

1305

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA

CARACTERIZAÇÃO DE FIOS SUPERCONDUTORES
MULTIFILAMENTARES DE NbTi

Geni Vellego

SBI-IFUSP



305M810T1305

Dissertação apresentada ao
Instituto de Física da Universidade de
São Paulo para a obtenção do título de
Mestre em Ciências.



Defesa em 15/04/88

São Paulo
1988

*Frank P. Murell
Oscar Ferreira de Lima
Dir. de Inf.*

537.623

V 436c

M

e.1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Vellego, Geni

Caracterização de fios supercondutores multifila-
mentares de NbTi. São Paulo, 1988.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de São Pau-
lo. Instituto de Física. Departamento de Física dos
Materiais e Mecânica.

Área de Concentração: Física do Estado Sólido.

Orientador: Prof.Dr. Nei Fernandes de Oliveira Jr.

Unitermos: 1.Supercondutores; 2.Fios de NbTi; 3.
Caracterização; 4.Corrente crítica.

USP/IF/SBI - 16/88

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer à Pirelli pela oportunidade de usar este trabalho, em especial ao Enq. Carmine Taralli, gerente do Centro Engenharia Cabos, pelo grande incentivo e muitas sugestões, ao Enq. José Miquel A. Chaddad, ex-gerente do Projeto Supercondutores, ao Enq. Vainer Grizante Jr., atual gerente deste projeto, ao César A. Filipini, responsável pela fabricação dos fios e a toda a equipe envolvida, aos meus colaboradores Saran, Simone, Yara e Renato, e a todos os meus colegas no Centro Engenharia Cabos, pelo interesse e incentivo.

No IFUSP, ao Prof. Nei, pela orientação, incentivo, entusiasmo e presença constantes. ao Prof. Valdir Bindilatti, pela elaboração da primeira versão do programa no HP 85-B e constante assistência, ao Prof. Frank P. Missell, que iniciou este trabalho, às equipes técnica e administrativa do departamento, em particular ao Paulinho, ao Jaime, ao Walter, à Marisa e ao Flávio, e a todos os meus colegas, pelo interesse e incentivo.

Na Unicamp, aos Profs. Daltro G. Pinatti, Oscar F. Lima e Sérgio Gama, pela sua contribuição à minha formação em Supercondutividade.

No BNL, aos Drs. William B. Sampson, Meyer Garber e Arup Ghosh, pela realização de medidas em fios Pirelli e pelas longas e úteis discussões.

E também aos nossos consultores Charles Laverick e Martin Wells, pelas sugestões e discussões.

A minha mãe, pelo apoio total. Ao meu pai e ao meu irmão, pelo apoio total e pelas figuras. Ao Fernando, pelo apoio total e pela paciência.

I N D I C E

RESUMO.....	i
ABSTRACT.....	ii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. CARACTERÍSTICAS RELEVANTES NO PROJETO DOS FIOS PIRELLI.....	3
2.1 INTRODUÇÃO.....	3
2.2 CURVA $I_c \times H$ EM HEI TO LIQUIDO.....	3
2.3 CURVA $V \times I$	4
2.4 PARAMETRO DA TRANSIÇÃO RESISTIVA n	6
2.5 OUTROS PARAMETROS.....	9
3. ALGUMAS CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS.....	10
3.1 INTRODUÇÃO.....	10
3.2 SUPERCONDUTORES DO TIPO I E DO TIPO II.....	10
3.3 REDE DE FLUXOIDES DE ABRIKOSOV.....	14
3.4 "FLUX PINNING" E MODELO DO ESTADO CRÍTICO.....	17
3.5 ESTABILIDADE DE UM FIO SUPERCONDUTOR.....	19
4. O TRABALHO DO NBS NA PADRONIZAÇÃO DE MEDIDAS DE I_c	20
4.1 OBJETIVO.....	20
4.2 O CERTIFICADO.....	20
4.3 MÉTODO DE TESTE DO NBS.....	21
5. DESCRIÇÃO DO SISTEMA DE MEDIDA DE $I_c \times H$ NO IFUSP.....	23
5.1 DESCRIÇÃO GERAL.....	23
5.2 DISPOSITIVOS PORTA-AMOSTRAS.....	23
5.3 CARRETEIS PARA ENROLAMENTO DA AMOSTRA.....	26
5.4 ENROLAMENTO BIFILAR E MONOFILAR.....	27
5.5 MEDIDA DO CAMPO MAGNÉTICO.....	28
5.6 MEDIDA ELÉTRICA E AQUISIÇÃO DOS DADOS.....	30
6. TESTES E UTILIZAÇÃO INICIAL DO SISTEMA.....	36
6.1 INTRODUÇÃO.....	36
6.2 FIO PIRELLI 181 FILAMENTOS.....	37
6.3 FIO MCA 367 FILAMENTOS.....	38
6.4 FIO PIRELLI 1 24 FILAMENTOS.....	39
6.5 FIOS PIRELLI B, 2R E NV2 24 FILAMENTOS.....	42
6.6 LIMITE EXTRINSECO DOS FIOS PIRELLI 24 FILAMENTOS.....	43
6.7 $n \times H$ DOS FIOS PIRELLI 24 FILAMENTOS E VAC F-24.....	46
6.8 I_{c0} , RRR E $Cu:NbTi$ DOS FIOS PIRELLI 24 FILAMENTOS.....	50
6.9 AMOSTRA PADRÃO DO NBS.....	55
7. CONCLUSÃO.....	57
8. REFERÊNCIAS.....	58

RESUMO

A Firelli está desenvolvendo fios supercondutores multifilamentares de NbTi, com capacidade de até 500 A, para aplicação em magnetos para formação de imagens médicas por ressonância magnética nuclear (MRI) e para pequenos magnetos de pesquisa. A Firelli e o IFUSP desenvolveram um sistema para a caracterização destes fios, que permite a realização de medidas, com a mesma qualidade de laboratórios como o Brookhaven National Laboratory (BNL) e o National Bureau of Standards (NBS) americanos. Em particular, a medida da corrente crítica em função do campo magnético aplicado, em hélio líquido, deve ser de alta sensibilidade, para que se possa aplicar os critérios mais modernos de corrente crítica, envolvendo resistividades da ordem de 10^{-12} ohm-cm. Serão descritos os métodos de medida de corrente crítica em função do campo, da razão entre as resistividades do fio a 295 K e a 10 K, e da relação entre as áreas de cobre e de NbTi nos fios. Serão apresentados e discutidos os primeiros resultados obtidos, em fios Firelli e de outros fabricantes, inclusive em uma amostra padrão do NBS. Estes resultados são de qualidade comparável aos obtidos no BNL ou no NBS, em amostras dos mesmos fios, e assim o sistema deverá ser muito útil no programa de desenvolvimento de fios supercondutores na Firelli.

ABSTRACT

Pirelli is developing superconducting multifilamentary NbTi wires, with current carrying capacities of up to 500 A, for use in magnetic resonance imaging (MRI) systems and in small research magnets. Pirelli and IFUSP have developed a system for assessing wire performance, whose quality is comparable to the equivalent systems at the Brookhaven National Laboratory (BNL) and at the National Bureau of Standards (NBS). In particular, a high sensitivity is required for critical current measurements, so that the modern criteria for definition of critical current can be used. These involve conductor resistivities of the order of 10^{-12} ohm-cm. The methods of measurement of critical current in applied magnetic fields, of residual resistance ratio and of copper to superconductor ratio are described. The results of the first tests performed in Pirelli wires and in wires of other manufacturers are described. These include tests on a NBS standard reference material. These results are of the same quality as results obtained at BNL or NBS on the same wires. So this system can be very useful throughout the Pirelli program.

1. INTRODUÇÃO

Este trabalho é parte do programa de desenvolvimento de fios supercondutores multifilamentares de NbTi na Pirelli Brasileira. A Pirelli tem interesse em desenvolver inicialmente fios com capacidade de até 500 A, para aplicação em magnetos para formação de imagens médicas por ressonância magnética nuclear (MRI) e para pequenos magnetos de pesquisa.

Nos últimos anos, as características dos fios supercondutores vêm sendo significativamente melhoradas. Por exemplo, no fim da década de 70, os melhores fios comerciais fabricados no mundo apresentavam densidades de corrente crítica da ordem de 2200 A/mm² a 5 T, enquanto que hoje este valor já subiu para 4000 A/mm² (Supercon, USA). Isto foi possível graças a um exaustivo trabalho de otimização de materiais e processos, em ambas as escalas de laboratório e de indústria, realizado em vários centros de pesquisa, dos quais o mais famoso é talvez o Applied Superconductivity Center da Universidade de Wisconsin-Madison. Os critérios de otimização resultantes são essencialmente empíricos e foram determinados para um certo processo de fabricação [1], que em linhas gerais já era ou acabou sendo adotado por todos os fabricantes importantes. Este processo começa com a estiragem de um monofilamento de NbTi, que é um fio de NbTi com uma capa de cobre, de seção redonda ou hexagonal. Ele é estirado a frio até um diâmetro típico de 3 mm e cortado em vários pedaços. Estes são montados em um "billet" de cobre puro, tipicamente com diâmetro de 200 mm e comprimento de 400 mm, que é então evacuado e selado por solda de feixe de elétrons. A seguir o "billet" é extrudado a quente, até um diâmetro final típico de 50 mm; a partir daí, ele é deformado em um "draw bench", depois trefilado e submetido a vários tratamentos térmicos seguidos de trefilação. Durante a última etapa de trefilação, o fio é torcido. Finalmente, ele é esmaltado.

O processo adotado pela Pirelli [2] e [3], é diferente do processo acima. Não existem no Brasil as prensas necessárias para a extrusão e a Pirelli optou pelo desenvolvimento de um processo adequado às suas facilidades de trefilação e solda. O processo também começa com a produção de um monofilamento de NbTi. Pode-se estirar um fio de NbTi com capa de cobre de seção redonda, até um diâmetro da ordem de 1 mm, ou então estirar um fio de NbTi e recobri-lo com uma fita de cobre puro, soldada continuamente, e o diâmetro final também é da ordem de 1 mm. Os monofilamentos são cortados em vários pedaços e agrupados dentro de um tubo de cobre puro, que é então deformado em uma "swage" ou trefilado diretamente. O fio pode ser novamente cortado em pedaços e estes reagrupados em um tubo de cobre, e prossegue-se a deformação e o reagrupamento até se obter o número final de filamentos. O fio é então trefilado e submetido a uma série de tratamentos térmicos seguidos de trefilação, etc., como no

processo acima. O processo adotado pela Firelli, por ser contínuo, permite a obtenção de fios mais longos que no outro processo, onde o comprimento do fio é limitado pelas dimensões do "billet".

A Firelli e o IFUSP desenvolveram um sistema para a caracterização dos fios fabricados na Firelli, que permite a realização de medidas, com a mesma qualidade de laboratórios como o Brookhaven National Laboratory e o National Bureau of Standards americanos. Em particular, a medida da corrente crítica I_c em função do campo magnético aplicado H , em hélio líquido, deve ser de alta sensibilidade, para que se possa aplicar os critérios mais modernos de corrente crítica, envolvendo resistividades da ordem de 10^{-12} ohm-cm.

Nesta monografia, será feita uma descrição do sistema e serão apresentados os resultados dos testes iniciais do sistema. Os principais parâmetros a serem medidos serão introduzidos no Capítulo 2. No Capítulo 3 será apresentado um resumo dos aspectos pertinentes das teorias fenomenológicas de corrente crítica. No Capítulo 4 será descrito o trabalho do National Bureau of Standards, referente à seleção, teste e distribuição de uma amostra padrão para a homologação de sistemas de medida de corrente crítica. Foi adquirido um lance desse padrão para testar o sistema desenvolvido aqui. A descrição do sistema será feita no Capítulo 5. E no Capítulo 6 serão apresentados e discutidos os resultados de medidas realizadas em fios Firelli e de outros fabricantes, incluindo a amostra padrão do NBS, e os resultados serão comparados entre fios e entre laboratórios.

2. CARACTERÍSTICAS RELEVANTES NO PROJETO DOS FIOS FIRELLI

2.1 INTRODUÇÃO

Estes fios se destinam a aplicações em corrente contínua. Nessas condições, o seu comportamento eletromagnético em campos e correntes aplicados pode ser bem descrito por uma curva característica de corrente crítica em função do campo magnético aplicado, na temperatura de operação, que é a do hélio líquido (4.2 K à pressão atmosférica). A corrente crítica é a máxima corrente que o fio suporta no estado supercondutor. Ela é função do campo, da orientação no campo, da temperatura e da micro-estrutura, entre outras variáveis. O seu valor não é bem definido e depende de critério, sendo que não há um critério universalmente adotado. Ela é normalmente determinada a partir da transição resistiva. Neste capítulo serão descritas as curvas típicas de $I_c \times H$ e de $V \times I$ de um fio supercondutor, e serão introduzidos o parâmetro da transição resistiva n , a corrente de quenching I_q , a razão entre as resistividades do condutor a 295 K e a 10 K, RRR, e a razão entre as áreas de cobre e de supercondutor, Cu:SC.

2.2 CURVA $I_c \times H$ EM HELIO LIQUIDO

Convencionou-se, entre os fabricantes de fios e cabos, especificar sempre a curva $I_c \times H$ com I ortogonal a H . Esta é em geral a orientação preferencial nos magnetos e, mais importante, nesta orientação a corrente crítica é mínima. A mesma convenção é adotada aqui.

Na Fig. 1 [4] estão apresentadas uma reta de carregamento de um típico solenóide para pesquisa e uma curva típica para um fio de NbTi que seria usado no enrolamento do solenóide. O solenóide poderá operar no máximo até o valor de corrente dado pela interseção entre a sua reta de carregamento e a curva $I_c \times H$ do fio, que neste exemplo é 76 A, correspondendo a um campo gerado de 5.1 T. Portanto, para dado solenóide, quanto maior é $I_c(H)$ do fio usado no enrolamento, maior será o campo produzido pelo solenóide.

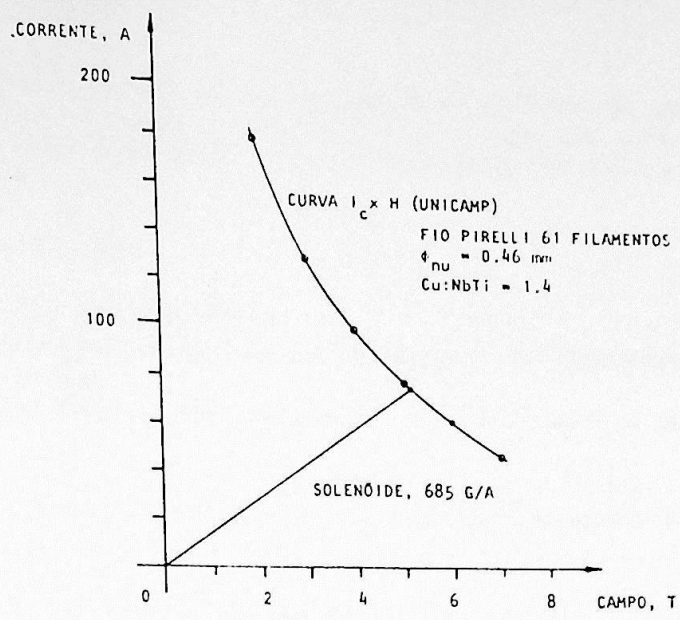


Fig. 1 - Curva $I_c \times H$ de um fio de NbTi e curva de carregamento de um pequeno solenóide para pesquisa [4]

2.3 CURVA $V \times I$

A corrente crítica do fio, em dado campo, e no caso, na temperatura do hélio líquido, é normalmente determinada a partir da transição resistiva. Esta, porém, não é abrupta (V. Fig. 2), o que provavelmente se deve a não-homogeneidades nas propriedades supercondutoras, ao longo de cada filamento [5], [6], [7].

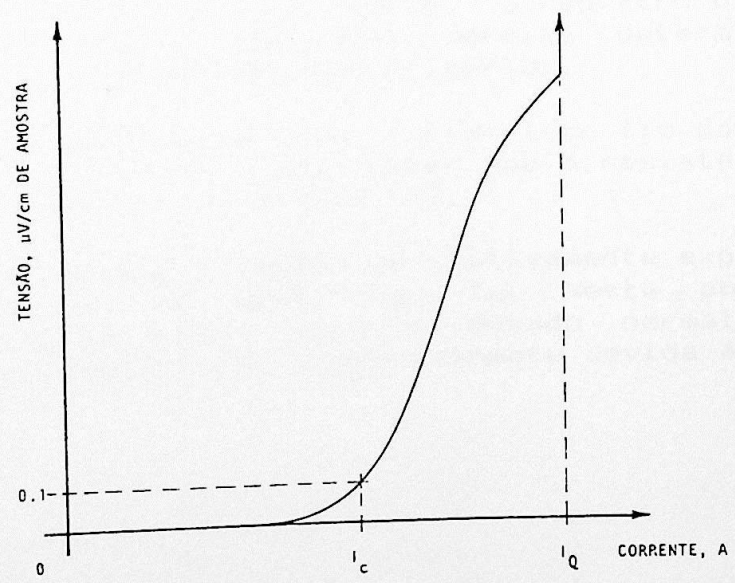


Fig. 2 - Curva típica $V \times I$ de um fio supercondutor prático na região da transição

Assim, a corrente crítica I_c pode ser definida arbitrariamente, ou em termos de um campo elétrico ao longo de uma amostra do fio [8], ou em termos de uma resistividade efetiva, definida da maneira usual [9]:

$$\rho = VA / LI \quad (1)$$

onde V é a tensão na amostra

L é o comprimento da amostra entre os terminais de tensão

I é a corrente

A é a seção total de condutor (incluindo a matriz de cobre)

Na faixa $\rho = 10^{-14} \dots 10^{-11}$ ohm-cm, a curva $\rho \times I$ é reversível e pode ser bem aproximada pela seguinte equação [9]:

$$\rho = a I^n \quad (2)$$

onde n pode variar desde 10 até valores superiores a 100.

Analogamente, para um critério de campo elétrico, tem-se:

$$V = a' I^{n+1} \quad (3)$$

Para $\rho \leq 10^{-12}$ ohm-cm, a dissipação é aceitavelmente baixa, mesmo em grandes magnetos impregnados [10]. Assim, surgiu o seguinte critério para a corrente crítica, proposto originalmente por Sampson et al em [10] e hoje amplamente adotado:

$$\rho(I_c) = 10^{-12} \text{ ohm-cm} \quad (4)$$

Por exemplo, para um fio de 1 mm de diâmetro e para uma corrente crítica da ordem de 500 A, o critério acima corresponde a um campo elétrico de 0.06 micro-V/cm. Assim, o registro da curva $V \times I$ com uma sensibilidade adequada, permite determinar e comparar valores de I_c para diferentes critérios.

Entre cerca de 10^{-11} ohm-cm e um valor variável de fio para fio, a curva $V \times I$ é linear, com inclinação menor que a resistência da matriz por até duas ordens de grandeza [5].

O valor de corrente em que a tensão definitivamente explode, é conhecido como corrente de quenching, I_q . Neste ponto, o material reverte completamente para o estado normal, e a resistência elétrica passa a ser essencialmente devida à matriz (normalmente de cobre).

2.4 PARAMETRO DA TRANSIÇÃO RESISTIVA n

Este parâmetro é o expoente definido nas relações (2) e (3) acima. Quanto maior n , mais abrupta é a transição. Este parâmetro também é conhecido como índice de qualidade do filamento, porque, segundo estudos recentes [11], [12], [13], existe uma correlação entre n e a qualidade do filamento.

Esta correlação se aplica a fios nominalmente idênticos e com a mesma história metalúrgica, nos quais porém as causas de irregularidades nos filamentos não podem ser controladas. Assim é que, nos fios com I_c alta, os filamentos são regulares e n é alto. E nos fios com I_c baixa, os filamentos normalmente são irregulares (seção não-uniforme) e n é baixo. Na Fig. 3, reproduzida de [13], está apresentada a variação de n com J_{c0} , que é a densidade de corrente crítica referente à área de supercondutor apenas. Os valores de J_{c0} foram medidos a 5T. Todos os fios têm as mesmas dimensões e o mesmo tratamento metalúrgico, porém a uniformidade dos filamentos varia de fio para fio. O diâmetro dos filamentos é da ordem de 2-3 microns. Observa-se claramente uma tendência ao aumento de J_{c0} com n .

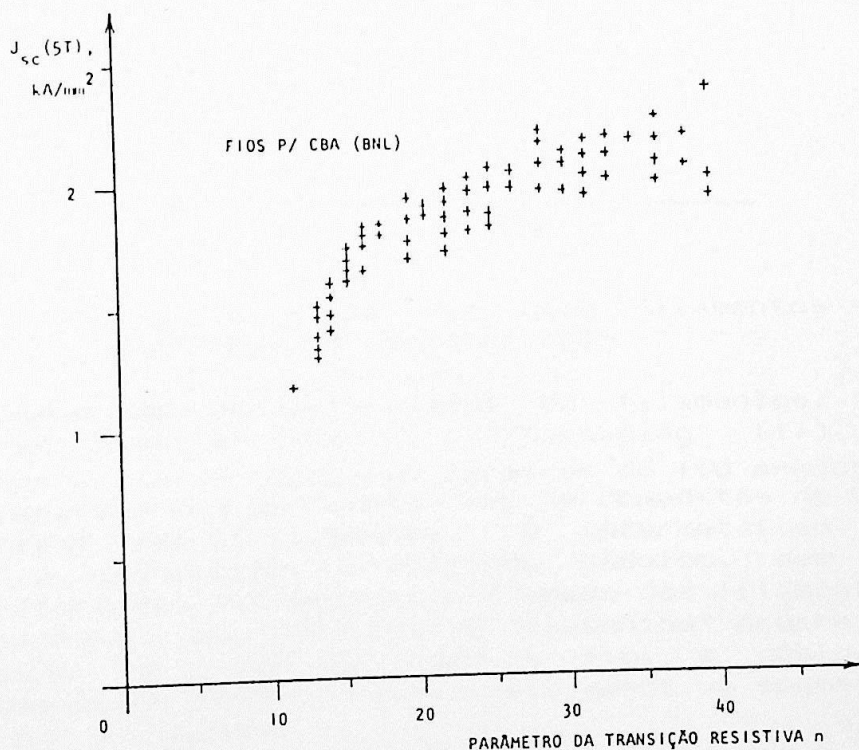


Fig. 3 - $J_{c0}(5T) \times n$ para fios com mesmas especificações, porém com diferentes graus de "sausadino" [13]

É possível obter fios com n alto e J_{c0} baixo. Estes fios teriam filamentos regulares, porém J_{c0} não estaria otimizada.

Na Fig. 4, também reproduzida de [13], está ilustrada a variação de n com H , para 3 fios da figura anterior. O fio com J_{c0} mais valores altos de H (8...10 T), n tende a um valor constante com J_{c0} . Por isso, na literatura [6], [11], [13] é costume usar indistintamente as expressões "fios com n alto" e "fios com variação abrupta de n com H "; e analogamente, "fios com n baixo" e "fios com n constante com H ".

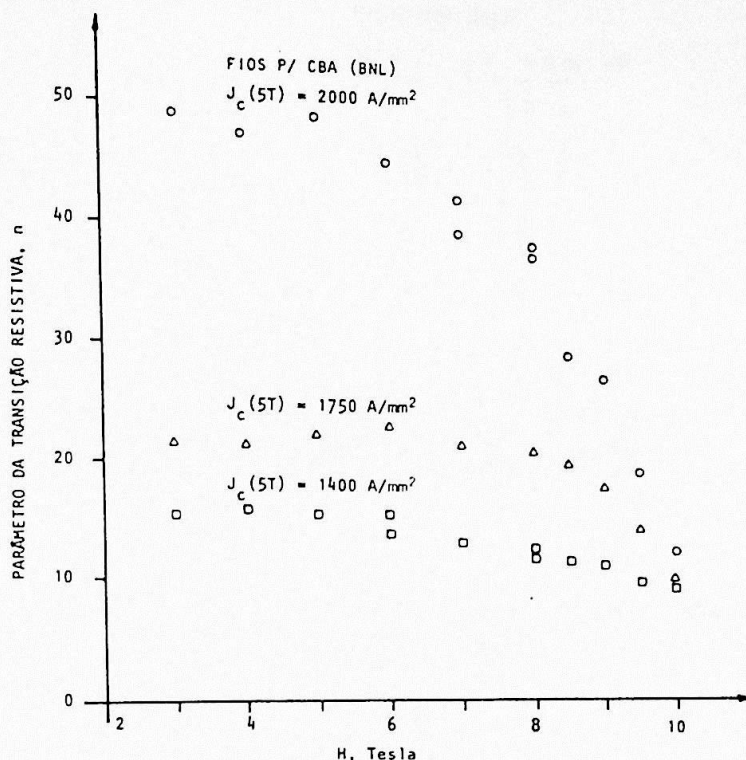


Fig. 4 - $n \times H$ de fios com filamentos de uniformidade variável [13]

A causa mais comum de irregularidades de filamentos, em diâmetros inferiores a 10 microns, é o "sausaging" [11]. A extrusão do "billet" e os tratamentos térmicos do fio produzem uma quantidade significativa de partículas de compostos de Cu-Nb-Ti, na interface matriz-filamento. O intermetálico se aglomera durante a trefilação, produzindo nódulos, que se incrustam na superfície dos filamentos, e a seção dos filamentos é reduzida na vizinhança dos nódulos. O "sausaging" ocorre de maneira generalizada ao longo de todo o fio, e qualquer micrografia com aumento de 1000 X, revela pelo menos um segmento de seção reduzida por filamento.

Na Fig. 5, também reproduzida de [13], está ilustrada a variação de n com J_{c0} . São apresentadas as transições resistivas para um mesmo fio em várias etapas da trefilação. O diâmetro inicial é de 9 microns e corresponde à curva da direita. As medidas foram repetidas aos 4.6, 2.3 e 1.3 microns, da direita para a esquerda na Fig. 5. O campo é de 5 T. A medida em que o fio foi sendo

trefilado, o "sausaging" foi produzindo variações significativas na seção dos filamentos, ao longo de cada filamento. Isto foi confirmado a partir de micrografias.

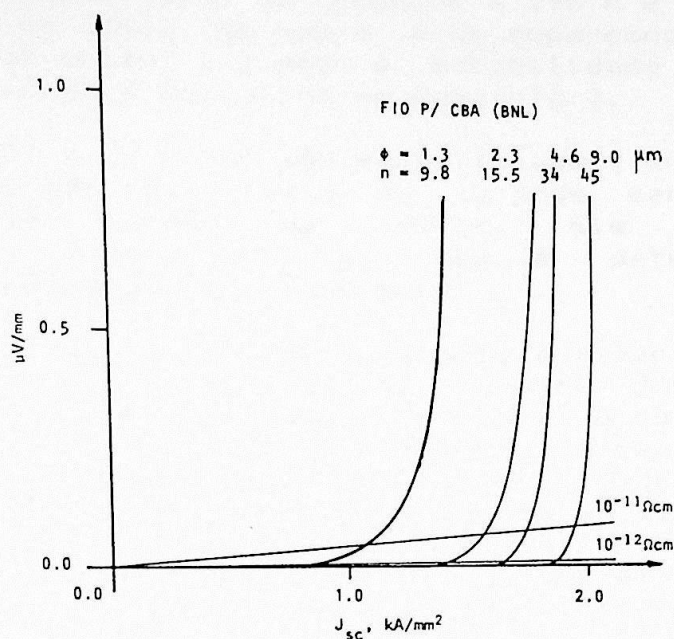


Fig. 5 - Transições resistivas para uma série de fios trefilados. Os diâmetros médios de filamentos são, da direita para a esquerda, 9.0, 4.6, 2.3 e 1.3 microns, $H=5$ T, $T=4.23$ K, $Cu:NbTi=1.7$ [13]

Em princípio, a deformação adicional dada aos fios com filamentos de 9 microns, deveria estar aumentando J_{sc} . Isto será visto no Capítulo 3. Na situação em que J_{sc} é máxima, ao longo do processo de deformação do fio, diz-se que foi atingido o limite extrínseco do fio. Assim, enquanto se esperava medir $I_c = J_{sc} \times S_{sc}$, mede-se $i_c < I_c$. O valor que vai para o gráfico é $J_{sc} = (i_c / S_{sc}) < J_{sc}$. Assumindo que a seção característica é $S_{sc} < S_{sc}$, devido ao "sausaging", então ainda se tem o valor intrínseco $J_{sc} = i_c / s_{sc}$. Ao mesmo tempo, n diminui com a deformação. Isto tem a seguinte interpretação estatística [5], [6], [7]: o início da transição resistiva se caracteriza pela transferência de corrente à matriz, nos segmentos (de cada filamento) onde a seção dos filamentos é mais reduzida, ou seja, nos segmentos onde I_c é menor. Quanto mais dispersa é a distribuição das seções, mais dispersa é a distribuição de I_c , e mais larga é a transição, portanto menor é o valor de n .

Estas correlações são úteis para a otimização das propriedades dos fios supercondutores.

2.5 OUTROS PARAMETROS

Outros parâmetros de interesse são a corrente de quenching I_Q , a razão entre as resistividades do condutor a 295 K e a 10 K, RRR, e a razão entre as áreas de cobre e de supercondutor, Cu:SC. Estes 3 parâmetros estão ligados à estabilidade do fio. A estabilidade do fio será discutida no Capítulo 3.

Os valores de RRR e de Cu:SC são especificados, enquanto que o de I_Q normalmente não é. O valor de I_Q pode ser obtido com sensibilidades da ordem de mV/cm. Ele pode ser significativamente maior que I_c , que é determinado com sensibilidade da ordem de 0.1 micro-V/cm.

A resistividade do condutor a 295 K permite estimar Cu:SC, porém o resultado é muito sensível à escolha dos parâmetros envolvidos, como as resistividades do cobre e do NbTi [14]. A temperatura crítica do NbTi é cerca de 9 K. A resistividade do condutor a 10 K é essencialmente a resistividade residual do cobre e é tanto menor quanto maior é a pureza do cobre e menor é a quantidade de defeitos cristalinos. A idéia de especificar RRR provavelmente [15] está ligada ao fato de que alta RRR implica em alta condutividade térmica do cobre, e portanto em melhor estabilidade.

Os valores de RRR são especificados na faixa 60...100, em campo zero, e são facilmente alcançáveis com cobre OFHC, que é o cobre normalmente usado na fabricação de condutores.

3. ALGUMAS CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

3.1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo serão abordados os aspectos mais relevantes das teorias fenomenológicas de corrente crítica. Na seção 3.2 serão descritos e comparados os supercondutores do tipo I e do tipo II. Os supercondutores do tipo II têm interesse tecnológico, devido às suas correntes críticas e campos críticos relativamente altos e ao fato da corrente crítica poder ser maximizada pela alteração da micro-estrutura. Assim, na seção 3.3, será descrita a distribuição microscópica do fluxo magnético no interior de um supercondutor do tipo II, conhecida como rede de fluxóides, e será visto que ela interage com uma corrente de transporte. Esta interação corresponde a uma força de Lorentz, que tende a fazer a rede de fluxóides mover-se, induzindo um campo elétrico no interior do supercondutor. Isto caracteriza o estado crítico do supercondutor. Na seção 3.4 será descrito o princípio geral de ancoramento de fluxo, ou de "flux pinning". Quanto mais eficaz é o "pinning", mais alta é a corrente crítica do supercondutor. Os mecanismos ainda não são bem conhecidos, e provavelmente ainda não se atingiu um limite intrínseco para nenhum material supercondutor. Finalmente, na seção 3.5, serão introduzidos alguns princípios de estabilidade de fios supercondutores. Será visto que os fios supercondutores precisam ser feitos na forma de compósitos multifilamentares e preferivelmente torcidos.

A seção 3.2 foi baseada em [16] e [17], a seção 3.3 em [17] e [18], a seção 3.4 em [19] e a seção 3.5 em [20].

3.2 SUPERCONDUTORES DO TIPO I E DO TIPO II

Para ambos os tipos de supercondutor, a supercondutividade está definida apenas dentro de uma superfície crítica, cujos eixos são a temperatura T , o campo magnético H e a corrente de transporte I . Na Fig. 6, reproduzida de [20], está representada a superfície crítica de um fio típico de NbTi, que é um supercondutor do tipo II.

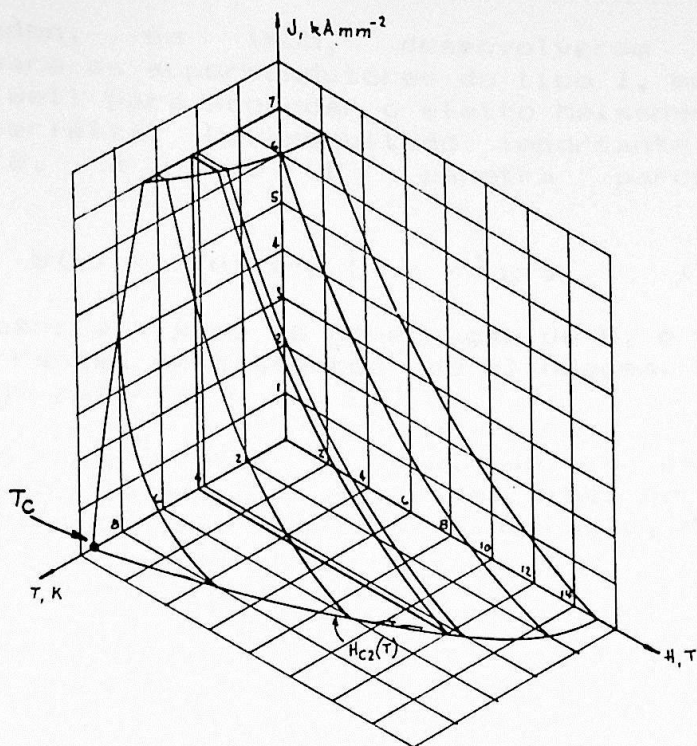


Fig. 6 - Superfície crítica de um fio de NbTi [20]

Nos supercondutores do tipo I, a corrente crítica é aquela que produz o campo crítico H_c na superfície do supercondutor. A corrente crítica é reduzida pela aplicação de um campo externo H , porque o campo que ela agora tem que produzir é apenas a diferença $H_c - H$. A variação de I_c com H é linear e, no caso de um fio longo e retilíneo, é dada por:

$$I_c(H) = 5r (H - H_c) \quad (5)$$

onde r é o raio do fio, em cm
 H em G, $1G = 10^{-4}T$
 I_c em A

Nos supercondutores do tipo II, a relação (5) vale apenas até um campo crítico H_{c1} . Para $H > H_{c1}$, $I_c(H)$ não tem uma forma simples, como pode ser visto nas Figs. 1 e 6 ($H_{c1} < 1T$), e $I_c(H)$ depende fortemente da micro-estrutura do fio. É possível fabricar amostras de NbTi com $I_c(H > H_{c1})$ praticamente nula, e ao mesmo tempo existem fios comerciais com $I_c(5T) = 4000 \text{ A/mm}^2$, com a mesma composição de NbTi.

Os supercondutores do tipo I são condutores perfeitos ($\rho = 0$) e também apresentam o efeito Meissner, que é a expulsão total do fluxo magnético do interior do supercondutor, na transição do estado normal para o estado supercondutor, mesmo sem a variação do fluxo aplicado. Assim, no supercondutor do tipo I:

$$B = 0 \quad (6)$$

Os irmãos London, em 1935, desenvolveram uma teoria eletrodinâmica para os supercondutores do tipo I, modificando as equações de Maxwell para acomodar o efeito Meissner e assumindo condutividade perfeita. Um resultado importante, verificado experimentalmente, é que B penetra parcialmente no supercondutor:

$$B(x) = B(0) \exp [-x / \lambda_L] \quad (7)$$

onde λ_L é a distância típica de penetração de B , e é também onde circulam as correntes persistentes de blindagem. O seu valor é característico do material.

Outro resultado importante é que, se o campo penetra parcialmente, então a energia livre de Gibbs por unidade de volume do supercondutor, na região de penetração, diminui em:

$$-1/2 \mu_0 H^2 \quad (8)$$

Se o diamagnetismo fosse completo, a energia livre por unidade de volume aumentaria de:

$$G_{cd}(H) - G(0) = 1/2 \mu_0 H^2 \quad (9)$$

onde G_{cd} é a energia livre do material completamente diamagnético no campo H

O resultado em (8) indica que, se G diminui em uma região de penetração de campo, então é energeticamente favorável a criação de muitas dessas regiões no interior do supercondutor. Observa-se, porém, que o efeito Meissner é estável e há portanto apenas uma dessas regiões.

Para resolver este problema, Pippard, em 1953, sugeriu a seguinte extensão: um portador de carga saindo de uma região normal ou do vácuo e entrando em uma região supercondutora, só consegue mudar a sua função de onda normal para uma supercondutora, após vencer uma distância ξ , característica do material. Assim, quando se aplica $H < H_c$ a um material supercondutor, um volume proporcional a $\xi \times$ área da superfície S fica normal, e assim a energia do supercondutor aumenta, nesta superfície, de:

$$1/2 \mu_0 H_c^2 \xi S = G_n(0) - G_s(0) \quad (10)$$

que é a diferença entre as energias, em campo zero, no estado normal e no estado supercondutor, ou energia de condensação.

Ao mesmo tempo, o campo penetra no supercondutor uma distância λ , assim a energia em λ diminui de:

$$-1/2 \mu_0 H^2 \lambda S \quad (11)$$

Assim, a energia da interface é:

$$a_{nm} = 1/2 \mu_0 S (H_c^2 \xi - H^2 \lambda) \quad (12)$$

Segundo Pippard, nos metais puros tem-se $\xi \gg \lambda$, portanto $a_{nm} > 0$ e assim o efeito Meissner é estável. Se $\xi < \lambda$, o efeito Meissner só é estável até um certo valor de H, após o que $a_{nm} < 0$.

Ginzburg e Landau, em 1950, desenvolveram a função de Gibbs para um supercondutor em um campo aplicado H, como uma expansão em potências de $|\psi|^2$, que é a fração dos portadores de carga no estado supercondutor, e levando em conta também os termos devidos à penetração parcial do campo e à variação da energia cinética dos portadores de carga, provocada pela variação espacial da sua função de onda ψ . O equilíbrio é obtido pela minimização de G. Resultam duas equações. A primeira permite o cálculo de ψ em presença de H e a segunda dá a distribuição das supercorrentes.

Ginzburg e Landau introduziram o parâmetro K:

$$K = \lambda / \xi = 2(2)^{1/2} \lambda^2 e \mu_0 H_c / \hbar \quad (13)$$

onde λ e ξ têm o mesmo significado proposto por Pippard
 e é a carga do elétron
 \hbar é a constante de Planck $h/2\pi$

Aqui, $a_{nm} > 0$ se $K < 1/(2)^{1/2}$, e o supercondutor é do tipo I. Se $K > 1/(2)^{1/2}$, o efeito Meissner só é estável até um campo H_{c1} , e para $H > H_{c1}$, o supercondutor se subdivide em muitas regiões supercondutoras e normais e é do tipo II.

Um resultado importante é que existem soluções $|\psi|^2 \neq 0$ para $H_c < H < H_{c2}$ nos supercondutores do tipo II, e a relação entre H_c e H_{c2} é dada por:

$$\int_0^{H_{c2}} (-M) dH = H_c^2/2 \quad (14)$$

A curva de magnetização dos supercondutores do tipo II tem o aspecto indicado na Fig. 7:

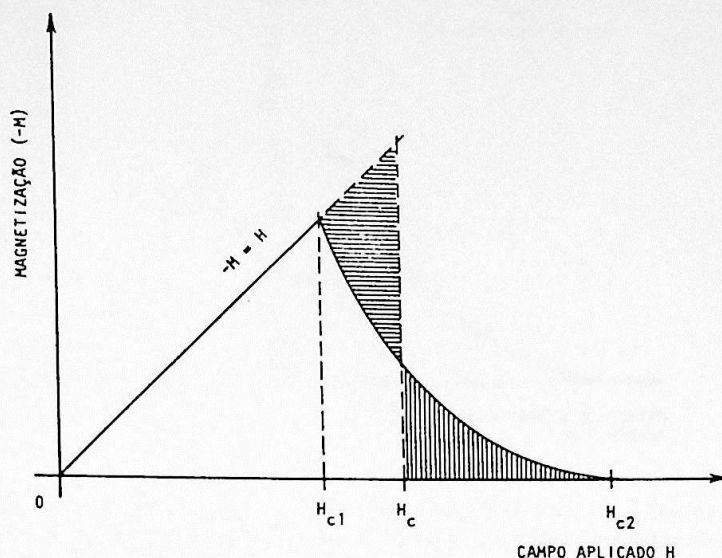


Fig. 7 - Curva de magnetização de um supercondutor do tipo II; as áreas hachuradas são iguais

3.3 REDE DE FLUXOIDES DE ABRIKOSOV

Ginzburg e Landau não estudaram as soluções de suas equações para $\kappa < 1$, o que só foi feito por Abrikosov em 1957. Neste caso, com $\kappa > 1/\sqrt{2}$ e $H > H_{c1}$, regiões normais começam a ser nucleadas na superfície do supercondutor. Estas regiões carregam fluxo magnético e inicialmente movem-se livremente no interior do supercondutor. Aumentando H , mais regiões são nucleadas, o que é favorecido pelo fato de $\kappa < 1$ e de $|\kappa|$ aumentar com H . Assim, B , que era zero em H_{c1} , aumenta, até que as regiões normais se sobrepõem e ocorre a transição para o estado normal, em H_{c2} .

O fluxo magnético deve ser contínuo, assim as regiões normais são contínuas na direção paralela ao campo. Por isso elas também são conhecidas como linhas de fluxo ou fluxóides. Decorre da teoria de Ginzburg-Landau que o fluxo é quantizado e também é mais favorável um quantum único:

$$\phi_0 = h/2e \quad (15)$$

Cada fluxóide tem um núcleo contendo elétrons normais, cujo diâmetro é 2ξ , e o quantum de fluxo é mantido por supercorrentes circulares concêntricas, e que decaem através de um raio λ a partir do centro do núcleo (V. Fig. 8):

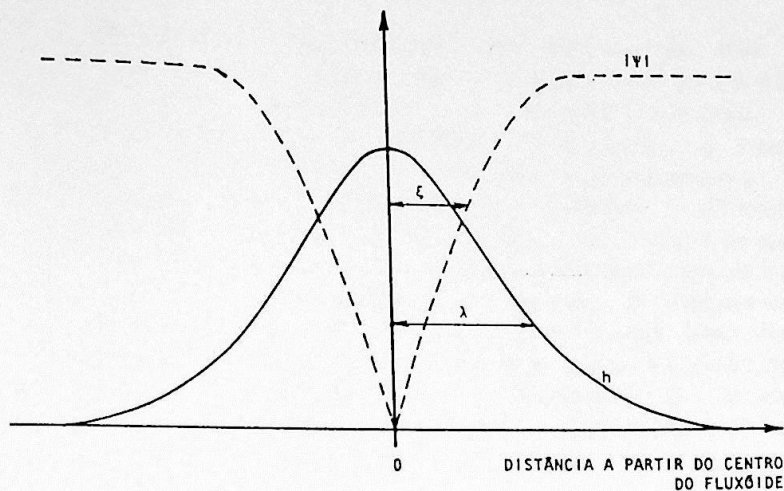


Fig. 8 - Variação do campo magnético local h e de $|\psi|$ através de um fluxóide isolado [17]

Todos os fluxóides carregam fluxo no mesmo sentido, portanto o campo macroscópico B é dado por:

$$B = n \phi_0 \quad (16)$$

onde n é a densidade superficial de fluxóides

O campo B no interior do supercondutor, em função do campo aplicado H , tem o aspecto indicado na Fig. 9:

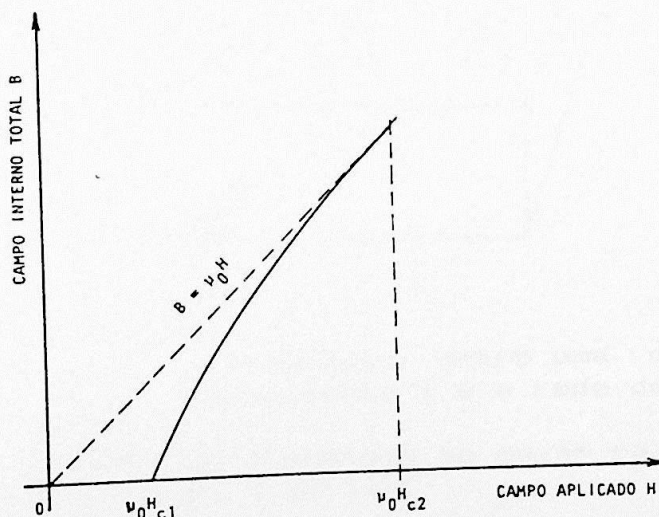


Fig. 9 - Variação do campo macroscópico B no interior de um supercondutor do tipo II, em função do campo aplicado H

Os fluxóides se repelem, porque todos eles carregam fluxo no mesmo sentido. O arranjo mais estável para a rede de fluxóides é

o triangular. Se a densidade de fluxóides deixa de ser uniforme, a interação magnética entre eles age como uma pressão, que os obriga a se mover até recuperar a distribuição uniforme. Assumindo que o movimento dos fluxóides é livre, a redução de H permite a remoção de todos os fluxóides nucleados, e assim a curva de magnetização é reversível. Além disso, se a distribuição é uniforme, então $B = n \phi_0$ é uniforme e H é uniforme, com $\text{rot } H = J_{\text{livre}} = 0$. Este último resultado mostra que, para o supercondutor carregar corrente, é necessário que a rede de fluxóides seja irregular [21]. Para isso são necessários mecanismos que impeçam o movimento livre dos fluxóides. Outra forte razão para o ancoramento dos fluxóides é a de que uma corrente de transporte interage com os fluxóides, produzindo sobre eles uma força de Lorentz (V. Fig. 10):

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \vec{B} \quad (17)$$

onde J é a densidade de corrente de transporte

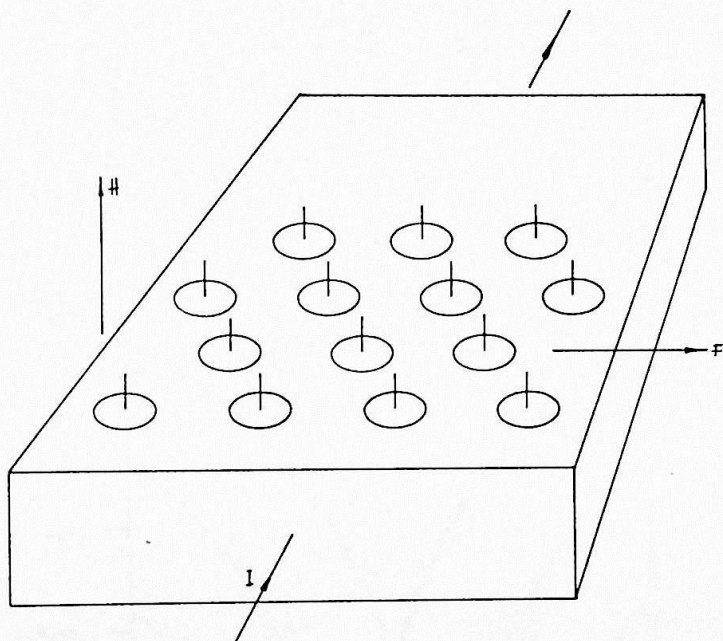


Fig. 10 - Interação entre uma corrente de transporte I e a rede de fluxóides

Se não houver impedimento, os fluxóides se movem na direção da força, e assim induzem um campo elétrico:

$$\vec{E} = \vec{v} \times \vec{B} \quad (18)$$

onde v é a velocidade dos fluxóides.

Portanto, desenvolveu-se uma resistência e a corrente crítica é aquela apenas suficiente para iniciar o movimento dos fluxóides.

O movimento dos fluxóides é conhecido como "flux flow". O ancoramento dos fluxóides é conhecido como "flux pinning".

3.4 "FLUX PINNING" E MODELO DO ESTADO CRÍTICO

O modelo do estado crítico, introduzido por Bean [22] em 1962 e aperfeiçoado por Kim et al [23] em 1963, permite o cálculo da distribuição do fluxo e da corrente no interior de um supercondutor do tipo II. Assume-se que o fluxo tem uma certa profundidade de penetração, que é função do campo aplicado (e da temperatura). As correntes de blindagem e de transporte têm a mesma profundidade de penetração. Além disso, assume-se que a densidade de corrente é sempre crítica, e determinada pelo campo e pela temperatura locais.

Na Fig. 11 estão representados 6 perfis de campo diferentes no interior de um filamento supercondutor. No caso, só há corrente de blindagem. Quando há corrente de transporte, o perfil de campo torna-se assimétrico.

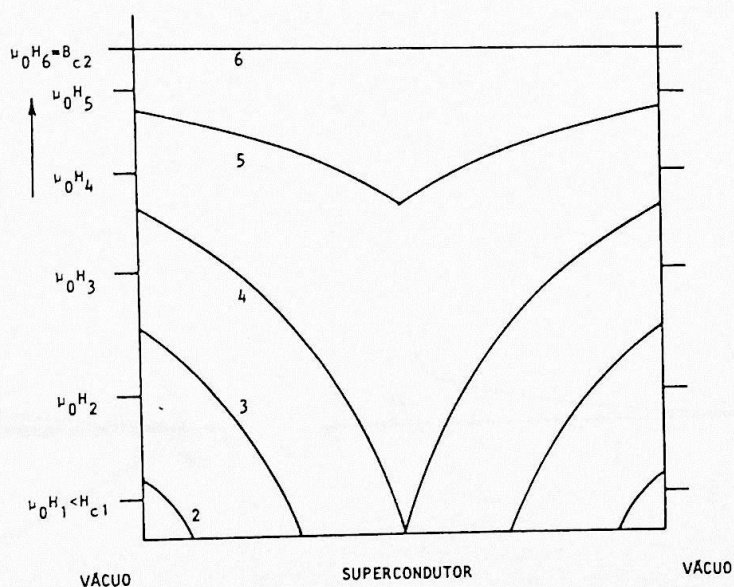


Fig. 11 - 6 perfis de campo no interior de um filamento supercondutor de seção circular e sem corrente de transporte [17]

Qualquer aumento de B ou J provoca o movimento dos fluxóides, ou "flux flow", que podem se redistribuir em um novo estado crítico, ou provocar a transição para o estado normal.

O "flux pinning" inibe o "flux flow" até um certo valor de F_L . Exemplos de centros de "pinning" possíveis são impurezas, imperfeições e contornos de grãos na rede cristalina. A rede de

fluxóides apresenta uma certa rigidez, de forma que o "pinning" de alguns imobiliza todos. O mecanismo de "pinning" varia de material para material.

A reação dos centros de "pinning" faz com que o metal atue como um meio viscoso, de modo que deve-se fornecer energia para manter um fluxóide em movimento. Se esta energia for pequena, o material encontra um novo estado crítico, caso contrário ele reverte para o estado normal. Isto acontece porque o movimento dos fluxóides em um meio viscoso gera calor, e o aumento da temperatura do supercondutor pode fazer com que ele deixe a sua superfície crítica.

A quantidade e a eficácia dos centros de "pinning" dependem fortemente do processo de fabricação do supercondutor. Assim, a corrente crítica não é uma propriedade de uma composição particular, mas depende fortemente da história metalúrgica do supercondutor. Na Fig. 12 estão representadas as curvas de magnetização e de corrente crítica de fios supercondutores feitos do mesmo material, porém com diferentes forças de "pinning". As melhores curvas de $I_c \times H$ correspondem às curvas de magnetização mais histeréticas.

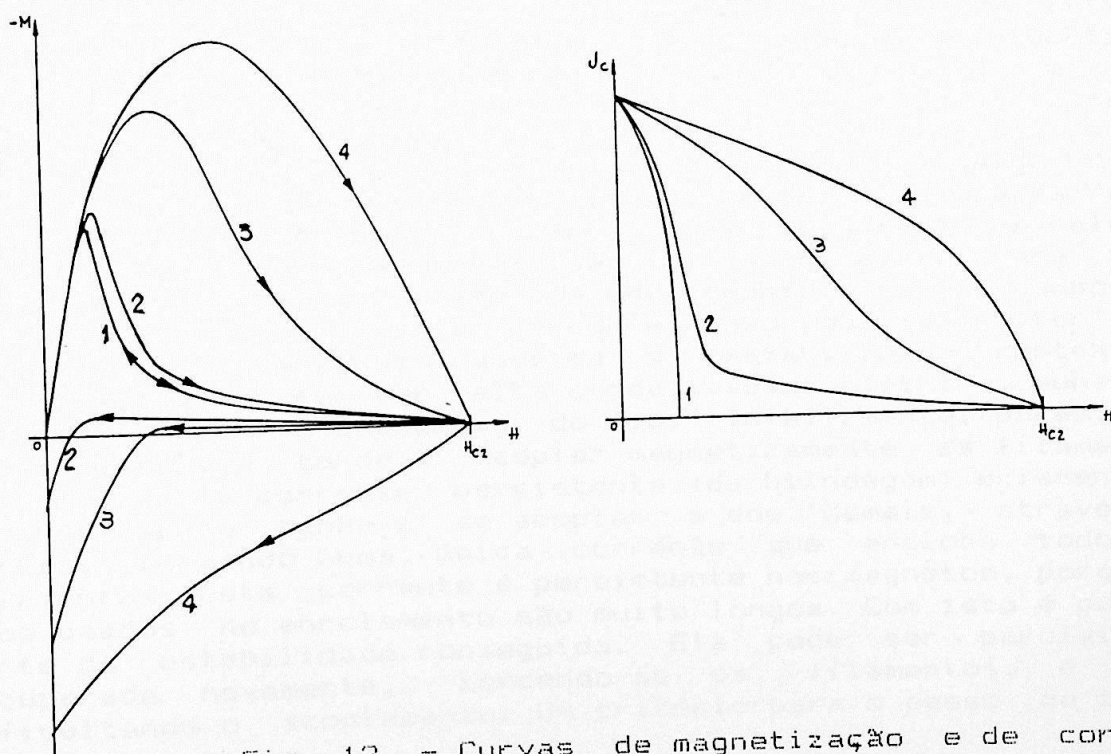


Fig. 12 - Curvas de magnetização e de corrente crítica de fios feitos do mesmo material, porém com forças de "pinning" crescentes da esquerda para a direita [17]

No caso do NbTi, o mecanismo de "flux pinning" mais aceito [24] atualmente é o seguinte: são dados tratamentos térmicos ao fio, entre as trefilações, para precipitar uma fase alfa-Ti, que se

forma como um filme fino nos contornos de grãos. A trefilação subsequente, a frio, permite deformar os precipitados, que se alongam na forma de fitas orientadas na direção da deformação. Esta morfologia permite o bom ancoramento dos fluxóides. Um novo tratamento térmico provoca mais precipitações, e aumenta a densidade dessas fitas na próxima trefilação, aumentando ainda mais o "flux pinning".

3.5 ESTABILIDADE DE UM FIO SUPERCONDUTOR

Finalmente, deve-se observar que um supercondutor, mesmo com "flux pinning" maximizado, não pode ser utilizado na forma de monofilamentos de qualquer diâmetro. Quando os primeiros magnetos foram enrolados, ainda com monofilamentos de NbZr, verificou-se que eles só atingiam até cerca de 30% da corrente crítica medida em amostra do fio. O fenômeno logo foi entendido. Uma pequena perturbação em uma pequena região do enrolamento, como uma acomodação de espiras, pode gerar calor. O pequeno aumento local de temperatura provoca uma redução local da corrente crítica, e a corrente de blindagem, que é persistente, precisa se redistribuir, assim como a corrente de transporte e o fluxo magnético. O movimento do fluxo gera mais calor, e assim, se o calor não for rapidamente conduzido para fora, cria-se uma avalanche de fluxo (flux jump). Um cálculo simples indica que, se o monofilamento tiver um diâmetro inferior a algo como 50 microns, então a taxa de condução de calor para fora da região de perturbação, é maior do que a taxa de geração de calor na região, e assim o monofilamento é estável. Para maior conveniência, os monofilamentos são reunidos em um compósito, cuja matriz é normalmente de cobre puro que, por ter alta condutividade térmica, aumenta a estabilidade contra as perturbações e, por ter alta condutividade elétrica, aumenta a proteção contra o quenching do fio. Infelizmente, porém, uma matriz metálica tende a acoplar magneticamente os filamentos. Isto porque a corrente persistente (de blindagem) existente em cada filamento tende a se acoplar à dos demais, através da matriz, formando uma única corrente que engloba todos os filamentos. Esta corrente é persistente nos magnetos, porque os fios usados no enrolamento são muito longos. Com isto é perdida parte da estabilidade conseguida. Ela pode ser parcialmente recuperada novamente, torcendo-se os filamentos, e assim dificultando o acoplamento. Um critério para o passo de torção L_c é dado por:

$$L_c < 4 [r \rho J_{c,c} / (dB/dt)]^{1/2} \quad (19)$$

onde r é o raio de um filamento
 ρ é a resistividade da matriz
 $J_{c,c}$ é a densidade de corrente crítica referente à área de supercondutor apenas.

4. O TRABALHO DO NBS NA PADRONIZAÇÃO DE MEDIDAS DE I_c

4.1 OBJETIVO

A medida de $I_c \times H$ de fios práticos não é trivial, pois requer aparelhagem sofisticada, para operação em hélio líquido e em altos campos magnéticos, e requer alta sensibilidade, para a aplicação dos critérios mais modernos na escolha de I_c . O NBS, em conjunto com a ASTM e o U.S. Department of Energy, desenvolveu um trabalho com o objetivo de orientar os interessados na montagem de um sistema adequado para a medida de $I_c \times H$. Em 1982, os resultados de muitas medidas em uma grande variedade de condições foram publicados em [25] e surgiu um projeto de norma [8]. Em 1984, o NBS distribuiu amostras padrão de um fio selecionado, fornecidas com um certificado [26], para a homologação de sistemas de medida de I_c . A Pirelli e o IFUSP adquiriram uma dessas amostras para checar o seu sistema.

4.2 O CERTIFICADO

O fio escolhido como padrão foi distribuído em 500 amostras, cada uma com aproximadamente 2.2 m de comprimento. Cada amostra vem acompanhada de um certificado único [26], contendo valores de $I_c(H)$ determinados para 9 delas. No certificado também são descritos os critérios de seleção do fio padrão, o método de medida de I_c e a análise estatística dos resultados. O fio padrão foi selecionado entre 5 candidatos, a partir da variação de $I_c(4T)$ entre duas amostras distantes 50 m uma da outra, e com $I_c(4T)$ medida em 5 segmentos diferentes de cada uma dessas duas amostras. O certificado inclui uma tabela, onde são apresentados os valores de I_c e respectivas tolerâncias esperados para qualquer das amostras, e nas condições: campos magnéticos de 2, 4, 6 e 8 T, critérios de campo elétrico de 0.05, 0.10 e 0.20 micro-V/cm e temperaturas entre 3.90 e 4.24 K. A máxima tolerância certificada é de 2.57 % nessas condições. São discutidas todas as fontes de erro que podem afetar significativamente a medida, assim este certificado se constitui num excelente guia para o projeto de um sistema de medida de I_c .

4.3 METODO DE TESTE DO NBS

Uma medida de $I_c(H)$ de um fio supercondutor é usualmente [8] realizada da seguinte maneira: a amostra do fio é montada sobre um porta-amostra, que é inserido em um criostato preenchido com hélio líquido. O campo a ser aplicado à amostra é normalmente produzido por uma bobina solenóide supercondutora, eventualmente contida no mesmo criostato. O porta-amostra é tal que a amostra é orientada perpendicularmente ($90^\circ \pm 7^\circ$) ao campo, e deve caber na região de homogeneidade especificada do campo, 2%. O campo é mantido constante e a amostra é carregada com corrente, registrando-se a curva $V \times I$, para posterior análise e cálculo de I_c , de acordo com critério próprio. Para a medida de V , normalmente utiliza-se um nanovoltímetro, e o sinal vai para o eixo Y de um registrador X-Y analógico. Para a medida de I , basta um "shunt" e um milivoltímetro, e o sinal vai para o eixo X do registrador.

No caso do NBS, a principal diferença em relação à instrumentação usual, foi a introdução de um osciloscópio processador digital. Isto permitiu a automação da análise dos dados e uma maior precisão no processamento das curvas $V \times I$ do que com o uso de um registrador X-Y analógico. O circuito de medida está apresentado na Fig. 13.

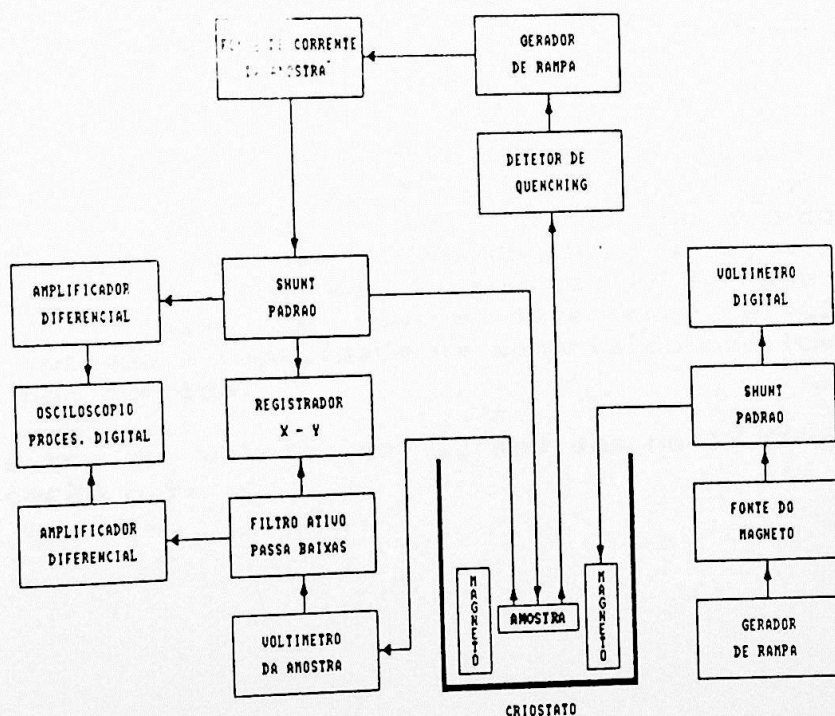


Fig. 13 - Circuito de medida de $I_c(H)$ no NBS

A amostra é enrolada na forma de uma bobina helicoidal, sobre um tubo de resina epoxi G-11 e o diâmetro de dobramento é de 3.23 cm. Foi medida e considerada a degradação de I_c em função da tensão de enrolamento estimada. O efeito da tensão de dobramento não foi estimado, porque é muito difícil de ser medido nos fios de NbTi. O certificado apresenta e recomenda uma correção para a tolerância de I_c , para diâmetros de dobramento diferentes dos 3.23 cm adotados, e entre 2 cm e infinito (amostra reta).

A distância entre os terminais de tensão L é de apenas 2 cm. Foram colocados 3 pares de terminais de tensão ao longo da amostra, para investigar a homogeneidade da amostra. Foi considerada a variação do perfil do campo magnético de um par para outro, e as medidas de I_c foram normalizadas para um único valor de campo.

O fato de $L=2$ cm não traz grandes problemas para a medida, uma vez que os voltímetros são suficientemente sensíveis e que I_c é relativamente insensível a erros em V/L . Por exemplo, uma variação de 5% em V/L produziria uma variação de I_c de apenas 0.12% a 8 T.

As medidas foram realizadas nas temperaturas de 3.90, 4.07 e 4.24 K. A variação de I_c com T é linear [25], e desta forma foi possível certificar I_c para valores interpolados, no caso a cada 0.01 K. O erro máximo na medida da temperatura foi estimado em 0.27%. Os erros devem-se à estratificação do hélio líquido abaixo da pressão atmosférica, leitura e calibração da pressão do hélio líquido e variações na coluna de hélio líquido sobre a amostra.

Foram utilizados 3 diferentes critérios de campo elétrico para I_c : 0.05, 0.10 e 0.20 micro-V/cm. O correspondente valor de I_c é obtido a partir do ajuste dos pontos (V, I) , de acordo com a relação (3), em torno de cada nível de V/L . O ajuste é de mínimos quadrados e são tomados 35 pontos (17 de cada lado do nível de V/L). A faixa de ajuste deve ser relativamente estreita, uma vez que a capacidade de memória do osciloscópio é de 2048 pontos por corrida.

A comparação entre os valores de I_c medidos no IFUSP e no NBS será feita na seção 6.9.

5. DESCRIÇÃO DO SISTEMA DE MEDIDA DE $I_{c,H}$ NO IFUSP

5.1 DESCRIÇÃO GERAL

O Laboratório de Baixa Temperatura do IFUSP já dispunha de toda a infra-estrutura necessária para esta medida. São disponíveis vários sistemas de bobina supercondutora e criostato, ligados a uma estação de recuperação de hélio. Para este trabalho, foram designadas duas bobinas.

A primeira é uma bobina de NbTi, fabricada pela MCA (Magnetic Corporation of America, USA), que produz um campo máximo de 7.5T a 4.2 K, com um "bore" de 50.8 mm. Ela opera com um volume de hélio líquido relativamente baixo, 15 l. Ela foi usada em conjunto com um porta-amostra de 150 A de capacidade, especialmente projetado.

A segunda bobina é de Nb₃Sn, fabricada pela IGC (Intermagnetics General Corporation, USA), com um "bore" de 54 mm, e produz um campo máximo de 15 T a 4.2 K. Assim, ela permite cobrir todo o diagrama de fase $I \times H$ do NbTi. Os valores de I_c reportados na literatura vão até pelo menos 8 T a 4.2 K, o que não pode ser feito na outra bobina. Ela também tem maior poder de refrigeração, com uma capacidade de 50 l de hélio líquido, e assim permite medidas em fios de I_c relativamente altas e com maior segurança. Foi construído um porta-amostra com capacidade de 1000 A para uso em rotina. Até o momento, o sistema só foi usado até 500 A, que é o limite da atual fonte de corrente da amostra.

O projeto dos porta-amostras e o método de medida de I_c foram inspirados no método [27] do Brookhaven National Laboratory (BNL), Long Island, USA. Este laboratório realizou muitas medidas de I_c em fios Firelli, e alguns resultados serão comparados aos de medidas realizadas aqui, nos mesmos fios. Isto será feito no Capítulo 6.

O significado da medida de $I_c(H)$ foi descrito nas seções 2.1 a 2.3 e o método geral de medida foi introduzido na seção 4.3.

5.2 DISPOSITIVOS PORTA-AMOSTRAS

Foram construídos dois porta-amostras, o primeiro com capacidade de 150 A e o segundo com capacidade de 1000 A.

O porta-amostra deve permitir o correto posicionamento da amostra no "bore" da bobina de teste, mais a vedação do tensão da amostra. O conjunto não deve aumentar significativamente a evaporação de hélio do criostato.

O porta-amostra consiste basicamente de um "feedthrough", de um tubo e de um carretel. O "feedthrough" é uma flange que é aparafusada na boca do criostato, e que contém aberturas para a passagem da alimentação de corrente da amostra e dos terminais de tensão da amostra.

A amostra é enrolada em um carretel, para permitir a medida em um comprimento longo de amostra e assim aumentar a sensibilidade da medida. O tubo faz a conexão entre o carretel, centrado no "bore" do magneto de teste, e o "feedthrough", aparafusado na extremidade superior do criostato.

Na Fig. 14 é apresentado um desenho do conjunto do porta-amostra de 1000 A. Os critérios de projeto não são muito rígidos e foram determinados pela experiência do pessoal do laboratório do IFUSP.

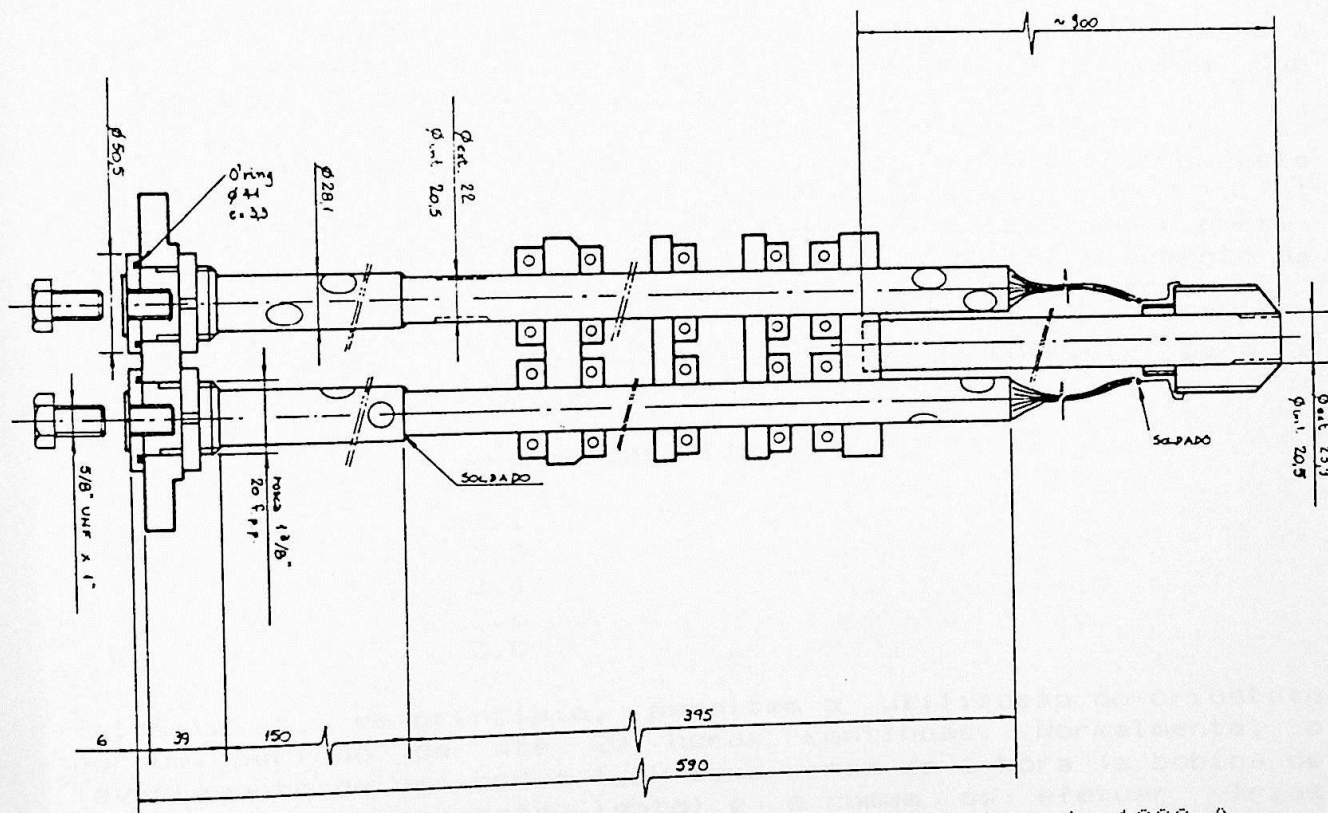


Fig. 14 - Conjunto do porta-amostra de 1000 A

O "feedthrough" se compõe de uma flange de celeron de 114 mm de diâmetro, com um pequeno furo central por onde passam os fios de tensão da amostra, torcidos, e mais dois furos para a passagem de dois tubos de cobre, que servem para a alimentação de

corrente da amostra. Estes tubos de cobre têm 22 mm de diâmetro externo, 20 mm de diâmetro interno e cerca de 0.5 m de comprimento, desde o topo do criostato até cerca de 0.5 m acima do nível de hélio líquido. Eles têm uma série de furos ao longo do comprimento para permitir a sua refrigeração pelo vapor de hélio, e ainda estão acoplados a quatro conjuntos de aletas de alumínio, presas por braçadeiras aos dois tubos, porém alternadamente isoladas de cada um deles, para evitar curto-circuito. Na extremidade superior, os tubos são conectados a cabos de solda de 500 A, por meio de conectores padrão. Os tubos são soldados a peças rosqueadas, para permitir o aperto dos conectores.

Na extremidade inferior, cada tubo é soldado a 10 fios supercondutores Pirelli 24 filamentos, de 0.94 mm de diâmetro e $Cu:NbTi = 6.0$, que serão soldados diretamente a cada extremidade da amostra. Nesta região do criostato a temperatura do vapor é suficientemente baixa, de forma que mesmo no estado normal, os fios acima devem transportar 1000 A sem problemas. A minimização da seção do condutor para alimentação de corrente é fundamental, porque assim também é minimizado o calor conduzido pelo condutor para dentro do criostato.

Um tubo de fenolite de cerca de 1 m de comprimento, é colado à base da aleta inferior, e na outra extremidade, a uma peça que permite rosquear o carretel da amostra.

A taxa de evaporação de hélio líquido do criostato, com este porta-amostra inserido, mas sem corrente aplicada, é de 2.1 l/h, pouco acima da evaporação do criostato da bobina sem o porta-amostra, que é 2.0 l/h. A Tabela 1 abaixo mostra o aumento da taxa de evaporação em função da corrente no porta-amostra.

TABELA 1 - Taxa de evaporação em função da corrente para o porta-amostra de 1000 A

I, A	evaporação, l/h
0	2.1
100	2.3
200	2.4
300	2.6
400	3.0

Estas taxas, em princípio, permitem a utilização do criostato por um período de até 20 horas contínuas. Normalmente, o levantamento de uma curva $I \times H$ leva cerca de 1 hora (a bobina de Nb_3Sn é de carregamento lento) e é comum se efetuar várias trocas de amostra em uma corrida. Cada troca de amostra pode ser efetuada em cerca de meia hora, com um consumo adicional de menos de 0.5 l de hélio líquido. Até o momento, já foi possível ensaiar até 5 amostras em um único dia.

O porta-amostra de 150 A é mais simples que o de 1000 A. A flange é de aço inox e tem 70 mm de diâmetro. Aqui também, os fios de tensão passam torcidos por um pequeno furo que depois é preenchido com Araldite. A alimentação de corrente começa com dois tarugos de cobre, de cerca de 10 cm de comprimento, isolados da flange. Na extremidade superior eles são soldados a peças rosqueadas para permitir o aperto de conectores de cabos padrão. Na extremidade inferior eles são soldados a cordoalhas de cobre, que serão soldadas diretamente na amostra. A flange é aparafusada a um disco de fenolite, por meio de parafusos um pouco mais compridos que os tarugos de cobre. O disco de fenolite é colado a um tubo de fenolite, que é colado ao carretel da amostra.

5.3 CARRETEIS PARA ENROLAMENTO DA AMOSTRA

O carretel portador da amostra, para uso no porta-amostra de 150 A, é visto na Fig. 15.

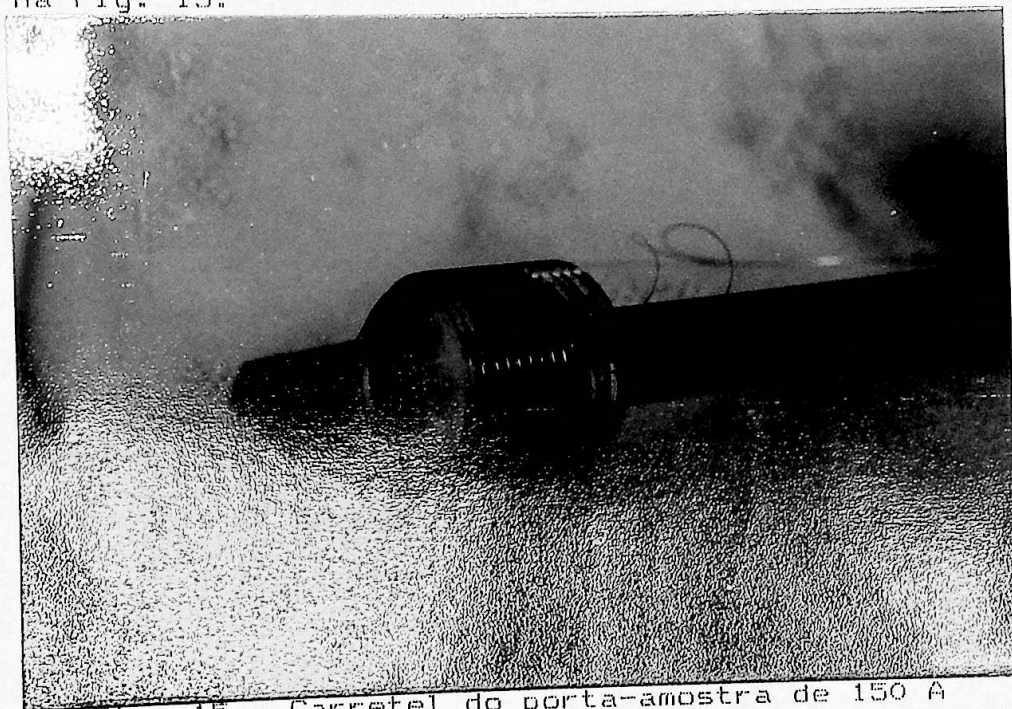


Fig. 15 - Carretel do porta-amostra de 150 A

O carretel para uso no porta-amostra de 1000 A de capacidade é semelhante. Todos os carretéis são cilindros sulcados de resina epoxi G-10 que, da mesma forma que o G-11 utilizado pelo NBS, é um material considerado apropriado [28]. Trata-se de um compósito de resina epoxi armada com fibra de vidro. Sua dilatação térmica não é muito diferente da dilatação térmica do cobre ou da do NbTi, evitando assim o aparecimento de grandes tensões na amostra durante o resfriamento, e a consequente alteração das propriedades supercondutoras. Todos os carretéis

têm 3.1 voltas/cm. Cada carretel tem capacidade para uma amostra. O diâmetro do carretel de 150 A é de 48 mm. Ele é usado principalmente no magneto de NbTi de 7.5 T e 50 mm de "bore". Os carretéis de 1000 A têm 53 mm de diâmetro e são usados no magneto de Nb₃Sn de 15 T e 54 mm de "bore".

Para restringir o movimento da amostra, o carretel é sulcado, a amostra é levemente tensionada na montagem e sobre ela é aplicada uma fina camada de verniz ou de graxa de silicone após a solda dos terminais de corrente.

O comprimento da amostra entre os terminais de tensão é sempre da ordem de 1 m. O comprimento dos contatos de corrente está em torno de 20 cm e a distância livre entre cada contato de corrente e o terminal de tensão mais próximo é da ordem de 10 cm. De acordo com [28] e [30], não deve haver nenhum efeito de transferência de corrente para fios de NbTi nessas condições (1 cm já seria suficiente). Os 4 terminais são soldados com solda estanho.

5.4 ENROLAMENTO BIFILAR E MONOFILAR

Nos carretéis usados neste trabalho, a amostra foi sempre enrolada de forma bifilar (V. Fig. 15). O enrolamento bifilar, ou não-indutivo, reduz o campo magnético auto-induzido, e com isso reduz a respectiva correção em I_c . Para a estimativa desta correção, foi seguido o procedimento do NBS ([26], p.11). Eles consideraram a média de I_c determinada nos dois sentidos de corrente. Assim, para um dos sentidos o auto-campo seria somado ao campo aplicado; e no outro, ele seria subtraído. O NBS só observou diferenças mensuráveis a 2 T. Aqui, as diferenças são sempre inferiores a 0.4% (com amostras bifilares). O NBS usou amostras monofilares.

No IFUSP, a escolha do enrolamento bifilar (o que complica um pouco a montagem sobre o carretel), se deveu principalmente a motivos de segurança. Esta montagem reduz quase a zero as voltagens induzidas nos terminais da amostra durante variações rápidas de corrente, ou quando a amostra passa ao estado normal. Dessa forma, ela reduz também quase a zero a energia dissipada naqueles eventos, simplificando as medidas de segurança necessárias. Por exemplo, quando a amostra fica normal, é possível cortar a corrente rapidamente, evitando dissipações que poderiam até danificar permanentemente a amostra. Uma restrição ao enrolamento bifilar seria talvez a de que, na curva para a inversão do sentido do fio, a orientação do campo magnético não é ortogonal, assim esta região deveria, em princípio, ser excluída da medida da tensão, o que não é feito aqui. Segundo o BNL [29], o efeito já foi avaliado em vários tipos de fios e não

é significativo. Eles também usam enrolamentos bifilares e incluem a região curva na medida da tensão [27].

Pode-se adiantar que os resultados das medidas realizadas aqui estão em bom acordo com os valores certificados. O NBS usou um carretel monofilar e aqui foi usado um carretel bifilar. Portanto, afinal, esta escolha aparentemente não é importante, do ponto de vista do valor medido de I_c .

5.5 MEDIDA DO CAMPO MAGNETICO

Na bobina de NbTi, o campo é determinado a partir da curva de carregamento ($H \times I$), que é suficientemente linear e reversível. O fluxo magnético aprisionado nesta bobina gera uma histerese da ordem de 10 Oe (10^{-3} T), o que é desprezível para as medidas de interesse deste trabalho.

Os magnetos de Nb₃Sn apresentam histerese séria na curva de carregamento. Na bobina utilizada aqui, a histerese é da ordem de 0.6 T. Por isso, o campo não pode ser medido a partir da corrente e é necessário um sensor calibrado. Aqui, o método adotado é a medida da magneto-resistência de uma fina bobina bifilar de cobre puro, com diâmetro igual ao do bore e centrada no enrolamento (V. Fig. 16). O dispositivo de medida faz parte do sistema de bobina e criostato e também foi fornecido pela IGC.

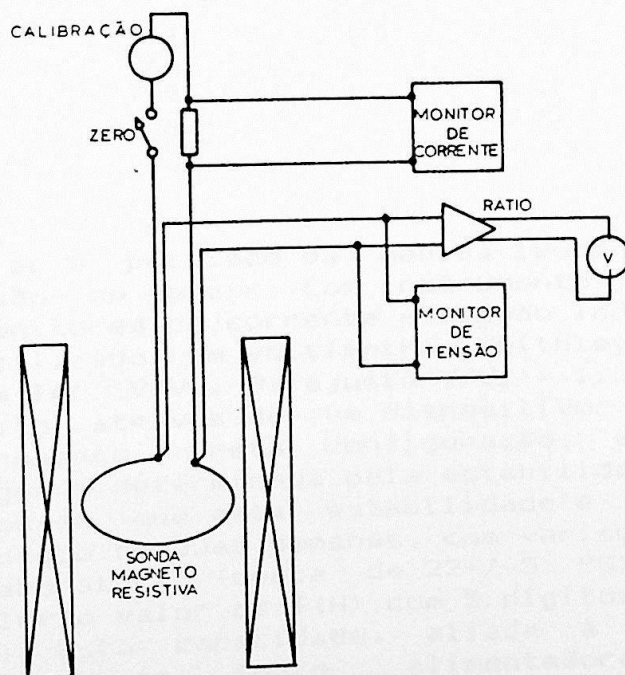


Fig. 16 - Bobina magneto-resistiva e circuito para a medida do campo do magneto de Nb₃Sn

A resistividade do cobre ρ é função da temperatura T e do campo magnético H . Para T constante, tem-se:

$$\rho = (\rho)_0 f(H), \quad T=4.2 \text{ K} \quad (20)$$

onde $(\rho)_0$ é a resistividade do cobre a 4.2 K e a campo zero

A função $f(H)$ é tabelada. Agora, para I constante, tem-se:

$$f(H) = \frac{\rho}{(\rho)_0} = \frac{R}{R_0} = \frac{V}{V_0} \quad (21)$$

Uma fonte de corrente constante e ajustável alimenta a bobina sensora (V. Fig. 16). Para operação normal, ajusta-se o ganho do amplificador até o voltímetro indicar $V_0=1.000$ mV em campo zero. Em presença de H a voltagem indicada é, então, $f(H)=R/R_0$, que é tabelada.

Na Tabela 2, são mostrados alguns valores de R/R_0 na faixa de campos de interesse deste trabalho (1...8 T).

TABELA 2 - Razão de Resistências da sonda magneto-resistiva de cobre para a medida de H no magneto de Nb_3Sn

H, T	R/R_0	Gauss/0.001 R/R_0	Gauss/0.001 mV
8	3.122	33	10
7	2.825	33	12
6	2.526	33	13
5	2.226	33	15
4	1.933	34	18
3	1.652	36	22
2	1.383	37	27
1	1.108	34	31

1 T = 10^4 Gauss

É possível melhorar a precisão da medida lendo diretamente a corrente e a tensão no sensor com instrumentos mais precisos (conectados nos monitores de corrente e tensão indicados na Fig. 16). Aqui, foi utilizado um voltímetro Keithley 193 A (de até 6.5 dígitos) para ler V/V_0 . O ajuste $V/V_0 = 1.0000$ para campo zero pode ser feito através de um dispositivo de programação interna do instrumento. Nesta configuração, a precisão de leitura da voltagem é determinada pela estabilidade da fonte de corrente. Verificou-se que esta estabilidade é melhor do que $1/20000$, em um período de duas semanas, com variações normais de temperatura no laboratório (cerca de 22 ± 5 °C). Assim, foi sempre possível ler o valor de $f(H)$ com 5 dígitos (um a mais do que a calibração). Esta capacidade, aliada à capacidade de pequenas correções na fonte alimentadora da bobina supercondutora, permitiram controlar a estabilidade do campo durante a medida de corrente crítica, dentro de variações bem

inferiores a 0.001 mV. Desta forma, a coluna Gauss/0.001 mV da Tabela 2 representa o limite máximo de variação da estabilidade do campo.

5.6 MEDIDA ELETRICA E AQUISIÇÃO DOS DADOS

O circuito de medida para o sistema com a bobina de 15 T está esquematizado na Fig. 17.

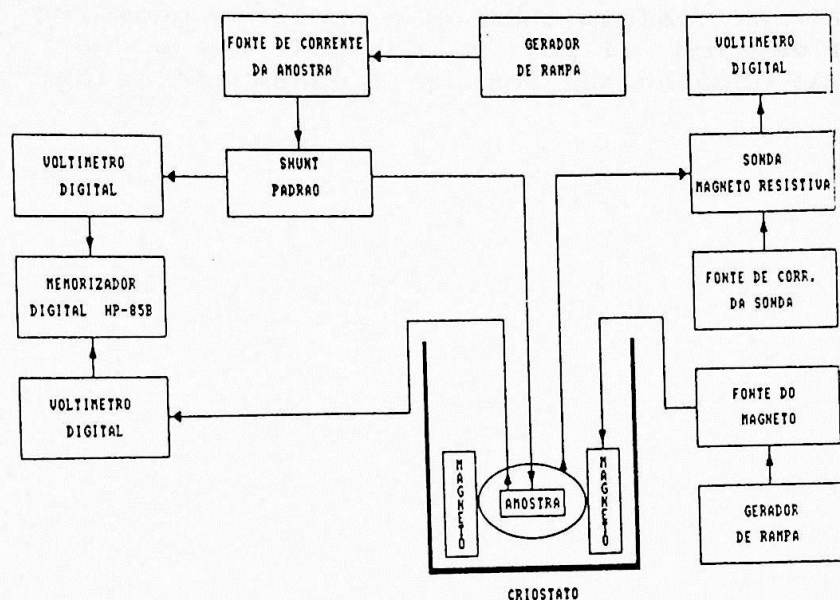


Fig. 17 - Circuito de medida de $I_c(H)$ no IFUSP com o magneto de 15 T

A tensão na amostra é medida com um voltímetro digital Keithley modelo 181 (sensibilidade de 0.01 micro-V). A corrente na amostra é medida com um milivoltímetro digital Keithley modelo 192 via um "shunt" padrão Weston 100 A/ 50 mV ou o "shunt" interno da fonte de 500 A. Os sinais são armazenados em um computador de mesa HP 85-B, através de um programa especialmente preparado para esta finalidade. Para $I_a \leq 150$ A, foi utilizada uma fonte de corrente IGC modelo 150-M. Para $150 A \leq I_a \leq 500$ A, utilizou-se uma fonte Tectrol TC 6-500, desenvolvida especialmente para esta aplicação. A curva $V \times I$ é tomada ponto a ponto, para H constante e I sempre crescente. O programa de aquisição de dados permite a aquisição em dois modos. No primeiro ("modo contínuo"), a corrente é aumentada continuamente a uma taxa constante e os pontos vão sendo registrados a intervalos de tempo iguais e programáveis. Os pontos são, na realidade, seqüências de valores de tensão enviados via um "bus" padrão HP-IB, pelos voltmetros que medem a corrente e a tensão



na amostra. No segundo modo ("modo médias"), cada ponto é uma média de muitas leituras (o número delas é programável), feitas com a corrente fixa em um dado valor. Este modo é mais trabalhoso e bem mais demorado, mas assegura a ausência de contínuo. Estes efeitos deletérios devidos à rampa de corrente no modo primeiro lugar, o fato das leituras de cada ponto serem feitas em sequência, determina um atraso entre elas, que é tanto maior quanto maior for a filtragem nas leituras. Em segundo lugar, a rampa contínua diminui a estabilidade da amostra. Ambos os problemas podem ser minimizados com a utilização de uma rampa suficientemente lenta.

Nas Figs. 18 e 20, estão apresentadas as curvas $V \times I$ de um fio, respectivamente no modo contínuo e no modo médias. Nas Figs. 19 e 21, idem para as curvas $\log(\rho) \times \log I$. Nota-se que os pontos no modo médias são menos dispersos que no modo contínuo.

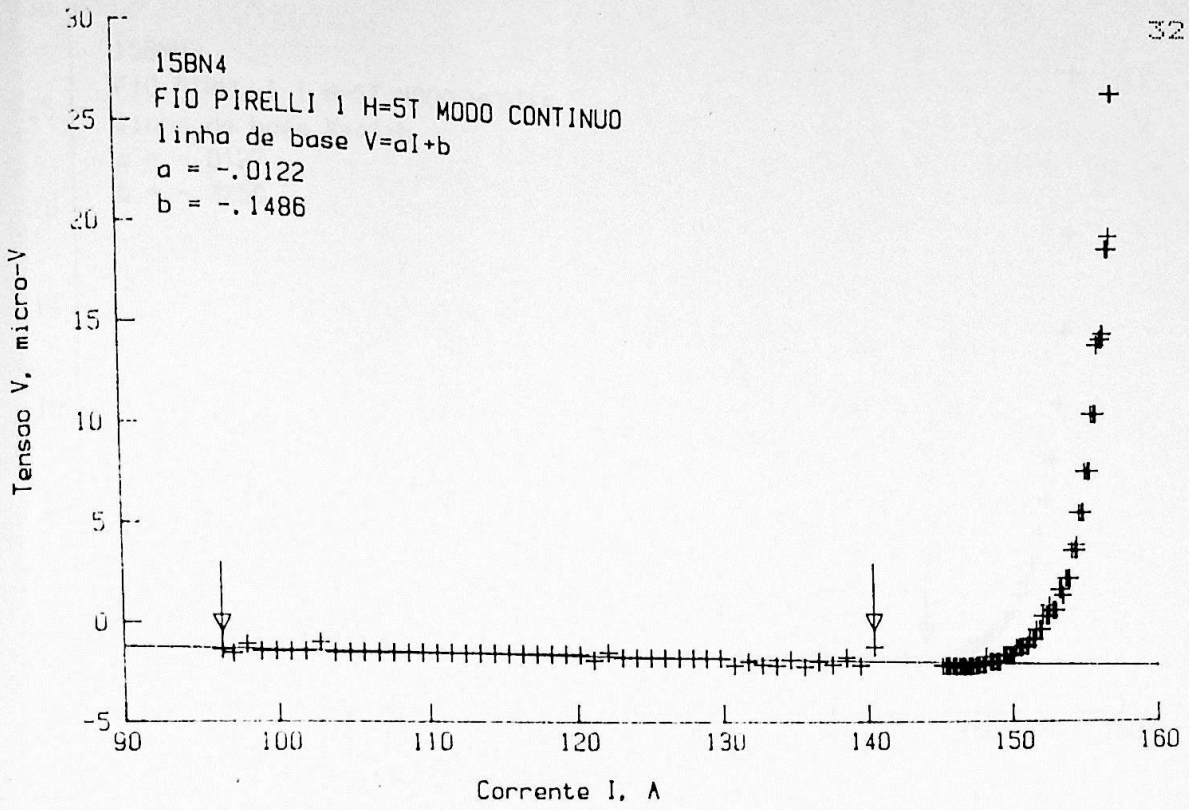


Fig. 18 - Curva $V \times I$ de um fio no modo contínuo

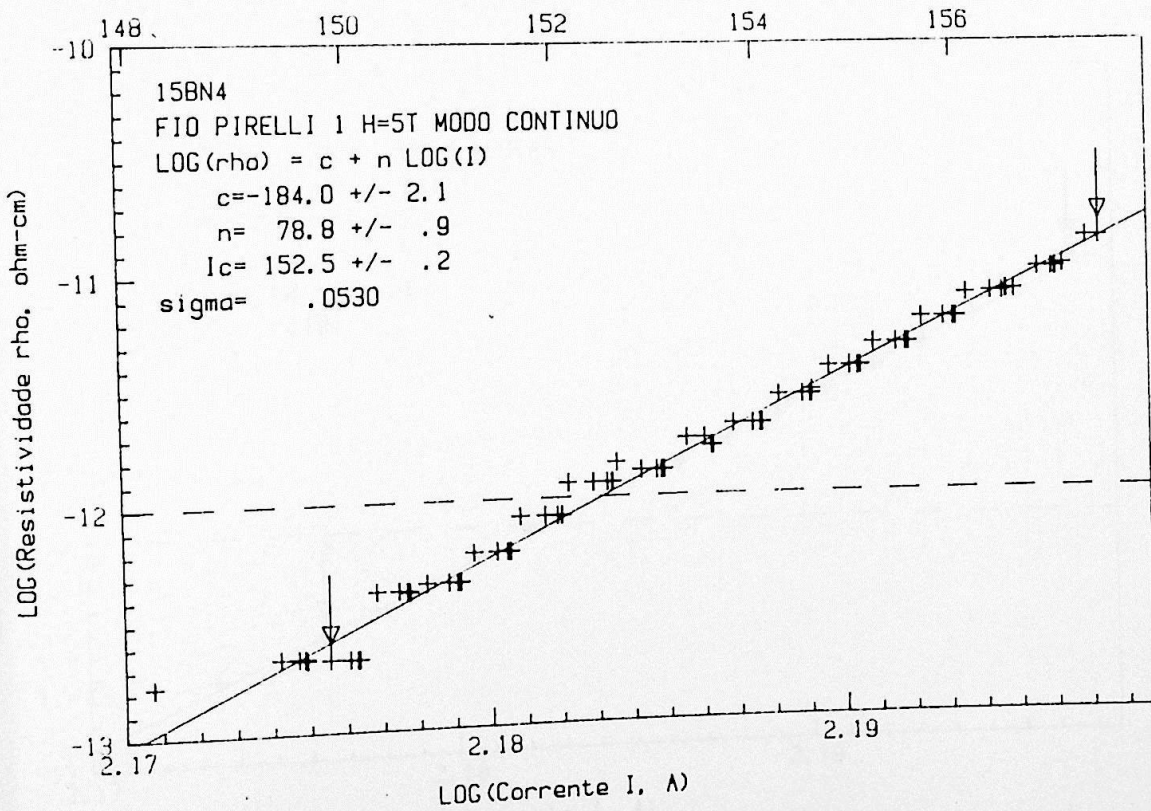


Fig. 19 - Curva $\log(\rho) \times \log I$ correspondente à Fig. 18

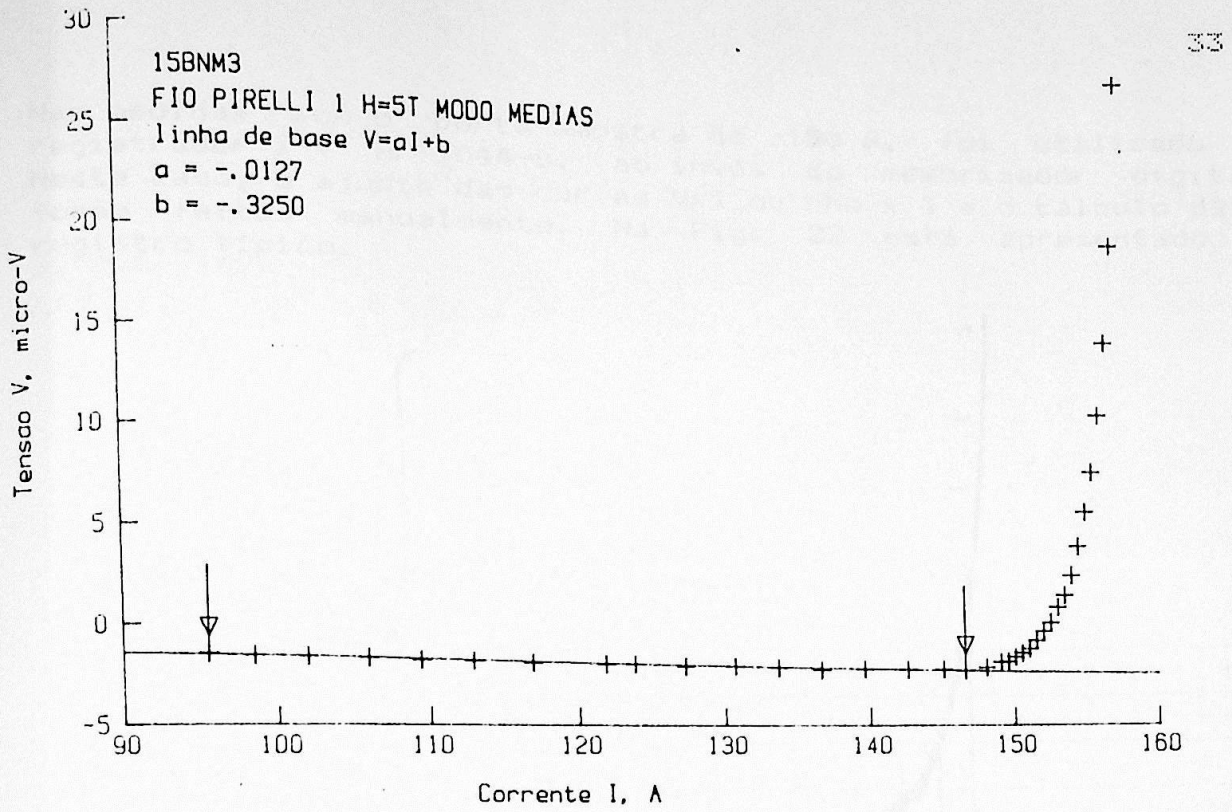


Fig. 20 - Curva $V \times I$ do mesmo fio das Figs. 18 e 19, agora no modo médias

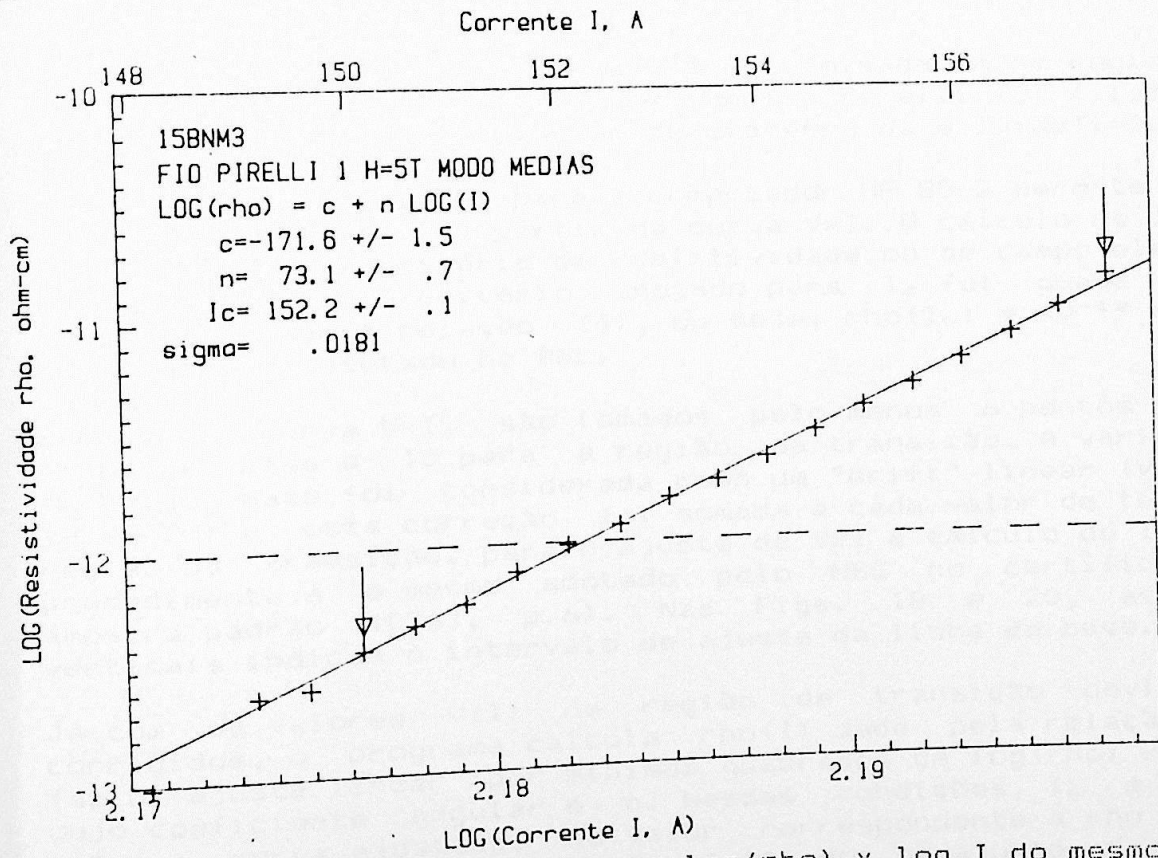


Fig. 21 - Curva $\log(\rho) \times \log I$ do mesmo fio da Fig. 20, também no modo médias

Nas medidas com o porta-amostra de 150 A, foi utilizado um registrador X-Y HP 7044-B, ao invés do memorizador digital. Neste caso, o ajuste das curvas $V \times I$ ou $\rho \times I$ e o cálculo de I_c foram feitos manualmente. Na Fig. 22 está apresentado um registro típico.

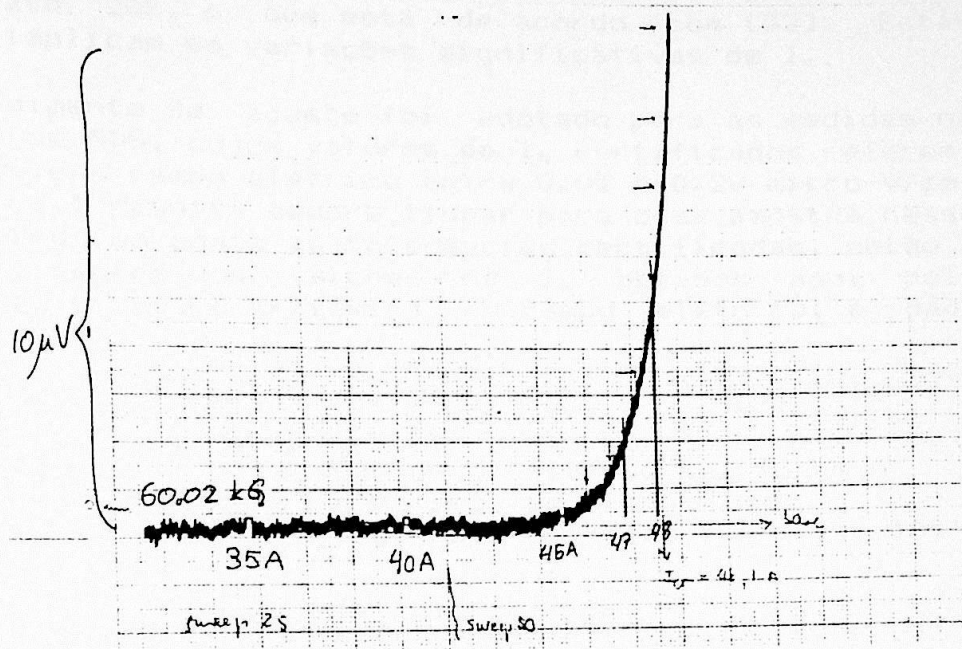


Fig. 22 - Curva $V \times I$ determinada em um registrador X-Y, para um fio Pirelli 181 filamentos, 0.38 mm de diâmetro nu e $\text{Cu:NbTi}=1.2$

O programa desenvolvido para o computador HP 85-B permite também o cálculo de I_c e n a partir da curva $V \times I$. O cálculo de I_c pode ser feito por um critério de resistividade ou de campo elétrico. Neste trabalho, o critério adotado para I_c foi quase sempre aquele dado pela relação (4), ou seja, $\rho(I_c) = 10^{-12}$ ohm-cm, que é o mesmo adotado no BNL.

Para cada curva $V \times I$, são tomados pelo menos 6 pontos para a linha de base e 10 para a região da transição. A variação da linha de base foi considerada como um "drift" linear (V. Figs. 18 e 20) e esta correção foi somada a cada valor de tensão na região da transição, para o ajuste de $V \times I$ e cálculo de I_c . Este procedimento é o mesmo adotado pelo NBS no certificado da amostra padrão ([26], p.6). Nas Figs. 18 e 20, as setas verticais indicam o intervalo de ajuste da linha de base.

Já com os valores $V(I)$ na região de transição devidamente corrigidos, o programa calcula $\rho(I)$ dada pela relação (1) e faz o ajuste linear por mínimos quadrados de $\log(\rho) \times \log I$, cujo coeficiente angular é n . Nessas condições, I_c é tomada sobre a curva ajustada, no valor correspondente a $\rho = 10^{-12}$ ohm-cm. Nas Figs. 19 e 21 estão ilustrados os ajustes dos pontos representados nas Figs. 18 e 20. As setas verticais indicam o

intervalo de cada ajuste. Os erros indicados correspondem a um desvio padrão e têm o mesmo significado descrito em [31]. Eles foram incluídos para a comparação de curvas de uma mesma amostra.

As variações no valor de n entre curvas de uma mesma amostra podem ser de até 20%, o que está de acordo com [32]. Estas variações não implicam em variações significativas de I_c .

O mesmo procedimento de ajuste foi adotado para as medidas na amostra padrão do NBS, cujos valores de I_c certificados referem-se a critérios de campo elétrico entre 0.05 e 0.20 micro-V/cm. Como $\log V \times \log I$ resulta sempre linear para essa amostra nessa faixa, já levando em conta as tolerâncias certificadas, então a correspondência entre os valores de I_c obtidos aqui pelo critério de ρ e pelos critérios de campo elétrico, é dada diretamente por:

$$I_E = (E_c I_c^n A 10^6)^{1/(n+1)} \quad (22)$$

onde I_E é a corrente crítica segundo o critério E_c , I_E em A

E_c é o critério de campo elétrico, em micro-V/cm

I_c é a corrente crítica segundo o critério ρ (I_c) = 10^{-12} ohm-cm,

I_c em A

n é o parâmetro da transição resistiva

A é a área total de condutor (incluindo a matriz de cobre), em cm^2

Os valores de I_E assim obtidos são então comparados aos valores certificados.

6. TESTES E UTILIZAÇÃO INICIAL DO SISTEMA

6.1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo, serão apresentados e discutidos os resultados dos testes iniciais do sistema de medida do IFUSP. Serão fornecidas evidências da utilidade do sistema. Foram testados 2 fios com o sistema até 150 A, que são um fio Pirelli 181 filamentos, posteriormente testado no BNL, e um fio MCA 367 filamentos. Estes fios foram caracterizados para uso no projeto e enrolamento de pequenos magnetos de pesquisa, como o da Fig. 1 [4].

Com o sistema até 500 A, foram testados vários fios Pirelli 24 filamentos e um fio equivalente da Vacuumschmelze, o VAC F-24, todos para aplicação em MRI. Os fios Pirelli já tinham sido testados no BNL, com diâmetro nu de 0.94 mm. Aqui, eles foram caracterizados de forma mais completa. Foram determinadas as suas características $J_{cc}(H) \times e_r$, ou seja, a densidade de corrente crítica relativa à área de supercondutor apenas, J_{cc} , em função do campo magnético H e da deformação após o último tratamento térmico, e_r . Também foi determinado $n(H) \times e_r$ nesses fios e foram feitas observações da superfície dos filamentos em um microscópio eletrônico de varredura.

Medidas na amostra padrão do NBS confirmaram o bom desempenho do sistema, com uma ressalva para a fonte de 500 A usada no carregamento da amostra, cujo ripple implica em uma subavaliação de I_c , da ordem de 2-3%. Este é um problema simples e será corrigido.

6.2 FIO PIRELLI 181 FILAMENTOS

Este fio foi usado para enrolar um pequeno magneto de pesquisa, análogo ao da Fig. 1 [4], para uso no IFUSP. Ele tem 181 filamentos, diâmetro nu de 0.38 mm, diâmetro isolado de 0.44 mm, $Cu:NbTi=1.2$ e passo de torção de 50 mm. A sua curva $I_c \times H$ foi determinada no IFUSP em duas amostras, adjacentes às duas extremidades do enrolamento do magneto. Foi usada a bobina de NbTi e o porta-amostra de 150 A, e as curvas $V \times I$ foram obtidas em um registrador X-Y, como na Fig. 22. Na Fig. 23, estão apresentados os resultados das medidas nessas duas amostras, indicadas por IFUSP 1 e IFUSP 2. A curva $I_c \times H$ também foi determinada no BNL em outra amostra, adjacente à IFUSP 1. Os resultados estão todos em bom acordo. Também está apresentada a curva $I_c \times H$ de catálogo de um fio MCA 180 filamentos com mesmo diâmetro e $Cu:NbTi=1.8$, fabricado nos anos 70. Nota-se que $I_c \times H$ do fio Pirelli é melhor que a do fio MCA.

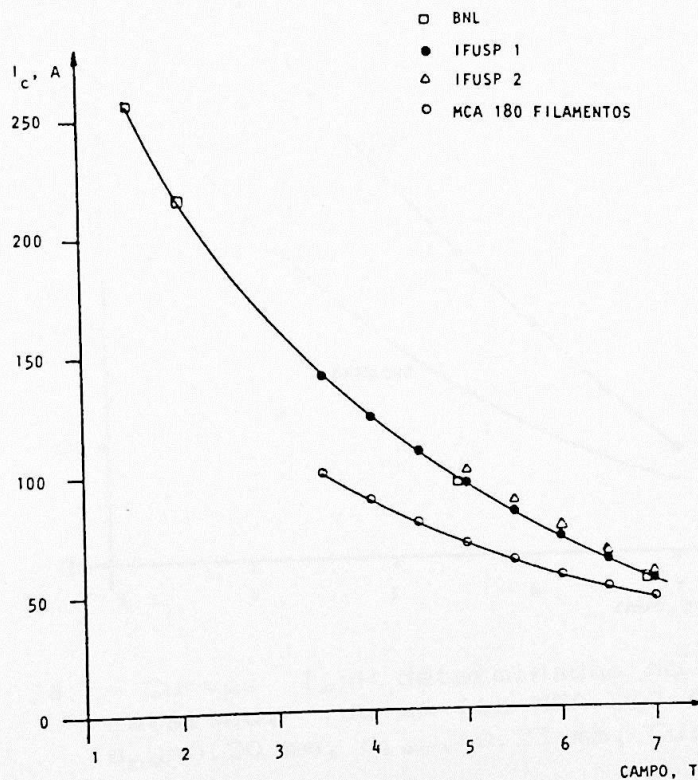


Fig. 23 - Curvas $I_c \times H$ de 3 amostras de fio Pirelli 181 filamentos, $d_{nu}=0.38$ mm, $d_{isol}=0.44$ mm, $Cu:NbTi=1.2$, determinadas no BNL e no IFUSP, e curva de catálogo de um fio MCA 180 filamentos, idem, $Cu:NbTi=1.8$

6.3 FIO MCA 367 FILAMENTOS

Este fio já foi usado no IFUSP para enrolar bobinas de até 6.5T. Ele tem 367 filamentos, 0.20 mm de diâmetro nu, 0.23 mm de diâmetro isolado, Cu:NbTi=1.25 e é torcido. Foi determinada a sua curva $I_c \times H$ no IFUSP, para caracterizar o fio para enrolar uma bobina análoga à da Fig. 1 [4], para uso no IFUSP. Novamente foi utilizada a bobina de NbTi, o porta-amostra de 150 A e um registrador X-Y para o registro da curva $V \times I$.

A curva $I_c \times H$ está apresentada na Fig. 24. Também está apresentada a curva de catálogo. Esta resulta significativamente abaixo da curva do IFUSP, o que sugere que o fabricante aplica um fator de segurança à sua especificação.

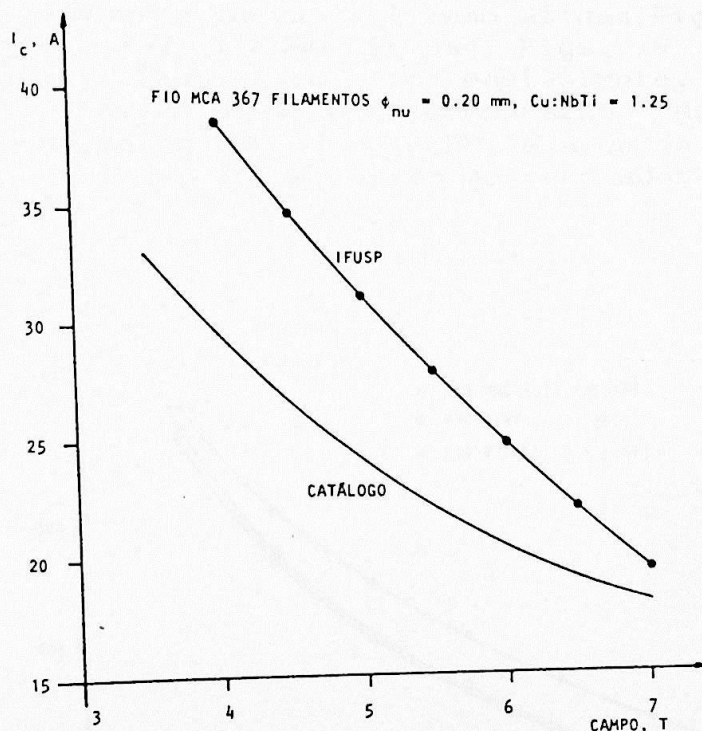


Fig. 24 - Curvas $I_c \times H$ determinadas no IFUSP e de catálogo, de um fio MCA 367 filamentos, $d_{nu}=0.20$ mm, $d_{isol}=0.23$ mm, Cu:NbTi=1.25

6.4 FIO PIRELLI 1 24 FILAMENTOS

Foram realizadas na Pirelli várias campanhas de fabricação para os fios de 24 filamentos [2]. Eles se destinam a aplicações em MRI. As suas dimensões nominais são 0.94 mm de diâmetro nu, 1.00 mm de diâmetro isolado, Cu:NbTi=6.0 e passo de torção de 50 mm. Vários deles foram testados no BNL, para a medida de $I_c \times H$ no diâmetro final. O fio 1 foi produzido na primeira campanha, em um lance de cerca de 10 km, e não foi torcido. Ele foi o primeiro fio usado aqui com o sistema até 500 A. Ele foi mais exaustivamente ensaiado que os demais, porque era o único disponível em abundância. A sua curva $I_c \times H$ foi determinada no sistema da bobina de 15 T, com o porta-amostra de 1000 A e uma fonte de 500 A. Foi usado o programa para aquisição e análise dos dados no HP 85-B, que gera curvas $V \times I$ como as das Figs. 18 e 20, e curvas $\log(\rho) \times \log I$ como as das Figs. 19 e 21. A Vacuumschmelze (Alemanha) fabrica um fio equivalente, o VAC F-24, que também foi testado aqui para comparação. As curvas $I_c \times H$ do fio 1, determinadas no BNL e no IFUSP, e a curva $I_c \times H$ do fio VAC F-24, determinada no IFUSP, estão apresentadas na Fig. 25.

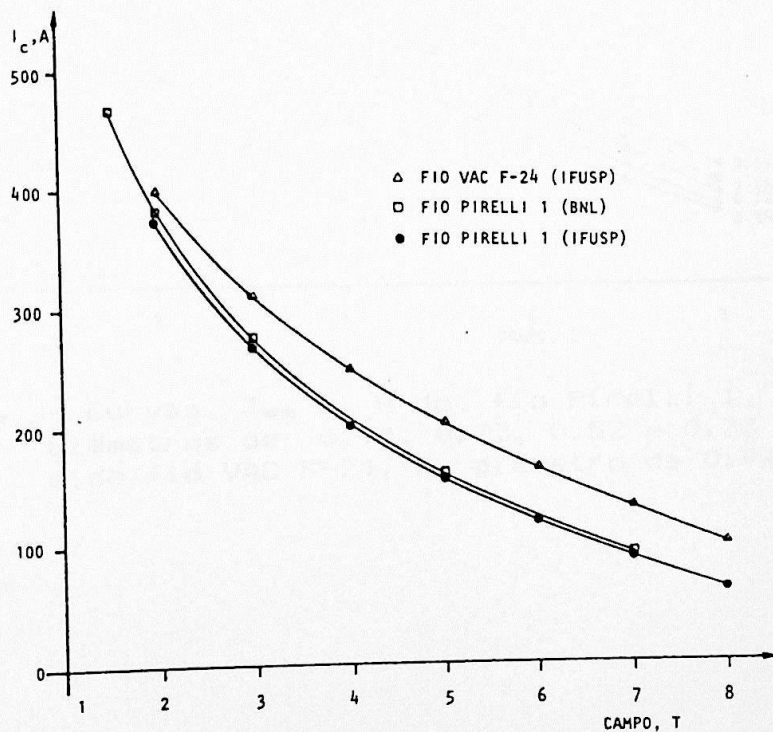


Fig. 25 - Curvas $I_c \times H$ do fio Pirelli 1, 24 filamentos, $d_{nu}=0.94$ mm, Cu:NbTi=6.0, determinadas no BNL e no IFUSP, e curva $I_c \times H$ do fio VAC F-24, idem, Cu:NbTi=5.8 (6.5 nominal), determinada no IFUSP

Os valores de I_c do fio VAC são significativamente maiores que os do fio 1 (6% a 2 T e 33% a 5 T). Dada a disponibilidade do sistema e do fio 1, decidiu-se prosseguir a trefilação do fio 1 possível verificar se a sua densidade de corrente crítica referente à área de supercondutor apenas, J_{sc} , estava otimizada no diâmetro de 0.94 mm. Na Fig. 26, estão apresentadas as curvas $J_{sc} \times H$ do fio 1, nos diâmetros de 0.94, 0.72, 0.52 e 0.33 mm, e a curva do fio VAC em 0.94 mm. Nota-se que as curvas do fio 1 se deslocam para cima, à medida em que se reduz o diâmetro, e que, aos 0.33 mm, a característica $J_{sc} \times H$ do fio 1 é melhor que a do fio VAC (este sempre com 0.94 mm).

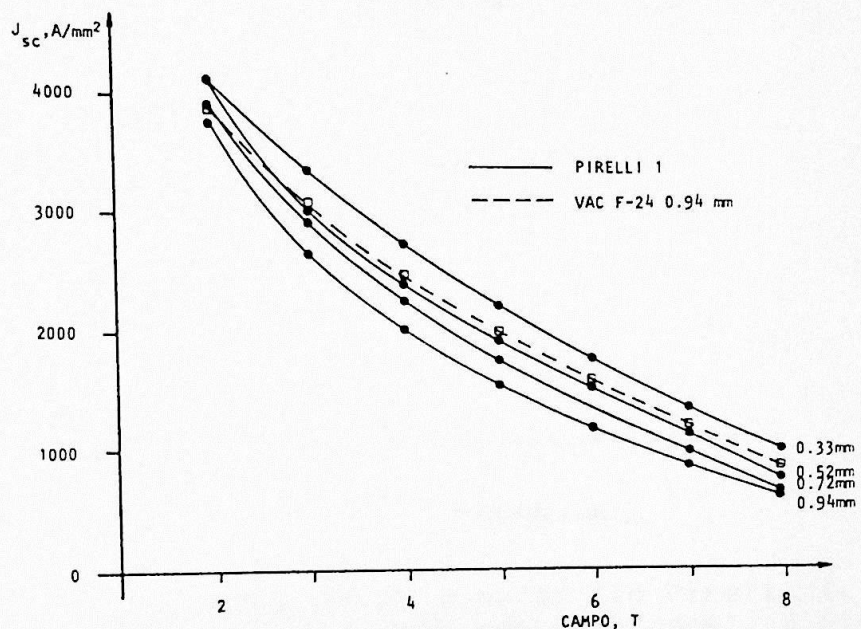


Fig. 26 - Curvas $J_{sc} \times H$ do fio Pirelli 1, nos diâmetros de 0.94, 0.72, 0.52 e 0.33 mm, e do fio VAC F-24, no diâmetro de 0.94 mm

Para o fio 1 com 0.26 mm de diâmetro, $J_{sc} \times H$ já é menor que a 0.33 mm. Na Fig. 27, está representada a variação de J_{sc} a 2 T, em função de e_f , com:

$$e_f = \ln (S_1/S_f) = 2 \ln (d_1/d_f) \quad (104)$$

onde S_1 e d_1 são a seção reta e o diâmetro do fio no último tratamento térmico (no caso $d_1=3$ mm)

S_f e d_f são a seção reta final e o diâmetro final do fio

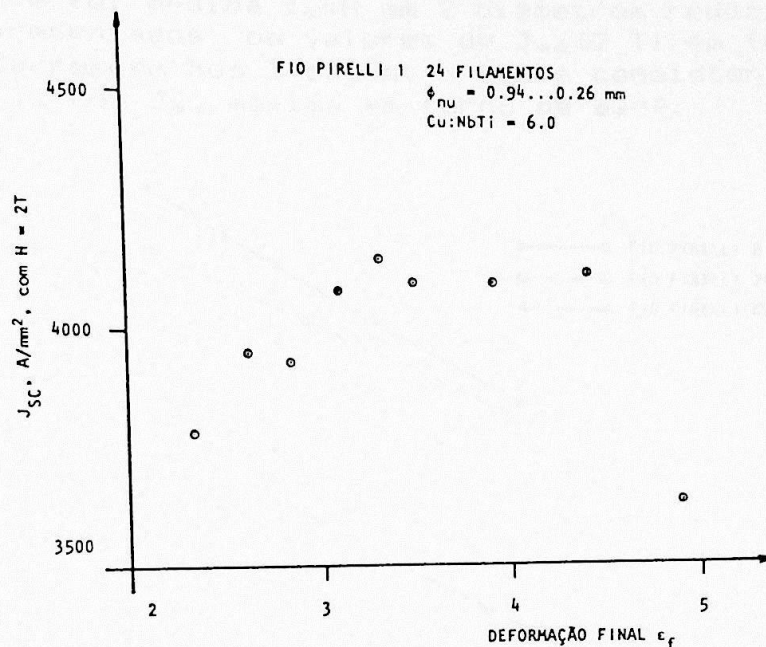


Fig. 27 - Curva J_{sc} (2 T) x e_f do fio Pirelli 1. A 5 T e a 8 T (não representados), o pico de J_{sc} também ocorre em torno de $e_f=4$ ($d=0.33$ mm)

A figura mostra um pico em torno de $e_f=4$. Assim, claramente, o fio Pirelli 1 necessitava de uma maior deformação final para atingir a sua J_{sc} máxima.

6.5 FIOS PIRELLI B, 2R E NV2 24 FILAMENTOS

O fio B não é torcido e os fios 2R e NV2 têm passo de torção de 50 mm. Os valores de $J_{sc}(2T)$ dos fios B e 2R são respectivamente iguais a 4410 A/mm² e 4145 A/mm², e são significativamente maiores que o do fio VAC (3880 A/mm²). Com $d=0.94$ mm, a sua deformação final é $e_f=5.08...5.24$. O último tratamento térmico é o mesmo do fio 1: 40 horas a 375 °C. Os fios foram trefilados até $e_f=6.0...6.5$ e foi medida $I_c \times H$ em 2 diâmetros reduzidos. Na Fig. 28 estão apresentados os valores de $J_{sc}(2T)$ em função de e_f . Os valores decrescem nos 3 casos, o que é consistente com o resultado do fio 1, com J_{sc} máxima em torno de $e_f=4$.

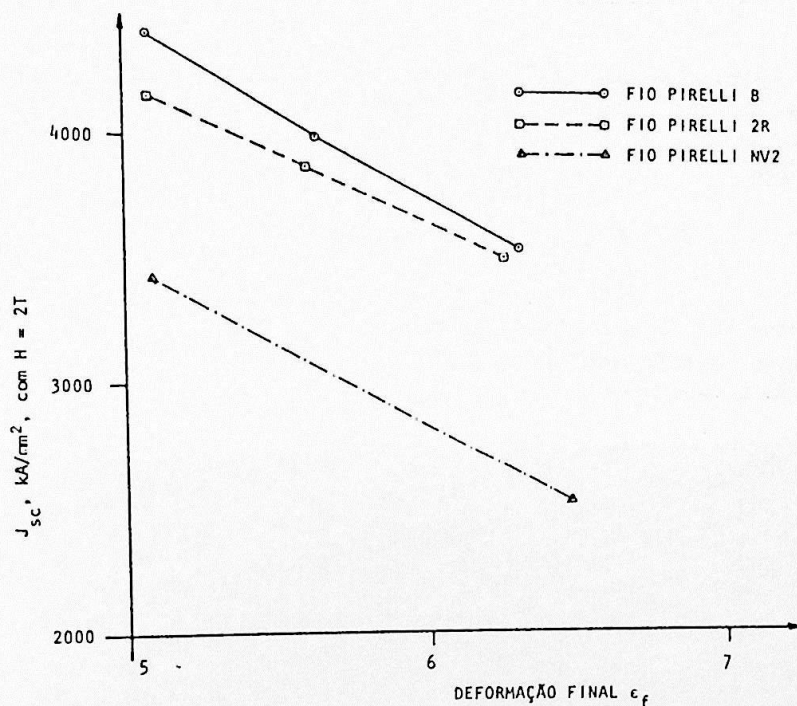


Fig. 28 - Curvas $J_{sc}(2T) \times e_f$ dos fios Pirelli B, 2R e NV2

6.6 LIMITE EXTRINSECO DOS FIOS PIRELLI 24 FILAMENTOS

A necessidade de deformações finais relativamente altas concorda com estudos recentes de Larbalestier et al [11]. Segundo estes estudos, fios que recebem o último tratamento térmico (> 40 horas a 375...420 °C), enquanto os filamentos ainda são relativamente grandes (> 100 microns), têm J_{uc} máxima para uma deformação final e_f de 5...6. O tratamento térmico final dado aos fios Pirelli 24 filamentos é de 40 horas a 375 °C, e o diâmetro dos filamentos no tratamento varia entre 230 microns e 1 mm, dependendo do fio. Estas condições se aplicam aos resultados de [11], porém o diâmetro final dos filamentos em [11] é da ordem de 8 microns, e aqui é da ordem de 20...70 microns.

Em [11], [13] e [6], na situação em que $J_{\text{uc}}(e_f)$ é máxima, diz-se que foi atingido o limite extrínseco do fio. Em diâmetros inferiores a 10 microns, o limite extrínseco é caracterizado pelo "sausaging" dos filamentos. Isto já foi visto na seção 2.4.

O limite extrínseco dos fios Pirelli 24 filamentos está entre 20...70 microns. A Fig. 29 é uma micrografia feita em um microscópio eletrônico de varredura (SEM) com aumento de 1000 X, de um filamento de cerca de 70 microns do fio B. Observam-se alguns nódulos de 1...2 microns, que ainda não são capazes de provocar "sausaging" em um filamento de 70 microns de diâmetro.

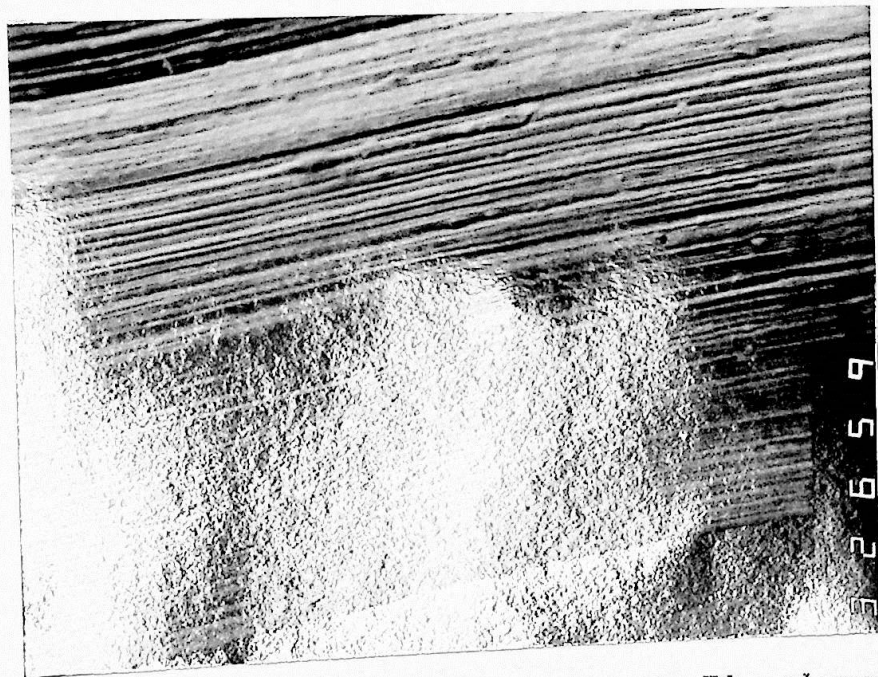


Fig. 29 - Filamento de cerca de 70 microns de diâmetro do fio Pirelli B, SEM, 1000 X

A uniformidade em pequenos segmentos dos filamentos é confirmada por SEM, como se pode ver na Fig. 30. Aqui, o aumento é de 200X.

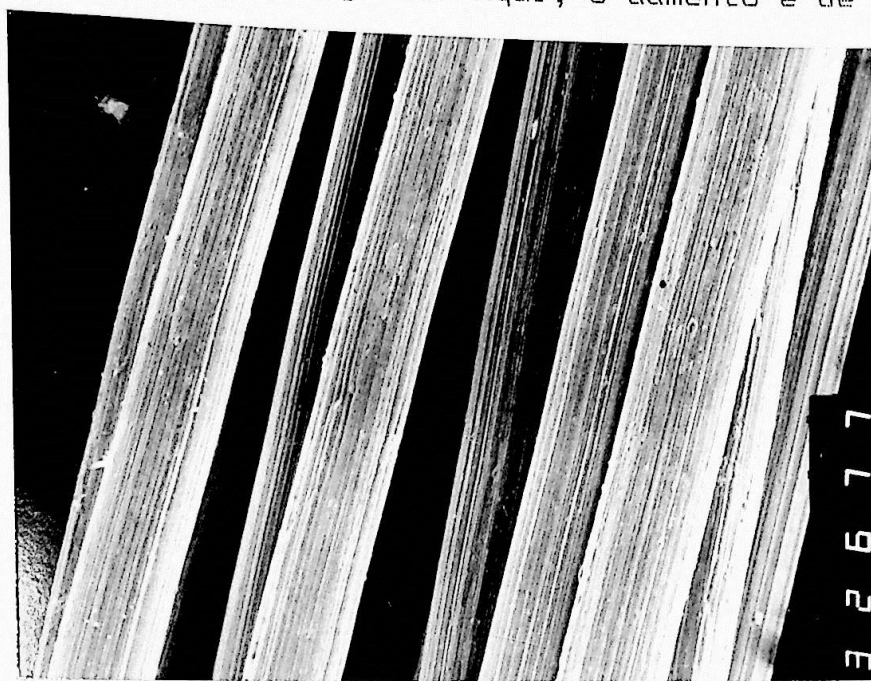


Fig. 30 - Filamentos de cerca de 70 microns de diâmetro do fio Pirelli NV2, SEM, 200 X

Porém, é comum observar variações da ordem de 20% nas seções transversais dos filamentos, nas micrografias transversais. Isto indica que há irregularidades de longo alcance, mas ainda não se sabe se elas são capazes de limitar J_{cc} .

Entre outras possibilidades, o fio estaria apenas necessitando de um novo tratamento térmico para que J_{cc} voltasse a subir em trefilações subsequentes. Isto poderá ser facilmente verificado, agora que o sistema de medida é disponível.

A quantidade de nódulos na superfície dos filamentos tem uma correlação com $J_{we}(H)$. Filamentos com o aspecto da Fig. 29 são normais nos fios Pirelli. Filamentos com o aspecto da Fig. 31 estão associados a valores de $J_{we}(H)$ muito mais baixos que os reportados aqui, por exemplo, menos de 3500 A/mm^2 a 2 T.

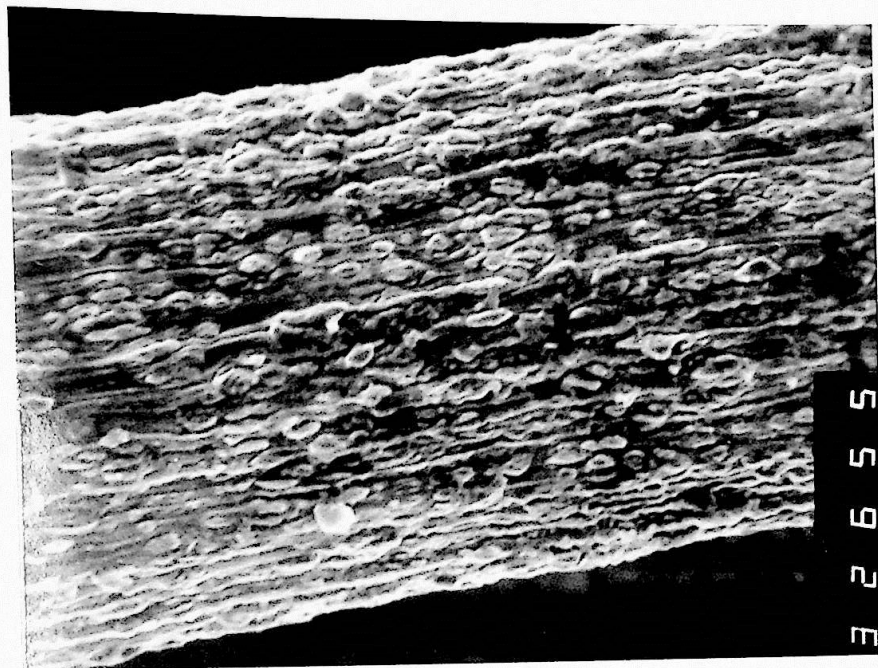


Fig. 31 - Filamento de cerca de 70 microns de diâmetro de um fio Pirelli 24 filamentos de baixa J_{we} ($<3500 \text{ A/mm}^2$ a 2T)

Estes nódulos poderiam ser compostos intermetálicos a base de Nb-Ti-Cu, indesejados, formados durante os tratamentos térmicos. E durante estes tratamentos térmicos que se forma o alfa-Ti, que é a principal fonte de centros de "pinning" no NbTi (V. seção 3.4). Os nódulos poderiam estar consumindo parte do alfa-Ti, e porisso $J_{we}(H)$ seria baixa. Isto ainda não foi investigado.

6.7 $n \times H$ DOS FIOS 24 FILAMENTOS PIRELLI E VAC F-24

O parâmetro da transição resistiva n , foi definido nas relações (2) e (3), na seção 2.3. Conforme já ilustrado na seção 2.4, ele tem sido associado à qualidade dos filamentos. Na Fig. 32, pretende-se ilustrar, para os fios Pirelli 24 filamentos, o que estão apresentados na Fig. 3, na seção 2.4. Assim, na Fig. 32, de $n(2T)$, dos fios Pirelli 24 filamentos, no diâmetro de 0.94 mm. Como esses fios são para MRI, eles são especificados a 2T. Por isso, prefere-se apresentar os valores a 2T. Estes valores foram todos medidos no BNL. Os tratamentos metalúrgicos variam, o que não acontecia nos fios da Fig. 3. Observa-se alguma tendência ao aumento de J_{sc} com n . Aqui, os valores mais baixos de J_{sc} (< 3500 A/mm² a 2T) correspondem a filamentos com o aspecto da Fig. 31, e os demais fios têm filamentos com o aspecto da Fig. 29.

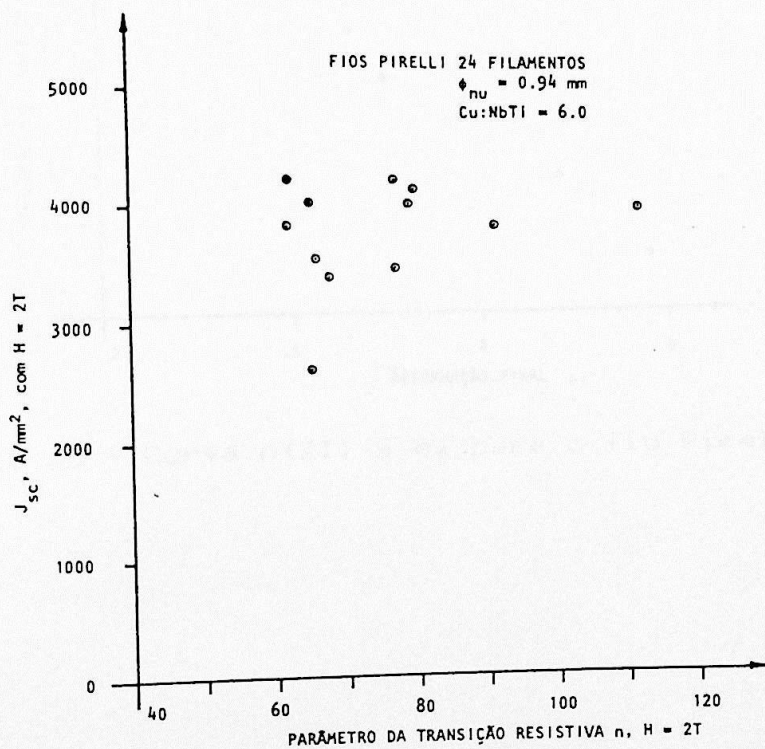


Fig. 32 - $J_{sc} \times n$, a 2T, para os fios Pirelli 24 filamentos

Os fios Pirelli 24 filamentos têm valores de n muito altos, no diâmetro de 0.94 mm. Os valores de n a 2T medidos no IFUSF variam entre 60 e 100, e a 8 T, entre 30 e 50.

Observou-se que, para todos os fios Pirelli 24 filamentos, $n(H)$ cai com e_f . A redução de n com e_f é razoável e já tinha sido ilustrada na Fig. 5. Na Fig. 33, está representada a variação de $n(2T)$ com e_f para o fio Pirelli 1. Para $e_f=5$ ($d_{nu}=0.26$ mm), $n(2T)$ já é praticamente igual a $n(8T)$.

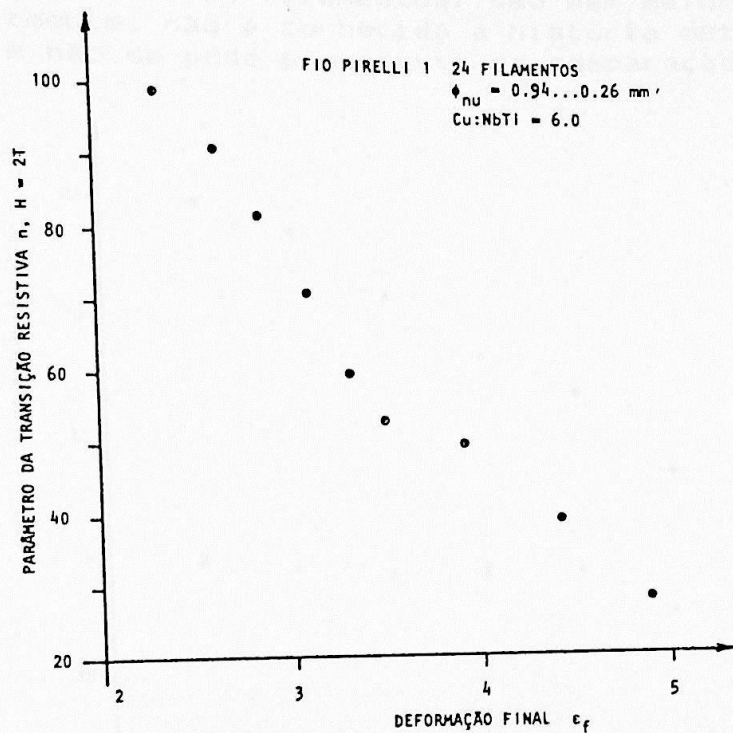


Fig. 33 - Curva $n(2T) \times e_f$ para o fio Pirelli 1

Na Fig. 34, estão representadas, para o mesmo fio *Pirelli 1*, a curva $n(H)$ a 0.94 mm ($e_f=2.32$) e a curva $n(H)$ a 0.33 mm ($e_f=4.48$), que é a mais próxima do máximo de $J_{cc}(e_f)$. Nota-se em 0.94 mm, e que, por coincidência, a curva $n(H)$ em 0.33 mm, é praticamente igual à do fio *VAC* em 0.94 mm (os valores de $J_{cc}(H)$ também são praticamente iguais, conforme mostrado na Fig. 26).

Assim, no diâmetro de 0.94 mm, os valores de n do fio *Pirelli 1* (e dos demais fios *Pirelli 24* filamentos) são bem maiores que o do fio *VAC*. Infelizmente, não é conhecida a história metalúrgica do fio *VAC*, e assim não se pode prosseguir na comparação.

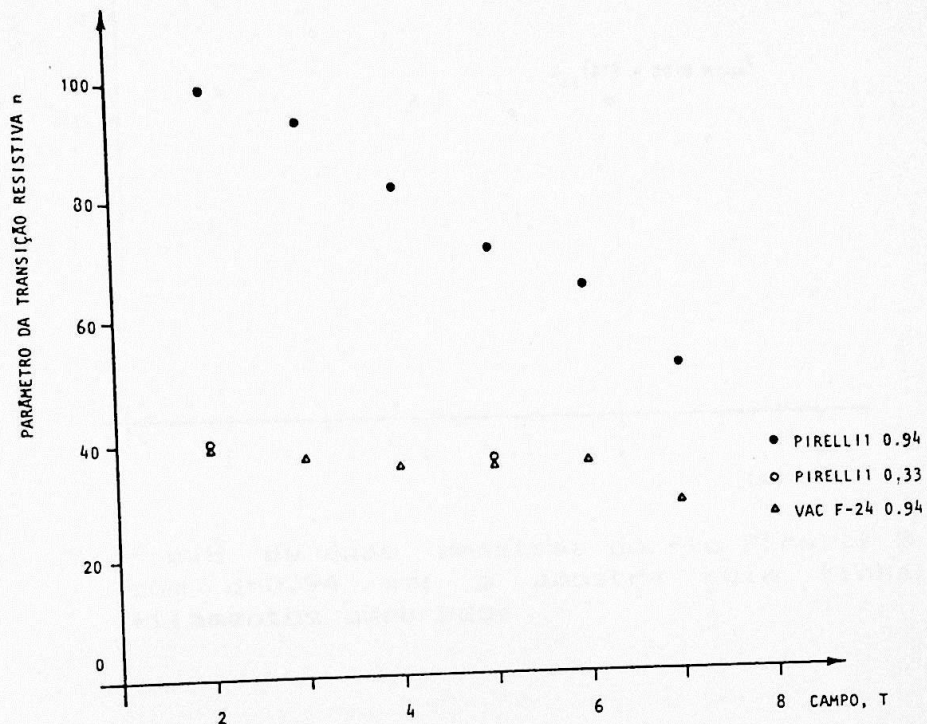


Fig. 34 - $n \times H$ do fio *Pirelli 1* com $d=0.94$ mm e com $d=0.33$ mm, e $n \times H$ do fio *VAC* com $d=0.94$ mm

Outro resultado interessante está ilustrado na Fig. 35. Trata-se das curvas $n \times H$ de duas amostras do fio B a 0.94 mm. A amostra com maior J_{sc} tem maior $n(H)$, e a outra, que tem baixo J_{sc} , tem menor $n(H)$, o que é consistente com [6], [11] e [13]. Neste caso, a amostra ruim apresentava filamentos quebrados.

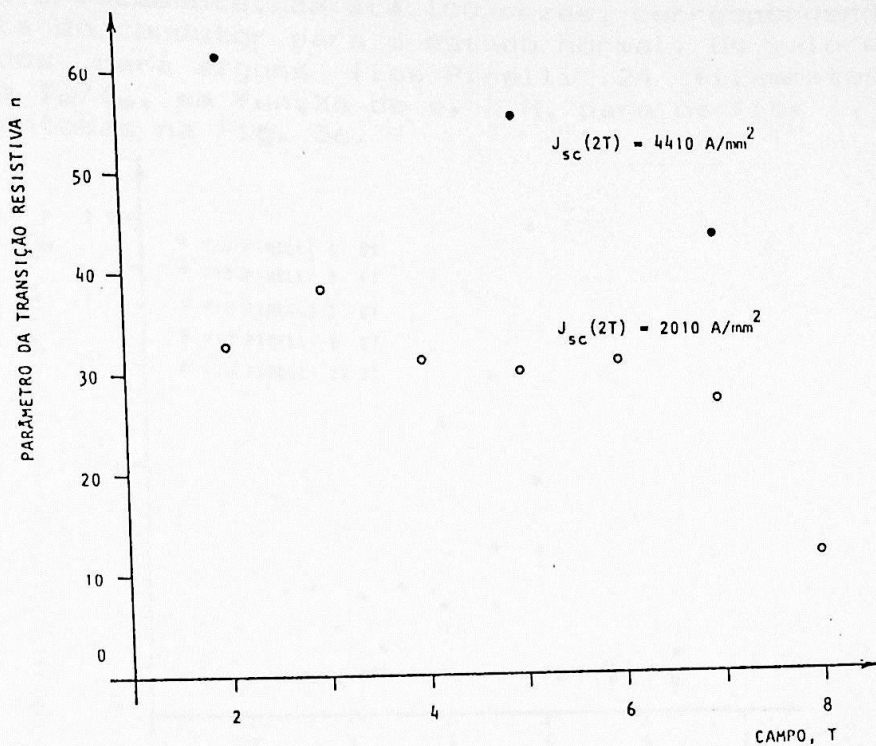


Fig. 35 - $n \times H$ de duas amostras do fio Pirelli B com $d=0.94$ mm; a amostra ruim tinha filamentos quebrados

6.8 I_Q , RRR E Cu:NbTi DOS FIOS PIRELLI 24 FILAMENTOS

Aqui, a corrente de quenching I_Q , é aquela para a qual a tensão na amostra aumenta bruscamente, de até 100 vezes, correspondendo à reversão completa do condutor para o estado normal. Os valores de I_Q foram medidos para alguns fios Pirelli 24 filamentos. Algumas curvas de I_Q/I_c , em função de e_f e H, para os fios 1, B e 2R, estão apresentadas na Fig. 36.

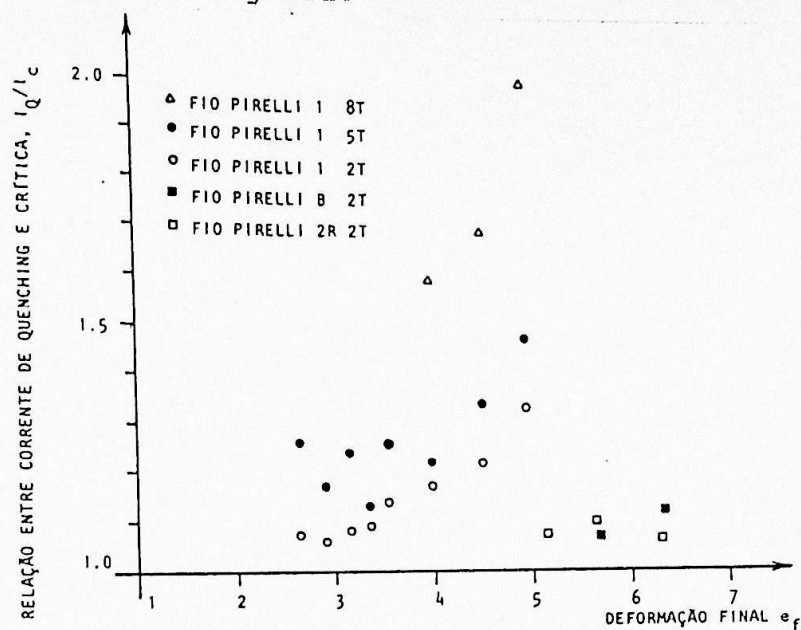


Fig. 36 - Curvas $I_Q/I_c \times e_f$, para os fios Pirelli 1, B e 2R

A Fig. 36 mostra que, para o fio 1, I_Q/I_c aumenta com a redução do diâmetro do fio, mesmo além do limite extrínseco, que no caso está em torno de $e_f=4$. Nota-se que I_Q/I_c também aumenta com H. Com $e_f=5$, I_Q/I_c é quase 1.4 a 2T e chega a 2 em 8T.

O fato de que I_Q pode ser significativamente maior do que I_c demonstra a necessidade de medidas de alta sensibilidade da curva $V \times I$. Como I_Q corresponde a um salto de voltagem de várias ordens de grandeza, pode ser detetado facilmente. Infelizmente, porém, na grande maioria das aplicações, é fundamental limitar as correntes de trabalho a valores abaixo de I_c .

Os dados expostos acima correspondem a curvas normais $V \times I$, do tipo da Fig. 2, na seção 2.3. Há situações anômalas, em que defeitos sérios nos filamentos (como quebras, afinamentos bruscos, etc.), podem induzir o fio a transições prematuras. Uma destas situações está ilustrada na Fig. 37, onde curiosamente passa-se ao estado normal sem um salto de tensão. Nesta situação, com uma medida de baixa sensibilidade, seria possível confundir I_c com I_Q . A curva $V \times I$ correspondente, com sensibilidade adequada, está apresentada na Fig. 38.

O valor de I_c é sempre um dado de interesse na utilização prática de fios supercondutores, pois representa uma importante indicação da estabilidade destes. Em algumas aplicações, inclusive, seria possível tolerar dissipações pequenas, e o fio poderia operar, sob certas condições, em $I > I_c$.

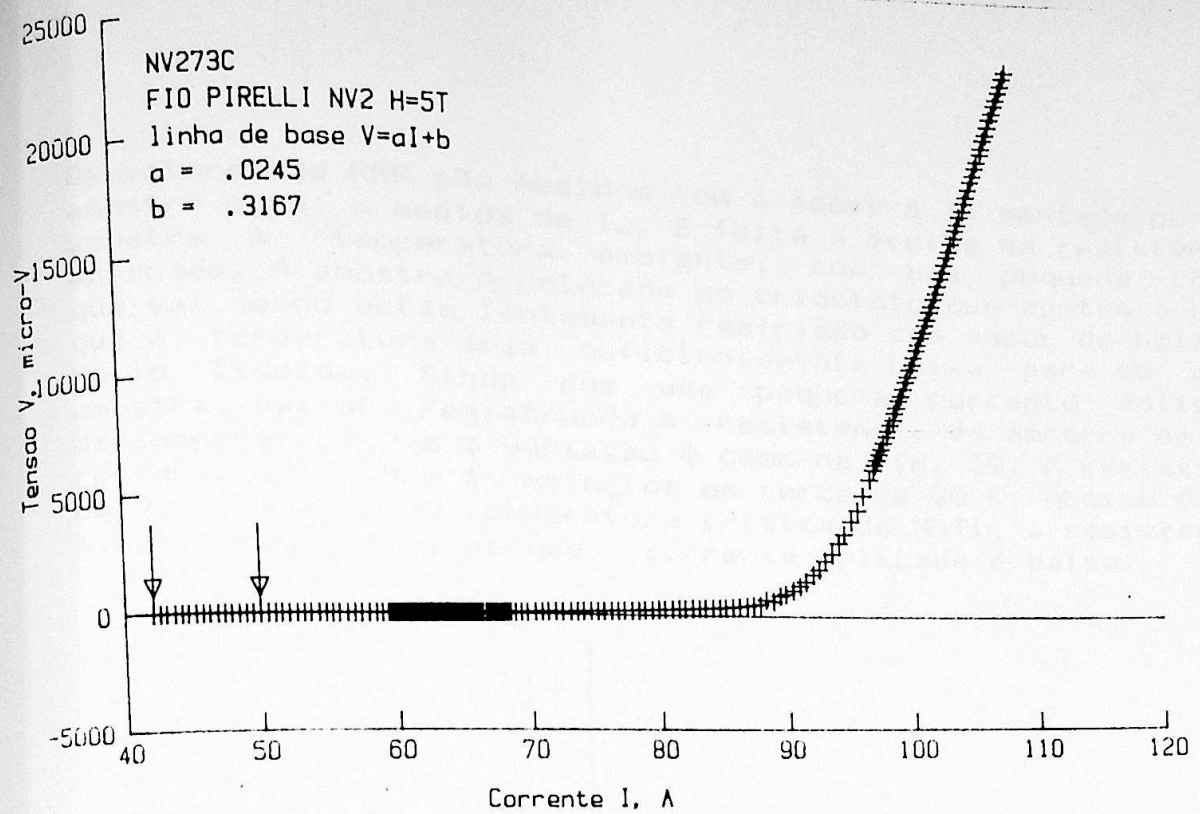


Fig. 37 - Curva $V \times I$ com baixa sensibilidade, fio Pirelli NV2 a 5T, $d=0.73\text{mm}$, $\text{Cu:NbTi}=7.7$, $I_c=55.6\text{A}$

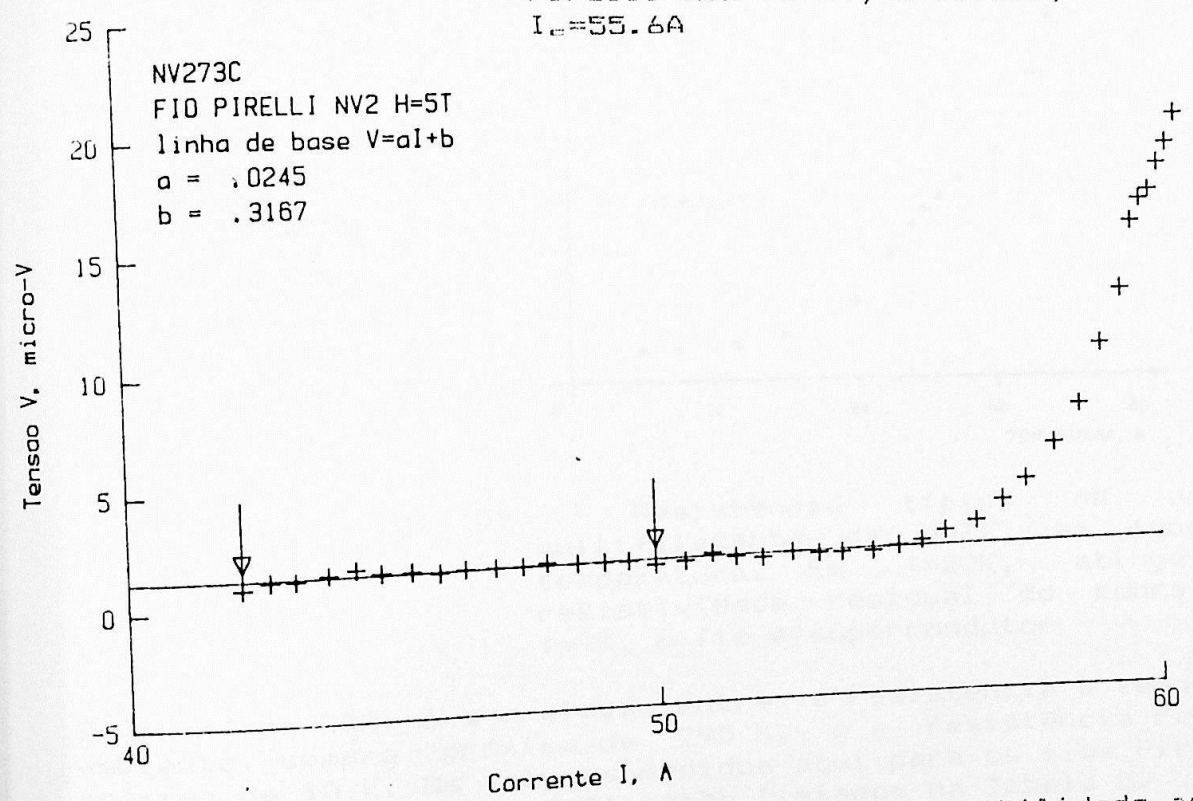


Fig. 38 - Curva $V \times I$ com sensibilidade adequada, correspondente à Fig. 37, amplificada próximo a $I_c=55.6\text{A}$

Os valores de RRR são medidos com a amostra já montada no porta-amostra para a medida de I_c . É feita a medida da resistência da amostra à temperatura ambiente, com uma pequena corrente que vai sendo então lentamente no criostato que contém a bobina, que a temperatura seja suficientemente baixa para se coletar amostra, vai-se registrando a resistência da amostra em função da temperatura, e a variação é como na Fig. 39. A resistividade residual do cobre é atingida em cerca de 20 K. Abaixo de cerca de 9 K, que é a temperatura crítica do NbTi, a resistência do fio já desaparece, porque a corrente aplicada é baixa.

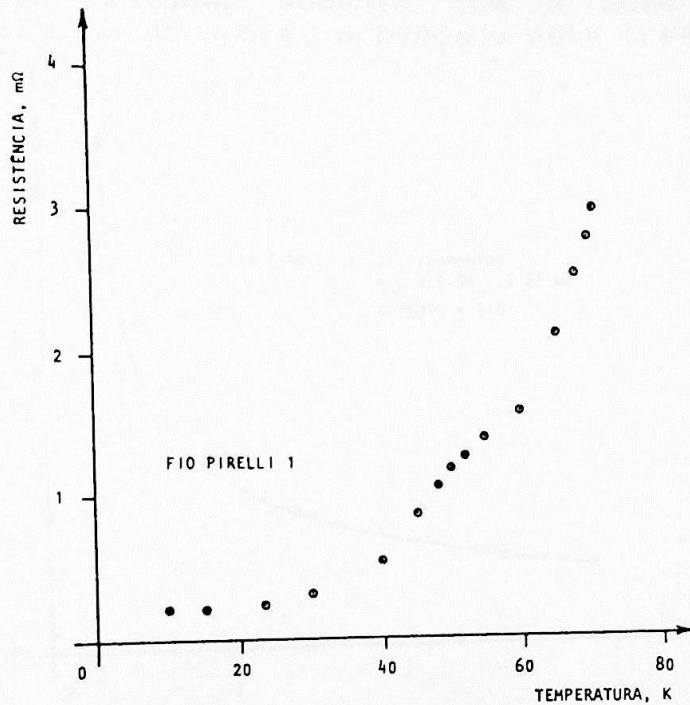


Fig. 39 - Resistência típica de um fio multifilamentar de NbTi, em função da temperatura. Em $T=20K$, atinge-se a resistividade residual do cobre e em $T=9K$, o fio é supercondutor

O valor de RRR é a relação entre a resistência à temperatura ambiente, sempre próxima de 295 K, e a resistência residual, próxima de 10 K. Os valores medidos aqui para os fios Pirelli 24 filamentos e o fio VAC F-24 estão listados na Tabela 3.

TABELA 3 - Valores de RRR e Cu:NbTi de fios de 24 filamentos, com diâmetro nu de 0.94 mm

FIO	RRR	Cu:NbTi		$J_{mc}(2 T), A/mm^2$
		medido	nominal	
1	126	6.0	6.0	3790
B	166	6.0	6.0	4410
2R	112	7.2	6.0	4145
NV2	104	7.7	6.0	3840
VAC	91	5.8	6.5	3880

O valor de RRR cai com ϵ_f , como se pode notar na Fig. 40. E porque a resistividade residual aumenta com o aumento dos defeitos na rede cristalina do cobre, provocado pela trefilação.

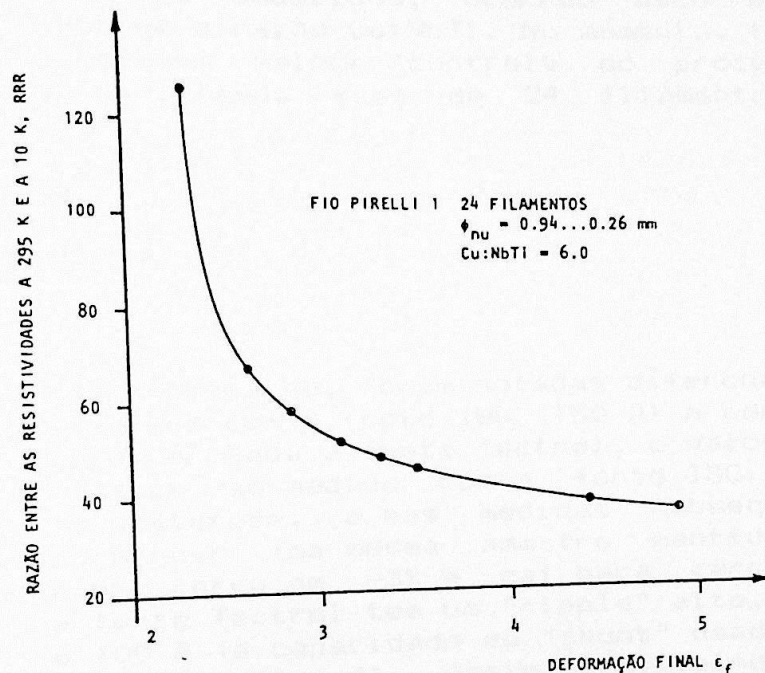


Fig. 40 - Variação típica de RRR com ϵ_f para o fio Pirelli 1 24 filamentos

A razão Cu:NbTi é determinada a partir da medida das massas de um pequeno segmento de fio, antes e depois da remoção total do cobre, pela reação com ácido nítrico concentrado.

Da definição de densidade d :

$$d = m/V = m/lS \quad (105)$$

onde m é a massa, l é o comprimento e S é a área

$$Cu:NbTi = \frac{S_{Cu}}{S_{NbTi}} = \frac{m_{Cu}}{m_{NbTi}} \times \frac{d_{NbTi}}{d_{Cu}} \quad (106)$$

com $d_{NbTi}=6.0 \text{ g/cm}^3$ e $d_{Cu}=8.9 \text{ g/cm}^3$

A razão entre cobre e supercondutor em um fio é importante por dois motivos. Em primeiro lugar, ela afeta a estabilidade do fio. Em segundo lugar, ela determina a sua corrente crítica. Isto porque a propriedade intrínseca do filamento é a densidade de corrente, mas a característica relevante no projeto do fio é a corrente total do condutor. Normalmente o projetista especifica a corrente total e o diâmetro do fio isolado, e para satisfazer estas especificações, o fabricante precisa controlar bem a razão Cu:SC. Nos fios fabricados pela Pirelli, esta razão tem variado mais do que o desejável, devido ao processo utilizado. Durante as primeiras trefilações do monofilamento e dos grupos de filamentos embutidos, ocorrem escorregamentos indesejáveis que alteram a razão Cu:NbTi. No momento, trabalha-se no sentido de obter um melhor controle do processo. Os valores de Cu:NbTi de alguns fios de 24 filamentos estão listados na Tabela 3.

6.9 AMOSTRA PADRÃO DO NBS

Ao longo de todo este trabalho, foram notadas diferenças entre os valores de I_c medidos com a fonte IGC (150 A) e com a fonte Tectrol (500 A). Quando é usada a fonte Tectrol, o valor de I_c é sistematicamente inferior ao medido com a fonte IGC. O efeito apresenta uma certa histerese, e nas medidas subsequentes a diferença tende a diminuir (na mesma amostra mantida fria). Assim, esta começa em cerca de -3% e cai para cerca de -2%. Verificou-se que a fonte Tectrol tem um "ripple" alto, da ordem de 15% entre 50 e 100 A (a capacidade do "shunt" usado era 100 A), conforme ilustrado na Fig. 41. Assim, provavelmente, esta componente alternada da corrente de transporte provoca a transição precoce da amostra.

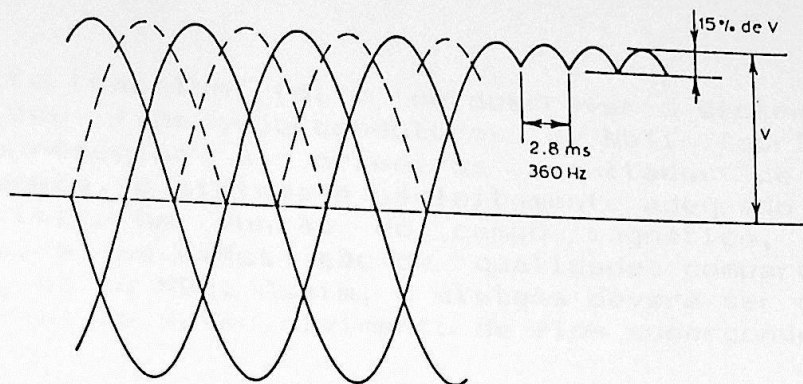


Fig. 41 - "Ripple" da fonte de 500 A

Os valores de I_e medidos no IFUSP para a amostra padrão do NBS concordam razoavelmente com os valores certificados se for feita uma correção de 2-3% para o "ripple" da fonte Tectrol a 2 e a 4T, onde não era possível usar a fonte IGC de 150 A. Os valores de n concordam bastante bem, levando-se em conta que a precisão de uma medida de n é da ordem de 20% [32]. A comparação entre os valores de I_e medidos no IFUSP e os valores certificados está resumida na Tabela 4 abaixo. A temperatura do banho foi medida e era de 4,13 K.

TABELA 4 - Comparação entre os valores medidos no IFUSP e os valores certificados para a amostra padrão do NBS (SRM 1457, E263)

H, T	DESVIO = (IFUSP-NBS)/NBS	DESVIO CORRIGIDO *	TOLERANCIA CERTIFICADA
8	< 0.1 %		+/- 2.16 %
6	- 0.6 %		+/- 1.87 %
4	- 2.6 %	- 0.6...+ 0.4 %	+/- 2.13 %
2	- 4.0 %	- 2 ... - 1 %	+/- 2.65 %

* correção para o "ripple" da fonte Tectrol, estimada a 6T e a 8T, entre -3...-2%

7. CONCLUSÃO

O objetivo deste trabalho foi o de descrever o sistema para a caracterização dos fios supercondutores de NbTi fabricados na Pirelli, e apresentar os primeiros resultados de medidas da corrente crítica em função do campo magnético, em fios supercondutores, e os dados são de qualidade comparável aos obtidos no BNL ou no NBS. Assim, o sistema deverá ser de grande valia no programa de desenvolvimento de fios supercondutores na Pirelli.

8. REFERENCIAS

- [1] H.Hillmann, "Fabrication Technology of Superconductor Materials", in Superconductor Materials Science- Metallurgy, Fabrication and Applications, ed. by S.Foner & B.B.Schwarz, Plenum Press, 1981, pp. 275-333
- [2] C.A.Filipini, "Fio Supercondutor 24 filamentos", Relatório Interno Pirelli, RT-352/263, Dez. 1987
- [3] J.Otubo, "Desenvolvimento de Fios Supercondutores Multifilamentares de NbTi", dissertação de mestrado, Instituto de Física da Universidade de São Paulo, 1986
- [4] G.Vellego, C.A.Filipini, N.F.Oliveira Jr. & V.Bindilatti, "Superconducting Magnets for low helium consumption systems", Anais do 7º CBECIMAT, UFSC, Florianópolis, SC, Dez. 1986, pp. 101-102
- [5] D.P.Hampshire & H.Jones, "Analysis of the general structure of the E-I characteristic of high current superconductors with particular reference to a NbTi SRM wire", Cryogenics, vol.27, Nov. 1987, pp. 608-616
- [6] W.H.Warnes & D.C.Larbalestier, "Critical Current Distributions in superconducting composites", Cryogenics, vol.26, Dec. 1986, pp. 643-653
- [7] C.J.G.Plummer & J.E.Evetts, "Dependence of the shape of the resistive transition on composite inhomogeneity in multifilamentary wires", MAG-23, no.2, Mar. 1987, pp. 1179-1182
- [8] ASTM B 714-82, Standard Test Method for DC Critical Current of Composite Superconductors, 1982
- [9] M.Garber, W.B.Sampson & M.J.Tannenbaum, "Critical Current Measurements on Superconducting Cables", MAG-19, no.3, May 1983, pp. 720-723
- [10] W.B.Sampson, R.B.Britton, P.F.Dahl, A.D.McInturff, G.H.Morgan & K.E.Robins, "Superconducting Synchrotron Magnets", Particle Accelerators, vol.1, 1970, p. 173
- [11] L.Chengren & D.C.Larbalestier, "Development of high critical current densities in niobium 46.5 wt% titanium", Cryogenics, vol.27, Apr.1987, pp. 171-177
- [12] J.W.Ekin, "Irregularity in NbTi filament area and electric field versus current characteristics", Cryogenics, vol.27, Nov. 1987, pp. 603-607

- [13] M. Garber, M. Suenaga, W.B. Sampson & R.L. Sabatini, "Critical Current Studies on fine filamentary NbTi accelerator wires", in *Advances in Cryogenic Engineering*, vol. 32, Plenum Press, 1986, pp. 707-714
- [14] M. Garber, R. Nelson & W.B. Sampson, BNL Isabelle Technical Note no. 385, 1982
- [15] M.N. Wilson, "Practical Superconducting Materials", in *Superconductor Materials Science - Metallurgy, Fabrication and Applications*, ed. by S. Foner & B.B. Schwarz, Plenum Press, 1981, pp. 90-93
- [16] J.K. Hulm & B.T. Matthias, "Overview of superconducting materials development", in *Superconductor Materials Science - Metallurgy, Fabrication and Applications*, ed. by S. Foner & B.B. Schwarz, Plenum Press, 1981, pp. 44-53
- [17] D. Dew-Hughes, "Introduction to superconducting materials", in *Treatise on materials science and technology*, vol. 14, ed. by T. Luhman & D. Dew-Hughes, Academic Press, 1979, pp. 1-31
- [18] C.G. Kuper, *An Introduction to the theory of superconductivity*, Clarendon Press, 1968, pp. 96-133
- [19] J. Lowell & A.C. Rose-Innes, "Crystals of magnetic flux", *Rep. Prog. Phys.*, vol. 42, 1979, pp. 1337-1383
- [20] M.N. Wilson, "Practical Superconducting Materials", in *Superconductor Materials Science - Metallurgy, Fabrication and Applications*, ed. by S. Foner & B.B. Schwarz, Plenum Press, 1981, pp. 63-87 & 102-114
- [21] P.W. Anderson & Y.B. Kim, "Hard Superconductivity: Theory of the motion of Abrikosov flux lines", *Rev. Mod. Phys.*, vol. 36, Jan. 1964, p. 39
- [22] C.P. Bean, "Magnetization of Hard Superconductors", *Phys. Rev. Letters*, vol. 8, no. 6, Mar. 1962, pp. 250-253
- [23] Y.B. Kim, C.F. Hempstead & A.R. Strnad, "Critical Persistent Currents in Hard Superconductors", *Phys. Rev. Letters*, vol. 9, no. 7, Oct. 1962, pp. 306-309
- [24] D.C. Larbalestier & A.W. West, "New Perspectives on Flux Pinning in NbTi composite superconductors", *Acta Metall.*, vol. 32, no. 11, 1984, pp. 1871-1881
- [25] L.F. Goodrich & F.R. Fickett, "Critical Current Measurements: a Compendium of Experimental Results", *Cryogenics*, May 1982, pp. 225-241

- [26] NBS Special Publication 260-91, "Standard Reference Materials: Critical Current Measurements on an NbTi Superconducting Wire Standard Reference Material", Sep. 1984
- [27] M.Garber & W.B.Sampson, BNL Isabelle Spec. no.89, App.3, "BNL Short Sample Test Procedure for I_c Determination of 0.0268 inch diameter twisted multifilamentary wire", Nov. 1981
- [28] A.F.Clark, G.Fujii & M.A.Ranney, "The Thermal Expansion of several materials for superconducting magnets", MAG-17, no.5, Sep. 1981, pp. 2316-2319
- [29] M.Garber, Comunicação Pessoal em Set. 1986
- [30] J.W.Ekin & A.F.Clark, "Current Transfer in Multifilamentary Superconductors, I and II", J.Appl.Phys., vol.49, Jun 1978, pp. 3406-3412
- [31] P.R.Bevington, Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences, Mc Graw Hill, 1969, pp. 92-114
- [32] D.C.Larbalestier et al, "Progress towards 4000 A/mm²", 6th Workshop on NbTi Superconductors, University of Wisconsin-Madison. Nov. 12-13, 1986