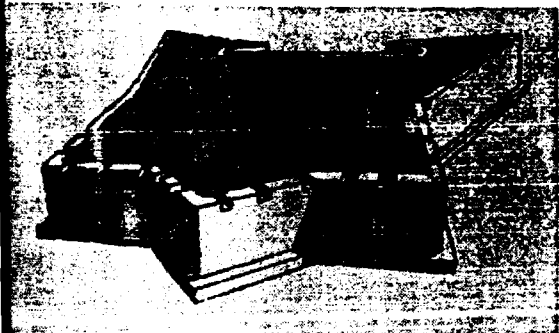


32º CONGRESSO
BRASILEIRO
DE CERÂMICA



FORTALEZA DOS REIS MAGOS

NATAL-RN 24 A 27 DE ABRIL DE 1988 CENTRO DE CONVENÇÕES DE NATAL

ANAIS



ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA

Volume I

R. Muccillo, A. Helena A. Bressiani, Eliana N. dos S. Muccillo e J. C. Bressiani
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Comissão Nacional de Energia Nuclear, S. Paulo

RESUMO

Medidas de resistividade elétrica foram feitas em amostras cerâmicas supercondutoras à base de Y-Ba-Cu-O e Y-Al-Ba-Cu-O. As amostras sinterizadas foram seccionadas, submetidas à evaporação de ouro, envolvidas com um dedo frio de cobre na região não-metalizada e montadas num dewar com nitrogênio líquido para as medidas de resistividade por meio do método das quatro pontas. Para a determinação do valor da temperatura crítica T_c , um termopar de cobre/constantan ou de níquel-cromo/níquel foi acoplado entre o dedo frio de cobre e a amostra cerâmica. Serão apresentados detalhes da montagem experimental e resultados de resistividade elétrica em função da temperatura para as amostras acima citadas na faixa de temperaturas entre -185°C e $+25^{\circ}\text{C}$.

ABSTRACT

ELECTRICAL RESISTIVITY MEASUREMENTS IN SUPERCONDUCTING CERAMICS

Electrical resistivity measurements have been done in (Y,Ba,Cu,O)- and (Y,Al,Ba,Cu,O)-based superconducting ceramics. The sintered specimens were prepared by applying gold electrodes and winding on the non-metalized part with a copper strip to be immersed in liquid nitrogen for cooling. The resistivity measurements have been done by the four-probe method. A copper-constantan or chromel-alumel thermocouple inserted between the specimen and the copper cold finger has been used for the determination of the critical temperature T_c . Details of the experimental set up and resistivity versus temperature plots in the LNT-RT range for the superconducting ceramics are the major contributions of this communication.

O crescimento exponencial do número de pesquisadores em cerâmicas supercondutoras em 1987 após a publicação dos trabalhos de pesquisa de Bednorz e Muller [1] e do grupo liderado por Chu [2] torna praticamente impossível um levantamento bibliográfico completo das centenas de trabalhos técnico-científicos publicados no decorrer desse ano. Entretanto, um ponto em comum tem que ter todos os trabalhos publicados: a determinação do efeito supercondutor. Essa determinação, primordial para se saber se a amostra cerâmica apresenta o efeito supercondutor e a partir de qual temperatura crítica, é feita de forma inequívoca por meio da verificação da presença do efeito Meissner e da determinação da queda brusca no valor da resistividade elétrica para temperaturas abaixo de T_c .

Neste trabalho, mostramos um arranjo experimental simples que permite a determinação, pelo método das quatro pontas, dos valores de resistividade elétrica em função da temperatura da amostra cerâmica na região de temperaturas entre a temperatura ambiente e a temperatura do nitrogênio líquido, bem como uma avaliação dos valores de temperatura em que há variação brusca na resistividade elétrica.

2. EXPERIMENTAL

As amostras cerâmicas usadas no presente trabalho foram de dois tipos : $YBa_2Cu_3O_x$ e $Y_{2/3}Al_{1/3}Ba_2Cu_3O_x$. A preparação dessas amostras, já descritas anteriormente [3], consiste essencialmente nas seguintes etapas experimentais:

- a) pesagens de óxido de ítrio, óxido de cobre e de carbonato de bário nas proporções desejadas (para as amostras do segundo tipo, substitui-se parcialmente óxido de ítrio por óxido de alumínio);
- b) mistura a seco dos pós seguida de calcinação a 900°C durante 20 h;
- c) moagem do produto calcinado;
- d) compactação uniaxial (2 ton/cm^2)
- e) sinterização a 1000°C durante 20 h em atmosfera de oxigênio, seguida de esfriamento lento sob atmosfera de oxigênio.

As amostras assim obtidas são seccionadas até as dimensões $10\text{mm} \times 3\text{mm} \times 1\text{mm}$.

Nas extremidades dessa amostra cerâmica na forma de barra, são depositados eletrodos de ouro por evaporação.

As medidas de resistividade elétrica são feitas por meio do método das quatro pontas de prova com um miliohmímetro HP modelo 4328A.

A variação de temperatura na amostra é feita por meio da colocação de um dedo frio, confeccionado com folha de cobre de 0,1mm de espessura. Uma das extremidades do dedo frio é enrolada na amostra cerâmica na região entre os eletrodos de ouro, enquanto que a outra extremidade é imersa em um dewar contendo nitrogênio líquido. A determinação da temperatura da amostra é feita por meio de um termopar de cromel-alumel ou de cobre-constantan pressionado entre o dedo frio de cobre e a amostra cerâmica.

A avaliação da temperatura crítica é feita colocando-se o sinal do termopar (fem) e o sinal de saída do miliohmímetro em um registrador gráfico de duas penas HP modelo 7100 BM a uma velocidade de registro de 5 cm/s, permitindo uma resolução em temperatura de aproximadamente 0,5 K. Um termopar de cromel-alumel teve uma calibração secundária a partir de um termopar de cromel-alumel AEROPAK com calibração NBS.

Na figura 1 é apresentado um diagrama de blocos do sistema de medidas de resistividade elétrica, composto do miliohmímetro, do voltímetro digital para a determinação da fem do termopar para posterior avaliação da temperatura da amostra, e do registrador gráfico para o registro simultâneo do sinal proporcional à resistência elétrica e da fem do termopar.

Na figura 2 é mostrada simplificada a montagem experimental. A e B são os pontos de contato dos terminais do miliohmímetro com os eletrodos de ouro (e) da amostra (a), e C o ponto de contato do termopar com a amostra cerâmica junto ao dedo frio de cobre (c); (s) é um suporte que permite mover na direção vertical o dewar (d) que contém nitrogênio líquido.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A dependência da resistividade elétrica com a temperatura para a amostra $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ é mostrada na figura 3. Como se pode ver, o efeito supercondutor se dá a temperaturas próximas de 90K. Resultado semelhante é obtido para amostras com substituição parcial de ítrio por alumínio. Uma determinação mais precisa do valor de T_c pode ser feita graficamente a partir da figura 4, onde é mostrada a reprodução gráfica da variação temporal do valor da resistividade e da fem do termopar acoplado à amostra cerâmica. No caso dessa medição, obteve-se para T_c o valor 92,0 K.

4. CONCLUSÕES

É apresentado um método simples para a verificação do efeito supercondutor em amostras cerâmicas que se tornem supercondutoras na faixa de temperaturas entre a temperatura do nitrogênio líquido e a temperatura ambiente. O método, que consiste basicamente na determinação ao ar da dependência da resistividade elétrica com a temperatura (que é feita variar por meio da adequação de um dedo frio de cobre na amostra cerâmica), foi testado em amostras cerâmicas supercondutoras, sendo apresentado o resultado para a amostra de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, permitindo a determinação do valor da temperatura crítica T_c dessa amostra.

Agradecimentos: A A. Sgambatti Jr., a Celso V. de Moraes e a Rosa M. da Rocha.

REFERÊNCIAS

- [1] Bednorz, J.G. e Muller, K.A. - Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system - Z. Phys. B(64), 189, (1986).
- [2] Wu, M.K., Ashburn, J.R., Torng, C.T., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z.F., Wang, Y.Q., e Chu, C.W. - Superconductivity at 93 K in a new mixed phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure - Phys. Rev. Lett. 9 (58), 908, (2 March 1987).
- [3] Bressiani, Ana Helena de A., Muccillo, Eliana Navarro dos S., Bressiani, José Carlos, Martinelli, J.R., e Muccillo, R. - Cerâmicas supercondutoras à base de Y-Ba-Cu-O - Cerâmica 33 (210), 153 (1987).

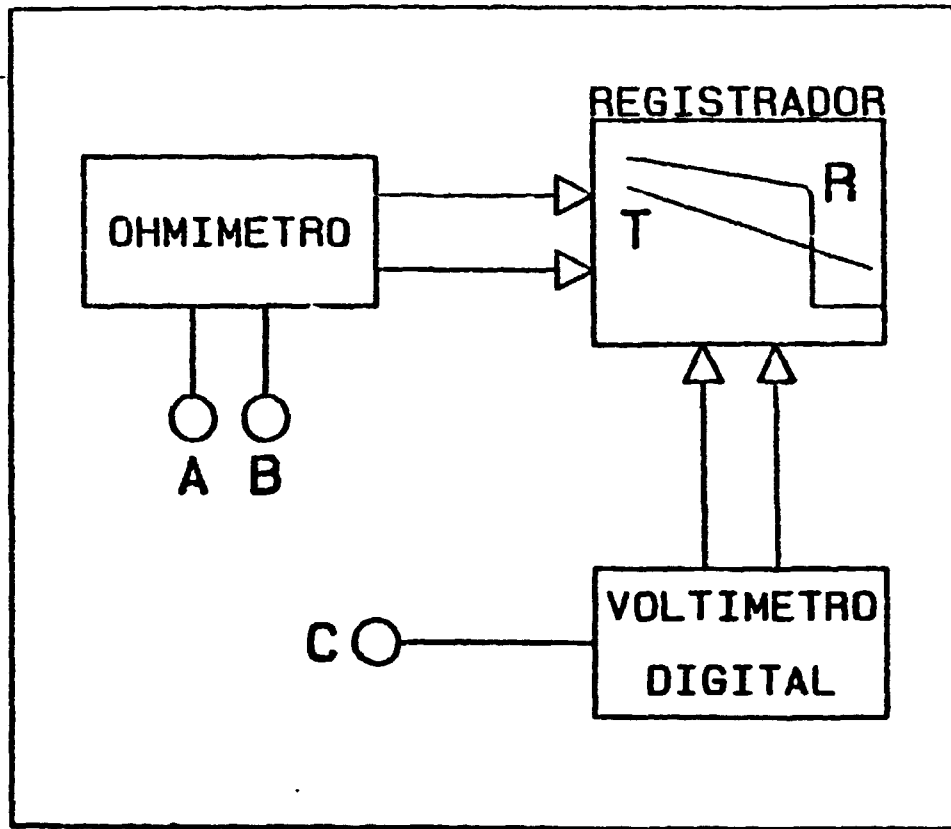


FIG.1 - Diagrama de blocos do sistema de medidas de resistividade elétrica de amostras cerâmicas supercondutoras, composto de um miliohmímetro, um voltímetro digital e um registrador gráfico de 2 penas. A, B e C são os pontos de contato na amostra (Cf. fig. 2).

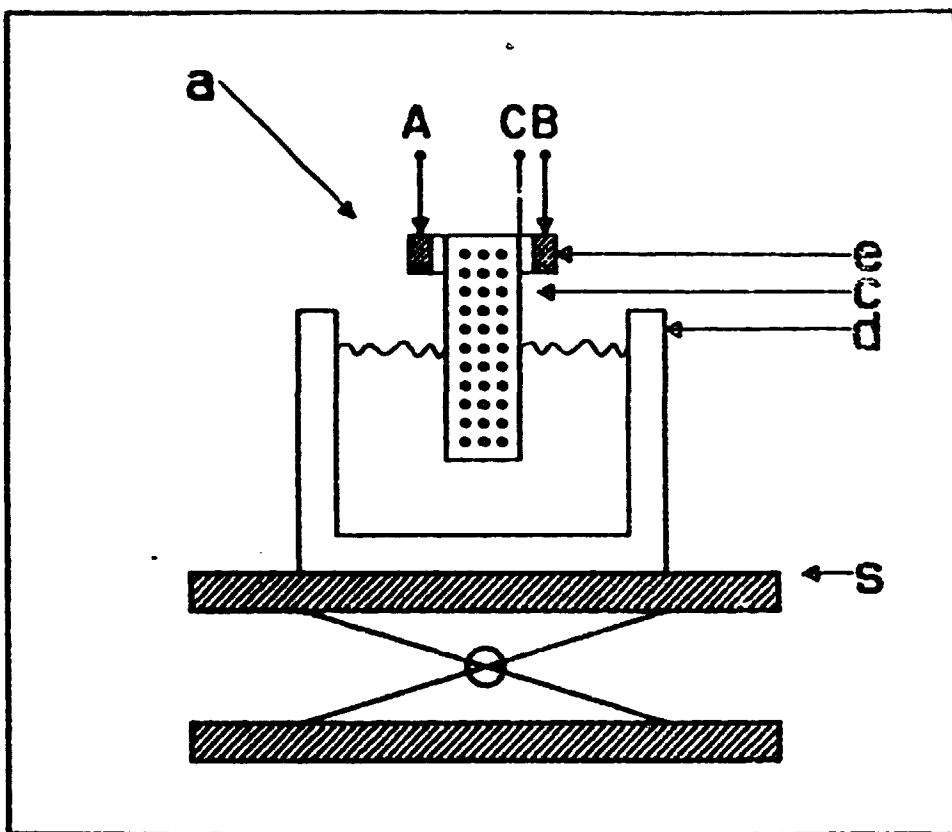


FIG.2 - Esquema da montagem da amostra cerâmica supercondutora no dedo frio de cobre: (a)-amostra, (e)-eletrodo de ouro, (c)-cobre (dedo frio), e (s)-suporte móvel).

ABCBB

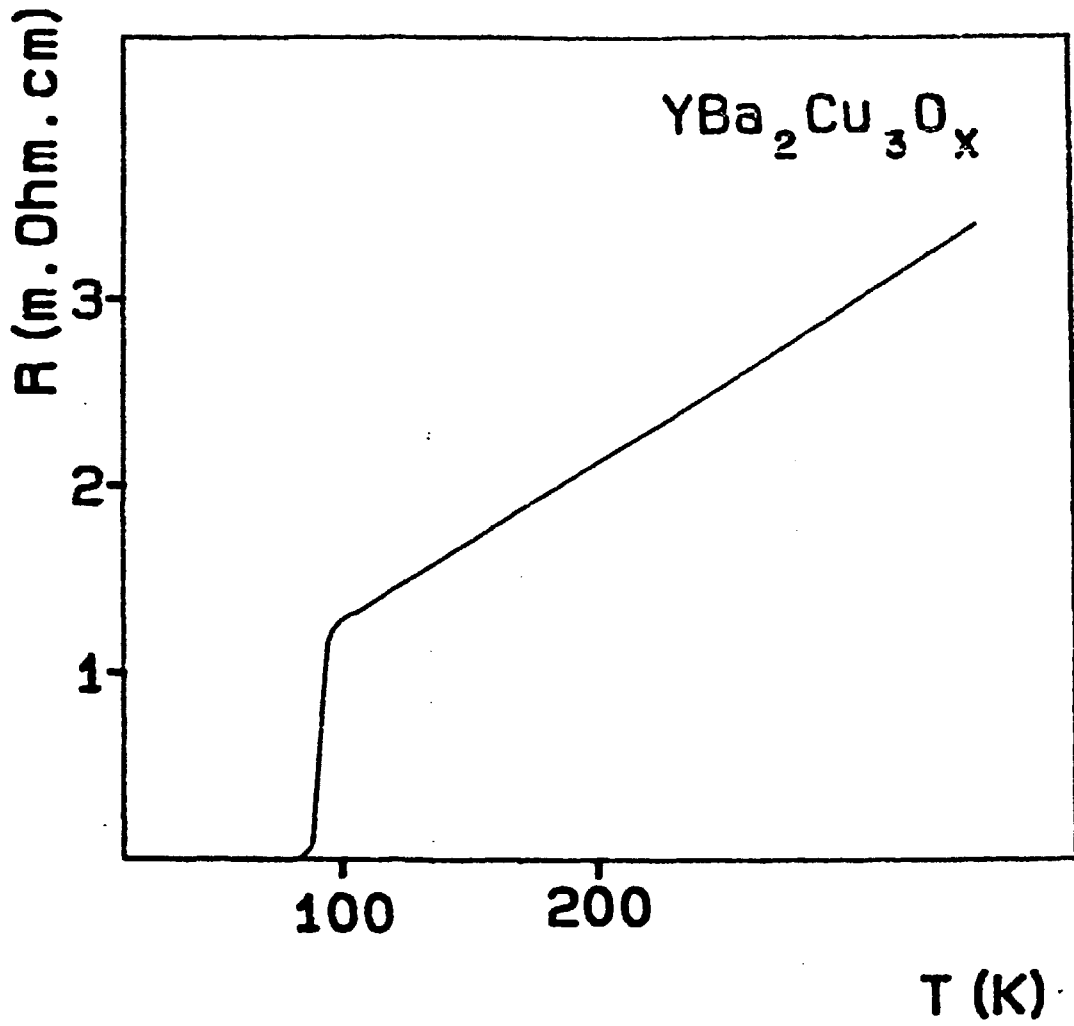


FIG.3 - Resistência elétrica em função da temperatura absoluta da amostra cerâmica supercondutora $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$.

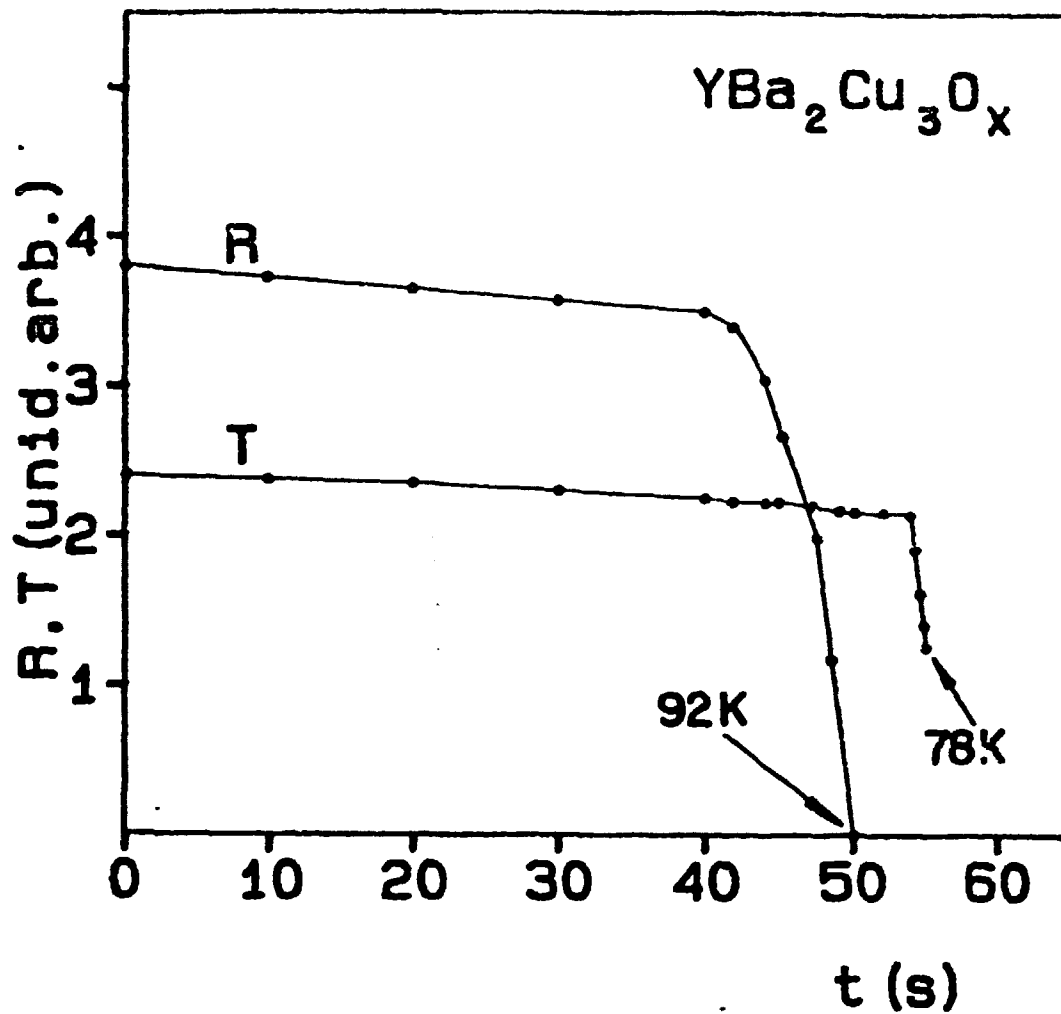


FIG.4 - Avaliação gráfica do valor da temperatura crítica T_c por meio do registro simultâneo das variações da resistência elétrica e da temperatura da amostra cerâmica com o tempo.