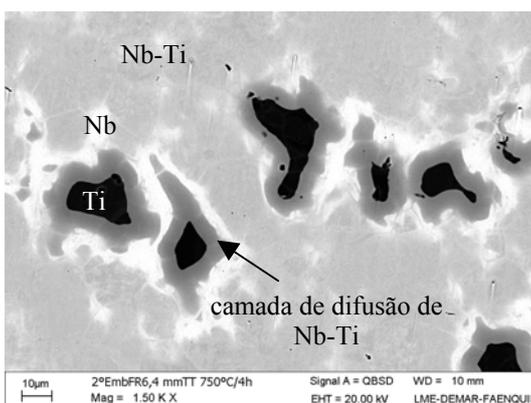
As Figs. 4.6 (a-d) mostram a seção transversal da barra do 2º embutimento de 6,4 mm de diâmetro, que foi deformada por forjamento rotativo e tratada neste diâmetro a 750°C/4h. Em 4.6 (a) temos a visão de uma parte do feixe deste 2º embutimento, onde a parte mais clara é a camada de Nb que envolveu os filamentos no 1º embutimento. A parte escura é o Ti puro e a região cinza clara é formada pela liga supercondutora de Nb47%Ti. Isso pode ser mais bem observado nas Figs 4.6 (b-d). Ao redor do Ti observa-se a presença de uma camada cinza escuro que foi formada pela difusão entre o Nb e o Ti (APC). A região bem clara que envolve a camada de difusão é o Nb não reagido com o Ti.



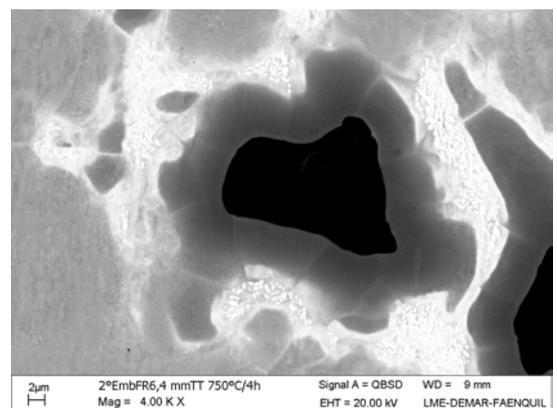
(a) Visão parcial da seção transversal do fio do 2º embutimento com 6,4 mm de diâmetro; aumento de 160 X



(b) Filamento central; aumento de 400 X



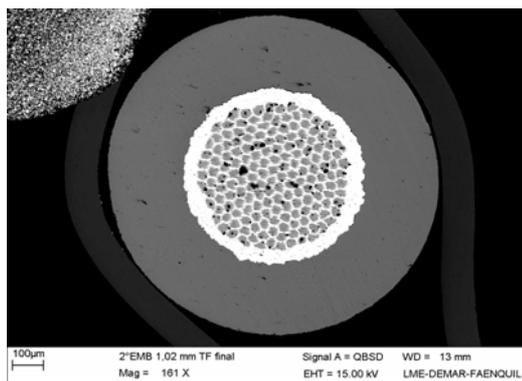
(c) Filamentos internos do 1º embutimento; aumento de 1500X



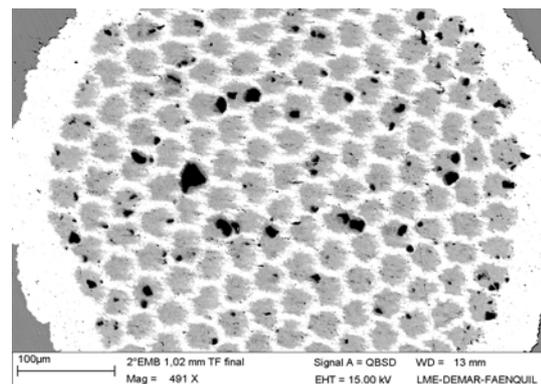
(d) Filamento do 1º embutimento mostrando a camada de difusão entre o Nb e o Ti; aumento de 400X

Fig. 4.6 - Micrografias (MEV) de uma barra de 6,4 mm de diâmetro do 2º embutimento tratada a 750°C/4h para diferentes ampliações.

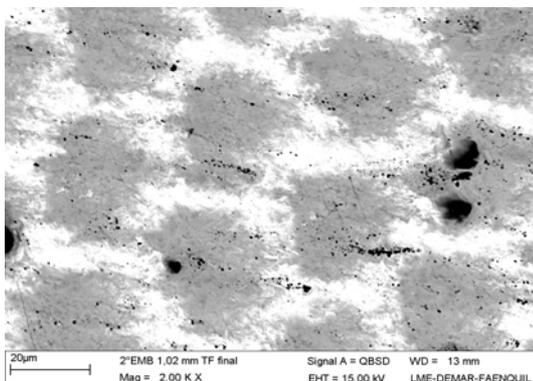
As Fig. 4.7 (a-d) mostram as micrografias da seção transversal do fio do 2° embutimento trefilado até 1,02 mm. Em Fig. 4.7 (a) pode ser observado que os 169 filamentos estão bem distribuídos ao longo da seção. Deve-se chamar a atenção também para a espessa camada de cobre, em torno de 200  $\mu\text{m}$ . Esse cobre não foi retirado e o fio foi utilizado na fabricação do fio multifilamentar no 3° embutimento. Na Fig.4.7 (b) percebe-se a presença de fases escuras nos filamentos internos. Essas fases ainda são Ti puro (medida por EDS), que não reagiu com o Nb durante os tratamentos térmicos e que não se deformou da mesma maneira que os demais filamentos, por apresentar uma dureza maior que o Nb e elevada fragilidade. Em Fig. 4.7 (c) e (d) vemos os filamentos internos. A resolução do MEV já não é suficiente para observar a parte interna desses filamentos nesta etapa.



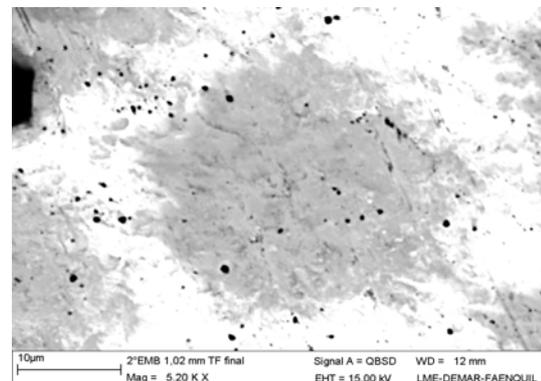
(a) Visão geral do 2° embutimento com 1,02 mm; aumento de 161 X



(b) 2° embutimento com 1,02 mm; aumento de 491 X



(c) Filamentos internos referentes ao 1° embutimento; aumento de 2000 X



(d) Filamentos internos referentes ao 1° embutimento; aumento de 5200 X

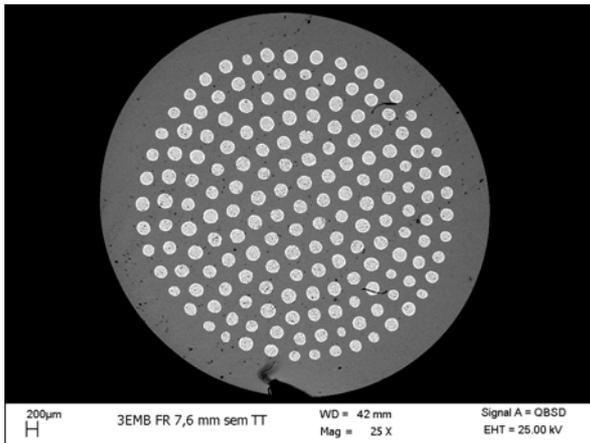
Fig. 4.7 - Micrografias (MEV) do fio trefilado do 2° embutimento com 1,02 mm de diâmetro

### **4.1.3 – 3° Embutimento: 169 filamentos (65x169x169 filamentos de Nb+Ti APC) – Fio Multifilamentar**

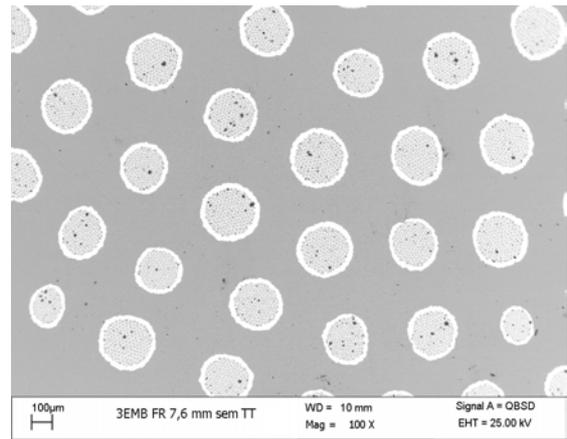
O fio multifilamentar final foi obtido a partir de uma barra de diâmetro de 16 mm, que foi formada arranjando-se 169 filamentos com o cobre externo sendo mantido, em um outro tubo de cobre.

As Figs. 4.8 (a-f) mostram a seção transversal da barra do 3° embutimento no diâmetro de 7,6 mm. Em 4.8 (a), temos a visão geral do compósito multifilamentar com um feixe de 169 fios dispostos dentro do tubo de cobre. Nas demais figuras, 4.8 (b-f), observamos os filamentos internos do feixe, oriundos do 2° embutimento. Pode ser observada nessas figuras, a presença de uma pequena fase escura dispersa na seção transversal do feixe. Essa fase é formada pelo Ti que deve ter sofrido uma deformação desigual durante o processo e que não foi reagido durante os tratamentos, conforme já observado anteriormente.

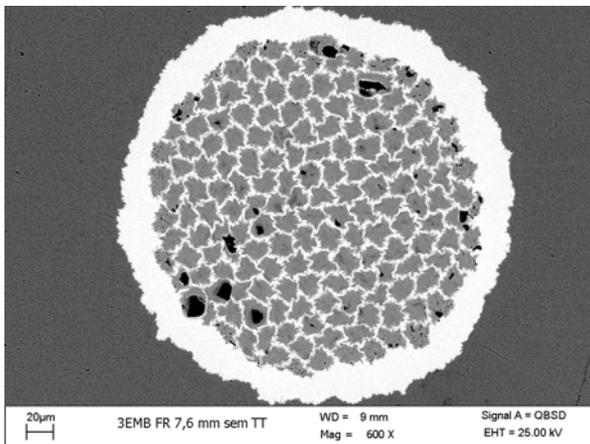
As micrografias das Fig. 4.9 (a-d) mostram a seção transversal do fio do 3° embutimento forjado e trefilado até o diâmetro de 1,37 mm. Este fio foi tratado no diâmetro de 2,0 mm a 500°C/2h. A Fig. 4.9 (b-d) mostra os filamentos internos oriundos do 2° embutimento. Mesmo com aumentos de 8000 vezes (Fig. 4.9(d)) não é possível identificar mais as fases presentes. Com a deformação, os fios perderam o arranjo inicial e se alongaram em forma de fitas. A fase mais clara é Nb, mas os fios APC de Nb+Ti não são mais possíveis de ser observados com esse aumento máximo obtido. As micrografias dos fios tratados em 400°C e 600°C são muito similares às do fio tratado em 500°C. Como não foi possível obter muitas informações a respeito da microestrutura a partir das fotos obtidas, essas não serão aqui apresentadas.



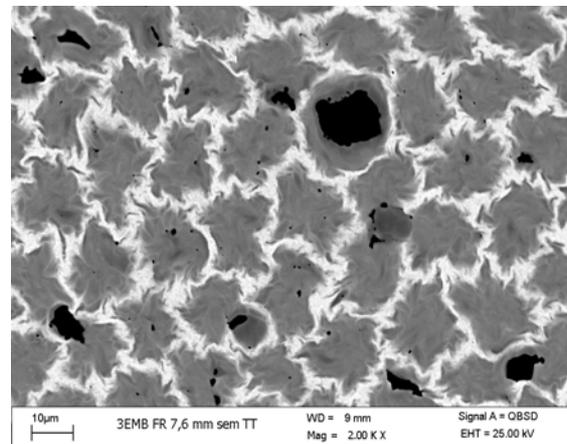
(a) Visão geral da barra do 3º embutimento; aumento de 25 X



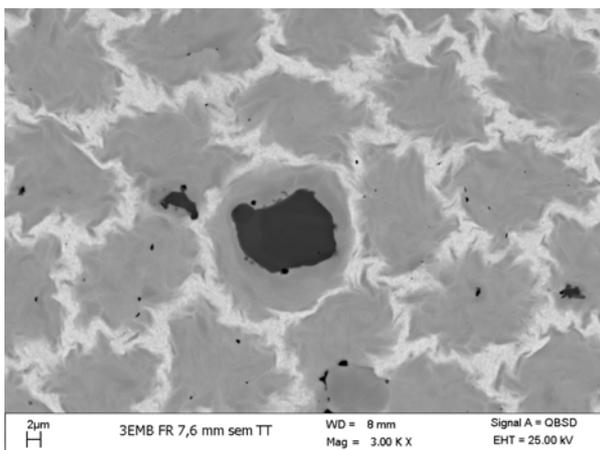
(b) Região central; aumento de 200 X



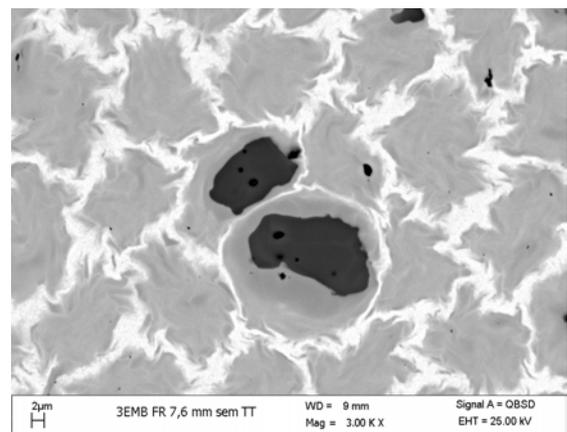
(c) Um filamento do 2º. embutimento; aumento de 600X



(d) Visão interna do filamento do 2º embutimento; aumento de 2000 X

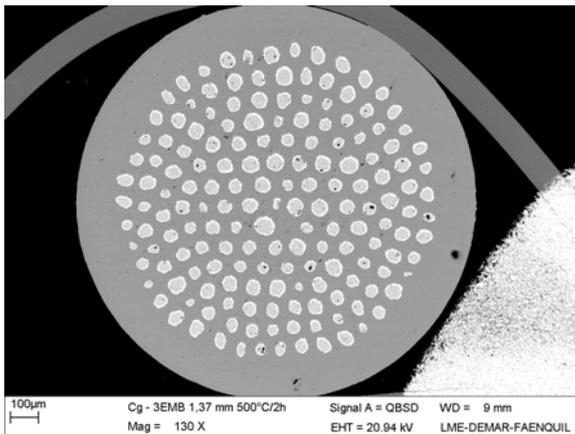


(e) Visão interna do filamento do 2º embutimento; aumento de 3000 X

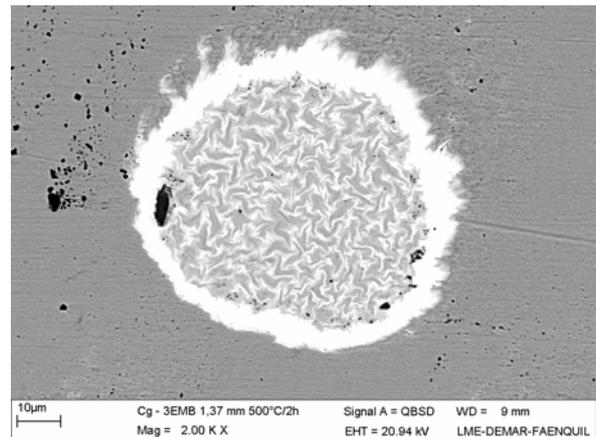


(f) Camada de Ti não deformada; aumento de 3000 X

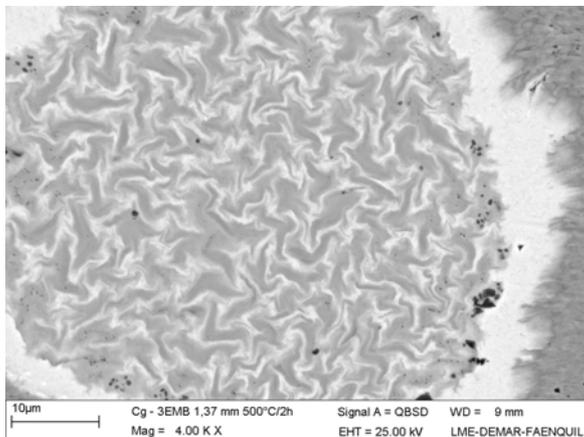
Fig. 4.8 - Micrografias (MEV) de uma barra do 3º embutimento com 7,6 mm de diâmetro contendo 169x169x65 filamentos de Nb+Ti APC



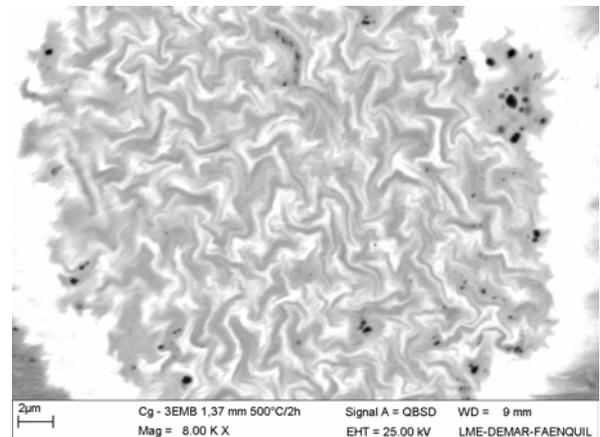
(a) Visão geral do fio do 3º embutimento com 1,37 mm de diâmetro; aumento de 130X



(b) Um filamento do 2º embutimento; aumento de 2000 X



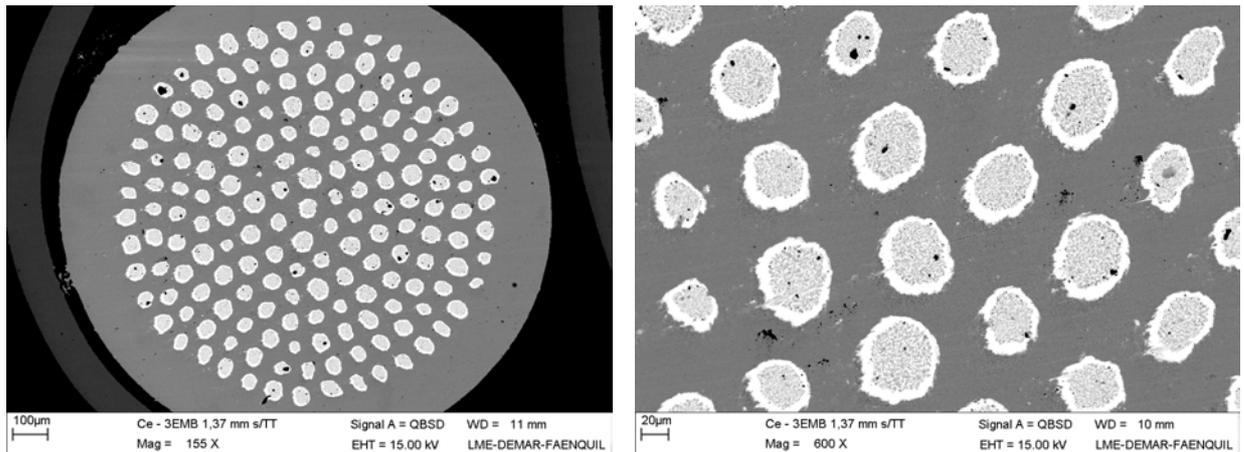
(d) Um filamento oriundo do 2º embutimento; aumento de 8000 X



(c) Um filamento oriundo do 2º embutimento; aumento de 4000 X

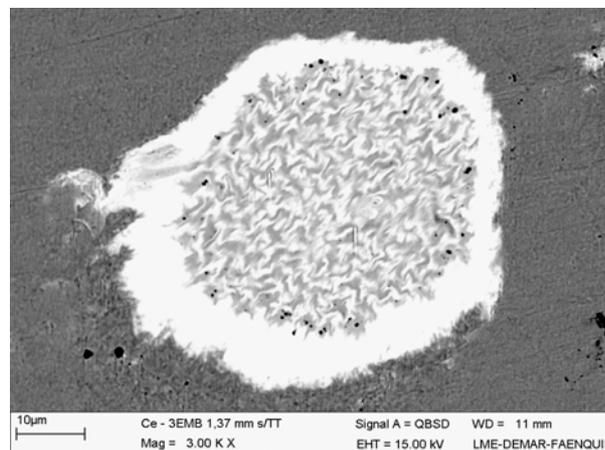
Fig.4.9 - Micrografias (MEV) de um fio do 3º embutimento com 1,37 mm de diâmetro tratado previamente a 500°C/2h no diâmetro de 2,0 mm.

Nas Fig. 4.10 (a-c) são mostradas as micrografias do mesmo fio com 1,37 mm de diâmetro. No entanto, este fio não foi tratado a 2,0 mm como o anterior. Neste caso, a ausência do tratamento térmico teria camadas de difusão mais finas. As mesmas observações feitas na Fig. 4.9 são aplicadas aqui. Neste caso também não podem ser identificadas as fases Nb+Ti.



(a) Visão geral do fio do 3º embutimento com 1,37 mm de diâmetro; aumento de 130X

(b) Região central; aumento de 600 X



(c) Um filamento oriundo do 2º embutimento; aumento de 3000 X

Fig.4.10 - Micrografias (MEV) de um fio do 3º embutimento com 1,37 mm de diâmetro, não-tratado previamente no diâmetro de 2 mm (STT).

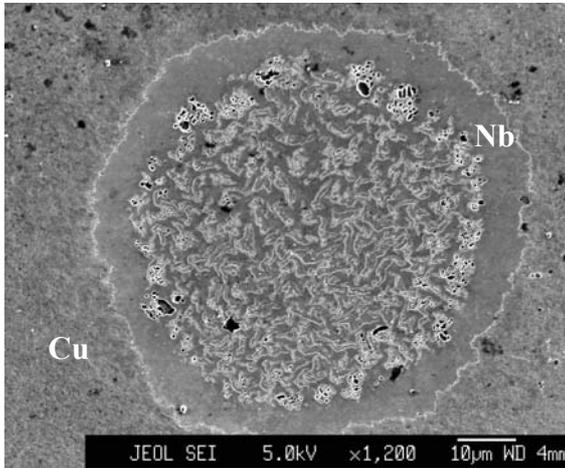
#### 4.1.4 – 3º Embutimento: 169 filamentos (65x169x169 filamentos de Nb+Ti APC):

##### Microscopia de varredura por *field emission*

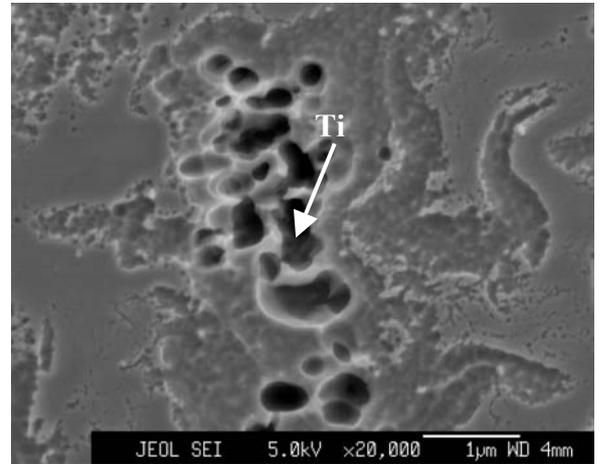
A Fig. 4.11 (a-d) mostra as micrografias dos fios STT no diâmetro de 2,0 mm, caracterizadas por um microscópio eletrônico de varredura *field emission* (FEG) modelo JEOL JSM 6330F do Laboratório Nacional Luz Síncrotron – LNLS. Um dos 169 filamentos do 3º. embutimento é mostrado na Fig. 4.11 (a). A camada de Nb em volta do filamento

apresenta uma espessura de aproximadamente de 5  $\mu\text{m}$ . Internamente observa-se uma estrutura desordenada, formada pelos filamentos do 2º embutimento. Neste 2º embutimento o fio também foi circundado por uma camada de Nb. Esta camada de Nb é a fase mais clara que aparece nas Fig. 4.11(a) e 4.11(d). Com um aumento de 20000 e 50000 vezes observam-se mais detalhes dessa camada em 4.11(c) e 4.11(d). A espessura desta fase está na escala dos 500 nm. Pode-se observar que esta fase ainda está subdividida em outras pequenas regiões alongadas de comprimentos da ordem de 100 nm. Em estudos anteriores de inter-difusão entre Nb e Ti, já foi observado que o Ti difunde para o Nb pelos contornos de grão (BORMIONUNES et al, 2005). Esta subdivisão observada nestas estruturas de Nb parece definir as estruturas de grão desta região de Nb, estruturas estas que foram reveladas devido a difusão do Ti pelos contornos. Já na Fig. 4.11(b), as fases escuras estão presentes, preferencialmente na borda do fio, são regiões de Ti não deformado durante o processo de obtenção do fio, conforme foi apresentado na Fig. 4.8 e discutido na seção 4.1.3.

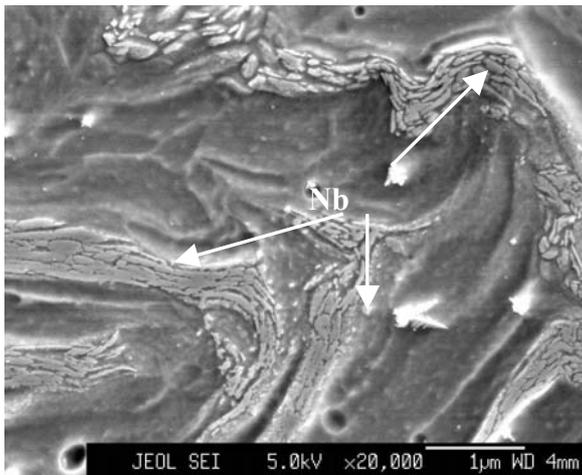
O fio supercondutor STT de diâmetro final de 0,54 mm também foi caracterizado via microscopia “Field Emission”. As micrografias da Fig. 4.12 mostram a seção transversal do fio 0,54 mm sem tratamento térmico. Em 4.12 (a) temos a visão geral de um filamento do 2º embutimento, para uma ampliação de 5000 vezes. A camada de Nb externo que foi colocada no fio do 2º embutimento apresenta uma faixa de espessura de 0,5 a 2,0  $\mu\text{m}$  aproximadamente. Na Fig. 4.12 (b-d), observa-se o filamento com aumentos maiores, até para um máximo de 50.000 vezes. Em 4.12 (b) percebe-se o aparecimento de buracos, provavelmente causados por filamentos rompidos durante o processo de fabricação. A camada clara e espiralada trata-se do Nb que foi inserido no 2º embutimento conforme foi apresentado na seção 4.1.2.



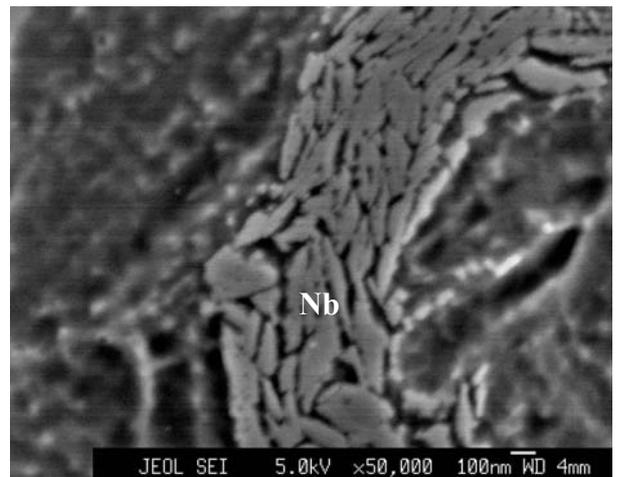
(a) Ampliação de 1200 X



(b) Ampliação de 20.000 X

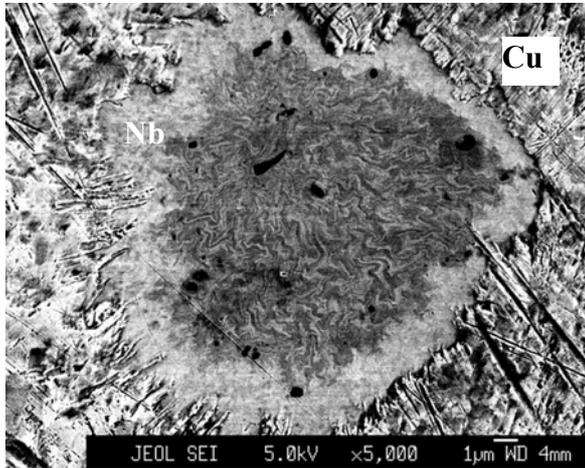


(c) Ampliação de 20.000 X

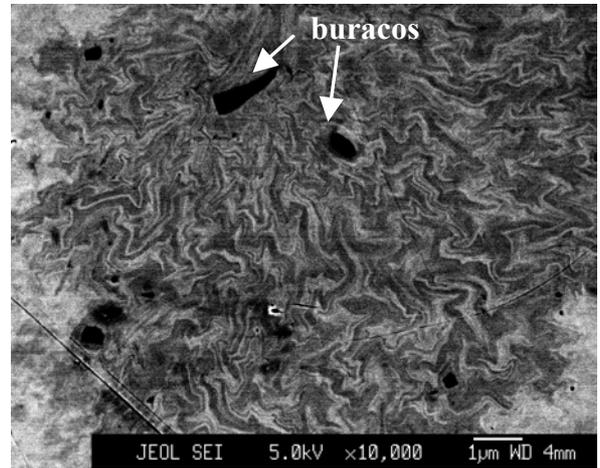


(d) Ampliação de 50.000 X

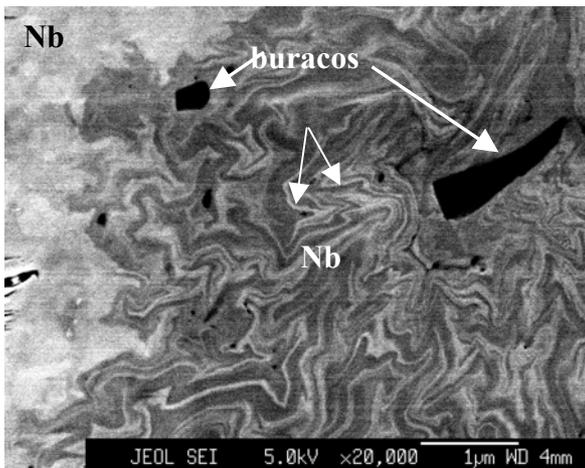
Fig. 4.11 –Micrografias (MEV-FEG) de um fio do 3° embutimento com 2,0 mm de diâmetro (STT) para diferentes regiões da amostra e diversas ampliações.



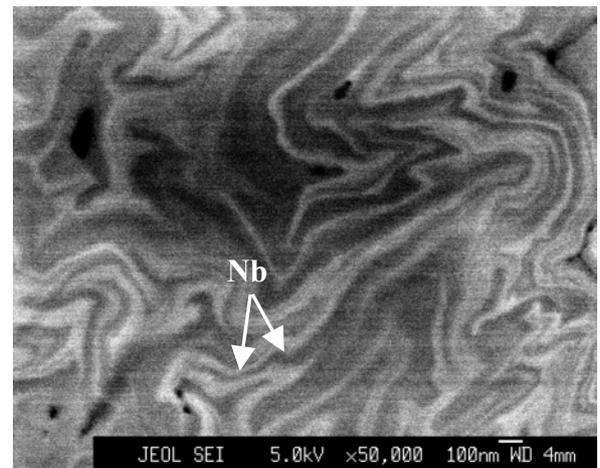
(a) Um filamento do 2º embutimento;  
aumento de 5000 X



(b) Um filamento do 2º embutimento;  
aumento de 10.000 X



(c) Aumento de 20.000 X



(d) Aumento de 50.000 X

Fig. 4.12 - Micrografias (MEV-FEG) de um fio do 3º embutimento com 0,54 mm de diâmetro

#### 4.1.5 – Cálculo da área supercondutora dos fios caracterizados por medidas de transporte e magnetização

A medida da área supercondutora foi realizada utilizando-se o programa de análise de imagens Scion Image, da Scion corporation e através de cálculos. Nestes cálculos, considera-se que a área supercondutora e a área de Nb do 2º embutimento mantêm uma relação constante durante a deformação do fio até o diâmetro final.

Através do programa Scion Image foi medida a área supercondutora total do fio do 3º embutimento com 7,6 mm de diâmetro, como foi apresentado na Fig. 4.8 (a). O resultado da medida da área dos 169 filamentos foi de 8.919.307,94  $\mu\text{m}^2$ . Neste resultado foram somadas também as camadas de Nb do 2º embutimento. Na Fig. 4.13 (a) é mostrada a tela do programa Scion Image usada na medida os 169 filamentos, que são representados desta figura pela área branca. A área supercondutora total é formada pela área supercondutora e a área do Nb externo a cada filamento do 2º embutimento.

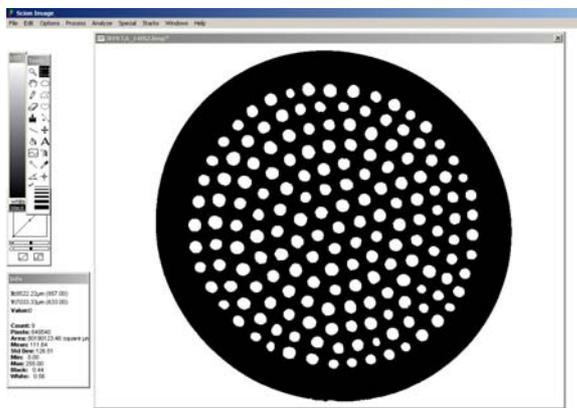
$$A_{\text{sup}}^{\text{total}} = A_{\text{sup}} + A_{\text{Nb}} \quad (4.1)$$

Através de uma dedução matemática, podemos descontar a área de Nb e obter a área supercondutora real.

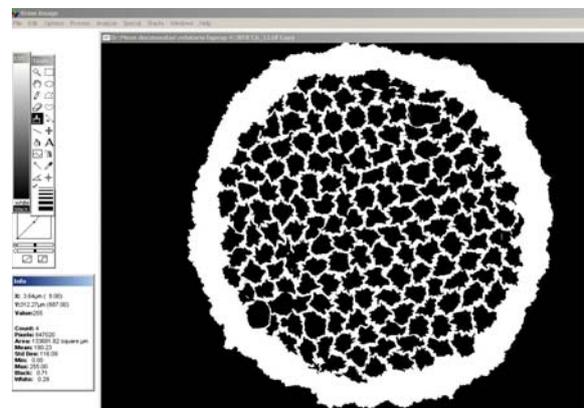
Da Fig. 4.8 (c) foi apresentada a micrografia da seção transversal de um filamento do 2º embutimento. Nesta figura, existe no filamento uma relação fixa a área supercondutora (área interna) e a área da camada de Nb do 2º embutimento. Esta relação, aqui chamada de  $\alpha$  independe do tamanho e poderá ser extrapolada para a deformação de cada filamento durante o processo de trefilação até os diâmetros finais:

$$\alpha = \frac{A_{\text{sup}}}{A_{\text{Nb}}} \quad (4.2)$$

Pelo programa Scion Image medimos a área supercondutora interna e a área do Nb da Fig. 4.8 (c). A Fig. 4.13 (b) mostra a tela do programa Scion Image e o cálculo da área de Nb e a área supercondutora (área interna). Este fio foi escolhido, pois apresenta um tamanho de microestrutura maior, sendo possível assim calcular a área do Nb externo e interno aos filamentos.



(a) Imagem final gerada pelo programa Scion image para o cálculo da área supercondutora no fio de 7,6 mm de diâmetro (Fig. 4.8 (a))



(b) Imagem final gerada pelo programa Scion image para o cálculo da área supercondutora 1 filamento do 2º embutimento (Fig. 4.8c) no fio do 3º embutimento

Fig. 4.13 – Imagens do programa Scion Image, durante o cálculo da área supercondutora e a área do Nb no fio do 3º embutimento com 7,6 mm de diâmetro.

Para calcular as áreas supercondutoras em diâmetros menores, supomos que a deformação do Cu, Nb, Nb-Ti e Ti são uniformes de 7,6 mm à 0,54 mm. Assim, podemos extrapolar os resultados, calculando a área supercondutora para os demais fios, de 2,0 mm à 0,54 mm.

A área supercondutora medida pelo programa foi de  $45.560,33 \mu\text{m}^2$  e a área da capa de Nb foi de  $16954,55 \mu\text{m}^2$ . Dessa forma, pela equação (4.2), calculamos a constante  $\alpha$ , como 2,6872.

Da equação (4.2), podemos substituir a área de Nb em função da relação  $A_{\text{sup}}/\alpha$  apresentada em (4.3):

$$A_{\text{sup}}^{\text{total}} = A_{\text{sup}} + \frac{A_{\text{sup}}}{\alpha} \quad (4.3)$$

$$A_{\text{sup}} = \frac{\alpha}{\alpha + 1} A_{\text{sup}}^{\text{total}} \quad (4.4)$$

Dessa forma, calcula-se a área supercondutora para o fio de 7,6 mm de diâmetro pela equação (4.5) como sendo  $A_{\text{sup}} = 6.500.391,63 \mu\text{m}^2$ .

Essa é a área supercondutora do fio com 7,6 mm de diâmetro, descontado o Nb.

A área supercondutora  $S_d$  de cada fio é dada por:

$$S_d = \frac{A_{\text{sup}} \cdot d^2}{(7,6)^2} \quad (4.5)$$

onde  $d$  é o diâmetro do fio que se deseja calcular a área supercondutora.

No entanto, nesta medida, a área de Nb do 2º embutimento está incluída em  $S_d$ , e na verdade ela não representa a área supercondutora efetiva. Para descontar a contribuição desta área, podemos nos reportar a seção (3.3) e estimar a relação de área no de Nb e supercondutora no filamento do 1º embutimento. Lembramos então que o tubo de Nb usado tinha diâmetro externo e interno de 22 e 20 mm respectivamente. Os 271 filamentos de Nb-Ti (206) e Nb+Ti (65) tinham 0,98 mm de diâmetro. Assim, sendo a área supercondutora corresponde a 75,6% da área total do filamento do 3º embutimento.

Desta forma, a área supercondutora efetiva  $S_d^{\text{eff}}$  pode ser calculada, multiplicando-se  $S_d$  por 0,756 e estes valores são apresentados na Tabela 4.1 para os fios que tiveram as propriedades supercondutoras caracterizadas.

Tabela 4.1 – Valor médio das áreas das regiões supercondutoras encontradas nas micrografias usando-se o programa Scion Image

<b>Diâmetro do fio (mm)</b>	<b><math>S_d^{eff}</math>, área supercondutora efetiva (mm<sup>2</sup>)</b>
2,0	0,3404
1,76	0,2635
1,37	0,1597
0,98	0,08172
0,70	0,04169
0,54	0,02888

## 4.2 – CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES SUPERCONDUTORAS

### 4.2.1 – Medidas de Temperatura Crítica e Campo Crítico por transporte – Fio do 1º embutimento

Na Fig. 4.14 são mostradas as curvas de campo elétrico em função de temperatura, levantadas para obtenção da temperatura crítica para o fio do 1º embutimento, no diâmetro de 0,64 mm, para correntes aplicadas de 50, 100 e 200 mA.

Através da Fig. 4.14 foram extraídos os valores de  $T_c$  para as correntes de 50, 100 e 200 mA, que correspondem a 10 e 9,8 K, respectivamente.

Observa-se que as medidas com correntes de 50 e 100 mA não resultaram em diferença significativa em  $T_c$ , no entanto para 200 mA houve uma pequena diminuição de  $T_c$ . Devido à característica da transição ser íngreme, esta diminuição de  $T_c$  não está relacionada ao aquecimento da amostra.

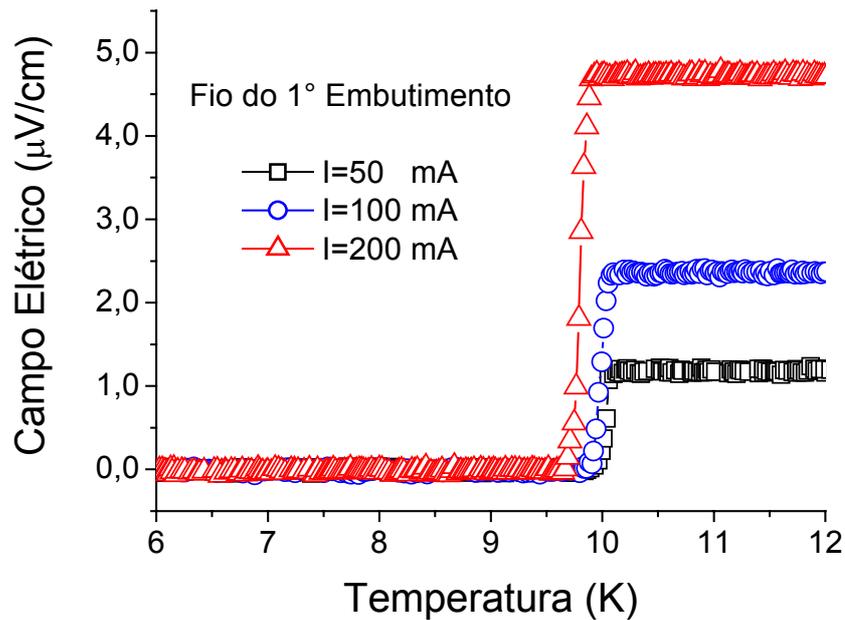


Fig. 4.14 – Curvas de campo elétrico versus temperatura do fio do 1º embutimento com 0,64 mm de diâmetro para correntes de teste de 50, 100 e 200 mA.

A liga homogênea Nb-47%Ti apresenta  $T_c = 9$  K. Os valores de 10 K medidos correspondem à medida de  $T_c$  da camada de difusão muito rica em Nb conforme já discutido anteriormente (BORMIO-NUNES, PORTO, GHIVELDER 2002). A corrente percola pelas regiões que apresentam a maior  $T_c$ , desde que  $J_c$  desta região não seja excedida. Para 200 mA a densidade de corrente desta fase que tem  $T_c = 10$  K foi ultrapassada e o valor menor da  $T_c$  obtido está associada à transição de uma região mais rica em Ti e que tem maior  $J_c$ . Assim, é esperado que se a corrente de teste fosse aumentada além de 200 mA, poderíamos chegar a medir uma  $T_c$  mínima desde que a limitação de  $J_c$  também fosse obedecida.

A Fig. 4.15 mostra as curvas de campo elétrico em função do campo aplicado. Essas medidas foram realizadas a 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para campos aplicados até 9 T para  $I = 50$  mA.

Da Fig. 4.15 pode-se observar que, após a transição abrupta, o fio no estado normal apresenta uma magnetoresistência que aumenta linearmente com o campo, com a mesma

inclinação, para todas as temperaturas estudadas. As larguras das transições aumentam à medida que a temperatura aumenta, sugerindo que há um efeito importante da temperatura na dinâmica da rede de vórtices, perto da região da transição.

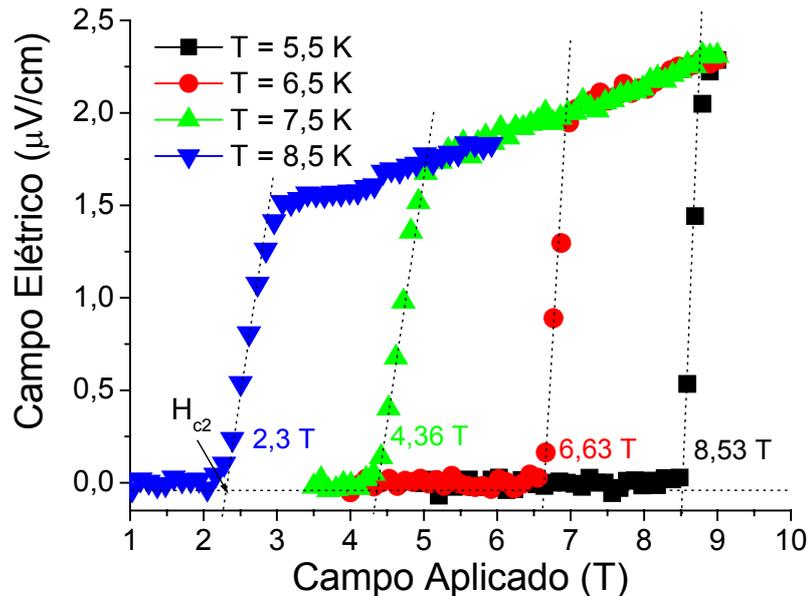


Fig. 4.15 – Campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K

A curva de  $\mu_0 H_{c2}$  versus  $T$  é mostrada na Fig. 4.16. Os valores de  $\mu_0 H_{c2}$  foram extraídos da curva da Fig. 4.12, através da intersecção da linha correspondente a  $E = 0$  com a tangente da parte da curva que corresponde à transição para o estado normal ( $E$  cresce exponencialmente).

Uma expressão para o cálculo de  $B_{c2}$  em função da temperatura em supercondutores do tipo II, usando argumentos teóricos microscópicos e ajustes empíricos, foi apresentada originalmente por Gor'kov (1960) e re-editada por Rodrigues Jr (1997):

$$B_{c2}(t) = \frac{B_{c20}}{1,77} (1 - t^2)(1,77 - 0,43t^2 + 0,07t^4) \quad (4.6)$$

onde  $t = T/T_c$  e  $B_{c20}$  é o campo crítico em 0 K.

Do ajuste matemático feito para os pontos experimentais na Fig. 4.16 (linha pontilhada), usando-se a equação (4.6) e deixando como parâmetros de ajuste,  $B_{c20}$  e  $T_c$ , pode-se obter que a 4,2 K,  $\mu_0 H_{c2} \sim 10,65$  T, que é o valor esperado para a liga Nb47%Ti (MEINGAST, LARBALESTIER, 1989). Os valores obtidos dos parâmetros foram  $B_{c20} = 13,9$  T e  $T_c = 9,45$  K. As outras fases supercondutoras presentes, Nb puro e camada de difusão rica em Nb têm  $\mu_0 H_{c2} < 1$  T para  $T = 4,2$  K (COLLINGS, 1983), portanto estão na fase normal nas temperaturas e campos em que as medidas foram realizadas. O valor de  $T_c = 9,45$  K é aceitável já que para o fio do 1º embutimento passou por 2 tratamentos térmicos de 750°C/4h durante sua fabricação e alguma mistura de Nb-47%Ti com Nb é esperada. A diminuição da quantidade de Ti na liga para valores menores que 47%, aumenta o valor de  $T_c$  (Fig. 2.1). Portanto, neste estágio de fabricação o fio praticamente mantém as propriedades intrínsecas da matriz.

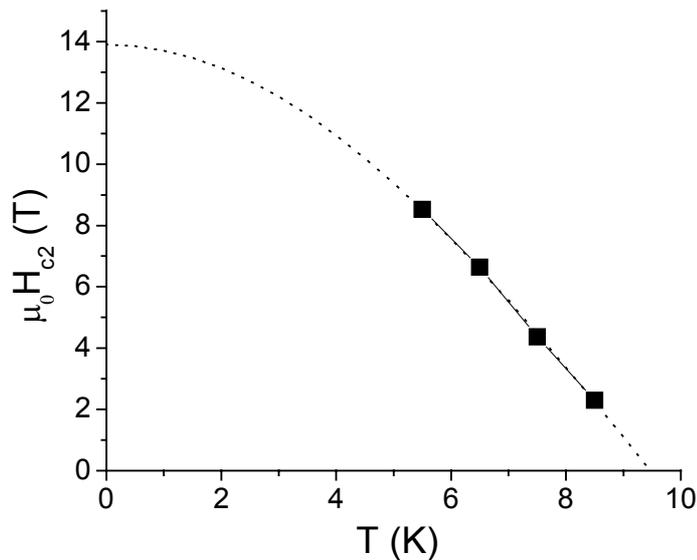


Fig. 4.16 –  $\mu_0 H_{c2}$  versus T para o 1º embutimento

#### 4.2.2 – Medidas de Magnetização DC e AC

As curvas de magnetização  $M$  em função do campo magnético aplicado foram obtidas para os fios do 3º embutimento, com diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm.

Nas Figuras 4.17 (a-b) estão apresentadas somente as curvas de magnetização para os fios de diâmetros 1,37 e 0,98 mm, respectivamente, sem tratamento térmico STT e tratados a 400°C/2h, 500°C/2h e 600°C/2h. A magnetização  $M$  é calculada dividindo-se o momento magnético pelo volume da fase supercondutora. A área transversal da fase supercondutora usada é a área dada pela Tabela 4.1. Os comprimentos das amostras de fios variaram entre 6,0 e 6,5 mm.

A razão entre área supercondutora e de cobre no fio do 3º. embutimento é pequena, isto é, este fio tem muito cobre e o volume supercondutor é baixo. À medida que o campo magnético aumenta o momento magnético diminui. Como o volume supercondutor é pequeno, quando o momento é da ordem de  $10^{-5}$  emu, os laços de histerese apresentados na Fig. 4.17 (a) e (b) se fecham em torno de 3 T o que não era esperado, pois este material tem valor de  $B_{c2}$  esperado maior que 10 T. Isso ocorre, porque entra-se na região de sensibilidade mínima do equipamento. Já o deslocamento maior da parte inferior do laço ( $M < 0$ ) em relação ao eixo  $M = 0$  comparada a parte superior do laço ( $M > 0$ ) é resultado da presença de cobre no material, que por ser diamagnético, tem um  $\chi_m < 0$ . A magnetização negativa do cobre se soma à do supercondutor.

Todas as curvas de magnetização estão muito próximas. No entanto, a curva sem tratamento do fio com temperatura de tratamento mais alta apresentou um  $\Delta M$  ligeiramente maior.

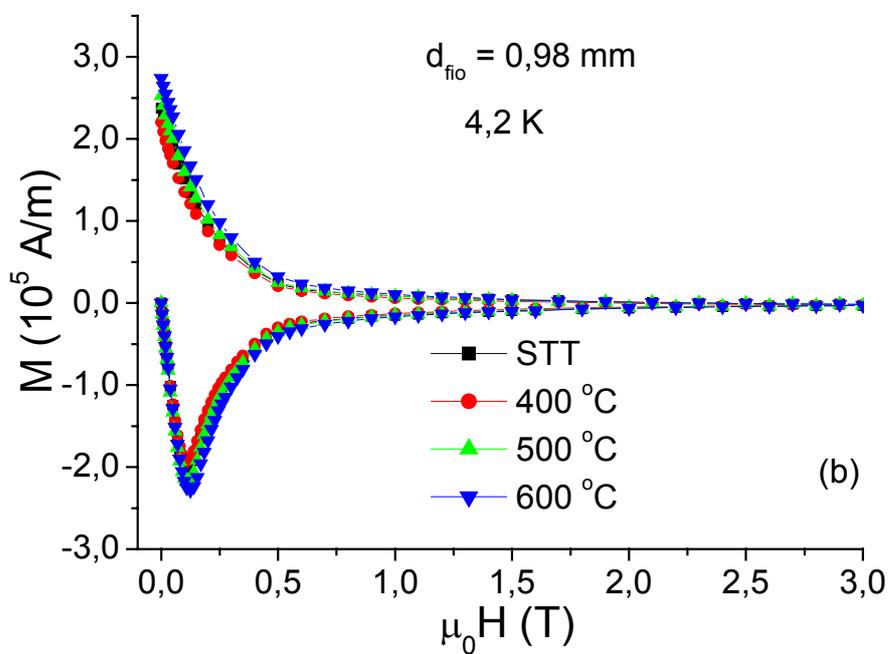
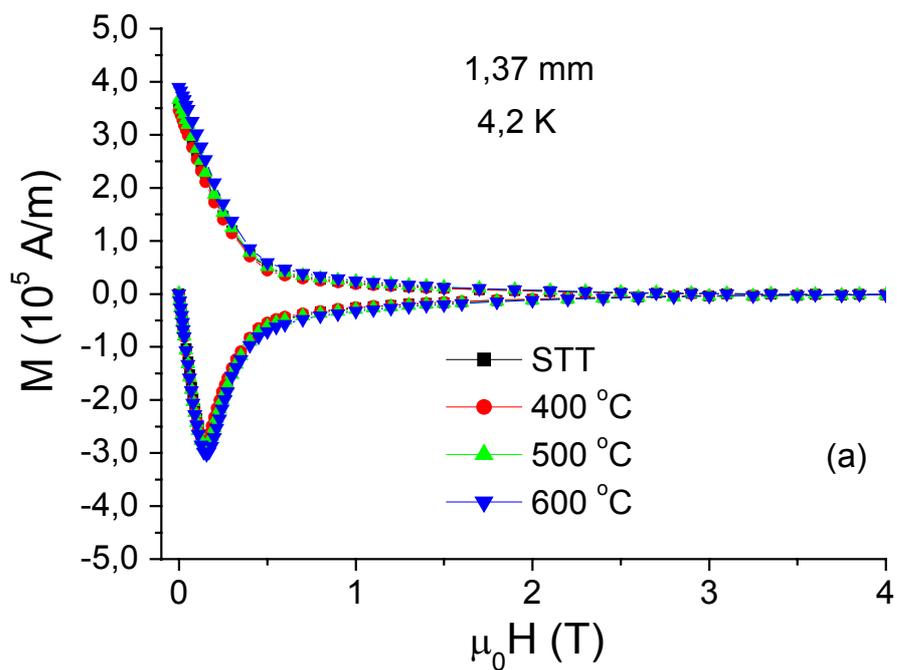


Fig 4.17 – Medidas de Magnetização DC em função do campo magnético aplicado para amostras dos fios de: (a) 1,37 mm e (b) 0,98 mm de diâmetro, do 3° embutimento.

As curvas de densidade de corrente crítica em função de campo magnético, obtidas a partir dos dados de magnetização,  $J_c^m$ , para os fios de 1,37 e 0,98 mm de diâmetro são mostradas na Fig. 4.18. Lembrando que este resultado seria o mesmo para todos os tratamentos térmicos realizados, já que as curvas de  $M$  vs  $H$  diferem muito pouco entre si. Para este caso em que o campo magnético é aplicado perpendicular ao eixo do fio, o valor de  $J_c$  foi estimado a partir das curvas de  $M \times H$  de acordo com a expressão do modelo e Bean (EVETTS, 1992):

$$J_c = \frac{3\pi\Delta M}{4d_f} \quad (4.7)$$

Mais a frente estes resultado serão comparados com os resultado de  $J_c$  obtido por medidas de transporte.

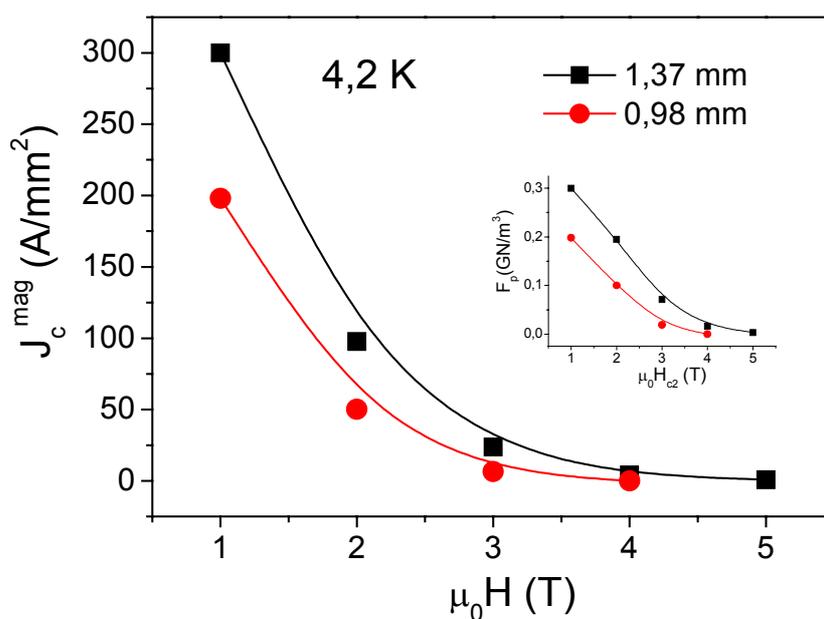


Fig. 4.18 - Densidade de corrente crítica de magnetização  $J_c^m$  vs campo aplicado, para os fios de 1,37 e 0,98 mm de diâmetro (válido para qualquer condição de tratamento térmico).

Nas Figuras 4.19 a 4.22 são apresentados os gráficos de susceptibilidade AC ( $\chi_{AC}$ ) para a obtenção da temperatura crítica, para os fios do 3º embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm.

Na Tabela 4.2 são apresentados os valores de  $T_c$  e  $\Delta T_c$  (largura da transição) para estes fios, sendo que estes valores foram extraídos das curvas de susceptibilidade AC conforme foi discutido no item 3.9 da seção de Materiais e Métodos. No *inset* dos gráficos está a curva da derivada  $d\chi_{AC}/dT$  vs T.

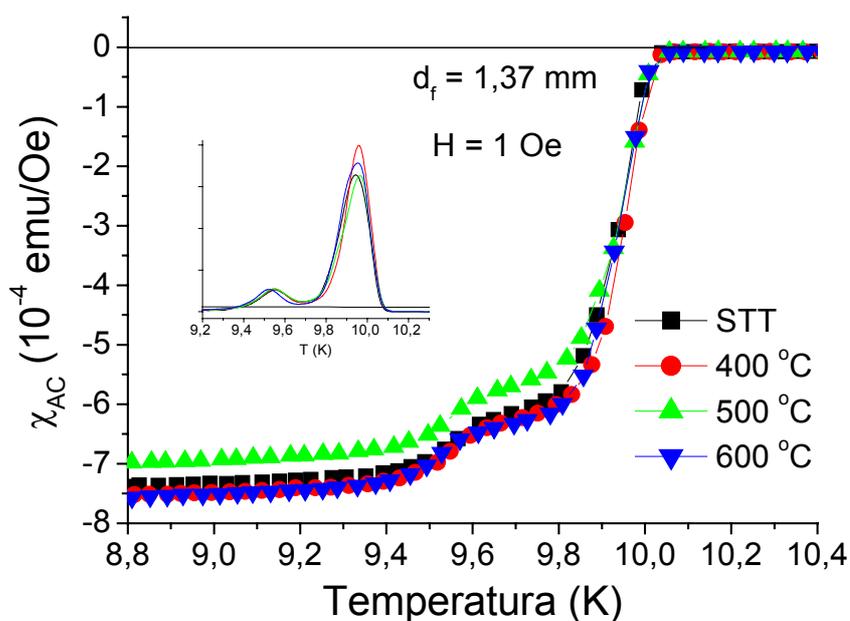


Fig 4.19 – Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 1,37 mm de diâmetro.

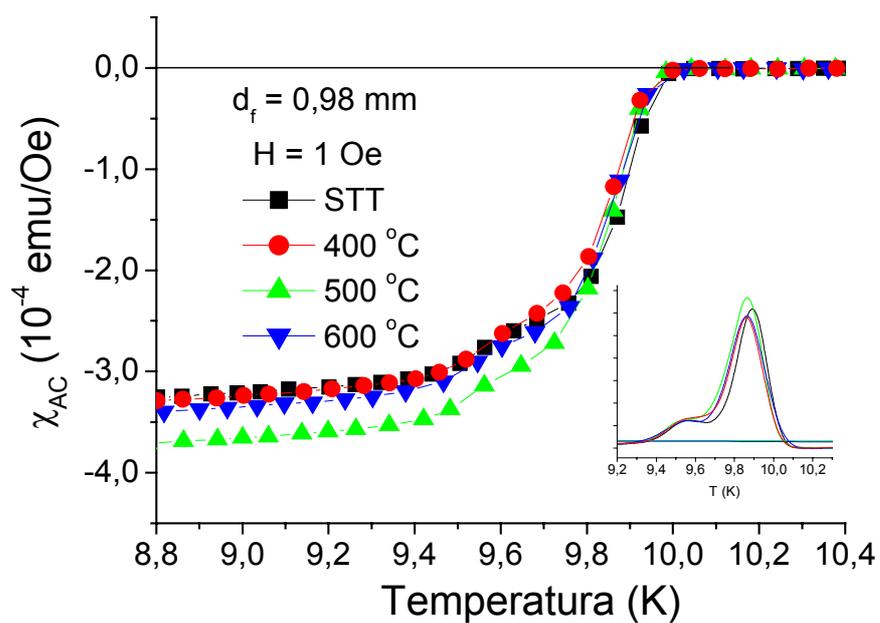


Fig 4.20 – Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,98 mm de diâmetro.

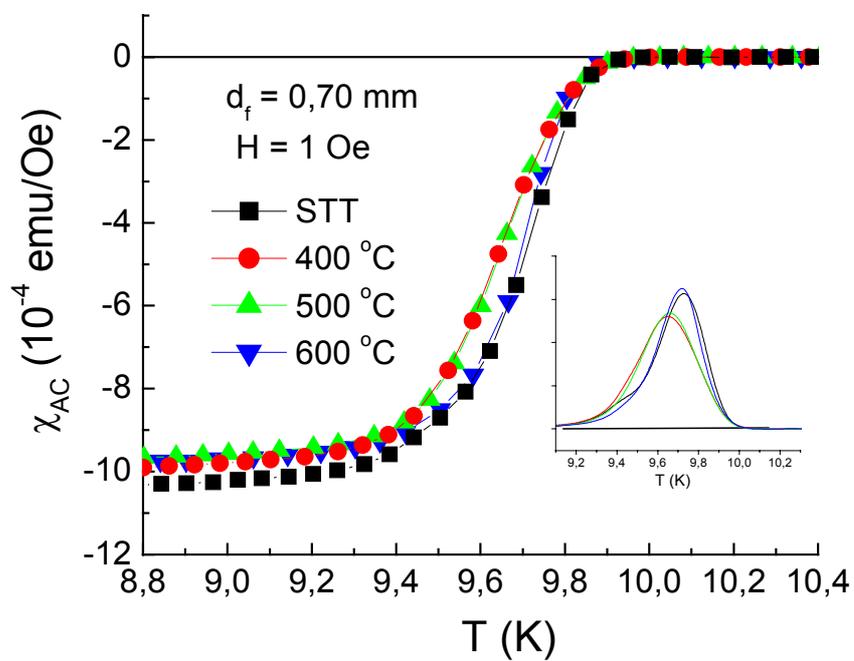


Fig 4.21 – Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,70 mm de diâmetro.

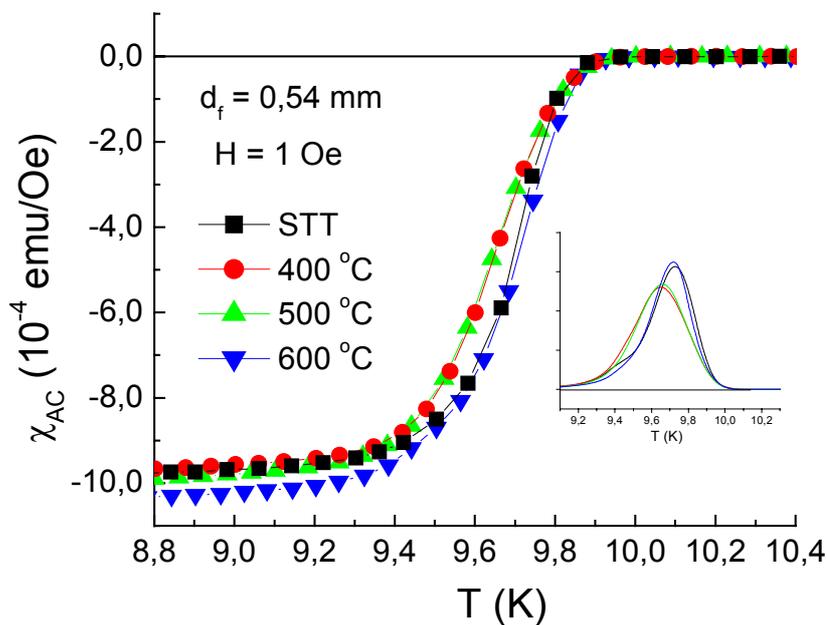


Fig 4.22 – Susceptibilidade magnética AC em função da temperatura para o fio de 0,54 mm de diâmetro.

Tabela 4.2 – Temperatura crítica dos fios do 3º embutimento obtidas por medida de susceptibilidade AC. As amostras foram tratadas termicamente no diâmetro de 2 mm nas temperaturas indicadas por 2 h; SST refere-se às amostras sem tratamento térmico.

CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO								
Diâmetro do fio	SST		400°C		500°C		600°C	
	T <sub>c</sub>	ΔT <sub>c</sub>						
1,37	9,57 e 9,94	0,59	9,55 e 9,95	0,60	9,52 e 9,97	0,65	9,53 e 9,97	0,6
0,98	9,56 e 9,87	0,62	9,52 e 9,86	0,54	9,48 e 9,86	0,57	9,54 e 9,88	0,53
0,70	9,80	0,6	9,74	0,6	9,78	0,65	9,77	0,63
0,54	9,74	0,78	9,64	0,78	9,66	0,76	9,74	0,74

Através das Figuras 4.19 a 4.22 e da Tabela 4.2, percebemos a existência de transição supercondutora dupla para os fios de diâmetros 1,37 mm e 0,98 mm e apenas uma única transição para os fios 0,70 mm e 0,54 mm de diâmetro. Como já comentado anteriormente, os processos de difusão ocorridos durante a obtenção destes fios resultam na variação da composição de Nb e Ti ao redor dos centros de aprisionamento artificiais. As transições duplas podem ser explicadas pela presença de fases de composição diferente. No caso de fios de diâmetros maiores, estas regiões de composições diferentes ao atingirem seu respectivo valor de  $T_c$  transitam para o estado normal e diferentes transições aparecem na curva de  $\chi_{AC}$  vs.  $T$ . À medida que o diâmetro do fio é reduzido as regiões de composição diferentes também têm suas dimensões reduzidas e quando estas dimensões atingem valores próximos aos dos comprimentos de coerência normal ( $\xi_N$ ) destas fases, estas se acoplam por efeito de proximidade e, conseqüentemente, a transição acontece como se fosse uma única fase (transição única). No entanto, observa-se que a largura da transição para os fios de menor diâmetro são ligeiramente maiores que para os fios de diâmetro maior, conservando assim a informação da existência de uma região de composição variável. Na presença de campo magnético pode haver desacoplamento de fases que por possuírem baixo valor de  $B_{c2}$  passam para o estado normal, mesmo abaixo de  $T_c$ .

Da Tabela 4.2 observa-se também que, à medida que o diâmetro do fio diminui, o valor de  $T_c$  também diminui. Isto ocorre para os fios de diâmetro 0,70 e 0,54 mm e também para as duplas transições dos fios de 1,37 e 0,98 mm. Esta tendência também estaria associada ao acoplamento entre as fases que tenderiam a limitar-se às temperaturas críticas neste caso têm valores intermediários aos valores observados nos fios que apresentam transição dupla.

### 4.2.3 Medidas de campo crítico por transporte

As medidas de campo crítico  $B_{c2} = \mu_0 H_{c2}$  foram feitas em amostras dos fios do 3º embutimento, assim como foi feito no caso do fio obtido do primeiro embutimento (Fig. 4.15). As amostras foram caracterizadas para os fios de diâmetros 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm, nas condições: STT e tratados termicamente em temperaturas de 400°C, 500°C e 600°C. As respectivas curvas de campo elétrico em função de campo são mostradas nas Figuras 4.23 a 4.26. Estas medidas foram realizadas a 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para campos aplicados até 9 T e foram usadas correntes de teste de 200 mA para os fios de diâmetro 1,37 e 0,98 mm, 100 mA para 0,70 mm e 60 mA para 0,54 mm. As respectivas densidades de corrente são: 1,25 A/mm<sup>2</sup> (1,37), 2,44 A/mm<sup>2</sup> (0,98), 2,40 A/mm<sup>2</sup> (0,70) e 2,08 A/mm<sup>2</sup> (0,54).

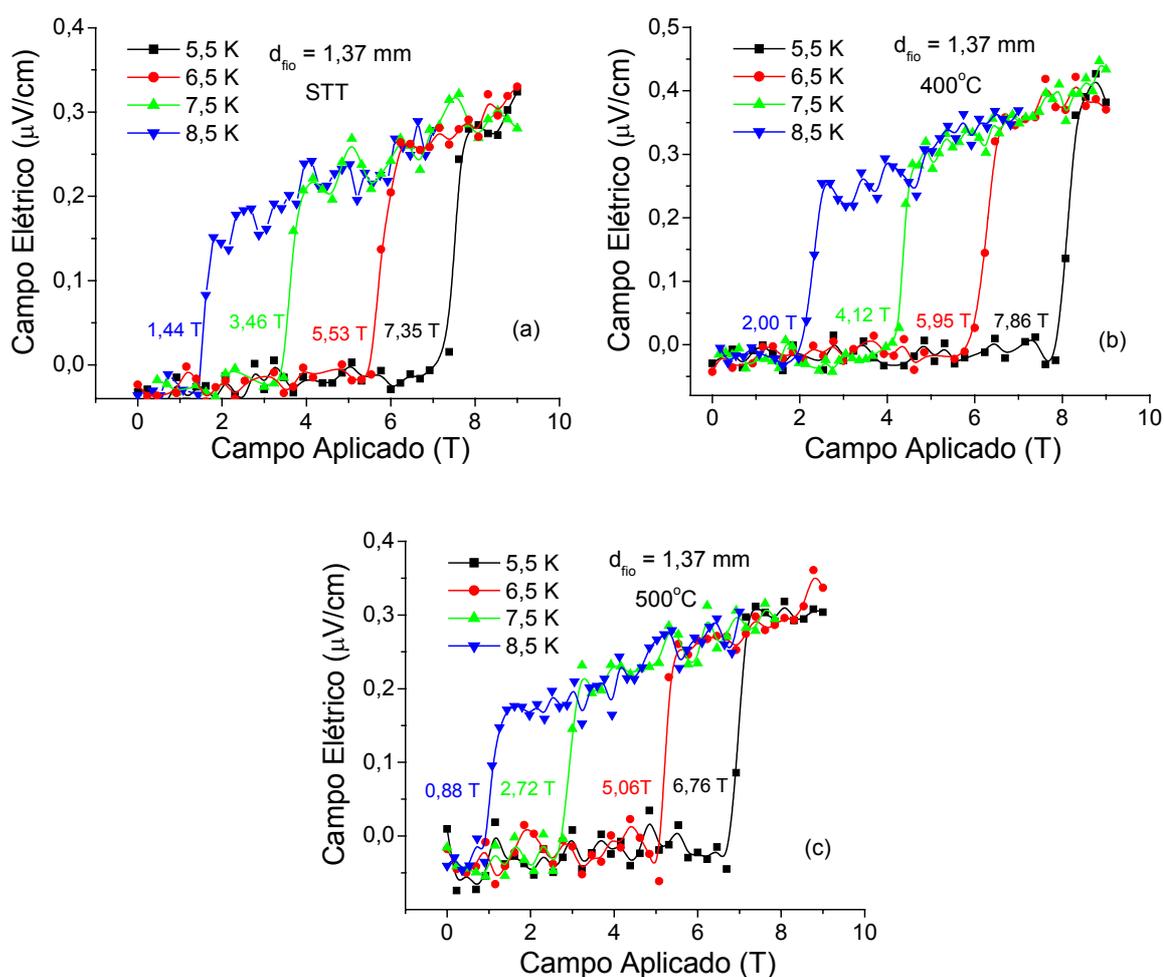


Fig. 4.23 – Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 1,37 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C e (c) TT a 500°C.

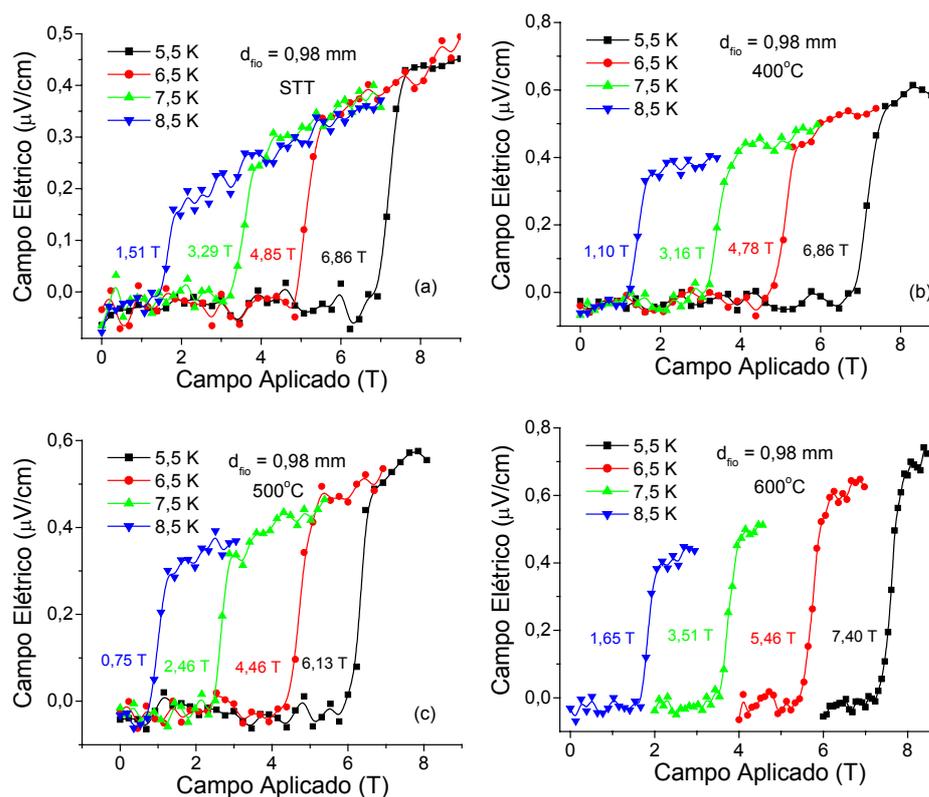


Fig. 4.24 – Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 1,37 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C, (c) TT a 500°C e (d) TT a 600°C.

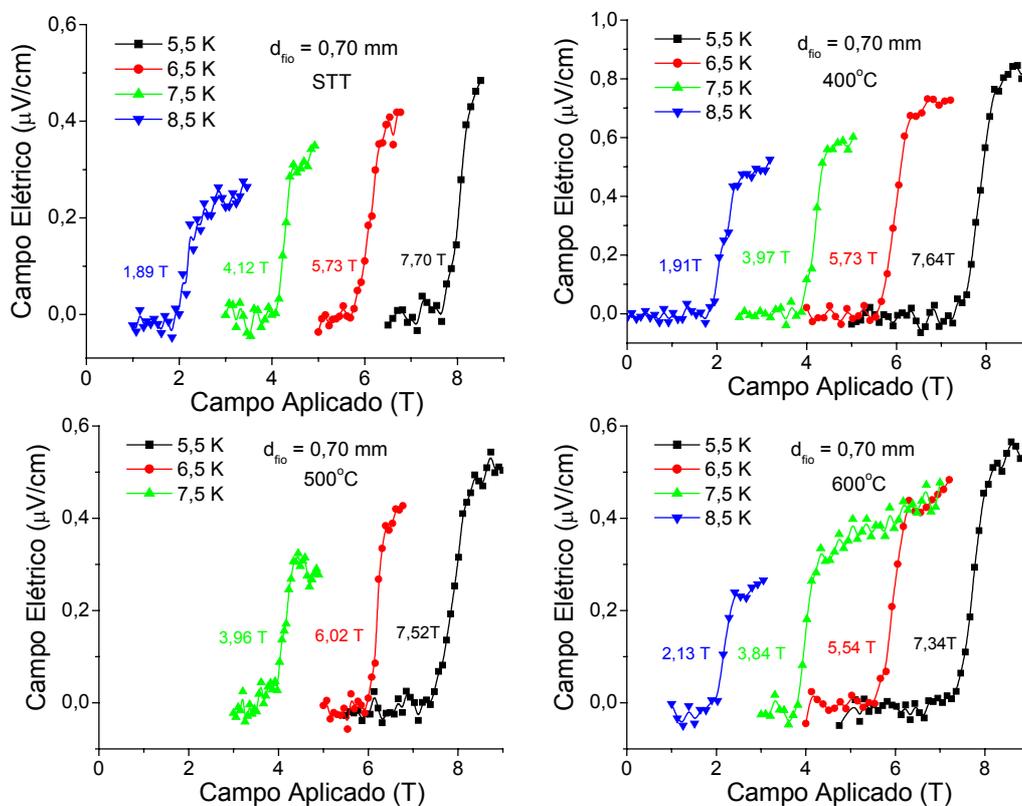


Fig. 4.25 – Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 0,70 mm de diâmetro nas condições: (a) STT, (b) TT a 400°C, (c) TT a 500°C e (d) TT a 600°C.

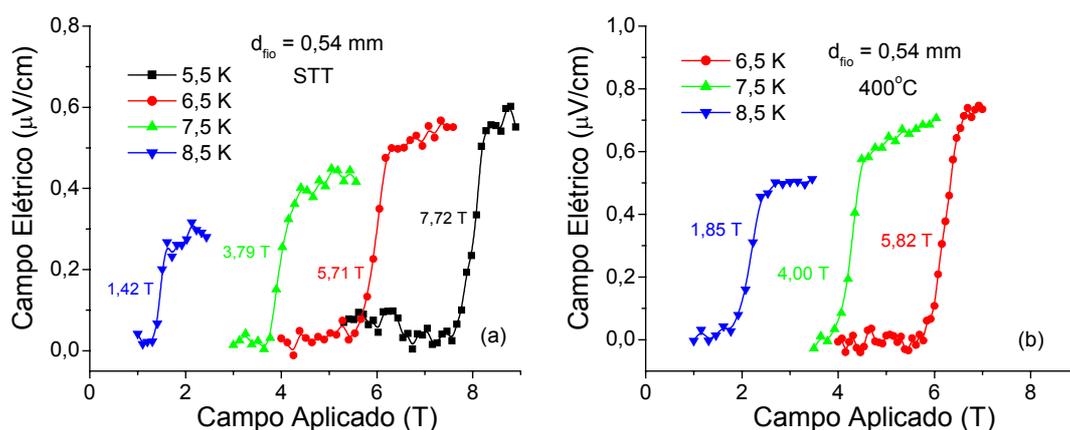


Fig. 4.26 – Determinação de  $H_{c2}$ : campo elétrico em função do campo aplicado para temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, para o fio de 0,54 mm de diâmetro nas condições: (a) STT e (b) TT a 400°C.

Através da equação (4.1) foi feito o ajuste matemático dos dados obtidos para as temperaturas de 5,5 a 8,5 K, para cada amostra de fio. Na Tabela 4.3 estão mostrados os resultados obtidos de  $B_{c2}$  para a temperatura de 4,2 K usando o ajuste matemático citado. As curvas dos ajustes obtidos para cada amostra de fio estão na Fig. 4.27 (a-d). Cabe lembrar que os valores de  $\mu_0 H_{c2}$  para as temperaturas de 5,5, 6,5, 7,5 e 8,5 K, foram extraídos das curvas das Figuras 4.23 a 4.26, através da intersecção da linha correspondente a  $E = 0$  com a tangente da parte da curva que corresponde à transição para o estado normal ( $E$  cresce exponencialmente).

Tabela 4.3 – Campo crítico  $H_{c2}$  em 4,2K de amostras dos fios do 3º embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm para as condições: STT (sem tratamento térmico) e tratadas a 400°C, 500 °C e 600 °C.

$d_f$ (mm)	$\mu_0 H_{c2}$ a 4,2 K em Tesla			
	STT	400°C	500°C	600°C
<b>1,37</b>	9,38	9,82	8,88	--
<b>0,98</b>	8,52	8,67	8,02	9,80
<b>0,70</b>	9,61	9,54	9,49	9,20
<b>0,54</b>	9,87	9,60	--	--

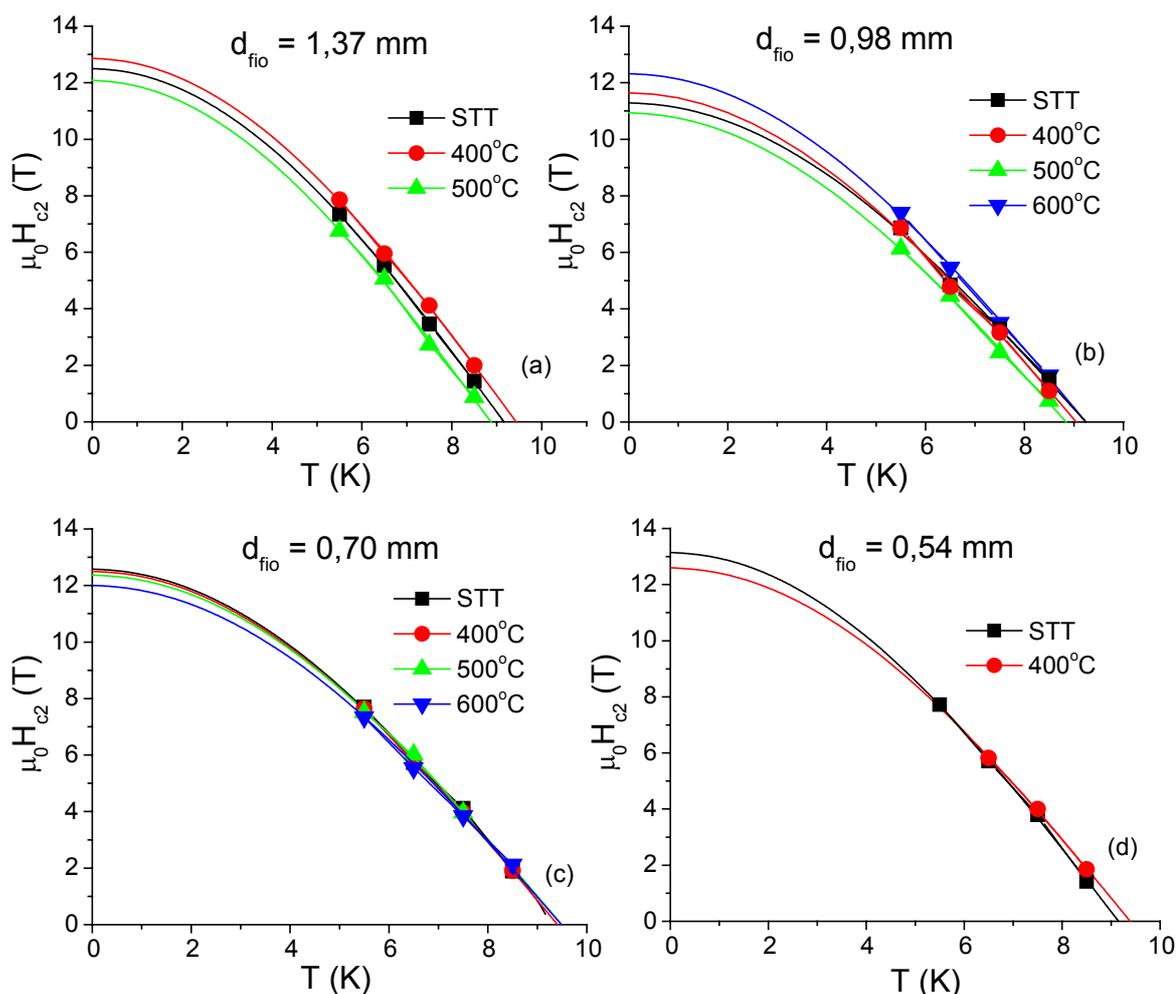


Fig. 4.27  $-H_{c2}$  vs  $T$  para amostras dos fios de diâmetros: (a) 1,37 mm, (b) 0,98 mm, (c) 0,70 mm e (d) 0,54 mm para diferentes condições de tratamento térmico.

#### 4.2.4. Resultados de Densidade de Corrente Crítica por transporte até 9T

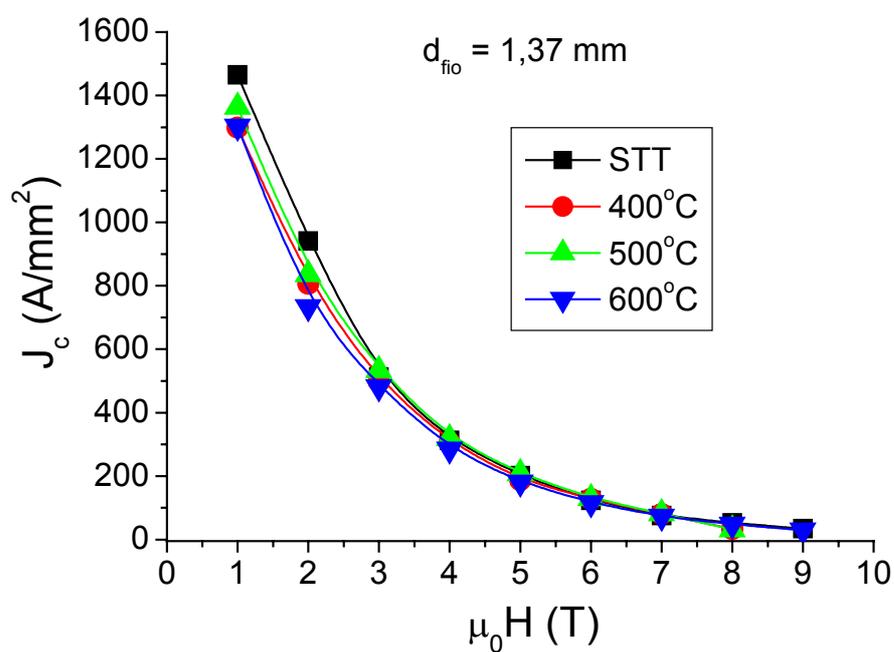
A densidade de corrente crítica corresponde ao valor de  $I_c$  dividido pela área supercondutora da amostra. O valor das áreas supercondutoras para cada um dos fios do 3º embutimento usada no cálculo de  $J_c$  está mostrado na Tabela 4.1.

As Figuras 4.28 a 4.31, mostram as curvas de  $J_c$  versus o campo magnético aplicado perpendicularmente para os fios de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm de diâmetro, respectivamente. Em cada Figura, são apresentados os resultados das medidas nos fios sem tratamento térmico

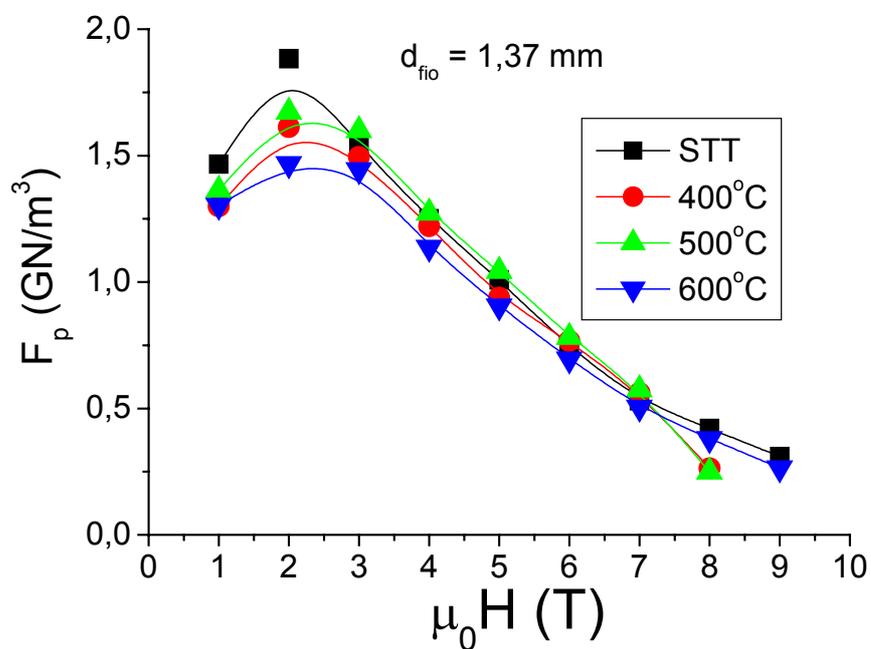
(STT) e tratados a 400°C/2h, 500°C/2h e 600°C/2h. Estes tratamentos foram aplicados quando o fio estava com 2,0 mm de diâmetro.

Das Figuras 4.28 a 4.31 (a) observa-se que os maiores valores de  $J_c$  para cada fio ocorreram para os fios STT e tratados a 600°C, com exceção do fio de diâmetro 1,37 mm, porém neste os valores de  $J_c$  para todas as condições de tratamento são muito próximos. Os valores de  $J_c$  para os fios tratados em 400°C e 500°C são similares e sempre inferiores. Em princípio poderíamos pensar que as velocidades de difusão são similares para estas duas temperaturas, enquanto que para a temperatura de 600°C alguma mudança efetiva da microestrutura deve ter ocorrido, como por exemplo, uma maior dissolução de parte das grandes fases de Ti puro formadas durante o processo de fabricação do fio (Figuras 4.8 e 4.11).

No que diz respeito às magnitudes obtidas das densidades de corrente crítica, vamos inicialmente comparar nossos resultados com trabalhos similares realizados anteriormente na EEL, usando a mesma metodologia de fabricação, ou seja, por deformação a frio, forjamento rotativo seguido de trefilação e com tratamentos térmicos intermediários (TIRELLI, 2002) (FUKUOKA, 1997). Em Fukuoka (1997) foi produzido um fio de Nb-Ti, usando o mesmo material da matriz usada nesse trabalho, Nb-Ti com APCs de Nb puro com frações volumétricas da fase de Nb de 20% e 30%, sendo que no presente caso a fração volumétrica usada foi de 24% de APC ( $\alpha$ -Ti simulado). Para o fio com 20% de Nb APC (FUKUOKA, 1997) foram obtidos os melhores valores  $J_c$  de 600 A/mm<sup>2</sup> a 2 T e 100 A/mm<sup>2</sup> a 5T. Já para o fio com 30% de Nb APC foram obtidas  $J_c$  de 2250 A/mm<sup>2</sup> a 2 T e 250 A/mm<sup>2</sup> a 5T. No trabalho de dissertação de mestrado de Tirelli (2002) foi produzido um fio de Nb-Ti, também usando a mesma matriz de Nb-Ti, mas neste caso com APCs de Cu puro (30% de Cu APC em volume) e neste caso foram obtidas  $J_c$  de ~ 500 A/mm<sup>2</sup> a 2 T e 124 A/mm<sup>2</sup> a 5T.

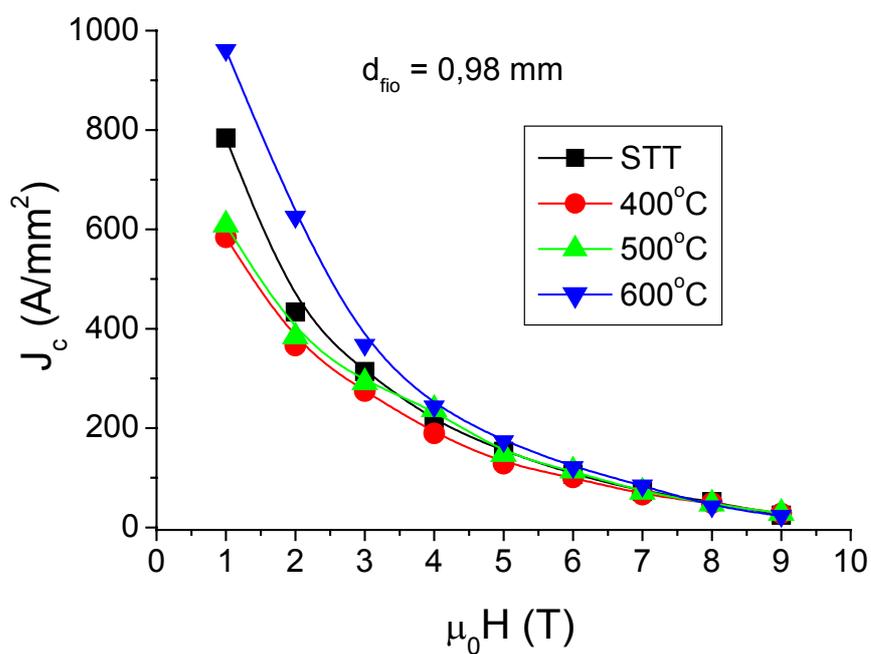


(a)

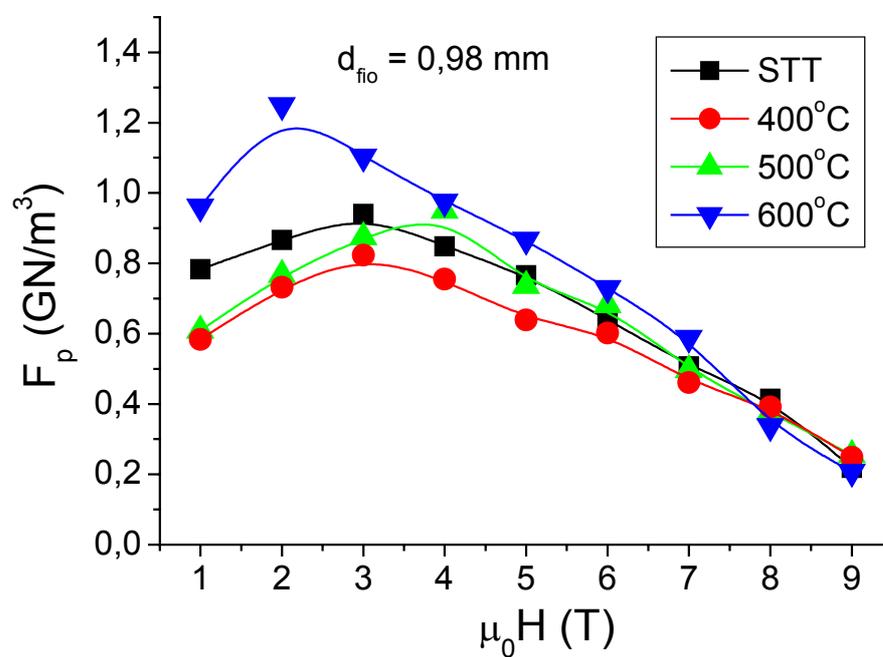


(b)

Fig. 4.28 – Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3º embutimento com 1,37 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K.

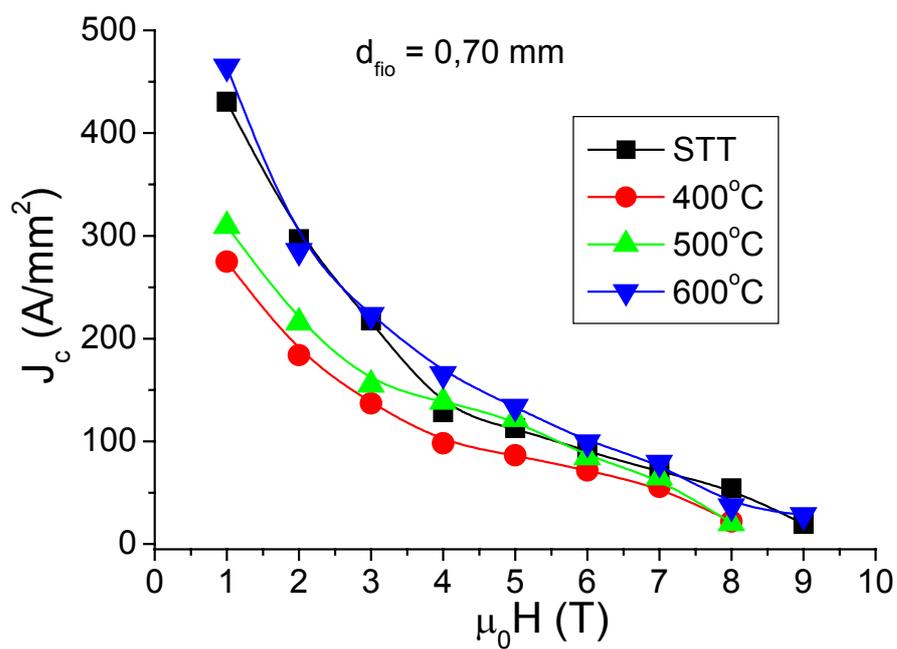


(a)

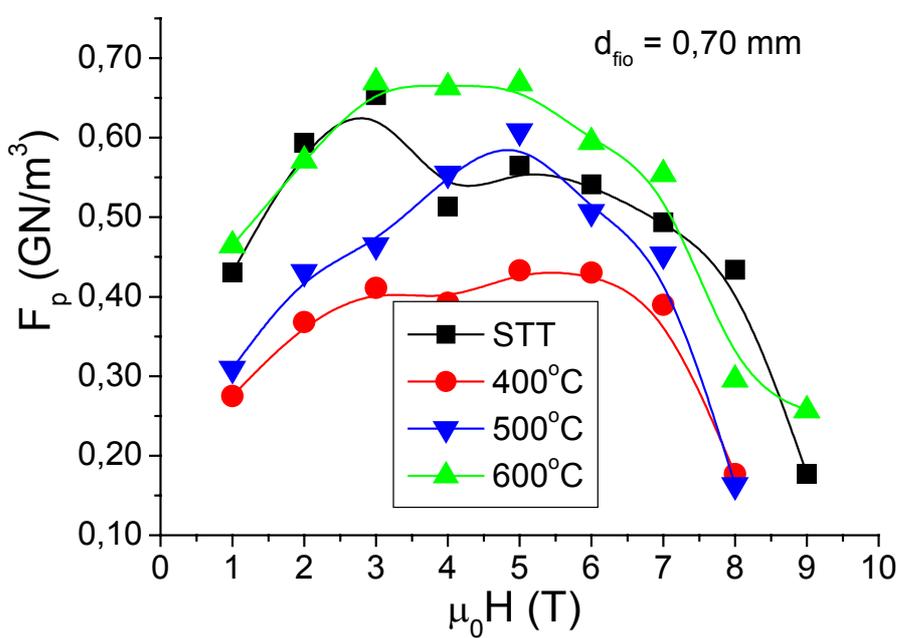


(b)

Fig. 4.29 – Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 0,98 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K.

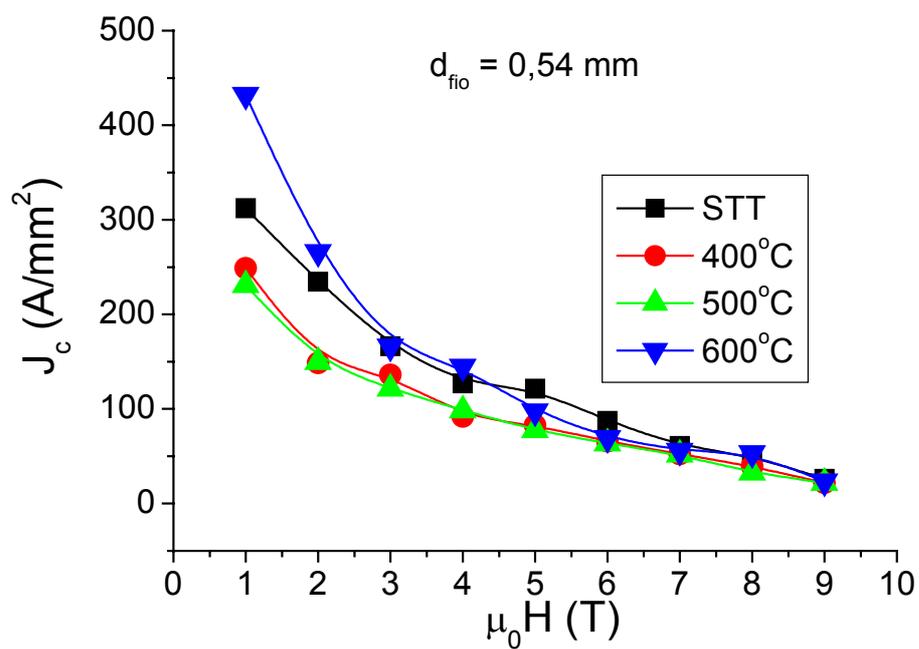


(a)

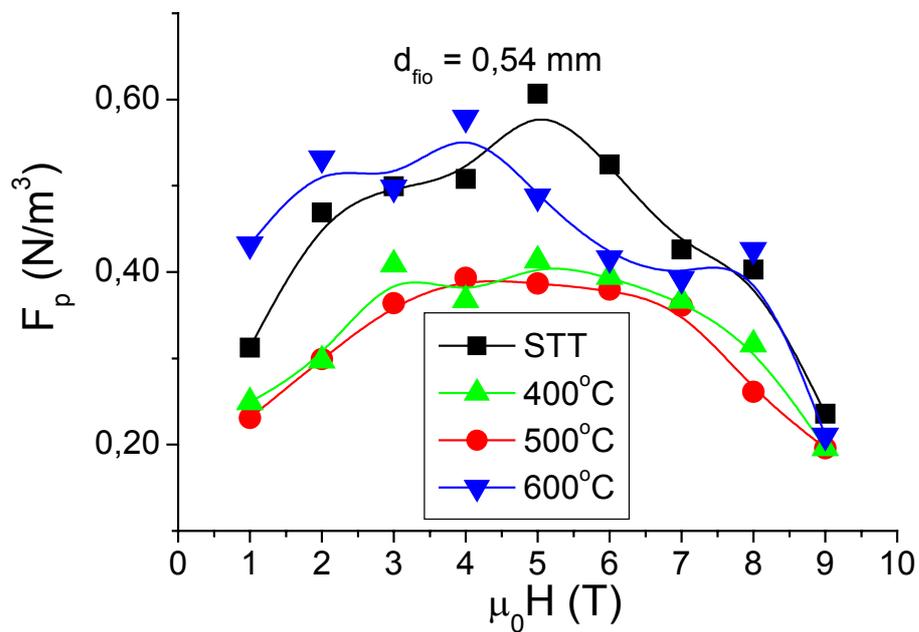


(b)

Fig. 4.30 – Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3º embutimento com 0,70 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K.



(a)



(b)

Fig. 4.31 – Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios do 3° embutimento com 0,54 mm de diâmetro para  $T = 4,2$  K.

No presente trabalho tomando-se os melhores valores de  $J_c$  obtidos, que ocorreram para o fio de 1,37 mm de diâmetro (STT), obteve-se  $J_c$  de 940 A/mm<sup>2</sup> a 2 T e 200 A/mm<sup>2</sup> a 5T. Estes valores são melhores que os obtidos para o fio de Fukuoka (1997) com 20% em volume de Nb APC e são inferiores em 2 T àqueles com 30% de Nb APC, porém são apenas 20% menores em 5 T.

Em magnitude, se compararmos com fios comerciais de Nb-Ti com centros de aprisionamento convencionais de Ti- $\alpha$ , os valores obtidos no presente trabalho são baixos. Por exemplo, os melhores valores reportados na literatura até hoje para um campo de 5 T estão em torno de 4000 A/mm<sup>2</sup> (CHERNYI, 2002). Uma explicação para os baixos valores de  $J_c$  obtidos se compararmos nossos resultados com aqueles dos fios convencionais são as limitações extrínsecas de nosso fio. Uma destas limitações está no fato de que algumas fases de Ti não se deformaram igualmente quanto às demais, permanecendo com tamanhos na escala micrométrica, não contribuindo assim para o aprisionamento e diminuindo assim a área supercondutora. Essas fases não foram descontadas no cálculo da área supercondutora, o que acarreta também um valor subestimado de  $J_c$ . Estas fases de Ti puro que são mais duras também provocam o ensalsichamento do fio e neste caso a corrente crítica é determinada pelas regiões do fio que têm diâmetro menor, portanto terão menor  $I_c$ , contribuindo assim para a diminuição de  $J_c$ . Ambos os fatores tenderiam a agravar a degradação extrínseca de  $J_c$  à medida que o diâmetro do fio diminui, pois a contribuição das áreas das fases de Ti puro em relação à área total é maior e conseqüentemente o ensalsichamento do fio também. De fato, os fios de diâmetro menor têm valores de  $J_c$  menores.

Para as curvas de  $F_p$  mostradas nas Figuras 4.28 a 4.31 (b), apenas para o fio com diâmetro de 1,37 mm, há uma lógica de evolução do máximo destas curvas, ou seja, com o aumento da temperatura de tratamento térmico os máximos das curvas de  $F_p$  se deslocam para

campos mais altos,  $\mu_0 H = 2,05$  T para o fio STT, 2,35 T para os fios tratados em 400°C e 500°C e em 2,43 T para o fio tratado em 600°C. Neste caso, os tratamentos térmicos estariam atuando no sentido de diminuir o tamanho do centro de aprisionamento e a evolução das curvas de  $F_p$  é consistente com o obtido para o Nb-Ti convencional, quando o tamanho dos precipitados de Ti- $\alpha$  é diminuído (Fig. 2.7). O problema da diminuição do valor de  $F_p$  para este fio pode estar relacionado à homogeneização dos centros de aprisionamento com a matriz, diminuindo as diferenças entre as propriedades da matriz e do centro de aprisionamento ( $\Delta\kappa$ ).

Heussner et al (1995), observou o mesmo comportamento em fios de Nb-Ti com APCs de Nb (Fig. 4.32) e atribuiu o decréscimo de  $F_p$  à degradação de  $B_{c2}$  de 10,5 T para 9,5 T, por efeito de proximidade, com a diminuição do tamanho do centro de aprisionamento. No entanto, da Tab. 4.3, nota-se que os fios do presente estudo já possuem  $B_{c2}$  reduzido em relação ao  $B_{c2}$  inicial medido no fio do 1º. embutimento (Fig. 4.13) que foi de 10,65 T. Por esta Tabela não é possível afirmar nada com relação ao efeito dos tratamentos térmicos em  $B_{c2}$ , devido à dispersão dos resultados. Somente no caso do fio de diâmetro 0,98 mm, os resultados de  $J_c$  e  $B_{c2}$  são coerentes, pois para este fio tratado na temperatura de 600°C o maior valor de  $B_{c2} = 9,8$  T foi obtido e o maior valor de  $J_c$ , pois  $J_c$  depende diretamente de  $B_{c2}$ , como pode ser visto nas expressões de Dew-Hughes (1974), apresentadas na Tabela 2.1. Para este mesmo fio nas outras condições de tratamento térmico  $J_c$  é menor, assim como os valores de  $B_{c2}$  ( $< 9$  T) correspondentes.

Para os outros fios de diâmetros menores seria esperado o mesmo, porém das Figuras 4.28 a 4.31 (b) observa-se que o fio tratado em 600°C possui  $F_p$  muito próxima daquela do fio STT. Devido à degradação sofrida pelos fios com o processo de deformação, os fios com diâmetros menores que 1,37 mm, que sofreram ensalsichamento, podem ter tido as amostras

de fios retiradas de regiões com diferentes qualidades extrínsecas, o que afeta diretamente  $J_c$  e  $F_p$  e não sendo possível estabelecer nestes casos uma tendência de comportamento para as curvas de  $F_p$  neste caso.

Na Fig. 4.33 (a-d) são mostrados os gráficos de  $J_c$  e  $F_p$  com os mesmos dados apresentados nas Figuras 4.28 a 4.31, porém neste caso fixamos a condição de tratamento térmico da amostra do fio e observamos a variação de  $J_c$  e  $F_p$  com a variação do diâmetro do fio. Desta Figura 4.33, fica claro que para todas as condições de tratamento térmico, tanto quanto o diâmetro do fio diminui a densidade de corrente crítica  $J_c$  e conseqüentemente  $F_p$ , também diminui. Porém, na Tabela 4.3, pode ser visto que o valor de  $B_{c2}$  melhora para os fios de diâmetros menores (0,70 e 0,54 mm). Desta forma, a atribuição deste comportamento ao efeito de proximidade não é adequada, pois seria esperada a diminuição de  $B_{c2}$  com o decréscimo do tamanho da microestrutura (HEUSSNER et al, 1995).

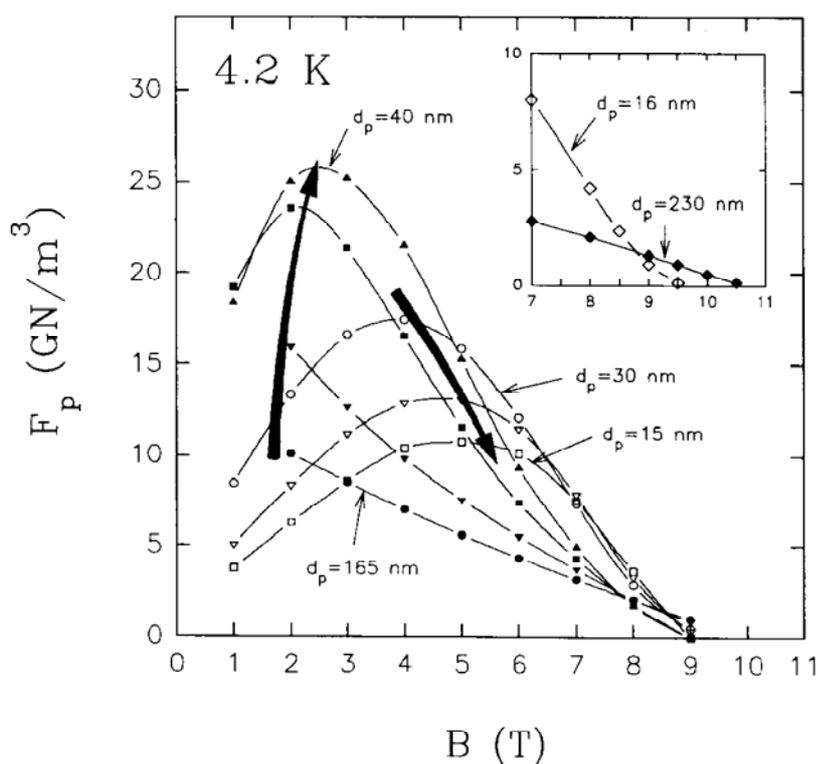


Fig. 4.32 –  $F_p$  vs  $B$  para fios de Nb-Ti com APC de Nb (HEUSSNER, 1995). Observe que o máximo de  $F_p$  se move para campos mais altos à medida que o tamanho do APC diminui.

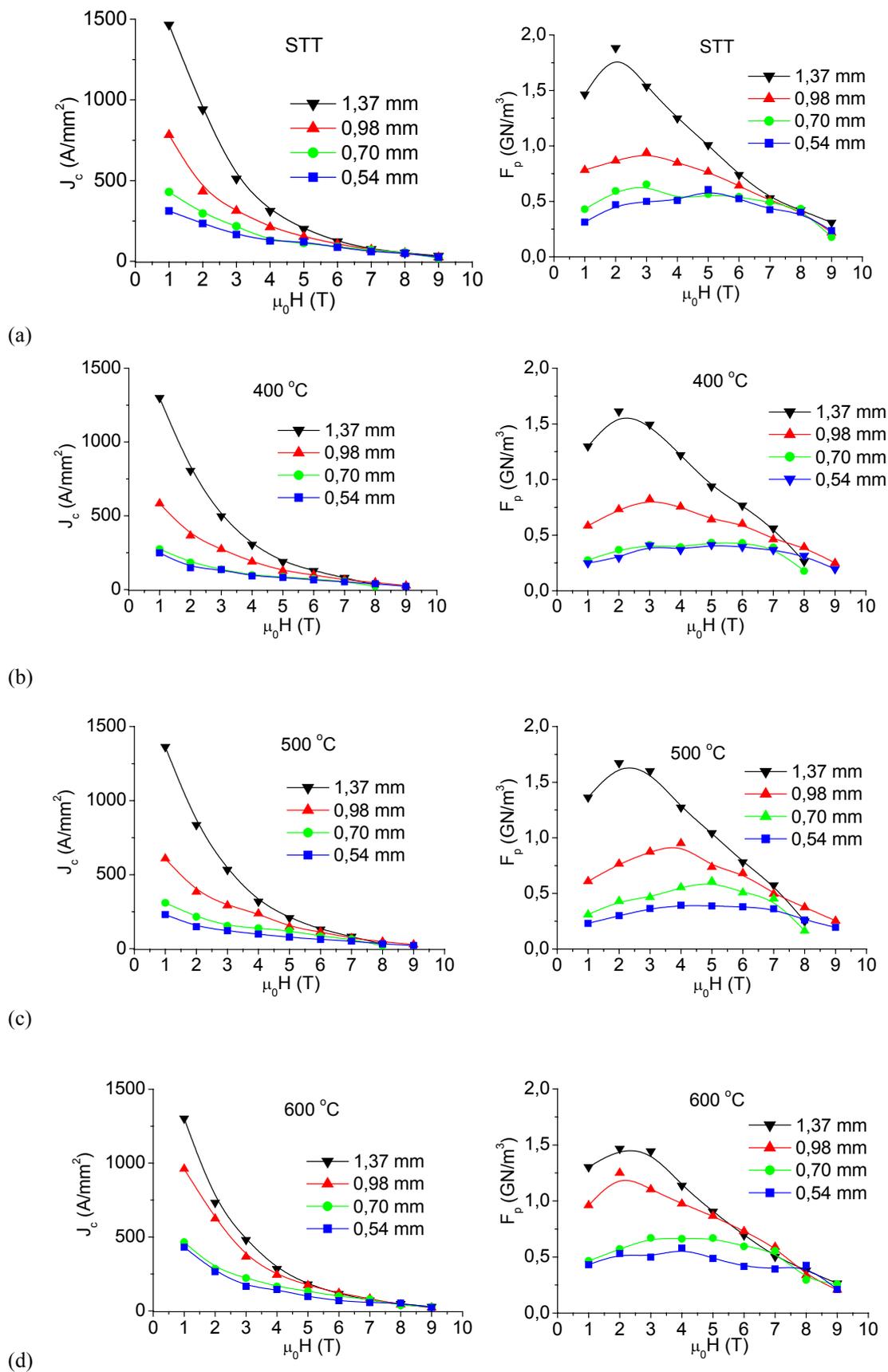


Fig. 4.33 – Curvas de  $J_c$  e  $F_p$  versus campo magnético aplicado (4,2 K) dos fios do 3º embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm: (a) Sem tratamento térmico; tratados a (b) 400 °C, (c) 500 °C e (d) 600 °C.

Já o valor máximo de  $F_p$  cresce de  $\mu_0 H \approx 2 - 2,5$  T para todas as condições de tratamento térmico para  $\mu_0 H \approx 3-5$  T se o diâmetro do fio decresce. Novamente, este é o mesmo comportamento observado no fio de Nb-Ti convencional quando o precipitado de Ti- $\alpha$  tem seu tamanho reduzido pela diminuição do diâmetro do fio. Ou seja, o tamanho dos APCs e a separação entre eles estão diminuindo.

Podemos agora comparar os resultados obtidos de densidades de corrente crítica por medida de magnetização  $J_c^m$  da Fig. 4.18 com os dados obtidos por medidas de transporte da Figura 4.33. Observa-se que os comportamentos das curvas de  $J_c$  obtidos por magnetização e transporte são similares no sentido de que  $J_c^m(1,37\text{mm}) > J_c^m(0,98\text{mm})$ , o que ocorre para todas as condições de tratamento térmico. No entanto se observarmos a magnitude de  $J_c$  vemos que  $J_c(\text{transporte}) \approx 5 J_c^m$  em 1 T e da ordem de 200 vezes maior para 5 T para o fio de diâmetro de 1,37 mm. Uma razão para a obtenção deste resultado é que as amostras de fios medidos por magnetização possuem razão de aspecto  $< 400$ . Nesse caso, para fios curtos, a magnetização de saturação não foi atingida (BORMIO-NUNES et al, 1996), como já foi discutido na seção 2.1.2, portanto não corresponde ao valor medido por transporte e desta forma não é possível comparar os valores com os valores de  $J_c$  por transporte. Além disto, há também o problema, já comentado na seção 4.2.3, da sensibilidade do equipamento.

#### **4.2.5 Medidas de corrente crítica por transporte até 12 T**

Com os resultados da seção anterior foi observado que a densidade de corrente crítica para o fio STT no diâmetro de 1,37 mm é maior, seja comparada com a dos fios de diâmetro menor, seja comparada com a dos fios em condições de tratamento térmico diferentes. Com isto, para as medidas em campos até 12 T selecionamos este fio de diâmetro 1,37 mm, STT, e também fios na mesma condição STT, porém com diâmetros maiores que 1,37 mm. Neste

caso, esperaríamos que os fios de diâmetro maiores que 1,37 mm tivessem densidade de corrente maior, por serem menos deformados. Por conseguinte, estes fios deveriam também ter menor degradação das propriedades devido a fatores extrínsecos como o ensalsichamento do fio e a contribuição menos pronunciada das partículas de Ti puro para a degradação de  $J_c$  devido a redução da área supercondutora.

A Fig. 4.34 mostra as curvas de densidade de corrente crítica  $J_c$  (a) e densidade de força de aprisionamento  $F_p$  (b) em função do campo aplicado para os fios do 3º embutimento STT de diâmetros 1,37, 1,76 e 2,0 mm em 4,2 K.

O primeiro fato que pode ser observado se compararmos a Fig. 4.34 com a Fig. 4.28 (a) é que os resultados obtidos para a amostra 1,37 mm diferem um pouco. Por exemplo, para as medidas feitas até 9 T,  $J_c(2T) = 940 \text{ A/mm}^2$  e  $J_c(5T) = 200 \text{ A/mm}^2$ , enquanto que nas medidas até 12 T resultaram em  $J_c(2T) = 1250 \text{ A/mm}^2$  e  $J_c(5T) = 180 \text{ A/mm}^2$ . Estas pequenas diferenças podem ser atribuídas aos diferentes suportes de amostra utilizados, assim com as amostras propriamente ditas, que foram retiradas de regiões diferentes ao longo do comprimento do fio.

Comparando-se agora os resultados das amostras da Fig. 4.34 para os diferentes diâmetros do fio observa-se que não houve variação significativa em  $J_c$ , sendo que os valores de  $J_c$  para os fios com diâmetros maiores que 1,37 mm são ligeiramente menores que  $J_c$  para este fio com este diâmetro.

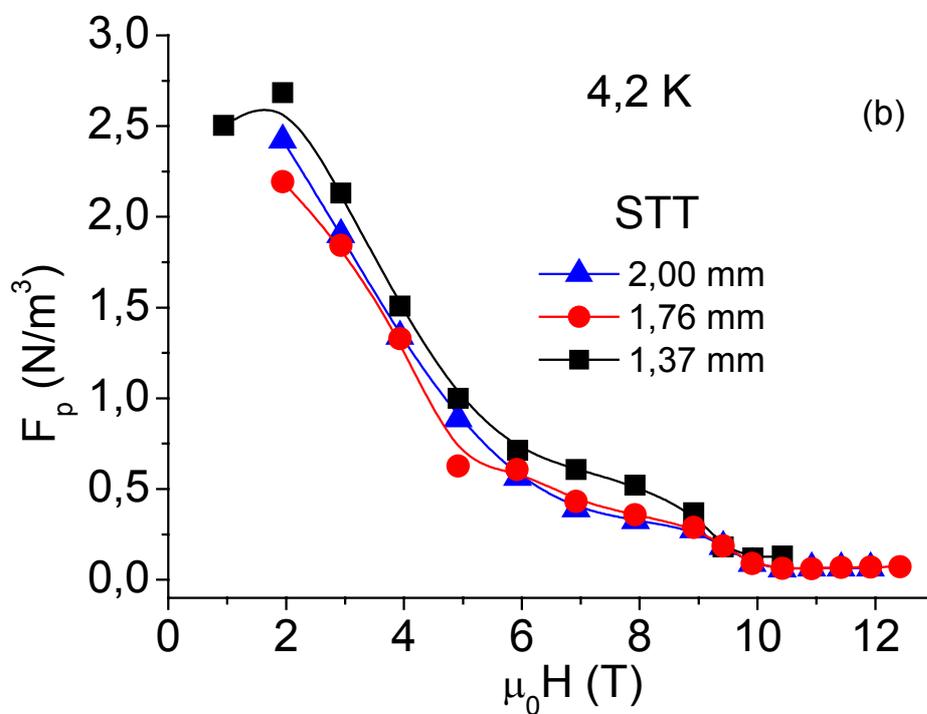
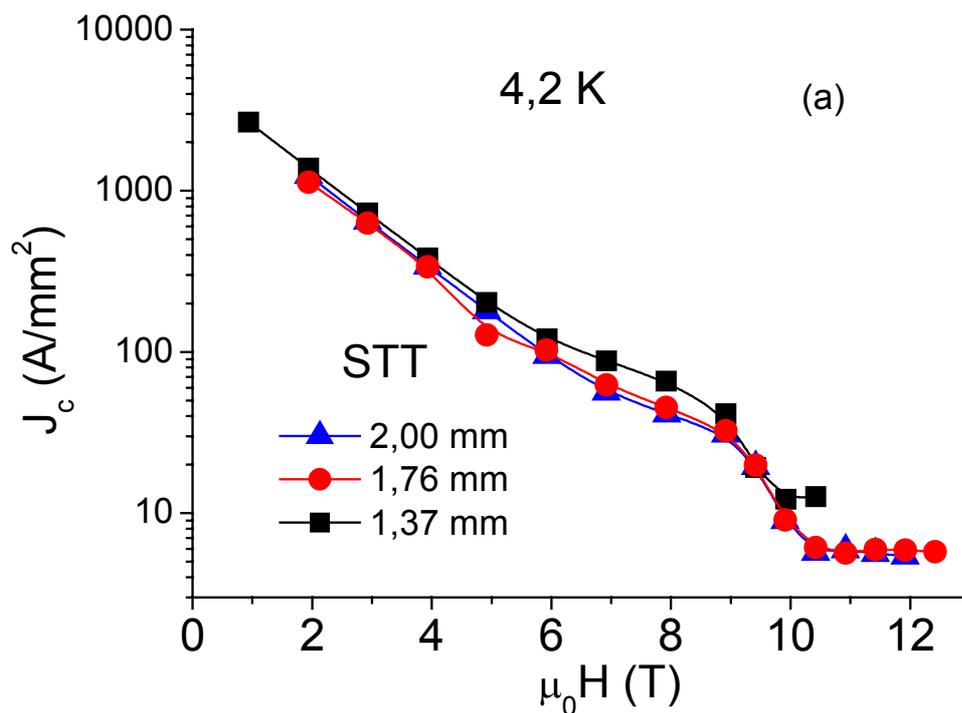


Fig. 4.34 – Curvas de  $J_c$  (a) e  $F_p$  (b) versus campo magnético aplicado dos fios STT do 3° embutimento em  $T = 4,2$  K, para os fios de diâmetro 2,00, 1,76 e 1,37 mm.

#### 4.2.6 Análise de densidade de força de aprisionamento $F_p$

Na Tabela 4.4 são apresentados os valores do campo magnético reduzido  $b = \frac{B}{B_{c2}}$  para os quais ocorrem os valores máximos das curvas de  $F_p$  na temperatura de 4,2 K, sendo que os valores de  $B_{c2}$  utilizados são aqueles apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.4 – Campo reduzido  $b=B/B_{c2}$  em 4,2K das amostras dos fios do 3º embutimento nos diâmetros de 1,37, 0,98, 0,70 e 0,54 mm para as condições: STT (sem tratamento térmico) e tratadas a 400°C, 500 °C e 600 °C.

$d_f$ (mm)	$b_{max}$ a 4,2 K			
	STT	400°C	500°C	600°C
<b>1,37</b>	0,218	0,239	0,265	---
<b>0,98</b>	0,352	0,360	0,470	0,220
<b>0,70</b>	0,520	0,526	0,509	0,468
<b>0,54</b>	0,504	0,523	---	---

Dos valores apresentados nesta Tabela 4.4, conclui-se que para a condição de tratamento térmico fixa (verticalmente) o valor de  $b_{max}$  aumenta se o diâmetro do fio, e conseqüentemente o tamanho da microestrutura diminuem.

Se nos reportarmos à Tabela 2.1, poderíamos atribuir ao fio 1,37 mm o mecanismo de aprisionamento de núcleo, superfície, normal que apresenta um máximo em  $b = 0,2$ , o que seria razoável, tendo em vista que o fio STT, apresenta uma maior densidade de regiões normais (Nb puro e Ti puro) e neste caso os vórtices economizam a energia de nucleação do núcleo normal ao se estabelecerem sobre o centro de aprisionamento normal. Já no caso dos fios de diâmetro 0,70 e 0,54 mm, os máximos das curvas estão em torno de  $b = 0,5$  e neste caso o mecanismo de aprisionamento adequado segundo Dew-Hughes (1974) seria o aprisionamento de núcleo, volume,  $\Delta\kappa$ . Neste caso os centros de aprisionamento estão mais “misturados” à matriz devido aos seus tamanhos menores, sendo que o efeito do tratamento

térmico é no sentido de homogeneizar a microestrutura. Assim, a diferença entre as propriedades da matriz e dos APCs não é tão pronunciada e a diferença entre as propriedades supercondutoras dos APCs e da matriz influenciam em  $F_p$  ( $\Delta\kappa$ ). Novamente, o mecanismo de aprisionamento de núcleo é provável, pois mesmo tendo os APCs propriedades supercondutoras, o fato delas serem diferentes da matriz, isto é,  $B_{c2}$  do APC é diferente e como resultado o diâmetro do núcleo do vórtice  $\xi = (\phi_0/2\pi B_{c2})^{1/2}$  será diferente se ele é nucleado na matriz ou no centro de aprisionamento. Quanto menor o valor de  $\xi$ , mais área supercondutora é disponível para o material no estado supercondutor.

No caso do fio de diâmetro 0,98 mm, é difícil analisar os resultados usando esta teoria de Dew-Hughes (1974), tendo em vista que os valores de  $b_{max}$  variam significativamente para as diferentes condições de tratamento térmico utilizadas. Neste caso fosse talvez prudente considerar um mistura dos tipos de aprisionamento já discutidos anteriormente, ou seja, o mecanismo de aprisionamento não seria único neste caso.

## 5 CONCLUSÕES

1- No presente trabalho foi possível produzir um fio de Nb-Ti com centros de aprisionamento artificiais de Ti- $\alpha$ , através de sucessivos embutimentos, deformação por forjamento rotativo seguida de trefilação a frio. Os fios obtidos não tiveram uma excelente performance quanto à densidade de corrente crítica devido a fatores denominados extrínsecos às propriedades supercondutoras, mas que têm origem na etapa de forjamento rotativo do processo de fabricação. Para evitar tais problemas seria necessário substituir a etapa de forjamento rotativo por extrusão ou usar somente a trefilação.

2- Os melhores valores de  $J_c$  obtidos, ocorreram para o fio de 1,37 mm de diâmetro (STT) obtendo-se  $J_c$  de 940 A/mm<sup>2</sup> a 2 T e 200 A/mm<sup>2</sup> a 5T. Estes valores são melhores que os obtidos para o fio de Fukuoka (1997) com 20% em volume de Nb APC e para o fio de Tirelli (2002) com 20% em volume de Cu APC, usando a mesma metodologia de fabricação, ou seja, por deformação a frio, forjamento rotativo seguido de trefilação e com tratamentos térmicos intermediários.

3- O acompanhamento da microestrutura ao longo do processo de fabricação do fio por microscopia eletrônica de varredura foi de fundamental importância para o entendimento das propriedades supercondutoras do fio.

4- Os fios supercondutores produzidos apresentaram valores de campo crítico entre 8 – 9,8 T, indicando a degradação deste em relação ao campo crítico da matriz que foi medido com sendo 10,6 T. A degradação pode ser atribuída a processos de difusão ocorridos entre a matriz e o Nb, que deterioraram  $B_{c2}$ . Esta conclusão é suportada pelos valores de temperatura

crítica que são maiores que da liga matriz Nb-47%Ti, indicando o empobrecimento de Ti da liga. Este efeito nada tem a ver com o efeito de proximidade.

5- Nos fios produzidos a diminuição do tamanho dos centros de aprisionamento, pela redução do diâmetro do fio acarreta no deslocamento dos máximos das curvas de força de aprisionamento para campos mais altos, que é o mesmo comportamento observado em fios supercondutores de Nb-Ti com centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$  e em fios supercondutores com APCs de Nb.

6- O fato da densidade de força de aprisionamento  $F_p$  diminuir com a redução do diâmetro do fio, ou seja, dos centros de aprisionamento APCs e da separação entre eles, é o oposto do observado em fios supercondutores de Nb-Ti com centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$ , mas é o mesmo comportamento dos fios supercondutores com APCs de Nb. No entanto, este fato é atribuído no presente trabalho à degradação da densidade de corrente crítica, e conseqüentemente de  $F_p$ , devido aos fatores extrínsecos gerados no processo de fabricação, que são a presença de partículas grandes de Ti puro não dissolvidas que faz com que superestimemos a área supercondutora e também o ensalsichamento do fio causado por estas partículas que nos induzem a obter menores valores de corrente crítica  $I_c$ . Portanto menores valores de  $I_c$  e valores de área supercondutoras maiores que a real levam a  $J_c$  menor, sendo este efeito mais importante quando o diâmetro dos fios é reduzido.

7- À medida que os fios supercondutores têm seus diâmetros reduzidos, há um crescimento de  $B_{c2}$ , que também é observado em fios supercondutores de Nb-Ti com centros de aprisionamento de Ti- $\alpha$ . Já para fios supercondutores com APCs de Nb o oposto ocorre, ou seja,  $B_{c2}$  diminui com a diminuição do tamanho dos centros de aprisionamento.

8- Com as conclusões apresentadas 4 a 7, podemos concluir que conseguimos simular os centros de aprisionamento  $Ti-\alpha$  e que para obter sucesso completo é necessário que a conclusão 1 seja levada em conta, na tentativa de eliminar os efeitos que danificam o fio supercondutor.

9- Baseados no modelo de Dew-Hughes (1974), concluímos que nos fios supercondutores produzidos no presente trabalho o mecanismo de aprisionamento predominante é o aprisionamento de núcleo e que dependendo da condição de tratamento térmico do fio, os vórtices que venham a nuclear no material podem ocupar regiões normais no caso dos fios sem tratamento térmico (STT) ou em regiões com propriedades supercondutoras diferentes da matriz nos caso dos fios tratados.

## 6 REFERÊNCIAS

BORMIO-NUNES, C. HEUSSNER, R. W.; LARBALESTIER, D. C. The effect of anisotropic flux pinning microstructure on the sample length dependence of the magnetization critical current density in niobium-titanium superconductors. *J. Appl. Phys*, v.80, n.3, p.1647-1651, 1996.

BORMIO-NUNES, C.; HEUSSNER, R. W.; LARBALESTIER, D.C. Critical current anisotropy in conventional and artificial pinning center round wire Nb-Ti superconductors. *IEEE Trans. on Applied Supercond.*, v.7, n.2, p.1138-1141, 1997.

BORMIO-NUNES, C.; PORTO, F. S. A.; GHIVELDER, L., *Advances in Cryogenic Engineering*, v. 48B, p. 898-905, 2002.

BORMIO-NUNES, C.; TIRELLI, M. A.; NUNES, C. A.; PINATTI, D. G., Processing and characterization of Nb-16%Ta-12%W (wt%) alloy for superconductivity applications. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 17, n.5, p.357-360, 1999.

BORMIO-NUNES et al. *Supercond. Sci. Technol.* v.16, p.521-526, 2003.

CAMPBELL, A. M.; EVETTS E. *Advances in Physics*, p.199, 1972.

BOZZOLO N.; DEWOBROTO N.; GROSDIDIER T.; WAGNER F.; *Materials Science and Engineering A*, v.397, p.346-355, 2005.

CHENGREN, L.; LARBALESTIER, D. C. Development of high critical current densities in niobium 46,5 wt%titanium. *Cryogenics*, v. 27, p.171-177, 1987.

CHERNYI, O. V. et al. Nb-Ti superconductors of a high current-carrying capacity. *Supercond. Sci. Technol.* v.4, p.318-323, 1991.

CHERNYI, O. V. et al. The Microstructure And Critical Current Density Of Nb-48 Wt.%Ti Superconductor With Very High Alpha-Ti Precipitate Volume And Very High Critical Current. *Advances in Cryogenic Engineering*, v. 48, p. 883-890, 2002.

CHERNYI, O. V. et al. Influence of Heat Treatment Strain Parameters on the Structure and  $J_c$  of Nb-48,5wt%Ti Superconductor. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* v. 13, n.2, 3366-3369, 2003.

COOLEY, L. D. et al. *IEEE Trans. Mag.* v.27, p.1097, 1991.

COOLEY, L. D.; JABLONSKI, P. D.; LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Strongly enhanced critical current density in Nb47wt%Ti having a highly aligned microstructure. *Applied Physics Letters*, v.58, n.25, p.2894-2896, 1991.

COOLEY, L. D.; LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Flux-pinning mechanism of proximity-coupled planar defects in convectional superconductors: Evidence that magnetic pinning is the dominant pinning mechanism in niobium-titanium alloy. *Phys. Rev B*, v.53, n.10, p. 6638-6652, 1996.

COOLEY, L. D.; MOTOWIDLO, L. R. Advances in high-field superconducting composites by addition of artificial pinning centers to niobium-titanium. *Superc. Sci. Technol.* 12, p. R135-R151, 1999.

COOLEY, L. D.; LEE, P.J.; LARBALESTIER, D.C. Conductor Processing of Low-Tc materials: The Alloy Nb-Ti, In: *HANDBOOK of superconducting materials*, D.A. Cardwell and D.S. Ginley, editors. Bristol: Institute of Physics Publishing, Ltd, 2003, v. 1: Superconductivity, Materials, and Processes, Cap. B 3.3.2, p.603-639.

DEW-HUGHES, D. *Philosophical Magazine*, v.30, n.2, p.29-305, 1974.

DIETDERICH, D. R.; EYLON, S.; SCALAN, R. M. Characterization of Nb-Ti superconductors with artificial pinning structures. *Advances in Cryog. Engin. Materials*, v.38, p.685-690, 1992.

DOROFEJEV, G. L.; KLIMENKO, E. YU; FROLOV, S. V.; NIKULENKOV, E. V.; PLASHKIN, E.; SALUNIN, N.I.; FUKIN, V. YA. Current-capacity superconductors with artificial pinning centers. In: *MT-9 Conference*, 1985, Zurich, Suíça, Proc. p.564-566.

EKIN, J. W. Strain scaling law for flux pinning in practical superconductors. Pt.1: basic relationship and application to Nb<sub>3</sub>Sn conductors. *Cryogenics*, v.20, p.611-24, 1980.

FIETZ W. A.; WEBB W.W., *Phys. Rev. B*, v.178, n.2, p.657-668, 1969.

FONER, S.; SCHWARTZ, B., Ed. *Superconductor Materials Science: Metallurgy, Fabrication and Applications*. 1981, Plenum Press, v. 68, p. 167.

FUKUOKA, R. S., *Fabricação e Caracterização de Fios Supercondutores de Nb-Ti com Centros de Aprisionamento Artificiais de Nb*, 1997, *Dissertação (Mestrado)* FAENQUIL/DEMAR, 1997.

GENNES, P. G. Boundary effects in superconductors. *Rev of Mod. Phys.*, v. 36, p. 225-237, 1964.

GORKOV L.P., *Soviet Physics JETP-USSR*, v.10, n.5, p.998-1004, 1960

GREGORY, E.; KREILLICK; T. S.; GHOSH, A. K.; SAMPSON, W. B. Importance of spacing in the development of high current densities in multifilamentary superconductors. *Cryogenics*, v. 27, p. 178-182, 1987.

GUREVICH A. et al. *Phys. Rev. B*, v.50, p.13563, 1994.

HAYAKAWA K.; ZHU Y.; MIURA O.; ITO D. Flux Pinning in Nb-Ti Composite Superconductors Having Artificial Normal Pins with Different Coherence Length, *IEEE Trans. On Appl. Supercon.*, v. 1, n.1, p. 3812-3815, 2001.

HEUSSNER, R.W.; LEE, P.J.; LARBALESTIER, D.C., *IEEE Trans. On Appl. Supercond.*, v.3, n.1, p.757-760, 1993.

HEUSSNER, R. W.; JABLONSKI, P. D.; LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Properties of rod-based artificial pinning center Nb-Ti superconductors. *IEEE Trans. on Applied Superconductivity*, v.5, n.2, p.1705-1708, 1995.

HEUSSNER, R. W.; BORMIO-NUNES, C.; LEE, P. J.; JABLONSKI, P. D.; LARBALESTIER, D. C. Properties of niobium-titanium superconducting wires with Nb artificial pinning centers. *J. Appl. Phys.*, v.80, n.3, p. 1640-1646, 1996.

HEUSSNER, R. W.; MARQUARDT, J. D.; LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Increased critical current density in Nb-Ti wires having Nb artificial pinning centers. *Appl. Phys. Lett.*, v.70, n.7, p.901-903, 1997a.

HEUSSNER, R. W.; BORMIO-NUNES, C., COOLEY, L. D.; LARBALESTIER, D. C. Artificial pinning center Nb-Ti superconductors with alloyed Nb pins. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, v.7, n.2, p.1142-1145, 1997b.

HEUSSNER, R. W. *Flux Pinning in Superconducting Nb-Ti Wires With Nb Artificial Pinning Centers*, 1998. Thesis. University of Wisconsin, 1998.

KADYROV, E.; GUREVICH, A.; LARBALESTIER, D. C. High critical densities in Nb<sub>47%</sub>Ti multilayers with a planar copper flux pinning nanostructure. *Appl. Phys. Lett.*, v.68, n.11, p.1567-1569, 1996.

KRAMER, E. J., *J. Appl. Phys.*, v.49, n.3, p.742, 1978.

KANITHI, H. C.; VALARIS, P.; MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B. A.; SCALAN, R. M. Further developments in NbTi superconductors with artificial pinning centers. *Advances in Cryog. Engin. Materials*, v.38, p.675-683, 1992.

LARBALESTIER, D.C. et al. High critical current densities in industrial scale composites made from high homogeneity Nb<sub>46.5</sub>Ti. *IEEE Trans. Magn.*, v.21, p. 269-272, 1985a.

LARBALESTIER, D. C.; CHENGREN, L.; STARCH, W.; LEE, P. J., Limitation of critical current density by intermetallic formation in fine filament Nb-Ti superconductors. *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, vol. NS-32, p.3743-3745, 1985b.

LAZAREV, B. G. et al. Nanostructure of superconducting Nb-Ti alloys. *Low Temperature Physics*, v.24, n.3, p.205-209, 1998.

LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Development of nanometer scale structures in composites of Nb-Ti and their effects on the superconducting critical current density. *Acta Met.*, v.35, p. 2526-2536, 1987.

LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C.; MCKINNELL, J. High Titanium Nb-Ti Alloys – Initial Microstructural Studies. *Advances in Cryogenic Engineering*, v. 34, p. 967-974, 1988.

LEE, P. J.; MCKINELL, J. C.; LARBALESTIER, D. C. Restricted Novel Heat Treatments for Obtaining High  $J_c$  in Nb-46.5wt%Ti. *Advances in Cryogenic Engineering*, v. 36, p. 287-294, 1990.

LEE, P. J. Abridge metallurgy of ductile alloy superconductors. *Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*. Wiley, 1999, v.21, p.75-87.

LEE, P. J.; LARBALESTIER, D. C. Niobium-Titanium Superconducting Wires: Nanostructure by Extrusion and Wire Drawing, *Wire Journal International*, february, p.61-66, 2003.

LIU, X. H. et al. Effect of heat treatment on critical current density of Nb50Ti composite with artificial pinning centers. *Physica C*, v. 386, p. 407-410, 2003.

MALZAHN KAMPE J. C.; COURTNEY T.H., *Scripta Met.*, v.23, n.1, p. 141-145, 1989.

MATSUMOTO, K.; TANAKA, Y.; YAMAFUJI, K.; FUNAKI, K.; IWAKUMA, M.; MATSUSHITA, T. Flux pinning properties in NbTi superconducting wires with artificial pins. In: *Japan-US Workshop 7.*, Oct. 21-23 1991, Fukuoka, Japan.

MATSUMOTO, K.; TANAKA, Y.; YAMAFUJI, K.; FUNAKI, K.; IWAKUMA, M.; MATSUSHITA, T. Flux-pinning characteristics of Nb artificial pins with ribbon-shape in Nb-46,5%Ti superconductors. *Supercond. Sci. Technol.*, v.5, p.684-689, 1992.

MATSUMOTO, K.; TANAKA, Y.; YAMAFUJI, K.; FUNAKI, K.; IWAKUMA, M.; MATSUSHITA, T. Effects of artificial pins on the flux pinning force and other superconducting properties in NbTi superconductors. *IEEE Trans. on Applied Superconductivity*, v.3, n.1, p.1362-1365, 1993.

MATSUMOTO, K.; TAKEWAKI, H.; TANAKA, Y.; MIURA, O.; YAMAFUJI, K.; FUNAKI, K.; IWAKUMA, M.; MATSUSHITA, T. Enhanced  $J_c$  properties in superconducting NbTi composites by introducing Nb artificial pins with a layered structure. *Appl. Phys. Lett.*, v.64, n.1, p.115-117, 1994.

McCAMBRIDGE, J. D.; RIZZO, N. D.; LING, X. S.; WANG, J. Q.; PROBER, D. E. Flux pinning in NbTi/Nb multilayers, *In: APPLIED SUPERCONDUCTING CONFERENCE*, 25 a 30 de agosto, 1996, Pittsburgh, PA, U.S.A.

McCAMBRIDGE, J. D.; RIZZO, N. D.; HESS, S. T.; WANG, J. Q.; LING, X. S.; PROBER, D. E. Pinning and vortex lattice structure in NbTi alloy multilayers, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, v.7, n.2, p. 1134-1137, 1997.

MEINGAST, C., LARBALESTIER, D. C. Quantitative description of a very high critical current density Nb-Ti superconductors during its final optimization strain. Flux pinning mechanisms. *J. Appl. Phys.*, v.66, n.12, p. 5971-5983, 1989.

MIURA, O.; MATSUMOTO, K.; TANAKA, Y.; YAMAFUJI, K.; HARADA, N.; IWAKUMA, M.; FUNAKI, K.; MATSUSHITA, T. Pinning characteristics in multifilamentary Nb-Ti superconducting wires with sub-micrometre filaments introduced artificial pinning centers. *Cryogenics*, v.32, n.3, p.315-322, 1992.

MIURA, O.; TAKASHI, O.; ZHU, Y.; ITO, D. Enhancement of Critical Current Density in Ultrafine Multifilamentary Nb-Ti Superconductors with Nb Artificial Pins for Low-field AC Applications. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, v. 10, n.1, 2000.

MORRIS, P. S. *Artificial Pinning Centers in Nb-Ti superconductor Utilizing Expanded Metal in Jelly-Roll Conductor*, 1997 MS Thesis University of Alabama, 1997.

MOTOWIDLO, L. R.; KANITHI, H. C.; ZEITLIN, B. A. NbTi superconductors with artificial pinning structures. *Advances in Cryog. Eng. Materials*, v. 36, p.311-316, 1990.

MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B. A.; WALKER, M. S.; HALDAR, P. Multifilamentary NbTi with artificial pinning centers: The effect of alloy and pin material on the superconducting properties. *Appl. Phys. Lett.*, v.61, n.8, p.991-993, 1992.

MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B. A.; WALKER, M. S.; HALDAR, P.; McCAMBRIDGE, J. D.; RIZZO, N. D.; LING, X. S.; PROBER, D. E. Multifilamentary NbTi with artificial pinning centers: The effect of alloy, pin material, and geometry on the superconducting properties. *IEEE Trans. on Applied Superconductivity*, v.3, n.1, p.1366-1369, 1993.

MOTOWIDLO, L. R.; RUDZIAK, M. K.; WONG, T. The pinning strength and upper critical fields of magnetic and nonmagnetic artificial pinning centers in Nb47wt%Ti wires. *IEEE Trans. Appl. Superconduct.*, v.13, p. 3351–3354, 2003.

NEAL, D.F. et al. Structure and Superconducting Properties of Nb-44%Ti wire. *Acta Metall.*, v.19, p. 143-149, 1971.

OKUBO, T.; ZHU, Y.; MIURA, O.; ITO, D. Size and Arrangement Effect of Nb Artificial Pinning Centers on Flux Pinning in Nb-Ti Multifilamentary Wires. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, v.10, n.1, 2000.

O'LAREY P. M.; COOLEY L. D.; LEE P. J.; LARBALESTIER D. C. Periodic pin array at the fluxon lattice scale in a high-field superconducting wire, *Appl. Phys. Lett.* v.64, p. 1298-1300, 1994.

PFFEIFER, I.; HILLMANN, H. Der Einfluss der Struktur auf die Supraleitungseigenschaften Von NbTi50 und NbTi65. *Acta Metall.*, v.16, p. 1429-1439, 1968.

RENAUD, C. V.; RUDZIAK, M. K.; SEUNTJENS, J. M.; WONG, T.; WONG, J. First Commercial Application of NbTi Superconductor Employing Artificial Pinning Centers, *IEEE Trans. on Applied Supercond.*, v.5, n.2, p.1189 - 1192, 1995.

RIZZO, N. D.; WANG, J. Q.; PROBER, D. E.; MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B. A. Ferromagnetic artificial pinning centers in superconducting Nb<sub>0,36</sub>Ti<sub>0,64</sub> wires. *Appl. Phys. Lett.*, v.69, n.15, p.2285-2287, 1996.

RODRIGUES JR, D., *Estudo da composição de fases nos contornos de grãos supercondutores A-15 e sua influência nas propriedades de transporte*, 1997. Tese (Doutorado), Março, IF-UNICAMP, Campinas, SP, 1997.

RODRIGUES C. A., *Processamento e caracterização de supercondutores metálicos de Nb<sub>3</sub>Sn com centros de aprisionamento artificiais de Cu (Sn)*. 2000 Dissertação (Mestrado), agosto, FAENQUIL, Lorena SP, 2000.

RUDZIAK, M. K.; SEUNTJENS, J. M.; RENAUD, C.V.; WONG, T; WONG, J. Development of APC Nb-Ti Composite Conductors at Supercon, Inc., *IEEE Trans. on Applied Supercond.*, v.5, n.2, p.1709 - 1712, 1995.

SCANLAN, R. M.; MALOZEMOFF; A. P.; LARBALESTIER, D. C. Superconducting Materials for Large Scale Applications. *Proceedings of the IEEE*, v.92, n.10, 2004.

SEEBER, B, Ed., Present applications of superconductivity, In: Handbook of Applied Superconductivity. Bristol, U.K.: Inst of Physics, 1998a, p. 1165-1484.

SEEBER, B, Ed., Commercially available superconducting wires, In: Handbook of Applied Superconductivity. Bristol, U.K.: Inst of Physics, 1998b, p. 1185-1494.

SEUNTJENS, J. M.; RUDZIAK, M.. K.; RENAUD, C.V.; WONG, T.; WONG, T. High Energy Physics Conductor Scale-up Progress of the Supercon Artificial Pinning Center, *IEEE Trans. on Applied Supercond.*, v.5, n.2, p.1185 - 1188, 1995.

SMATHERS D.B.; O'LAREY P. M.; STEEVES M. M.; HOENIG M.O.  
*IEEE Trans. On Magn.* v.24, n.2, p.1131-1133, 1988.

STEJIC, G.; COOLEY, L. D.; JOYNT, R.; LARBALESTIER, D. C. Numerical calculation of flux pinning by alpha-Ti precipitates in Nb-Ti. *Supercond. Sci. Tech.* v.5, n.1S, p. S176-S179, 1992.

TIRELLI, M. A., *Fios Supercondutores de Nb-Ti com Centro de Aprisionamento Artificial de Cobre: Obtenção e Caracterização*. 2002 Dissertação (Mestrado), Fevereiro, FAENQUIL, Lorena SP, 2002.

WANG, J. Q.; RIZZO, N. D.; PROBER, D. E.; MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B.A. Flux pinning in multifilamentary superconducting wires with ferromagnetic artificial pinning centers. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , v.7, n.2, p. 1130-1133, 1997a.

WANG, J. Q.; RIZZO, N. D.; McCAMBRIDGE, J. D. ; PROBER, D. E.; MOTOWIDLO, L. R.; ZEITLIN, B. A. Ferromagnetic artificial pinning centers in multifilamentary superconducting wires. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , v.7, n.2, p.1134-1137, 1997b.

WARNES, W. H.; FAASE, K. J.; NORRIS, J. A., Multilayer Nb-Ti for use as model superconducting microstructures”, *In: APPLIED SUPERCONDUCTING CONFERENCE*, 25 a 30 de agosto 1996, Pittsburgh, PA, U.S.A.

WEST, A. W.; WARNES, W. H.; MOFFAT, D. L.; LARBALESTIER, D. C. Compositional inhomogeneities in Nb-Ti and its alloys. *IEEE Trans. Magn.* v.19, p. 749-753, 1983.

WONG, T.; FROST, D.; RENAUD, C. V.; RUDZIAK, M. K.; WONG, J. Development of Artificial Pinning Center Nb-Ti Multifilamentary Superconductors for Commercial Applications, *IEEE Trans. on Applied Magn.*, v.32, n.4, p. 2764 - 2767, 1996.

WONG, T.; RUDZIAK, M. K.; SEUNTJENS, J. M.; WONG, J. Variable Composition NbTi Superconductors Produced by Artificial Pinning Center Process, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* , v.7, n.2, p.1126-1129, 1997.

YAMAFUJI, K.; HARADA, N.; MAWATAI, Y.; FUNAKI, K.; MATSUSHITA, T.; MATSUMOTO, K.; MIURA, O.; TANAKA, Y. Achievement of high current density in NbTi superconducting multifilamentary wires by introducing designed artificial pins. *Cryogenics*, v.31, p.431-438, 1991.