

## **F 590 – A: Iniciação Científica I**

**Prof. José J. Lunazzi**

# **Síntese e caracterização de monocristais de composto intermetálico PrCuBi<sub>2</sub>.**



Mário Moda Piva RA: 118069

mariopiva3 x(arroba)x gmail.com

Orientador:

Prof. Dr. Pascoal José Giglio Pagliuso

<http://portal.ifi.unicamp.br/pessoas/corpo-docente/128-professores/412-724>

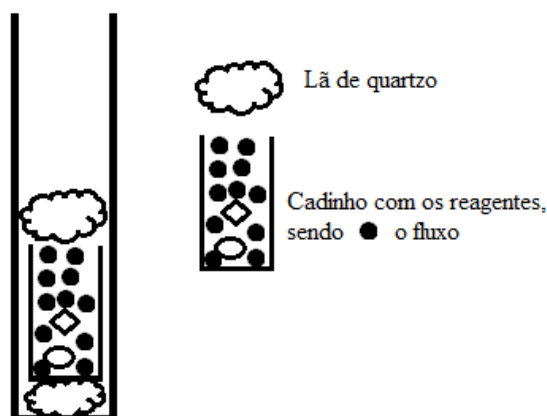
## **1. Resumo:**

O objetivo deste trabalho é a síntese e caracterização de monocristais do composto intermetálico  $\text{PrCuBi}_2$ . Primeiramente, será explicado o método como o cristal foi sintetizado, o qual se baseia no crescimento do cristal por auto-fluxo metálico. Após essa apresentação da síntese do composto, será avaliado o padrão de raios-x do pó da amostra, para o estudo da fase do cristal sintetizado. Havendo a confirmação de que a fase crescida era a desejada, o próximo passo será avaliar as características e propriedades físicas do composto, através de experimentos de resistividade, susceptibilidade magnética dc e calor específico.

## **2. Metodologia experimental:**

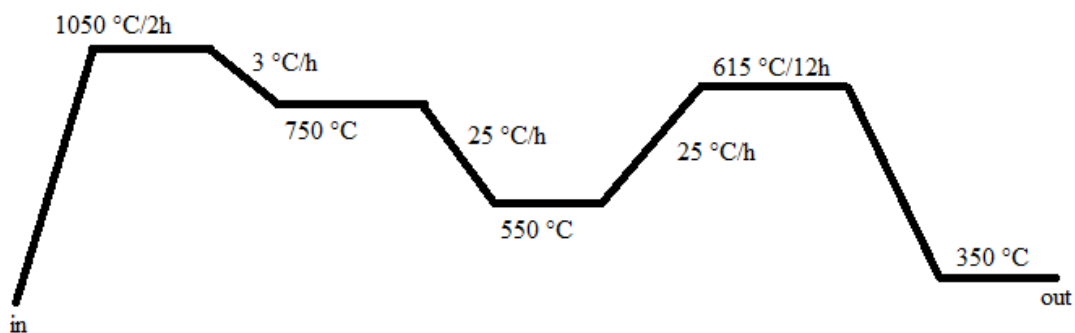
- **Síntese dos cristais:**

A síntese do composto  $\text{PrCuBi}_2$  foi feita pelo método de auto-fluxo metálico. Primeiramente os elementos foram pesados, utilizando uma balança de precisão. Um elemento foi escolhido para ser a referência, nesse caso foi o praseodímio. A partir dele e da relação estequiométrica do composto, foi possível determinar a massa necessária dos outros elementos. Após isso, os reagentes foram introduzidos em um cadinho de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sendo que um deles, o fluxo, foi colocado em excesso. Para o  $\text{PrCuBi}_2$  o fluxo utilizado foi o bismuto. Após isso, o cadinho foi colocado em um tubo de quartzo, com lã de quartzo acima e abaixo do cadinho, e selado a vácuo, para impedir a oxidação dos metais durante a reação. A lã de quartzo de baixo serve para amortecer o impacto do cadinho com o fundo do tubo, que ocorre ao inserirmos o cadinho no tubo. A lã de cima serve como um filtro, permitindo a passagem do fluxo, mas retendo os cristais, quando o tubo é levado à centrífuga, o que será explicado mais adiante.



**Figura 2.1: Representação do tubo de quartzo.**

O tubo selado à vácuo foi levado ao forno, onde foi programada uma rampa de temperaturas, esquematizada a seguir:



**Figura 2.2: Rampa de temperaturas utilizada na síntese de  $\text{PrCuBi}_2$ .**

No forno, o metal de fluxo é fundido, formando uma solução, que facilita a reação dos outros compostos no estado sólido. Com isso os cristais que estão se formando podem se agrupar e formar um grande monocristal. Após isso, há o resfriamento do forno até uma temperatura em que somente o fluxo esteja fundido, nessa temperatura o tubo é retirado do forno e colocado de cabeça para baixo em uma centrífuga, assim os cristais ficam no fundo do cadinho, e o fluxo, ainda líquido passa pela lâmina de quartzo e fica na outra extremidade do tubo.

O próximo passo foi abrir o tubo e separar os cristais, com o auxílio de pinças e um microscópio, dos produtos indesejados, como fluxo solidificado que não foi removido pela centrífuga. Os cristais apresentam uma aparência bem característica, no

caso do composto estudado, são finas placas brilhantes, o que permitiu a fácil separação deles.

- **Análise da fase sintetizada por meio de difração de raios-X:**

Dos cristais separados pelo processo descrito anteriormente, é selecionado um pouco do composto para ser feito pó e analisado por difração de raios-X. O composto selecionado foi raspado com um bisturi, a fim de se extrair as impurezas e algum fluxo que ficou aderido ao cristal. O pó foi feito com um almofariz, peneirado e solto em uma lâmina com uma fina camada de graxa de vácuo, utilizada somente para fixar o pó à lâmina. O pó é solto e espalhado pela lâmina inclinando-a levemente de um lado para o outro. O pó do composto é colocado dessa maneira na lâmina, para não ocorrer uma orientação preferencial dos cristais, o que acarretaria na intensificação de certos picos no padrão de raios-X e na atenuação de outros, fato que impediria um bom resultado experimental, e conseqüentemente, uma boa análise da fase sintetizada.

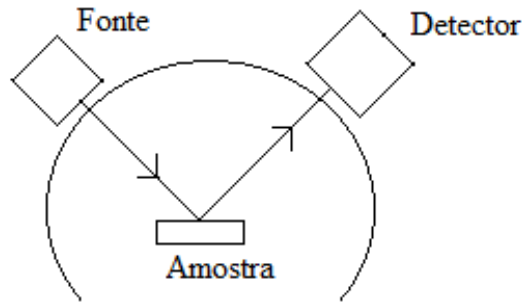
O padrão de difração de raios-X foi obtido utilizando-se um difratômetro *Philips XRD* com radiação  $K_{\alpha}$  de um alvo de cobre. O ângulo  $2\theta$  foi medido de  $20^{\circ}$  a  $80^{\circ}$ .



**Figura 2.3: Equipamento utilizado nas medidas de difração de raios-X.**

O padrão resultante foi comparado com a base de dados do programa *X'Pert HighScore Plus*. Analisando os picos mais intensos, foi possível determinar as fases formadas na síntese. Após isso, o padrão medido foi comparado com um existente na literatura e refinado pelo programa *DBWSTool2.3*. Nesse caso, o padrão de raios-X de  $\text{PrCuBi}_2$  não havia na literatura. Por isso, utilizamos o padrão de  $\text{CeCuBi}_2$ , já que esse composto apresenta uma estrutura cristalina semelhante ao  $\text{PrCuBi}_2$ , o que resulta em padrões de difração de raios-X iguais.

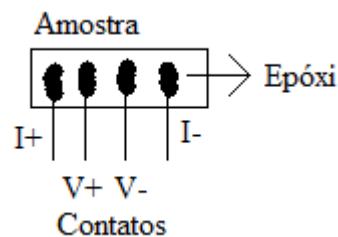
Com o refinamento foi determinado os padrões de rede do cristal formado e as quantidades da fase desejada no pó analisado.



**Figura 2.4: Representação da difração de raios-X.**

- **Medida da Resistividade:**

Após o estudo e a certificação de que a fase sintetizada foi a desejada, foram feitas medidas de resistividade. Para a realização dessas medidas, foram selecionados pequenos pedaços de cristais, sobre os quais foram colocados quatro contatos de platina. Os contatos foram fixados na amostra com epóxi de prata e dispostos em uma linha, sendo que corrente foi aplicada entre os contatos mais extremos e a voltagem medida nos contatos intermediários, a fim de se evitar a medição da resistência dos contatos e aumentar a precisão das medidas. Esse método é conhecido como método das quatro pontas.



**Figura 2.5: Representação da amostra com os contatos, utilizando o método das quatro pontas.**

Após a aplicação do epóxi, as amostras foram colocadas em uma estufa a 100°C, por, aproximadamente, três horas para a secagem do epóxi. Depois disso, as amostras foram colocadas em um *puck*, com seus contatos soldados com estanho. O *puck* foi medido em um *PPMS-14T (Physical Property Measurement System)* da *Quantum Design*, que permite uma variação de temperatura de 2K a 300K.



**Figura 2.6: PPMS utilizado nas medidas de resistência e calor específico.**

Depois da medição de resistência, as amostras foram retiradas do *puck* e levadas a um microscópio ótico acoplado a uma câmera e a um computador. Esse microscópio permite a medição precisa dos fatores geométricos necessários para o cálculo da resistividade.

Os fatores geométricos medidos foram: a distância entre os contatos que medem a voltagem ( $L$ ) e as dimensões da amostra, que permitem determinar sua área transversal da ( $A$ ). Com essas medidas e sabendo que a resistividade ( $\rho$ ) se relaciona com a resistência ( $R$ ) através da seguinte equação:

$$\rho = \frac{AR}{L}$$

Foi possível a determinação da resistividade do composto. A análise da resistividade possibilita conclusões interessantes sobre o composto.

- **Medida da Susceptibilidade Magnética:**

As medidas magnéticas foram feitas utilizando um Magnetômetro *MPMS-5T* (*Magnetic Property Measurement System*) da *Quantum Design*, que pode variar a temperatura de 2K a 300K e o campo de -7T a 7T.



**Figura 2.7: MPMS utilizado na medida de susceptibilidade magnética DC.**

A medida magnética realizada na análise desse cristal foi a susceptibilidade DC da amostra. Para isso, um pedaço de 16,17mg da amostra foi limpo, utilizando-se um bisturi, para retirar as impurezas presentes em sua superfície. Após isso, a amostra foi colocada em um porta-amostra não magnético.

O método utilizado para a medida em função da temperatura foi o *field cooling* (FC), o qual se baseia na aplicação de um campo magnético à temperatura ambiente e no resfriamento da amostra, ou seja, a medida do momento magnético da amostra é feita enquanto há uma diminuição da temperatura.

O MPMS utiliza um sensor *SQUID* (*Superconducting Quantum Interference Device*) para detectar as correntes induzidas pelo movimento da amostra, que são



proporcionais ao momento magnético. Os dados do *SQUID* são lidos pelo programa de medidas e comparados com uma referência de Pd, que apresenta momento magnético bem determinado. O sensor *SQUID* é revestido por uma blindagem supercondutora para evitar a presença de ruídos nas medidas.

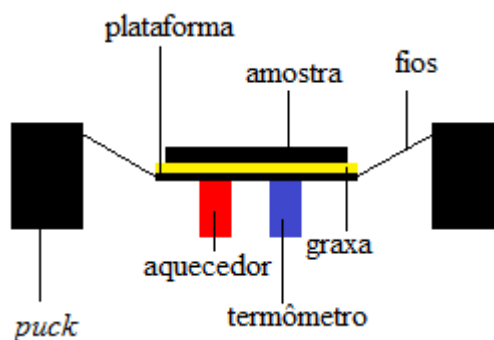
Com o momento magnético fornecido pelo *MPMS* podemos calcular a susceptibilidade magnética molar através da seguinte equação:

$$\chi_{molar} = \frac{MM}{Hm}$$

Onde ( $\chi_{molar}$ ) é a susceptibilidade magnética molar, ( $M$ ) é o momento magnético medido, ( $M$ ) é a massa molar da amostra, ( $H$ ) é o campo aplicado e ( $m$ ) a massa da amostra.

- **Medida do calor específico:**

Para a medida de calor específico da amostra foi utilizado o *PPMS-14T* descrito anteriormente. Foi selecionado um pedaço de 1,07 mg do cristal e colocado em um *puck* específico para esse tipo de experimento. O *puck* contém uma plataforma de plástico, um aquecedor, um termômetro e fios que o ligam à plataforma. Na plataforma é aplicada uma fina camada de graxa, Apiezon tipo N para baixas temperaturas. A camada de graxa serve como o contato térmico entre a plataforma e a amostra e aumenta a aderência entre elas. A amostra é colocada sobre a graxa da plataforma.



**Figura 2.8:** Esquema do *puck* utilizado para a medida de calor específico.

Para se colocar a amostra no *puck* é necessário que ele esteja em um suporte, no qual se faz vácuo. Isso é necessário para manter a plataforma firme, enquanto o cristal é colocado sobre ela, já que os fios que ligam a plataforma ao *puck* são muito frágeis. Qualquer deformação neles pode causar uma mudança em sua capacidade térmica e

afetar a calibração do *puck*. Esta calibração é feita pelo programa de medidas, que analisa a resistência do termômetro em função da temperatura.

Na câmara em que o *puck* fica, é feito alto-vácuo, 0,01 mTorr, e o próprio corpo do *puck* possui um revestimento a fim de diminuir a troca de calor entre a amostra e o meio externo através de radiação, com isso os únicos contatos térmicos entre o *puck* e a amostra são os fios.

Primeiramente foi medido o *puck* somente com a fina camada de graxa, sem amostra. Isso é chamado de *adenda*. Essa medida fornece a contribuição da graxa na medida do calor específico. Essa contribuição é subtraída dos dados coletados da medida com a amostra para a obtenção do calor específico somente da amostra.

A medida do calor específico se baseia na aplicação de uma potência constante para aquecer a amostra, durante um período de tempo. Após isso, a amostra sofre um resfriamento em um período de tempo igual ao de aquecimento. Esse método é conhecido como método da relaxação térmica.

Com isso, é determinada a capacidade térmica do conjunto graxa mais amostra, subtraindo a capacidade da graxa, e dividindo o resultado pelo número de mols da amostra, obtemos o calor específico do composto analisado.

### **Análise de resultados:**

- **Síntese dos cristais:**

Utilizando os métodos descritos anteriormente, a síntese do composto resultou em vários monocristais de  $\text{PrCuBi}_2$ , como o apresentado a seguir:

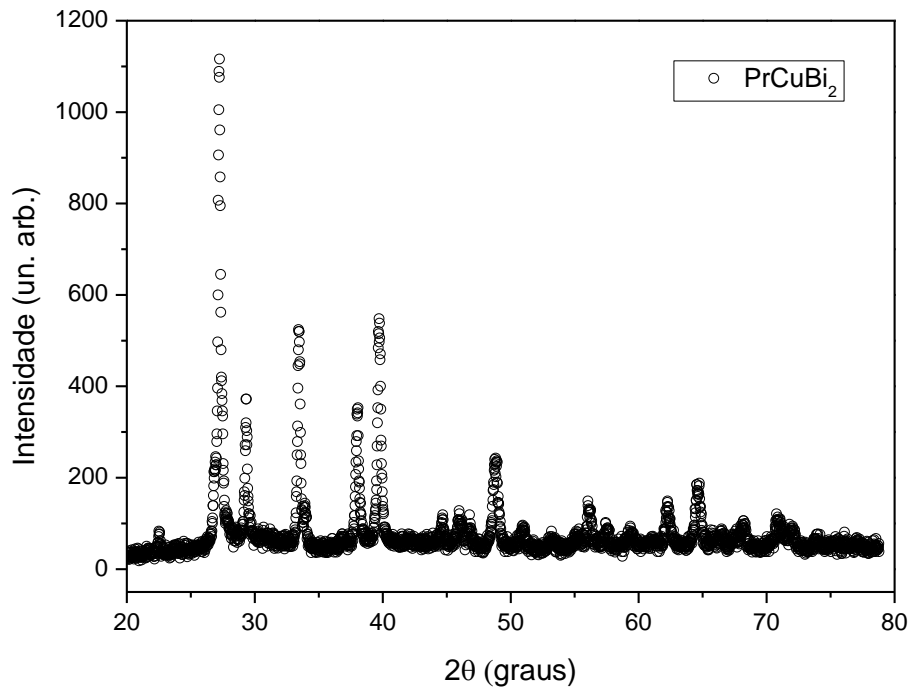


**Figura 3.1: Cristal de PrCuBi<sub>2</sub>.**

A síntese resultou em diversos monocristais de vários tamanhos diferentes, variando entre pequenas placas e placas, relativamente, grandes como a vista acima. Após feita a síntese do composto, houve a análise do padrão de difração de raios-X para a verificação da fase crescida.

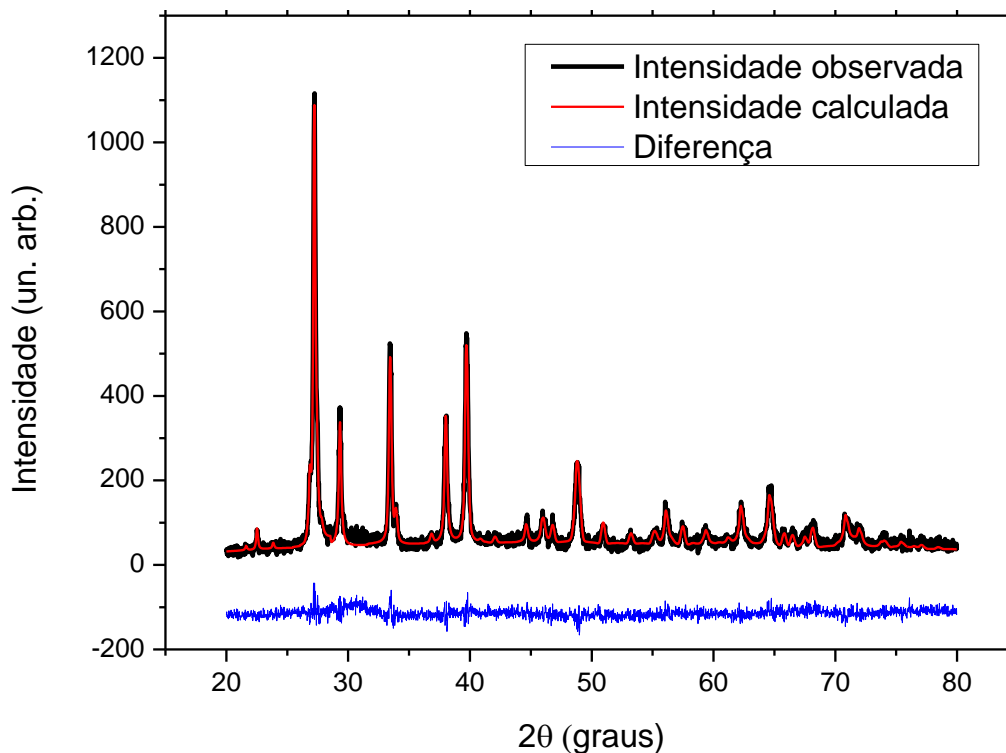
- **Análise da fase sintetizada por meio de difração de raios-X:**

Para a realização da difração de raios-X do cristal, foi selecionado uma pequena quantidade do composto para a realização de pó. Essa porção de composto recebeu o tratamento descrito na metodologia. Com isso foi obtido o seguinte padrão de difração de raios-X:



**Figura 3.2: Padrão de difração de raios-X do pó de PrCuBi<sub>2</sub>.**

O padrão obtido foi comparado com a base de dados do programa *X'Pert HighScore Plus*. Após isso, foi feito o refinamento do padrão, utilizando os dados do CeCuBi<sub>2</sub>, composto com estrutura cristalina semelhante ao PrCuBi<sub>2</sub>, existentes na literatura, já que não havia o padrão do pó de PrCuBi<sub>2</sub> catalogado. O refinamento foi feito utilizando o programa *DBWSTool2.3* e resultou em:



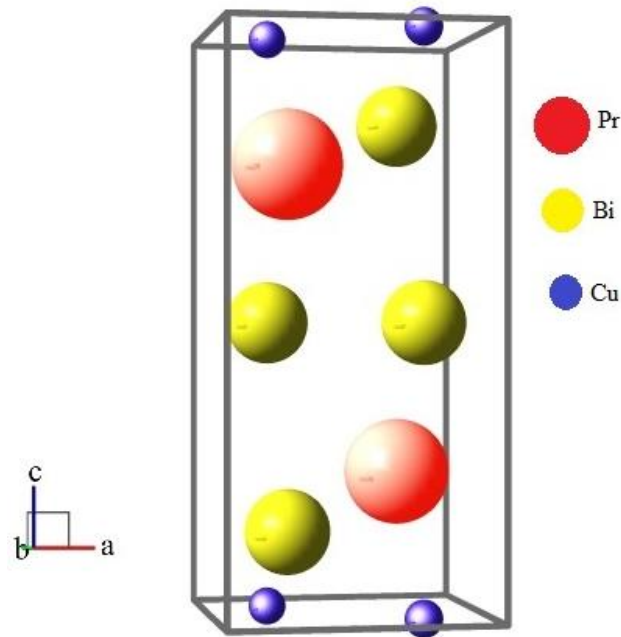
**Figura 3.3: Refinamento do padrão de difração do pó de PrCuBi<sub>2</sub>.**

Analisando o gráfico, podemos ver que todos os picos obtidos experimentalmente foram refinados, não havendo nenhum pico fora das intensidades calculadas. Com isso, pode-se concluir que a fase sintetizada apresenta estrutura cristalina semelhante ao composto utilizado para o refinamento, ou seja, o cristal sintetizado apresenta estrutura cristalina semelhante ao CeCuBi<sub>2</sub>, que só foi utilizado por não haver na literatura o padrão de difração de raios-X do pó PrCuBi<sub>2</sub>. Portanto, pode-se afirmar que a fase sintetizada foi PrCuBi<sub>2</sub>.

O refinamento fornece, também, a porcentagem da fase desejada no pó utilizado e os parâmetros de rede da estrutura cristalina do cristal crescido. Nesse caso, as porcentagens obtidas foram: 40% de PrCuBi<sub>2</sub> e 60% de Bi. Isso está dentro do esperado, já que como o bismuto foi o metal de fluxo, é normal sua presença em grandes quantidades.

Os parâmetros de rede do cristal sintetizado (PrCuBi<sub>2</sub>), obtidos com o refinamento foram:  $a = b = 4,536140$ ,  $c = 9,761349$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90,00^\circ$ . Esses parâmetros são muito importantes, pois com eles podemos determinar a estrutura cristalina do composto, e, com isso, o campo cristalino, o qual influencia as propriedades termodinâmicas do composto, como resistividade e calor específico, por exemplo.

A estrutura cristalina do  $\text{PrCuBi}_2$  é semelhante à estrutura do  $\text{CeCuBi}_2$ , portanto sua estrutura é:

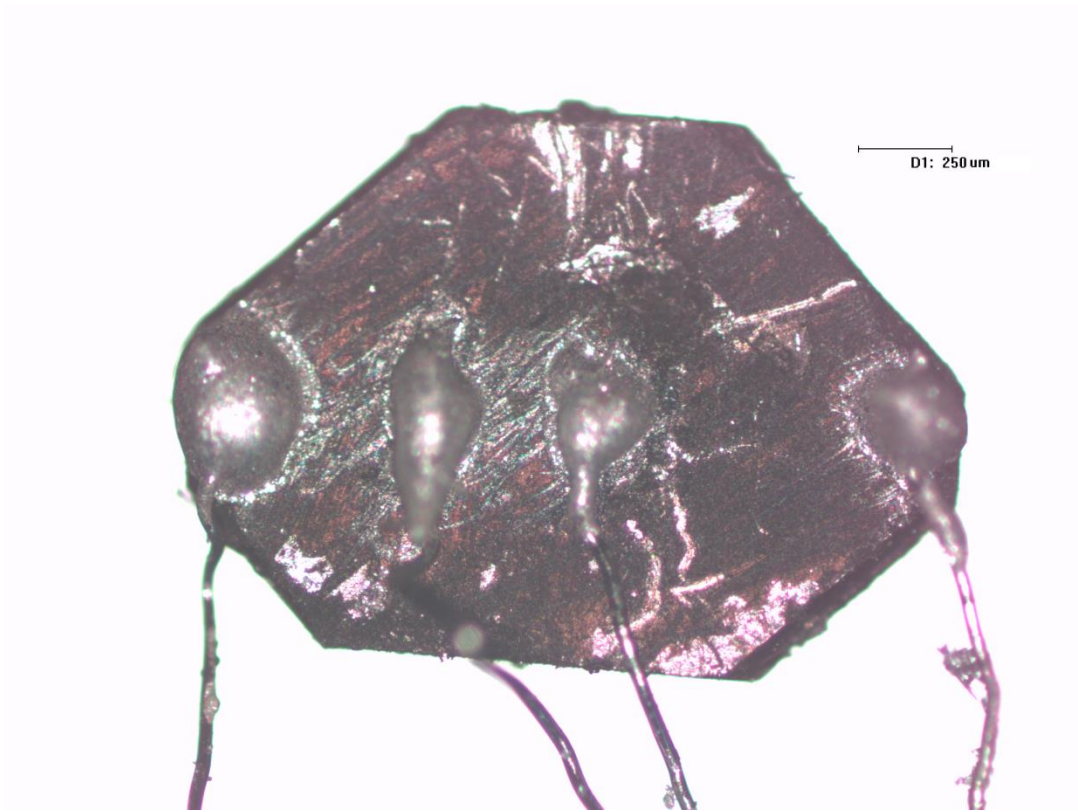


**Figura 3.4: Estrutura cristalina do  $\text{PrCuBi}_2$ .**

A estrutura foi gerada utilizando o programa *BS (Ball & Sticks) 1.80beta*.

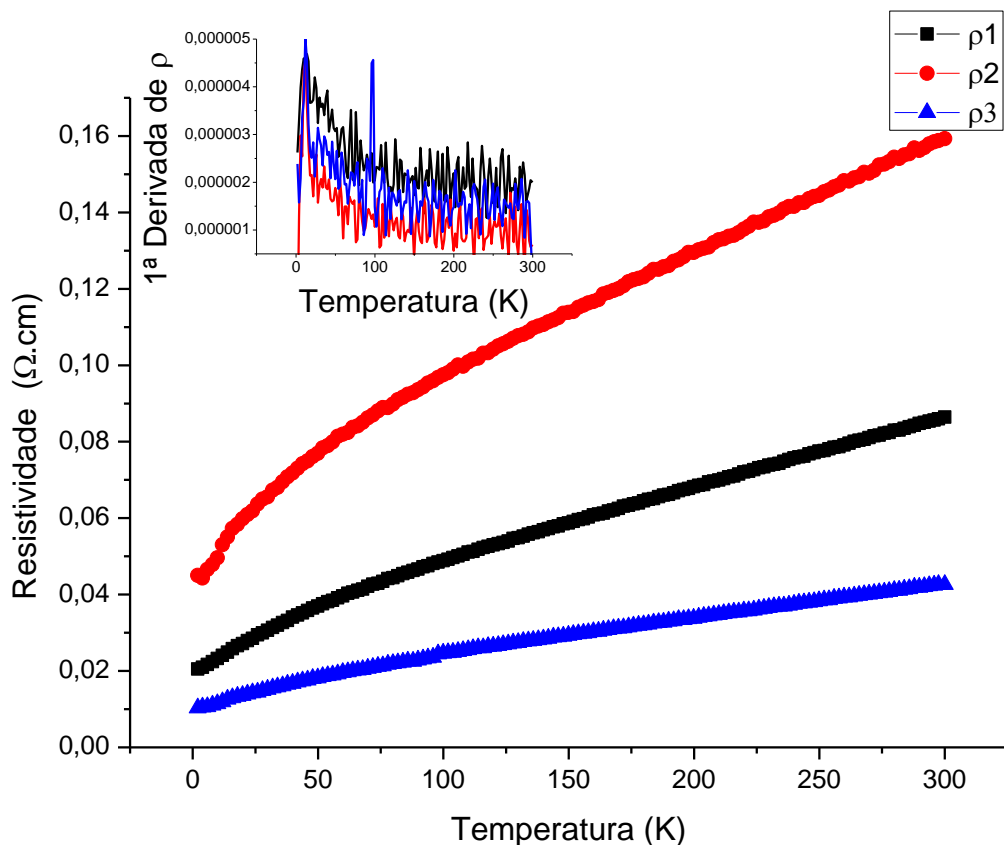
- **Medida de resistividade:**

Para medir a resistividade foram seguidos os passos descritos na metodologia, ou seja, foram selecionados pedaços de cristais, nos quais foram colocados contatos, utilizando o método das quatro pontas. Depois dessa preparação, as amostras foram medidas em um *PPMS*. A seguir podemos ver um exemplo de cristal utilizado nessa medida.



**Figura 3.5: Exemplo de cristal utilizado para a medida de resistividade.**

A medida de resistividade forneceu os seguintes resultados:



**Figura 3.6: Gráfico da resistividade em função de temperatura do cristal de  $\text{PrCuBi}_2$ .**

Analisando a primeira derivada deste gráfico, podemos ver que há um pico em todas as medidas. Esse pico evidencia uma queda na resistividade do cristal, causada pelo ordenamento magnético da amostra. O ordenamento magnético da amostra gera uma diminuição no espalhamento dos elétrons, com isso, uma diminuição da resistividade do composto.

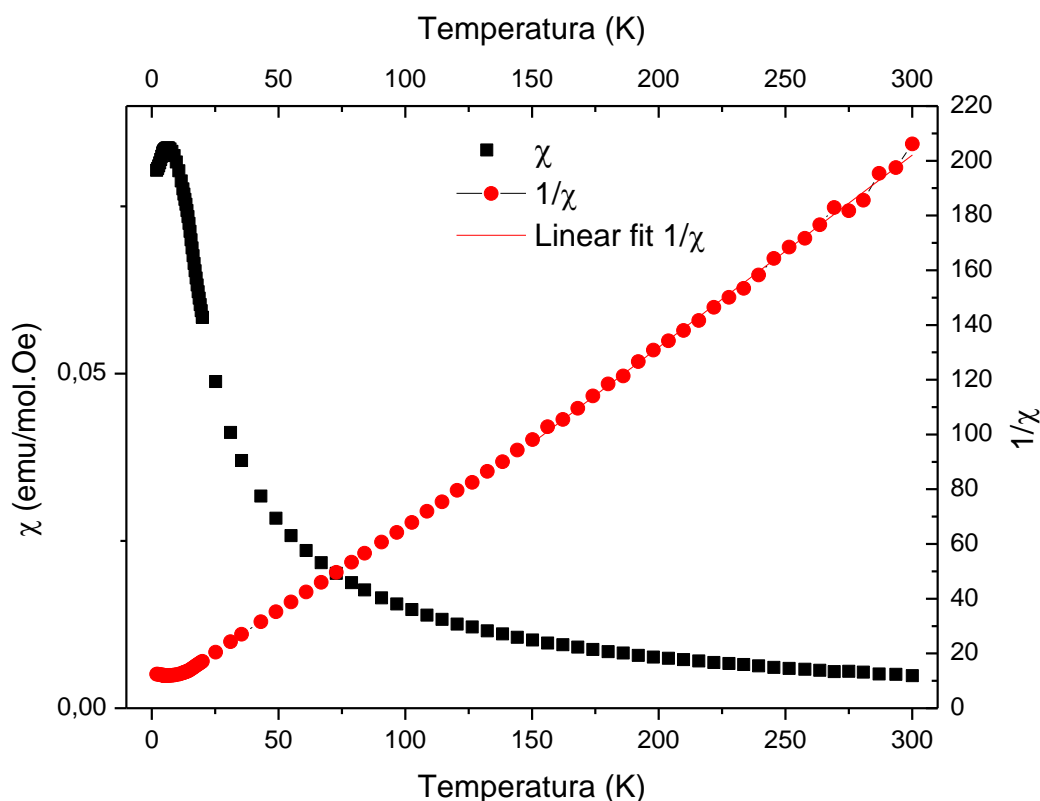
O pico visto em 100K para  $\rho_3$  é resultante do equipamento de medida, e não de alguma transição magnética da amostra.

Como a resistividade é uma característica intrínseca ao material, as curvas deveriam ser bem próximas. Porém os pedaços de cristais utilizados não são perfeitamente retangulares, como pode ser visto na figura 3.5, isso faz com que as medidas das dimensões dos cristais sejam aproximadas, já que para determinar a resistividade, os aproximamos de pequenas placas retangulares. Assim, as curvas de resistividade ficam diferentes umas das outras.



- **Medida de susceptibilidade magnética:**

Seguindo os passos descritos na metodologia e utilizando um pedaço de 16,17 mg de PrCuBi<sub>2</sub> foi obtido o seguinte resultado:



**Figura 3.7: Gráfico da susceptibilidade magnética do cristal de PrCuBi<sub>2</sub> em função da temperatura.**

A medida do momento magnético foi realizada com a amostra em paralelo com o campo magnético aplicado. O pico do gráfico da susceptibilidade magnética ocorre em 6,21K, portanto nessa temperatura ocorre a transição magnética do composto, o composto se torna antiferromagnético, ou seja, os momentos magnéticos locais individuais se somam e resultam em um momento total nulo.

Com a inversa da susceptibilidade magnética ( $1/\chi$ ) podemos calcular o momento magnético efetivo do praseodímio na amostra. Pela lei de Curie-Weiss, sabemos que:

$$\frac{1}{\chi} = \frac{T + \theta}{C}$$

$$\frac{1}{\chi} = \frac{\theta}{C} + \frac{1}{C}T$$

Essa é equação de uma reta, na qual podemos determinar seus coeficientes fazendo um fitting linear do gráfico da inversa da susceptibilidade pela temperatura. Com isso obtemos os seguintes valores:

$$\frac{1}{C} = 0,70196 \text{ e } \frac{\theta}{C} = -8,49840$$

$$C = 1,42458 \text{ e } \theta = -12,10667$$

O momento efetivo ( $\mu_{ef}$ ) é dado pela relação:

$$\mu_{ef}^2 = 8C$$

$$\mu_{ef} = 3,38\mu_B$$

Para obtermos um resultado mais preciso, podemos efetuar o cálculo do momento magnético efetivo, fazendo uma média da susceptibilidade magnética obtida com a medida da amostra em paralelo ao campo aplicado, e perpendicular à ele. Com isso, teríamos uma susceptibilidade total do composto que seria:

$$\chi_T = \frac{1}{3}\chi_{||} + \frac{2}{3}\chi_{\perp}$$

Sendo ( $\chi_{||}$ ) a susceptibilidade obtida com a medida em paralelo, ( $\chi_{\perp}$ ) a susceptibilidade obtida com a medida em perpendicular e ( $\chi_T$ ) a susceptibilidade total.

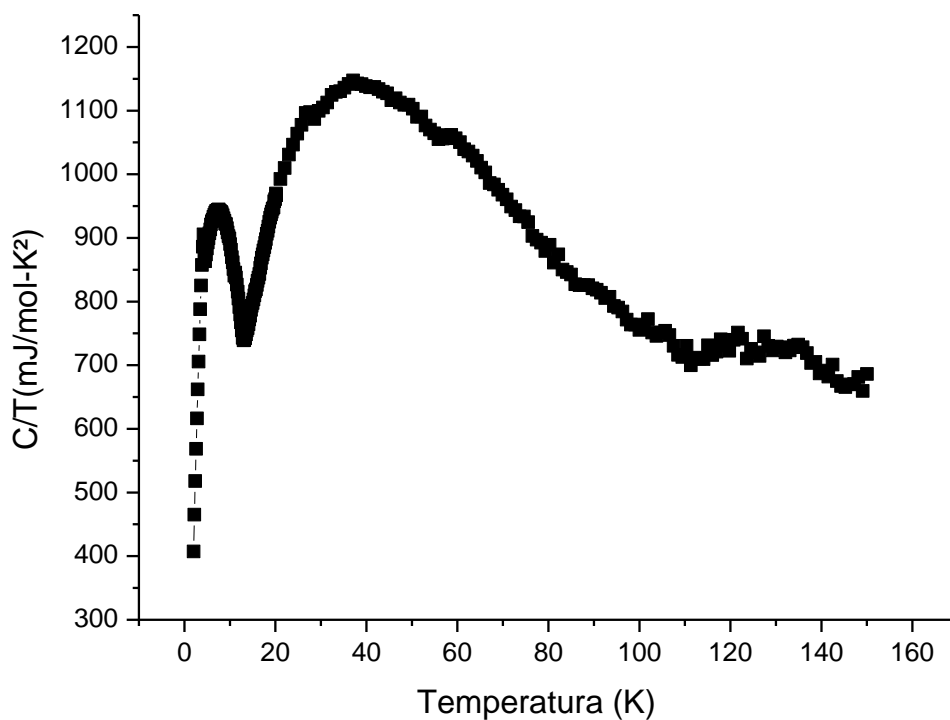
Porém o *MPMS* apresentou um defeito e não foi possível realizar a medida do momento magnético da amostra perpendicular ao campo magnético aplicado. Assim, o cálculo do momento efetivo do praseodímio será feito utilizando o inverso da susceptibilidade da amostra medida em paralelo ao campo, que resultou em:

$$\mu_{ef} = 3,38\mu_B$$

$$\mu_{efTeórico} = 3,58\mu_B$$

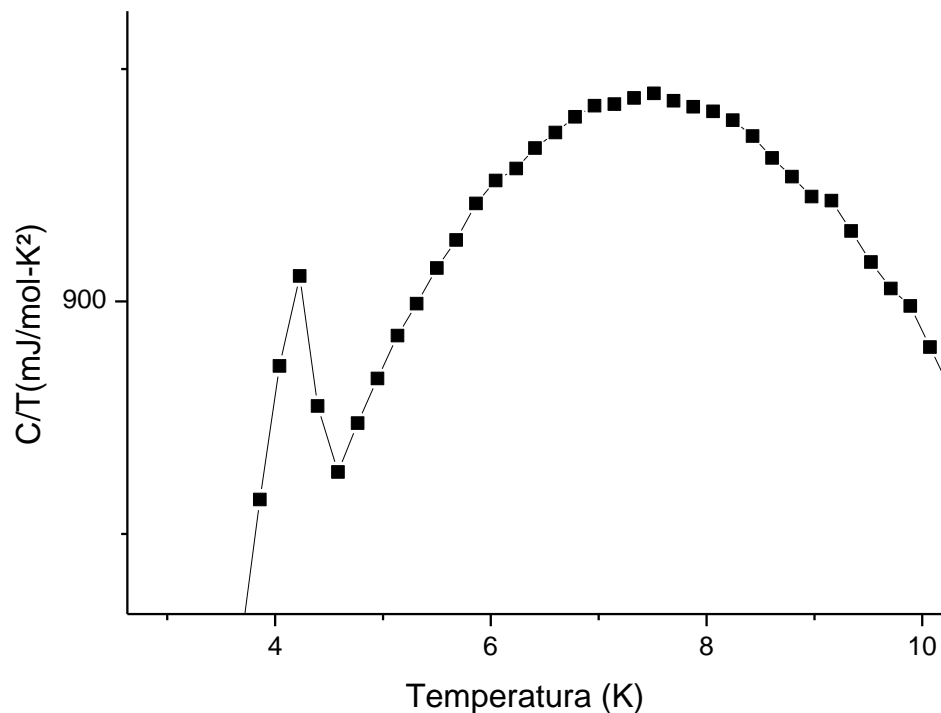
- **Medida do calor específico:**

A medida de calor específico foi feita conforme descrito na metodologia, com isso o resultado obtido foi:



**Figura 3.8: Gráfico do calor específico em função da temperatura do  $\text{PrCuBi}_2$ .**

Este gráfico mostra o comportamento do calor específico da amostra de 150K a 2K, para uma melhor análise do que ocorre na amostra perto da temperatura de transição magnética podemos visualizar o calor específico em um intervalo menor de temperatura.



**Figura 3.9: Gráfico do calor específico em função da temperatura do  $\text{PrCuBi}_2$  com um intervalo menor de temperatura.**

Neste gráfico podemos ver que próximo da temperatura de transição magnética, a curva de calor específico apresenta um pico ( $4,23\text{K}$ ). Isso ocorre pois, ao se atingir a temperatura de transição magnética, ocorre um ordenamento magnético na amostra, o que causa uma descontinuidade na energia do sistema. Por consequência, o calor específico apresentará um pico nessa temperatura, já que o calor específico é uma propriedade termodinâmica derivada da energia.

Podemos perceber que, na medida de susceptibilidade magnética, obtivemos uma temperatura de transição de  $6,21\text{K}$ , já na medida de calor específico essa temperatura foi de  $4,23\text{K}$ . Essa diferença ocorre pois a medida de susceptibilidade magnética é mais susceptível às interações fracas, ou seja, o pico que ocorre na susceptibilidade magnética pode ser causado devido à transição de pequenas partes da amostra, o que não implica que a amostra esteja inteiramente antiferromagnética. Na medida do calor específico, por outro lado, o pico só ocorre se todo o volume do cristal estiver antiferromagnético, pois essa medida não é sensível às interações fracas. Por isso, o valor obtido pela medida de calor específico é utilizado como temperatura de transição magnética.

### **3. Conclusão:**

Após realizado este trabalho, podemos concluir que a síntese do composto  $\text{PrCuBi}_2$  e a caracterização de suas propriedades físicas obtiveram resultados satisfatórios. Sendo que a síntese foi feita utilizando o método de auto-fluxo metálico e para a caracterização do composto, a princípio, foi realizada a difração do pó do cristal por raios-X, com ela foi determinada a fase crescida e a estrutura cristalina do composto. Após isso, foi medido a resistividade da amostra, o que apresentou resultados esperados para um composto antiferromagnético, assim como sua susceptibilidade magnética e calor específico. Com a susceptibilidade magnética foi calculado o momento magnético efetivo do praseodímio, que apresentou certa divergência do valor teórico, pois não foi possível realizar a medida de susceptibilidade magnética com o campo aplicado perpendicularmente à amostra por defeitos técnicos do equipamento. Com isso, nossa estimativa do momento magnético efetivo do praseodímio só utilizou a susceptibilidade obtida com o campo aplicado em paralelo, que contribui em, apenas, um terço para a susceptibilidade total usada no cálculo do momento efetivo. Por fim, na medida de calor específico pode ser visto um pico em 4,23K, sendo essa temperatura, portanto, a temperatura de transição magnética do composto. Após a análise dos dados obtidos experimentalmente, podemos dizer que a síntese e caracterização do composto  $\text{PrCuBi}_2$  obtiveram êxito.

### **4. Meu orientador concorda com o expressado neste relatório final e deu a seguinte opinião:**

*“Este relatório final está muito bem feito e retrata o afinho e o interesse do estudante, Mário Piva, pela pesquisa proposta no Projeto dessa Iniciação Científica. O estudante apresentou grande dedicação para a obtenção dos resultados mostrados nesse relatório e interesse na aprendizagem dos métodos utilizados . Posso dizer que, o aluno demonstrou um bom desempenho no laboratório e conseguiu obter bons resultados. Com isso, posso dizer que sua iniciação científica conseguiu alcançar os objetivos indicados na proposta desta iniciação.”*

## 5. Referências:

[1] Jinhua Ye, Ying Kay Huang, Kazao Kadawaki and Takehiko Matsumoto, Acta Crist. C52, 1325-1325 (1996).

[2] C. Adriano et al. em preparação.

[3] <http://www.icmr.ucsb.edu/programs/documents/Sefat1.pdf>

Esta apresentação explica o crescimento de cristais. A princípio, há uma breve explicação de vários meios para o crescimento de cristais, ressaltando as vantagens e desvantagens dos processos utilizados. A partir da página 10, a apresentação foca no crescimento de cristais por auto-fluxo intermetálico, processo que vou utilizar para crescer o cristal de  $PrCuBi_2$ . Mostrando as vantagens e desvantagens desse processo. Por exemplo, uma vantagem é a necessidade de pequenas quantidades de materiais, uma desvantagem é o crescimento de cristais relativamente pequenos, da ordem de centímetros ou milímetros. É mostrado, também, os equipamentos necessários para realização de tal procedimento, como cadinhos, tubos de quartzo, fornos, um difratômetro de raios-x, entre outros. Após isso, há uma explicação de como começar a crescer um cristal por esse método, estudar os elementos, a estrutura e os diagramas de fases dos cristais desejados, para se determinar um bom fluxo. Por fim, há vários exemplos de crescimento de cristais, de como escolher os melhores fluxos e os materiais adequados para as temperaturas necessárias. Por isso, essa é uma boa referência para este projeto.

[4] <http://arxiv.org/pdf/1009.4002.pdf>

Este “paper” é muito interessante, pois nele é feito o estudo sobre diversas maneiras para crescer o cristal  $KFe_2As_2$  com fluxo metálico e uma análise das diferentes maneiras para saber qual é a melhor. Nesse crescimento, a utilização de auto-fluxo precisou de uma atenção especial, já que o vapor de potássio ataca o tubo de quartzo usado para selar o cadinho com os materiais. Com isso, o grupo precisou desenvolver uma técnica especial, utilizando um revestimento de aço sem estanho para evitar que o vapor de potássio entre em contato com o tubo de quartzo. Esse revestimento permitiu o uso do procedimento de auto-fluxo de  $KAs$ . Com isso, foram obtidos de cristais com

centímetros de tamanho, que ficaram no forno por mais de duas semanas. Por esse revestimento inédito do cadinho, este “paper” é interessante mostra as dificuldades do método de fluxo intermetálico.

[5] Thales Macedo Garitezi. Magnetismo e supercondutividade em novos compostos intermetálicos à base de FeAs. Tese de Mestrado. Instituto de Física “Gleb Wataghin”, Universidade Estadual de Campinas, 2011.