



LOM3228 – Métodos Experimentais da Física I (1º semestre de 2019)

LABORATÓRIO 5 SUPERCONDUTIVIDADE: OBSERVAÇÃO DO FENÔMENO PELA TRANSIÇÃO SUPERCONDUTORA VIA RESISTIVIDADE

Só após 46 anos da descoberta da supercondutividade por Kammerlingh Onnes em 1911 é que surgiu uma explicação bem sucedida do fenômeno. Em 1957, os físicos John Bardeen, Leon Cooper e Robert Schrieffer apresentaram um modelo teórico que concordava muito bem com as observações experimentais nos supercondutores. Esse modelo ficou conhecido por Teoria BCS, das iniciais dos autores, e lhes rendeu o Prêmio Nobel de Física de 1972. Bardeen já recebera outro Nobel pela invenção do transistor e, até hoje, foi o único a receber dois prêmios de Física.

Nos anos seguintes à descoberta da supercondutividade por Onnes, muitos materiais supercondutores foram encontrados, quase todos metálicos. No entanto, todos tinham temperaturas críticas baixíssimas. Até o início da década de 80, o recorde era o Nb_3Ge , com T_C perto de 23 K (-250°C). Para piorar o quadro, a teoria BCS indicava que dificilmente supercondutores com temperaturas críticas acima de 25K seriam encontrados. Mas, em 1986, dois físicos que trabalhavam no laboratório da IBM em Zurich, Suíça, mudaram tudo ao descobrir que um material cerâmico, um óxido de cobre com bário e lantânio, ficava supercondutor a 30K. A notícia se espalhou rapidamente e vários outros compostos foram descobertos por laboratórios de todo o mundo, com temperaturas críticas cada vez mais elevadas. Em Janeiro de 1987, Paul Chu, da Universidade de Houston, mostrou que o composto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ era supercondutor com uma incrível temperatura crítica acima de 90 K. A figura ao lado ilustra a dependência da resistência com a temperatura deste tipo de supercondutor.

Hoje já são conhecidos supercondutores com temperatura crítica acima de 130 K. A grande vantagem de um supercondutor ter temperatura de transição acima de 77 K vem do fato de ser esta a temperatura de liquefação do nitrogênio. O nitrogênio é o elemento mais abundante de nossa atmosfera ($\sim 80\%$) e é relativamente barato e fácil de liquefazer. Portanto, quando se fala de supercondutores de alto T_C , estamos falando em temperaturas críticas ainda muito baixas, da ordem de -150°C . Outra grande beleza desses materiais é que eles são relativamente fáceis de serem sintetizados. Hoje, isso já é até projeto de Feira de Ciências de estudantes de segundo grau. Uma receita (em inglês) pode ser encontrada na Internet em <http://imr.chem.binghamton.edu>. Nosso Departamento de Engenharia de Materiais da EEL-USP tem um Grupo de Supercondutividade que é referência nacional e internacional, tanto quanto a supercondutores metálicos quanto cerâmicos. Ao que parece, até agora ainda não surgiu nenhuma teoria satisfatória para explicar o mecanismo da

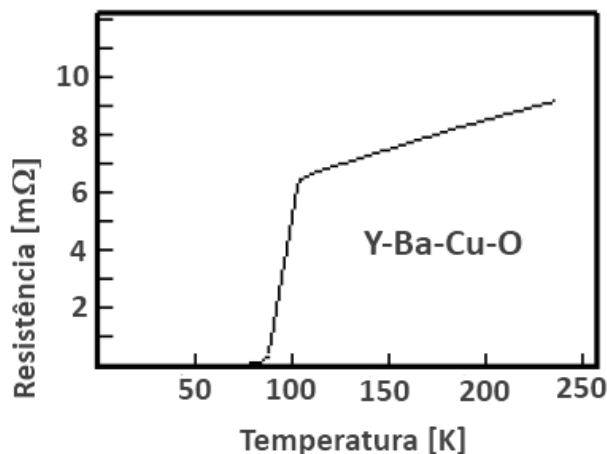


Ilustração da resistência de um
supercondutor cerâmico com a temperatura



supercondutividade nessas cerâmicas. A ativação térmica é certamente importante devido às altas temperaturas de transição, e as teorias atuais tentam incorporar este comportamento. Desde o início ficou mais ou menos claro que a teoria BCS não funciona a contento para os supercondutores de alta temperatura crítica (HTSC).

ROTEIRO DOS EXPERIMENTOS:

PRIMEIRA PARTE

OBSERVAÇÃO DOS FENÔMENOS DA EBULIÇÃO NUCLEADA NO NITROGÊNIO LÍQUIDO E DO EFEITO MEISSNER EM SUPERCONDUTORES

Este experimento foi realizado em sala de aula, com acompanhamento dos alunos. O experimento consiste de uma pastilha (disco cerâmico) de supercondutor de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, com temperatura crítica de cerca de 90K, e alguns ímãs de ferro-neodímio-boro. Durante o experimento utilizaremos um recipiente com nitrogênio líquido.

- ✓ Usando uma pinça de plástico deposite delicadamente a pastilha supercondutora no recipiente que receberá o nitrogênio líquido.
- ✓ No mesmo recipiente coloque a peça de cobre para resfriar no nitrogênio líquido. Esta peça servirá de base de resfriamento (“dedo frio”) para manter o supercondutor frio e fora do líquido.
- ✓ Com atenção, derrame o nitrogênio líquido de maneira que ele cubra o supercondutor e a peça de cobre. Observe as diferentes fases do resfriamento. Observe como acontece o resfriamento, quais são as condições de ebulição nucleada, e quando as condições de resfriamento mudam.
- ✓ Espere que o nitrogênio pare de ferver.
- ✓ Deposite o ímã sobre o supercondutor e veja o que acontece.
- ✓ Observe e discuta o resultado.

SEGUNDA PARTE

OBSERVAÇÃO E ANÁLISE DA TRANSIÇÃO DE UM SUPERCONDUTOR POR CARACTERIZAÇÃO DA RESISTIVIDADE ELÉTRICA

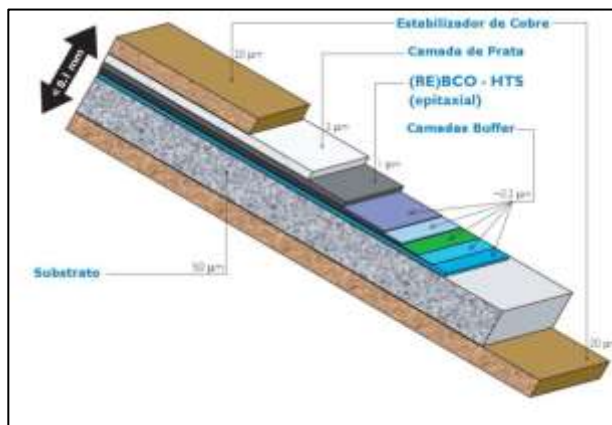
Neste experimento utilizaremos o criostato. Nele se encontra uma amostra de fita supercondutora de segunda geração (2GHTSSCS4050-i-AP) fabricada pela empresa Superpower. Esta amostra corresponde ao estado da arte de utilização de supercondutores de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ em aplicações. A Figura abaixo ilustra a estrutura desta fita 2G, com temperatura crítica em torno de 90 K. Para a caracterização desta amostra serão realizadas medidas de condutividade elétrica em função da temperatura.

Como a amostra está dentro do criostato, e lembrando que trabalharemos com o “método de quatro pontas” (descrito abaixo), é necessário que saibamos com quais conexões estamos lidando. Por isso o porta-amostras possui indicações em suas conexões, que devem fazer referência às conexões da amostra supercondutora.

Antes de realizarmos qualquer tomada de medida, é necessária a preparação do sistema de medidas. Inicialmente deve ser feito vácuo no criostato. Para isto, liga-se inicialmente a bomba mecânica, para que seja feito o pré-vácuo da ordem de 10^{-1} a 10^{-2} Torr. Isto feito, já se tem vácuo suficiente na “boca” da bomba turbomolecular ou difusora para colocá-las em uso, e obtermos assim um alto-vácuo. O passo seguinte é inserir nitrogênio líquido na armadilha (“trap”), se houver. Isto deve ser feito para auxiliar o processo de evacuação e também para proteger o sistema contra um possível fluxo de óleo da



bomba difusora, se for usada, o que causaria uma diminuição na qualidade do vácuo que o sistema é capaz de atingir. Posto o nitrogênio, é possível abrir a válvula de alto vácuo para o restante do sistema (criostato). O vácuo máximo que o sistema consegue atingir está na ordem de 10^{-5} Torr.

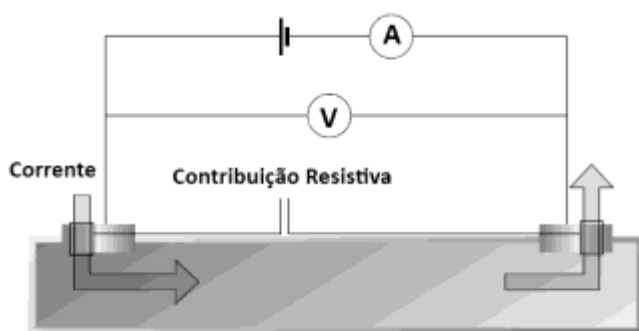


Corte esquemático “modelo” de Fita 2G da Superpower.

A amostra supercondutora já está fixa no suporte de amostras dentro do criostato, que neste ponto deve estar em temperatura ambiente. Isto pode ser verificado com o auxílio de um termopar ou termômetro. Além do termopar, o porta-amostras possui mais fios com identificações, permitindo que várias amostras sejam montadas simultaneamente. A amostra constitui-se de um supercondutor do tipo II, cuja temperatura de transição é relativamente alta, e assim não é necessário à utilização de hélio líquido para atingir a temperatura de transição. Esta temperatura pode ser alcançada com nitrogênio líquido, que será transferido para a região do criostato que seria destinada ao hélio. Como pode ser visto no esquema do criostato no Experimento 4 (ver roteiro), existe uma entrada que permite a introdução do nitrogênio líquido no mesmo ambiente da pastilha. Controlando-se então a entrada de nitrogênio líquido e a posição da amostra em relação ao nível do líquido (a 77K), deve-se tomar a tensão na amostra relacionada à temperatura que a mesma está submetida, que é medida com um termopar. Faz-se isto até que a tensão na amostra seja zerada, indicando a transição do estado normal para o estado supercondutor.

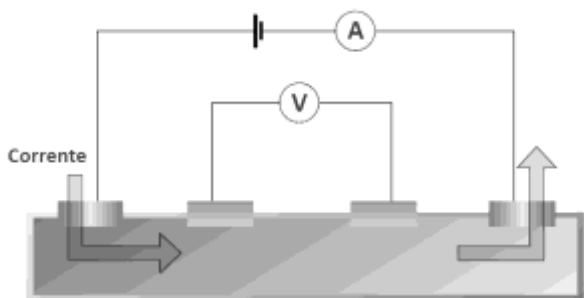
O MÉTODO DE QUATRO PONTAS

Quando estamos fazendo algumas medidas, principalmente no caso de resistência de materiais, precisamos saber qual a contribuição resistiva dos fios e contatos, para se descontar da medida em que realmente se está interessado em tomar. No caso de medidas em supercondutores, estes cuidados



Medida da Resistência com dois contatos

tornam-se ainda mais necessários quando nos atentamos ao fato de que o que queremos é medir a ausência de resistência. É dentro deste quadro que o “método de quatro pontas” se torna necessário para realizarmos as medidas. Se usássemos um sistema simples de duas pontas (figura ao lado) para a medida da tensão na amostra, teríamos o seguinte caso. Ao entrar com a corrente na amostra, esta deveria obrigatoriamente passar pelos contatos, e pelo que já sabemos pela Lei de Ohm, iríamos sempre medir uma tensão entre os contatos.



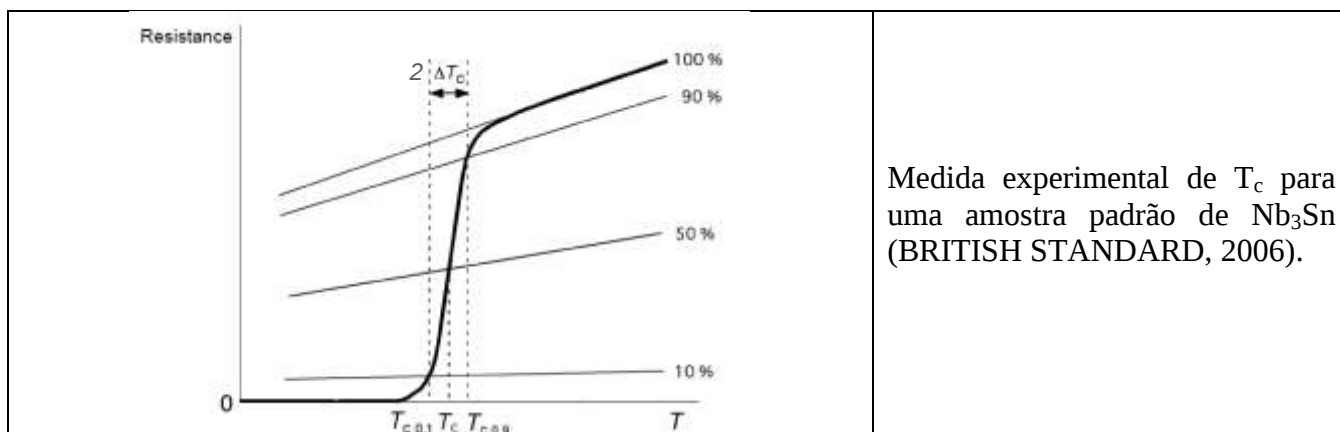
Medida da Resistência com quatro contatos

No entanto, com o auxílio de um sistema de quatro pontas (figura ao lado), conseguimos contornar este problema, e o que realmente medimos é a tensão na amostra e não mais nos contatos. Dois contatos (fios) devem ser colocados mais externamente à amostra, por onde aplicaremos a corrente de medida. Dois contatos (fios) mais internos serão utilizados para a medida da tensão na amostra. Sabendo a corrente e a tensão na amostra, obtemos sua resistência, e em posse de suas dimensões calculamos sua resistividade elétrica.

As medidas de temperatura crítica e resistividade residual trazem informações sobre a formação e homogeneidade da fase supercondutora. A transição supercondutor-normal pode ser determinada através da curva tensão ou resistividade da amostra em função da temperatura da amostra. Para a fita 2G supercondutora serão utilizadas correntes de excitação alternando-se entre +200 mA e -200 mA, para eliminar qualquer tensão residual existente nos contatos de medida.

A figura abaixo ilustra um desenho esquemático do suporte de amostra e do esquema elétrico utilizado no sistema de medidas de temperatura crítica. Esse suporte de amostras consiste basicamente de um bloco de cobre-eletrolítico, para homogeneização da temperatura da amostra. Este suporte foi desenvolvido para analisar simultaneamente várias amostras de aproximadamente 3 cm de comprimento e, também alojar um sensor de temperatura. Um resistor de Rh-Fe será utilizado como sensor de temperatura nas medidas deste Experimento. No esquema utilizado nas medidas de temperatura crítica pode-se notar que a tensão na amostra é lida em um multímetro digital antes de ser enviada ao computador de aquisição de dados. Um programa em MATLAB foi desenvolvido para o processamento e gerenciamento dos dados gerados (agradecimento especial ao aluno Felipe de Souza Oliveira). Durante as medidas experimentais, a temperatura da amostra posicionada no criostato pode ser variada através de sua posição em relação ao nível de líquido criogênico ou esperando-se a evaporação do mesmo. À medida que a temperatura é variada, a transição supercondutora é atingida. A temperatura pode ser variada até temperatura ambiente, para determinação da curva completa de resistividade versus temperatura, e para medidas de resistividade à temperatura ambiente.

A largura da transição supercondutor-normal foi encontrada utilizando-se o método padronizado por normas internacionais britânicas para supercondutores, BSI (BRITISH STANDARD, 2006). A largura da transição supercondutor-normal é definida como 10% e 90% da altura de transição (tensão), e a largura de transição supercondutor-normal ΔT_c tem o valor correspondente à meia largura da transição no eixo da temperatura. Estes dois pontos definem a região mais linear da transição e eliminam os problemas de curvatura do início e do final da curva. O ponto de inflexão da transição supercondutor-normal define o valor de T_c para a amostra. A figura abaixo mostra uma curva exemplo de resistividade versus temperatura (BRITISH STANDARD, 2006), para fins de ilustração do *background* de resistividade zero e dos pontos para definição de T_c e ΔT_c . O valor de T_c será determinado como sendo $T_c = \frac{T_{90\%} + T_{10\%}}{2}$ e o erro na determinação de T_c será $\Delta T_c = \frac{T_{90\%} - T_{10\%}}{2}$, onde $T_{90\%}$ e $T_{10\%}$ são as temperaturas onde a transição atinge 90% e 10% de seu valor máximo (tensão), respectivamente.



Para determinação da resistividade elétrica residual da amostra em baixas temperaturas, usou-se a tensão que aparece na amostra logo após a transição para o estado normal ($T \sim T_c + 2\Delta T_c$). Esta tensão e a corrente de teste foram utilizadas na obtenção da resistividade através da expressão $R_{residual} = \frac{V}{I}$.

Quanto à resistividade à temperatura ambiente, novamente será utilizada a mesma montagem descrita acima, passando-se na amostra correntes de até 500 mA. A sugestão é utilizar correntes em intervalos de 100mA. Um gráfico tensão versus corrente apresenta a resistência elétrica da amostra, R_{300K} , como sendo a inclinação da reta.

A Razão de Resistividade Residual (RRR) de uma amostra é definida como sendo a razão entre sua resistência elétrica à temperatura ambiente e sua resistência em baixas temperaturas, logo após a transição supercondutora para o estado normal. A RRR de uma amostra será $RRR = \frac{R_{300K}}{R_{residual}}$. Os valores de RRR são normalmente utilizados para análise da qualidade da fase resistiva em baixas temperaturas, para um material supercondutor ou normal. Uma alta RRR, que significa principalmente uma baixa resistividade em baixas temperaturas, denota uma amostra mais homogênea, com menos defeitos cristalinos, e/ou com fases menos resitivas.

Caso sejam conhecidas a secção transversal da amostra por onde flui a corrente de teste e o comprimento entre os terminais de tensão, estas expressões acima poderão ser alteradas para valores de resistividade elétrica, seguindo-se a expressão usual $\rho = \frac{R \cdot A}{L} = \frac{V \cdot A}{I \cdot L}$, onde A é a área da secção transversal da amostra e L é a distância entre os terminais de tensão.

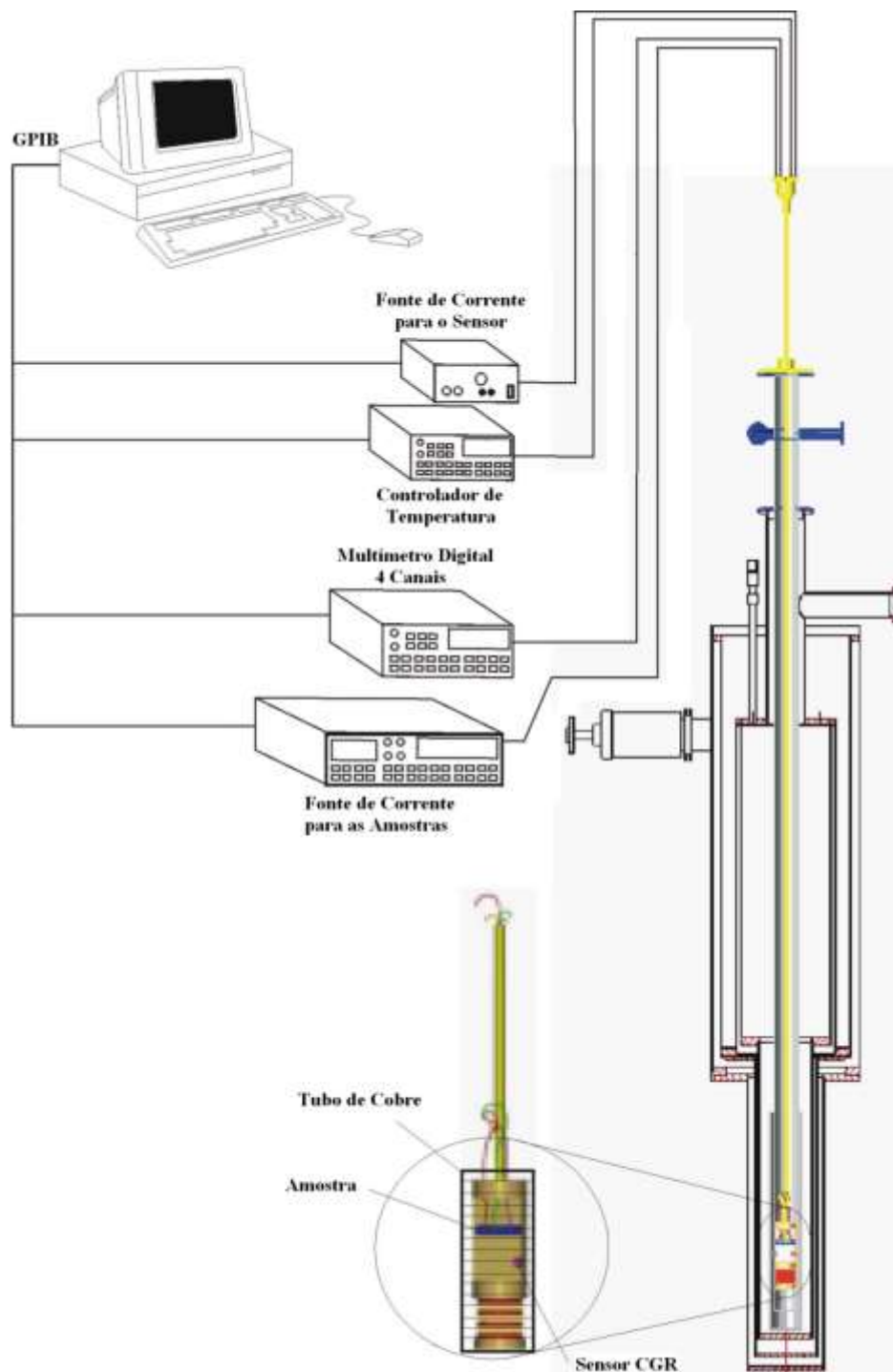
ORIENTAÇÕES PARA O RELATÓRIO DO EXPERIMENTO 5

Faça o relatório seguindo as diretrizes entregues com o Roteiro para o Laboratório 1, não esquecendo de incluir:

- 1) Na INTRODUÇÃO OU OBJETIVOS, destaque os objetivos e as motivações para o estudo deste experimento, como por exemplo: entender qualitativamente e quantitativamente a Supercondutividade, o manuseio e uso dos criogênicos e as montagens experimentais.
- 2) No MODELO TEÓRICO, explique o que é o efeito Meissner, quais são as características dos supercondutores, o que são supercondutores de baixa e alta temperatura crítica, informações e cálculos sobre as medidas experimentais, etc.



- 3) Na METODOLOGIA EXPERIMENTAL, descreva detalhadamente como o experimento foi realizado (todas as partes), qual foi o aparato experimental usado, informações e cálculos sobre as medidas experimentais, etc. Esteja atento aos detalhes.
- 4) Nos RESULTADOS E ANÁLISE DOS DADOS, Nos Resultados, apresente as curvas de condutividade em função da temperatura das amostras medidas, faça uma avaliação dos fenômenos observados e da importância da criogenia para o bom funcionamento dos supercondutores.



Representação esquemática do sistema de medidas de temperatura crítica e resistividade elétrica.