

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICA
ESCUELA DE FÍSICA



Trabajo de graduación

ELABORACION Y CARACTERIZACION DE ALEACIONES
SUPERCONDUCTORAS DE ALTA TEMPERATURA CRITICA
DEL TIPO OXIDO CUPROSO Y $Ba_2Cu_3O_x$

Presentado por

MIGUEL ANGEL PLEITEZ RAFAEL

Para optar al grado de

LICENCIADO EN FÍSICA

Asesores

Ph.D. RAFAEL ANTONIO GOMEZ ESCOTO

Lic. RAUL ALFONSO ALVARENGA GOMEZ

Ph.D. CARLOS ERNESTO RUDAMAS FLORES

Ciudad Universitaria, Noviembre de 2007

Aprobación de los asesores:

Ph.D. Rafael Antonio Gómez Escoto

Lic. Raúl Alfonso Alvarenga Gómez

Ph.D. Carlos Ernesto Rudamas Flores

AUTORIDADES UNIVERSITARIAS

RECTOR:

M.Sc. Rufino Antonio Quezada Sánchez

SECRETARIO GENERAL:

Lic. Douglas Vladimir Alfaro Chávez

FISCAL GENERAL:

Dr. René Madecadel Perla Jiménez

DECANO:

Ph.D. Rafael Antonio Gómez Escoto

DIRECTOR DE LA ESCUELA DE FISICA:

M.Sc. Victor Laureano Cortez Lara.

Ciudad Universitaria, Noviembre de 2007

A la memoria de mi padre.

Agradecimientos

Este trabajo fue financiado, en parte, por el Centro de Investigaciones Científicas de la Universidad de El Salvador CIC-UES, a través del proyecto 03-07 titulado TRANSICIONES DE FASE EN MATERIALES SUPERCONDUCTORES DE ALTA TEMPERATURA CRITICA.

Se agradece a la Escuela de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, a cargo del Ing. Luis Nosiglia, por facilitar la prensa hidráulica y asignar personal de dicha Escuela para la compactación de muestras. A la Dra. Vianey Abrego, del Centro de Investigaciones y Desarrollo en Salud (CENSALUD) de la Universidad de El Salvador, por permitir la realización del análisis estructural en las muestras por medio del microscopio electrónico de barrido que posee este centro de investigaciones. Al MSc. Luis Castillo del Laboratorio de Sistemas de Información Geográfica de la Escuela de Física, por facilitar el sistema de adquisición de datos DQ DI-148U y por su asesoría en el uso del mismo. Se agradece, además, al Prof. Tomas Emilio Caprín y al Ing. Vladimir Conde del laboratorio de electrónica y del laboratorio de vulcanología, respectivamente, por su valiosa asesoría en el diseño y construcción del Amplificador de instrumentación.

Índice general

Agradecimientos	I
Resumen	VIII
Introducción	IX
1. Fundamento teórico	1
1.1. Características generales de los superconductores	2
1.1.1. Comportamiento electrónico y estructural	4
1.1.2. Efecto isotópico	5
1.1.3. Efecto Meissner	6
1.1.4. Efecto Josephson	8
1.2. Teoría BCS de la superconductividad	9
1.3. Superconductores de alta temperatura crítica	12
2. Estado actual del estudio y aplicación del YBCO	14
2.1. Métodos de fabricación del YBCO	15
2.1.1. Elaboración de mezcla superconductora	16
2.1.2. Fabricación de películas delgadas y muestras volumétricas	19
2.2. Aplicaciones tecnológicas	23
2.2.1. Aplicaciones en energía eléctrica de potencia	23

2.2.2. Aplicaciones en la electrónica	25
3. Elaboración y caracterización de muestras superconductoras	28
3.1. Fabricación de muestras	29
3.1.1. Mezcla de reactivos	30
3.1.2. Proceso térmico inicial	31
3.1.3. Proceso térmico intermedio	33
3.1.4. Elaboración de pastillas	34
3.1.5. Proceso térmico final	35
3.2. Caracterización de muestras	36
3.2.1. Determinación de la transición magnética	37
3.2.2. Medición de la transición eléctrica a la superconductividad	38
3.2.3. Análisis de la distribución granular	45
4. Discusión de resultados	53
4.1. Análisis estructural	53
4.2. Transición magnética	62
4.3. Transición eléctrica	63
4.4. Degradación de las propiedades superconductoras.	74
5. Conclusiones	76
6. Recomendaciones	79
Anexos	81
AI. Dimensiones del molde para fabricar las pastillas	82
A II. Hoja técnica del amplificador de instrumentación INA114	83
A III. Hoja técnica del sistema de adquisición de datos DQ DI-148U	85
A IV. Especificaciones del microscopio electrónico de barrido	87
Bibliografía	88

Índice de figuras

1.1. Transición de fase a la superconductividad en el Mercurio	2
1.2. Comparación del comportamiento eléctrico a bajas temperaturas entre Estaño y Plata	3
1.3. Expulsión del campo magnético interno en un superconductor a T menor que T_c	6
1.4. Efecto de levitación magnética de un imán sobre un material superconductor	8
1.5. Tipos de uniones Josephson	9
1.6. Celda unitaria del $YBa_2Cu_3O_6$ y $YBa_2Cu_3O_7$	13
2.1. Técnicas actuales de fabricación de mezcla superconductora	16
2.2. Comparación de tamaños de grano obtenidos para diferentes técnicas	17
2.3. Densidad de muestras volumétricas para diferentes tamaños de granos	19
2.4. Imágenes de microscopía electrónica de barrido para películas delgadas de YBCO.	20
2.5. Resistividad vs temperatura para películas delgadas de YBCO.	21
2.6. Muestras monocristalinas crecidas por MTG	23
2.7. Cinta superconductora de YBCO	24
2.8. Sistema de almacenamiento de energía	25
2.9. Motor superconductor	26
2.10. Principio básico del funcionamiento de los circuitos SFQ para computadoras cuánticas.	27
3.1. Diagrama de fabricación de muestras	30

3.2. Diagrama de conexión de Oxígeno a la mufla	31
3.3. Comparación entre mezcla esperada y formación de fases verdes en el proceso térmico inicial	32
3.4. Mezcla superconductor luego del proceso térmico intermedio . . .	34
3.5. Molde de acero inoxidable fabricado para la elaboración de las pastillas	35
3.6. Plataforma para la prueba cualitativa	37
3.7. Diagrama de bloques del montaje general del método cuantitativo. .	38
3.8. Diagrama esquemático del circuito para el método de cuatro puntas.	39
3.9. Portamuestras fabricado para la medición de la resistividad vs temperatura	41
3.10. Diagrama del circuito amplificador de instrumentación	43
3.11. Montaje de las pastillas para la prueba cuantitativa	45
3.12. Diagrama de bloques del microscopio electrónico de barrido	46
3.13. Partes más importantes utilizadas en el microscopio JSM-5510 . . .	48
3.14. Lente magnética	49
3.15. Diagrama esquemático del proceso de captura y amplificación de los electrones para formar imágenes por SEM	50
3.16. Puntos estudiados por SEM en las muestras	51
3.17. Portamuestras del microscopio electrónico de barrido	52
4.1. Distribución granular en las muestras	54
4.2. Comparación de texturas entre seis muestras analizadas por SEM .	55
4.3. Micrográficas para las tres zonas estudiadas por SEM en la pastilla T12PR0 M1	57
4.4. Micrográficas para las tres zonas estudiadas por SEM en la pastilla T51PR0 M1	59
4.5. Gránulos cristalinos observados dentro de las pastillas	61
4.6. Efecto Meissner en la muestra T31PR0 M1	63
4.7. Gráfica de resistividad contra temperatura $\rho(T)$ para la muestra T51PR0 M1	65

4.8. Gráfica de resistividad contra temperatura $\rho(T)$ para la muestra T51PR0 M2	66
4.9. Gráfica de resistividad contra temperatura $\rho(T)$ para la muestra T51PR0 M3	67
4.10. Tendencia de $\rho(T)$ observada en la fase I de las muestras T51PR0 M1, M2 y M3	70
4.11. Tendencia de $\rho(T)$ observada en la fase II de las muestras T51PR0 M1, M2 y M3	71
4.12. Tendencia de $\rho(T)$ observada en la fase III de la muestra T51PR0 M3	72
4.13. Comparación del comportamiento eléctrico entre muestras.	73
4.14. Degradación de las propiedades superconductoras en la muestra T51PR0 M1.	75
6.1. Dimensiones del pastillero	82

Índice de cuadros

1.1. Algunas aleaciones superconductoras descubiertas	3
1.2. Valores experimentales de α	5
2.1. Algunos SAT y sus respectivas T_c	15
2.2. Ventajas y desventajas de las técnicas de fabricación de YBCO . .	18
2.3. Técnicas de fabricación de películas delgadas	22
3.1. Inventario de muestras elaboradas	36
3.2. Valores para los coeficientes de la ecuación del factor de corrección volumétrico de la resistividad	41
3.3. Valores para los coeficientes de la ecuación del termopar	42

Resumen

Se estudió el comportamiento eléctrico y magnético de muestras superconductoras de alta temperatura crítica de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ en el rango de temperaturas de 77 a 150K, utilizando el método de cuatro puntas para medir la resistividad y mediante la observación cualitativa del efecto Meissner. Para determinar la distribución y tamaño granular de las muestras se observó su estructura utilizando un microscopio electrónico de barrido. La mezcla superconductora, base para elaboración de las muestras volumétricas -o muestras *Bulk*- para análisis, fue fabricada por el método convencional de fabricación de cerámicas o CCP (*Conventional Ceramic Process*).

En los resultados se verifica una fuerte dependencia del comportamiento eléctrico del material con su textura; que a su vez depende del proceso de fabricación, observado por las diferencias en los valores y formas de las gráficas de resistividad con respecto a la temperatura, entre las muestras. Se observa, además, una notable degradación de las propiedades superconductoras apreciado por el incremento del intervalo de transición y por un descenso significativo de la temperatura crítica, esta degradación se debe, probablemente, a una reacción química entre la muestra y la humedad del aire, la cual convierte el $YBa_2Cu_3O_7$ en la fase no superconductora Y_2BaCuO_5 y CuO por interacción con las moléculas de $H_2O_{(g)}$. Todas las muestras fabricadas presentan transición a la superconductividad y las temperaturas críticas obtenidas varían de 89 a 101.5 K con intervalos de transición en un rango de 3.5 a 8 K respectivamente. El valor de temperatura crítica de 101.5 K obtenido para una de las muestras, es uno de los valores más altos reportados hasta la fecha para el YBCO.

Introducción

La conducción eléctrica en los sólidos es causada por un desplazamiento direccional de los electrones de valencia, que son electrones débilmente ligados a los átomos del material. Estos electrones en presencia de un campo eléctrico externo, se desplazan en la dirección contraria al mismo, sin embargo no se mueven libremente dentro del material ya que en su camino se encuentran con una serie de obstáculos que impiden su libre desplazamiento y por ende ponen resistencia al paso de corriente eléctrica.

Las interacciones entre electrones y fonones, la interacción electrón-electrón y las imperfecciones en la red ocasionan una pérdida en la transferencia de energía eléctrica a través de un material. Estas pérdidas se disipan en forma de energía térmica que, en la mayoría de los casos, no es utilizable elevando así los costos de producción, transporte y almacenamiento de energía eléctrica, o simplemente limitan alguna aplicación de la misma.

En 1911 Kamerlingh Onnes, tres años después de que lograra licuar Helio, descubrió que muchos metales y algunas aleaciones al ser suficientemente enfriadas por debajo de una temperatura, a la cual llamó temperatura crítica (T_c), presentaban una transición de fase luego de la cual el material no oponía resistencia alguna a la corriente eléctrica, a este fenómeno se le llamó superconductividad [1], y aunque ha pasado casi un siglo desde la primera vez que se observó y que hasta la fecha se hayan hecho muchos logros en la aplicación y explicación de este fenómeno, es una realidad que el mismo aún no ha sido del todo comprendido [1], constituyendo un importante reto para la física actual, no sólo en la parte experimental, sino también en la comprensión teórica del fenómeno.

La fenomenología del estado superconductor presenta algunas características notables, por un lado el material pierde su resistencia al paso de la corriente eléctrica, eliminando con ello la disipación de energía, y por otra, el superconductor se comporta como una sustancia diamagnética perfecta. Este último fenómeno se conoce

como efecto Meissner y fue descubierto en 1933 por Meissner y Ochsenfeld [40]. En presencia de un campo magnético moderado, un superconductor genera corrientes superficiales que dan lugar a una magnetización inducida que cancela el campo magnético en su interior.

Las aplicaciones encontradas para los materiales superconductores han extendido los límites de la imaginación científica y algunas de éstas han logrado concretarse, sin embargo muchas aún siguen en la mente de sus creadores o en las mesas de diseño. Dichos materiales se han logrado utilizar en la medicina, por ejemplo, en los equipos de imágenes por resonancia magnética o MRI (*Magnetic Resonance Imaging*), al utilizar bobinas hechas con cables superconductores para generar un enorme campo magnético -del orden de los 15 T- gracias a su propiedad de resistencia cero a $T < T_c$, los equipos MRI son en la actualidad una poderosa arma al servicio de la medicina. En la electrónica los dispositivos de efecto Josephson -un efecto cuántico en el cual se establece una supercorriente por efecto tunel a través de un material no superconductor entre dos electrodos superconductores - prometen una revolución electrónica superior a la ocasionada por los dispositivos semiconductores [10]. Los SQUID's (*Superconducting Quantum Interference Devices*), permiten medir campos magnéticos tan pequeños como un fluxón ($2.0678 \times 10^{-15} T.m^2$) y en algunas configuraciones es posible detectar la energía transmitida por un fotón individual, así como la carga elemental [10], de manera que el grado de precisión con el que es posible medir, llega a niveles cuánticos. En el transporte, estos materiales son utilizados en prototipos de trenes de levitación magnética (MAGLEV) capaces de alcanzar velocidades de hasta 600 Km/h, debido a que su sistema de rodamiento no hace contacto con los rieles [25, 26], éste utiliza cojinetes superconductores que interactúan con campos magnéticos generados en los rieles que, por efecto Meissner, hacen levitar el tren el cual logra impulsarse y desplazarse prácticamente sin fricción. En general se estableció que las aplicaciones intervienen en las dos grandes ramas de la electricidad; de alta potencia -generación, transporte y almacenamiento- y de baja potencia en la electrónica. Estos materiales inciden directa o indirectamente en cualquier aplicación posible de la energía eléctrica.

Sin embargo, se tiene una enorme limitante que ha impedido la aplicación de una tecnología basada en la superconductividad y es que las temperaturas necesarias para lograr la transición superconductoras son extremadamente bajas, requiriendo Helio líquido, el cual posee una temperatura de evaporación cercana a 4 K , para los superconductores elementales y algunas aleaciones superconductoras. El Helio líquido es muy caro -en El Salvador el precio es de 26 dolares/ Lt y solo se despachan volúmenes de 250 Lts en adelante- y extremadamente complicado de manejar, ésto hizo disminuir las expectativas iniciales generadas por el descubrimiento de la superconductividad durante casi siete décadas e hizo también, que los dispositivos superconductores se volvieran comercialmente inaccesibles.

En 1986 Georg Bednorz y Alex Müller lograron sintetizar una aleación superconductoras de LBCO [1] -Una mezcla de Óxido de Cobre, Bario y Lantano- con una temperatura de transición de $\sim 35K$, este descubrimiento tuvo una enorme relevancia, no sólo por haber logrado un notable incremento en la temperatura de transición a la superconductividad, sino porque además se descubrió una nueva clase de superconductores con una estructura cristalina formada por planos de cuprato [33]. Luego del descubrimiento de Bednorz y Müller las investigaciones en superconductividad cobraron mayor auge y un año después tres grupos diferentes de investigación de Japón [29], China [31] y Estados Unidos [30], casi simultáneamente, lograron sintetizar el material $YBa_2Cu_3O_7$ (YBCO) -Una aleación de Óxido de Cobre, Bario e Itrio- la cual presentó una temperatura de transición de $\sim 90\text{ K}$, temperatura superior a la temperatura de evaporación del Nitrógeno líquido ($77K$); una sustancia muchísimo más barata que el Helio líquido -2.3 dolares/ Lt en El Salvador-y más fácil de manejar. Si una aleación superconductoras presenta una T_c igual o mayor a este valor se considera como un superconductor de alta temperatura (SAT). De manera que este evento se considera como el renacer de la tecnología de superconductores [9], renovando el interés de la comunidad científica por el estudio y desarrollo de estos materiales. Se reinició una carrera para obtener materiales con temperatura de transición cada vez más alta con el objetivo colectivo de llegar a obtener una temperatura de transición superconductoras semejante

a la temperatura ambiente. El descubrimiento de Bednorz y Müller demostró que es posible modificar la estructura y estequiometría de las aleaciones y así modificar su temperatura crítica de transición superconductora, estableciendo una correlación entre los planos de óxido de cobre y la temperatura crítica de estos materiales. Se ha descubierto que el aumento de la temperatura crítica está directamente relacionado con el aumento de planos de cuprato en la estructura cristalina [41], sin embargo con ellos también aumenta la velocidad de degradación del material, por otra parte la densidad de corriente en los SAT es relativamente baja en comparación con los superconductores elementales. De manera que las investigaciones en esta área con estos materiales, particularmente con los materiales superconductores de óxido de cobre, continúa.

En este trabajo se fabricaron muestras volumétricas superconductoras de alta temperatura crítica de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ utilizando el método convencional de fabricación de materiales cerámicos o CCP (*Conventional Ceramic Process*) [17, 24]. La caracterización de las muestras obtenidas se llevó a cabo determinando su transición a la superconductividad al estudiar su comportamiento magnético y eléctrico al descender su temperatura hasta la temperatura del Nitrógeno líquido, se realizó además un estudio de microscopía electrónica de barrido o SEM (*Scanning Electron Microscopy*) para estudiar su configuración granular.

Esta investigación establece precedentes para el estudio de los SAT en la Universidad de El Salvador, al aplicar algunos métodos para determinar los parámetros que caracterizan a estos materiales y utilizar una de las técnicas más importantes para la elaboración de la aleación propuesta. A medida que se alcance un mejor grado de entendimiento se logren manejar las características, propiedades, técnicas de fabricación y alteración controlada de estos materiales, se tendrá la capacidad de elaborar dispositivos basados en esta tecnología superconductora que -como ya se explicó- incide directa o indirectamente sobre cualquier aplicación de la energía eléctrica y, es más, genera otras aplicaciones que sin las propiedades de estas aleaciones no serían posibles, como la generadas por los SQUID's mediante el efecto Josephson.

La tecnología basada en el fenómeno de la superconductividad es una tecnología emergente, esta característica hace posible que El Salvador se inserte, en el futuro, con alguna probabilidad de éxito en el desarrollo tecnológico-científico de la misma.

Cada vez es más grande la necesidad del hombre de crear tecnologías que sean más eficientes y amigables con el medio ambiente debido a los grandes niveles de contaminación mundial, en este contexto los superconductores aparecen como una alternativa idónea gracias a sus características de cero disipación en el transporte de la energía eléctrica y la posibilidad de almacenar, en discos superconductores, enormes cantidades de la misma -al rededor de 10 *kWh*- [46, 53, 45]. De manera que es necesario iniciar con la investigación básica en este campo a fin de estar preparados y ser partícipes de un cambio tecnológico y dejar de ser, en algún momento, un país sin capacidad de creación y discriminación de la tecnología necesaria para el funcionamiento adecuado de la sociedad.

Este documento está organizado de la siguiente manera: En el capítulo I se muestran las características generales de la superconductividad a manera de introducción en el tema, luego se discute, brevemente, la teoría microscópica existente que explica con cierto grado de satisfacción el fenómeno de la superconductividad. Para finalizar este capítulo se detallan algunas características particulares de los SAT haciendo notar las diferencias con los superconductores clásicos. En el capítulo II se discute el estado actual del estudio y aplicación de YBCO, mostrando las líneas de investigación existentes en el área de los SAT, las técnicas actuales de fabricación, y algunas de las aplicaciones más importantes logradas para este material. En el capítulo III se explica el trabajo experimental realizado, se muestra con detalle el equipo instrumental utilizado, los montajes realizados, la técnica de fabricación empleada y los métodos de caracterización aplicados a las muestras obtenidas. El capítulo IV muestra los resultados obtenidos en las diferentes pruebas realizadas a cada pastilla, las fotografías obtenidas por el estudio SEM, las gráficas de resistencia vs temperatura que demuestran finalmente la transición de fase en las mismas. Basándonos en los resultados del capítulo IV, se establecen en el capítulo V las conclusiones y finalmente en el capítulo VI se dan algunas recomendaciones

para darle continuidad al presente trabajo.

Al final de este documento se proporciona anexos que dan algunos datos adicionales que complementan el cuerpo del presente trabajo además de bibliografía con el propósito de guiar a los interesados a profundizar más en el tema.

Capítulo 1

Fundamento teórico

En el presente capítulo se exponen, brevemente, las características fundamentales del estado superconductor, la teoría microscópica actual que explica el fenómeno -teoría BCS de la superconductividad [8]-, y algunas características particulares de los SAT (Superconductores de Alta Temperatura), especialmente del YBCO. Hay que hacer notar que la teoría BCS de la superconductividad no es del todo aplicable al YBCO y aún no existe un consenso real sobre el mecanismo causante de su elevada temperatura crítica T_c [1, 17], sin embargo las propiedades fundamentales como el efecto Meissner son comprendidas bajo los conceptos de la teoría BCS, es decir se considera que en el material los portadores de carga están apareados por una interacción atractiva entre ellos, como efecto de la interacción de éstos con la red, pero a diferencia de los superconductores de baja temperatura o clásicos, en los SAT los portadores de carga son huecos en vez de electrones [7], actualmente se realizan esfuerzos enormes en la comprensión teórica del mecanismo de transporte de los SAT, esto sumado a los retos que la física experimental tiene en cuanto a la fabricación de muestras aptas para los usos tecnológicos que la superconductividad ofrece, representa un interesante campo de estudio con muchos problemas por resolver.

1.1. Características generales de los superconductores

La superconductividad ocurre, en algunos materiales, cuando la muestra de material se enfría por debajo de una temperatura llamada temperatura crítica (T_c), esta temperatura crítica es característica para cada elemento o aleación y en los elementos de la tabla periódica, que muestran el fenómeno, no sobrepasa los 9.50 K , que es el caso del Nb (Niobio).

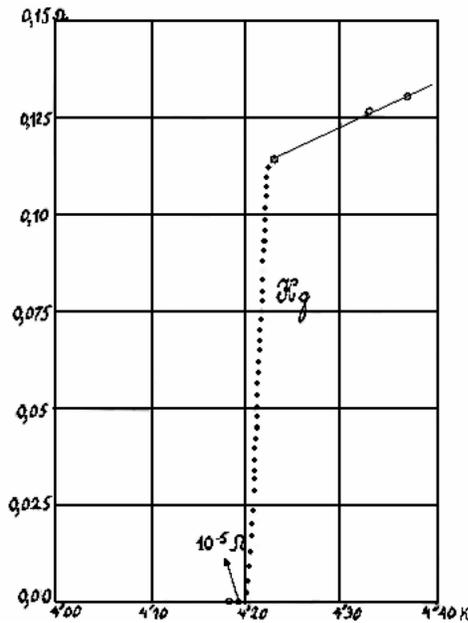


Figura 1.1: Una caída abrupta en la resistencia del mercurio luego de bajar de los $4.2K$, la vertical se da en Ohmios y la horizontal en grados Kelvin. Figura tomada de [2].

La primera sustancia en la que se observó este fenómeno fue en el Mercurio en 1911 por Kamerligh Onnes, Figura (1.1). Puede notarse cómo, al alcanzar la temperatura de $4.22 K$, el valor de la resistencia va tendiendo vertiginosamente a cero, este comportamiento fue verificado luego con otros elementos de la tabla periódica y para una serie de compuestos mostrados en el cuadro (1.1). Existe una notable diferencia entre los superconductores elementales y los superconductores de compuestos y aleaciones, ya que la temperatura crítica de estos últimos es mucho mayor.

Cuadro 1.1: Aleaciones superconductoras con sus respectivos valores de temperatura crítica. Datos tomados de [2]

Compuesto	T_c	Compuesto	T_c
	K		K
Nb_3Sn	18.5	V_3Ga	16.5
Nb_3Ge	23.2	V_3Si	17.5
Nb_3Al	17.5	$YBa_2Cu_3O_{6,9}$	90
NbN	16	Rb_2CsC_{60}	31.3
K_3C_6	19.2	La_3In	10.4

No todos los materiales se vuelven superconductores al descender la temperatura. Por ejemplo en la Plata, que a temperatura ambiente es un magnífico conductor, al descender su temperatura desciende también su resistividad pero llega un momento en el cual alcanza un valor constante y deja de descender de modo que no se registra una caída abrupta de ésta. El caso de la Plata se compara con el Estaño en la Figura (1.2). El Estaño experimenta una transición a la superconductividad mientras que la resistividad de la Plata alcanza un valor aproximadamente constante.

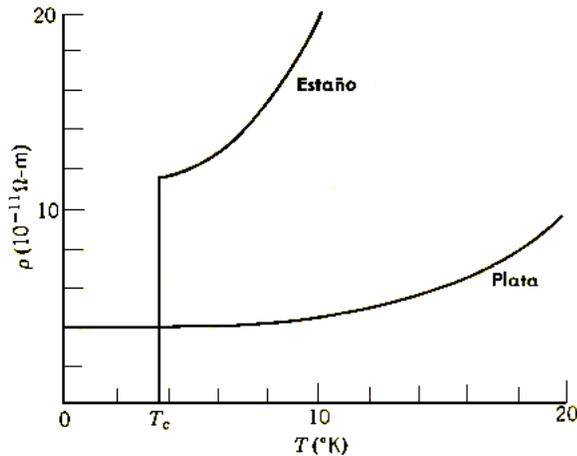


Figura 1.2: Curvas de resistividad para el Estaño que presenta una transición de fase y para la Plata la cual no muestra una temperatura crítica de transición. Figura tomada de [3]

1.1.1. Comportamiento electrónico y estructural

La superconductividad es un estado ordenado de los electrones de conducción en el material, podría suponerse que el paso de un material de normal a superconductor tuviera relación con algún cambio en la estructura de la red cristalina. Pero en los estudios de difracción de rayos X en un superconductor por debajo de la temperatura crítica, se ha demostrado que la estructura interna de estos materiales no se altera luego de la transición, la simetría se mantiene intacta y aquellas propiedades que dependen directamente de las vibraciones de los átomos alrededor de sus puntos reticulares permanecen invariables, como por ejemplo, la temperatura de Debye y la contribución de la red a la capacidad calorífica. Se deduce entonces que la superconductividad no está relacionada con algún cambio en la estructura de la red cristalina del material durante la transición.

Al estudiar el comportamiento de los electrones de conducción en un material superconductor y hacer un análisis de la capacidad calorífica en los dos estados, $T > T_c$ y $T < T_c$ [38, 39], se observa que por encima de T_c la capacidad calorífica se calcula como en el caso de un material normal, en el cual:

$$C = A(T/\theta)^3 + \gamma T \quad (1.1)$$

El primer término de la derecha representa la aportación de la red a la capacidad calorífica y el segundo término la aportación del gas de electrones. Para un superconductor con una temperatura tal que $T \leq T_c$ la capacidad calorífica se calcula por medio de una expresión distinta:

$$C = A(T/\theta)^3 + \alpha \text{Exp}[-b/kT] \quad (1.2)$$

Según las ecuaciones (1.1) y (1.2) la aportación de la red a la capacidad calorífica no cambia al descender la temperatura por debajo de T_c , pero la aportación electrónica si se ve alterada. De este resultado puede inferirse que el fenómeno de la superconductividad está ligado con la variación en el comportamiento energético de los electrones de conducción, es decir que los estados energéticos de los electrones

libres están relacionados con el paso de un material de conductividad normal a superconductor.

1.1.2. Efecto isotópico

Estudiando el comportamiento de diferentes isótopos de un mismo material superconductor se observa que, para cada material, los diferentes isótopos tienen distintos valores de temperatura crítica. Por ejemplo, para el Mercurio la temperatura crítica varía de 4.185 a 4.146 K , mientras que el promedio de la masa atómica (M) varía de 199.5 a 203.4. Las mediciones experimentales [36, 37] arrojan que T_c está relacionada con M de manera que:

$$M^\alpha T_c = C_o \quad (1.3)$$

Donde α y C_o son constantes, siendo α una constante que depende del material. Los valores de α para algunos materiales se dan en el cuadro (1.2).

Cuadro 1.2: Algunos valores de α obtenidos experimentalmente. Datos tomados de [2]

Sustancia	α	Sustancia	α
<i>Zn</i>	$0,45 \pm 0,05$	<i>Ro</i>	$0,00 \pm 0,05$
<i>Cd</i>	$0,32 \pm 0,07$	<i>Os</i>	$0,05 \pm 0,05$
<i>Sn</i>	$0,47 \pm 0,02$	<i>Mo</i>	0,33
<i>Hg</i>	$0,05 \pm 0,03$	<i>Nb₃Sn</i>	$0,08 \pm 0,05$
<i>Pb</i>	$0,49 \pm 0,02$	<i>Zr</i>	$0,00 \pm 0,05$

Al hecho de que la temperatura crítica dependa de la masa isotópica del material se le conoce como efecto isotópico [36, 37]. Esta relación - la ecuación (1.3)- muestra que al no haber vibraciones en la red, -o sea que $M \rightarrow \infty$ -, entonces $T_c \rightarrow 0$, de modo que no podría darse el fenómeno de la superconductividad si los átomos no pueden oscilar entre sus puntos reticulares. Al establecer la dependencia de la temperatura crítica con la masa isotópica se deduce que las vibraciones de la red tienen relación con la transición del estado normal al superconductor.

Teniendo en cuenta el efecto isotópico y los resultados de los estudios de la capacidad calorífica en estos materiales se descubrió que la interacción entre los elec-

trones y los átomos de la red cristalina son factores determinantes en el fenómeno de la superconductividad.

Un superconductor es algo más que un conductor con resistencia cero, las propiedades magnéticas de los superconductores son características de ese estado y se manifiestan de una manera totalmente diferente al resto de materiales con alguna propiedad magnética, por ello, es necesario analizar el comportamiento magnético de los materiales superconductores a fin de obtener una mejor comprensión de lo que el fenómeno involucra.

1.1.3. Efecto Meissner

Si un superconductor es enfriado desde una temperatura T mayor que la temperatura crítica hasta un valor inferior en presencia de un campo magnético, el material expulsa todo este campo de su interior, y si éste se aplica ya en el estado superconductor entonces se observa que el campo es excluido del material. Este fenómeno -observado por primera vez en 1933 por Meissner y Oschenfel [40]- fue llamado efecto Meissner. En la Figura (1.3) se muestra esquemáticamente este fenómeno. El efecto Meissner establece que un superconductor no puede ser tratado simplemente como un conductor con resistencia cero [1] y demuestra que en el estado superconductor, el campo magnético B es cero en el interior del material.

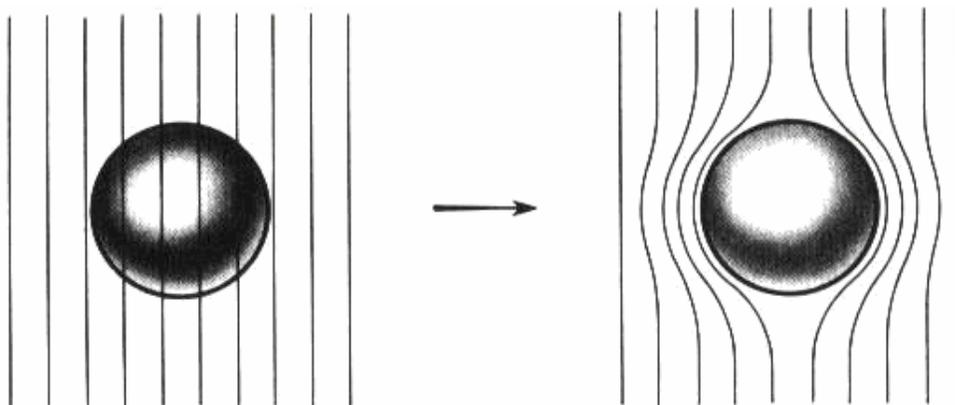


Figura 1.3: Efecto Meissner representado esquemáticamente, a la izquierda tenemos el superconductor con una temperatura mayor que la temperatura crítica; a la derecha la expulsión del campo magnético cuando se baja la temperatura hasta el valor crítico. Imagen tomada de [2].

Según la Ley de Lenz cuando a través de un circuito pasa un campo magnético cambiante, se induce una corriente que produce un campo magnético en la dirección contraria [3]. La ecuación (1.4) es la ecuación de Maxwell que expresa como se producen corrientes eléctricas según la variación del flujo de campo magnético:

$$\nabla \times E = -\partial B/\partial t \quad (1.4)$$

Pero para producir el efecto Meissner el campo magnético externo puede ser constante, de modo que, al parecer, éste propone que pueden inducirse corrientes eléctricas aún cuando $\partial B/\partial t = 0$, ya que al aplicar la ley de Ohm, $J = E/\rho$ a un superconductor en el cual $\rho \rightarrow 0$ se obtiene que $E \rightarrow 0$. Si no varía el campo magnético no pueden inducirse corrientes eléctricas y el hecho de que la resistencia sea cero implica que el campo magnético no varía dentro de un superconductor. De hecho según el efecto Meissner el campo magnético es cero, entonces, al parecer, estas dos propiedades son opuestas entre sí. Para aclarar este asunto hay que recordar que entre las propiedades magnéticas de los materiales existe un tipo llamado diamagnetismo. En un material diamagnético los electrones -que orbitan alrededor de el núcleo- ajustan su movimiento tal que el campo magnético resultante se oponga al campo magnético externo. En este caso el campo externo puede ser constante en el tiempo. El diamagnetismo se da como propiedad de la sustancia que se estudia, en un superconductor sucede lo mismo.

Los electrones libres, en el superconductor, ajustan sus movimientos a través del material de modo que el campo magnético neto sea opuesto al externo, el superconductor se comporta como un solo átomo diamagnético, este campo magnético resultante es producido por las corrientes que se generan en presencia de un campo magnético externo, perpendicular a las trayectorias de los electrones. En un material normal estas corrientes desaparecen con el tiempo -casi de inmediato- por la resistencia eléctrica, de modo que para que existan estas corrientes es necesario tener resistencia cero, de aquí que ambos fenómenos -la resistencia cero y el efecto Meissner- sean dos características propias de los superconductores y que, después de todo, están íntimamente relacionadas entre sí. En la Figura (1.4) se muestra

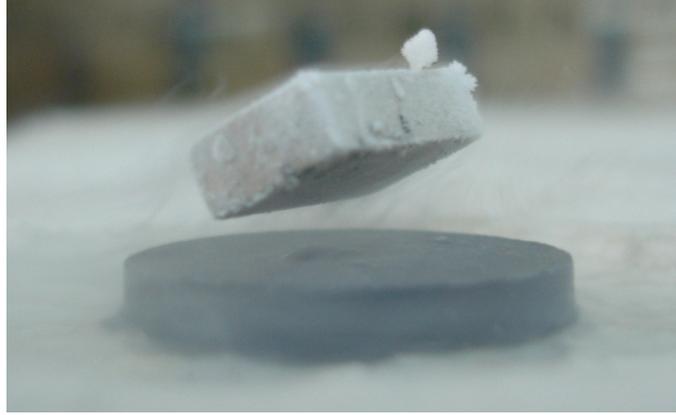


Figura 1.4: Arriba un imán de NdFeB, abajo una pastilla superconductora de YBCO. El imán levita sobre la pastilla debido a que en ésta se generan corrientes que provocan un campo magnético de la misma polaridad que la del imán.

como se manifiesta el efecto Meissner en una muestra superconductora en presencia de un campo magnético.

1.1.4. Efecto Josephson

En 1962, B. D. Josephson [23] predijo que entre dos superconductores separados por una delgada capa aislante y sometidos a una diferencia de potencial $V = 0$, debía de circular una supercorriente I_s según la ecuación:

$$I_s = I_c \text{sen} \Delta\varphi \quad (1.5)$$

Aquí I_c es la corriente máxima que puede soportar el material aislante y $\Delta\varphi$ es la diferencia de fase entre las funciones de onda de cada superconductor. Predijo además, que cuando se aplica una diferencia de potencial V a estos dos electrodos superconductores la diferencia de fase varía según la ecuación:

$$d(\Delta\varphi)/dt = 2eV/\hbar \quad (1.6)$$

Estos dos efectos se conocen como efecto Josephson *dc* y *ac* respectivamente y establecen, básicamente, la existencia de un efecto túnel entre dos superconductores separados ya sea por un metal normal, por un material aislante o por un

estrechamiento de material superconductor; de esta manera se establecen tres tipos de uniones Josephson: $S-N-S$, $S-I-S$ y $S-c-S$, ver Figura (1.5), aquí S , I , N y c representan un material superconductor, un aislante (*insulator*), un metal normal y la unión de los dos electrodos mediante un superconductor más estrecho y corto (*constriction*). Este fenómeno es importante porque permite explicar la conducción de la supercorriente a través de materiales policristalinos en los cuales un simple grano no superconductor puede servir de unión entre dos granos superconductores y dependiendo de la naturaleza de la transición puede ser una unión $S-N-S$ ó $S-I-S$.

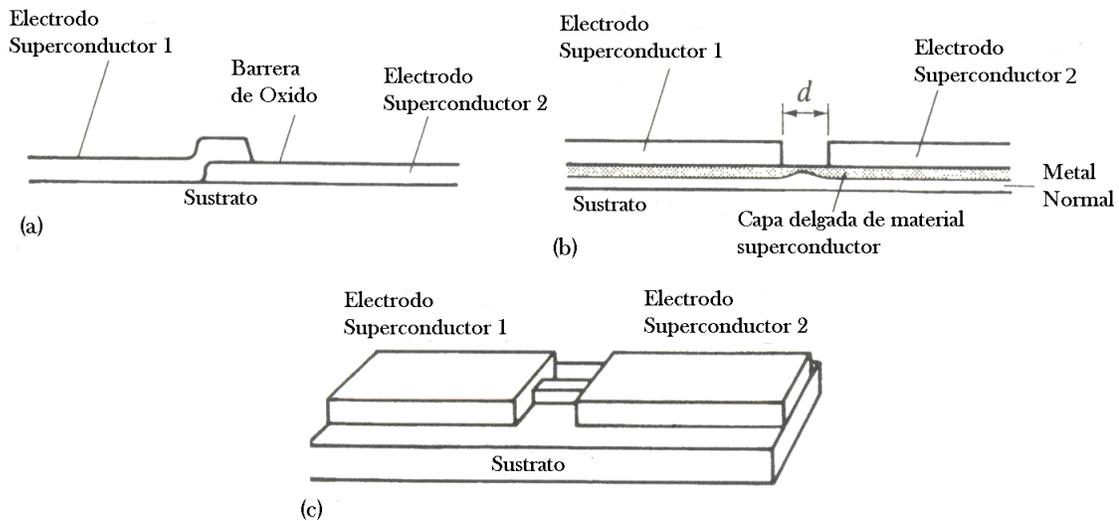


Figura 1.5: Uniones Josephson existentes. a) S-I-S la barrera de óxido es el aislante que divide los electrodos superconductores b) S-N-S los electrodos superconductores están separados por un metal normal. c) S-c-S los electrodos están separados por un delgado puente superconductor. Figura tomada de [1]

1.2. Teoría BCS de la superconductividad

En 1957 después de 46 años de haberse descubierto la superconductividad, Bardeen, Cooper y Schrieffer [8] propusieron una teoría microscópica detallada para explicarla.

Cuando un electrón pasa cerca de un átomo ionizado en la red cristalina experimenta una fuerza coulombiana atractiva, esta fuerza hace que el átomo se desplace

cierto valor de su punto de equilibrio en el puesto reticular, parte del impulso que llevaba el electrón se ha transmitido al átomo. Por las propiedades elásticas de la red, el impulso se transmitirá a través del cristal, se dice que el electrón emitió un fonón, este fonón viajará a través de la red hasta que encuentre otro electrón con el cual interactuar, este electrón absorberá el fonón que emitió el primero, de modo que estos dos electrones han interactuado entre sí por medio de un intermediario: el fonón [4]. Esta interacción es atractiva ya que en ambos casos el efecto es la atracción del electrón al átomo. Según la teoría BCS esta interacción atractiva entre dos electrones puede llegar a ser, en condiciones favorables, mayor que la fuerza de repulsión entre los electrones y entonces podrían ligarse débilmente y formar lo que en la teoría BCS se le llamó par de Cooper.

Existen ciertas condiciones para que la formación de pares de Cooper sea favorable:

- Que la temperatura sea lo suficientemente pequeña como para que el número de fonones térmicos presentes en la red sea bajo. Aunque los fonones intervienen directamente en la superconductividad, el exceso de éstos rompería el orden en el proceso extremadamente coherente de la superconductividad ya que los fonones térmicos en la red se propagan de manera desordenada, al azar.
- Que las interacciones entre los fonones y los electrones sea fuerte. Para esto se requiere que los átomos en los puntos reticulares vibren como esferas sujetas por resortes de constante k pequeña. Esto también significa que los materiales que son buenos conductores a temperatura ambiente no son buenos candidatos para ser superconductores a bajas temperaturas. ya que en éstos los electrones interactúan muy poco con la red.
- Que el número de electrones justamente por debajo de la energía de Fermi sea grande, estos son los electrones disponibles para la formación de pares.
- Que los electrones candidatos para formar un par tengan espines antiparalelos, de manera que los electrones estén relativamente cerca.

- Que al no existir un campo eléctrico aplicado los electrones tengan un impulso lineal igual y opuesto, esto facilitará un máximo de pares de Cooper.

Cuando se cumplen estas condiciones existen electrones ligados entre sí, o sea pares de Cooper.

Cumpléndose la condición de que la temperatura sea baja se logra que la generación de fonones sea baja y que los electrones posean una energía inferior a la energía de Fermi, esto debe de ser así por que si un átomo oscila con una frecuencia alta o muy energéticamente y un electrón que pase cerca de él lo hace con una velocidad muy alta, entonces estos dos no interactúan, ya que el tiempo de reacción es muy pequeño en éstos. Para que la red interactúe con los electrones, de modo que facilite la creación de pares, el sistema en general debe poseer una energía relativamente baja [3].

En un conductor cuando los electrones chocan con alguna imperfección de la red, o con un átomo, parte del momento que lleva es transferido a la red, pero si la interacción entre los fonones y los electrones es fuerte entonces el momento es transferido a otro electrón para formar un par de Cooper.

Cuando se genera un par y luego se rompe estos dos electrones se aparean de nuevo pero lo hacen de modo que el impulso total se conserva. Así que el efecto de la interacción de los electrones con la red es que cuando estos chocan en vez de aumentar la energía del sistema -excitando los átomos en los puestos reticulares- este impulso se transmite a otro electrón que se liga al primero. Como en las vecindades de este par existen una infinidad de electrones, ligados también en pares, entonces todos esos pares se traslapan y ninguno de los electrones interviene en el movimiento del otro.

Cuando aplicamos un campo eléctrico al material los centros de masa de los pares de Cooper se desplazan en la misma dirección y con la misma cantidad de movimiento, ya que, como mencionamos, para que los pares se formen los electrones deben tener una cantidad de movimiento igual y opuesta; así que en condiciones de campo eléctrico diferente de cero los pares se desplazan manteniendo un orden que no puede ser destruído por la red, ya que la interacción con la misma es la que

propicia la producción de pares, manteniendo el impulso neto igual a cero. Esta es la razón por la que se da la superconductividad según la teoría BCS, el movimiento coherente de los pares de Cooper y la constante producción y eliminación de los mismos.

La existencia de estos pares es la base de la cual partieron los creadores de la teoría BCS para hacer el análisis mecano cuántico, esta teoría tuvo éxito para describir materiales superconductores elementales y aleaciones metálicas además de aplicarse a un gran número de superconductores de alta temperatura crítica basados en planos de iones de cuprato, pero aún permanece incompleta ya que ésta no puede explicar el mecanismo causante de su elevada T_c .

1.3. Superconductores de alta temperatura crítica

La superconductividad de alta temperatura fue descubierta en 1986 por G. Bednorz y A. Müller al sintetizar una aleación superconductora de LBCO con una temperatura de transición de $\sim 35K$, con este hecho se descubrió una nueva clase de superconductores basados en planos de cuprato. El $YBa_2Cu_3O_7$ fue sintetizado, casi simultáneamente, en 1987 por tres grupos diferentes de investigación de Japón, China y Estados Unidos, dirigidos por S. Hikami de la Universidad de Tokyo [29], M. K. Wu [31] y J. M. Tarascon de los laboratorios Bell [30], inicialmente esta aleación presentó una temperatura de transición de $\sim 90K$, una temperatura superior a la temperatura de evaporación del Nitrógeno líquido ($77K$), lo que produjo grandes expectativas de las posibles aplicaciones de la superconductividad. Sin embargo las aplicaciones tecnológicas de estos materiales no fueron inmediatas debido a dificultades para moldear el material en formas útiles, por ser cerámicos, y además presentan una densidad de corriente baja con respecto a los superconductores clásicos, lo cual limita algunas aplicaciones como la producción de grandes campos magnéticos en bobinas superconductoras, sin embargo presentan un enorme potencial en las aplicaciones relacionadas con las uniones Josephson para usos en la electrónica.

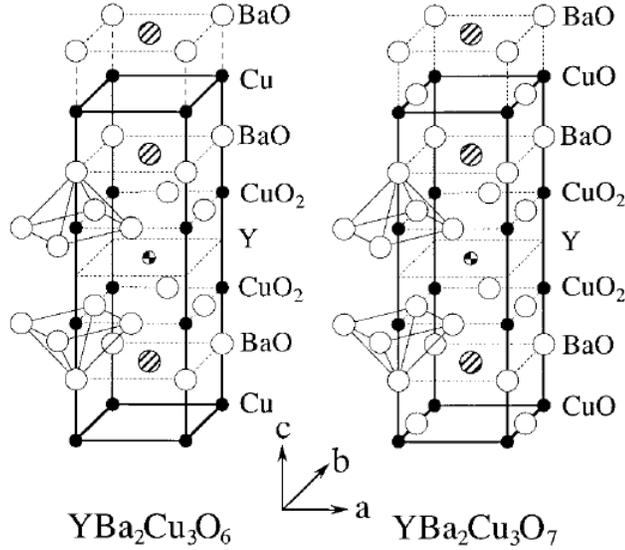


Figura 1.6: Izquierda: celda unitaria del $YBa_2Cu_3O_6$, derecha: celda unitaria del $YBa_2Cu_3O_7$. Se sabe que la superconductividad se da en los planos CuO_2 , y que los planos CuO actúan como reservorios de carga. En el $YBa_2Cu_3O_6$ (no superconductor) no aparecen las cadenas CuO evidenciando que las propiedades de un superconductor dependen fuertemente de la cristalografía de esta celda, siendo δ , en la ecuación $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, uno de los parámetros que la definen. Tomado de [41].

En estos materiales la superconductividad está relacionada con la existencia de planos de cuprato [33], se sabe que la supercorriente se transporta a través de los planos CuO_2 , ver Figura (1.6), y que los planos CuO actúan como reservorios de carga, se sabe además que los portadores de carga en estos planos son pares de Cooper conformados por huecos [7], una deficiencia de oxígeno en el material, reduce sustancialmente la temperatura crítica y aumenta la resistividad de la muestra a temperatura normal [16, 34]. En el $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ se sabe que la superconductividad se da en valores de δ entre 0.0 y 0.5 [35].

Aún se desconoce el mecanismo causante de su elevada T_c [17], pero las características particulares de estos materiales se explican muy bien bajo el modelo de Lawrence-Doniach [1], en el cual estos materiales son vistos como arreglos de planos superconductores separados por laminas adyacentes formando uniones Josephson.

Capítulo 2

Estado actual del estudio y aplicación del YBCO

En la actualidad las investigaciones en SAT se clasifican en cuatro categorías: fabricación de mezcla superconductor, fabricación de muestras, caracterización de propiedades y modelaje teórico [17]. Existen varias aleaciones superconductoras del tipo óxido cuproso, la aleación con la temperatura crítica de transición más elevada, hasta la fecha, es el $InSnBa_4Tm_4Cu_6O_{18}$ con una T_c de 150 K, en el cuadro (2.1) se muestran los SAT que presentan las temperaturas críticas de transición más altas y su respectivo valor. Las aplicaciones tecnológicas generadas por estos materiales, particularmente del YBCO, se extienden desde la electrónica hasta la electricidad de potencia.

Existe un enorme interés por el estudio particular del YBCO, a pesar de que existen aleaciones con T_c superiores, y es que éste presenta una estructura única entre los SAT basados en óxido de cobre [41]. Esta aleación superconductor a diferencia del resto, presenta en su estructura cristalina, cadenas de CuO las cuales actúan como reservorios de carga para los planos CuO_2 , ver Figura (1.6). El comportamiento de estas cadenas permite estudiar los mecanismos de transporte a través de los planos CuO_2 en los SAT con el objetivo de comprender el fenómeno en general. El YBCO presenta, además, algunas características particulares para su aplicación tecnológica, por ejemplo comparado con el resto de SAT del cuadro (2.1) el YBCO muestra valores para la curva de irreversibilidad al campo magnético elevados con respecto éstas [42], lo cual es importante para las aplicaciones relacionadas

con sistemas de levitación magnética, y propulsión por motores superconductores; además, los costos de producción del YBCO son inferiores que el $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$, por ejemplo [50].

En este capítulo hacemos un breve resumen sobre los aspectos más relevantes en la actualidad de: las técnicas de fabricación, algunos métodos de caracterización y las aplicaciones más relevantes del YBCO, con especial énfasis en muestras volumétricas policristalinas, con el objetivo de ubicar este trabajo de tesis en el contexto actual.

Cuadro 2.1: Algunos SAT con sus respectivos valores de T_c , puede notarse que todos tienen en común la existencia de planos de cuprato y la dependencia de T_c con la cantidad de los mismos. Datos tomados de [50]

Compuesto	T_c (K)
$YBa_2Cu_3O_7$	93
$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$	92
$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	110
$TlBa_2Ca_2Cu_3O_{10}$	122
$HgBa_2Ca_2Cu_3O_{10}$	133
$InSnBa_4Tm_4Cu_6O_{18}$	150

2.1. Métodos de fabricación del YBCO

En general se pueden fabricar dos tipos de muestras superconductoras, películas delgadas y muestras volumétricas, dependiendo de la aplicación o estudio que se quiera hacer al material, una de ellas se ajusta mejor que la otra. En este trabajo las muestras volumétricas funcionaron muy bien para los estudios de resistividad por cuatro puntas, transición magnética y SEM. Este tipo de muestras es ampliamente utilizada para estudiar el comportamiento anisotrópico derivado de su estructura cristalina al crecer monocristales de YBCO, generalmente por el método MTG (*Melt Textured Growth*) [51, 52]. La fabricación de muestras volumétricas parte de una mezcla superconductora base y muchas de las características de éstas dependen del tamaño y calidad de los granos que conforman dicha mezcla. Actual-

mente se busca que las muestras volumétricas tengan una alta densidad, que estén libres de microfracturas, libres de porosidades, que tengan una estructura cristalina bien definida, idealmente que no se presente ninguna fase diferente de la superconductor, y que estén libres de impurezas [17]. Estas características dependen en gran parte del proceso de fabricación de la mezcla ya que en este paso se controlan parámetros como el tamaño de grano, eliminación de impurezas, homogeneidad, etc.

2.1.1. Elaboración de mezcla superconductora

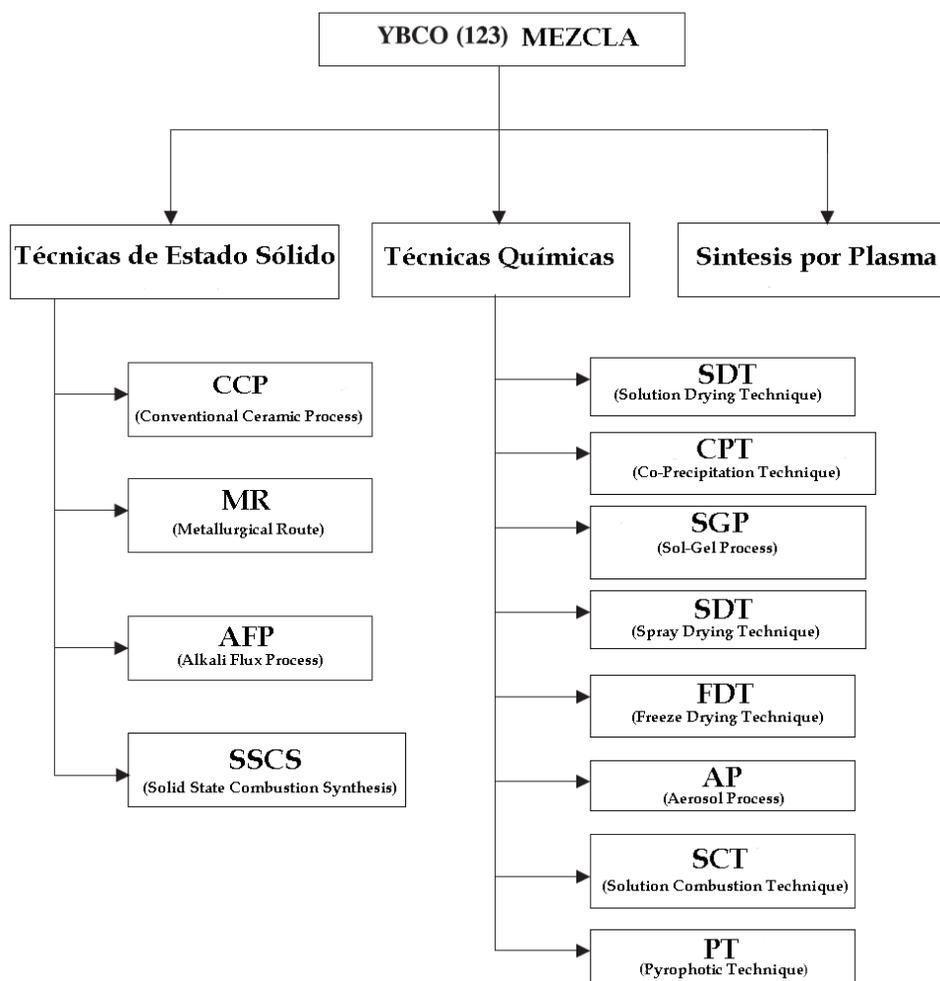


Figura 2.1: Técnicas actuales de fabricación de mezcla superconductora. Figura tomada de [17].

Existen muchas técnicas de fabricación de mezcla superconductoras las cuales pueden agruparse en tres grandes categorías, técnicas de Estado Sólido, técnicas Químicas y síntesis por vapor de plasma, según se muestra en la Figura (2.1). Éstas a su vez agrupan diversos métodos que difieren tanto en el proceso mismo como en los resultados que de ellas se obtienen. Las técnicas de Estado Sólido son las más utilizadas e investigadas dado que con éstas se obtienen buenos resultados, es decir, buena calidad de mezcla, tamaño de grano de orden de los μm , ver Figura (2.2), y porque resulta más económica que el resto de técnicas, además las técnicas de Estado Sólido tienen la característica de potenciar la producción industrial de YBCO lo cual será necesario cuando la demanda creada por el uso de dispositivos superconductores llegue a nivel comercial. Sin embargo esta técnica presenta la desventaja de que se obtiene mezcla con algún grado de impurezas provenientes de los instrumentos para su mezcla y pulverización. En el cuadro (2.2) se hace una comparación entre las diferentes técnicas de fabricación existentes en la actualidad, en éste se muestran las ventajas y desventajas de cada método de fabricación.

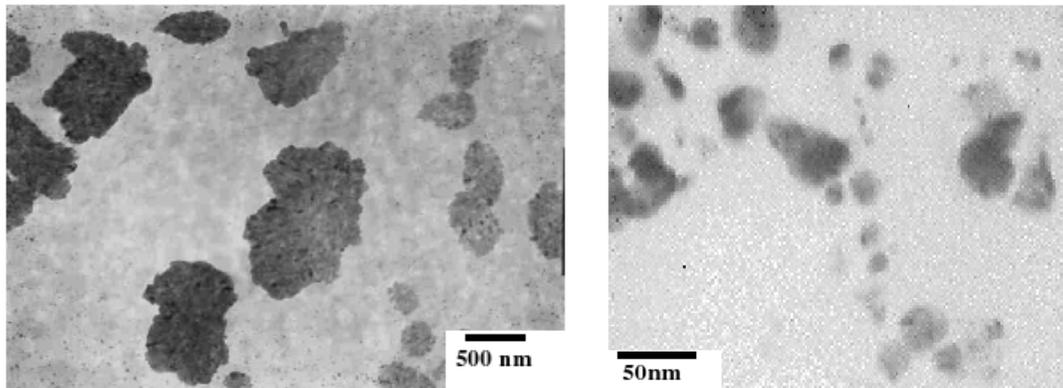


Figura 2.2: Estas imágenes de microscopía electrónica de transmisión muestran la notable diferencia en el tamaño de grano obtenido para la técnica CCP (izquierda) y PT (derecha). Tomadas de [17].

Se sabe que el tamaño de grano por el cual esta constituida la mezcla superconductoras es determinante para obtener muestras volumétricas densas, en la Figura (2.3) podemos apreciar cómo una mezcla con tamaños de grano más pequeño produce muestras más compactas y en la Figura (2.2) se comparan los tamaños de

Cuadro 2.2: Ventajas y desventajas de las diferentes técnicas de síntesis de YBCO existentes. Datos tomados de [17]

Técnica	Ventaja	Desventaja
Estado Sólido		
CCP	Producción de grandes cantidades de mezcla (más de 100 Kg). Granos micrométricos. Con un cuidadoso proceso de mezcla, macerado y calcinación se puede obtener buena homogeneidad.	Granos irregulares. Se requiere alta temperatura para la calcinación y formación de la fase superconductor. La mezcla contiene impurezas provenientes del macerado.
MR	Las impurezas provenientes del carbonato se pueden eliminar. La aleación mecánica permite una mezcla más homogénea.	Limitada solubilidad del Y en el Ba-Cu. Oxigenación de la aleación metálica precursora.
AFP	Las impurezas provenientes del carbonato se eliminan utilizando un flujo de Ba(OH) ₂ . Crecimiento cristalino utilizando flujo de KCl y NaCl.	Impurezas de KCl y NaCl en la mezcla final. Fácil degradación del YBCO en medios acuosos.
SSCS	Baja temperatura de síntesis (673-773 K) es posible para grandes cantidades de Cu como reactivo.	El proceso de mezcla de los reactantes y el mantener la reacción estable figuran como problemas.
Químicas		
SDT	Con este método se pueden fabricar cables conductores de YBCO.	Segregación de iones metálicos durante el proceso de secado.
CPT	Mezcla homogénea. Baja temperatura de calcinación y síntesis. Es posible la producción en gran escala.	Es necesario un ajuste en la solución química para evitar el precipitado de los reactivos precursores.
SGP	Excelente homogeneidad de la mezcla y tamaño de grano nanocristalino controlado.	Requiere remover los solventes de los microporos del gel seco. La técnica SGT utilizando alkóxidos es costosa y presenta problemas de solubilidad.
SDT	Mezcla homogénea con excelente fluidez forma y tamaño.	Es muy difícil mantener estable el spray.
FDT	Mezcla homogénea con tamaño de grano micrométrico.	Requiere un delicado proceso térmico para evitar segregación.
AP	Un solo paso para la fabricación de mezcla homogénea con tamaño y forma de grano controlada.	Debe tenerse mucho cuidado para evitar la formación de una fase inadecuada.
SCT	Mezcla nanocristalina homogénea. Baja temperatura de calcinación y síntesis.	Es necesario eliminar impurezas de carbonato.
PT	Mezcla nanocristalina homogénea. Baja temperatura de calcinación y síntesis.	Es necesario eliminar impurezas de carbonato.
Plasma		
	Mezcla ultrafina con tamaño y forma de grano controlado, granos nanométricos.	Alto costo de producción, operación e investigación. Baja producción.

grano que se obtiene con las técnicas CCP y PT, se aprecia una notable diferencia en el tamaño de grano obtenido por PT, esta técnica permite obtener granos del orden de los 50 nm.

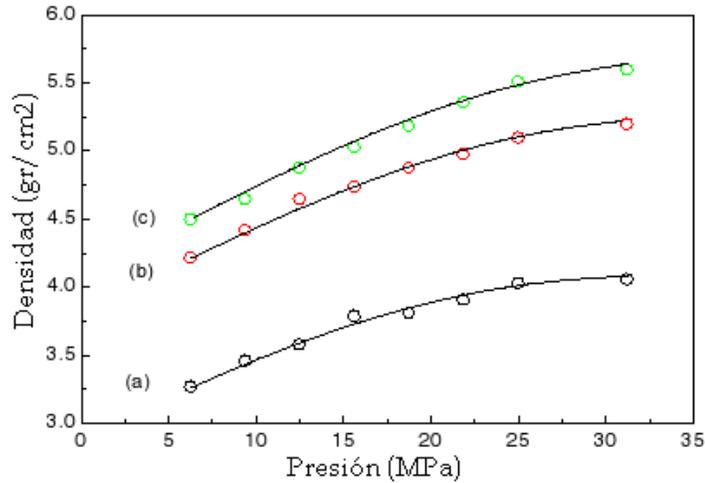


Figura 2.3: Densidad de muestras volumétricas con respecto a la presión de compactación para diferentes tamaños de granos, es evidente que para granos más finos se obtienen valores de densidad más altos en las muestras. [17]

Es importante escoger el método de fabricación de mezcla superconductora adecuado teniendo en cuenta el tipo de muestras que se necesitan, las características morfológicas, las cantidades de mezcla requeridas y el grado de pureza necesario para una aplicación o estudio particular.

2.1.2. Fabricación de películas delgadas y muestras volumétricas

Los métodos de fabricación de películas delgadas son en su mayoría técnicas de alto vacío; sin embargo, se han desarrollado algunas técnicas a presión atmosférica, éstas reducen los costos de fabricación y permiten su producción industrial [49, 50]. En la Figura (2.4) se muestran micrografías obtenidas por un microscopio electrónico de barrido para películas delgadas de YBCO fabricadas con el método MOD (*Metal Organic Deposition*) por un grupo Estadounidense de investigación en materiales cerámicos dirigido por Y. Xu [49], en ellas se hace evidente la dependencia

de la textura del material con el tiempo de oxidación. La relación de porosidad P en cada una de las muestras varía según el tiempo de oxidación, al comparar estos resultados con el comportamiento eléctrico de las muestras vemos que las más densas presentan también los valores más bajos de resistividad ρ , según se muestra en la Figura (2.5), es decir $P_{(a)} > P_{(d)} > P_{(b)} > P_{(c)}$ y $\rho_{(a)} > \rho_{(d)} > \rho_{(b)} > \rho_{(c)}$, para 57, 10, 45 y 30 *min* de oxidación respectivamente, esto indica que la porosidad es un importante factor que contribuye a aumentar la resistividad a temperatura normal.

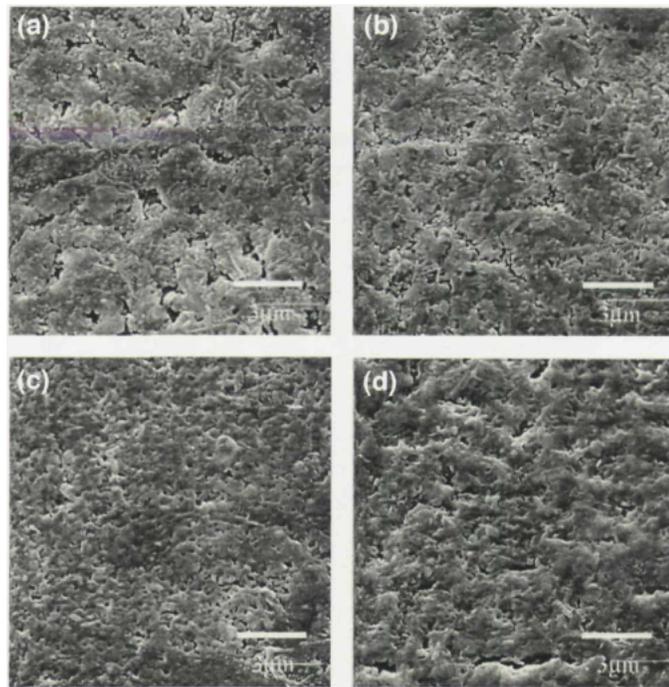


Figura 2.4: Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido para cuatro películas delgadas de 200 *nm* de espesor, con proceso térmico a 740 °C con diferentes tiempos de oxidación a) 57, b) 45 c) 30 y d) 10 *min*. Pueden apreciarse diferencias en la textura de cada muestra, en este caso la relación de porosidad según las micrografías es: $P_{(a)} > P_{(d)} > P_{(b)} > P_{(c)}$. [49].

Con películas delgadas es posible fabricar, dispositivos electrónicos superconductores, SQUIDS, cintas superconductoras y diversos arreglos multicapas. En el cuadro (2.3) se muestran algunas de las técnicas de fabricación de películas delgadas más utilizadas en la actualidad y algunas de sus características más importantes.

Las técnicas de fabricación de muestras volumétricas existentes, permiten pro-

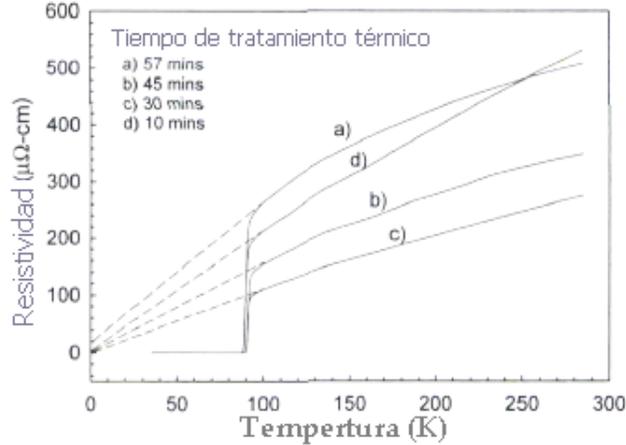


Figura 2.5: Comportamiento eléctrico de las películas delgadas de la Figura 2.4 en este caso se observa que $\rho_{(a)} > \rho_{(d)} > \rho_{(b)} > \rho_{(c)}$.

ducir muestras policristalinas o monocristales dependiendo de cual se utilice. Las muestras policristalinas se fabrican generalmente al compactar la mezcla superconductor a una presión determinada en un molde, para darle una forma definida y luego pasarla por un tratamiento térmico a alta temperatura ($\sim 1000K$) en atmósfera de oxígeno para consolidar la estructura. Los monocristales son fabricados generalmente por el método MTG el cual consiste en mezclar Y_2BaCuO_5 y $YBa_2Cu_3O_7$ fundir la mezcla a aproximadamente $1200^\circ C$ y oxidarla en un gradiente de temperatura a lo largo de una dirección particular de manera que la fase deseada se oriente en esa dirección y se separe de la no superconductor [51, 25, 13, 32], la Figura (2.6) muestra una serie de monocristales, crecidos por este método, por un grupo de investigación de China dirigido por R. T. Ren [51].

Las muestras policristalinas están conformadas por gránulos de la fase superconductor $YBa_2Cu_3O_7$ unidos débilmente entre sí, y, dependiendo de la calidad de la muestra, por algunos gránulos de la fase Y_2BaCuO_5 . Para las aplicaciones de transferencia de energía eléctrica, la corriente eléctrica tiene que atravesar de grano en grano al material, ésto supone algún tipo de resistencia eléctrica y pérdida de energía, lo cual limita un poco la aplicación de muestras policristalinas al transporte de energía eléctrica. Sin embargo, para las aplicaciones relacionadas con sistemas de levitación magnética, o en general con sistemas que utilizan la repulsión magnética

Cuadro 2.3: Técnicas de fabricación de películas delgadas de YBCO, una característica común de todas ellas es que la densidad de corriente eléctrica crítica J_c decrece para películas con grosor $\geq 1\mu m$, ésto implica una reducción de la corriente crítica total I_c en las muestras. Datos tomados de [50, 49].

Técnica	Característica
Alto vacío	
PLD (Pulsed Laser Deposition) LA (Laser Ablation)	Son ampliamente utilizadas en muchos laboratorios de investigación por ser una poderosa herramienta para síntesis e investigación preliminar de nuevos materiales. Este método puede utilizarse para fabricar grandes cintas superconductoras.
IBS (Ion Beam Sputering) TCE (Termal Co-Evaporation)	Son particularmente adecuadas y económicas para depositar películas uniformes sobre grandes áreas. Esta característica permite aumentar la producción de películas.
MBE (Molecular Beam Epitaxi) ME (Magnetron Sputering)	Con estas técnicas se pueden fabricar películas de alta calidad, han demostrado ser muy adecuadas para estudiar arreglos multicapa.
Presión normal	
MOD (Metal Organic Deposition)	Se tiene buen control de la composición, es una técnica rápida de fabricación, de bajo costo con respecto a las técnicas de vacío y permiten la producción a escala industrial.

producida por efecto Meissner al oponerse a un campo externo, no es necesario que la corriente circule a través de todo el material, la supercorriente puede establecerse en cada gránulo individual de la muestra y generar campos magnéticos como efecto de la interacción con campos magnéticos externos [42], de manera que se pueden tener buenas propiedades magnéticas a pesar de una débil capacidad de transporte de corriente eléctrica del material completo. La magnetización en los materiales superconductores es proporcional al producto de la densidad de corriente crítica J_c por el diámetro promedio de los granos [42], de manera que para la producción de grandes fuerzas de levitación se necesitan granos de gran tamaño, actualmente se pueden producir, utilizando MTG, granos de $\sim 10\mu m$. Sin embargo cuando se necesitan muestras con alguna forma geométrica particular es preferible que sea multigranular, la forma geométrica se les da a las muestras compactando la mezcla dentro de un molde.



Figura 2.6: Discos superconductores de YBCO de 1.5 cm diámetro crecidos por MTG para utilizarlos en el sistemas de levitación magnética. Figura tomada de [51].

2.2. Aplicaciones tecnológicas

Como se mencionó en la introducción los materiales superconductores inciden directamente en cualquier aplicación de la energía eléctrica y además generan nuevas y únicas aplicaciones. Muchas aplicaciones de la superconductividad se han conseguido con éxito en los superconductores de baja temperatura, pero muchas otras presentan demasiadas limitaciones técnicas por los requerimientos para mantener las bajas temperaturas, lo que finalmente vuelve comercialmente inaccesible una tecnología superconductora con todo su potencial. Después del descubrimiento de los SAT las expectativas crecieron y luego de dos décadas de investigación y desarrollo se han logrado llevar a cabo muchas aplicaciones con estos materiales y hoy una tecnología basada en la superconductividad se espera en el futuro cercano. A continuación se presentan algunas de las aplicaciones más importantes conseguidas hasta la fecha con el YBCO.

2.2.1. Aplicaciones en energía eléctrica de potencia

Importantes logros se han conseguido en el aumento de la eficiencia de generación, transporte, almacenamiento y uso de la energía eléctrica utilizando el YBCO. La compañía Japonesa Fukujima Ltd. ha fabricado, utilizando la técnica IBAD (*Ion Beam Assisted Deposition*), desarrollada recientemente por la misma, un cable

superconductor de 250 *m* de largo con una corriente crítica por unidad de longitud de 250 *A/cm*. Este es el valor más alto de longitud y de corriente crítica obtenido hasta la fecha [53]. En la Figura (2.7) se muestra la estructura del cable, esta es una cinta superconductora forrada por una serie de capas de sustrato y metal. Con esta cinta se pueden fabricar solenoides capaces de generar campos magnéticos de hasta 20*T* y motores eléctricos como los utilizados para sistemas de propulsión de barcos [53].

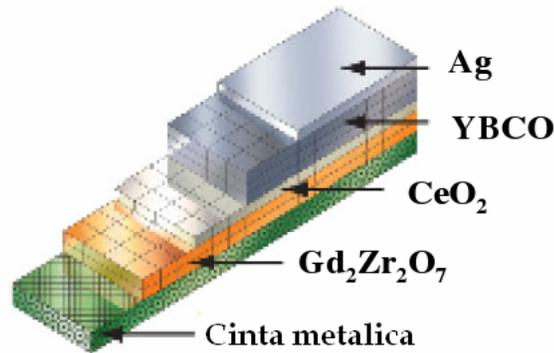


Figura 2.7: Estructura de una cinta superconductora, como las utilizadas para fabricar electroimanes capaces de generar más de 20 *T* [53].

En Japón la Organización para el Desarrollo de Nuevas Energías y Tecnologías Industriales (NEDO, siglas en inglés), ha desarrollado un sistema de almacenamiento de energía eléctrica con una capacidad de 10 *KWh* utilizando muestras monocristalinas para su fabricación [46]. El desarrollo de este tipo de almacenadores de grandes cantidades de energía eléctrica permite un mejor aprovechamiento de la energía producida normalmente, guardando los excesos en la carga de la red y liberándola cuando es necesario. Este sistema tiene aplicaciones que van desde soporte para fuentes renovables de energía hasta sistemas de alimentación de energía ininterrompible (UPS) [45].

En la Figura (2.8) se muestra una fotografía del sistema de almacenamiento de energía eléctrica de 10 *KWh* de capacidad desarrollado por la compañía japonesa Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co. Ltd.



Figura 2.8: Sistema de almacenamiento de energía capaz de almacenar hasta 10 KWh , este dispositivo utiliza un disco superconductor constituido por muestras monocristalinas crecidas por MTG [53].

El YBCO ha sido utilizado para la fabricación de motores eléctricos de alta eficiencia que podrían entrar al mercado del transporte terrestre y a la industria aeroespacial. Un grupo de investigación de Rusia reporta la fabricación de un motor de 125 KW con una eficiencia siete veces superior a la de los motores convencionales [43], y en Japón se utiliza YBCO para fabricar motores para propulsar barcos. Estos motores son mucho más pequeños y mucho más livianos que los motores de alambre de cobre convencionales y proporcionan además un mayor torque aún con una velocidad de propulsión menor [53].

2.2.2. Aplicaciones en la electrónica

El efecto Josephson rige las aplicaciones de los superconductores a la electrónica, al utilizar anillos superconductores con una o dos uniones Josephson en ellos, estos arreglos son llamados SQUID's y existen dos tipos de ellos: dcSQUID para la unión doble y rfSQUID para la unión simple. Los SQUID son una importante herramienta para cambiar la electrónica tradicional por una basada en la superconductividad, estos dispositivos son extremadamente sensibles a los campos magnéticos. Recien-



Figura 2.9: Este motor fabricado por el grupo de investigación dirigido por L. K. Kovalev en el Instituto Estatal de Aviación de Moscú utiliza muestras volumétricas superconductoras como imanes que hacen rotar un eje gracias a la repulsión generada por efecto Meissner entre la bobina y el imán superconductor [43].

temente se ha reportado la fabricación de un Magnetocardiograma (MCG) [55, 54] y la compañía Hitachi Ltd. ha desarrollado una versión comercial que utiliza 51 SQUID's colocados en un sólo circuito el cual es utilizado para el diagnóstico de enfermedades del corazón [53].

Existe en la actualidad un enorme interés por desarrollar computadoras cuánticas, en este tema los SQUID sirven como soporte al hardware a través de los dispositivos SFQ (*Single Flux Quantam*), ver Figura (2.10). En estos anillos superconductores el flujo magnético está cuantizado y al aplicar un pulso eléctrico, el estado del flujo puede cambiarse, aparecer o desaparecer dependiendo del estado original, la ausencia de flujo se codifica como cero y la presencia de flujo como uno. Utilizando un arreglo adecuado de estos dispositivos se pueden realizar todas las operaciones lógicas. Una de las ventajas que presentan los SFQ es que el consumo de energía eléctrica es alrededor de $0.1 \mu W$ por puerta lógica, esto es alrededor de cien veces inferior al consumo de energía generado por los circuitos semiconductores [53]. La velocidad de procesamiento también es superior; siendo al menos de $100 GHz$, unas cien veces mayor que la velocidad de procesamiento con semiconductores [53].

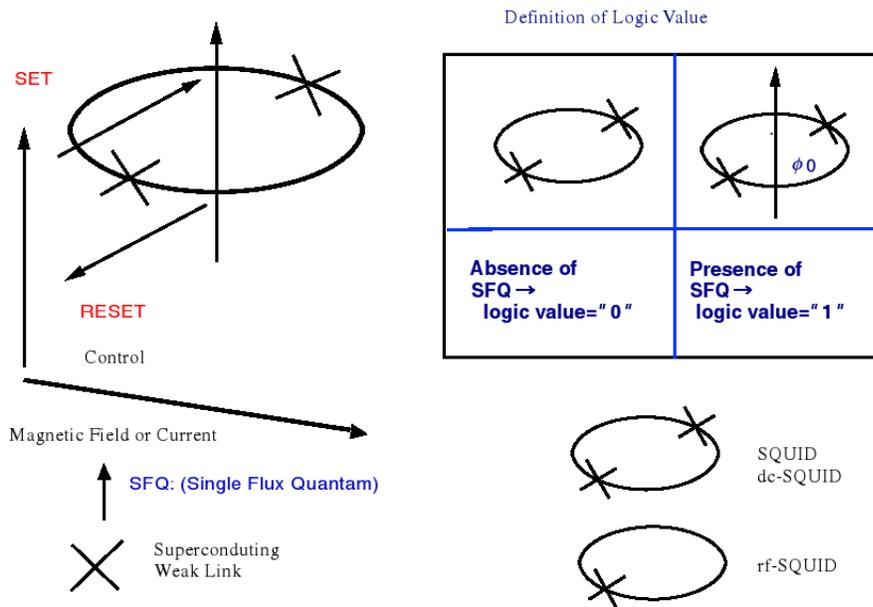


Figura 2.10: Representación esquemática del principio básico de funcionamiento de los circuitos SFQ utilizados como puertas lógicas para computadoras cuánticas. Los círculos representan anillos superconductores y las equis marcadas en ellos representan uniones Josephson. Un pulso eléctrico puede establecer en éstos un flujo magnético elemental, o desvanecerlo dependiendo del estado inicial, un flujo cero se codifica como 0 mientras que un flujo ϕ_0 se codifica como 1. Figura tomada de [53].

Capítulo 3

Elaboración y caracterización de muestras superconductoras

Se elaboraron once muestras volumétricas multigranulares de aleación superconductoras de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ en forma de pastilla circular, a partir de los reactivos Y_2O_3 , $BaCO_3$ y CuO , todos calidad reactivo, aplicando una de las técnicas de Estado Sólido más utilizadas para la fabricación de materiales superconductores, el método CCP (*Conventional Ceramic Process*) [17]. Las muestras obtenidas se caracterizaron, en primer lugar, determinando de forma cualitativa la transición magnética a la superconductividad mediante la observación del efecto Meissner, al hacer interactuar las pastillas con un imán mientras se enfriaban a la temperatura del Nitrógeno líquido y segundo, estudiando el comportamiento eléctrico al medir la resistividad de las muestras con respecto a la temperatura, determinando a su vez la temperatura de transición; finalmente estudiando la distribución y tamaño granular en las muestras utilizando el microscopio electrónico de barrido, modelo JSM-5510 de la marca JEOL, con el que cuenta la Universidad de El Salvador.

Tanto para la elaboración de muestras como para el montaje del sistema de adquisición de datos fue necesario el diseño y fabricación de varios dispositivos, como el molde para las pastillas y un amplificador de instrumentación para las señales de voltaje del termopar y de las pastillas, para las mediciones de resistividad. Se modificaron y acondicionaron algunos equipos existentes en el laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática para el uso particular de este trabajo, como la mufla de fundición, además del uso de los programas

WinDataQ, Origin y SPSS para la adquisición, procesamiento y representación gráfica de los datos.

3.1. Fabricación de muestras

El método CCP de fabricación de polvos superconductores es un método estándar de fabricación de cerámicas [24]; con este método se obtiene una mezcla superconductora en polvo con granos de tamaños del orden de los micrómetros, la homogeneidad de ésta depende fuertemente del proceso de mezcla, tratamiento térmico y macerado, es ampliamente utilizado para producir grandes cantidades de mezcla superconductora [17] la cual se utiliza como materia prima para fabricar películas delgadas, crecer monocristales o muestras macroscópicas policristalinas con una forma geométrica particular -o muestras volumétricas- como en este caso.

El método CCP consiste en mezclar los reactivos precursores, es decir el Y_2O_3 , $BaCO_3$ y CuO ; homogeneizar la mezcla y darle tratamiento térmico en una atmósfera de Oxígeno para integrarlos en formaciones cristalinas de YBCO aglomeradas en gránulos. El tratamiento térmico es el que permite que se forme la estructura cristalina del material y la difusión de átomos de Oxígeno en la red, es el proceso que más tiempo consume en la fabricación de las pastillas y se realizó en tres partes: proceso térmico inicial, proceso térmico intermedio y proceso térmico final. Para darle una forma geométrica definida a las muestras, y poder estudiar sus propiedades, éstas fueron sometidas a una presión de $50,000\text{Lb/pulg}^2$, aproximadamente, en un molde de acero inoxidable al final del proceso térmico intermedio.

En la Figura (3.1) se muestra el esquema general del proceso de fabricación de muestras. En este esquema se aprecian cinco etapas del proceso de fabricación, I Mezcla de reactivos, II tratamiento térmico inicial, III tratamiento térmico intermedio, IV fabricación de pastillas y V tratamiento térmico final.

Los diferentes procesos térmicos fueron realizados en una mufla de fundición marca THERMOLINE modelo FD 1500 M la cual no tiene originalmente entrada para la conexión de algún gas a través de mangueras, de manera que fue necesario hacer algunas modificaciones según se indica en la Figura (3.2).

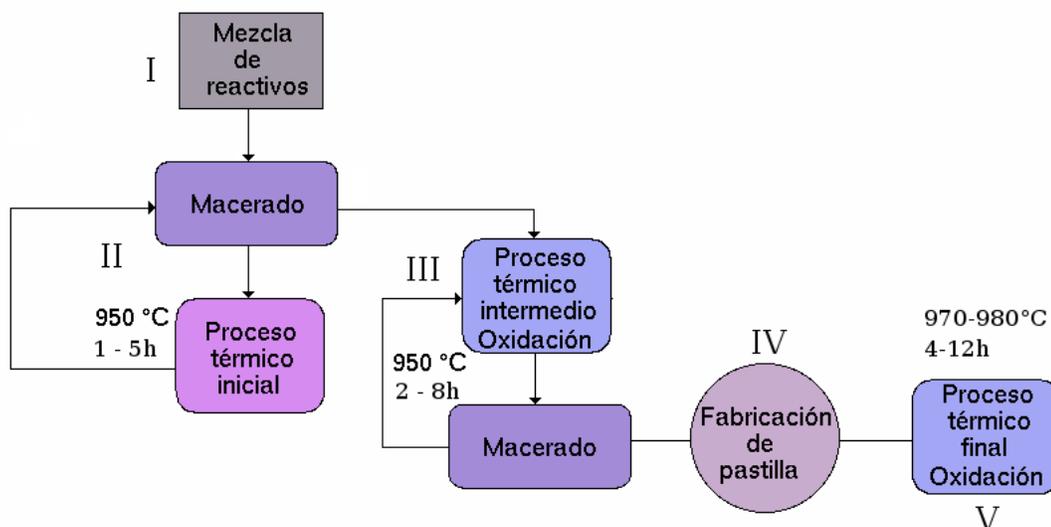


Figura 3.1: Diagrama esquemático del proceso de fabricación de muestras: en el paso I se mezclan los reactivos en las proporciones molares 1:2:3. A continuación, en el paso II, la mezcla recibe un proceso de macerado y es sometida al proceso térmico inicial. En el paso III inicia el proceso térmico intermedio en atmósfera de Oxígeno y se repite el macerado. Los pasos II y III pueden repetirse varias veces, en el paso IV la mezcla es sometida a una presión de $50,000 \text{ Lb/pulg}^2$ en un molde de acero inoxidable para formar las pastillas. Finalmente, en el paso V, las muestras reciben su tratamiento térmico final en atmósfera de Oxígeno con lo cual termina el proceso de fabricación.

3.1.1. Mezcla de reactivos

Luego de limpiar con acetona calidad reactivo todos los instrumentos de trabajo como: las espátulas, los crisoles, el mortero de ágata, los frascos petrie para colocar las muestras y de calibrar la balanza analítica marca SHIMADSU serie AY 120 con una precisión de 0.1 mg , se procedió a pesar y mezclar los reactivos en las proporciones molares 1:2:3, paso I de según la Figura (3.1). Debido a la capacidad del mortero de ágata se utilizó una pequeña cantidad de reactivos porque un exceso de volumen dificultaría el proceso de macerado. Se utilizó el Óxido de Itrio como referencia para medir las proporciones de reactivos de cada serie, cada una de ellas tiene 1.0000 g de Óxido de Itrio y, -según la relación molar que guarda la fórmula $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, 3.4956 g de Carbonato de Bario y 2.1136 g de Óxido de Cobre. El Carbonato de Bario fue colocado al final porque es un material tóxico y se debe de tener el mínimo contacto posible con éste, la lectura final de la balanza debió ser para cada serie de 6.6092 g .

Una vez que se tuvo los reactivos pesados, según la proporción molar, se pulverizaron y mezclaron con el mortero y pistilo de ágata, proceso conocido como macerado, en la cámara de extracción de aire para evitar inhalar alguno de ellos, sobre todo el Carbonato de Bario. Se agregó a los reactivos, una pequeña cantidad de acetona -calidad reactivo- para ayudar a la disolución y mezcla de los componentes, la acetona evita además que se libere polvo al aire. Se mezclaron los reactivos durante al menos una hora hasta obtener una mezcla pastosa homogénea de color gris oscuro, en este punto se le dejó reposar para permitir la evaporación total de la acetona, finalmente se pulverizó la mezcla seca y se colocó en el crisol para iniciar el tratamiento térmico.

3.1.2. Proceso térmico inicial

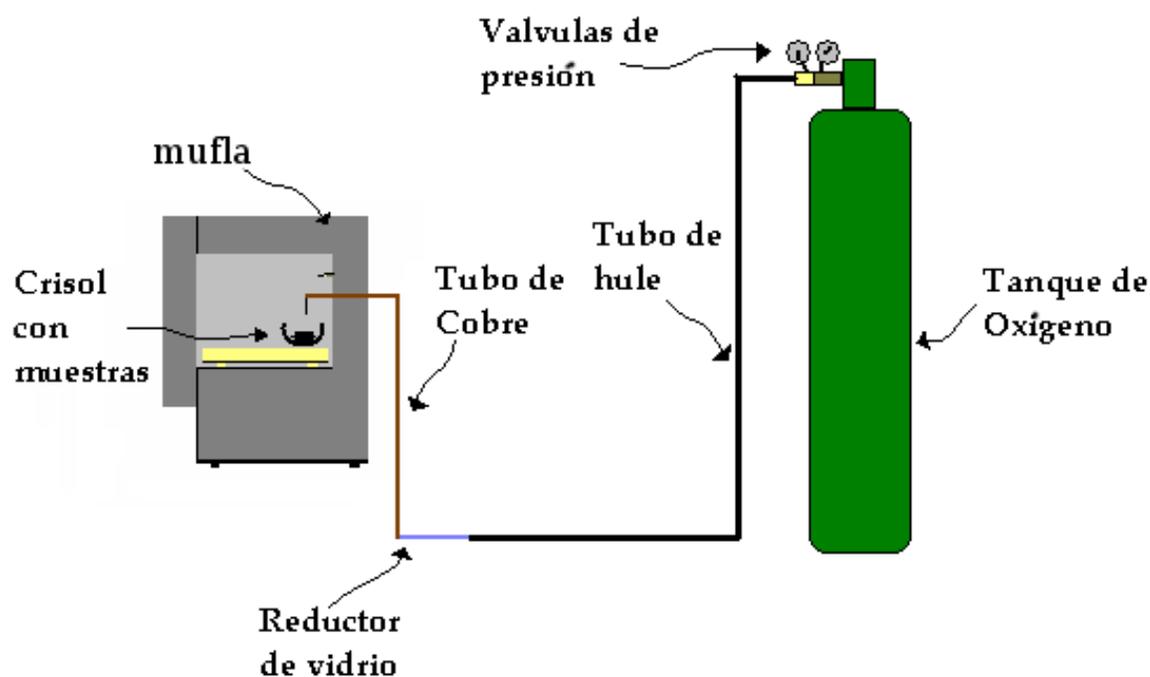


Figura 3.2: Esquema general del sistema de oxidación. La mufla trae en la parte posterior de la carcasa un orificio que se utiliza para colocar un segundo termopar, en ese orificio se colocó un tubo de cobre de 3mm de diámetro y 1m de largo conectado a una manguera de hule mediante un reductor de vidrio.

Este primer proceso térmico, paso II según la Figura (3.1), elimina los carbonatos en la mezcla e inicia la cristalización del material según la ecuación:



La mezcla se colocó en la mufla a una temperatura de $950\text{ }^\circ\text{C}$ durante cinco horas, excepto para la primera serie de muestras la cual recibió un tratamiento térmico inicial de una hora. Al final de este período la mezcla se extrae de la mufla luego de enfriarla de manera libre, con la mufla cerrada, hasta los $200\text{ }^\circ\text{C}$. En la mayoría de los casos se obtuvo una muestra porosa de color negro brillante pero en algunos casos, sobre todo en las primeras series, hubo cierta tonalidad verdosa, ver Figura (3.3). Lo cual significa que los reactivos están mal mezclados y que se estaba formando la fase no superconductora $Y_2BaCu_3O_5$, por lo que el tratamiento inicial se repitió hasta obtener el resultado esperado. Una vez obtenido el resultado esperado la muestra se pulverizó con la ayuda del mortero de ágata y se colocó de nuevo en el crisol para iniciar el proceso térmico intermedio.

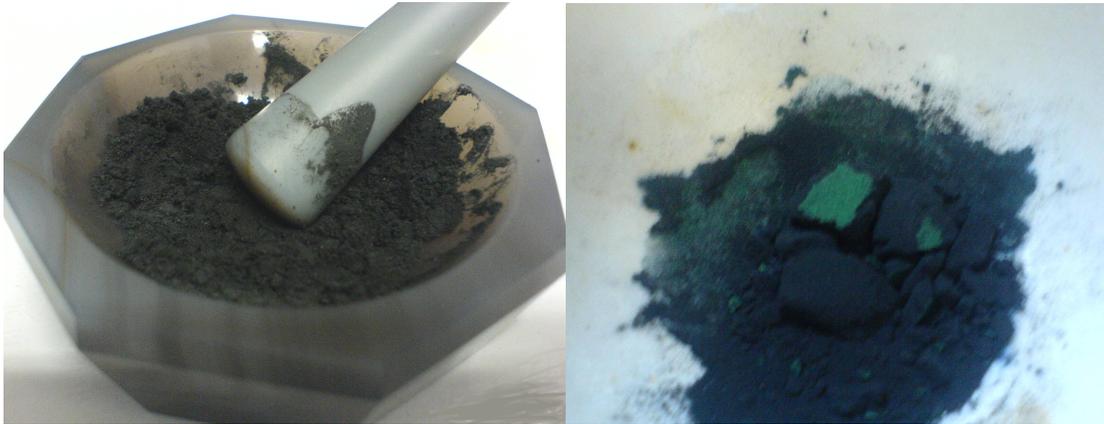


Figura 3.3: A la izquierda se muestra la mezcla esperada al final del proceso térmico inicial, a la derecha la formación de la fase no superconductora $Y_2BaCu_3O_5$ (color verde). Esta fase verde se debe a un mal proceso de mezcla y macerado, en este caso el paso II debe repetirse hasta eliminarla por completo.

En esta etapa, paso II, empieza a formarse el compuesto deseado $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ pero con un déficit de Oxígeno de $\delta = 0.5$ debido a la descarbonatación del Carbonato de Bario expresado en la ecuación (3.1), de manera que fue necesario oxidar la mezcla para obtener valores de $\delta \approx 0$.

3.1.3. Proceso térmico intermedio

En el proceso térmico intermedio, paso III según el diagrama de bloques de la Figura (3.1), la estructura cristalina termina de formarse y empieza el proceso de oxidación de las muestras, la calidad de este proceso depende en gran medida del paso anterior. Este paso puede repetirse varias veces.

En el proceso térmico intermedio la mezcla se sometió a una temperatura de $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ por dos horas para la primera serie, cinco horas para la segunda, tercera y cuarta y ocho horas para la serie cinco. La diferencia con respecto al proceso térmico inicial es que, en este paso, se estableció una presión de Oxígeno dentro de la mufla al llegar a los $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, la cual se mantuvo hasta llegar a los $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ y durante el tiempo correspondiente, en aproximadamente 1.25 psi para la mayoría de las muestras. El proceso de enfriamiento en este caso fue más delicado ya que el flujo de Oxígeno enfría el interior de la mufla y la muestra a una tasa superior a los $500\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{hora}$, lo cual dificulta la formación de la estructura adecuada y puede provocar que la muestra se fracture por el esfuerzo mecánico debido al enorme gradiente de temperatura. La reducción de temperatura se hizo entonces de manera manual, es decir, bajando la temperatura usando los controles de la mufla; $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ cada dos minutos, lo cual nos dio una tasa de descenso de temperatura de $90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{hora}$, mantuvimos esta tasa de descenso hasta los 400°C , temperatura a la cual aumentamos la tasa de descenso a $150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{hora}$. El flujo de Oxígeno fue retirado a la temperatura de 300°C y la mezcla retirada de la mufla luego de ser enfriada hasta temperatura ambiente. Luego de este paso la muestra salía de la mufla más brillante, negra y más dura, ver Figura (3.4); pero se logró pulverizar nuevamente con la ayuda de el mortero de ágata y un poco de acetona. Las muestras se colocaron al final del macerado en un frasco petrie rotulado con la codificación establecida y con la fecha en la cual se terminó el proceso intermedio.

Después de este paso las muestras estaban listas para ser compactadas para darles su forma geométrica definida y convertirlas en pastillas y para aplicarles el último tratamiento térmico con oxidación, ya como pastillas.

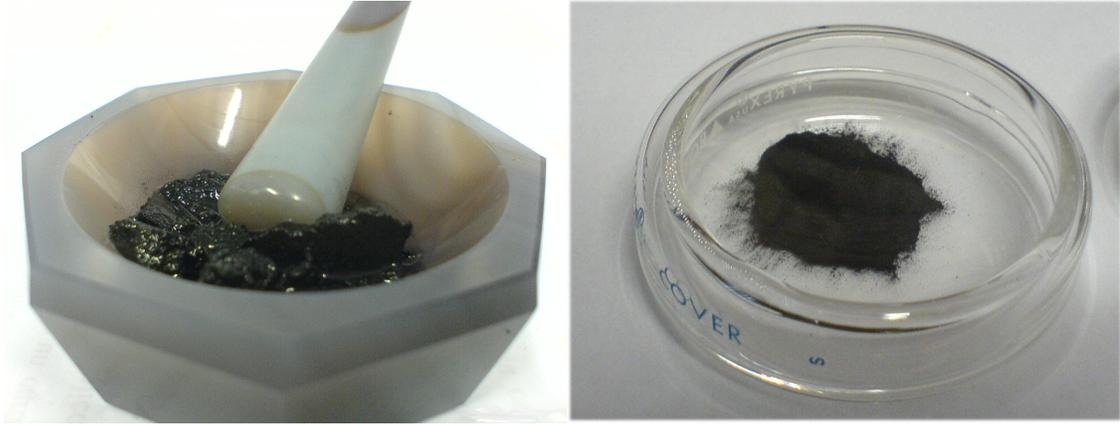


Figura 3.4: A la izquierda se muestra la mezcla, a temperatura ambiente, luego de salir de la mufa; lista para ser pulverizada con un poco de acetona calidad reactivo. A la derecha la mezcla superconductora ya pulverizada y colocada en su respectivo frasco petrie al final del proceso térmico intermedio; lista para iniciar el paso IV.

3.1.4. Elaboración de pastillas

Para la etapa de elaboración de las pastillas, paso IV según el diagrama de bloques de la Figura (3.1), se fabricaron dos moldes de acero inoxidable, de 1.1 *cm* y 2.3 *cm* de diámetro. En la Figura (3.5) se muestra el molde para la pastillas de 2.3 *cm* de diámetro. Se utilizó acero inoxidable porque no reacciona con la mezcla a compactar; además, debía ser capaz de soportar una presión de 50,000*lb/pulg*². Este pastillero fue fabricado por el Lic. Raul Alvarenga y el profesor Tomas Emilio Caprín de la Escuela de Física utilizando el torno marca Colchester modelo Batam 2000 del taller de mecánica de esta escuela.

Para la elaboración de pastillas de 1.1 *cm* de diámetro se pesaron cantidades de mezcla en valores 1.0000 *g*, 0.7000 *g* y 0.5000 *g* obteniendo pastillas de diferentes alturas. Para la elaboración de pastillas de 2.3 *cm* de diámetro se utilizó aproximadamente 6.0 *g* de mezcla. La cantidad necesaria de mezcla para formar una pastilla ya sea de 1.1 o de 2.3 *cm* de diámetro se vertió dentro del molde correspondiente y se compactó con la ayuda de una prensa hidráulica con una carga de 3,700*Kgf*, para las pastilla de 1.1 *cm* de diámetro y de 17,500*Kgf* para la pastilla de 2.3 *cm* de diámetro. Luego cada pastilla se colocó en su respectivo petrie rotulado con la codificación correspondiente e indicando el número de muestra cor-



Figura 3.5: Piezas que conforman el molde para formar las pastillas. Ver valores de las dimensiones de cada pastillero en el anexo AI.

respondiente relativo a una serie, las pastillas fueron además pesadas y medidas sus dimensiones geométricas para luego determinar su densidad.

3.1.5. Proceso térmico final

Las pastillas se colocaron dentro del crisol para aplicarles el último tratamiento térmico, paso V según el diagrama de bloques de la Figura (3.1). Para este paso la temperatura de la mufla se fijó a $970\text{ }^{\circ}\text{C}$, excepto para la T51PR0 M2 que recibió un tratamiento térmico final a $980\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante un período que osciló entre cuatro y doce horas, cuatro horas para las muestras T12PR0 M1 y T12PR0 M2, cinco para las T21PR0, T31PR0, T41PR0 M3 y T41PR0 M4, ocho para las T51PR0 M2 y T51PR0 M3 y doce para la T41PR0 M1, T41PR0 M2 y T51PR0 M1. Esto se hizo con el objetivo de apreciar las diferencias en la propiedades físicas y estructurales entre muestras con diferentes tiempos de oxidación. Se estableció un flujo de Oxígeno a los $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, la presión de Oxígeno se mantuvo aproximadamente constante en 1.25 psi . Luego del período establecido a la temperatura fijada comenzó el proceso de enfriamiento manteniendo siempre el flujo de Oxígeno. La tasa de descenso de temperatura fue de $90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{hora}$ y se hizo de forma manual. Al llegar a los $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ la tasa de descenso de temperatura se aumentó a $150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{hora}$ hasta llegar a temperatura ambiente, el Oxígeno se retiró a los $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

En el cuadro (3.1) se enlistan las pastillas obtenidas y se muestran las temperaturas y los tiempos para los diferentes procesos térmicos con los cuales fueron fabricadas; además, se da la densidad obtenida para cada una de ellas.

Cuadro 3.1: Temperaturas y tiempos de tratamiento térmico (Tt.) para las diferentes etapas de fabricación y la densidad obtenida para cada una de las muestras.

Muestra	Tt. Inicial. ($^{\circ}C$) – (h)	Tt. Intermedio. ($^{\circ}C$) – (h)	Tt. Final ($^{\circ}C$) – (h)	$\rho(g/cm^3)$ $\pm \% \Delta \rho$
T12PR0 M1	950-1	950-2	970-4	4.4 ± 1
T12PR0 M2	950-1	950-2	970-4	4.3 ± 1
T21PR0 M1	950-5	950-5	970-5	3.6 ± 2
T31PR0 M1	950-5	950-5	970-5	4.4 ± 1
T41PR0 M1	950-5	950-5	970-12	4.2 ± 3
T41PR0 M2	950-5	950-5	970-12	3.6 ± 1
T41PR0 M3	950-5	950-5	970-5	4.0 ± 2
T41PR0 M4	950-5	950-5	970-5	3.8 ± 2
T51PR0 M1	950-5	950-8	970-12	4.8 ± 2
T51PR0 M2	950-5	950-8	980-8	4.3 ± 1
T51PR0 M3	950-5	950-8	970-8	4.3 ± 2

3.2. Caracterización de muestras

Luego de la fabricación de las pastillas se procedió a estudiar su transición magnética y eléctrica a la superconductividad además de su estructura y distribución granular. La transición magnética se estudió a través del efecto Meissner, éste indicaría de forma visible si una pastilla en particular presentaba la transición superconductora. La transición eléctrica se estudió utilizando del método de cuatro puntas para determinar cómo varía la resistividad eléctrica con respecto a la temperatura al someter a la pastilla a la temperatura del Nitrógeno líquido, en esta prueba se buscó identificar, con el mejor grado de precisión posible, la temperatura de transición a la superconductividad del material; es decir, su temperatura crítica, así como el ancho de transición el cual se define aquí como el valor de temperatura que debe descender una muestra para reducir su resistividad en un 90 % luego que inicia la transición.

Se Analizó la distribución granular de las muestras para comparar los tamaños de grano y las distancias de separación granular entre muestras por medio de microscopía electrónica de barrido, con el fin de correlacionar estos datos con el comportamiento presentado en las gráficas de resistividad vs temperatura, así como verificar las diferencias en la textura de las muestras con diferentes tiempos de oxidación.

3.2.1. Determinación de la transición magnética

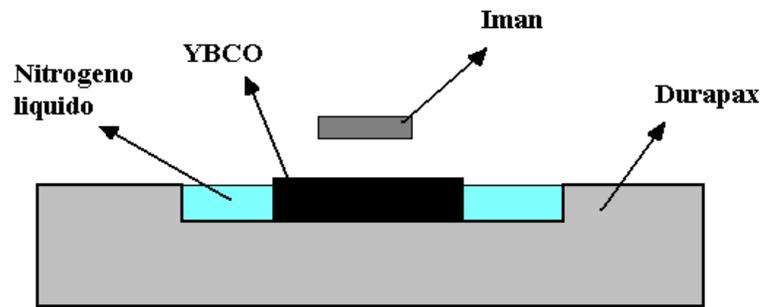


Figura 3.6: Montaje utilizado para realizar la prueba cualitativa. La muestra se colocó dentro del pozo y sobre ella el imán, luego se llena el pozo con Nitrógeno líquido esperando observar que el imán levite sobre la pastilla.

En esta prueba se estudió una de las propiedades más importantes de un superconductor, el efecto Meissner, que es un efecto cuántico apreciable a nivel macroscópico, el material experimenta una transición magnética, en este caso el YBCO experimenta una transición de antiferromagnético a diamagnético perfecto. El objetivo de esta prueba fue el de observar si las pastillas podían hacer levitar un pequeño imán de aleación de Niobio-Hierro-Boro. En caso de que el imán levitara sobre la pastilla, esto verificaría la transición magnética y por ende que la muestra en cuestión experimenta transición a la superconductividad.

Se colocó la muestra a estudiar en un recipiente especial de durapax y sobre ésta se colocó el imán, luego vertimos poco a poco Nitrógeno líquido. Antes de esto se dejó que un poco del vapor del Nitrógeno líquido hiciera contacto con el material, tratando de evitar un cambio demasiado brusco de temperatura lo cual

puede fracturar la pastilla y dejarla inutilizable para la medición de la resistividad y el análisis microscópico. Luego se dejó que la pastilla alcanzara el equilibrio térmico con el Nitrógeno líquido, cuando la temperatura de la muestra alcanzara su valor de transición, el imán debía desprenderse de la pastilla y levitar debido a la transición magnética de antiferromagnética a diamagnética que sufren las muestras superconductoras al decender su temperatura hasta T_c .

3.2.2. Medición de la transición eléctrica a la superconductividad

Se estudió el comportamiento eléctrico de las muestras al descender su temperatura hasta la temperatura del Nitrógeno líquido, midiendo la resistividad del material y determinando su temperatura crítica de transición a la superconductividad; para ésto se utilizó un arreglo de cuatro puntas en la pastilla, la temperatura se midió con un termopar tipo K referenciado a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. En la Figura (3.7) se muestra el montaje general para la medición de las curvas de resistividad vs temperatura de las muestras.

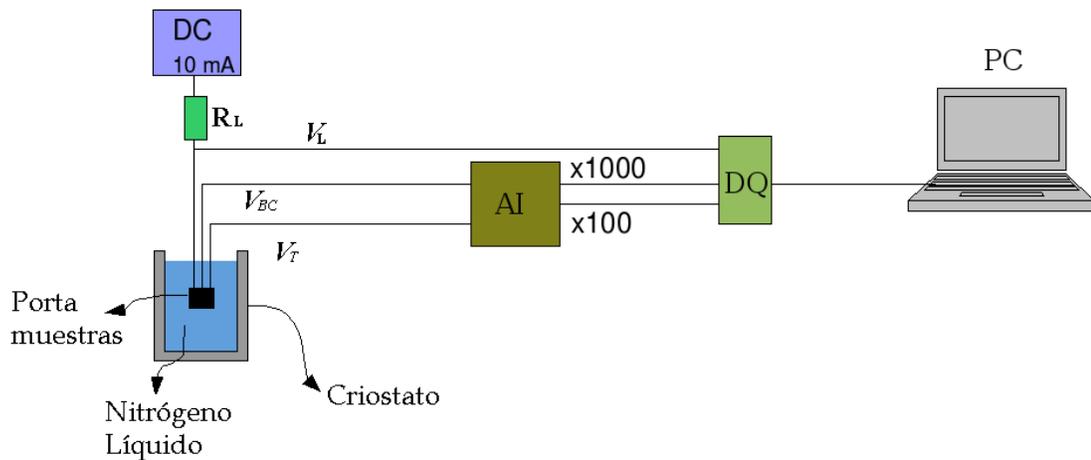


Figura 3.7: Montaje general para la medición de la resistividad con respecto a la temperatura: El bloque DC representa la fuente de corriente conectada en serie con R_L , la resistencia de carga, y la muestra. Las señales V_{BC} y V_T , voltaje de la muestra y del termopar respectivamente, pasan por el amplificador de instrumentación AI, luego las señales amplificadas son registradas, junto con V_L , por el sistema de adquisición de datos, bloque DQ, el cual digitaliza las señales y las pasa a la PC para ser procesadas.

Método de cuatro puntas

El método de cuatro puntas para medir resistividad consiste en establecer una corriente eléctrica entre dos puntos extremos en la superficie de la muestra y medir la corriente inyectada y la caída de potencial entre dos puntos intermedios a los bornes de inyección. En este método se considera a la muestra como un apilamiento de capas homogéneas delgadas de material y la resistividad es calculada utilizando el método de imágenes al determinar los factores de corrección superficial $C[d, s]$ y volumétrico $F[w, s]$ según su geometría [15]. La diferencia de potencial V_{BC} medida entre los pines de lectura, Figura (3.8), es dividida entre la corriente eléctrica I_S que pasa por la muestra y multiplicada por los factores de corrección superficial y volumétrico para determinar la resistividad según la ecuación (3.2). En las Figuras (3.8) se muestra el diagrama del circuito utilizado para el método de cuatro puntas y la disposición de los pines de inyección de corriente (A-D) y de lectura (B-C) en la pastilla.

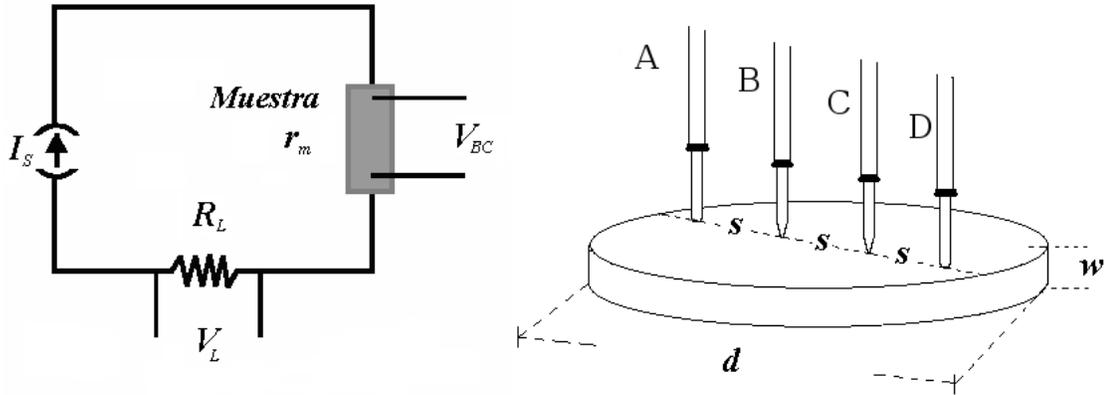


Figura 3.8: A la izquierda: el circuito para determinar la resistividad de la muestra superconductor por medio del método de cuatro puntas. I_S , r_m , V_{BC} , R_L y V_L representan la corriente del sistema, la resistencia de la muestra, la caída de potencial de la muestra, la resistencia de carga y la caída de potencial de la resistencia de carga, respectivamente. A la derecha se muestra la disposición de las cuatro puntas en la pastilla, se establece corriente eléctrica I_S entre los pines A-D y se mide la caída de potencial debido a r_m en los pines B-C. La separación s entre los pines es de $3mm$, d y w son el diámetro y la altura de las pastillas respectivamente.

La corriente inyectada a la pastilla varió entre $10mA$ y $50mA$ dependiendo de la resistencia de la pastilla a temperatura normal, este valor de corriente varía con

la temperatura de la muestra por lo que fue necesario medirla simultáneamente con el voltaje V_{BC} . Con el valor de voltaje V_{BC} obtenido, se calculó la resistividad eléctrica de la pastilla según la ecuación (3.2) [15].

$$\rho_m = wC[d, s]F[w, s]V_{BC}/I_s \quad (3.2)$$

En la ecuación (3.2) w es el grosor de las muestras. Los factores de corrección superficial $C[d, s]$ y volumétrico $F[w, s]$ son calculados según las ecuaciones (3.3) y (3.4) respectivamente, I_s es la corriente en el sistema, la cual se registró indirectamente midiendo la caída de potencial en una resistencia fija R_L conectada en serie con el sistema de alimentación de corriente de la pastilla. Ver Figura (3.8). Esta corriente se calcula según la ecuación (3.5).

$$C[d, s] = \frac{\pi}{\left(\ln 2 + \ln \left(\frac{(d/s)^2 + 3}{(d/s)^2 - 3} \right) \right)} \quad (3.3)$$

$$F[w, s] = \sum_{n=1}^{n=4} f_n [w/s]^n \quad (3.4)$$

Donde f_n representa los coeficientes del polinomio obtenido para el factor de corrección superficial. La ecuación (3.4) se obtiene interpolando los datos de la tabla III del trabajo de F. M. Smits sobre los factores de corrección para la resistividad para diferentes geometrías según el método de cuatro puntas [15]. Los valores de f_n se dan en el cuadro (3.2).

$$I_s = V_L/R_L \quad (3.5)$$

Portamuestras

Se fabricó una punta de prueba usando como base un cilindro de Aluminio de 1.3 *cm* de diámetro y 30.0 *cm* de largo. En una de las puntas del cilindro se elaboró la base de las pastillas y el termopar usando una troqueladora para darle forma de una superficie plana rectangular del ancho del cilindro y de unos 2.0 *cm* de largo. Se utilizó aluminio para la punta de prueba debido a sus propiedades de

Cuadro 3.2: Coeficientes f_n utilizados para determinar $F[w/s]$.

f_n	Valor
f_1	0,9244
f_2	0,3541
f_3	-0,4658
f_4	0,1081

buen conductor térmico y a su baja densidad lo cual hace el montaje liviano y fácil de manejar.

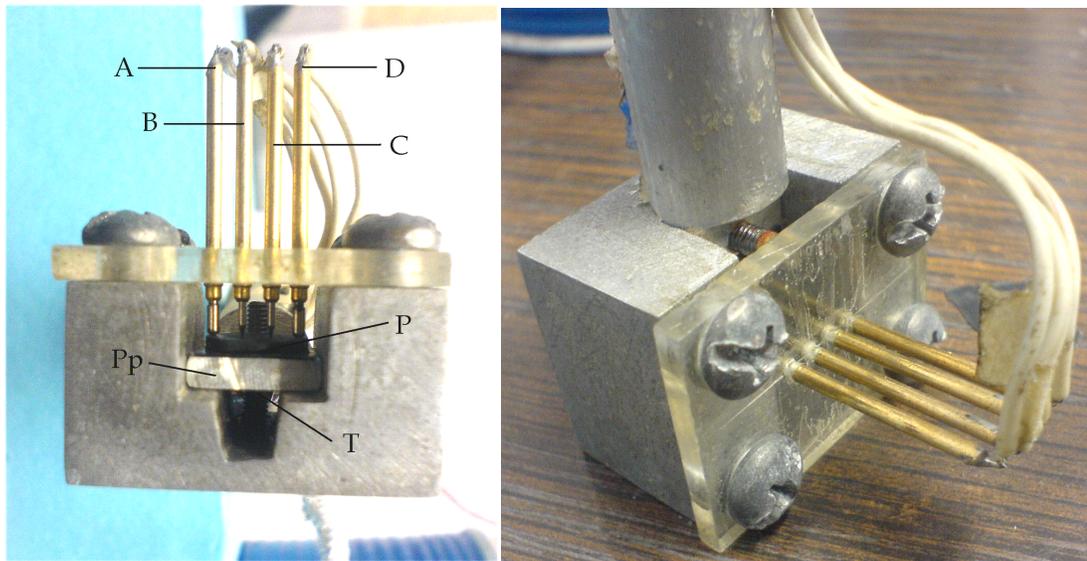


Figura 3.9: Portamuestra fabricado para la medición de la resistividad vs temperatura de las muestras, a la izquierda se observa la disposición de los cuatro pines A, B, C y D en la pastilla. P, T y Pp son la pastilla, el termopar y la punta de prueba respectivamente. A la derecha, una vista del montaje.

Para fijar los contactos de las cuatro puntas a la pastilla se fabricaron dos piezas, una de acrílico y otra de Aluminio. En la pieza de acrílico se colocaron los pines especiales, los cuales tienen en su interior resortes para aplicar diferentes niveles de presión sobre la pastilla. En la Figura (3.9) se muestra la disposición de los pines en el acrílico y la pieza de Aluminio, toda esta armazón forma el porta muestras para la prueba cuantitativa.

Medición de la temperatura

Para medir la temperatura de la muestras se utilizó un termopar tipo K , el cual fue colocado justamente detrás de la pastilla, separado por la punta de prueba, se aplicó una delgada capa de esmalte para aislarlo eléctricamente de la estructura de aluminio de la punta de prueba. Se utilizó una referencia clásica para el termopar utilizando un criostato para colocar la puntas de referencia en una mezcla de hielo y agua, aproximadamente a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se utilizaron las tablas ITS-90 de conversión de voltaje a temperatura, para el termopar tipo K , para definir una ecuación en el rango de los $77K$ a los $273K$. Dicha ecuación es la siguiente:

$$T_m = \sum_{n=1}^{n=6} a_n V_T^n \quad (3.6)$$

Los valores de los coeficientes a_n para esta ecuación se muestran en el cuadro (3.3).

Cuadro 3.3: Coeficientes a_n utilizados en la ecuación del termopar

a_n	Valor $^{\circ}\text{C}/\text{Volt}^n$
a_1	24432,25
a_2	-2719826,06
a_3	-1872215635,5
a_4	-744172684416
a_5	-129817926402048
a_6	$-8,8367098 \times 10^{15}$

Amplificación de las señales de voltaje de resistividad y temperatura

Para medir simultáneamente resistividad y temperatura se utilizó el sistema de adquisición de datos DATA Q DI-148U el cual posee una tasa de muestreo de 240 datos/seg repartidos en ocho canales, se utilizaron solamente tres, sin embargo este sistema sólo puede percibir cambios de voltaje superiores a $19mV$ y en este caso los valores de voltaje registrados fueron de $5mV$ máximo, para el termopar, y de $200\mu V$ máximo para la pastilla, por lo que fue necesario el uso de un amplificador de

instrumentación para cada señal. Para la construcción del amplificador se utilizó el circuito integrado INA114, amplificador de instrumentación. Las características de este amplificador hicieron posible obtener una señal de bajo ruido y poca variación de voltaje por cambios en la temperatura debido a que posee un factor de rechazo de ruido en modo común (RRMC) [6] de 115Db , a una ganancia de 1000, un voltaje de offset de $50\mu\text{V}$ y una variación de offset con respecto a la temperatura de apenas $0.25\mu\text{V}/^\circ\text{C}$. En la Figura (3.10) se muestra el diagrama del circuito utilizado.

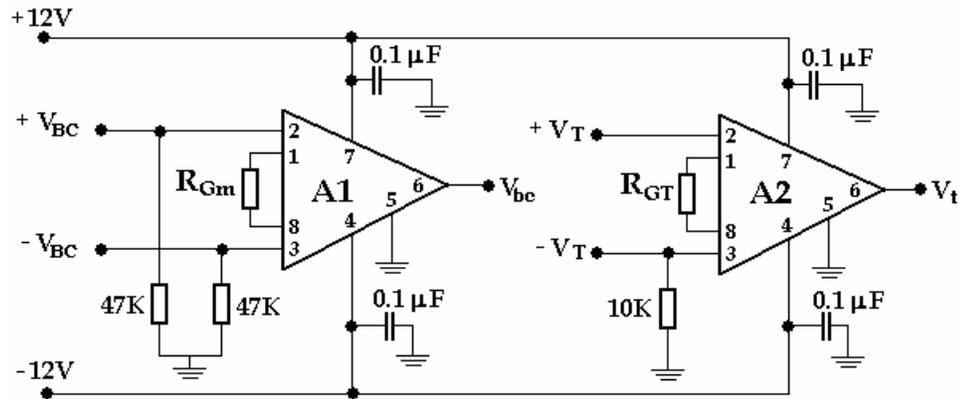


Figura 3.10: Diagrama del circuito amplificador: A1 es el amplificador de instrumentación para el voltaje proveniente de la muestra y A2 es el amplificador para el voltaje del termopar, R_{Gm} y R_{GT} son las resistencias de ganancia de la muestra y del termopar respectivamente. Debido a las impedancias de las fuentes de señal, es decir termopar y pastilla, fue necesario establecer trayectorias de drenaje de corriente proporcionado por dos resistencias de $47\text{K}\Omega$ conectadas a tierra para la pastilla y una resistencia de $10\text{K}\Omega$ conectada a tierra para el termopar.

La ganancia en este amplificador se calcula con la ecuación, según su hoja técnica mostrada en el anexo AII:

$$G = 1 + 50\text{K}\Omega/R_G \quad (3.7)$$

donde R_G es la resistencia de ganancia mostrada en la Figura (3.10) como R_{Gm} para el voltaje de la muestra y R_{GT} para el voltaje de termopar.

Los voltajes V_{BC} y V_T son los valores de salida de la muestra y del termopar respectivamente, éstos fueron amplificados por el amplificador de instrumentación por un factor de 1000 y de 100 respectivamente. Los valores registrados por el sistema de adquisición de datos son V_{bc} y V_t . V_{BC} y V_T pueden obtenerse a partir de los valores medidos por el DATA Q DI-148U según las ecuaciones:

$$V_{BC} = V_{bc}/G_m \quad (3.8)$$

$$V_T = V_t/G_T \quad (3.9)$$

A su vez, G_m y G_T se calculan según la ecuación (3.7). Estas ecuaciones se utilizan para encontrar ρ_m y T_m en términos de las variables medibles del experimento, así:

$$\rho_m = wF[w, s]C[d, s] \frac{V_{bc}R_{Gm}R_L}{(R_{Gm} + 50K\Omega)V_L} \quad (3.10)$$

$$T_m = \sum_{n=1}^{n=6} a_n \left[\frac{V_t R_{GT}}{(R_{GT} + 50K\Omega)} \right]^n \quad (3.11)$$

R_{Gm} y R_{GT} son la resistencias de ganancia para el amplificado de cada señal. Los valores de voltaje V_{ab} , V_t y V_L con los cuales se determina la resistividad, temperatura y corriente del sistema respectivamente, fueron medidos simultáneamente por el sistema de adquisición de datos.

Realización del experimento

Las pastillas fueron colocadas en la punta de prueba sobre una capa de mica para aislarla eléctricamente de la estructura de Aluminio. Se colocó sobre la pastilla los cuatro pines de prueba, los cuales la presionaron y fijaron; luego el portamuestra fue introducido lentamente al criostato con Nitrógeno líquido hasta un cuarto de su capacidad. En la Figura (3.11) se muestra el montaje de las pastillas.

Se procedió a grabar la lectura registrada por el sistema de adquisición de datos, la muestra hizo contacto con el Nitrógeno líquido y se dejó reposar dentro para que llegara al equilibrio térmico con éste, luego de al menos 30s se suspende el registro. Luego del proceso de recolección de datos en el enfriamiento, se procedió a tomar datos en el proceso inverso. Se inició el registro de los valores, por el sistema de adquisición de datos, estando la muestra aún dentro del criostato con Nitrógeno; luego se retiró lentamente del interior y se sacó completamente del criostato para que se calentara de forma natural con el ambiente, el tiempo necesario para esta recolección de datos fue de al menos 40s. Esta secuencia enfriamiento-calentamiento

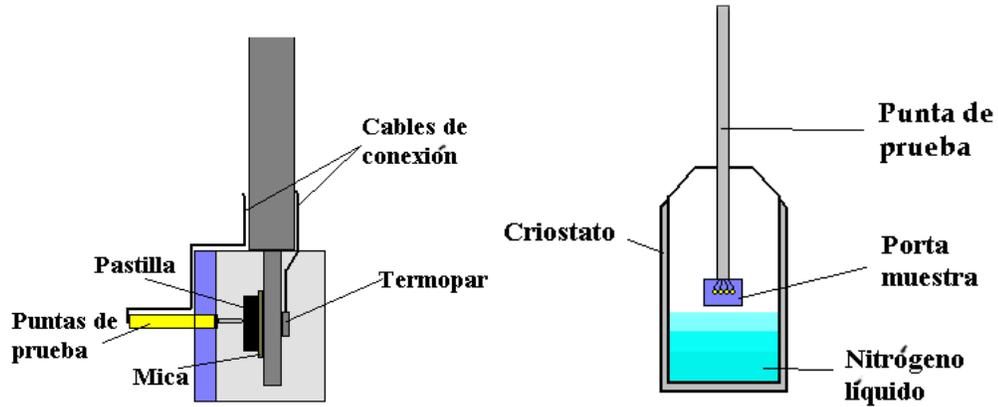


Figura 3.11: Disposición de la pastilla en el porta muestras y del porta muestras en el criostato con Nitrógeno al momento de la toma de datos.

fue realizada al menos treinta veces para cada pastilla y los archivos guardados en una carpeta para cada una de ellas, para luego ser procesados. Hay que hacer notar que la tasa de muestreo del sistema de adquisición de datos fue ochenta datos por segundo por canal, de manera que para cada serie de muestreo obtuvimos al menos tres mil datos para procesar.

Los datos de las sesiones de muestreo se guardaron como formato de texto, y luego se abrieron desde Excel para determinar los voltajes sin amplificación y convertirlos, además, en las magnitudes físicas que representan utilizando las ecuaciones para la resistividad (3.10), la temperatura (3.11) y la corriente (3.5), respectivamente. Luego de obtener la magnitudes deseadas, los datos fueron leídos desde el programa SPSS y Origin para su análisis estadístico y para obtener la gráficas de resistividad contra temperatura. Con la ayuda de los gráficos se pudo identificar la temperatura de transición y el cambio en la resistividad debido a la transición a la superconductividad.

3.2.3. Análisis de la distribución granular

Se determinó el tamaño, separación y distribución de los gránulos que conforman las muestras para relacionarlos con el proceso de fabricación y con el comportamiento eléctrico mostrado en la gráficas de $\rho(T)$, analizando la morfología de las muestras

obtenidas por medio de microscopía electrónica de barrido o SEM (*Scanning Electron Microscopy*), para esto utilizamos el microscopio electrónico modelo JSM-5510 de la marca JEOL con el que cuenta el Centro de Investigaciones y Desarrollo en Salud (CENSALUD) de la Universidad de El Salvador. Este microscopio tiene una resolución de 5 nm a 30 KV con un rango de voltaje de aceleración de 0.5 a 30 KV y un rango de magnificaciones de $18\times$ a $300,000\times$. En la Figura (3.12) se muestra el diagrama de bloques del microscopio y en la Figura (3.13) el microscopio utilizado señalando las partes más importantes involucradas para este estudio.

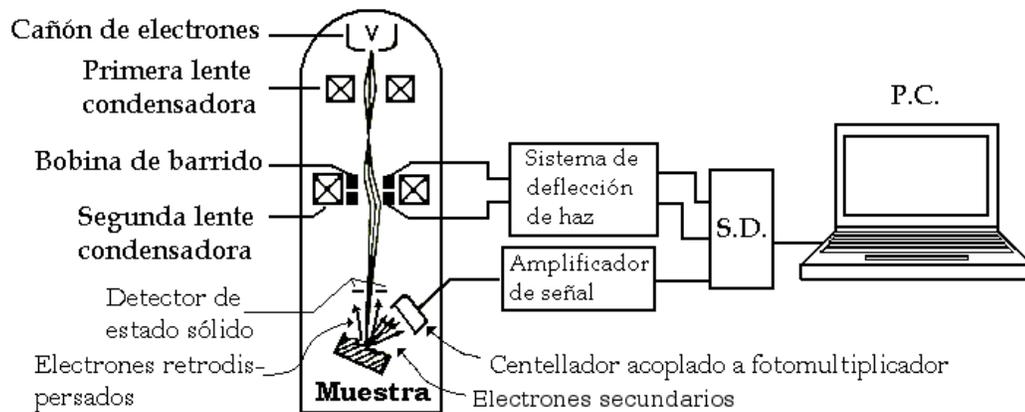


Figura 3.12: Descripción esquemática del funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido. Un haz es emitido desde el cañón de electrones y pasa por la primera lente condensadora que lo enfoca hacia la segunda lente, ésta a su vez lo enfoca hacia la muestra, la bobina de barrido desplaza el haz sobre la superficie de la muestra. La interacción del haz con la muestra produce, entre otras cosas, electrones secundarios y retrodispersados con información de la superficie, estos electrones son registrados por el detector de estado sólido, para el caso de los retrodispersados y por el centellador acoplado a un fotomultiplicador para el caso de los electrones secundarios. Luego se amplifica la señal producida para poder ser leída por un sistema digitalizador (S.D.), las señales son procesadas en la computadora (P.C.) para obtener la imagen que puede ser editada y almacenada. Figura tomada de [28].

El microscopio electrónico de barrido es una poderosa herramienta de análisis al servicio de la ciencia, particularmente de la Física, la Biología y la Ciencia de Materiales, éste permite obtener imágenes de la morfología superficial de un espécimen determinado con una amplificación y resolución superior a las obtenidas por un microscopio óptico, gracias a que aprovecha las propiedades ondulatorias de los electrones las cuales permiten controlar su longitud de onda en virtud de la

energía que poseen, por lo que es posible obtener longitudes de onda mucho más corta que las de la luz visible. Se sabe que el poder de resolución de un microscopio está dado aproximadamente por la mitad de la longitud de onda que se emplee para formar la imagen [28], la resolución se define como la mínima distancia de separación entre dos objetos, a la cual aparecen todavía como dos entes diferentes [28]. En un microscopio electrónico la longitud de onda λ es controlada por el voltaje aplicado al filamento del cañón de electrones, mostrado en la Figura (3.12), según la ecuación (3.12). Para efectos de comparación un microscopio óptico que utiliza luz ultravioleta, tiene una amplificación máxima de 2000x y puede distinguir dos objetos separados a una distancia de 100 *nm* [18], mientras que, como ya se mencionó, el microscopio utilizado en este trabajo permite amplificar imágenes hasta 300,000x y posee una resolución de 3.5 *nm*.

$$\lambda = 12,26V^{-1/2} \quad (3.12)$$

Un microscopio electrónico de barrido posee, además, la característica de que las imágenes que se obtienen, poseen un efecto más pronunciado de profundidad, esto se debe a que los electrones tienen mayor capacidad de penetrar las muestras que un haz de luz. La profundidad de foco de un microscopio de barrido es de 200 μm , por ejemplo, mientras que para un microscopio óptico es de solamente 2 μm . Este efecto da una impresión tridimensional a las imágenes lo que permite analizar mejor la distribución cristalográfica o granular de las muestras.

Si bien es cierto que el poder de amplificación, resolución y profundidad de foco de un microscopio electrónico es superior al de un óptico, esta no es la única ventaja que ofrece ya que cuando el haz de electrones interactúa con la muestra se generan varios tipos de señales que, al ser registradas con los detectores adecuados, permiten hacer una caracterización física y química de la misma. Esta interacción produce electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, Auger, transmitidos y rayos X característicos. Los electrones retrodispersados y secundarios dan información sobre la superficie de la muestra por lo que se utilizan para analizarla topográficamente, los electrones absorbidos permiten medir su resistividad, los Auger y los rayos X

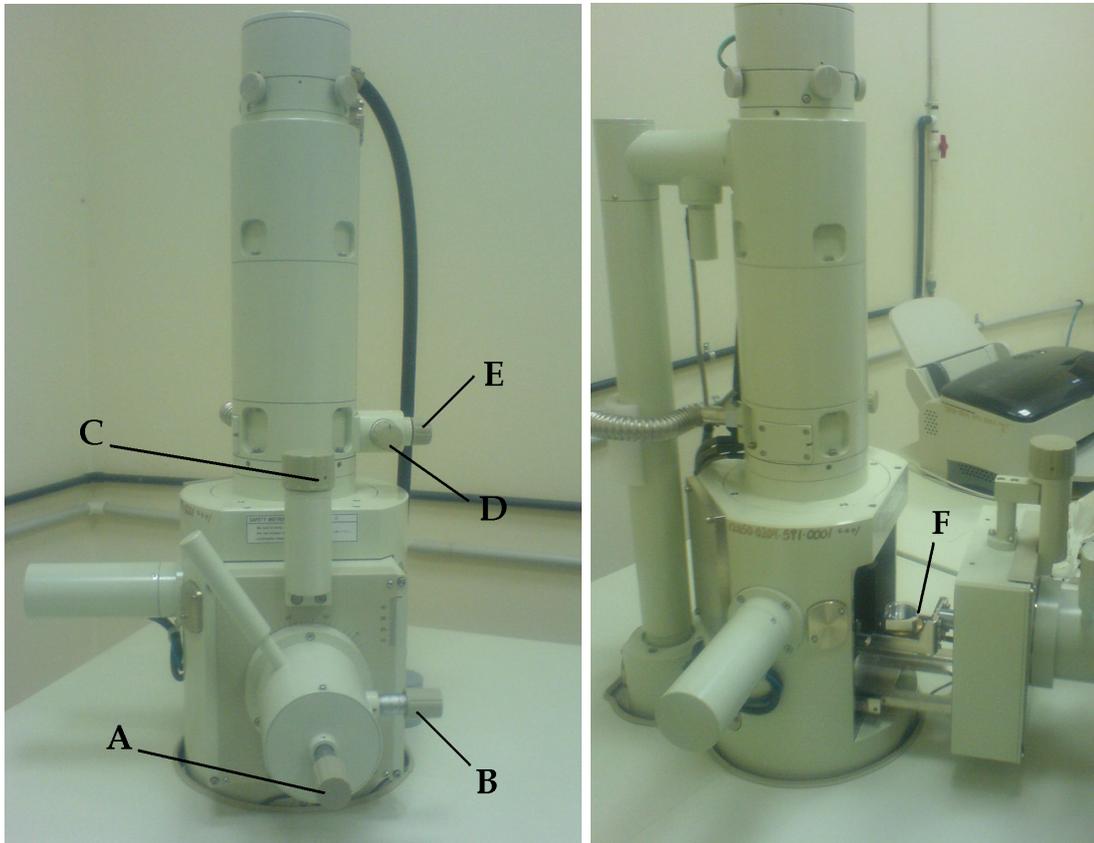


Figura 3.13: Partes más importantes de manejo de muestras y control de imagen del microscopio electrónico JSM-5510 utilizadas para este trabajo. A: Rotación portamuestra, B: Desplazamiento horizontal de portamuestra, C: Enfoque manual, D: Corrección manual de astigmatismo en x, E: Corrección manual de astigmatismo en y, F: Portamuestras.

característicos dependen de la composición química de la muestra permitiéndonos, por lo tanto, realizar un análisis químico de ella. Los electrones transmitidos son utilizados por el microscopio electrónico de transmisión para estudiar la cristalografía de la muestra.

En el microscopio electrónico de barrido, un cañón de electrones dispara un haz que atraviesa una serie de lentes electromagnéticas de condensación las cuales lo enfocan hacia la muestra produciendo las interacciones antes mencionadas, una lente electromagnética no es más que una bobina con una configuración tal que concentra un haz de electrones dispersos, en un punto determinado, como se muestra en la Figura (3.14). Este haz barre la superficie de la muestra en estudio, controlado por el sistema de deflección, con una sección transversal de $\sim 1 \text{ nm}$ y genera

una imagen punto a punto de ella, ver Figura (3.12). Los electrones emitidos en un punto son recolectados por el detector de estado sólido, para el caso de los electrones retrodispersados, y por un centellador acoplado a un fotomultiplicador para los electrones secundarios, ver Figura (3.15). Luego estos electrones pasan a un preamplificador y las señales obtenidas se someten a un proceso de digitalización, luego son introducidas a la P.C. para ser procesadas e interpretadas, con lo cual se establece una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del punto correspondiente en la pantalla de la P.C.. Si se repite esta operación varias veces y empezamos a barrer la muestra, esa imagen punto a punto representará las características topográficas de la superficie de ésta, de manera que la imagen en la pantalla de salida de un microscopio electrónico de barrido, es un mapa de las intensidades de los electrones emitidos por la superficie de la muestra en estudio.

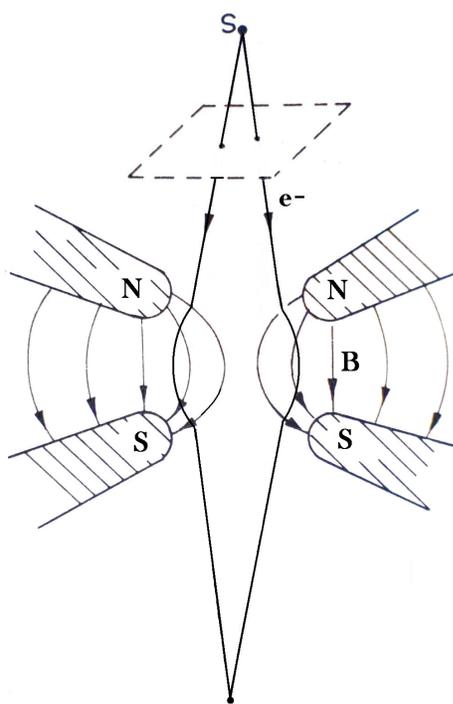


Figura 3.14: Una lente magnética desvía un haz de electrones dispersos, en virtud de su carga y velocidad, que provienen de una fuente S ubicada antes del foco de tal manera que concentra el haz en un punto luego de atravesarla, similar, en este caso, al efecto causado por una lente convergente a un haz de luz. Figura tomada de [27].

El haz penetra la muestra y la interacción con la misma se distribulle en un volumen que aumenta con la energía del haz y decrece con el número atómico promedio de ésta, generando señales que contiene diferente información dependiendo de la profundidad de procedencia. Los electrones retrodispersados provienen de una región que se encuentra a $0.5 \mu m$ de la superficie, mientras que los secundarios solo logran penetrar unos $5 nm$, de manera que la resolución que se logra con los electrones secundarios para formar imágenes de la superficie es superior a la obtenida con los electrones retrodispersados por lo que, generalmente, estos son los que se utilizan para la formación de imágenes de la superficie de las muestras a estudiar. Sin embargo debido a que los electrones retrodispersados provienen de una mayor profundidad estos se utilizan para dar el efecto de profundidad a las imágenes.

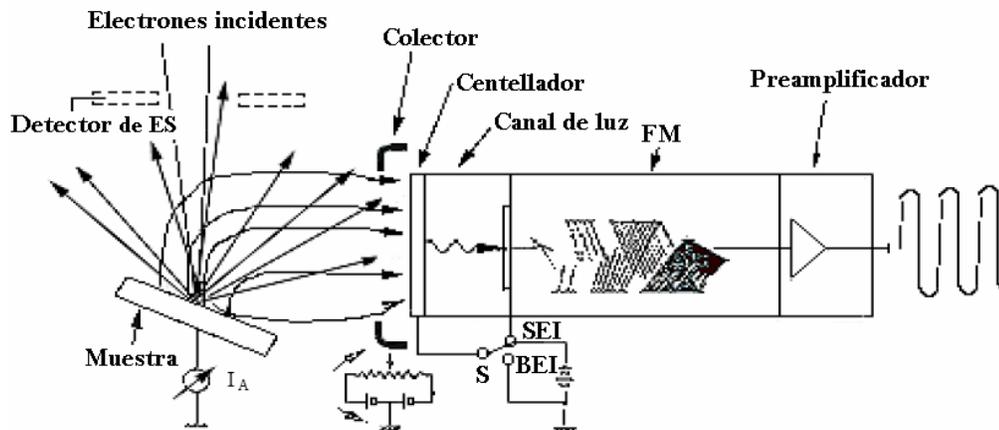


Figura 3.15: Proceso de captura y amplificación de los electrones secundarios y retrodispersados utilizados para la formación de imágenes de la topografía de la muestra. Los electrones retrodispersados son registrados por el detector de estado sólido o ES, mientras que los electrones secundarios son guiados hacia el colector de un centellador de plástico que, por la excitación provocada por el electrón, emite un fotón el cual colisiona con una serie de ánodos a un alto voltaje, que por efecto fotoeléctrico, produce electrones los cuales son registrados al final del fotomultiplicador FM. SEI y BEI son las señales de los electrones secundarios y de los retrodispersados, respectivamente.

Procedimiento para la captura de imágenes

Las muestras fueron estudiadas en tres diferentes regiones de un corte transversal en la parte central de las mismas para determinar si existen diferencias en la homogeneidad, según se muestra en la Figura 3.16, a magnificaciones de 250x, 600x

y 1200x, sin embargo se tomaron imágenes a magnificaciones superiores en los casos en los que se pudo apreciar estructuras cristalinas definidas.

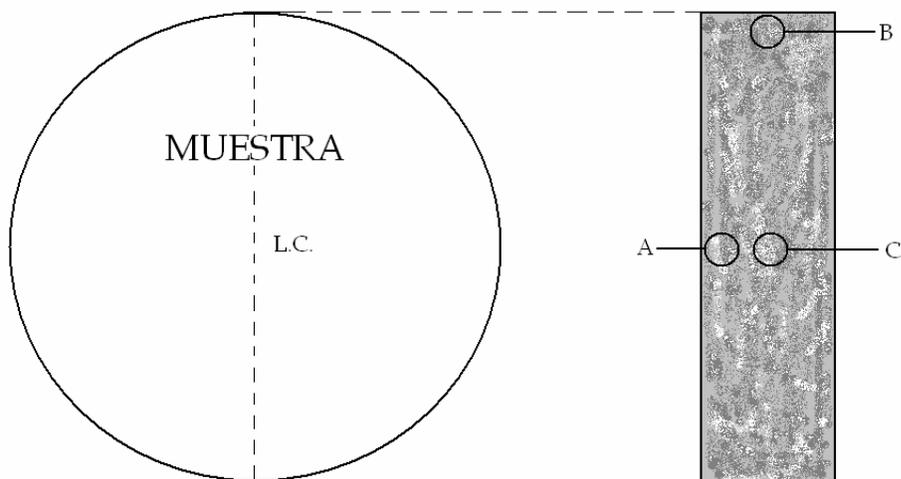


Figura 3.16: Regiones A, B y C estudiadas por SEM a magnificaciones de 250x, 600x y 1200x, en la sección transversal de las pastillas, L.C. es la línea de corte.

Las muestras recibieron un tratamiento de limpieza con acetona calidad reactivo para eliminar impurezas en la superficie y fueron colocadas con pegamento conductor a los portamuestras cilíndricos de bronce del microscopio, este equipo JSM-5510 permite analizar hasta cuatro muestras a la vez, en la Figura (3.17) puede apreciarse el montaje de cuatro muestras listas para el análisis.

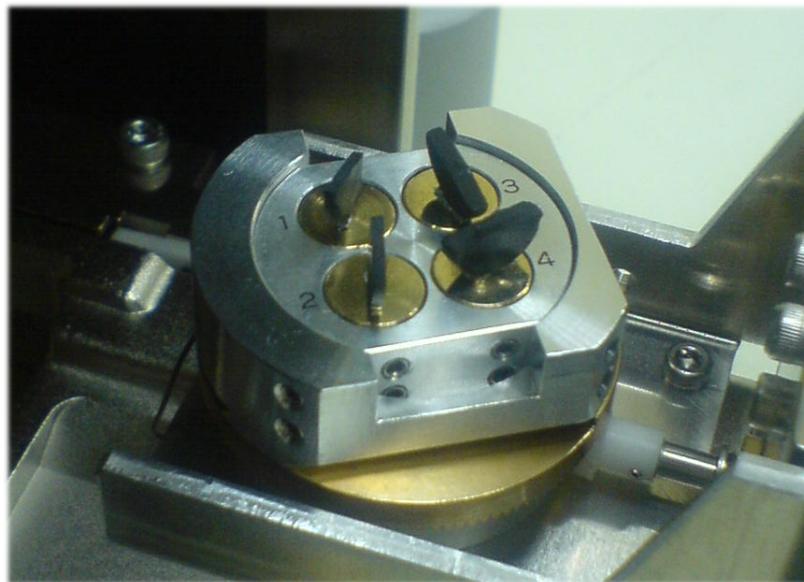


Figura 3.17: Portamuestras del microscopio electrónico con cuatro pastillas listas para la captura de micrografías.

Capítulo 4

Discusión de resultados

Según el análisis por microscopía electrónica, las muestras obtenidas son policristalinas con gránulos con tamaños del orden de los micrómetros. A través de la observación del efecto Meissner se determinó que todas las muestras elaboradas presentan transición a la superconductividad ya que en todas ellas se verificó la transición magnética. Las gráficas $\rho(T)$ obtenidas en la prueba eléctrica mediante el método de cuatro puntas dan como resultado temperaturas de transición T_c en un rango de 89 a 101.5 K , medidas desde que la resistividad empieza a cambiar drásticamente, e intervalos de transición ΔT con valores entre 3.5 y 8 K , el intervalo de transición se define aquí como el valor de temperatura que debe descender una muestra para reducir su resistividad en un 90 % luego que inicia la transición. Además se observa un descenso de 10 K del valor de T_c y un incremento de 6.5 K en el intervalo de transición en una de las muestras, debido probablemente a la degradación causada por la interacción de la misma con la humedad del aire. Esta degradación se dio en un periodo no mayor a quince días.

4.1. Análisis estructural

Según las micrografías, las muestras obtenidas son cerámicas superconductoras con una estructura granular con tamaños de grano que varían de ~ 2 a $\sim 31\mu m$, sin orientación preferencial aparente de los cristales que las conforman. En la Figura (4.1) se muestra una micrografía para la pastilla T51PR0 M3 para la región central de la misma -zona C según la nomenclatura definida en la sección (3.2.3) del

capítulo anterior- a una magnificación de 600x, todas las muestras presentan una textura y distribución espacial de granos similar, sin embargo se aprecian notables diferencias en los tamaños, distancias de separación, forma y homogeneidad granular entre las mismas, como se observa en las imágenes de la Figura (4.2) en la cual se comparan las micrografías obtenidas para las seis muestras analizadas por SEM. Esta variación en la estructura de las muestras corresponde a diferencias en los tiempos de oxidación en cada una de las etapas del proceso de fabricación.

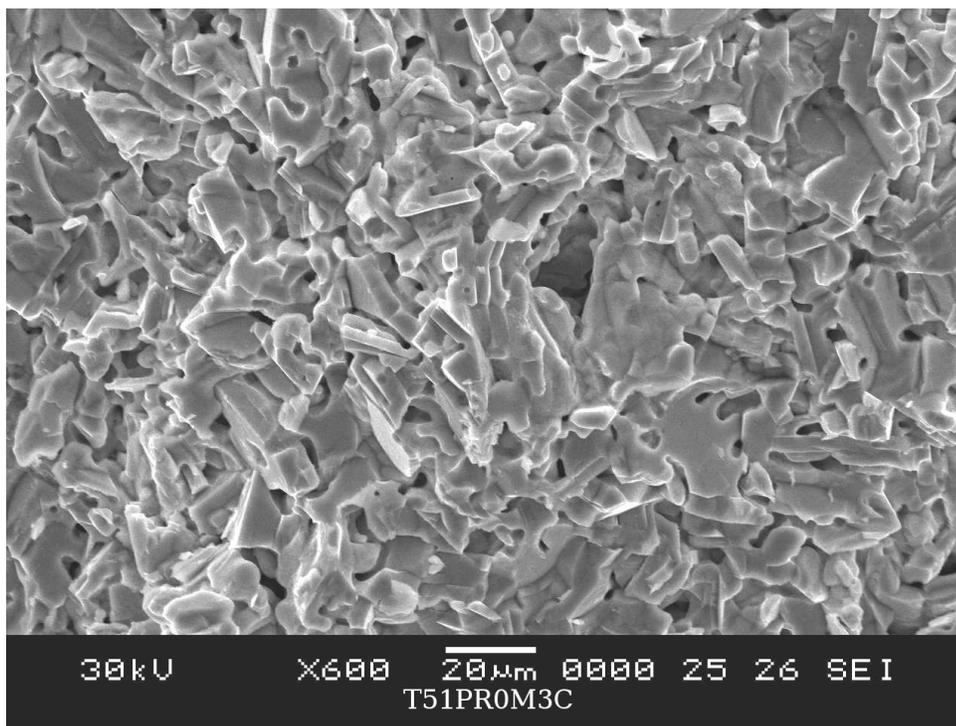


Figura 4.1: Esta micrografía SEM a 600x muestra la distribución de granos en la pastilla T51PR0 M3, puede apreciarse que no existe una distribución preferencial de los cristales, todas las muestras fabricadas en este trabajo presentan esta característica estructural.

Según las imágenes de la Figura (4.2), a excepción de la T12PR0 M1, todas las muestras presentan una distribución del tamaño granular aproximadamente igual siendo ésta en la que se observan los granos más finos entre todas las pastillas analizadas por SEM. La muestra con la estructura más compacta, es decir con la menor porosidad, es la muestra T51PR0 M1, este hecho coincide con que ésta sea la más densa según el cuadro (3.1). La muestra que presenta el mayor grado de

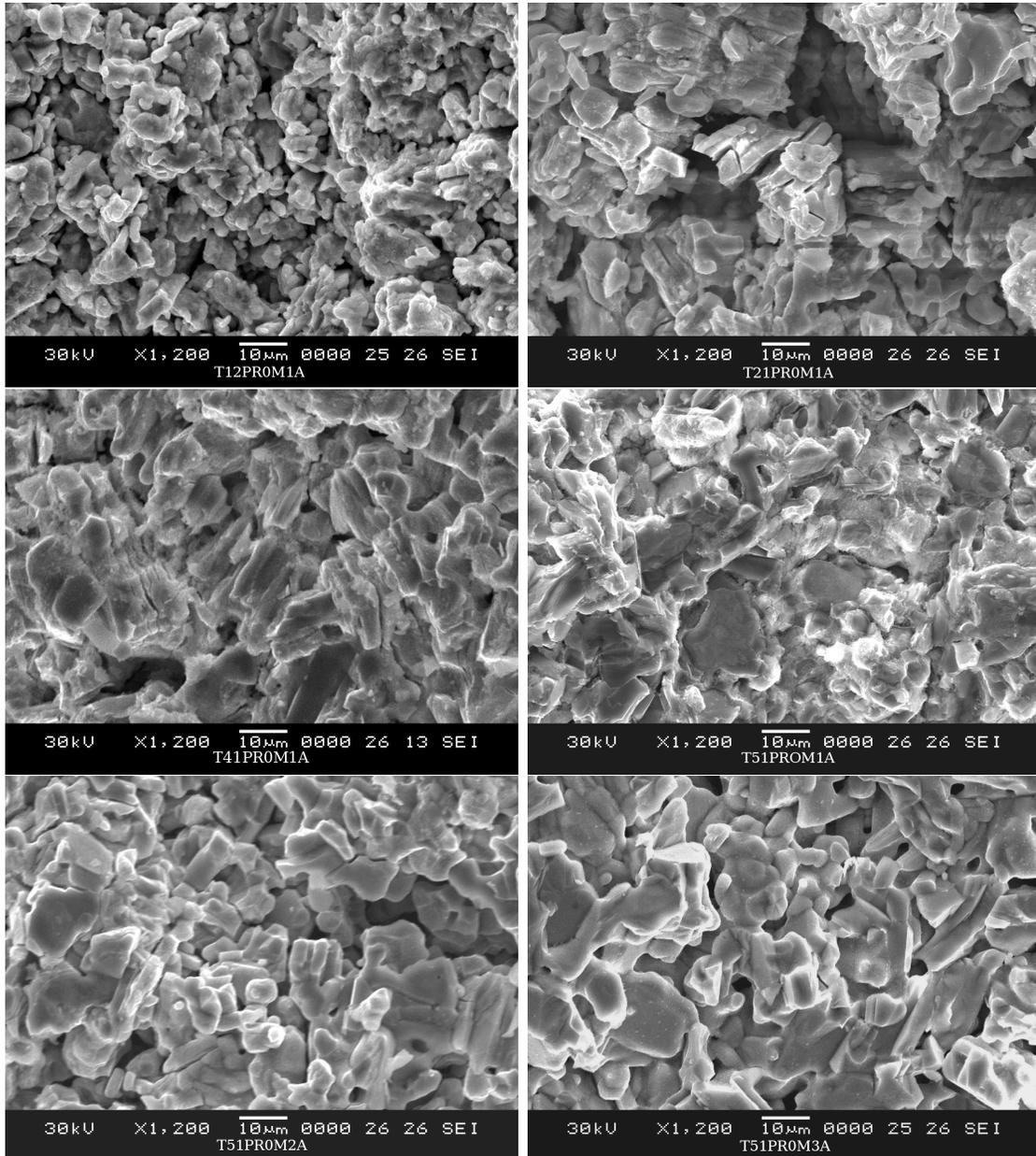


Figura 4.2: Micrografías de la zona A para las seis pastillas analizadas por SEM. Se observan diferencias en las distancias de separación y forma granular entre pastillas. Las muestras que recibieron un tratamiento térmico más prolongado presentan una estructura más compacta, la pastilla T12PR0 M1 está constituida en su mayoría por granos finos debido a que los tiempos en los diferentes procesos térmicos que recibió no fueron lo suficientemente prolongados para facilitar el crecimiento de gránulos más grandes.

porosidad es la T21PR0 M1 y es también en la que se observa la densidad más baja junto con la T41PR0 M2.

Todas las muestras presentan poca homogeneidad ya que se pueden notar zonas más porosas que otras dentro de la misma pastilla como es el caso de la T12PR0 M1, la cual presenta una estructura más compacta al centro -zona C- y un alto grado de porosidad en la superficie en la zona A, según se aprecia en la Figura (4.3). Sin embargo las pastillas T51PR0 M1 y M2 presentan algún grado de homogeneidad en especial la primera, en las imágenes de la Figura (4.4) se muestran las micrográficas obtenidas para esta pastilla en las tres zonas analizadas por SEM.

Al correlacionar los resultados de microscopía con el proceso de fabricación de cada serie y de cada pastilla individual podemos apreciar que los tiempos de tratamiento térmico influyen considerablemente en el proceso de cristalización, crecimiento y distribución de los granos. Las muestras con tratamientos térmicos finales más largos, como es el caso de la T41PR0 M1 y T51PR0 M1 las cuales recibieron el tratamiento térmico final por doce horas, presentan una estructura granular más compacta. Ésto se hace evidente ya que en las pastillas de la serie cinco, a pesar de haber recibido los tratamientos térmicos iniciales e intermedios con la misma duración en tiempo, al reducir el tiempo de oxidación final a 8 h en las muestras T51PR0 M2 Y M3 la porosidad obtenida es mayor que en la M1, aunque se observa que con un aumento de temperatura de 10 °C en este último paso para la T51PR0 M2 se obtuvo una porosidad menor con respecto a la T51PR0 M3, al menos en la superficie en la zona A, además la T41PR0 M1, al igual que el resto de muestras de la misma serie, recibió un tratamiento térmico intermedio por menos tiempo que las muestras de la serie cinco lo cual indica que un aumento en el tiempo de aplicación del proceso térmico final produce una estructura granular más compacta, un resultado comparable a los obtenidos por Y. Xu [49]. Aunque se sabe que un exceso en el tiempo o temperatura -superior a los 1000 °C- de fabricación podría evaporar parte de los reactivos utilizados para la fabricación del YBCO [17, 49] y causar el efecto contrario.

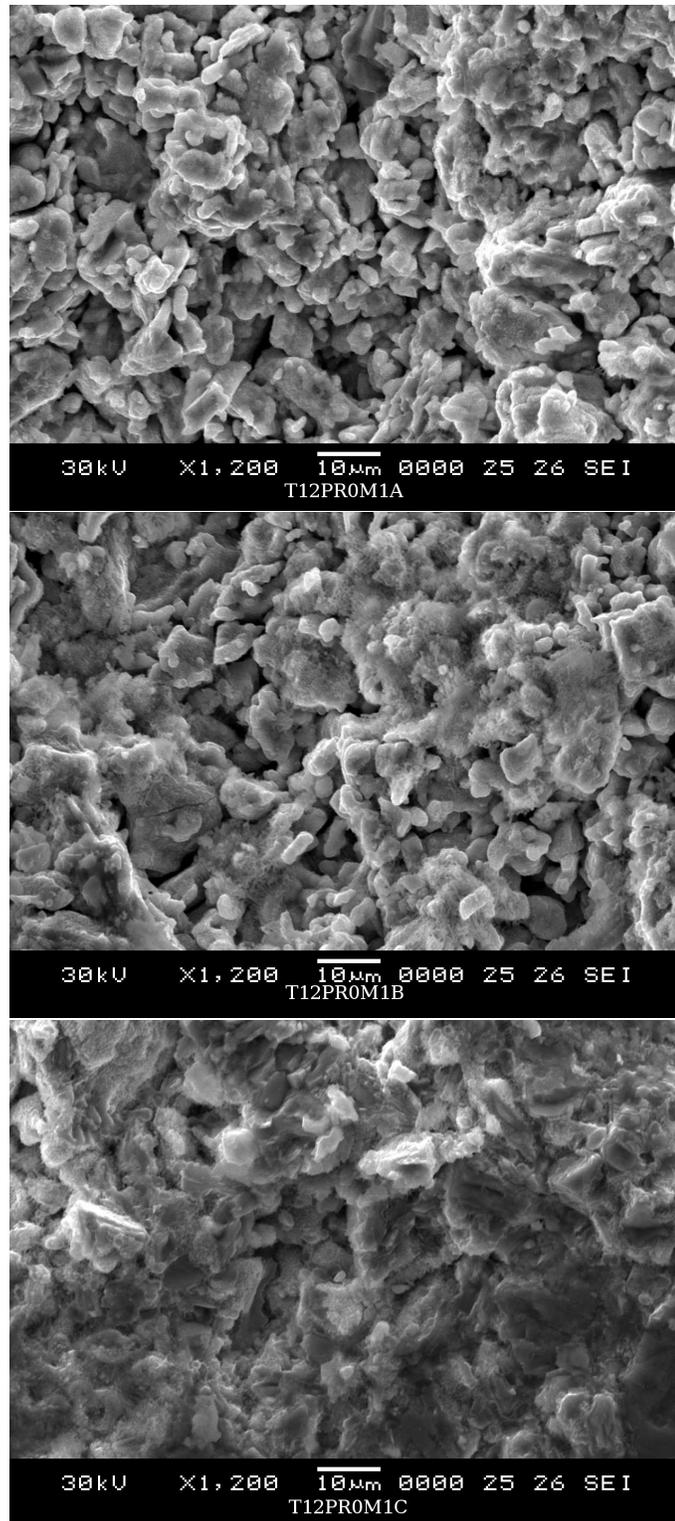


Figura 4.3: Micrografías para las tres zonas estudiadas por SEM en la pastilla T12PR0 M1. La zona C es notablemente más compacta que la zona A y B lo que implica que la pastilla no es homogénea.

La pastilla T41PR0 M2 fue fabricada con el mismo procedimiento que la T41PR0 M1 pero en la primera se registra un valor de densidad inferior por 0.6 g/cm^3 con respecto a la última, esto se debe probablemente a poca homogeneidad en la muestra T41PR0 M2, de hecho la homogeneidad de las T51PR0 M2 y M3 es superior a la T41PR0 M1 a tal grado que en la zona C éstas son menos porosas, por lo que se espera que la homogeneidad en las muestras de la serie T41PR0 sea inferior que en la T51PR0. La diferencia en el proceso de fabricación entre estas dos series está en el proceso intermedio ya que la serie cinco lo recibió durante ocho horas mientras que la serie cuatro por cinco. Con respecto a las muestras T12PR0 M1 y T21PR0 M1 estas presentan una textura muy irregular con granos poco definidos muy mala homogeneidad y mucha porosidad lo que se relaciona con un insuficiente tiempo en los diferentes tratamientos térmicos. La carga de compactación no se toma en cuenta para justificar diferencias en la textura ya que al tomar en cuenta el error en la medida de la misma se encontró que todas las pastillas de 1.1 cm de diámetro fueron compactadas dentro del mismo rango.

El tratamiento térmico inicial de la primer serie fue solamente de una hora y el intermedio de dos, a diferencia del resto las cuales lo recibieron por al menos cinco horas, las series T21PR0, T31PR0 y T41PR0 recibieron oxidación en la etapa intermedia por cinco horas mientras que la serie T51PR0 la recibió por ocho, todas a la misma temperatura de $950 \text{ }^\circ\text{C}$, esto produjo tres calidades diferentes de mezcla superconductor para fabricar las pastillas. En el proceso térmico inicial comienza la formación de la fase superconductor a partir de los reactivos Y_2O_3 , BaCO_3 y CuO , en esta etapa el BaCO_3 se descompone en CO_2 gaseoso el cual sale del grano de BaCO_3 dejando una masa porosa de BaO , luego los iones Y^{3+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} y O^{2-} se difunden a través de las fronteras de los granos de Y_2O_3 , BaO y CuO respectivamente para formar el $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,5}$ [17]. Inicialmente la parte superficial hace esta reacción muy rápido pero a medida que el gránulo de BaCO_3 expulsa el gas de CO_2 de su interior el tiempo para llevarla a cabo es mayor y depende de la distancia desde la superficie hasta el punto donde se desarrolle la reacción [17], si no se da el tiempo necesario entonces la reacción no se completa y no puede formarse

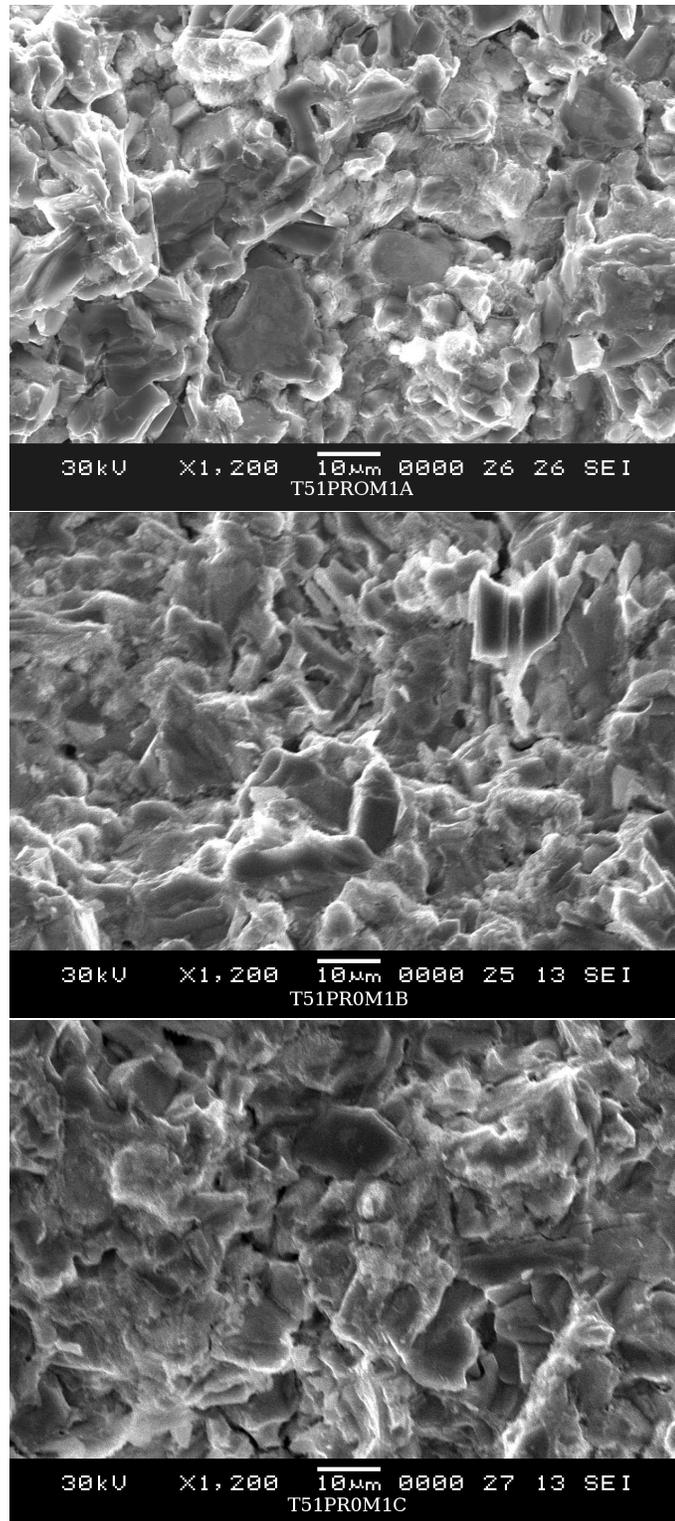


Figura 4.4: Micrografías para las tres zonas estudiadas por SEM en la pastilla T51PR0 M1. Esta pastilla presenta un grado de compactación aproximadamente igual en las diferentes zonas analizadas, esta muestra presenta una alta homogeneidad con respecto al resto.

la estructura de $YBa_2Cu_3O_{6,5}$ dando como resultado la formación de gránulos con una estructura mal definida, como los que se observan en la pastilla T12PR0 M1 e incluso los de la T21PR0 M1, según se aprecia en las micrografías de la Figura (4.5), sin embargo se observan, en la misma Figura, algunos granos con una estructura cristalina bien definida en las muestras T51PR0 M1 Y M2.

El proceso de formación de la fase superconductora se da a lo largo de todos los procesos térmicos a los cuales son sometidas las muestras, por lo que la cristalización podría completarse en su proceso de oxidación. Sin embargo si la cantidad de material no estructurado es demasiado alta, entonces el tiempo para la formación del $YBa_2Cu_3O_7$ podría no ser suficiente y el grado de oxidación en las muestras será bajo. Un mayor tiempo de tratamiento térmico y oxidación implica más tiempo para difundir los iones Y^{3+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} y O^{2-} a través del material que a su vez implica más tiempo para formar la estructura cristalina y mejores condiciones para la formación de granos más grandes y definidos y una estructura más compacta como la que se observa en las pastillas de la serie T51PR0 y en menor grado en la pastilla T41PR0 M1, ver Figura (4.2).

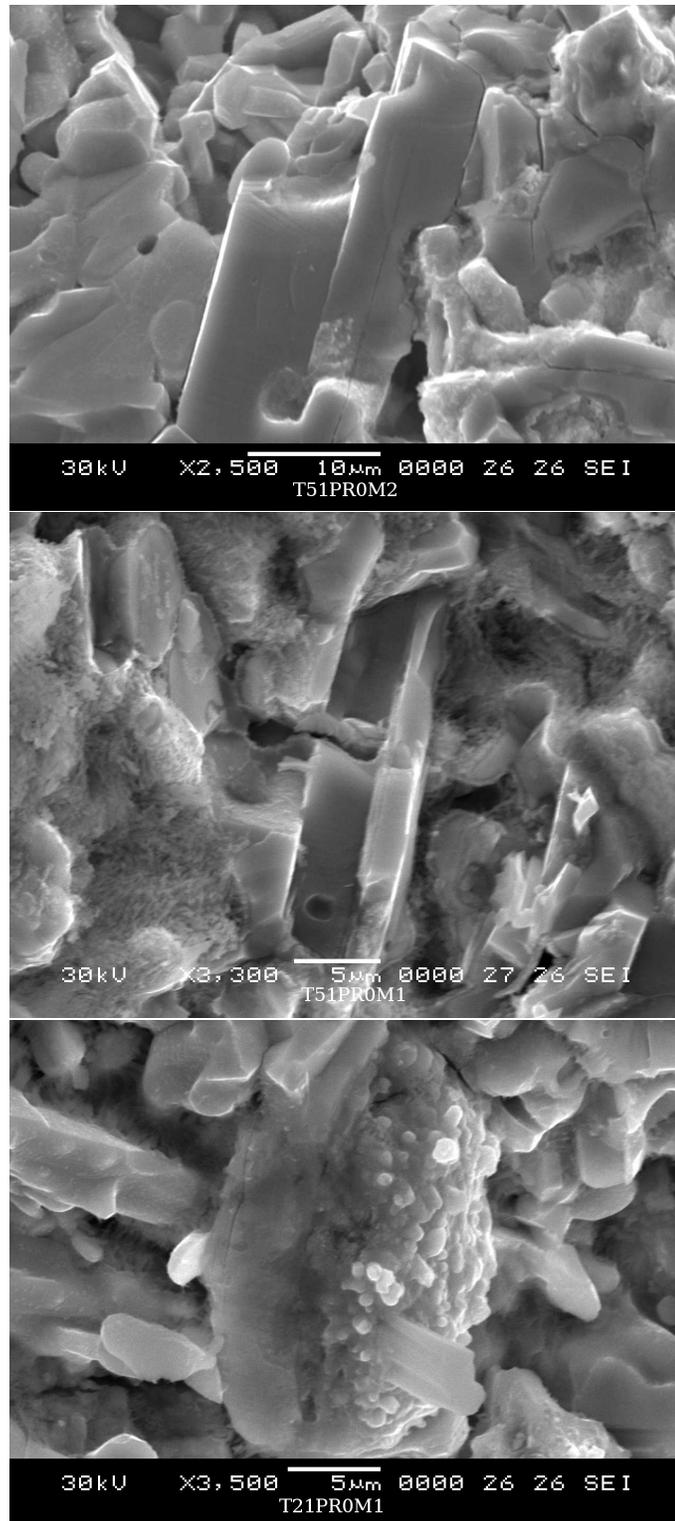


Figura 4.5: Granos con características cristalinas bien definidas pueden apreciarse en las muestras fabricadas con periodos de tratamiento térmico más prolongado, aquí se muestran algunos, observados en las muestras T51PR0 M2 Y M1. Las muestras con tiempos de tratamiento térmico más corto están constituidas por granos sin una estructura cristalina aparente, como en la T21PR0 M1.

4.2. Transición magnética

Se observó en todas las muestras elaboradas la expulsión del campo magnético producido por el imán de NdFeB, al ser enfriadas hasta la temperatura del Nitrógeno líquido, provocando que éste levitara sobre la pastilla superconductor, es decir, se observó el efecto Meissner en todas las muestras.

Las pastillas, en el estado no superconductor, son atravesadas por el campo magnético externo producido por el imán, luego cuando el Nitrógeno líquido hace contacto con la muestra y desciende su temperatura hasta T_c , el campo magnético es expulsado de su interior. Sin embargo, el campo magnético externo penetra lo suficiente en la pastilla para inducir una corriente eléctrica en la superficie de la muestra y en el caso de las muestras granulares, se establece además una corriente eléctrica en cada grano individual. Ver Figura (4.6). Esta corriente eléctrica inducida produce a su vez un campo magnético de igual intensidad pero de sentido opuesto, dando como resultado que la polaridad del imán se refleje en la muestra. Como ambos cuerpos, el imán y la pastilla, tienen la misma polaridad en todo momento estos se repelen dando como resultado que el imán levite sobre la pastilla. El efecto Meissner es un efecto propio y único de la superconductividad [1, 2], por lo que podemos asegurar que las muestras obtenidas son superconductoras a la temperatura del Nitrógeno líquido.

El efecto Meissner se mostró débil en las pastillas de la serie T12PR0 con respecto al resto de muestras, éstas hicieron levitar el imán de referencia de NdFeB solamente 2 *mm* mientras que con el resto de pastillas el imán alcanzó 3 *mm*, a excepción de la T31PR0 M1 en la cual el imán alcanzó los 4.5 *mm*. Según las micrografías de la Figura (4.2), el tamaño de grano en la muestra T12PR0 M1 es inferior con respecto al resto, esta característica es la causa de que estas muestras presenten una relativa debilidad de la transición magnética ya que la magnetización en las muestras volumétricas depende fuertemente del tamaño de grano [42].

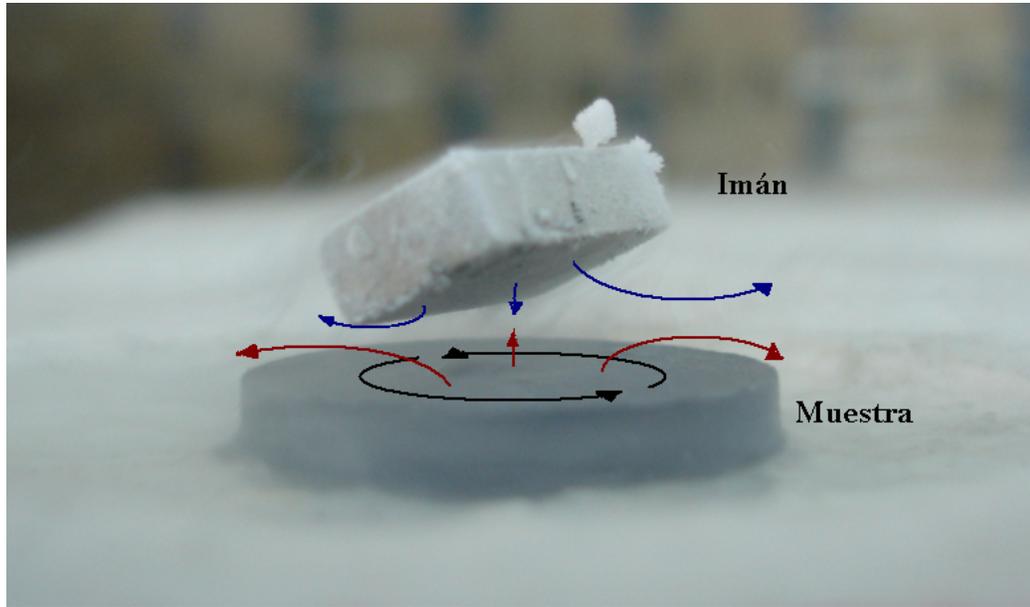


Figura 4.6: Efecto Meissner observado en la muestra T31PR0 M1, las líneas azules representan el campo magnético del imán (arriba) el cual genera una corriente en la superficie de la pastilla (abajo, líneas negras), esta corriente a su vez genera un campo magnético (líneas rojas) que repele al imán haciéndolo levitar sobre la pastilla.

4.3. Transición eléctrica

En las Figuras (4.7), (4.8) y (4.9) se muestran las curvas de resistividad contra temperatura $\rho(T)$ para las muestras T51PR0 M1, M2 y M3 respectivamente, en éstas es posible apreciar al menos tres fases bien definidas, la primera corresponde al estado normal del material, la segunda es una fase transitoria entre el estado normal y el superconductor, y la tercera es la fase en la que el material se considera superconductor. Los valores de T_c obtenidos son 101.5 , 94.5 y 89.0 ± 0.5 K con intervalos de transición ΔT con valores de 3.5 , 3.5 y 8.0 ± 1.0 K, respectivamente.

No fue posible establecer contactos eléctricos lo suficientemente buenos en todas las pastillas para poder registrar la transición eléctrica a la superconductividad con el equipo utilizado. Las propiedades de transporte de carga eléctrica de las pastillas de la serie T12PR0, T21PR0 y T41PR0 podrían haber sido afectadas por su distribución granular ya que como se muestra en las micrografías de la Figura (4.2) éstas presentan una distribución y forma granular muy irregular con alta

porosidad con respecto a las de la serie T51PR0, a excepción de la T41PR0 M1 la cual presenta una porosidad similar a la T51PR0 M1, pero a diferencia de ésta se observa en la primera poca homogeneidad entre las diferentes zonas observadas y granos con menos rasgos cristalinos que las T51PR0. Esto se debe, probablemente, a que el tiempo de tratamiento térmico inicial e intermedio no fue suficiente para extender la formación cristalina en todo el material, dando como resultado que en éstas la concentración de granos de la fase no superconductora Y_2BaCuO_5 sea alta y que los contactos eléctricos entre los gránulos superconductores sean muy débiles evitando el paso de carga eléctrica entre ellos. Sin embargo, como se discutió en la sección anterior, estas muestras presentan transición a las superconductividad ya que fue posible observar efecto Meissner en ellas. Se sabe que en las muestras granulares es posible experimentar buenas propiedades magnéticas a pesar de tener muy malas propiedades de transporte eléctrico ya que para éstas la supercorriente puede establecerse en cada grano superconductor individual y expulsar un campo magnético externo sin necesidad de establecer contacto eléctrico entre el resto de granos que forman el material [42], además la magnetización está relacionada sobre todo con el tamaño granular y con la densidad de corriente [42], de manera que es comprensible el haber verificado la transición magnética a la superconductividad en todas las muestras pero no haber podido verificar la transición eléctrica en las primeras series de muestras, al menos con el equipo utilizado, ya que esta última depende de las propiedades de transporte de las muestras que a su vez depende de la textura de las mismas y como se discutió en la sección (4.1), para las series T12PR0, T21PR0 y T41PR0, según se observa en las micrografías, la textura es poco homogénea, poco compacta y con mala cristalización con respecto a las de la serie T51PR0.

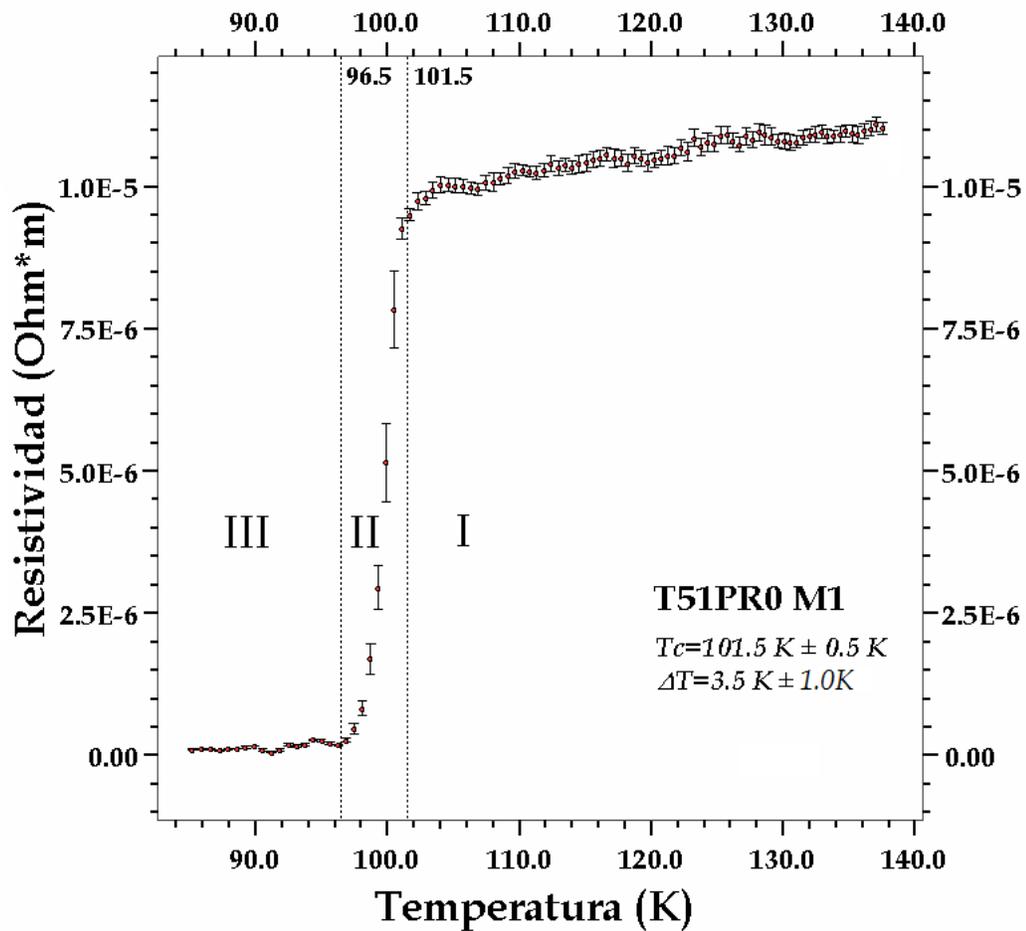


Figura 4.7: Gráfica $\rho(T)$ obtenida para la muestra T51PR0 M1. Fase I, se aprecia un comportamiento eléctrico metálico con una relación lineal entre resistividad y temperatura. Fase II, la muestra experimenta una transición eléctrica exponencial a la superconductividad a partir de los 101.5 K y en la fase III la muestra es superconductora a partir de 97 K. En esta gráfica, y en el resto, las barras muestran la desviación estándar de la serie de datos tomados para cada valor promediado de resistividad, el cual es representado por el punto entre las barras.

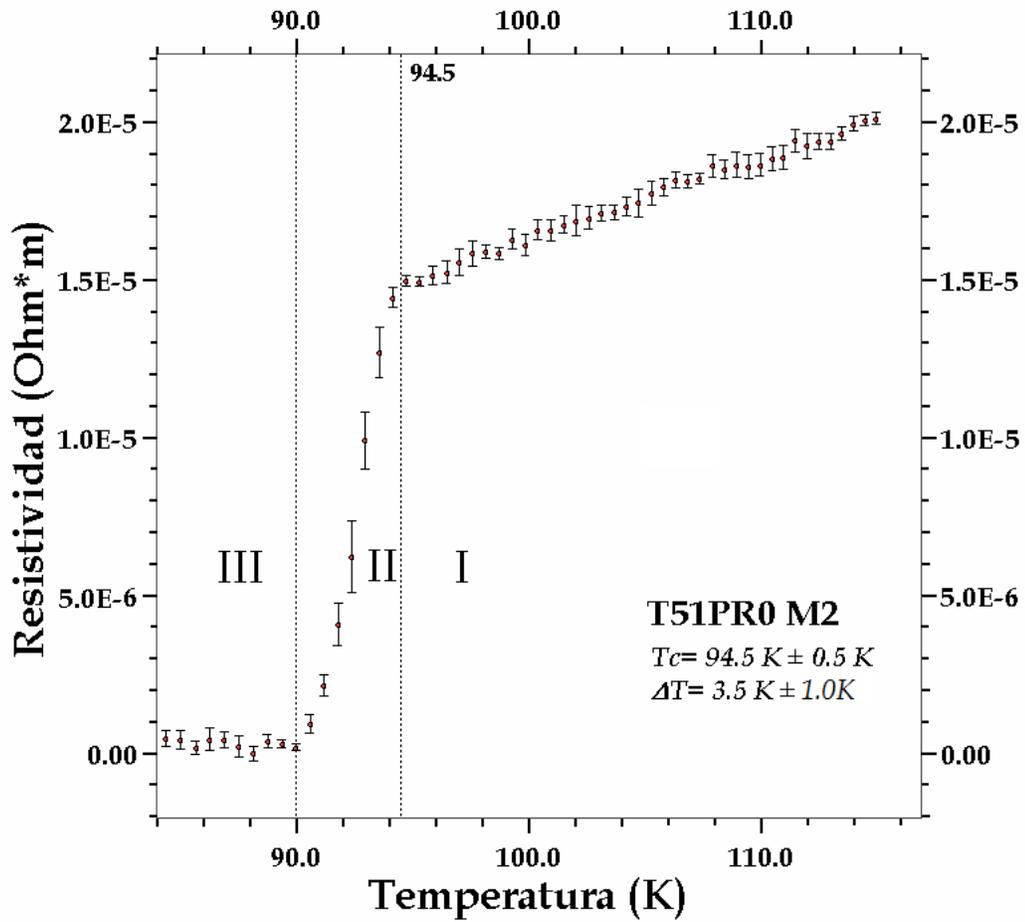


Figura 4.8: Gráfica $\rho(T)$ obtenida para la muestra T51PR0 M2. Fase I, se aprecia un comportamiento eléctrico metálico similar al de la M1. Fase II, la muestra experimenta una transición eléctrica exponencial a la superconductividad a partir de los 94.5 K , y en la fase III la muestra es superconductora a partir de 90 K .

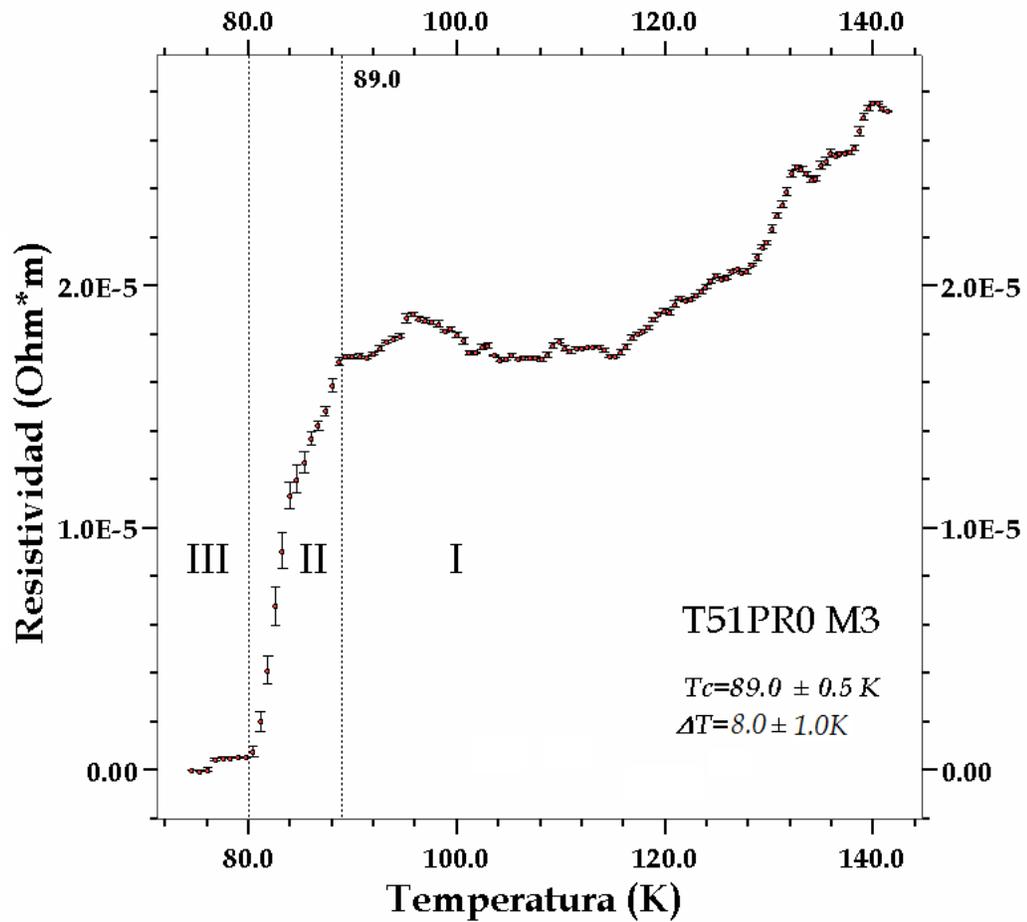


Figura 4.9: Gráfica $\rho(T)$ para la muestra T51PR0 M3. Se observan algunas diferencias en el comportamiento eléctrico de esta muestra con respecto a las dos anteriores. Fase I un comportamiento eléctrico metálico al inicio seguido de un comportamiento semiconductor antes de T_c , fase II de transición lineal y fase III superconductora pero con una resistividad remanente entre 80 y 77 K.

Los valores de resistividad registrados para cada pastilla presentan algunas diferencias y la calidad de las muestras está en función de la calidad estructural de las mismas. De la sección (4.1) concluimos que las muestras de la serie T51PR0 presentan las mejores características estructurales, ya que son las más homogéneas, compactas y con mejor cristalización, pero entre éstas también existen diferencias con respecto a la homogeneidad y porosidad. Haciendo una estimación, en base a las micrografías, podemos establecer la siguiente relación de porosidades P de la serie T51PR0: $P_{M3} > P_{M2} > P_{M1}$ y según las gráficas $\rho(T)$ los valores para la resistividad en $T = T_c$ siguen esta relación: $\rho_{M3} > \rho_{M2} > \rho_{M1}$. Como se esperaba, las muestras más compactas presentan también los valores de resistividad más bajos, esto coincide con los resultados reportados por Y. Xu [49] en películas delgadas. La resistividad en la fase normal es otro de los parámetros que define la calidad de las muestras.

Las muestras T51PR0 M1 y M2 presentan un comportamiento metálico en la fase I, en estas pastillas la resistividad eléctrica disminuye linealmente con la temperatura hasta T_c . En la Figura (4.10), se muestran las gráficas separadas de la fase I para las tres muestras además de las ecuaciones de tendencia en cada una de ellas. La tasa de cambio de $\rho(T)$ con la temperatura en la T51PR0 M2 es 7.8 veces superior que para la T51PR0 M1, evidenciando una dependencia más fuerte de las propiedades eléctricas con la temperatura. La muestra T51PR0 M3 se diferencia de la M1 y M2 por mostrar un comportamiento metálico desde los 108 K, precedido por un comportamiento correspondiente a un semiconductor en el intervalo de 96 a 108 K observado por un aumento de la resistividad al descender la temperatura antes de caer vertiginosamente en T_c . Este comportamiento podría ser causado por un bajo grado de oxidación debido a un insuficiente periodo de oxidación en el tratamiento térmico final. Cuando el grado de oxidación en las muestras es bajo, los planos CuO_2 reducen el número de portadores de carga presentes debido a que la formación de las cadenas CuO , que sirven como reservorios de portadores de carga para éstos, depende de el grado de oxidación, de manera que si éste es bajo la formación de estas cadenas se reduce, de igual manera el valor de T_c se reduce al descender el

grado de oxidación, es decir aumentar el valor de δ en la ecuación $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Al comparar los valores de resistividad para esta muestra en la fase I con los valores obtenidos en la misma fase para las muestras T51PR0 M1 y M2, se observa que la resistividad, en el estado normal, es superior para la T51PR0 M3 seguida de la M2, esto se debe a que mientras menos compacta sea la distribución granular en las muestras más difícil es para la corriente eléctrica establecer contacto eléctrico entre cada grano, lo que finalmente provoca un incremento en la resistividad del material, similar a lo observado en la referencia [49]. Puede notarse en las gráficas $\rho(T)$ cómo la temperatura crítica es inferior para las muestras que presentan resistividades más altas en el estado normal, este comportamiento fue observado también por V. del Arco en películas delgadas en su tesis doctoral, en la cual estudia cómo dependen las propiedades superconductoras con el grado de oxidación en muestras de YBCO [7]. Para esta fase, en la muestra T51PR0 M3, la ecuación de tendencia que más se ajusta es un polinomio de cuarto orden según se aprecia en la Figura (4.10).

La fase II es una fase de transición, un estado intermedio entre el normal y el superconductor con una tendencia exponencial para las T51PR0 M1 y M2 y lineal para la M3, ver Figura (4.11), para las primeras dos muestras esta tendencia puede extenderse a la fase III. El ancho de la fase II es igual en las muestras M1 y M2 de la serie T51PR0 con un valor de $4.5 K$, nuevamente la T51PR0 M3 se distingue de las anteriores con un ancho de $9 K$ para la fase II y una transición más suave a la superconductividad.

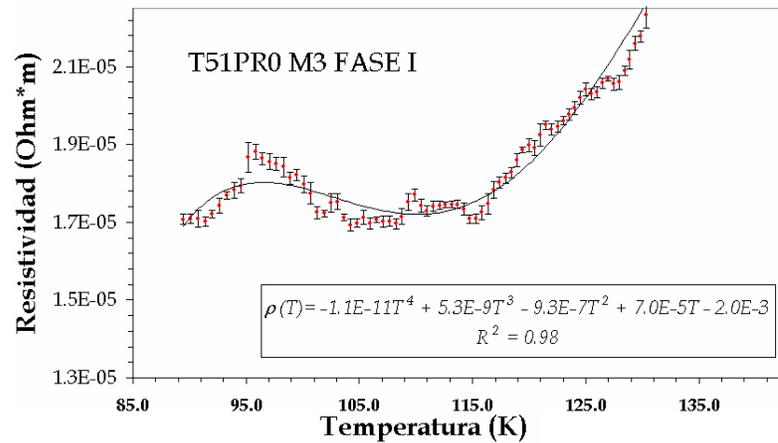
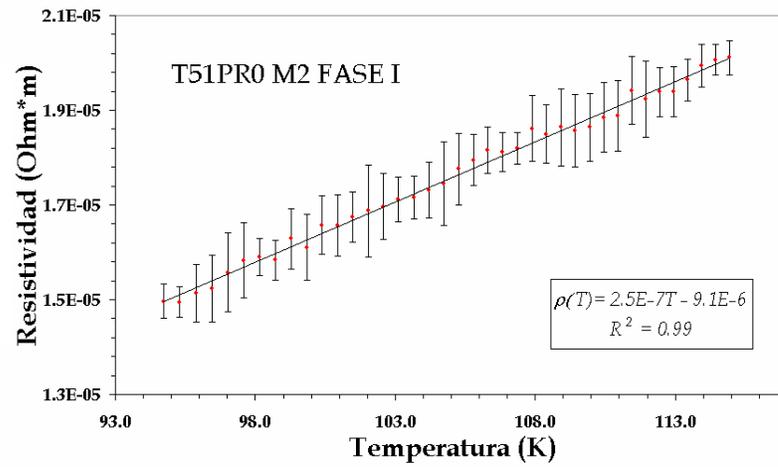
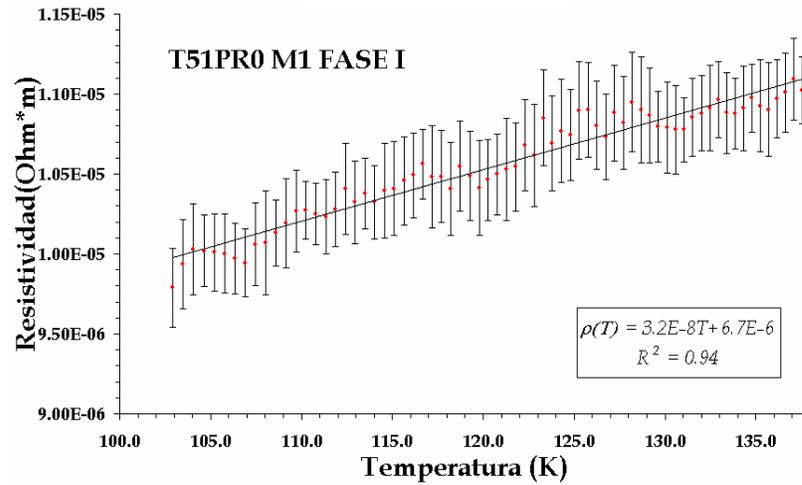


Figura 4.10: Las pastillas T51PR0 M1 y M2 muestran una tendencia lineal de la resistividad en la fase I, lo que corresponde a un comportamiento metálico, mientras que la ecuación que más ajusta en la M3 es un polinomio de cuarto orden, se observa un intervalo de 96 a 108 K en el que la resistividad aumenta al descender la temperatura. R es la correlación existente entre los datos y la ecuación de tendencia.

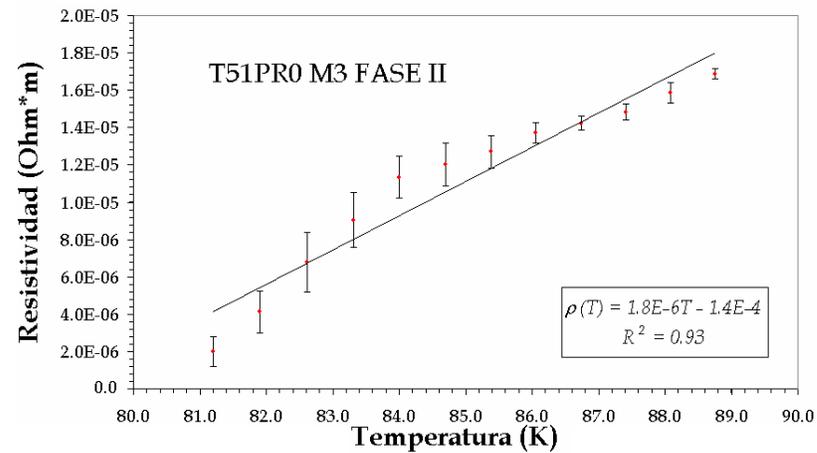
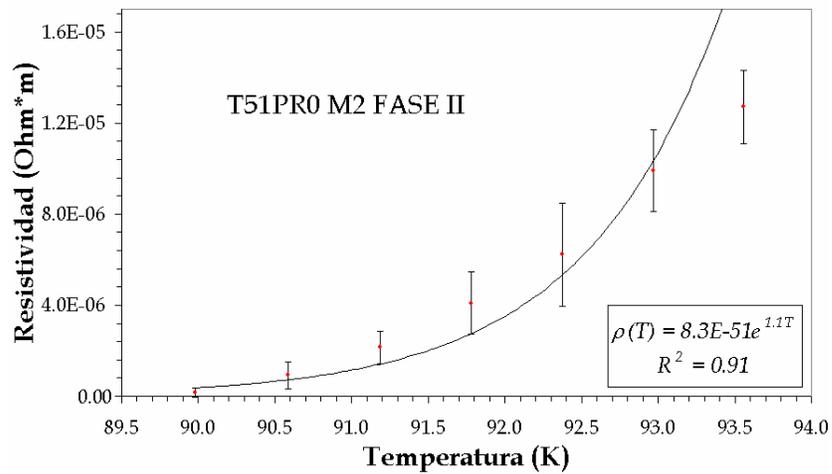
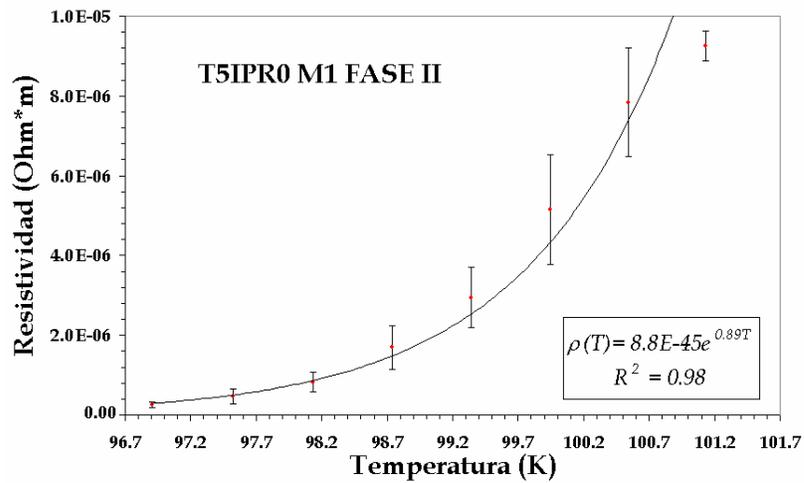


Figura 4.11: Las pastillas T51PR0 M1 y M2 muestran una caída exponencial de la resistividad en la fase II, mientras que la T51PR0 M3 muestra un comportamiento aproximadamente lineal en la misma fase.

La fase III es la fase superconductor, en ésta el material tiene una resistencia ~ 0 , siguiendo las ecuaciones de tendencia mostradas en la Figura (4.11), los valores de $\rho(77)$ para la T51PR0 M1 y M2 en la fase III son $5.1 \times 10^{-15} \Omega m$ y $5.05 \times 10^{-14} \Omega m$ respectivamente. La pastilla T51PR0 M3 presenta un comportamiento diferente a las M1 y M2 en esta fase, alrededor de los $80 K$ se establece una resistencia remanente y a los $77 K$ se observa una segunda caída de la resistividad, que representa la ruptura de la resistencia remanente. El intervalo de temperatura en esta segunda caída es la temperatura que le toma a la muestra establecer una supercorriente entre grano y grano como resultado del efecto Josephson, ya que el espacio entre los granos representa una barrera de potencial entre dos superconductores constituida por material con una estequiometría diferente a la de los granos superconductores [?], este comportamiento coincide con los resultados de la microscopía ya que en esta muestra se observan las distancias de separación más grandes entre granos.

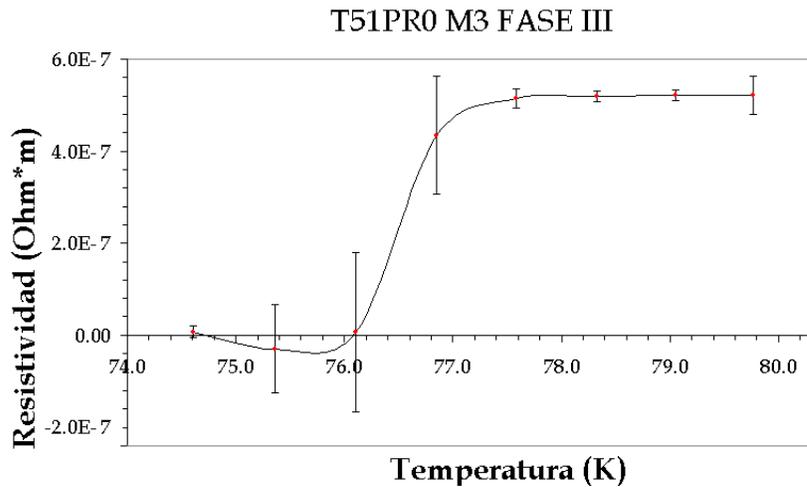


Figura 4.12: En la muestra T51PR0 M3 se establece una resistividad remanente desde 80 hasta 77 K. En esta gráfica se muestra la línea de tendencia de la resistividad en esta fase.

En general se observan diferencias en las temperaturas e intervalos de transición y los valores de resistividad en el estado normal obtenidos para cada muestra, estas diferencias son causadas por las diferencias en la estructura y distancia intergranular en las pastillas y probablemente por diferentes grados de oxidación entre ellas. Las muestras obtenidas son de la forma $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, las características particulares, como el valor de T_c para cada una de las pastillas dependen en gran medida de δ [22, 16] y de las características particulares de la configuración granular en las mismas y como se aprecia en las microfografías obtenidas para las diferentes pastillas cada una de las muestras obtenidas es diferente en cuanto a su textura. En la Figura (4.13) se comparan las gráficas de transición eléctrica de las tres muestras.

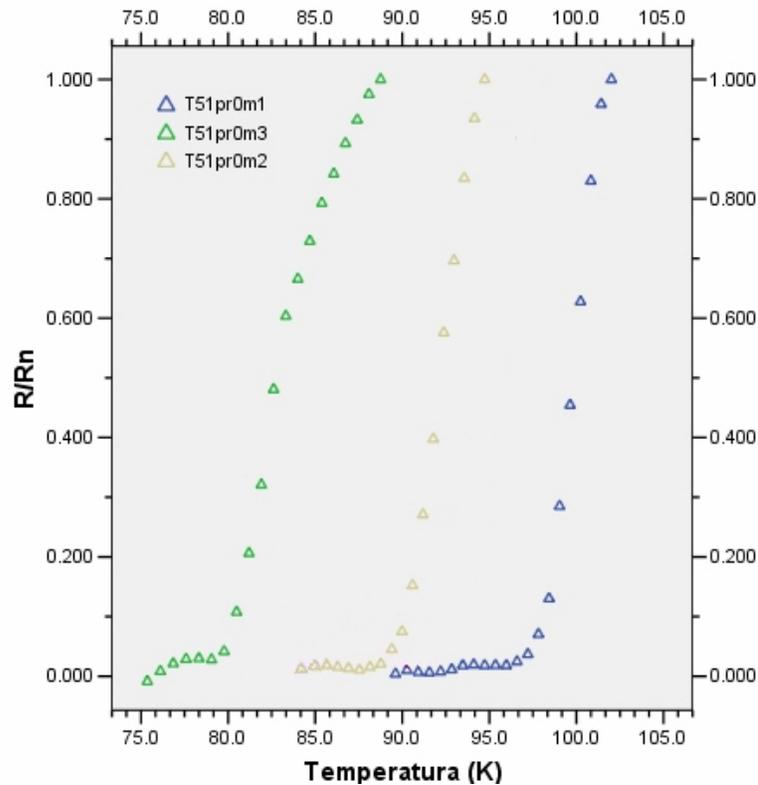


Figura 4.13: Gráfico comparativo de la resistividad normalizada para tres pastillas, la resistividad R_n está normalizada a 100% en $\rho(T_c)$.

4.4. Degradación de las propiedades superconductoras.

Luego de dos semanas, después de su fabricación, las muestras sufrieron una notable degradación de sus propiedades superconductoras, esto podría explicar el descenso observado en el valor de T_c y el ensanchamiento del intervalo de transición. En la Figura (4.14) se muestra el proceso de degradación de la pastilla T51PR0 M1 en las tres fechas de muestreo, se observa cómo la temperatura de transición desciende de 101.5 a 91 K y el intervalo de transición aumenta a 10 K para la última curva. La degradación en las pastillas de YBCO pueden atribuirse a una reacción entre la muestra y el vapor de agua, debido a la humedad del ambiente [5]), en esta reacción, ecuación (4.1), el $H_2O_{(g)}$ interactúa con el $YBa_2Cu_3O_7$ para producir $Ba(HO)_2$ y una fase no superconductora de YBCO.



Este proceso de degradación es una limitante para la aplicación tecnológica de las muestras superconductoras y muchos equipos de investigación han desarrollado algunas técnicas para proteger las muestras del medio, como el grupo de investigación dirigido por H. T. Ren del Instituto General de Investigaciones en Metales no Ferrosos de Beijing China [51], quien propone proteger las muestras con una capa metálica, adherida a la muestra por electrodeposición aprovechando las propiedades metálicas del YBCO a temperatura normal.

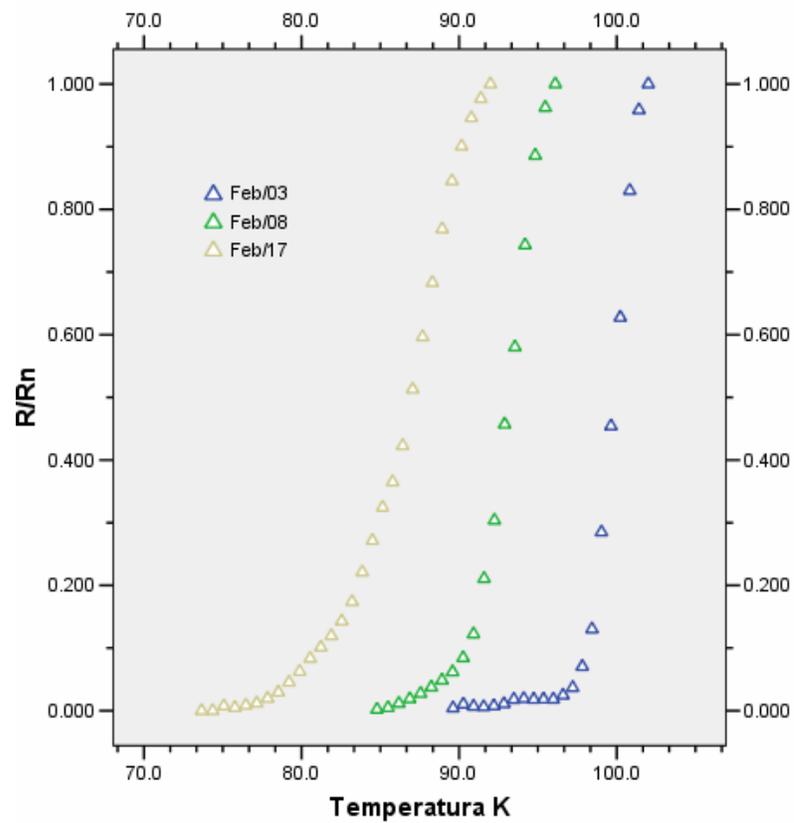


Figura 4.14: En esta gráfica se observa cómo la temperatura crítica de la pastilla T51PR0 M1 desciende, además se aprecia un ensanchamiento del intervalo de transición luego de cada sesión de muestreo. Esto es interpretado como una degradación de la muestra.

Capítulo 5

Conclusiones

Todas las muestras elaboradas experimentan transición a la superconductividad, ya que el efecto Meissner se observó en todas ellas, esto es una prueba contundente de la transición a la superconductividad de las muestras ya que el efecto Meissner es un efecto único del estado superconductor. Las muestras con una estructura granular más compacta y homogénea, presentan mejores características superconductoras que las muestras con una textura más irregular o con tamaños de grano muy pequeños, es decir, se observa en las primeras: temperaturas de transición más altas, intervalos de transición más bajos, valores de resistividad en el estado normal más bajos y el efecto Meissner se muestra más fuerte, evidenciado por la altura que alcanza el imán de referencia sobre las muestras.

En este sentido la muestra con las mejores características superconductoras es la T51PR0 M1 con una T_c de $101.5 \pm 0.5 K$ un intervalo de transición ΔT de $3.5 \pm 1 K$ y una resistividad en $T = T_c$ de $9.5 \times 10^{-6} \Omega m$. Esta muestra es además la más compacta y homogénea según los resultados del análisis por microscopía electrónica de barrido y el valor medido de densidad es el más alto con respecto al resto de pastillas fabricadas, lo que comprueba el grado de compactación observado en las micrografías.

La pastilla T51PR0 M2 presenta características similares a la M1 pero en ésta la temperatura de transición es de $94.5 K$ y la resistividad en $T = T_c$ es de 1.5×10^{-5} , esto es 1.5 veces mayor que la M1 en el valor de temperatura correspondiente a T_c , sin embargo se observa al igual que en la M1 un comportamiento metálico en la fase

I con una tendencia lineal de descenso de $\rho(T)$ seguido de una caída exponencial en la fase II, la cual se prolonga hasta la fase superconductor. La estructura granular de esta pastilla es menos compacta que en la M1 aunque se aprecia un buen grado de homogeneidad en ella, las diferencias en las propiedades superconductoras de esta muestra, con respecto a la M1, se deben a estas diferencias estructurales, una mayor distancia de separación granular implica menos posibilidades de establecer contactos eléctricos entre granos, lo que dificulta el paso de la corriente eléctrica a través del material en el estado normal.

La T51PR0 M3 es la muestra menos compacta y homogénea de la serie cinco y sus propiedades superconductoras presentan notables diferencias con respecto a las dos primeras, se observa un comportamiento semiconductor antes de iniciar la transición superconductor a la temperatura de $89.0 K$, $12.0 K$ menos que la M1 y $5.5 K$ inferior con respecto a la M2. A diferencia de las muestras M1 y M2 de la serie cinco, la M3 presenta una tendencia aproximadamente lineal en la transición a la superconductividad en la fase II y en la fase III se observa una resistividad remanente antes de completar la transición. Sin embargo, esta pastilla presenta una homogeneidad, grado de compactación y características cristalinas de los granos de los cuales está formada, superior a las del resto de pastillas de las series anteriores a la serie cinco, en las cuales ni siquiera se pudo establecer buenos contactos eléctricos entre las pastillas y las puntas de prueba, para el método de cuatro puntas, para analizar la transición eléctrica en ellas. Todo lo anterior es interpretado como una fuerte dependencia de las propiedades de transporte de carga eléctrica con la configuración granular. El método de cuatro puntas, por ejemplo, supone una distribución homogénea de la resistividad, sin embargo, como la resistividad en el estado normal depende del grado de compactación entre los granos, en muestras poco homogéneas los valores obtenidos son poco confiables ya que el método no está diseñado para este tipo de muestras. Las características estructurales como la distancia de separación y homogeneidad granular, no afectan las propiedades magnéticas en el estado superconductor ya que éstas están afectadas por el tamaño de grano. En las pruebas de efecto Meissner se observó que todas las

pastillas elevaron el mismo imán una altura de 3 *mm* a excepción de las pastillas de la primera serie, ésto coincide con que la muestra T12PR0 M1 sea la única en la que se observa un tamaño de grano notablemente más pequeño que el resto de pastillas.

La distribución, morfología y tamaño de los granos está relacionada con los tiempos de tratamiento térmico aplicado a las pastillas en las diferentes etapas del proceso de fabricación. Las muestras que fueron expuestas a periodos más prolongados de tratamiento térmico presentan una mejor estructura granular y por ende mejores características superconductoras, como fue el caso de las pastillas de la serie cinco.

Se aplicó con éxito una de las técnicas más importantes de síntesis de mezcla superconductor de YBCO para la fabricación de muestras volumétricas policristalinas del mismo material, además de aplicar importantes técnica de análisis de materiales como lo es la microscopia electrónica de barrido para estudiar la configuración granular de las muestras obtenidas y el método de cuatro puntas para determinar su resistividad. Es evidente que un trabajo de tesis por si solo no puede iniciar una línea de investigación y es necesario darle continuidad al trabajo realizado, pero, dentro del marco de los objetivos propuestos en el proyecto 03 07 del CIC UES, con este trabajo de tesis se establecen precedentes para el estudio de la superconductividad en El Salvador, específicamente en materiales superconductores de alta temperatura crítica, ya que éste permitió la creación de los espacios físicos, la adquisición de material y equipo y el conocimiento práctico y teórico para la fabricación, en la Escuela de Física de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática de la Universidad de El Salvador, de la aleación superconductor propuesta, siendo éste un importante primer paso hacia un estudio más profundo y a largo plazo de los materiales superconductores y de su aplicación.

Capítulo 6

Recomendaciones

Con el fin de darle continuidad al presente trabajo, se recomienda establecer un programa de trabajo para el laboratorio de Estado Sólido de la Escuela de Física que tenga como fin la búsqueda e implementación de nuevos métodos de fabricación de materiales superconductores, el estudio de nuevas especies superconductoras, implementar métodos para la elaboración de películas delgadas y monocristales superconductores y aumentar el número de parámetros de caracterización disponibles para las muestras obtenidas, como la susceptibilidad magnética, corriente eléctrica crítica, campo magnético crítico y banda prohibida de energía, entre otros. Este programa de trabajo tiene que formar parte de las actividades regulares que se desempeñan en el laboratorio de estado sólido y fuentes renovables de energía, además estas actividades deben incluir la participación de estudiantes interesados en el área quienes podrían tomar estas mismas como parte de sus laboratorios avanzados, seminarios, trabajos de investigación o tesis. Esto contribuiría a la difusión del conocimiento disponible acerca del área y elevaría enormemente la calidad de los laboratorios avanzados y demás laboratorios para materias involucradas. Es recomendable además crear un programa de capacitación constante para docentes y estudiantes en el área, visitas científicas, participaciones en conferencias, etc. con el fin de contar con un grupo sólido dedicado al estudio de los materiales y en particular al estudio de los materiales superconductores.

A continuación se dan algunas recomendaciones más específicas, para mejorar los resultados de futuros trabajos relacionados con este trabajo:

- Aplicar una técnica para proteger las muestras de la humedad del aire, como la desarrollada por H.T Ren [51].
- Determinar cuantitativamente la transición magnética a la superconductividad en las muestras, a través de la medición de la susceptibilidad magnética con respecto a la temperatura.
- Determinar el grado de oxidación de las muestras, por titulación yodométrica o XRD, y correlacionarlo con los parámetros obtenidos.
- Diseñar y construir una cámara al vacío para las mediciones de resistividad, con el fin de mejorar la precisión de las mismas.

Anexos

AI. Dimensiones del molde para fabricar las pastillas

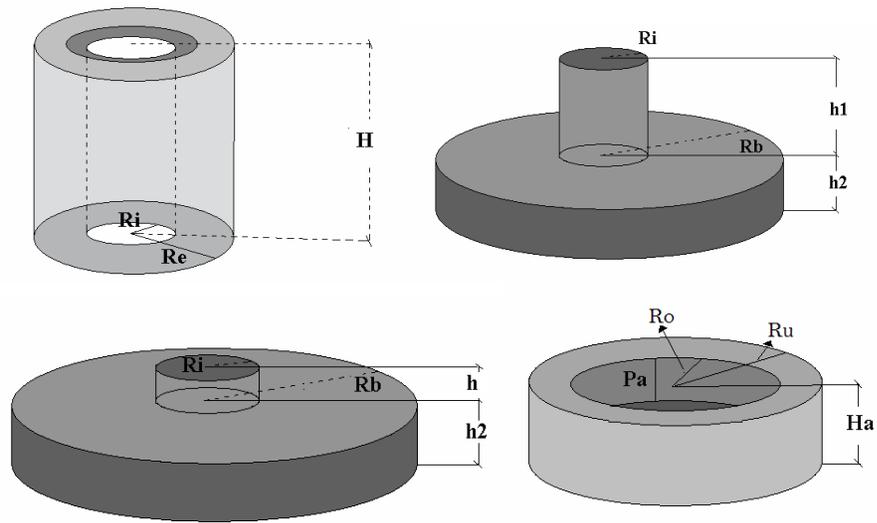


Figura 6.1: Dimensiones de los moldes para las pastillas de 1.1 y 2.5 cm respectivamente, unidades en cm. $H = 2.50, 2.0$. $R_i = 0.55, 1.25$. $R_e = 2.5, 3.8$. $R_o = 2.7, 4.0$. $R_u = 3.0, 4.8$. $R_b = 2.5, 3.8$. $h = 0.25, 0.25$. $h_1 = 2.55, 2.5$. $h_2 = 0.6, 1.0$. $h_a = 1.3, 1.5$ y $p_a = 0.5, 0.7$.

A II. Hoja técnica del amplificador de instrumentación INA114



INA114

Precision INSTRUMENTATION AMPLIFIER

FEATURES

- **LOW OFFSET VOLTAGE:** 50µV max
- **LOW DRIFT:** 0.25µV/°C max
- **LOW INPUT BIAS CURRENT:** 2nA max
- **HIGH COMMON-MODE REJECTION:** 115dB min
- **INPUT OVER-VOLTAGE PROTECTION:** ±40V
- **WIDE SUPPLY RANGE:** ±2.25 to ±18V
- **LOW QUIESCENT CURRENT:** 3mA max
- **8-PIN PLASTIC AND SOL-16**

DESCRIPTION

The INA114 is a low cost, general purpose instrumentation amplifier offering excellent accuracy. Its versatile 3-op amp design and small size make it ideal for a wide range of applications.

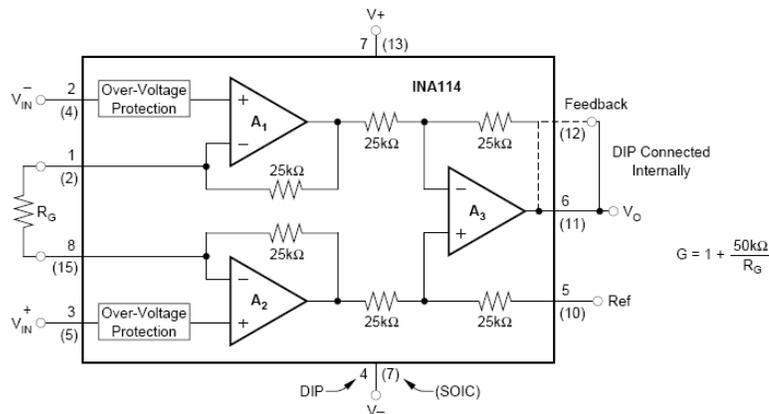
A single external resistor sets any gain from 1 to 10,000. Internal input protection can withstand up to ±40V without damage.

The INA114 is laser trimmed for very low offset voltage (50µV), drift (0.25µV/°C) and high common-mode rejection (115dB at G = 1000). It operates with power supplies as low as ±2.25V, allowing use in battery operated and single 5V supply systems. Quiescent current is 3mA maximum.

The INA114 is available in 8-pin plastic and SOL-16 surface-mount packages. Both are specified for the -40°C to +85°C temperature range.

APPLICATIONS

- **BRIDGE AMPLIFIER**
- **THERMOCOUPLE AMPLIFIER**
- **RTD SENSOR AMPLIFIER**
- **MEDICAL INSTRUMENTATION**
- **DATA ACQUISITION**



International Airport Industrial Park • Mailing Address: PO Box 11400, Tucson, AZ 85734 • Street Address: 6730 S. Tucson Blvd., Tucson, AZ 85706 • Tel: (520) 746-1111 • Twx: 910-952-1111
Internet: <http://www.burr-brown.com/> • FAXLine: (800) 548-6133 (US/Canada Only) • Cable: BBRCORP • Telex: 066-6491 • FAX: (520) 889-1510 • Immediate Product Info: (800) 548-6132

SPECIFICATIONS

ELECTRICAL

At $T_A = +25^\circ\text{C}$, $V_S = \pm 15\text{V}$, $R_L = 2\text{k}\Omega$, unless otherwise noted.

PARAMETER	CONDITIONS	INA114BP, BU			INA114AP, AU			UNITS
		MIN	TYP	MAX	MIN	TYP	MAX	
INPUT								
Offset Voltage, RTI	$T_A = +25^\circ\text{C}$ $T_A = T_{\text{MIN}}$ to T_{MAX} $V_S = \pm 2.25\text{V}$ to $\pm 18\text{V}$		$\pm 10 + 20/\text{G}$	$\pm 50 + 100/\text{G}$		$\pm 25 + 30/\text{G}$	$\pm 125 + 500/\text{G}$	μV
Initial vs Temperature			$\pm 0.1 + 0.5/\text{G}$	$\pm 0.25 + 5/\text{G}$		$\pm 0.25 + 5/\text{G}$	$\pm 1 + 10/\text{G}$	$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$
vs Power Supply				$0.5 + 2/\text{G}$	$3 + 10/\text{G}$	*	*	$\mu\text{V}/\text{V}$
Long-Term Stability				$\pm 0.2 + 0.5/\text{G}$		*	*	$\mu\text{V}/\text{mo}$
Impedance, Differential				$10^{10} \parallel 6$		*	*	$\Omega \parallel \text{pF}$
Common-Mode				$10^{10} \parallel 6$		*	*	$\Omega \parallel \text{pF}$
Input Common-Mode Range	$V_{\text{CM}} = \pm 10\text{V}$, $\Delta R_S = 1\text{k}\Omega$	± 11	± 13.5	± 40	*	*	*	V
Safe Input Voltage								V
Common-Mode Rejection		$G = 1$	80	96		75	90	dB
		$G = 10$	96	115		90	106	dB
	$G = 100$	110	120		106	110	dB	
	$G = 1000$	115	120		106	110	dB	
BIAS CURRENT			± 0.5	± 2		*	± 5	nA
vs Temperature			± 8			*		$\text{pA}/^\circ\text{C}$
OFFSET CURRENT			± 0.5	± 2		*	± 5	nA
vs Temperature			± 8			*		$\text{pA}/^\circ\text{C}$
NOISE VOLTAGE, RTI	$G = 1000$, $R_S = 0\Omega$					*		$\text{nV}/\sqrt{\text{Hz}}$
$f = 10\text{Hz}$			15			*		$\text{nV}/\sqrt{\text{Hz}}$
$f = 100\text{Hz}$			11			*		$\text{nV}/\sqrt{\text{Hz}}$
$f = 1\text{kHz}$			11			*		$\text{nV}/\sqrt{\text{Hz}}$
$f_B = 0.1\text{Hz}$ to 10Hz			0.4			*		$\mu\text{Vp-p}$
Noise Current				0.4		*		$\text{pA}/\sqrt{\text{Hz}}$
			0.2		*		$\text{pA}/\sqrt{\text{Hz}}$	
			18		*		pAp-p	
GAIN						*		V/V
Gain Equation		1	$1 + (50\text{k}\Omega/R_S)$	10000	*	*	*	V/V
Range of Gain	$G = 1$		± 0.01	± 0.05	*	*	*	%
Gain Error	$G = 10$		± 0.02	± 0.4	*	*	± 0.5	%
	$G = 100$		± 0.05	± 0.5	*	*	± 0.7	%
	$G = 1000$		± 0.5	± 1	*	*	± 2	%
Gain vs Temperature	$G = 1$		± 2	± 10	*	*	± 10	$\text{ppm}/^\circ\text{C}$
50k Ω Resistance ⁽¹⁾			± 25	± 100	*	*	*	$\text{ppm}/^\circ\text{C}$
Nonlinearity	$G = 1$		± 0.0001	± 0.001	*	*	± 0.002	% of FSR
	$G = 10$		± 0.0005	± 0.002	*	*	± 0.004	% of FSR
	$G = 100$		± 0.0005	± 0.002	*	*	± 0.004	% of FSR
	$G = 1000$		± 0.002	± 0.01	*	*	± 0.02	% of FSR
OUTPUT						*		V
Voltage	$I_O = 5\text{mA}$, T_{MIN} to T_{MAX} $V_S = \pm 11.4\text{V}$, $R_L = 2\text{k}\Omega$ $V_S = \pm 2.25\text{V}$, $R_L = 2\text{k}\Omega$	± 13.5	± 13.7		*	*	*	V
		± 10	± 10.5		*	*	*	V
		± 1	± 1.5		*	*	*	V
Load Capacitance Stability			1000		*	*	*	pF
Short Circuit Current			$+20/-15$		*	*	*	mA
FREQUENCY RESPONSE						*		MHz
Bandwidth, -3dB	$G = 1$		1			*		kHz
	$G = 10$		100			*		kHz
	$G = 100$		10			*		kHz
	$G = 1000$		1			*		kHz
Slew Rate	$V_O = \pm 10\text{V}$, $G = 10$	0.3	0.6		*	*		V/ μs
Settling Time, 0.01%		$G = 1$		18		*	*	μs
		$G = 10$		20		*	*	μs
		$G = 100$		120		*	*	μs
	$G = 1000$		1100		*	*	μs	
Overload Recovery	50% Overdrive		20		*	*	μs	
POWER SUPPLY						*		V
Voltage Range		± 2.25	± 15	± 18	*	*	*	V
Current	$V_{\text{IN}} = 0\text{V}$		± 2.2	± 3	*	*	*	mA
TEMPERATURE RANGE						*		$^\circ\text{C}$
Specification		-40		85	*		*	$^\circ\text{C}$
Operating		-40		125	*		*	$^\circ\text{C}$
θ_{JA}			80		*	*	*	$^\circ\text{C}/\text{W}$

* Specification same as INA114BP/BU.

NOTE: (1) Temperature coefficient of the "50k Ω " term in the gain equation.

The information provided herein is believed to be reliable; however, BURR-BROWN assumes no responsibility for inaccuracies or omissions. BURR-BROWN assumes no responsibility for the use of this information, and all use of such information shall be entirely at the user's own risk. Prices and specifications are subject to change without notice. No patent rights or licenses to any of the circuits described herein are implied or granted to any third party. BURR-BROWN does not authorize or warrant any BURR-BROWN product for use in life support devices and/or systems.



A III. Hoja técnica del sistema de adquisición de datos DQ DI-148U

DI-148U Starter Kit

Low Cost, Compact Data Acquisition Kit

Convenient USB Interface

8 ±10V Analog Single-Ended Inputs

Six Bidirectional TTL Ports for General Purpose Control

10 Bit Resolution

Up to 14,400 Hz Sample Rate



The DI-148U breaks new ground in price and performance, offering advanced features usually reserved for more expensive instruments. They include, but are not limited to, a channel scan list, high sample rate throughput, and an advanced computer interface. These features combine to produce a robust instrument that can be applied to nearly any data acquisition situation where pre amplified signals need to be acquired to a PC.

This extremely inexpensive instrument offers eight single-ended analog input channels (each with a fixed ±10 volt full scale range), analog-to-digital conversion resolution of 10 bits (allowing a minimum voltage sensitivity of ±19.5 mV), six bidirectional TTL ports that may be used for general purpose control, and a maximum sample throughput rate of up to 14,400 Hz. No other instrument offers so much for so little.

Features

Easy to Connect and Use

Connect the DI-148U to any local laptop or desktop PC. Power is derived from the PC through the USB interface so no external power is required. Two, built-in, 8 position screw terminal connectors allow easy and secure access to all signal I/O connections without the need for extra options.

Wide Sample Throughput Range

Throughput ranges from sub-Hertz to over 14,400 Hertz allow the DI-148U to connect to a wide range of both static and dynamic signals.

Compact

Small size—66D × 66W × 28H mm (2.6D × 2.6W × 1.1H inches)—allows the DI-148 to fit comfortably in crowded instrumentation cabinets, desktops, and other tight locations.

Self Powered Advantage

All DI-148 instruments derive their power directly from the host PC eliminating the need for an external power adaptor and connections—perfect for use in automotive and other portable environments where power is unavailable.

Built-In, Bidirectional Port

A built-in bidirectional port allows programmable discrete inputs and outputs for control.

Free Data Acquisition Software

Our WINDAQ/Lite data acquisition software offers real time display and disk streaming for the Windows environment. Their real time display can operate in a smooth scroll or triggered sweep mode of operation, and can be scaled into any unit of measure. Event markers with comments allow you to annotate your data acquisition session with descriptive information as you're recording to disk.

Raise your productivity to new heights with WINDAQ's unique multitasking feature. Record waveform data to disk in the background while running any combination of programs in the foreground — even WINDAQ Playback software to review and analyze the waveform data as it's being stored!

WINDAQ/Lite recording and playback software is provided free with every DI-148U purchase. WINDAQ/Lite recording software is limited to 240 Hz sample rate when recording to disk. The extra cost WINDAQ/Pro High Speed option allows you to record at rates up to the speed of the instrument.

Specifications

Analog Inputs

Number of Channels:	8
Channel Configuration:	Single-Ended
Measurement range:	$\pm 10V$
Accuracy:	0.25% of FSR
Resolution:	$\pm 19.5mV$
Input Impedance:	200K Ω
Input bias current:	50 μA for a 10V input, single channel
Max. normal mode voltage:	40 Volts peak to peak
Channel-to-channel crosstalk rejection:	-60db
Gain temperature coefficient:	100ppm/ $^{\circ}C$
Offset temperature coefficient:	.5 $\mu V/^{\circ}C$
Digital filtering:	Over-sampling, average

A/D Characteristics

Type:	Successive approximation
Resolution:	10-bit
Monotonicity:	$\pm 2LSB$
Conversion Time:	70 μs

Scanning Characteristics

Max. throughput sample rate:	14,400
Min. throughput sample rate:	0.0137334 Hz
Max. scan list size:	10 entries
Sample buffer size:	2kb

Digital I/O

Channels:	6 bi-directional ports
Output voltage levels:	Min. "1" 3V @ 2.5mA sourcing Max. "0" 0.4V @ 2.5mA sinking
Output current:	Max. source, -2.5 mA Max. sink, 2.5mA
Input voltage levels:	Min. required "1" 2V Max allowed "0" 0.8V

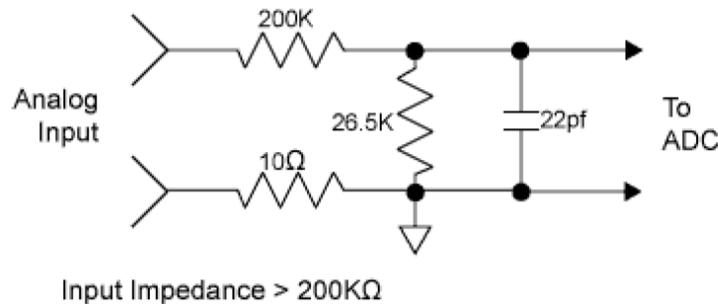
Calibration

Calibration cycle:	One year
Calibration method:	Digital calibration with scale and offset constant.

General

Input connectors:	Two eight position terminal blocks
Operating Environment:	0 $^{\circ}C$ to 70 $^{\circ}C$
Enclosure:	Molded ABS plastic.
Dimensions:	2.6L \times 2.6W \times 1.1D inches 66W \times 66W \times 28D mm.
Weight:	3 oz. (85 gr.)
Power Requirements:	80mA max. @ 5 VDC. No external power required. Power derived from communications cable.

DI-148 Analog Inputs (Typical)



241 Springside Drive
Akron, Ohio 44333
Phone: 330-668-1444
Fax: 330-666-5434
www.dataq.com

Ordering Guide

Description	Order Number
DI-148U Starter Kit 8-channel data acquisition module with USB Interface.	DI-148U

Data Acquisition Product Links

(click on text to jump to page)

[Data Acquisition](#) | [Data Logger](#) | [Chart Recorder](#) | [Thermocouple](#) | [Oscilloscope](#)

DATAQ, the DATAQ logo, and WinDaq are registered trademarks of DATAQ Instruments, Inc. All rights reserved. Copyright © 2005 DATAQ Instruments, Inc. The information on this data sheet is subject to change without notice.

A IV. Especificaciones del microscopio electrónico de barrido

JSM-5510



The JSM-5510 is a high-performance, low cost, scanning electron microscope with excellent SE and BSE resolution. The Intuitive PC Interface allows the instrument to be easily operated with a mouse only. Its specimen chamber can accommodate a specimen of up to 32mm in diameter (152.4mm dia. with LGS option) and its standard automated features include Auto Focus, Auto Gun (Bias), and Automatic Contrast and Brightness.

Specifications

Resolution	3.5 NM (30kV, WD8mm, SEI)
Accelerating voltage	0.5 to 30 kV (53 steps)
Magnification:	x 18 to 300,000 (136 steps)
Filament	Pre-centered W hairpin filament
Objective lens	Conical lens
Objective lens aperture	Fine position controllable in X/Y directions
Maximum specimen size	32mm in diameter (152.4mm dia. with LGS option)
Specimen stage	Eucentric goniometer X=20mm, Y=10mm, Z=4 to 48mm R=360° (endless) T=-10 to 90° (Computer controlled) 2-axis motor drive: option
Display CRT	18.1inch, high resolution FPD

Bibliografía

- [1] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity*, Dover Publications, New York 2nd ed. (1996).
- [2] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, John Wiley & Sons, 7th ed. (1996).
- [3] R. Resnick, R. Eisberg, *Física Cuántica*, Limusa, Mexico (1986).
- [4] J. R. Christman, *Fundamentals of Solid State Physics*, John Wiley & Sons, (1988).
- [5] T. L. Brown, H. E. LeMay, B. E. Bursten, J. R. Burdge, *Química*, Pearson, Mexico 9^{na} ed. (2004).
- [6] N. R. Malik, *Circuitos Electrónicos*, Prentice Hall, Madrid (2000).
- [7] M. V. delArco, *Crecimiento y caracterización de superredes basadas en Superconductores de Alta Temperatura Crítica*, Universidad Complutense de Madrid, Madrid (2001).
- [8] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Shrieffer, *Phys. Rev.* 108, 1175 (1957).
- [9] A. Khurana, *Phys. Today*, April, 17 (1987).
- [10] D. G. McDonald, *Phys. Today*, February (1981).
- [11] J. K. Hulm, E. Kunzler, T. Matthias, *Physics Today*, January (1981).
- [12] D. Reagor, F. Garzon, *Appl. Phys. Lett.* 58, 2741 (1991).

- [13] S. Jin, T. H. Tiefel, R. C. Sherwood, M. E. Davis, R. B. Dover, G. W. Kammlott, R. A. Fastnacht, H. D. Keith, *Appl. Phys. Lett.* 52, 2074 (1988).
- [14] H. Sekine, K. inoue, H. Maeda, *Appl. Phys. Lett.* 52, 2261 (1988).
- [15] F. M. Smits, *The Bell System Journal*, May (1958).
- [16] V. E. Gasumayants, E. V. Vladimirskaia, M. V. Eliazarova, I. B. Patrina, *Phys of the Solid State* 41, 350 (1999).
- [17] L. C. Pathak, S. K. Mishra, *Supercond. Sci. Technol.* 18 R67- R89(2005).
- [18] R. A. Serway, C. J Moses, C. A. Moyer, *Física moderna*, Thomson, México, 3^{ra} ed. (2006).
- [19] M. R. Beasley, T. H. Geballe, *Phys. Today*, October 60 (1984).
- [20] J. D. Fan, Y. M. Mazolovsky, *Int. Journal of Modern Phys B*, 13, 3434 (1999).
- [21] V. F. Weisskopf, *Contemp. Phys.* 22, 375 (1981).
- [22] J. H. Ballesteros, D. Girata, W. Lopera, G. Bolaños, J. Osorio, *Revista Colombiana de Física* 32, 254 (2001).
- [23] B.D. Josephson, *Phys. Lett.* 1, 251 (1962).
- [24] E.F. Talantsev, V. A. Ivchenko, V. L. Kozhevnikov, E. E. Fliatau, *Modern Phys. Lett. B*, 16, 1029, (1992).
- [25] J. Wang, S. Wang, C. Deng, Y. Zeng, H. Song and H. Huang, *International Journal of Modern Physics B*, Vol 19, 339 (2005).
- [26] A. S. Brown, *Mechanical Engineering*, June (2006).
- [27] R. Feynman, *Lectures on Physics Vol. II*, pag. 29-6, FEI, México (1971).
- [28] M. J. Yacamán, J. R. Gasga, *Microscopía Electrónica*, CNCT, Mexico (1998).
- [29] S. Hikami, T. Hirai and s. Kagoshima, *Jpn. J. Appl. Phys*, vol. 26 L314 (1987).

- [30] J.M. Tarascon, L. H. Greene, W. R. McKinnon and G. W. Hull, *phys. Rev. B* 35, 7115 (1987).
- [31] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang and C. W. Chu, *Phys Rev. Lett.* 58, 908 (1987).
- [32] V. Selvamanickam, Partsinevelos, A. V McGuire and K. Salama, *Appl. Phys. Lett.* 60 26 (1992).
- [33] J.M. Tarascon, W. R. McKinnon, L. H. Greene, G. W. Hull and E. M Vogel, *phys. Rev. B* 36, 226 (1987).
- [34] M. K. Kelly, P. Barboux, J. M. Tarascon and D. E. Aspnes, *Phys. Rev. B* 40, 6797 (1989).
- [35] M. K. Kelly, P. Barboux, J. M. Tarascon, D. E. Aspnes, W. A. Bonner and P. A. Moris, *Phys. Rev. B* 38, 870 (1988).
- [36] E. Maxwell, *Phys. Rev.* 78, 477 (1950).
- [37] C. A. Reynolds, B. Serin, W. H. Wright and L. B. Nesbitt, *Phys. Rev.* 78, 487 (1950).
- [38] W. S. Corak, B. B. Goodman, C. B. Satterthwait, and A. Wexler, *Phys Rev.* 96, 1442 (1954).
- [39] W. S. Corak, B. B. Goodman, C. B. Satterthwait, and A. Wexler, *Phys Rev.* 102, 656 (1956).
- [40] W. Meissner and R. Ochsenfeld, *Naturwissenschaften* 21, 787 (1933).
- [41] R. A. Fisher, J. E. Gordon and N. E. Phillips, *Annu. Rev. Phys. Chem.* 47 283, (1996).
- [42] J.R. Hull, *Supercond. Sci. Technol.* 13 R1-R15 (2000).
- [43] L. K. Kovalev, *Supercond. Sci. Technol.* 15 817, (2002).

- [44] Y. Zhang, Y. Postrekhin, K. B. Ma and W. K. Chu, *Supercond. Sci. Technol.* 15 823, (2002).
- [45] A. C. Day, M. Strasik, K. E. McCrary, P. E. Johnson, J. W. Gabrys, J. R. Schindler, R. A. Hawkins, D. L. Carlson, M. D. Higgins and J. R. Hull, *Supercond. Sci. Technol.* 15 838 (2002).
- [46] K. Matsunaga, M. Tomita, N. Yamachi, K. Iida, J. Yoshioda and M. Murakami, *Supercond. Sci. Technol.* 15 842 (2002).
- [47] T. A. Coombs , A. Canstz and A. M. Campbell, *Supercond. Sci. Technol.* 15 831 (2002).
- [48] M. Tomita, M. Murakami, S. Nariki and K. Sawa, *Supercond. Sci. Technol.* 15 846 (2002).
- [49] Y. Xu, A. Goyal, J. Lian, N. A. Rutter, D. Shi, S. Sathyamurthy, M. Paranthaman, L. Wang, P. M. Martin and D. M. Kroeger, *J. Am. Ceram. Soc.* 87 1669, (2004).
- [50] R. Flükiger, *European White Book on Fundamental Research in Materials Science*, MaxPlanck Gesellschaft, pg. 97 (2001).
- [51] H.T Ren, L. Xiao, Y.L. Jiao, Mh. Zheng, *Physica C*, 412-414, 597-601 (2004).
- [52] A. Koblishka-Veneva, M. R. Koblishka, F. Mucklich1, K. Ogasawara and M. Murakami, *Supercond. Sci. Technol.* 18 S158 (2005).
- [53] S. Tanaka, *Jpn. J. Appl. Phys.* 45, 9011 (2006)
- [54] Hideo Itozaquí, *Supercond. Sci. Technol.* 16 1340 (2003).
- [55] S. Gul Lee, S. Park and C. Kang, *Appl. Phys. Lett.* 84 568 (2004)