

SÍNTESE, MICROESTRUTURA E DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM AMOSTRAS SUPERCONDUTORAS DE $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

GABRIEL MARTINS DOS SANTOS¹; AGUEDA MARIA TURATTI²; VALDEMAR DAS NEVES VIEIRA³; FÁBIO TEIXEIRA DIAS⁴.

¹Universidade Federal de Pelotas – gabrielmartinsantos1@gmail.com

²Universidade Federal do Rio Grande - amturatti@furg.br

³Universidade federal de Pelotas - valdemar_vieira@ufpel.edu.br

⁴Universidade Federal de Pelotas – fabio.dias@ufpel.edu.br

1. INTRODUÇÃO

A supercondutividade foi descoberta acidentalmente em 1911 pelo físico holandês Heike Kamerlingh Onnes. Ao testar a resistividade elétrica de uma amostra de mercúrio refrigerado por hélio líquido, Onnes observou que o material atingiu a resistência elétrica nula ao chegar a uma temperatura crítica (T_c) de 4,2K.

Em 1986 Bednorz e Müller descobriram o primeiro cuprato supercondutor, o $\text{La}_{5-x}\text{Ba}_x\text{Cu}_5\text{O}_{5(3-\delta)}$, que apresenta $T_c = 30\text{K}$ (MÜLLER;BEDNORZ, 1986). Os cupratos supercondutores apresentam na sua estrutura planos de cobre e oxigênio, sendo este um dos principais responsáveis pelas propriedades supercondutoras do sistema. Além disso, os cupratos são classificados como materiais supercondutores do tipo II, por apresentarem um elevado valor de temperatura crítica e conter dois campos magnéticos críticos. Um ano após a descoberta do $\text{La}_{5-x}\text{Ba}_x\text{Cu}_5\text{O}_{5(3-\delta)}$, Wu e colaboradores descobriram o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, também um cuprato supercondutor do tipo II que apresentou um $T_c = 93\text{K}$ (WU et al. 1987). Este foi o material estudado neste trabalho.

Para a realização deste trabalho foram utilizadas as técnicas de crescimento de sinterização convencional e auto-fluxo. A técnica de auto-fluxo caracteriza-se pelo crescimento de monocristais. É feito um composto obedecendo uma estequiometria adequada, onde alguns dos elementos químicos de mais baixo ponto de fusão são adicionados em excesso, que tem por objetivo compensar a grande quantidade da evaporação dos mesmos (VIEIRA, 2004). A técnica de sinterização convencional é utilizada para o crescimento de amostras policristalinas, é uma técnica mais simples, que segue as etapas que serão discutidas na metodologia.

Contudo, o objetivo deste trabalho é analisar as propriedades morfológicas e microestruturais das amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, através de difração de raio-x e microscopia eletrônica de varredura.

2. METODOLOGIA

As amostras elaboradas para este trabalho foram produzidas no laboratório de materiais supercondutores, situado no Instituto de Física e Matemática da UFPel.

A primeira amostra produzida foi um $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ policristalino, sendo utilizados valores próximos a 1g dos pós precursores de alta pureza (99,999%). Os pós utilizados foram o carbonato de bário (0,63147g), óxido de cobre (0,3389g) e óxido de ítrio (0,18066g). A pesagem dos pós foi realizada na balança de precisão, ideal para pesagem de pós que usualmente contém valores de massa muito baixa.

Após a pesagem, o pó foi macerado no almofariz de ágata por aproximadamente trinta minutos. Esta etapa tem como objetivo tornar o pó resultante mais homogêneo.

Após a maceração, o pó foi levado ao forno para três etapas de calcinação consecutivas. Em todas as etapas a temperatura foi de 950°C, porém com intervalos de tempo diferente em cada uma, sendo de 4 horas, 6 horas e 24 horas consecutivamente. Entre as calcinações, houve um processo intermediário, onde o pó foi macerado por aproximadamente 15 minutos.

Feita as três calcinações, foi utilizado uma prensa hidráulica e pastilhadores. Essa etapa tem como objetivo tornar o pó em uma pastilha, evitando assim perda de massa. Após a prensagem da pastilha é realizada a última etapa, a de crescimento, onde a amostra foi levada ao forno e oxigenada em tubo de quartzo com pressão de oxigênio entre 0,5 e 1 Kg/cm^2 e seguindo a rampa de temperatura conforme figura 1.



Figura 1: Rampa de crescimento da amostra Policristalina.
Fonte : Autoral.

As outras duas amostras preparadas, foram amostras monocristalinas com estequiometria inicial: $\text{YBa}_4\text{Cu}_{10}\text{O}_{7-\delta}$, sendo utilizados valores próximos a 5g dos pós precursores. Os pós utilizados foram o carbonato de bário (2,47078g), óxido de cobre (2,17740g) e óxido de ítrio (0,35317g). Assim como na amostra policristalina, foi utilizado uma balança de precisão para a pesagem dos pós.

Os procedimentos para o crescimento da amostra seguem quase todos os mesmos passos dos utilizados no da amostra policristalina. Porém para a amostra monocristalina foi utilizado um forno capaz de suportar as altas temperaturas exigidas na técnica de auto fluxo. Além disso, não foi necessária a etapa de prensagem uma vez que os monocristais foram separados manualmente.

Assim, após a pesagem do pó, ele foi macerado no almofariz de ágata por 30 minutos. E após macerado foi levado ao forno seguindo a rampa de temperatura da figura 2 e a configuração do forno conforme as figuras 3, 4 e 5.

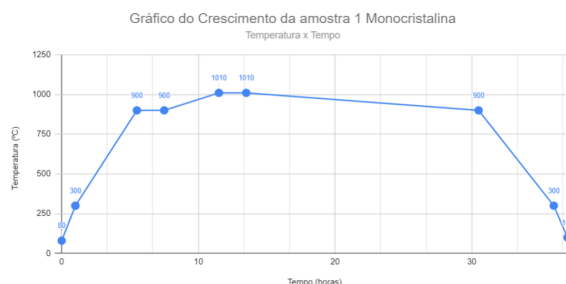


Figura 2: Rampa de Crescimento de uma amostra monocristalina.
Fonte: Autoral.



Figura 3: Configuração do forno para o monocristal 1.
Fonte: Autoral.



Figura 4: Vista lateral do arranjo.
Fonte: Autoral.



Figura 5: Configuração do forno para monocristal 2.
Fonte: Autoral.

Temos que nas figuras 3 e 5 a configuração do forno para os monocristais 1 e 2 ocorreu de forma diferente com relação a montagem experimental. Para o monocristal 1 (figura 3) não foi colocado um tijolo na parte traseira da montagem. Já para o monocristal 2 o tijolo foi colocado, como pode ser visto na imagem da Figura 5. O tijolo foi adicionado para evitar o gradiente de temperatura que ocorreu durante o crescimento do primeiro monocristal e prejudicou a extração da amostra.

Conforme é possível ver na figura 4, o cadinho (objeto retangular branco utilizado para fundir materiais em altas temperaturas) é colocado sobre um plano inclinado a fim de obter os monocristais. Eles se formam no momento que o material funde e escorre por conta desta inclinação.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após crescidos os policristais e monocristais, foi possível realizar a difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura no Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG). As medidas foram feitas apenas para a amostra policristalina, uma vez que houve problemas com os equipamentos e os mesmos aguardam manutenção. Assim, obtivemos:

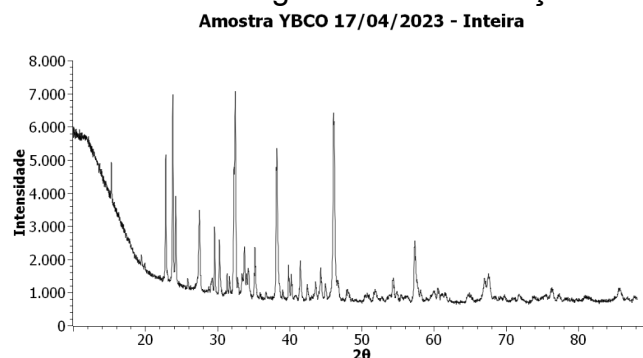


Figura 6: Difratograma de raios-x (DRX) para amostra policristalina.
Fonte: Autoral.

Neste difratograma foi possível identificar uma fase cristalina (Y123) para o policristal. Os picos de difração apresentam intensidades e posições de acordo com o reportado na literatura.

Com a microscopia eletrônica de varredura (MEV) obtivemos as seguintes imagens para a amostra policristalina:

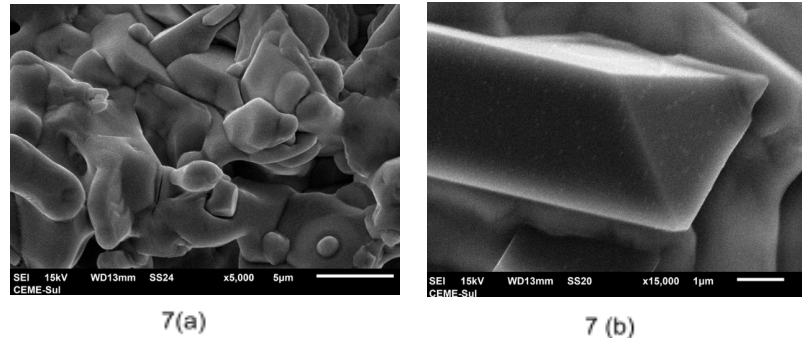


Figura 7: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para amostra policristalina.
Fonte: Autoral.

Na figura 7(a), foi possível observar que a amostra possui um caráter granular acentuado, típico deste sistema, além de uma boa homogeneidade. A significativa quantidade de espaços vazios entre os grãos representa a porosidade característica de uma amostra supercondutora policristalina. Já na figura 7(b), foi possível observar o crescimento de um monocristal ancorado nos grãos da amostra.

4. CONCLUSÕES

Com os dados do DRX e MEV foi possível verificar que a amostra policristalina cresceu de forma desejada, apresentando características deste tipo de material. Os dados do DRX apresentam-se sem brutos, porém eles serão trabalhados futuramente com método Rietveld para refinamento e identificação de fases presentes em ambas as amostras. Temos como perspectivas também realizar as medidas de DRX e MEV para as amostras monocristalinas assim que os equipamentos forem colocados em funcionamento novamente.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- PUREUR, P. OSTERMANN, F. **Supercondutividade**. Brasil: Editora Livraria da Física, 2005.
- VIEIRA, Valdemar das Neves. **Efeitos das substituições químicas na irreversibilidade magnética e magnetocondutividade do supercondutor YBa₂ Cu₃ O_{7-δ}**. 2004.
- BEDNORZ, J. George; MÜLLER, K. Alex. Possible high T_c superconductivity in the Ba– La– Cu– O system. **Zeitschrift für Physik B Condensed Matter**, v. 64, n. 2, p. 189-193, 1986.
- WU, Maw-Kuen et al. Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. **Physical review letters**, v. 58, n. 9, p. 908, 1987.