

# ÍNDICE

## Capítulo 1: INTRODUCCIÓN

<b>1- Estructura y superconductividad del <math>\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}</math></b> .....	1
<b>2- Objetivos del trabajo</b> .....	4
<b>Referencias</b> .....	7

## Capítulo 2: MÉTODOS EMPLEADOS EN LA OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS Y APLICACIÓN DE MODELOS DE SINTERIZADO

<b>1- Métodos utilizados para la obtención de las muestras</b> .....	9
1.1 – Recubrimiento por inmersión .....	9
1.2 - Obtención de capas gruesas .....	13
1.3 - Compactación uniaxial de polvos .....	14
1.4' - Hornos empleados en los tratamientos térmicos .....	16
<b>2- Caracterización a altas temperaturas</b> .....	17
2.1 – Termogravimetría (TG) .....	18
2.2 – Análisis Térmico Diferencial (DTA) .....	20
2.3 – Termodilatometría (TD) .....	22
<b>3- Mediciones a bajas temperaturas</b> .....	25
3.1 – Resistencia eléctrica-DC .....	25
3.2 – Susceptibilidad magnética-AC .....	27
<b>4- Otras técnicas de caracterización</b> .....	30
4.1 – Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) .....	30
4.2 – Análisis Dispersivo en Energía (EDS) .....	32
4.3 – Análisis por Activación Neutrónica Instrumental (AANI) .....	33
4.4 – Difracción de Rayos X (DRX) .....	34
<b>5- Modelos de sinterizado</b> .....	36
<b>Referencias</b> .....	42

**Capítulo 3: PELÍCULAS DE  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  OBTENIDAS POR INMERSIÓN DE SUBSTRATOS CERÁMICOS DE  $SrTi(Nb)O_3$  EN UNA SOLUCIÓN ORGANOMETÁLICA**

<b>1- Trabajos de deposición mediante vías químicas .....</b>	<b>45</b>
<b>2- Método para la obtención de las películas de <math>YBa_2Cu_3O_{7-x}</math> .....</b>	<b>51</b>
2.1 – Preparación de la solución precursora .....	51
2.2 – Obtención de los substratos cerámicos de titanato de estroncio .....	52
2.3 – Proceso de deposición de las capas .....	54
2.4 – Obtención de la capa superconductora .....	55
2.5 – Obtención de polvos y posteriores tratamientos .....	56
<b>3- Variables que afectan las propiedades de las películas .....</b>	<b>58</b>
3.1 – Efecto del substrato cerámico .....	58
3.2 – Influencia del espesor de la película y el tratamiento térmico .....	63
<b>4- Análisis del polvo obtenido de la solución precursora .....</b>	<b>67</b>
4.1 – Estudio cristalográfico .....	67
4.2 – Comportamiento térmico .....	71
4.3 – Características morfológicas del polvo .....	74
<b>5- Conclusiones .....</b>	<b>77</b>
<b>Referencias .....</b>	<b>79</b>

**Capítulo 4: COMPORTAMIENTO A ALTAS TEMPERATURAS Y SINTERIZACIÓN DE POLVOS CON RELACIONES  $Y:Ba:Cu$  ALREDEDOR DEL  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$**

<b>1- Planteo del problema composicional .....</b>	<b>85</b>
<b>2- Preparación y caracterización de los polvos y los compactos .....</b>	<b>92</b>
2.1 – Obtención de las muestras .....	92
2.2 – Caracterización de muestras y datos de AANI, EDS y DRX de los polvos .....	93
<b>3- Análisis de las reacciones a altas temperaturas .....</b>	<b>101</b>
3.1 – Influencia de las fases secundarias y la exclusión del campo magnético .....	101
3.2 – Reacciones durante el calentamiento .....	104
3.3 – Energías involucradas en las reacciones .....	110
3.4 – Reacciones de solidificación .....	113
<b>4- Sinterización de las diversas composiciones .....</b>	<b>117</b>
4.1 – Energías de activación involucradas en los diferentes mecanismos de sinterizado .....	117

4.2 – Influencia de la relación Y:Ba:Cu sobre el sinterizado .....	120
4.2.1 – Sinterización de composiciones nominales '0' y '1' .....	120
4.2.2 – Sinterización con deficiencia de Y .....	124
4.2.3 – Sinterización con deficiencia de Ba .....	128
4.2.4 – Sinterización con deficiencia de Cu .....	131
<b>5- Conclusiones .....</b>	<b>134</b>
<b>Referencias .....</b>	<b>137</b>

**Capítulo 5: CAPAS GRUESAS DE  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Y DE  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  CON ADICIÓN DE Ag: SINTERIZACIÓN, MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES ELÉCTRICAS**

<b>1- Consideraciones previas .....</b>	<b>141</b>
<b>2- Obtención de las capas gruesas y su caracterización .....</b>	<b>143</b>
<b>3- Sinterizado y microestructura de las capas gruesas .....</b>	<b>145</b>
3.1 – Densificación de capas YBCO e YBCO/Ag y su comparación con los compactos .....	145
3.1.1 Sistema YBCO sobre el sustrato N-STO .....	146
3.1.2 Sistema YBCO/Ag sobre el sustrato N-STO .....	150
3.1.3 Estimación de la densidad relativa de las capas y los compactos .....	154
3.2 – Microestructura, fases cristalográficas y comportamiento eléctrico de las capas gruesas y compactos superconductores .....	157
3.2.1 Capas sinterizadas a 932°C en oxígeno y 924°C en aire .....	157
3.2.2 Capas sinterizadas en oxígeno entre 966°C y la temperatura peritética .....	167
3.2.3 Capas enfriadas a diferentes velocidades desde 980°C en aire .....	173
<b>4- Conclusiones .....</b>	<b>180</b>
<b>Referencias .....</b>	<b>182</b>

**Capítulo 6: COMPORTAMIENTO DE DENSIFICACIÓN, DESCOMPOSICIÓN Y SOLIDIFICACIÓN DEL CERÁMICO  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Y EL CERMET  $YBa_2Cu_3O_{7-x}/Ag$**

<b>1- Sinterizado y crecimiento de granos orientados en el YBCO .....</b>	<b>187</b>
<b>2- Conformación de los compactos y su caracterización .....</b>	<b>189</b>
<b>3- Densificación del YBCO e YBCO/Ag .....</b>	<b>190</b>

3.1 – Variables que afectan la densificación del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .....	190
3.2 – Comportamiento isotérmico entre $890\text{-}970^\circ\text{C}$ en aire .....	199
3.3 – Variables que afectan la densificación del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{Ag}(10\%)$ .....	203
<b>4- Comportamiento del YBCO e YBCO/Ag a temperaturas de la descomposición peritética</b> .....	<b>210</b>
4.1 – Consideraciones sobre los líquidos peritéticos del YBCO e YBCO/Ag(10%) .....	210
4.1.1 <i>La reacción peritética del YBCO a partir de datos termogravimétricos</i> .....	210
4.1.2 <i>El YBCO a partir del análisis de las fases congeladas desde temperaturas peritéticas</i> .....	215
4.1.3 <i>El YBCO/Ag a partir de observaciones microestructurales de muestras congeladas desde la región peritética</i> .....	218
4.2 – Contracción/deformación de los compactos en la región peritética .....	220
<b>5- Solidificación del superconductor YBCO e YBCO/Ag(10%)</b> .....	<b>232</b>
<b>6- Conclusiones</b> .....	<b>246</b>
<b>Referencias</b> .....	<b>249</b>

## Capítulo 7 CONCLUSIONES GENERALES

1- Conclusiones del trabajo .....	255
2- Direcciones futuras de investigación .....	263

## APÉNDICES

### Apéndice I: Teoría de sinterización

Introducción .....	i
Fuerza impulsora .....	i
Tipos de sinterizado .....	ii
Mecanismos de transporte .....	iii
Crecimiento de grano .....	v
Etapas del sinterizado .....	v
Sinterizado con fase líquida .....	vi

### Apéndice II: Grado de repetición en la caracterización y preparación de polvos – Oxigenación y ausencia de $\text{BaCO}_3$

Grado de oxigenación .....	x
Grado de repetición en los ensayos de DTA-TGA .....	xii
Ausencia de $\text{BaCO}_3$ en los polvos frescamente preparados .....	xiii

### **Apéndice III: Calibración del equipo de DTA**

Calibración con elementos patrones de Ag y Al .....	xv
---	----

### **Apéndice IV: DRX y tratamientos térmicos efectuados sobre las capas gruesas – Coeficientes de dilatación del YBCO, YBCO/Ag y substratos**

Tratamientos térmicos sobre las capas gruesas .....	xvii
Difractogramas de rayos X de capas gruesas de YBCO e YBCO/Ag .....	xx
Coeficientes de dilatación térmica de substratos y compactos de YBCO e YBCO/Ag .....	xxi

### **Apéndice V: Trabajos de sinterización isotérmica en el YBCO/Ag y solidificación del YBCO**

Trabajo de Pathak et al. ....	xxv
Trabajo de Schmitz et al. ....	xxvii