

1 Introdução

Bismuto tem desempenhado um papel importante na descoberta de muitos fenômenos interessantes na pesquisa de matéria condensada [1, 2]. Algumas das suas propriedades essenciais são: pequena densidade de estados (DOS, $4,2 \times 10^{-6}$ estados/eV. átomo) no nível de Fermi; superfície de Fermi muito pequena (FS, $\approx 10^{-5}$ da zona de Brillouin); baixa energia de Fermi ($E_F \approx 25$ meV); baixa densidade de portadores de cargas ($n \approx 3 \times 10^{17}/\text{cm}^3$ a 4,2 K) e pequena massa efetiva para portadores de carga ($m_{eff} \approx 10^{-3} m_e$, onde m_e é massa do elétron livre) [3, 4]. A estrutura cristalina romboédrica do Bi, que pode ser derivada pela distorção de uma estrutura cúbica, leva a muitos fenômenos quânticos interessantes [5, 6].

A supercondutividade do Bi puro é um assunto muito complicado. O bismuto torna-se supercondutor quando submetido à pressão [7], ou quando a têmpera condensada em substratos refrigerados com hélio líquido levam ao estado amorfo [8], em nanofios granulares [9] e nanopartículas de Bi [10]. O Bi maciço (bulk), no entanto, permanece no estado normal até 10 mK sob condições ambientais [11]. Recentemente, a observação de supercondutividade em monocristais de Bi puro (99,998%) foi reportada apenas em temperatura ultra-baixa (menor que 0,53 mK) por medição do efeito Meissner (diamagnético) [12].

Sabe-se bem que o níquel, em sua estrutura termodinâmica mais estável (CFC), é ferromagnético e não apresenta supercondutividade. No entanto, ao depositar uma camada de Ni sobre uma camada de Bi (estrutura romboédrica) que também não é supercondutora, o sistema de bicamadas torna-se um supercondutor. A interpretação desta supercondutividade, no entanto, é bastante divergente. Foi mostrado por Moodera e Meservey [13] que uma nova fase CFC do Bi pode ser induzida por crescimento de Bi sobre uma fina semente na camada de Ni. Esta nova fase de Bi exhibe supercondutividade com T_c aproximadamente 4,2 K e não apresenta nenhuma das características de banda comum do Bi, as quais são tipicamente observadas em experimentos de tunelamento [14], indicando que o Bi se transformou em uma nova estrutura física e eletrônica. No mesmo trabalho, não foi observado ferromagnetismo com a espessura da camada de Ni até 2,0 nm. Entretanto, LeClair [15] observou

que o Ni ferromagnético apresenta, além do ferromagnetismo, uma supercondutividade em uma estreita faixa de espessura ($d_{Ni} \sim 2,0 - 4,2$ nm). Por outro lado, Vantari Siva [16] reportou a formação espontânea da fase supercondutora $NiBi_3$ em filmes termicamente evaporados como bicamada Ni/Bi. Acredita-se que o alto coeficiente de difusão do Bi condiciona a formação de $NiBi_3$, prevista no diagrama de fases Bi-Ni, durante a deposição de Bi no filme de Ni. Resultados de Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) e EDXS na seção transversal da amostra confirmaram a presença de $NiBi_3$ ao longo da camada superior de Bi. Existem algumas outras explicações, por exemplo: flutuação magnética na interface Ni/Bi induzindo a supercondutividade [17] e devido a uma camada amorfa extremamente fina de Bi formada na interface Ni/Bi [18], etc. A maioria dos trabalhos publicados têm sido focados nas propriedades supercondutoras do sistema Ni/Bi. Existem alguns estudos microestruturais, mas nenhum estudo é sistemático e detalhado da interface Ni/Bi. Uma vez que existem dois compostos intermetálicos no sistema Ni-Bi ($NiBi_3$ e $NiBi$) e os dois são supercondutores com T_c aproximadamente 4,0 K, a formação destes dois compostos na interface é então muito provável de ocorrer durante a deposição. Para confirmar esta suposição, um estudo detalhado da microestrutura na interface se faz necessário e, com isso, pode dar alguma explicação para o comportamento supercondutor observado neste sistema.

O objetivo deste trabalho é preparar as bicamadas Ni/Bi com diferentes técnicas à temperatura ambiente e de hélio líquido e estudar a interface Ni/Bi sistematicamente utilizando microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM) para descobrir a origem da supercondutividade no sistema Ni/Bi.

O trabalho experimental se dará em três etapas: a primeira é estudar a interface Ni-Bi das amostras preparadas à temperatura ambiente por PLD. Normalmente as amostras preparadas à temperatura ambiente apresentam supercondutividade e iremos tentar estudar a correspondência entre a supercondutividade e a interface entre Ni e Bi. A segunda etapa é preparar amostras de Ni/Bi a 4,2 K para comparar com as amostras preparadas à temperatura ambiente. Na temperatura de 4,2 K não é esperado a ocorrência da difusão entre Ni e Bi durante a deposição e por este experimento podemos esclarecer o efeito da difusão sobre a supercondutividade no sistema Ni/Bi. A última etapa é preparar amostras de Ni/Bi com interface de filmes finos/nanopartículas, por exemplo, filme fino de Bi com nanopartículas de Ni na superfície ou nanopartículas de Bi com filme fino de Ni na superfície. Este experimento foi realizado devido à consideração de que as nanopartículas de Ni depositadas sobre o filme fino de Bi difundem muito menos do que os átomos de Ni depositados na super-

ficie das partículas de Bi. Comparando os dois casos, pode-se tentar entender a relação entre o efeito de difusão e a ocorrência da supercondutividade.

A estrutura da presente tese é a seguinte: o capítulo 1 apresenta uma breve introdução do trabalho realizado; no capítulo 2 é apresentada uma revisão bibliográfica dos trabalhos publicados sobre supercondutividade em sistemas Bi e Ni-Bi, além do processo de difusão em Ni/Bi e alguns aspectos sobre a supercondutividade. O capítulo 3 descreve os métodos usados nesta tese, incluindo: a preparação das bicamadas de Ni/Bi tanto à temperatura ambiente como a 4,2 K, transporte elétrico e caracterização magnética das propriedades supercondutoras, preparação de amostras de seção transversal para TEM por FIB e técnicas utilizadas no estudo por TEM. O capítulo 4 apresenta os resultados obtidos para os sistemas de bicamada Ni/Bi preparados à temperatura ambiente, incluindo transporte elétrico e propriedades magnéticas, estudo detalhado por HRTEM da interface Ni/Bi. Nesta etapa do trabalho foram preparadas amostras com diferentes espessuras das camadas Bi e Ni, sendo observados alguns fenômenos interessantes. O Capítulo 5 apresenta os resultados obtidos de sistemas filme fino de Bi/nanopartículas de Ni e nanopartículas de Bi/filme fino de Ni. A morfologia e estrutura cristalina das nanopartículas de Bi e Ni podem ser encontradas neste capítulo. O Capítulo 6 apresenta os resultados dos filmes finos de Ni/Bi preparados a 4,2 K. O distinto comportamento de Ni-Bi é relatado neste capítulo. No capítulo 7 é realizada a conclusão do presente trabalho.