

SÍNTESE DE AMOSTRAS NANOSCÓPICAS DE MATERIAIS

SUPERCONDUTORES Leonardo Almeida Barizon, Paulo Noronha Lisboa Filho. - Física – Química - Departamento de Física - Faculdade de Ciências - Campus de Bauru.

O objetivo central deste trabalho é a obtenção de amostras supercondutoras em escala nanoscópica, do composto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, onde a obtenção desta embasada em métodos químicos com componentes quelantes, onde desta forma possibilitam a cristalização do material.

Como o objetivo é a síntese de cristais em escala reduzida foi utilizado um quelante menor do que utilizado habitualmente, como o método Petchini, onde é utilizado como composto quelante ácido cítrico e etileno glicol. Desta forma reduzimos o tamanho da cadeia polimérica retirando o etileno glicol e somente utilizando ácido cítrico. Estas mudanças acarretaram em mudanças no processo de síntese.

O processo de síntese consiste em ionizar os metais desejados separadamente tendo como anions destes sais apenas nitratos, por serem facilmente eliminados com aquecimento, e por criarem uma atmosfera iônica homogênea no meio reacional. Como nitratos são facilmente solvatados em água, somente foi necessário o aquecimento e agitação dos sais de partida em béqueres separados. Após a dissolução completa de todos os sais de partidas, estas soluções foram adicionadas em um béquer maior onde neste havia uma solução de ácido cítrico (também facilmente solvatado pela água).

Após a união dos reagentes em apenas uma solução, foi acertado o pH para 7, onde este processo precisou ser feito em uma temperatura específica pelo fato da formação de precipitado de bário acima de pH 3 fator este indesejado para o processo.

Após estabilização do meio reacional e em condições apropriadas, foi aumentado a temperatura para a eliminação da água do sistema até que este ficasse com a consistência de um gel. Este gel foi tratado termicamente ainda com o béquer por 4 horas à 200°C para a eliminação dos materiais orgânicos do sistema e organização dos metais em formas cristalinas. O pó obtido foi submetido a mais um tratamento térmico, agora em um cadinho de alumina, a uma temperatura de 880°C por mais 4 horas.

O pó obtido foi preparado para análise de difração de raios X para a determinação de sua estrutura cristalina perovskita. Submetido a análise de susceptibilidade magnética, microscopia eletrônica de varredura, e resistividade elétrica.

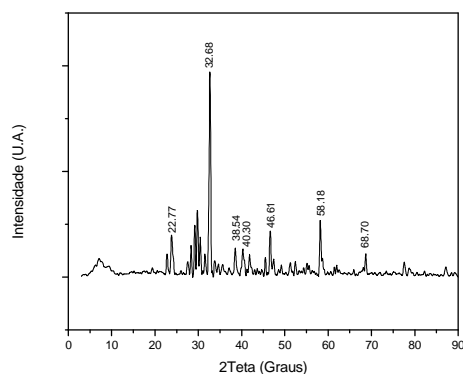


Figura 1 – Difratograma $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

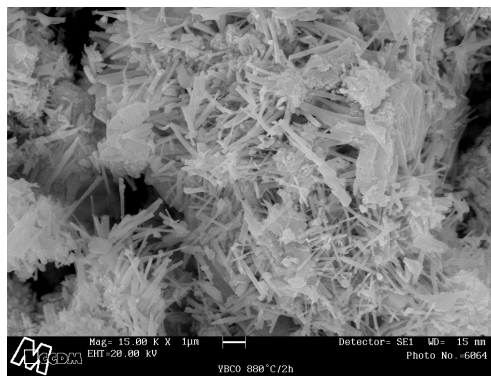


Figura 2 – MEV $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

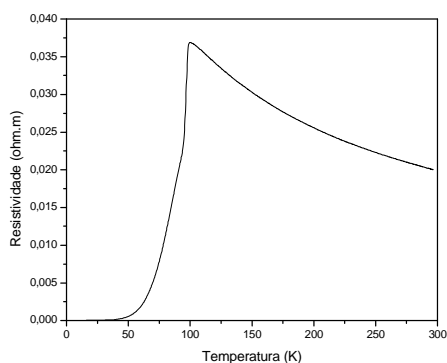


Figura 4 – Resistividade Elétrica $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

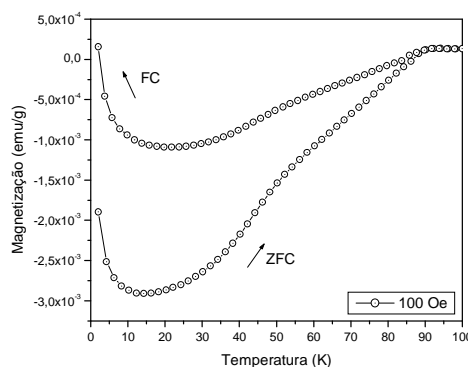


Figura 5 – Susceptibilidade Magnética (100 Oe)

SÍNTESE DE AMOSTRAS NANOSCÓPICAS DE MATERIAIS

SUPERCONDUTORES Leonardo Almeida Barizon, Paulo Noronha Lisboa Filho. - Física – Química - Departamento de Física - Faculdade de Ciências - Campus de Bauru.

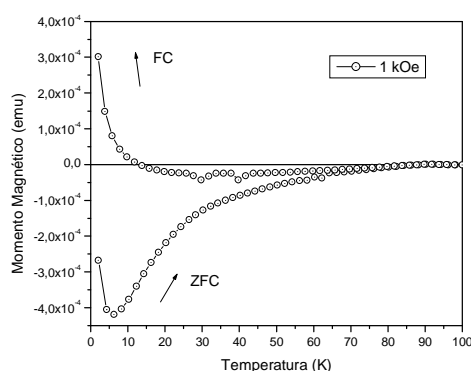


Figura 6 – Susceptibilidade Magnética (1 KOe)
YBa₂Cu₃O₇

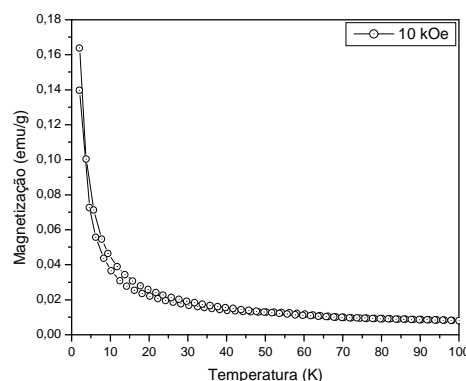


Figura 7 – Susceptibilidade Magnética (10 KOe)
YBa₂Cu₃O₇

As amostras apresentaram um resultado satisfatório na caracterização pela técnica de difração de raios-X, sendo localizados todos os principais picos característicos para amostras de YBa₂Cu₃O₇ (Figura-1). Caracterizando assim a natureza regular dos cristais das amostras. Foi encontrado também na amostra traços de óxido de ítrio proveniente do sal de partida utilizado.

Ambas as amostras, tratadas com e sem atmosfera de oxigênio, apresentaram um difratograma bastante ruidoso, fato este já esperado, pois para a obtenção de amostras nanoscópicas se faz necessário tratá-las a temperaturas a baixo do habitual portando permanecendo assim impurezas entre os cristais supercondutores, fato este comprovado pelo comportamento desta no teste de resistividade elétrica (Figura- 4), que apresentou comportamento de um semicondutor até a temperatura crítica, que a partir deste ponto apresentou uma satisfatória transição para o estado supercondutor com temperatura de 98K. Os testes de susceptibilidade magnética também foi observado a coexistência de dois tipos de cristais, por apresentar em sua curva de magnetização por temperatura a junção das propriedades paramagnéticas com supercondutoras. Nas figuras 5 e 6, é possível observar que as curvas quando aproximam-se de 0K, tendem a passar do estado supercondutor (magnetização negativa) para paramagnética quanto mais se aproximam do 0K, fato este somente possível pela existência de cristais não supercondutores na amostra.

É possível analisar pelos testes de susceptibilidade magnética, o efeito Meissner, decorrente de supercondutores, onde estes tendem a expulsar campos magnéticos, portanto possuindo magnetização negativa. Este efeito só é observado até uma determinada intensidade de campo magnético, chamado campo crítico. As figuras de 5 á 7 demonstram este efeito, pois cada figura representa o efeito causado pela aplicação de um campo específico em cada figura. Na figura 5 é aplicado um campo de 100 Oe, onde é possível a propriedade supercondutora pelo efeito Meissner, onde as duas curvas situam-se abaixo da magnetização zero. Quando estas se aproximam do 0K prevalece à característica paramagnética da amostra e elas começam a subir abruptamente em direção a magnetização positiva.

A presença de duas curvas nos resultados de susceptibilidade magnética é outra característica dos supercondutores, isto acontece pelo aprisionamento de vórtices magnéticos no interior da amostra. Primeiramente a amostra é refrigerada a temperatura próximas de 0K, logo após refrigerada, é aplicado à amostra um campo magnético específico, e elevada à temperatura fazendo medições, dando origem a curva ZFC (Zero Field Cooled). Com o campo ainda ligado, é refrigerada a amostra novamente e feita as medições, dando origem a

SÍNTESE DE AMOSTRAS NANOSCÓPICAS DE MATERIAIS

SUPERCONDUTORES Leonardo Almeida Barizon, Paulo Noronha Lisboa Filho. - Física – Química - Departamento de Física - Faculdade de Ciências - Campus de Bauru.

curva FC (Field Cooled). A diferença na magnetização de uma curva para outra é a quantidade do campo magnético retido pela amostra na forma de vórtices.

É possível observar comparando as figuras 5 e 6, que quando aplicado um campo maior na amostra (figura 6), é observado um aumento do potencial paramagnético da amostra, sendo que na figura 6 já é possível observar uma magnetização positiva na curva FC. Quando é aumentado ainda mais o campo magnético (figura 7), é possível observar que a amostra já não tem respostas supercondutoras, apenas paramagnéticas, isto devido ao campo aplicado estar acima do campo crítico da amostra.

Com os resultados obtidos pela análise de microscopia eletrônica de varredura, foi possível verificar a formação de estruturas bem organizadas no formato de “agulhas” de medidas nanoscópicas, em torno de 300 nm.

Referencias Bibliográficas

X.L. Xu et al. / Physica C 371 (2002) 129 - 132