

ANÁLISE MICROESTRUTURAL NO SUPERCONDUTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: UM ESTUDO EM AMOSTRAS MONOCRISTALINAS E POLICRISTALINAS

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

¹Universidade Federal de Pelotas – gabrielmartinsantos@ufpel.edu.br

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

Com o advento da corrida pelo estudo de materiais criogênicos, no início do século XX, Heike Kamerlingh Onnes, conseguiu pela primeira vez em seu laboratório, a liquefação do hélio líquido, em 1908 (REIF-ACHERMAN, S. 2011). Três anos mais tarde, 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 à qual chamou de temperatura crítica (T_c) em 4,2K, e assim ficou conhecido o primeiro material supercondutor.

Anos mais tarde, se tornaram conhecidos os cupratos supercondutores, materiais que apresentam na sua estrutura planos de cobre e oxigênio, sendo estes planos os principais responsáveis pelas propriedades supercondutoras. O cuprato supercondutor estudado neste trabalho, o $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, foi descoberto por Wu e colaboradores em 1987 (WU et al. 1987), um ano depois da descoberta do primeiro cuprato, apresentando um de $T_c = 93\text{K}$, o que foi bastante alto para época. Este material vem sendo estudado até os dias de hoje, pelas suas ótimas propriedades elétricas e magnéticas, como os elevados valores dos campos magnéticos críticos e corrente crítica.

Para o estudo apresentado neste trabalho, foram utilizadas duas técnicas de crescimento de amostras supercondutoras. A técnica de sinterização convencional, utilizada para a fabricação das amostras policristalinas, e a técnica de auto-fluxo utilizada para a fabricação de amostras monocristalinas.

Assim, o objetivo deste trabalho foi o estudo as propriedades microestruturais de duas amostras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, através de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

2. METODOLOGIA

As amostras utilizadas para a elaboração deste 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, utilizando aproximadamente 1g de pós precursores de alta pureza (99,999%). Os materiais utilizados foram carbonato de bário (0,63147g), óxido de cobre (0,3389g) e óxido de ítrio (0,18066g), todos pesados com precisão em balança analítica.

Após a pesagem, o material foi macerado no almofariz de ágata por aproximadamente trinta minutos. Em seguida, o material foi levado ao forno para três etapas de calcinação consecutivas. Em todas as etapas, a temperatura foi de 950°C, com intervalos de tempo diferentes em cada uma, sendo 4 horas, 6 horas e 24 horas consecutivamente. Entre as calcinações, houve um processo intermediário, no qual o material foi novamente macerado por aproximadamente 15 minutos.

Após as três calcinações, o material foi prensado em uma prensa hidráulica para formar uma pastilha, minimizando possíveis perda de massa. Em seguida, a pastilha passou pela etapa final de crescimento, onde foi levada ao forno e oxigenada em um tubo de quartzo, mantida sob pressão de oxigênio entre 0,5 e 1 Kgf/cm², e seguindo a rampa de temperatura conforme a figura 1.

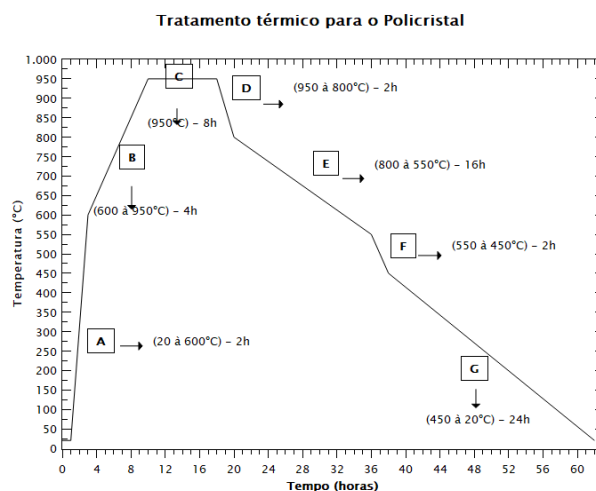


Figura 1: Rampa de crescimento da amostra Policristalina.
Fonte: Autoral.

A segunda amostra produzida foi um monocristal com estequiometria inicial $\text{YBa}_4\text{Cu}_{10}\text{O}_{7-\delta}$, sendo utilizados valores próximos a 5g de 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 para a amostra policristalina, a pesagem foi realizada na balança de precisão.

Os procedimentos de crescimento da amostra monocristalina seguiram passos semelhantes aos da amostra policristalina, com algumas diferenças. Foi utilizado um forno que suporta as altas temperaturas exigidas pela técnica de auto-fluxo, sendo que a etapa de prensagem não foi realizada, já que os monocristais foram separados manualmente. Assim, após a pesagem do pó, ele foi macerado no almofariz de ágata por 30 minutos, e após levado ao forno seguindo a rampa de temperatura da figura 2.

Após a retirada do forno, os monocristais foram separados manualmente, sendo selecionados os maiores para garantir maior sucesso na análise por difração de raios X. Após essa seleção, os cristais foram submetidos a etapa de oxigenação no forno. O material permaneceu por cerca de 10 dias, com temperatura de 450°C mantida por 240 horas. O resfriamento foi realizado ao longo de 20 horas, reduzindo a temperatura de 450°C até ambiente (cerca de 20°C).

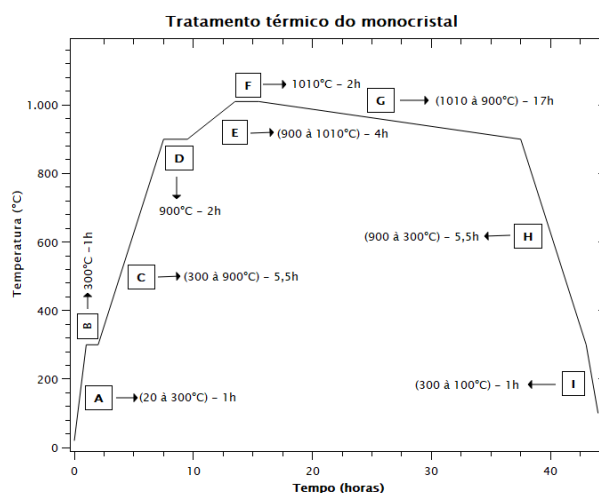


Figura 2: Rampa de crescimento da amostra Monocristalina.
Fonte : Autoral.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após crescidos os policristais e monocristais, foram realizadas a difração de raios X e a microscopia eletrônica de varredura no Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG), e no Laboratório de Conformação Nanométrica do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Assim, obtivemos os seguintes difratogramas:

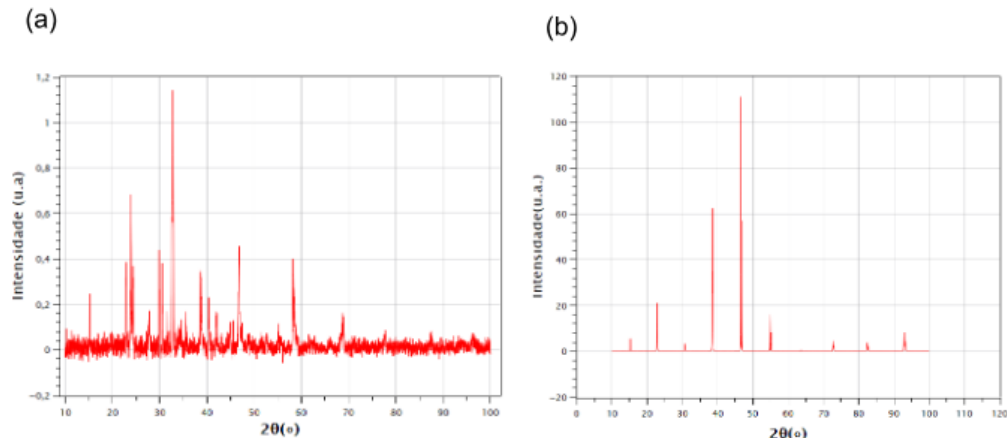


Figura 3: Difratograma de raios X para as amostras (a) policristalina e (b) monocristalina.
Fonte: Autoral.

No difratograma (a), foi identificada a fase cristalina (Y123) do policristal. Os picos de difração apresentaram intensidades e posições que correspondem ao que é relatado na literatura. No difratograma (b), foram obtidos os picos de reflexão do plano cristalográfico c (00l), característico de uma amostra monocristalina. Nesse difratograma, os picos também mostram intensidades e posições que estão de acordo com as referências utilizadas na elaboração deste trabalho.

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

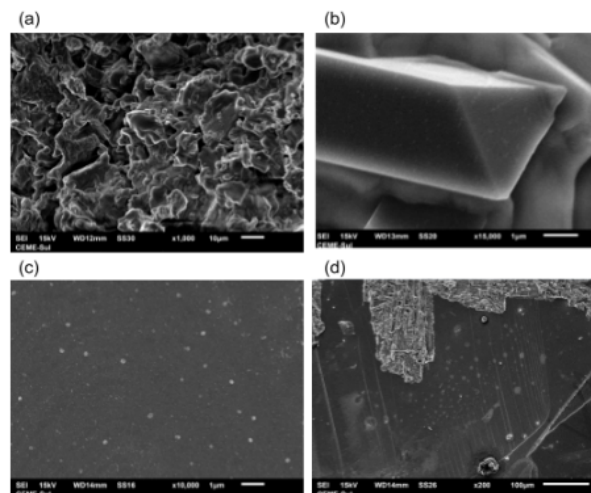


Figura 4: Microscopia eletrônica de varredura da amostra policristalinas em (a) e (b) e monocristalinas em (c) e (d).
Fonte: Autoral.

As figuras 4(a) e 4(b) referem-se a amostras policristalinas. Na figura 4(a), observa-se que a amostra apresenta um caráter lamelar acentuado, acompanhado de uma estrutura granular e boa homogeneidade. Na figura 4(b), é possível visualizar um monocristal ancorado nos grãos da amostra. As figuras 4(c) e 4(d) correspondem às amostras monocristalinas. Na figura 4(c), notamos a superfície lisa do monocristal que, ao contrário do policristal, não exibe granularidade evidente, mas também apresenta boa homogeneidade. Por fim, a figura 4(d) mostra uma região fraturada do monocristal, onde são visíveis pequenas rachaduras.

4. CONCLUSÕES

Com os dados do DRX e MEV foi possível verificar que a amostra policristalina cresceu de forma desejada, apresentando as características deste tipo de material. O mesmo ocorreu para a amostra monocristalina, apresentando também resultados microestruturais satisfatórios. Os dados do DRX apresentam-se sem brutos, porém eles estão sendo trabalhados nesta etapa final do trabalho, no qual está sendo utilizado o método Rietveld para refinamento e identificação de fases presentes em ambas as amostras.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- REIF-ACHERMAN, S. Liquefação de gases e a descoberta da supercondutividade: dois feitos científicos na física de baixas temperaturas intimamente relacionados. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 33, p. 1-17, 2011.
- WU, M. 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.
- VIEIRA, V.N. **Efeitos das substituições químicas na irreversibilidade magnética e magnetocondutividade do supercondutor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$** . 2004. Tese (Doutorado em Ciências). Curso de Pós-graduação em Ciências. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.