

Índice General

Resumen	1
Abstract	3
Introducción	5
1 Antecedentes y motivaciones para el estudio de los sistemas Nd-Ce-Cu-O y Hg-Ba-Cu-O	9
1.1 Sistema Nd-Ce-Ch-0	9
1.1.1 Características principales	9
1.1.2 Resultados previos	13
1.2 Sistema Hg-Ba-Ch-0	19
1.2.1 Estructura cristalina	19
1.2.2 Síntesis	22
1.2.3 No-estequiometría de oxígeno	26
Parte I: Compuesto $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{Cu}_{1\pm\delta}\text{O}_y$	32
2 Influencia de la no-estequiometría de Cu en las propiedades del compuesto $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{Cu}_{1\pm\delta}\text{O}_y$	33
2.1 Métodos de síntesis	33
2.1.1 Control del contenido de Cu en las muestras preparadas por LM y DN	34
2.2 Contenido de Cu y superconductividad	36
2.3 Influencia del contenido de Cu en el proceso de sinterización de muestras DN .	40
2.3.1 Datos experimentales y caracterización de las muestras	40
2.3.2 Resultados obtenidos	41
2.3.3 Análisis de los resultados	44
2.4 No-estequiometría de Cu a altas temperaturas	46
2.4.1 Magnetization d.c., SEM y análisis de RX en muestras DN	47
2.4.2 Magnetization d.c., SEM y análisis de RX en muestras LM	50
2.4.3 Comparación de los efectos del tratamiento térmico en muestras LM y D N	54
2.4.4 Modificación del diagrama de fases binario $(\text{Nd}, \text{Ce})_2\text{O}_3 - \text{CuO}$	55

Influencia de la no-estequiometría de oxígeno en las propiedades del compuesto $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{Cu}_{1\pm\delta}\text{O}_y$	61
3.1 Mediciones termogravimétricas	62
3.1.1 Muestras con exceso de Cu	62
3.1.2 Muestras deficientes en Cu	64
3.2 Magnetización d.c. de muestras con contenido de oxígeno controlado	64
3.3 Mediciones de resistividad en alta temperatura y $p(\text{O}_2)$ controlada	70
3.4 Espectroscopía Raman y XRD en muestras con contenido de oxígeno controlado	74
3.4.1 Difracción de rayos-X	75
3.4.2 Espectroscopía Raman	76
Conclusiones para el compuesto $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{Cu}_{1\pm\delta}\text{O}_y$	79
Parte II: Compuesto $(\text{Hg, Re})\text{Ba}_2\text{CuO}_{4+\delta}$	82
Métodos de síntesis y dopaje con Re de superconductores basados en Hg	83
5.1 Métodos de síntesis	83
5.1.1 Método de síntesis A	84
5.1.2 Método de síntesis B	84
5.1.3 Optimización de la incorporación de Re	85
5.2 Caracterización de las muestras obtenidas por el Método A	86
5.2.1 Difracción de RX	86
5.2.2 SEM y microanálisis	86
5.2.3 Magnetización d.c.	88
5.3 Caracterización de las muestras obtenidas por el Método B	88
5.3.1 Difracción de RX	88
5.3.2 SEM y microanálisis	88
5.3.3 Magnetización d.c.	93
5.4 Síntesis y caracterización de Hg-1223	93
Efectos del contenido de Re y oxígeno en las propiedades superconductoras del compuesto $(\text{Hg, Re})\text{Ba}_2\text{CuO}_{4+\delta}$	97
6.1 Caracterización de las muestras	97
6.2 Medición del contenido de oxígeno por NPD	99
6.3 Mediciones termogravimétricas	99
6.3.1 Determinación de la no-estequiometría de oxígeno en función del contenido de Re.	100
6.3.2 Estabilidad termodinámica	101
6.3.3 Propiedades molares parciales $\Delta\bar{H}_{\text{O}_2}$ y $\Delta\bar{S}_{\text{O}_2}$	103
6.4 Variación de los parámetros estructurales con el contenido de Re	104
6.5 Dependencia de la T_c con el contenido de oxígeno y Re	105

6.5.1	Efecto del contenido de Re	106
6.5.2	Efecto del contenido de oxígeno	108
6.6	Mediciones de μ SR	111
7	Conclusiones para el compuesto (Hg, Re)Ba₂CuO_{4+δ}	115
8	Conclusiones Generales	117
	Apéndices	120
A	Técnicas experimentales	121
A.1	Termogravimetría	121
A.2	Resistividad	123
A.3	SEM	124
A.4	Microanálisis en el SEM: EDS y WDS	125
A.4.1	Análisis dispersivo en energía - EDS	126
A.4.2	Análisis dispersivo en longitud de onda - WDS	127
A.4.3	Análisis cuantitativo y método ZAF	127
A.5	Magnetización d.c. -SQUID	129
A.6	Difracción de rayos-X y neutrones	129
A.6.1	Difracción de rayos-X	129
A.6.2	Difracción de neutrones	130
A.6.3	El método Rietveld	130
B	Determinación del contenido de oxígeno por Iodometría	133
C	Métodos de síntesis utilizados para el sistema Nd-Ce-Cu-O	135
C.1	Preparación y caracterización de muestras	135
C.2	Resultados	136
C.2.1	Difracción de rayos-X	136
C.2.2	Microanálisis elemental	139
C.2.3	Magnetización d.c. en muestras Nd _{1.85} Ce _{0.15} Cu _{1.02} O _y (con exceso de Cu)	140
C.2.4	Magnetización d.c., SEM y ATD en muestras Nd _{1.85} Ce _{0.15} Cu _{1.00} O _y . . .	141
C.3	Conclusiones	145
D	Notación de Kröger-Vink y conductividad en óxidos no-estequiométricos	147
E	Método BVS	150
F	Publicaciones relacionadas con esta tesis	153
	Referencias	155
	Agradecimientos	165