



Liying Liu

**Supercondutividade em sistemas híbridos de
Bi/Ni: Estudo Nanoestrutural/Analítico por
Microscopia Eletrônica de Transmissão em Alta
Resolução**

Tese de Doutorado

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos.

Orientador : Prof. Ivan Guillermo Solórzano-Naranjo
Coorientador: Prof. Dante Ferreira Franceschini Filho

Rio de Janeiro
Abril de 2017



Liying Liu

**Supercondutividade em sistemas híbridos de
Bi/Ni: Estudo Nanoestrutural/Analítico por
Microscopia Eletrônica de Transmissão em Alta
Resolução**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos do Departamento de Engenharia Química e de Materiais do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Ivan Guillermo Solórzano-Naranjo

Orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Prof. Dante Ferreira Franceschini Filho

Coorientador

Instituto de Física, Universidade Federal Fluminense – IF-UFF

Profa. Elisa Maria Baggio Saitovitch

Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF

Prof. Roberto Ribeiro de Avillez

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Prof. Marcos Farina de Souza

Instituto de Ciências Biomédicas – UFRJ

Profa. Karla Balzuweit

Departamento de Física – UFMG

Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 19 de Abril de 2017

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Liyang Liu

Graduado em Engenharia de Materiais pela Shandong Universidade (SDU), China em 1994. Mestre em Engenharia de Materiais pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio) em 2012.

Ficha Catalográfica

Liu, Liyang

Supercondutividade em sistemas híbridos de Bi/Ni: Estudo Nanoestrutural/Analítico por Microscopia Eletrônica de Transmissão em Alta Resolução / Liyang Liu; orientador: Ivan Guillermo Solórzano-Naranjo ; co-orientador: Dante Ferreira Franceschini Filho. – 2017.

v., 117 f: il. color. ; 30 cm

Tese (doutorado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais.

Inclui bibliografia

1. Engenharia de Materiais – Teses. 2. Engenharia Química – Teses. 3. Supercondutividade;. 4. Híbridos;. 5. HRTEM;. 6. Filmes finos;. 7. Nanopartículas.. I. Solórzano, Guillermo. II. Franceschini, Dante. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Química e de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

Agradecimentos

Ao Professor Guillermo Solórzano pela sua amizade, paciência, apoio e orientação na realização deste trabalho.

À Professora Elisa Baggio-Saitovitch pela discussão dos resultados desse trabalho e ao Laboratório Interinstitucional de Medidas Magnéticas e de Transporte (CBPF/PUC/UFF/UERJ/ FAPERJ), ao Laboratório de Filmes Finos c/ Fonte de Clusters, pelo acesso ao PPMS-Dynacool e à Fonte de Clusters;

Ao Professor Dante pelo acesso ao sistema de Deposição por Laser Pulsado, Microscópio Eletrônico de Transmissão (TEM) e pelas sugestões realizadas no desenvolvimento desta tese.

Ao Professor André Pinto e ao Laboratório Multiusuário de Nanociências e Nanotecnologia (LabNano/CBPF), pelo acesso ao FIB-SEM e TEM.

Ao meu colega Júlio Spadotto pela amizade e pela correção do português na redação da tese.

Um agradecimento especial à Cilene Labre pelo treinamento de SEM, TEM e FIB-SEM, pela amizade e pelo apoio.

Ao Professor David J. Smith, da Arizona State University, USA, pela assistência nas análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão por Varredura (HRSTEM).

Ao Professor David C. Bell, da Harvard University, USA, pela assistência nas análises de HRSTEM.

Ao professor Masashi Watanabe, ao professor Chris Kiely e ao Dr. Li Lu da Lehigh University, USA, pelo apoio nas análises de HRSTEM.

Ao pesquisador Eduardo Bittar do CBPF pelo acesso ao Dynacool.

Ao pesquisador Fernando Stavale do CBPF pela ajuda nas análises de XPS.

Aos meus colegas e amigos, Natasha Suguihiro, Isabel Ramos, Isabel Merino, Marcos Antônio de Sousa, Rodrigo Labre e André Honorato pelos ensinamentos, pela abnegada ajuda nos experimentos, pela amizade e pelo apoio.

Aos todos os professores e funcionários do DEQM-PUC-Rio, por me transmitir seus conhecimentos e experiências.

Agradeço a todas as pessoas que me incentivaram, apoiaram e possibilitaram esta tese de Doutorado.

Às agências financiadoras CAPES e CNPq, assim como à PUC-Rio pelos auxílios concedidos sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

Um agradecimento especial aos meus familiares que me deram tanto o suporte emocional quanto intelectual, sem os quais não seria possível a realização desse trabalho.

Resumo

Liu, Liying; Solórzano, Guillermo; Franceschini, Dante. **Supercondutividade em sistemas híbridos de Bi/Ni: Estudo Nanoestrutural/Analítico por Microscopia Eletrônica de Transmissão em Alta Resolução**. Rio de Janeiro, 2017. 117p. Tese de Doutorado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Apesar do bismuto cristalino e do níquel não serem supercondutores, as bicamadas Bi/Ni mostram uma transição supercondutora a ~ 4 K, o que tem atraído muita atenção. Existem diferentes interpretações para a supercondutividade (SC) em Bi/Ni, por exemplo: a presença de Ni induz a transformação de estrutura de Bi, originalmente romboédrica torna-se cúbica de face centrada (CFC); as flutuações magnéticas na interface Ni/Bi poderiam gerar a SC; a formação do intermetálico NiBi_3 na interface; a SC induzida por Bi na camada de Ni e a formação de uma camada de Bi amorfa fina na interface Ni/Bi. Neste trabalho foram estudadas a SC e as modificações estruturais, tanto em sistemas de bicamadas quanto em sistemas de nanopartículas de Bi/Ni, por meio de medidas de transporte elétrico, medições magnéticas e microscopia eletrônica de transmissão em alta resolução (HRTEM). Foram observadas transições de duas etapas nas bicamadas Bi/Ni. Os resultados estruturais mostram que duas fases intermetálicas, NiBi e NiBi_3 , formaram-se durante a preparação da amostra por deposição a laser pulsado. A formação destes intermetálicos constitui-se na origem da SC em sistemas Bi/Ni. Um fenômeno interessante foi a observação da fase rica em Bi (NiBi_3) na proximidade da camada de Ni. Entretanto, a fase rica em Ni (NiBi) é formada após a camada NiBi_3 . Os resultados de espectroscopia por energia característica de raios-X (EDXS) com resolução nanométrica mostram claramente um aumento incomum da concentração de Ni próximo à interface Bi/Substrato, o que foi confirmado por HRTEM. Foram igualmente estudados sistemas constituídos por filmes de Bi/nanopartículas de Ni e filmes de Ni/nanopartículas de Bi, preparados a temperatura ambiente, não tendo sido observada a transição supercondutora completa nestes sistemas. Por outro lado, as bicamadas Bi/Ni e, mesmo, as tricamadas Bi/Ni/Bi, quando preparadas a 4,2 K por evaporação térmica, não revelaram formação de intermetálicos, mesmo após o recozimento a 300K, e não exibem SC. Com estes resultados, a SC em filmes finos Bi/Ni se explica pela formação do NiBi e NiBi_3 devido a interdifusão na interface.

Palavras-chave

Supercondutividade; Híbridos; HRTEM; Filmes finos; Nanopartículas.

Abstract

Liu, Liying; Solórzano, Guillermo (Advisor); Franceschini, Dante (Co-Advisor). **Superconductivity in Bi/Ni hybrid systems: a Nanostructural/Analytical Study by High Resolution Transmission Electron Microscopy**. Rio de Janeiro, 2017. 117p. PhD Thesis – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Despite crystalline bismuth and nickel being not superconducting, Bi/Ni bi-layers show a superconducting transition at ~ 4 K and this has been attracting attention. There are different interpretations for the superconductivity (SC) in Bi/Ni, for example: the presence of Ni induces the modification of Bismuth structure from rhombohedral to face centered cubic (FCC); magnetic fluctuations at the interface of Ni/Bi would induce SC; formation of intermetallic NiBi₃ at the interface; Bi induced superconductivity in Ni layer and formation of a very thin amorphous Bi layer formed at the interface of Ni/Bi. The present work studies the SC and microstructure modifications of the Bi/Ni bilayer and nanoparticle systems by means of electric transport and magnetic measurements, and high resolution electron microscopy (HRTEM). Two-step transitions have been observed in Bi/Ni bilayers. The observed microstructure shows that two intermetallic phases (NiBi and NiBi₃) have been formed during the sample preparation by pulsed laser deposition. The formation of the two intermetallic compounds constitutes the origin of the superconductivity in Bi/Ni systems. One interesting phenomenon is the observation of Bi-rich phase (NiBi₃) formed near the Ni layer. However, the Ni-rich phase (NiBi) is formed after the NiBi₃ layer. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDXS) results at nanometer scale clearly show an unusual increase of Ni concentration near the interface of Bi/Substrate, which was confirmed by HRTEM observation. Bilayers of Bi/Ni nanoparticles and Ni/Bi nanoparticles have been studied as well and the samples do not show a full superconducting transition. On the other hand, Bi/Ni bilayers and Bi/Ni/Bi trilayers have been prepared at 4.2 K by thermal evaporation do not reveal formation of intermetallic compounds even after annealing at 300 K, and they are not superconducting down to 1.8 K. With this result, The SC in Ni/Bi thin films can be explained by the formation of NiBi and NiBi₃ due to interdiffusion at the interface.

Keywords

Superconductivity; Hybrids; HRTEM; Thin films; Nanoparticles.

Sumário

1	Introdução	16
2	Revisão Bibliográfica	19
2.1	Sistema Bi/Ni	19
2.1.1	Supercondutividade em Bi	19
2.1.2	Diagrama de fases do sistema Ni/Bi	20
2.1.3	Formação de NiBi ₃ em Sistema Bi/Ni	21
2.1.4	Supercondutividade em Sistema Bi/Ni	22
2.2	Interdifusão em Filmes Finos	23
2.3	Uma Breve Introdução à Supercondutividade	25
2.3.1	O Efeito Meissner	26
2.3.2	As equações de London	27
2.3.3	Teoria de Ginzburg-Landau e Dois Tipos de Supercondutor	28
2.3.4	Teoria BCS e os Pares de Cooper	31
3	Procedimento Experimental e Técnicas de Caracterização	34
3.1	Produção de sistemas híbridos por ablação a laser pulsado (PLD)	34
3.1.1	Teoria Básica de PLD	34
3.1.2	Sistema de PLD	34
3.1.2.1	Laser	35
3.1.2.2	Sistema Óptico	36
3.1.2.3	Sistema de Vácuo	36
3.1.3	Procedimento Experimental de Produção dos Sistemas Bi/Ni	37
3.1.3.1	Substratos	37
3.1.3.2	Alvos	38
3.1.3.3	Calibração das Taxas de Deposição	38
3.2	Produções de Sistemas tricamadas por evaporação térmica	40
3.2.1	Formação dos Clusters	41
3.2.2	Formação de Filmes Finos Bi/Ni/Bi	41
3.3	Sistemas Híbridos de Filmes Finos e Nanopartículas Bi/Ni	42
3.3.1	Sistema de Filmes Finos Bi/Ni	42
3.3.2	Sistema de Nanopartículas Bi/Ni	44
3.4	Preparação das amostras de seção transversal para HRTEM por FIB	45
3.5	Técnicas de Caracterização	47
3.5.1	Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)	47
3.5.2	Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (HRTEM)	50
3.5.3	Sistema de Medidas de Propriedades Físicas (PPMS)	51
3.5.3.1	Medidas de transporte elétrico	52
3.5.3.2	Medidas Magnéticas	53
4	Supercondutividade em Sistemas de Filmes Finos Bi/Ni	57
4.1	Propriedades de Transporte Elétrico	57
4.2	Caracterização Magnética dos Sistemas Filmes Finos Bi/Ni	65
4.3	Caracterização Estrutural da Seção Transversal dos Filmes Finos Bi/Ni	69

4.3.1	Sistema Bi38nm/Ni2nm	69
4.3.2	Sistema Bi38nm/Ni8nm	73
4.3.3	Sistema Bi38nm/Ni20nm	76
4.3.4	Sistema Bi38nm/Ni30nm	78
4.3.5	Sistema Bi38nm/Ni40nm	80
4.3.6	Sistema (Bi20nm/Ni10nm) x 2	87
4.3.7	Discussão	90
5	Sistemas Híbridos de Filmes Finos e Nanopartículas de Bi/Ni	93
5.1	Microestruturas das Nanopartículas de Bi	93
5.2	Microestruturas das Nanopartículas de Ni	96
5.3	Análises das Propriedades de Transporte Elétrico	98
6	Sistema Filmes Finos Tricamadas de Bi/Ni/Bi	102
6.1	Propriedades de Transporte Elétrico	102
6.2	Caracterização Microestrutural da Seção Transversal	104
7	Conclusão e Trabalhos Futuros	108
7.1	Conclusão	108
7.2	Trabalhos Futuros	109
	Referências bibliográficas	111
A	Artigo da Tese Publicado em Periódico	117

Lista de figuras

2.1	Esquema da estrutura cristalina de Bi romboédrica [22].	20
2.2	Diagrama de fases do sistema Bi-Ni [28].	21
2.3	Resistência em Ohms de uma amostra de mercúrio em função da temperatura absoluta. Este gráfico marcou a descoberta da supercondutividade [35].	26
2.4	(a) O material em seu estado normal, submetido a aplicação de um campo magnético externo, onde as linhas de campo magnético penetrando em seu corpo; (b) O material em seu estado superconductor, o campo magnético não penetra em seu corpo.	27
2.5	Curva de magnetização do supercondutor tipo I e tipo II.	30
2.6	Estado misto de um supercondutor do tipo II, quando o campo magnético aplicado (H) é $H_{c1} < H < H_{c2}$, formam-se tubos de vórtices, a variação da densidade dos pares de Cooper (n_s) e a variação da densidade de fluxo.	31
3.1	Ilustração da deposição por PLD [52].	35
3.2	Sistema de deposição por PLD da UFF.	37
3.3	Esquema da preparação das amostras para análises de espessura por perfilometria.	39
3.4	esquema de sistema de deposição por evaporação térmica.	40
3.5	Ilustração esquemática das bicamadas Bi/Ni.	43
3.6	Diagrama esquemático da amostra com o conjunto de nanopartículas. Nesta figura indica-se que o verde é a camada de Bi ou de Ni e as bolinhas azuis são as nanopartículas.	45
3.7	Imagens da sequência de preparação das amostras para TEM usando FIB. (a) depósito de platina; (b) regular e afinar o cross-section; (c) retirar a lamela; (d) soldagem na grade para TEM; (e) corte do nano manipulador e afinar; (f) pronto para ser levado aoTEM.	46
3.8	Diagrama de raios na configuração principal de formação do padrão de difração (a) e (b) de imagem no TEM [55].	49
3.9	Esquema de processo de imagem de HRTEM [59].	51
3.10	Esquema do método de quatro pontos utilizado para a medida de resistividade elétrica.	53
3.11	Esquema de um Magnetômetro por Amostra Vibrante VSM.	54
4.1	Resistência normalizada pelo valor em 5 K em função da temperatura para amostras com espessura da camada de Bi fixa (38 nm) e a espessura da camada de Ni variável.	58
4.2	(a) Resistência em função da temperatura da amostra Bi38nm/Ni8nm na presença de campos magnéticos aplicados variando de 0,00 a 4,00 Tesla. (b) Campo crítico superior B_{c2} em função de T_c para as duas transições mostradas em (a). O valor de T_c é definido como a temperatura com $R = 90\% R_{normal}$.	59

- 4.3 Resistência em função da temperatura da amostra (a) Bi38nm/Ni2nm com Ni: Bi \approx 1: 3 na presença de campos magnéticos aplicados variando de 0,00 até 2,00 Tesla. (b) (Bi20nm/Ni10nm)x2 com Ni: Bi \approx 1: 1, variado o campo magnético de 0 até 4 T e (c) gráficos de B_{c2} em função de T_c para as duas amostras. O valor de T_c é definido como a temperatura com $R = 90\% R_{normal}$. 61
- 4.4 Resistência normalizada pelo valor em 5 K em função da temperatura para amostras com espessura fixa de Ni (2 nm) e diferentes espessuras de camadas de Bi. 63
- 4.5 Resistência normalizada pelo valor de 5 K em função da temperatura para amostras com espessura fixa de Ni (8 nm) e diferentes espessuras de camadas de Bi. 63
- 4.6 Isotermas de tensão em função da corrente aplicada no sistema Bi38nm/Ni2nm com temperaturas variando de 3,0 a 4,6 K em intervalos de 0,1K 64
- 4.7 Isotermas de tensão em função da corrente aplicada no sistema Bi38nm/Ni8nm na escala log-log com temperaturas variando de 2,0 a 4,6 K em intervalo de 0,1K. 65
- 4.8 Curvas de magnetização (histerese) características em função do campo magnético aplicado no sistema Bi38nm/Ni2nm na temperatura de (a) 2 K ($T < T_c$); (b) 3,5 K ($T \sim T_c$); (c) 10 K ($T > T_c$) e (d) magnetização de FC e ZFC com um campo magnético aplicado de 100 Oe em função da temperatura. 66
- 4.9 Curva de histereses do sistema Bi38nm/Ni8nm na temperatura de (a) 2 K; (b) 3,5 K; (c) 10 K e (d) medidas FC e ZFC com um campo magnético aplicado de 100 Oe. 67
- 4.10 Curva de histereses do sistema (Bi20nm/Ni10nm)x2 na temperatura de (a) 2 K; (b) 3,5 K; (c) 10 K e (d) medidas FC e ZFC com um campo magnético aplicado de 100 Oe. 68
- 4.11 (a) Imagem de TEM em baixa aumento da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni2nm; (b) imagem de HRTEM da região indicada em (a) pela seta. A FFT da área marcada pelo quadro vermelho foi indexada como NiBi₃. 70
- 4.12 (a) Imagem em campo claro de STEM e (b) os perfis de intensidade característica dos elementos indicados na varredura em linha por EDXS obtida na posição indicada pela linha vermelha em (a). 71
- 4.13 Mapeamento por EDXS/STEM da distribuição de Si, C, Bi e Ni da região mostrada na Figura 4.12 (a). um aumento de concentração de Ni na interface de Bi/SiO₂ foi observado. 72
- 4.14 Imagem de HRTEM da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni8nm. A redução de FFT na área marcada pelo quadro é mostrada na inserção e sua indexação revelou ser o plano (1 0 1) do NiBi₃ com estrutura cristalina ortorrômbica. 73
- 4.15 (a) Imagem em campo claro de STEM e (b) os perfis de intensidade característica dos elementos indicados na linha de varredura por EDXS. A linha vermelha em (a) marca o local da microanálise em linha. 74

- 4.16 Mapeamento por EDXS/STEM da distribuição de Si, C, Bi e Ni da região mostrada na Figura 4.15(a). 75
- 4.17 Imagem obtida por TEM da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni20nm. 76
- 4.18 Imagem de HRTEM da região indicada pelo quadrado na Figura 4.17 e os respectivos padrões de difração obtidos com feixe convergente (CBED) das diferentes regiões indicadas em (a). 77
- 4.19 Imagem de HRTEM da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni30nm. 78
- 4.20 a) imagem de HRTEM da região marcada na Figura 4.19 pelo quadrado e os padrões de difração de elétrons de feixe convergente (CBED) para (b) região 1; (c) região 2 e (d) região 3 indicada em (a). 79
- 4.21 (a) Imagem de baixa aumento obtida por TEM da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni40nm; (b) imagem de TEM da região marcada em (a) pelo quadrado. 81
- 4.22 (a) imagem de HRTEM da região marcada pelo quadrado na Figura 4.21 (b) e padrão de CBED para (b) região 1; (c) região 2 e (d) região 3 marcada em (a). 82
- 4.23 Imagem de baixo aumento em (a) campo claro, (b) campo escuro obtida no modo STEM-HAADF da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni40nm. 83
- 4.24 (a) Imagem em campo claro HRSTEM da região indicada na Figura 4.23 (a) e (b) imagem ampliada da região indicada em (a) pelo quadrado. As distâncias interplanares estão indicadas. A FFT é mostrada na inserção. Ponto 1 corresponde ao plano (101) do NiBi₃ e ponto 2 corresponde ao plano (101) do NiBi. 85
- 4.25 (a) Imagem em campo claro de STEM da seção transversal da amostra Bi38nm/Ni40nm e o perfil de intensidade característica dos elementos indicados através a linha de varredura por EDXS, a linha vermelha descreve as posições de EDXS varredura de linha. Observa-se um aumento de concentração de Ni na interface Bi/SiO₂; (b) mapeamento EDS/STEM de distribuição de Ni na seção transversal, um aumento de concentração de Ni na interface de Bi/SiO₂ foi observado também; (c) Imagem em campo claro de STEM da mesma região com (a); (d) o perfil de varredura por EDXS na área marcada em (c) pelo retângulo. Mesmo para a área média, um aumento da concentração de Ni ainda pode ser observado claramente semelhante ao resultado em (a). 86
- 4.26 Imagem em (a) campo claro no modo TEM com padrão de difração de área selecionada e (b) campo escuro no modo TEM, obtido selecionando os spots indicados no padrão de difração, da seção transversal da amostra (Bi20nm/Ni10nm) × 2. 88
- 4.27 Imagem de HRTEM da região marcada em Figura 4.26(a). A inserção mostra a reduzida da FFT. 89
- 4.28 Imagem em campo claro obtida no modo STEM e os perfis de intensidade da linha de varredura por EDXS. A linha reta vermelha descreve as posições da varredura em linha por EDXS. 89

- 4.29 (a) Ilustração das camadas que se pode esperar da termodinâmica e dos estudos na literatura em sistemas infinitos [24]. (b) Estruturas formadas neste estudo. 92
- 5.1 Imagem de TEM em baixo aumento de nanopartículas de Bi depositadas por PLD em atmosfera de gás argônio com pressão de 1 mbar. A distribuição de tamanho das nanopartículas pode ser encontrada na inserção [68]. 94
- 5.2 Imagem de TEM de nanopartículas de Bi amorfo depositadas por PLD em atmosfera de gás argônio com pressão de 1 mbar. Inserção: FFT reduzida da imagem [68]. 95
- 5.3 Imagem de TEM de nanopartículas Bi cristalino depositadas por PLD em atmosfera de gás argônio com pressão de 1 mbar. Inserção: FFT reduzida da imagem [68]. 95
- 5.4 Imagem de HRTEM de uma partícula isolada de Bi cristalino depositadas por PLD em atmosfera de gás argônio com pressão de 1 mbar, visto de $[2\bar{2}1]$. Inserção: FFT reduzida da partícula. 96
- 5.5 Imagem em baixo aumento de TEM de nanopartículas Ni depositadas por PLD em atmosfera de gás argônio com pressão de 1 mbar. 97
- 5.6 Imagens de HRTEM de nanopartículas de Ni produzidas por PLD em atmosfera de Ar com pressão de 1 mbar. 98
- 5.7 Imagens de STEM em alta resolução em (a) Campo Escuro e (b) Campo Claro de uma nanopartícula isolada de Ni depositada por PLD em atmosfera de Ar com pressão 1 mbar. 99
- 5.8 Resistência normalizada pelo valor de 5 K em função da temperatura para sistemas híbridos filmes finos e nanopartículas Bi/Ni. 100
- 6.1 Resistência em função da temperatura para (a) camada de Bi puro antes e após do recozimento, mostrando que o Bi amorfo é supercondutor e quando cristaliza na estrutura romboédrica, perde a supercondutividade; (b) camada de Bi recozida com 5 nm de Ni depositado a 4,2 K no topo e (c) camada de Bi depositada em cima de Ni a 4,2 K para ter uma camada Bi supercondutora novamente e depois recozida a 300K para ter uma nova interface de cristalino Bi e Ni. 103
- 6.2 (a) Imagem obtida por TEM da seção transversal da amostra Bi35nm/Ni5nm/Bi35nm; (b) imagem de HRTEM da região marcada em (a) e a inserção mostra a FFT da imagem. 105
- 6.3 Imagem em campo claro de STEM da seção transversal da amostra Bi35nm/Ni5nm/Bi35nm e o perfil de intensidade da linha de varredura por EDXS, a linha vermelha descreve as posições da varredura em linha por EDXS. 106

Lista de tabelas

3.1	Alvos utilizados na preparação dos sistemas híbridos.	38
3.2	Taxas de deposições calibradas utilizando o perfilômetro.	40
3.3	Especificações das bicamadas crescidas sobre o substrato Si/SiO ₂ , em função da espessura de Bi e Ni ($\delta_{Bi} = 38$ nm).	43
3.4	Especificações das bicamadas crescidas sobre o substrato Si/SiO ₂ , em função da espessura de Bi e Ni ($\delta_{Ni} = 2$ nm).	44
3.5	Especificações das bicamadas crescidas sobre o substrato Si/SiO ₂ , em função da espessura de Bi e Ni ($\delta_{Ni} = 8$ nm).	44
3.6	Quadro esquemático apresentando as séries de multicamadas produzidas neste trabalho.	45

Lista de Abreviaturas

BCS – Bardeen, Cooper e Schrieffer
BF – campo claro
CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CBED – Difração de Elétrons de Feixe Convergente
CCD – *Charge-Coupled Device*
CFC – cúbica de faces centradas
CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
CTEM – *Covetional Transmission Electron Microscopy*
DF – campo escuro
EDXS – espectroscopia por energia característica de raios-X
EELS – perda de energia de elétrons
FC – refrigeradas com campo aplicado
FCC – *face centered cubic*
FEG – canhão de emissão de campo
FF – filme fino
FFT – transformação rápida de Fourier
FIB – Feixe de íon focalizado
HAADF – campo escuro de alto ângulo
HRTEM – microscopia eletrônica de transmissão em alta resolução
HRSTEM – Microscopia Eletrônica de Transmissão por Varredura
KTP – potássio-titânio-fosfato
LBO – triborato de lítio
NPs – nanopartículas
PLD – ablação a laser pulsado
PPMS – Sistema de Medidas de Propriedades Físicas
SAED – difração de elétrons de área selecionada
SC – supercondutividade
STEM – *Scanning Transmission Electron Microscopy*
TEM – Microscopia Eletrônica de Transmissão
VSM – Magnetômetro de Amostra Vibrante
YAG – ítrio alumínio granada
ZFC – refrigeradas a campo zero