

## Síntese e Caracterização Estrutural de YBCO pelo Método de Rietveld

Melânia Cristina Mazini (IC)\* e Paulo Noronha Lisboa Filho (PQ). \*[melmazini@fc.unesp.br](mailto:melmazini@fc.unesp.br).

Grupo de Materiais Avançados, UNESP – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências, Bauru, Brasil.

Palavras Chave: Método Pechini; materiais supercondutores; Refinamento Rietveld; caracterização estrutural.

### Introdução

Rotas de síntese de materiais óxidos supercondutores, como  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO), são de fundamental importância na determinação de algumas propriedades fundamentais, como o tamanho do cristalito, homogeneidade na composição do material, presença de fases secundárias e a estequiometria de oxigênio da amostra.

Neste trabalho são apresentados estudos de caracterizações estruturais pelo método de refinamento de Rietveld para o supercondutor YBCO sintetizado pelo Método dos Precursores Poliméricos Modificado (MPPM),<sup>1</sup> a fim de se determinar sua fórmula estrutural, parâmetros estruturais e a possível presença de fases secundárias na amostra.

### Resultados e Discussão

As amostras de YBCO foram preparadas pelo MPPM e foram tratadas a 950°C por um período de 6 horas em atmosfera de ar (YBCO-1).

Foram realizadas análises de difração de Raios X (DRX) e os resultados obtidos foram analisados e comparados com uma referência padrão de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  (JCPDS 89-6049). As análises preliminares mostraram que as amostras preparadas possuem boa homogeneidade. Em seguida, um estudo mais detalhado foi realizado pelo método do refinamento de Rietveld para uma análise quantitativa do material, determinando também os parâmetros estruturais e estimadas as estequiometrias de oxigênio.

Na Tabela 01 são apresentados os resultados do refinamento de Rietveld para a amostra YBCO-1, considerando modelos de YBCO<sup>2</sup> (CIFs–*Crystallographic Information File*) com diferentes estequiometrias de oxigênio, para comparação.

Os resultados do refinamento indicaram que as amostras preparadas apresentam estequiometria de oxigênio próxima a 7 e também detectaram a presença da fase secundária  $\text{Cu}_2\text{O}$ . No refinamento de Rietveld, o fator de mérito para a identificação de fases e escolha de resultados se dá pelo menor valor relativo do erro no refinamento, dados pelo valor de  $\chi^2$ .

Foi então realizado um novo refinamento considerando a presença desta fase secundária, os resultados deste refinamento são apresentados na

Tabela 01. Já os resultados estruturais para o estudo são apresentados na Tabela 02.

**Tabela 01.** Resultados obtidos pelo refinamento de Rietveld para YBCO puro e YBCO com a presença de fase secundária  $\text{Cu}_2\text{O}$ .

	7,00	6,92	6,88	6,80
<b>7-<math>\delta</math></b>	7,00	6,92	6,88	6,80
<b>CIF<sup>2</sup></b>	1001452	1001435	1008649	1008351
<b>YBCO puro</b>				
$\chi^2$	2,17	2,19	2,25	2,21
<b>RF<sup>2</sup></b>	6,88	6,54	8,32	7,51
<b>wRp</b>	6,05	6,07	6,16	6,09
<b>YBCO com a presença da fase secundária <math>\text{Cu}_2\text{O}</math></b>				
$\chi^2$	2,12	2,07	2,17	2,04
<b>RF<sup>2</sup></b>	6,77	6,58	6,95	5,79
<b>wRp</b>	5,98	5,91	6,05	5,86

**Tabela 02.** Parâmetros estruturais de YBCO com a presença de fase secundária  $\text{Cu}_2\text{O}$ .

	Frac. M. (%)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	V (Å <sup>3</sup> )
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	99,63	3,82	3,89	11,69	173,74
$\text{Cu}_2\text{O}$	0,37	4,27	4,27	4,27	77,63
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,92}$	99,61	3,82	3,89	11,69	173,75
$\text{Cu}_2\text{O}$	0,39	4,27	4,27	4,27	77,63
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,88}$	99,60	3,82	3,89	11,69	173,75
$\text{Cu}_2\text{O}$	0,40	4,27	4,27	4,27	77,61
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,80}$	99,41	3,82	3,89	11,69	173,78
$\text{Cu}_2\text{O}$	0,59	4,27	4,27	4,27	77,61
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,96}$ <sup>3</sup>		3,82	3,87	11,66	

### Conclusões

O MPPM demonstrou ser uma rota simples e eficiente para a preparação de materiais cerâmicos supercondutores.

De acordo com o primeiro refinamento para a amostra YBCO-1, o resultado para  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  foi o que apresentou melhor resultado. Quando foi considerado a presença da fase secundária  $\text{Cu}_2\text{O}$  o melhor resultado de refinamento foi para o modelo  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,80}$ , estando este resultado mais próximo ao esperado.

### Agradecimentos

FAPESP 2009/08686-3 (bolsa IC)

<sup>1</sup> Motta, M. *et al.* *J. Magn. Magn. Mater.* **2008**, 320, e496.

<sup>2</sup> Grazulis, S. *et al.* *J. Appl. Crystallogr.* **2009**, 42, 726.

<sup>3</sup> Benzi, P.; Bottizzo, E. e Rizzi, N. *J. Cryst. Growth.* **2004**, 269, 625.