

A SINTERIZAÇÃO DO COMPOSTO SUPERCONDUTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ – PROCESSOS E CARACTERÍSTICAS

RENATA BELMUDES SCHNEIDER¹;
MATEUS SOUZA DUTRA; FELIPE FERREIRA RIBEIRO²;
FÁBIO TEIXEIRA DIAS³;

¹Universidade Federal de Pelotas – schneiderrenata10@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – mdutra_97@hotmail.com; felipehd48@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – diasft@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Em 1911, o físico Heike Kamerlingh Onnes, em seu laboratório na Holanda, investigando as propriedades elétricas do mercúrio a temperaturas muito baixas, observou que a resistência elétrica de um tubo capilar de mercúrio desaparecia abruptamente abaixo de 4,2K. Onnes havia acabado de descobrir um novo estado da matéria, que ele mesmo denominou de supercondutividade. Desde então, o termo supercondutor vem sendo usado para denotar todos os materiais que perdem a resistência à passagem de corrente elétrica, abaixo de uma certa temperatura, chamada de temperatura crítica (OSTERMANN E PUREUR, 2005).

Após a descoberta de Onnes, a supercondutividade foi procurada em vários materiais, principalmente nos metais, uma vez que esses são bons condutores de eletricidade. Somente no ano de 1986 a supercondutividade foi anunciada num composto cerâmico, o Ba-La-Cu-O, com temperatura crítica de 38K. Tal descoberta foi surpreendente, já que as cerâmicas não são boas condutoras de eletricidade e deu a Alex Muller e George Bednorz o Prêmio Nobel de Física em 1987. Nesse mesmo ano uma equipe, liderada pelo físico americano C. W. Chu, descobriu o composto cerâmico Y-Ba-Cu-O com temperatura crítica de 92K, temperatura essa que está acima do nitrogênio líquido e faz com esse composto seja considerado um supercondutor de alta temperatura crítica (OSTERMANN E PUREUR, 2005). Este trabalho utiliza como matéria-prima esse composto cerâmico.

O $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ é um supercondutor do tipo II, ou seja, não possui uma transição abrupta entre o estado normal e supercondutor. Na fase de transição existe um estado misto, caracterizado por permitir a coexistência do estado supercondutor e do estado normal no material. Além disso, apresenta uma estrutura do tipo perovskita, deficiente em oxigênio e possui uma transição de uma fase tetragonal (não-supercondutora) para ortorrômbica (supercondutora), em virtude do conteúdo de oxigênio. A quantidade de oxigênio δ apresentada no material é fundamental para determinar o tipo de estrutura que o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ apresentará, isto é, tetragonal ou ortorrômbica. (PESSOA, 2016).

O objetivo dessa investigação é a análise da sinterização do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ - processos e características. A sinterização é um processo físico em que um conjunto de partículas em contato mútuo, sob ação da temperatura transforma-se em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica. Sua força motora é a diminuição da energia que o sistema de partículas tem em excesso, conseguido pela diminuição da superfície total do sistema (BRITO, MEDEIROS E

LOURENÇO, 2007). O interesse nesse estudo advém do fato de que é na sinterização que os grãos compactados do Y-Ba-Cu-O soldam-se firmemente uns aos outros, ganhando resistência mecânica e dando origem à estrutura cerâmica do composto em sua forma policristalina e adquirindo quase todas suas propriedades finais. Sendo assim, é possível melhorar as propriedades supercondutivas da amostra, melhorando seu processo de sinterização. Para realização deste estudo, duas amostras do composto foram confeccionadas, onde na primeira utilizou-se o composto (pó) já pronto e a segunda amostra foi dopada com 30% de Y_2BaCuO_5 , composto não supercondutor. Ambas passaram pelo mesmo processo de confecção a fim de que, posteriormente, fosse possível analisá-las e comparar seus aspectos do ponto de vista macroscópico, apontando possíveis falhas durante o processo de sinterização.

2. METODOLOGIA

No decorrente período de atividades foram realizados encontros semanais, nos quais ocorreram apresentações, por parte dos integrantes do grupo, de seminários sobre tópicos fundamentais para o entendimento da supercondutividade, bem como o esclarecimento de dúvidas oriundas desses e das leituras indicadas pelo orientador. Logo após, aprofundamos nossos estudos em supercondutores de alta temperatura crítica, em especial o $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ e passamos a realizar encontros semanais no laboratório, onde o orientador realizou aulas explicativas e expositivas a respeito dos equipamentos, seus respectivos funcionamentos e formas de manuseá-los corretamente. Subsequentemente, iniciamos o processo de confecção das amostras e por fim, com as amostras já prontas, voltamos nossa atenção para análise dessas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na literatura são reportadas diversas técnicas de síntese de materiais supercondutores, porém, o método de síntese mais simples para preparação do $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ se baseia numa técnica denominada Reação do Estado Sólido (RES), na qual os compostos são combinados e levados a uma série de tratamentos térmicos em altas temperaturas (um deles a sinterização) e moagens para produzir o supercondutor. Neste trabalho em especial, a confecção das amostras começou submetendo-se os compostos (pós) a uma secagem, a uma temperatura em torno de 80°C por mais ou menos uma hora, a fim de se remover quaisquer vestígios de umidade e em seguida, com o auxílio de uma balança, separamos as quantidades adequadas dos compostos; foram confeccionadas amostras com aproximadamente 1g cada. Logo após, os compostos foram macerados em um almofariz de ágata até que o pó resultante apresentasse uma coloração escura no caso do $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ e no caso da amostra dopada com 30% da fase não supercondutora Y_2BaCuO_5 , o pó resultante estivesse bem homogêneo.

O primeiro tratamento térmico, denominado calcinação I, consistiu em inserir a amostra em um forno, que foi programado para que a temperatura aumentasse de 80°C até 950°C em duas horas e posteriormente, manteve-se ali por vinte e quatro horas. Posterior a isso temos a etapa de oxigenação, onde a temperatura do forno diminuiu de 950°C até 120°C em vinte e quatro horas. Durante a calcinação

forma-se o composto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ e ocorre liberação de carbono e oxigênio em excesso; é durante o resfriamento ou oxigenação que o composto incorpora um átomo de oxigênio e transforma-se no supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Durante a segunda calcinação (calcinação II), o composto é reduzido a um pó muito fino e pode finalmente ser prensado, tornando-se uma pastilha. Para que a prensagem ocorresse, o composto foi transferido para uma matriz, para então ser compactado em prensa hidráulica, com um sistema pistão-cilindro a uma pressão de 2500 kgf/cm^2 . A etapa final do processo consistiu no aquecimento da amostra no forno de 120°C até 950°C , mantendo-se ali por noventa e seis horas e posterior resfriamento até a temperatura ambiente em vinte e quatro horas. Esta última etapa que é denominada de sinterização.

O processo de sinterização ocorre em três estágios: inicial, intermediário e final. No estágio inicial a amostra sofre difusão na superfície, fazendo com que a estrutura dos poros seja aberta e interconectada, e a amostra também sofre evaporação; no estágio intermediário começa o processo de densificação das amostras, com diminuição da porosidade. No final do estágio intermediário inicia-se o crescimento dos grãos da amostra, esse processo continua no estágio final, no qual a porosidade da amostra diminui mais ainda. O resultado da sinterização, em especial no estágio final, define a qualidade da amostra e consequentemente as propriedades da amostra supercondutora, como sua temperatura crítica ou ainda a sua densidade de corrente crítica.

As etapas de tratamento térmico das amostras são ilustradas na Figura 1 e os respectivos dados a respeito das massas das amostras são apresentados na Tabela 1.

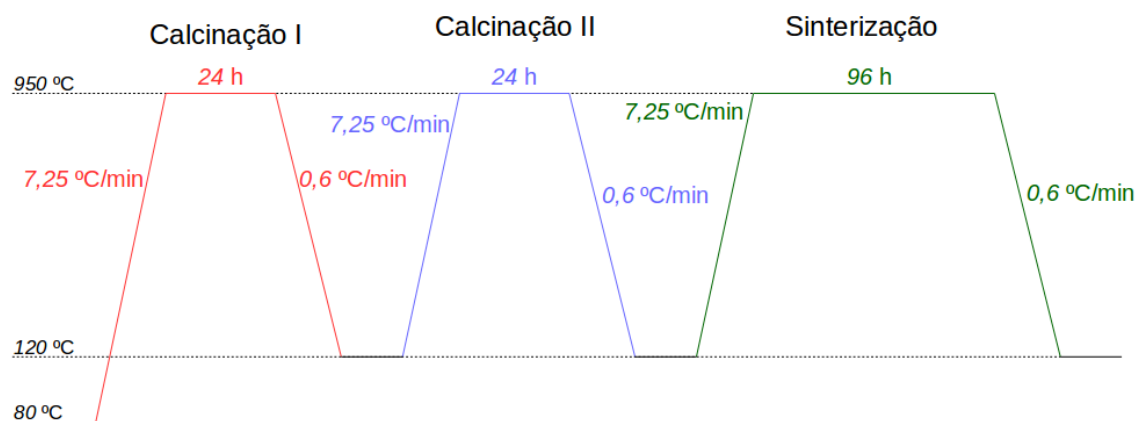


Figura 1 – Rampas de tratamento térmico das amostras supercondutoras produzidas.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Puro		
$m_i = 1,04757 \text{ g}$	$m_f = 0,97890 \text{ g}$	Perda = 6,86%
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Dopado com 30% de Y_2BaCuO_5		
$m_i = 0,9974 \text{ g}$	$m_f = 0,4330 \text{ g}$	Perda = 56,58%

Tabela 1 – Dados das amostras produzidas.

4. CONCLUSÕES

Na realização deste estudo pode-se verificar que a primeira amostra, feita com $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ puro, teve uma perda de massa dentro de uma faixa esperada e essa se deve ao manuseamento da amostra entre os tratamentos térmicos e suas moagens e ainda, em parte, pela evaporação; ao analisar a primeira amostra concluiu-se que, todos os processos de confecção da amostra, em especial a sinterização, foram bem sucedidos, pois essa apresentou, sobretudo, uma boa resistência mecânica. Contudo, ao analisarmos a segunda amostra, dopada com 30% de Y_2BaCuO_5 , começando pela sua perda de massa, notamos que essa foi superior a 50%, o que já indica alguma falha no seu processo de confecção, mesmo que este tenha sido idêntico ao da primeira amostra; além disso, ao final do processo de confecção, a segunda amostra não ficou bem compactada, esfarelando-se. Como justificativa para tais acontecimentos, podemos dizer que os pós usados para formar esse composto não ficaram homogêneos, o que durante a prensagem fez com que a pressão não fosse uniformemente distribuída na pastilha e essa apresentasse regiões mais densas que outras, o que veio a comprometer diretamente a sinterização nos seus três estágios e resultou em uma pastilha sem resistência mecânica. E em relação a grande perda de massa, podemos dizer que essa se deve a Reação do Estado Sólido que depende diretamente da composição química do material, assim, ao doparmos a amostra com a fase não supercondutora Y211, aumentamos a entalpia da amostra, que foi compensada com um aumento considerável da entropia, devido à formação de produtos gasosos, os quais, no processo de evaporação, levaram consigo parte do composto. Portanto, esse estudo permitiu analisar o processo de síntese do $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, em especial a sinterização, e detectar possíveis falhas, que venham a prejudicar as propriedades supercondutoras e possíveis aplicações da amostra.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

OSTERMANN, F., PUREUR, P. **Supercondutividade**. São Paulo: Livraria da Física, 2005.

PESSOA, A.L. **Síntese dos supercondutores Y123 e Y358 pelo método dos precursores poliméricos modificado utilizando fornos convencionais e de micro-ondas**. 2016. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Curso de Pós-graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Estadual Paulista.

BRITO, F.G., MEDEIROS, K., LOURENÇO, J. UM ESTUDO TEÓRICO SOBRE A SINTERIZAÇÃO NA METALÚRGICA DO PÓ. **Revista Holos**, Barbacena, v.3, n.1, p.204-207, 2007.

MARTIN, A.A. **Preparação e caracterização de cerâmicas supercondutoras nos sistemas Y-Ba-Cu-O e Tm-Ba-Cu-O**. 1988. Dissertação (Mestrado em Física Aplicada) – Curso de Pós-graduação em Física e Química de São Carlos, Universidade Federal de São Paulo.

KITTEL, C. **Introdução à Física do Estado Sólido**. Rio de Janeiro: LTC, 2006.