

# Influência dos parâmetros de síntese da cerâmica supercondutora do tipo SmBaCuO

Capucho, I.M.<sup>1</sup>; Passos, C. A. C.<sup>1</sup>; Orlando, M. T. D.<sup>1</sup>; Abílio, V.T.<sup>2</sup>; Cruz, P. C. M.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil  
<sup>2</sup> Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil

## Resumo

Neste trabalho foi preparado amostras policristalinas de SmBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-d</sub> (Sm-123) com diferentes parâmetros de síntese com finalidade de relacionar a influência no parâmetro de rede, tamanho de grão e temperatura crítica (T<sub>c</sub>). As amostras foram preparadas pela técnica de reação sólido-vapor a partir dos seguintes reagentes: 0,5Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 3CuO + 2BaCO<sub>3</sub>. As amostras foram rotuladas de Amostra A e Amostra B. A oxigenação foi feita em 520 °C por 24 horas. Além disto, estas amostras foram caracterizadas por Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Susceptibilidade Magnética ac. Os resultados de DRX indicam que a três fases presentes: Sm-123 ortorrômbico, Sm-123 tetragonal e BaCuO<sub>2+x</sub>. Além disso, dos difratogramas foram determinados os parâmetros de rede para cada amostra. A partir das análises das micrografias de MEV foram obtidos o tamanho médio das junções de grãos cujos valores foram 1,64 μm e 2,6 μm respectivamente. Por fim, os resultados da susceptibilidade magnética revelaram que T<sub>cA</sub> = 91 K, T<sub>cB</sub> = 92 K. Concluímos que de acordo com a síntese aplicada os parâmetros utilizados se modificam, mas não alteram significativamente a temperatura crítica.

Palavras chaves: Tamanho de Grão, Parâmetro de Rede, Temperatura Crítica, Difração de Raios X.

## 1. Introdução

Desde a descoberta dos supercondutores de alta T<sub>c</sub>, permanece uma expectativa para desenvolvimento de dispositivos para aplicações tecnológicas devido aos avanços nos processos de sínteses dos cupratos [1,2]. No entanto, as cerâmicas impõem limites para tais dispositivos devido às propriedades dos grãos da cerâmica [3]. Assim, qualquer que seja a aplicação, é crucial controlar os processos de fabricação das amostras cerâmicas. Além disso, determinar as propriedades granulares e correlacionar com os parâmetros de síntese dos compostos supercondutores policristalinos.

## 2. Síntese do Supercondutor

A preparação das amostras foram feitas a partir de uma reação de estado sólido utilizando os óxidos de cobre (CuO) e samário (Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) juntamente com o carbonato de bário (BaCO<sub>3</sub>). A reação seguiu a seguinte proporção de 0,5 mol de Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2 moles de BaCO<sub>3</sub> e 3 moles de CuO. As amostras foram misturadas, prensadas e pastilhadas, em seguida, levadas ao forno para a preparação do precursor. O tratamento térmico do precursor seguiu o patamar de 40 h a uma temperatura de 960°C à atmosfera ambiente [4].

Tabela 1: Processo de síntese de cada amostra supercondutora.

Amostras	A	B
Taxa de aquecimento (°C/min)	10	10 (até 900°C) e depois 2 até (1060°C)
Temperatura de Síntese (°C)	1060	1060

Em seguida, repetiu-se o procedimento e as amostras foram recolocadas ao forno para o processo de síntese. Este processo de síntese teve parâmetros distintos conforme descrito na Tabela 1 e com controle de fluxo de oxigênio de 30 bolhas por minuto. Em seguida, as amostras foram então caracterizadas por Difração de Raios X, Microscopia Eletrônica de Varredura e Susceptibilidade Magnética ac.

## 3. Resultados e Discussão

Os resultados da difração de raios X (Fig. 1) revelaram que há mistura de fases, onde aparecem as estruturas cristalinas ortorrômbica e tetragonal. Para a amostra A há 91% de fase ortorrômbica, 6% de fase tetragonal e 2% de resíduo de BaCuO<sub>2+x</sub> e 1% de picos não identificados. No caso da amostra B 89 % de ortorrômbica, 7 % de tetragonal, 2% de BaCuO<sub>2+x</sub> e 2%

de picos não identificados. Além disso, foram obtidos os parâmetros de rede similares que estão resumidos na Tabela 2. Os resultados foram obtidos através do programa CELREF [5].

Tabela 2: Parâmetros de rede da fase ortorrômbica e temperatura crítica das amostras supercondutoras.

Parâmetros	Amostra A	Amostra B
a (Å)	3,903 (2)	3,903 (2)
b (Å)	3,844 (1)	3,844 (1)
c (Å)	11,725 (3)	11,724 (1)
Tc (K)	91,0(1)	92,3(1)

Estas amostras também foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A partir da imagens de MEV e com auxílio do programa ImageJ [6], foram contabilizados tamanho de junções dos grãos. Os dados foram dispostos em histogramas e analisados com auxílio da função densidade de distribuição gama para se obter o tamanho médio das junções. Para a amostra A foi obtido 2,05(2)  $\mu\text{m}$  e para amostra B 1,49(2)  $\mu\text{m}$ .

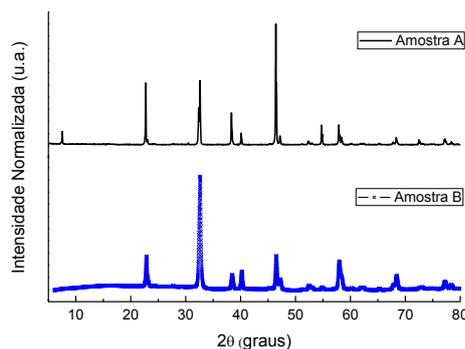


Figura 1: Padrão de difração de raios X para amostra A e para amostra B.

Por fim estas amostras foram submetidas a susceptibilidade magnética AC ( $\chi_{ac}$ ), e os resultados são apresentados na Figura 4. Tc valores foram determinados pelo critério da segunda derivada da susceptibilidade. Os resultados mostram que cada uma das amostras tem blindagem magnética distintas, o que estar relacionado com o tamanho médio de grão. Isto sugere que o processo de síntese afetou a quantidade de oxigenação das amostras.

## 5. Conclusão

Amostras policristalinas de  $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$  com diferentes parâmetros de síntese foram produzidas pela técnica de reação de estado sólido. Os resultados de difração de raios X revelaram que as mostras são um mistura de fase, sendo que fase supercondutora é predominante. Além disso, o procedimento de síntese utilizado neste trabalho influenciou no crescimento dos

grão. Assim amostra A apresentou maior tamanho médio de junções e maior blindagem magnética.

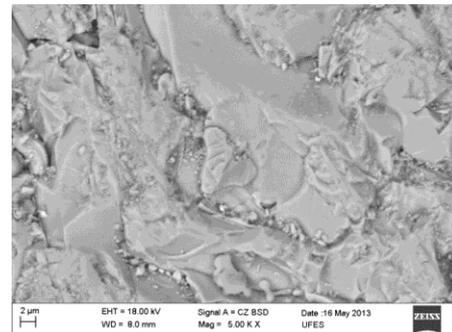


Figura 2: Micrografia da amostra A .

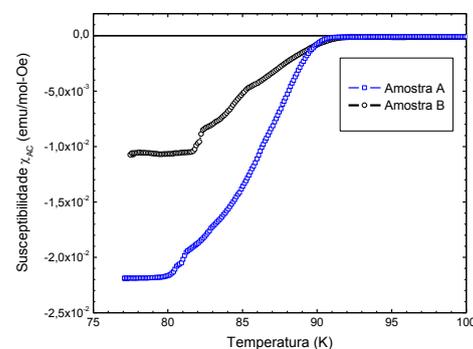


Figura 3: Comparação das medida de susceptibilidade ac em função da temperatura.

## 6. Agradecimentos

Os autores agradecem as agências de fomento CAPES e FAPES.

## 7. Referências

- [1] NOUDEM, J.G.; BOURGAULT, D.; BARBUT, J.M.; TIXADOR, P.; TOURNIER, R. Phys. C, v. 349, p. 47-52, 2001.
- [2] HARI BABU, N.; LIDA, K.; SHI, Y.; CARDWELL, D.A. Phys. C, v. 468, p.1340–1344, 2008.
- [3] PASSOS, C.A.C.; ORLANDO, M.T.D.; KELLER, G. L. L.; PASSAMAI Jr., J. L.; FERREIRA, J. A.; MELLO, E. V. L. Phys. B, v. 404 , 3123 -3126, 2009.
- [4] MAÑKA, J.; CIGÁÑ, A.; POLOVKOVÁ, J.; KOŇAKOVSKY, A.; PRNOVÁ, A.; Measurement Science Review, v. 11, p. 9-14, 2011.
- [5] Software de refinamento dos parâmetros de rede, Celref. Disponível em <<http://amin.janghorban.perso.sfr.fr/download.htm>>. Acesso em: 12 Mai. 2014.
- [6] Informações e download do programa ImageJ. Disponível em <<http://rsb.info.nih.gov/ij/docs/index.html>>. Acesso em: 12 Mai. 2014.