

## CRESCIMENTO, CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E TRANSIÇÃO RESISTIVA EM MONOCRISTAIS DE $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

**MACEDO, Daniela Goetzke<sup>1</sup>, LOPES, Rovân Fernandes<sup>1</sup>, MENDONÇA, Ana Paula Aguiar<sup>1</sup>, DIAS, Fábio Teixeira<sup>1</sup>, VIEIRA, Valdemar das Neves<sup>1</sup>.**

<sup>1</sup>Licenciatura em Física, Universidade Federal de Pelotas, danielagmacedo@yahoo.com.br

### 1 INTRODUÇÃO

Neste trabalho apresentaremos o método empregado no crescimento de monocristais supercondutores de  $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ , juntamente com a caracterização da estrutura e da superfície destes materiais por meio do emprego da técnica de difração de raio X e da microscopia de luz polarizada. Os materiais selecionados por estas técnicas tiveram a sua transição para o estado supercondutor caracterizada por meio da técnica de resistividade elétrica em função da temperatura. Algumas destas etapas ocorrerem no Laboratório de Materiais Supercondutores (LMS) da UFPEL ao passo que outras foram desenvolvidas no Laboratório de Supercondutividade e Magnetismo (LSM) da UFRGS.

### 2 TÉCNICAS DE PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS MONOCRISTAIS

#### 2.1 CRESCIMENTO DE MONOCRISTAIS

As proporções escolhidas para os compostos precursores correspondem às estequiometrias  $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  ( $x = 0, 0.0025, 0.05, 0.10$ ). Os carbonatos e óxidos precursores passaram por um processo de desumidificação sendo em seguida pesados na proporção  $(YCa)BaCu - 1:4:10$  e macerados num almofariz de ágata até que a sua mistura adquirisse um tom homogêneo. A seguir esta mistura de aproximadamente 5g de massa foi empilhada em um dos lados de um cadinho de zircônia e então o arranjo foi levado ao forno respeitando uma inclinação de  $20^\circ$  em relação à horizontal<sup>[1]</sup>. O ciclo térmico necessário para o crescimento ocorre por meio da técnica de auto-fluxo que está representado na Fig.1.

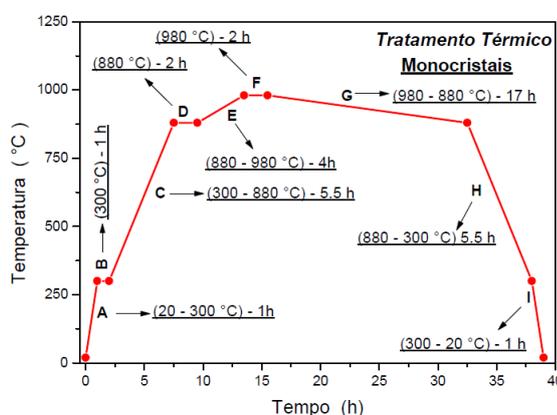


Figura 1 - Tratamento térmico utilizado na produção de monocristais.

Chamamos a atenção especialmente para as etapas f, g e h onde ocorrem, respectivamente, a fusão da mistura, a nucleação e o crescimento dos monocristais e a passagem da estrutura de tetragonal para ortorrômbica. Os monocristais obtidos

após o emprego da técnica de auto-fluxo são removidos mecanicamente do fluxo em temperatura ambiente, pois são deficientes em oxigênio. Por isso, eles são submetidos a um processo adicional de oxigenação realizado com o objetivo de otimizar o conteúdo de oxigênio na estrutura do supercondutor  $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ . O tempo e o ciclo térmico empregado durante a etapa de oxigenação é ilustrado pela Fig.2.

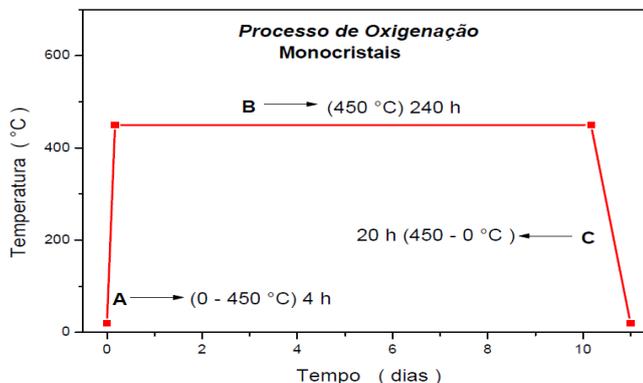


Figura 2 - Tratamento térmico utilizado durante a etapa de oxigenação.

## 2.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As amostras monocristalinas empregadas neste estudo tiveram suas estruturas cristalográficas analisadas por meio de difração de raio-X. A Fig.3 mostra os difratogramas obtidos para a incidência destes raios ao longo do eixo cristalográfico c dos monocristais.

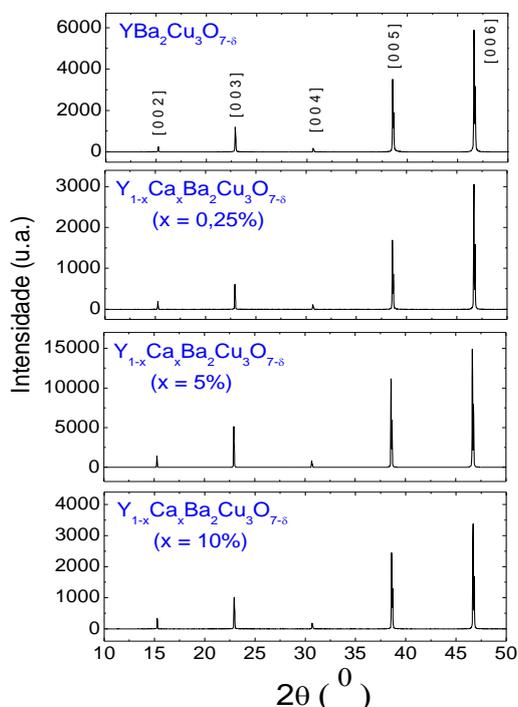
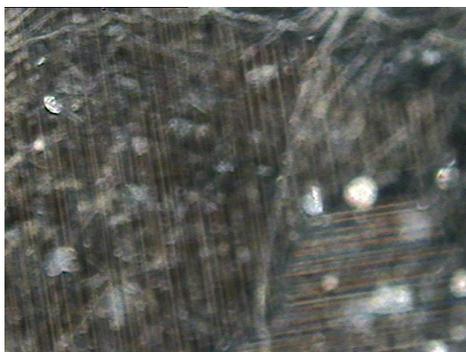


Figura 3 - Espectros de raio-X para os monocristais de  $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  (x = 0, x = 0,0025, x = 0.05 e x = 0.10).

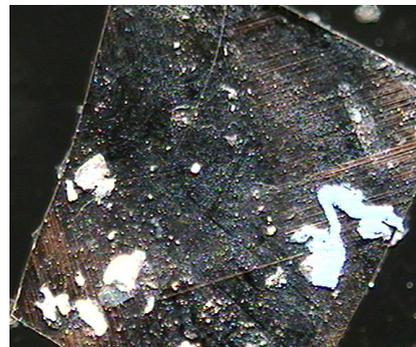
Os difratogramas dos monocristais dopados revelaram uma estrutura com linhas bem definidas características da estrutura cristalina do eixo c do monocristal de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  puro. O que sugere que a dopagem com Ca, até  $x = 0.10$ , não proporcionou a formação de fases espúrias na fase 123.

### 2.3 – MICROSCOPIA DE LUZ POLARIZADA

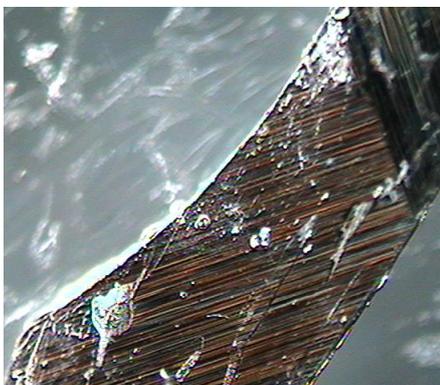
Nas Fig.4 (a), (b), (c) e (d) são apresentadas imagens dos monocristais de  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  obtidas a partir do emprego de um microscópio de luz polarizada. Na superfície dos monocristais visualiza-se a formação de mosaicos característicos da formação de planos de maclas provenientes da mudança de estrutura tetragonal para ortorrômbica. As maclas são defeitos estruturais de natureza mesoscópica. Nota-se a ocorrência de uma maior densidade de maclas na superfície dos monocristais onde o ítrio (Y) foi substituído por 5% e 10 % de Ca.



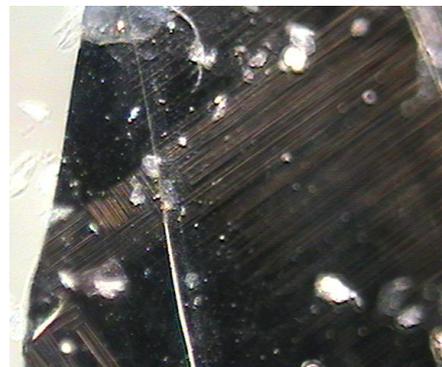
(a)  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$



(b)  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $x=0.0025$ )



(c)  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $x = 0,05$ )



(d)  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $x = 0,10$ )

Figura 4 – Superfície dos monocristais puro (a)  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  e dopados de  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (b)  $x = 0.0025$ , (c)  $x = 0.05$  e (d)  $x = 0.10$ .

### 2.4 – TRANSIÇÃO RESISTIVA

A Fig.5 apresenta os resultados das medidas de resistência elétrica em função da temperatura para o monocristal de  $\text{Y}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ( $x = 0.10$ ) medidos com aplicação do método de quatro pontas<sup>[2]</sup>. Na Fig.5 principal nota-se que a resistência elétrica do material diminui a medida que a temperatura decresce, até atingir uma determinada temperatura na qual a resistência elétrica se anula. A esta temperatura denominamos de temperatura de resistência nula,  $T_R(0)$  a qual marca o estabelecimento do estado supercondutor de nossa amostra. No “inset” da Fig.5

está destacada a transição para o estado de resistência nula e o valor em que ela ocorre.

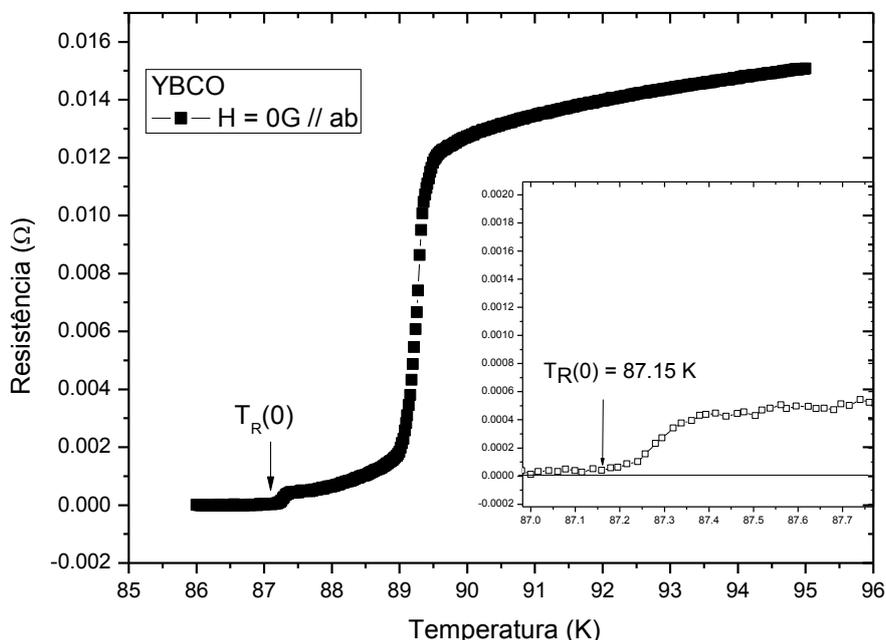


Figura 5 – Resistência elétrica em função da temperatura diante da aplicação de campo magnético nulo para monocristal de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> dopado com Ca10%.

#### 4 CONCLUSÕES

Foram crescidos monocristais supercondutores de Y<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> (x = 0, 0.0025, 0.05, 0.10) empregando a técnica de auto-fluxo. A difração de raio X revelou que a substituição parcial do sitio do ítrio (Y) por até 10 % de Ca no supercondutor YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> não colabora para o surgimento de fases espúrias na estrutura cristalográfica ortorrômbica do Y<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>. O emprego da microscopia de luz polarizada revela a existência de diversas maclas as quais apresentam elevada densidade nos monocristais dopados com 5% e 10% de Ca. Medidas de resistência elétrica em função da temperatura revelam que a dopagem com Ca reduz a temperatura na qual a resistência elétrica se anula, quando comparado ao material puro (em torno de 93K).

#### 5 REFERÊNCIAS

- [1] VIEIRA, V. N. **Efeito das Substituições Químicas na Irreversibilidade Magnética e Magnetocondutividade do Supercondutor YBa2Cu3O7-<sub>δ</sub>**. Jan. 2004 -. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 01/2004.
- [2] FERREIRA, L. M. et al., Effects of pressure on the fluctuation conductivity of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. **Physical. Review B**, V.69, n.21, p.212505-212509, 2004.