

## Resumo

Neste trabalho sintetizaram-se amostras supercondutoras do sistema Hg-Ba-Ca-Cu-O com o objectivo de estudar as deformações locais da rede nos planos de mercúrio, induzidas pela introdução de oxigénio.

O estudo das condições de síntese foi realizado por comparação entre duas rotas do método sol-gel designadas por Acrilamida e Ureia, tendo esta última sido introduzida pela primeira vez no fabrico destes compostos.

O método da Ureia revelou ser uma alternativa vantajosa ao da Acrilamida, permitindo a preparação de pós precursores em 3 etapas com uma duração total de 40 horas, contrastando com as 70 horas necessárias para o método em comparação. Os custos associados aos reagentes são também outra vantagem apontada a esta rota.

A produção de amostras supercondutoras (Hg-1212 e Hg-1223) foi conseguida através do método de síntese em alta pressão e alta temperatura. O composto Hg-1212 foi obtido utilizando pós precursores, produzidos pelas duas rotas em estudo. Utilizando os precursores preparados pelo método da Ureia foi possível a produção de amostras quase monofásicas Hg-1212 utilizando menores pressões (1.6 GPa) e menores tempos de síntese (1 hora) contra valores de 1.8 GPa e durações de 2.5 horas, usando os precursores do método da Acrilamida. As temperaturas críticas atingidas vêm apoiar uma melhor qualidade e pureza das amostras produzidas com o método da Ureia, tendo sido obtida uma  $T_c$  de 112 K contra 104 K, para a amostra produzida com a Acrilamida.

O composto Hg-1223 só foi conseguido utilizando a rota da Ureia, sendo as condições óptimas de síntese com valores de 1.8 GPa, 900°C, com uma duração de 2.5 horas. Este apresenta uma  $T_c$  igual a 132 K, resultado que é concordante com os apresentados na literatura, sugerindo que o composto obtido tem dopagem óptima de oxigénio.

Os estudos de sonda local através da técnica de Correlações Angulares Perturbadas, P.A.C., indicam que a dopagem com oxigénio, nos compostos Hg-1212, é bem sucedida para recozimentos sob pressões de oxigénio na ordem dos 25 bar. Neste caso a concentração máxima de oxigénio atingida é de 26%, o que indica que a maioria dos átomos de oxigénio ocupam posições intersticiais no centro dos planos de mercúrio. É aconselhável o uso de pressões de oxigénio mais elevadas, na ordem dos 100 bar, para uma melhor eficiência na dopagem destes compostos.

## Abstract

In this work the synthesis conditions to produce superconducting samples of the system Hg-Ba-Ca-Cu-O were studied. The purpose was the study of local deformations on the mercury planes, induced by oxygen doping.

The optimization of the synthesis conditions was performed comparing two sol-gel methods, named Acrylamide (AA) and Urea. The last was introduced for the first time in the production of these compounds.

The Urea method appears as a successful alternative to the Acrylamide one, allowing the production of precursor powders in 3 steps in 40 hours versus 70 hours needed for the AA method. Other advantage is the costs related with the reactants.

The production of superconducting samples (Hg-1212 and Hg-1223) was successful using the high pressure - high temperature method. The Hg-1212 compound was synthesized using precursor powders obtained with the two methods. Using the Urea precursors, Hg-1212 single phase samples were produced with 1.6 GPa and in 1 hour. The Acrylamide precursors needed higher pressures (1.8 GPa) and longer sintering times (2.5 hours). The better quality of the urea's samples is supported by its  $T_c$ , showing 112 K against 104 K exhibited by the Acrylamide's.

The Hg-1223 compound was reached only with the Urea's precursor.

The optimal synthesis conditions were found to be: 1.8 GPa, 900°C, for 2.5 hours. This sample presented a  $T_c$  equal to 132 K, in agreement with the results reported in the literature.

The Perturbed Angular Correlations (P.A.C.) studies show that the doping was successful, in Hg-1212 samples, using 25 bar of oxygen pressure. The maximum oxygen concentration achieved is 26%. In this situation, the oxygen atoms are present in interstitial positions in the centre of Hg mesh. The use of higher pressures (about 100 bar) is suggested to obtain a better doping efficiency in these compounds.