

## Confecção de amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ crescidas pelo método *top seeding melt-texturing*.

CRISTIANO GONÇALVES PORTO<sup>1</sup>; FÁBIO TEIXEIRA DIAS<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – cgporto13@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – diasft@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

Após a descoberta do  $\text{LaBaCuO}$  o fenômeno conhecido como supercondutividade foi dividido em dois tipos. Os materiais supercondutores de alta temperatura crítica, abordados neste trabalho, tiveram grande interesse em aplicações tecnológicas. O  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  material utilizado neste trabalho é um cuprato supercondutor considerado de alta temperatura crítica descoberto 1987 (PUREUR; OSTERMANN, 2005). Devido ao interesse nas aplicações tecnológicas dos supercondutores investigamos a técnica de crescimento de amostras do tipo *bulk* com adição de dopantes na tentativa de otimizar suas propriedades.

A técnica de crescimento empregada é chamada de *top seeding melt-texturing* (TSMT) que tem como intuito fundir a amostra e utilizar uma semente como centro de nucleação para o ordenamento cristalográfico dos grãos supercondutores (SALAMA; LEE, 1994). Esta técnica influencia diretamente na microestrutura da amostra criando grandes grãos e baixa porosidade quando comparados a amostras crescidas pela técnica convencional. A texturização influencia em várias propriedades magnéticas e de transporte no supercondutor, como, por exemplo, na densidade de corrente crítica e na irreversibilidade magnética (NUNES, 2013).

Utilizamos as dopagens de  $\text{Y}_2\text{Ba}_1\text{Cu}_1\text{O}_5$  (fase verde) e óxido de cério. A adição de fase verde cria centros de *pinning* que evitam que os vórtices que penetram a amostra movam-se criando efeitos dissipativos, em conjunto também serve como reservatório de ítrio para o crescimento contínuo do grão (KIM; HONG, 1999). A dopagem com óxido de cério é feita para aumentar a viscosidade da pastilha supercondutora.

### 2. METODOLOGIA

A confecção das amostras utilizadas neste trabalho foram realizadas no Laboratório de Supercondutividade e Magnetismo da Universidade Federal de Pelotas. As amostras foram nomeadas de Amostra 1, Amostra 2 e Amostra 3. O  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  é produzido usando como precursores os pós de alta pureza  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaCO}_3$  e  $\text{CuO}$ . As amostras foram dopadas com 30% de fase verde e 1% de óxido de cério.

A técnica de crescimento empregada utiliza os pós refinados para a formação de pastilhas supercondutoras. Para a homogeneização dos pós precursores utilizamos o almofariz de ágata no processo de maceração. Esse processo é realizado três vezes, com intervalos onde é feito o tratamento térmico de calcinação, que tem duração de 26 horas com temperatura máxima de  $930^\circ\text{C}$ .

Para formar uma pastilha utilizamos uma prensa hidráulica para unir mecanicamente o pó. Após realiza-se o processo de sinterização, este processo tem duração de 78 horas com temperatura máxima de  $950^\circ\text{C}$ .

Para a texturização das amostras foram utilizadas sementes de monocristal de  $\text{MgO}$  para Amostra 1 e Amostra 2 e de  $\text{SmBaCuO}$  para a Amostra 3. A

texturização tem duração de aproximadamente 128h e temperatura máxima de 1040°C. Utilizou-se a rampa de texturização representada pela Figura 1.1 para a amostra 1 e a rampa de texturização representada pela figura 1.2 para as Amostra 2 e Amostra 3.

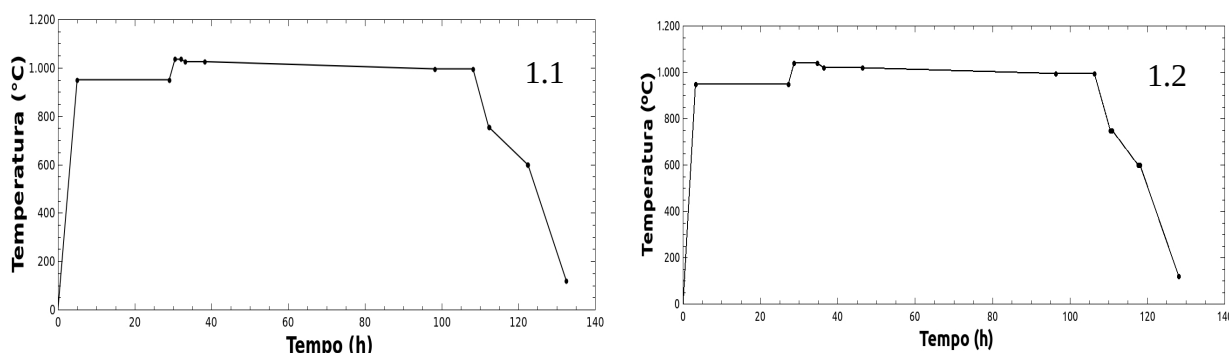


Figura 1: Rampa de temperatura em função do tempo utilizada no processo de texturização nas Amostras: 1.1) 1 e 1.2) 2 e 3

Nas medidas de resistividade elétrica por temperatura foi necessário o preparo da amostra para a técnica de quatro pontas. Instala-se a amostra dentro do resistômetro de maneira que as trilhas externas da amostra são os contatos de corrente e os internos são os contatos de diferença de potencial. As medidas de resistividade elétrica por temperatura foram realizadas nas Amostra 1 e Amostra 2. Para análise microestrutural utilizamos a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) em parceria com o Centro de Microscopia Eletrônica da zona Sul (CEME-Sul) localizado na Universidade Federal de Rio Grande (FURG).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como resultado das medidas de resistência elétrica em função da temperatura, observa-se que as Amostra 1 e Amostra 2 não apresentaram a transição para a fase supercondutora como podemos observar na Figura 2 e 3.

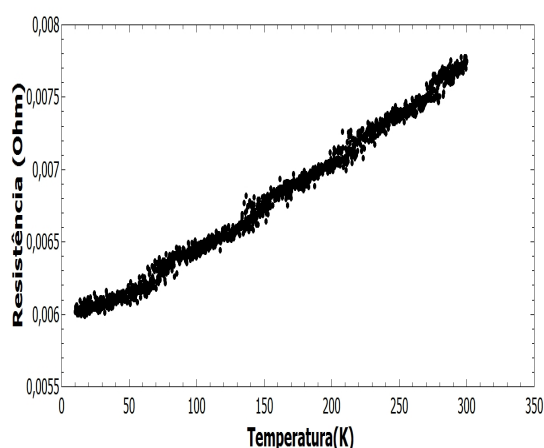


Figura 2: Medida de Resistência por temperatura na Amostra 1 supercondutora de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado e dopado com  $\text{Y}_2\text{Ba}_1\text{Cu}_1\text{O}_5$  e óxido de cério.

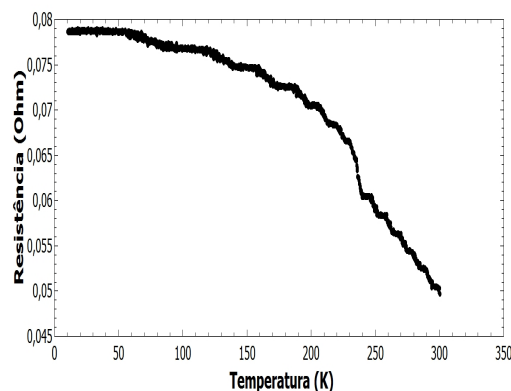


Figura 3: Medida de Resistência por temperatura na amostra 2 supercondutora de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  texturizado e dopado com  $\text{Y}_2\text{Ba}_1\text{Cu}_1\text{O}_5$  e óxido de cério.

Ao compararmos a Figura 1 e Figura 2 com a literatura podemos verificar que a medida apresentada na Figurar 1 tem um comportamento característico de metais e a medida apresentada na Figura 2 tem um comportamento característico de semicondutores. Assim nenhuma das amostras com semente de MgO transitou para o estado supercondutor.

Como resultado da MEV da Amostra 1 e Amostra 2 observou-se que há indícios de um ordenamento cristalográfico e que as amostras passaram pelo processo de fusão como podemos observar nas figuras 4 e 5.

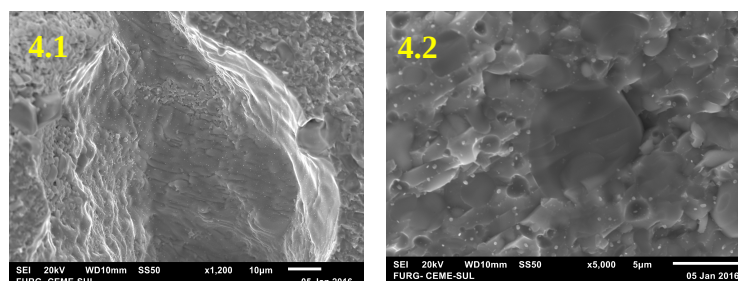


Figura 4: Microscopia Eletrônica de Varredura da Amostra 1. 4.1) x1200 4.2) x5000

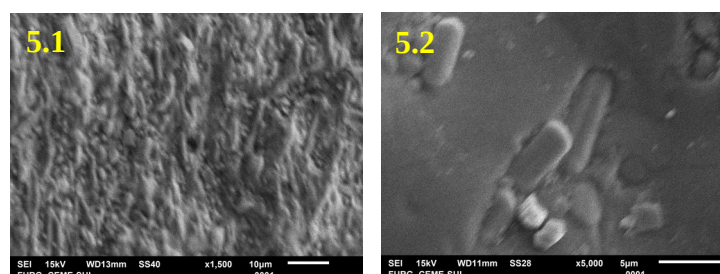


Figura 5: Microscopia Eletrônica de Varredura da Amostra 2. 5.1) x1500 5.2) x5000

Uma hipótese para a fase supercondutora, apesar da Amostra 1 e Amostra 2 apresentarem indícios de texturização, não ser formada no processo de texturização é a formação de outras fases que prevalecem sobre a fase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  durante o processo de solidificação da amostra.

Utilizamos a microscopia óptica para uma primeira análise da Amostra 3, onde detectamos a formação de múltiplos centros de nucleação de textura como podemos observar na Figura 6.

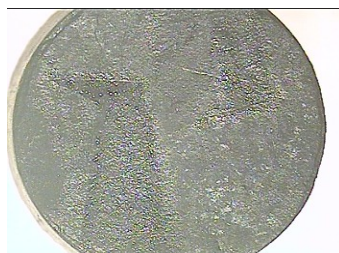


Figura 6: Microscopia óptica da Amostra 3.

A formação de múltiplos centros de nucleação durante a texturização pode ser resultado de impurezas na superfície da amostra, essas que podem cair na superfície durante o processo de preparo da amostra antes dela ir para o forno para o processo de texturização ou alguma impureza que caia dentro do forno.

#### 4. CONCLUSÕES

A técnica de texturização *top seeding melt-texturing* empregada nas Amostras 1 e Amostra 2 apresenta através de sua MEV indícios de ter passado pelo processo de fusão e de ordenamento cristalográfico. No entanto, ao realizarmos medidas de resistência em função da temperatura acabamos por observar que não houve a transição para o estado supercondutor. A amostra 3 apresentou a formação de múltiplos domínios o que não é esperado para este método de crescimento de amostras.

Como perspectivas futuras desse trabalho pretende-se confeccionar novas amostras de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  dopado com fase verde e óxido de cério, através da técnica de crescimento TSMT. Realizar medidas de magnetização e transporte de corrente, para estudar a influência da semente e da rampa de temperatura utilizada no processo nestas propriedades.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

PUREUR, P. OSTERMANN, F. **Supercondutividade**. Brasil: Editora Livraria da Física, 2005.

SALAMA, K. and LEE, O.F., Progress in Melt Texturing of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  Superconductor, **Supercond. Sci. Technol.**, 1994, vol. 7, pp. 177–193.

NUNES, S.E. **Correlação entre irreversibilidade magnética e a resistência nula em supercondutores de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$** . 2013. Dissertação (Mestrado em Física). Programa de Pós-graduação em física, Universidade Federal de Pelotas.

KIM, Chan-Joong; HONG, Gye-Won. Defect formation, distribution and size reduction of in melt-processed YBCO superconductors. **Superconductor Science and Technology**, Korea, v. 12, n. 3, p. R27, 1999.