

Práctica 1:

Realización y caracterización de una pastilla superconductora

Orozco González Luis René

correo: reneg@ciencias.unam.mx

Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F.

Fecha de entrega:

22 de mayo de 2020

Resumen

En la siguiente práctica se realiza un comparativo entre los experimentos de dos artículos [1] y [2] que tienen el mismo objetivo: ‘obtener una pastilla superconductora. Se describe en resumen cada uno de los dos artículos, además de añadir de manera lo más fiel posible la descripción de los experimentos y obtención de los datos al momento de caracterizarlos. Por último se presentan sus resultados comparándolos para determinar cual metodología es más adecuada.

1. DESARROLLO DE LA TEORÍA Y FUNDAMENTOS FÍSICOS.

Los sólidos son un conjunto de átomos ordenados de manera periódica, la cual se denomina red o estructura cristalina la cual es directamente responsable de las propiedades que posea el sólido. De forma general los sólidos se pueden clasificar en tres categorías: **Conductores**, **Aislantes** y **Semiconductores**. En el caso de los conductores estos permiten que los electrones exteriores se puedan mover libremente por el material y la red periódica queda formada por iones. En el caso de los Aislantes el movimiento de los electrones es casi nulo y se necesita mucha energía para promover un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción mientras que en los semiconductores el movimiento es limitado pero se requiere menos energía para promover un electrón a la banda de conducción comparado con los aislantes.

De manera que si se hace pasar corriente eléctrica por un sólido conductor, el flujo de electrones se transmitirá más rápido que en un aislante o semiconductor (*suponiendo que este último no este dopado con algún otro material*). No obstante durante el paso de corriente eléctrica se producen pérdidas de energía porque los electrones que forman esta corriente sufren colisiones. A este fenómeno se le llama resistencia. La energía cinética de los electrones se pierde en forma de calor lo que se denomina efecto Joule. Lo que se traduce en que el funcionamiento y rendimiento de cualquier aparato eléctrico esta limitado a esas “pérdidas” de energía.

Los superconductores en cambio son materiales que conducen la corriente eléctrica sin pérdida (*resistencia nula*) cuando están por debajo de cierta temperatura [3]. Así, un anillo superconductor puede mantener una corriente circulando por el indefinidamente sin pérdidas ni calentamiento esto no contradice ninguna ley de la termodinámica por-

que primero se conecta el superconductor a una fuente de alimentación y una vez generada la corriente se desconecta. Por lo tanto la energía no proviene de la nada sino que se conserva.

Los superconductores tradicionales realizan esto cuando su temperatura está muy cerca del cero absoluto (*la superconductividad tradicional fue descubierta en 1911*), pero en 1986 se descubrió una familia de superconductores basada en cupratos (óxidos de cobre), como el YBaCuO, que hacían esto mismo a una temperatura relativamente alta (*incluso mayores a los 138 K*), de tal modo que bastaba nitrógeno líquido (que hierve a 79 K) para que se tornaran superconductores [1].

1.1. Cupratos

Como ya se menciono los Cupratos son una familia de superconductores basada en óxidos de cobre por su estructura que esta está caracterizada por capas de cobre y oxígeno, que forman una red cuadrada. En los vértices de cada cuadrado se sitúan los átomos de cobre mientras que los átomos de oxígeno se encuentran en el punto medio de las aristas (véase Fig. 1). Estas capas atómicas controlan el comportamiento del material al paso de la corriente eléctrica.

En estos materiales la aparición de la superconductividad está ligada a la cantidad de electrones que se mueven en la capa de cobre-oxígeno. En los llamados “compuestos padre” cada átomo de cobre aporta un electrón a los electrones que se mueven. Los compuestos padre no son superconductores, pero según la teoría estándar se esperaba que fueran metales.

En contra de estas expectativas y debido a la fuerte correlación entre los electrones los compuestos padre son aislantes, y se les llama aislantes de Mott. En los aislantes de Mott el paso de la corriente eléctrica se inhibe para

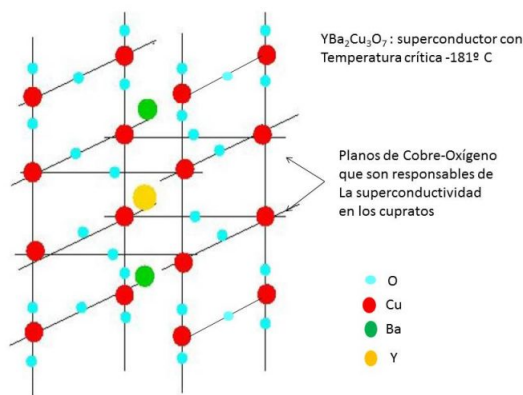


Figura 1: Estructura estándar de los Cuprados. Imagen Tomada de la pagina web: <https://wp.icmm.csic.es/superconductividad/wp-content/uploads/sites/17/2014/01/ybacuo-768x576.jpg>

evitar que haya dos electrones en el mismo átomo, ya que debido a la fuerte repulsión esto costaría mucha energía. Los electrones localizados se ordenan de forma antiferromagnética (véase: Fig. 2).

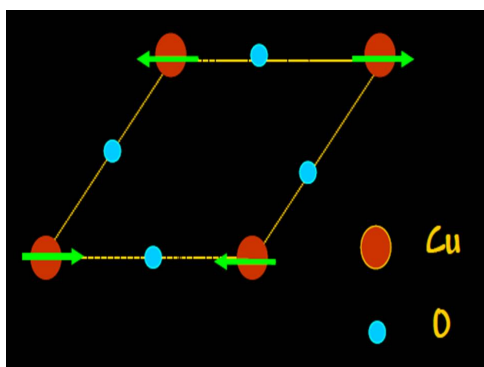


Figura 2: Diagrama del ordenamiento electrónico antiferromagnético. Imagen Tomada de la pagina web: <https://wp.icmm.csic.es/superconductividad/wp-content/uploads/sites/17/2014/01/ordenaocupratos.jpg>

Al añadir o quitar electrones de la capa de cobre-oxígeno desaparecen el carácter aislante y el antiferromagnetismo y aparece la superconductividad. A temperaturas superiores a la crítica, el material conduce la electricidad, es decir, es metálico. Sin embargo sus propiedades son muy anómalas debido a la fuerte repulsión entre los electrones. Se cree que esta fuerte repulsión y/o la tendencia al antiferromagnetismo pueden estar en el origen de la superconductividad de alta temperatura.

1.2. Tipos de Superconductores

Existen dos tipos de superconductores y se diferencian dependiendo de su interacción con los campos magnéticos.

- **Los superconductores de tipo I:** Estos expulsan los campos magnéticos (véase Fig. 2). Este fenómeno se denomina **efecto Meissner**.

El **efecto Meissner** es una propiedad de los superconductores tan importante como la resistencia nula. La expulsión del campo magnético se debe a la formación de corrientes superficiales en el superconductor que crean un campo magnético igual y opuesto al campo externo. Los imanes producen campos magnéticos. El efecto Meissner da lugar a repulsión entre un imán y un superconductor de forma que levitan uno sobre el otro. Si el campo magnético es suficientemente fuerte o la temperatura es alta se destruye la superconductividad y la levitación no ocurre.

- **Los superconductores de tipo II:** Estos también presentan el efecto Meissner con campos magnéticos pequeños pero cuando el campo magnético supera una determinada magnitud permiten que el campo lo penetre parcialmente formando vórtices. Es decir, el superconductor en este caso atrapa parte del campo magnético. Para que pueda penetrar el campo magnético en los vórtices se destruye la superconductividad. Los vórtices pueden anclarse en un superconductor debido a defectos en la red de átomos. Cuando esto ocurre, el imán que está levitando encima del superconductor también está anclado y cuesta mucho separarlos.

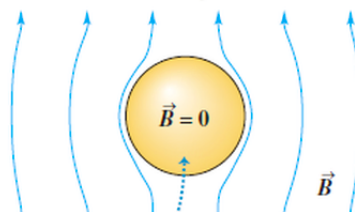


Figura 3: Superconductor tipo I sometido a un campo magnético. Imagen Tomada de la pagina web: <https://aliciakarinahy.wixsite.com/fsicaii-1/servicios-15>

1.3. Descripción del proceso para crear una pastilla superconductora $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

1. Con ayuda de la tabla 4 calcular la estequiometría o proporción adecuada para obtener una muestra de cierto peso del compuesto cerámico que se quiere formar en este caso en particular $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, a partir de los reactivos Y_2O_3 , BaCO_3 , Cu_3

Para una muestra de determinado peso, por ejemplo si se desea sacar una muestra de 1 gramo se realiza la regla de tres con los datos de la anterior tabla y se obtiene:

2. Debido a que los compuestos son higroscópicos(*Que reaccionan químicamente con el agua*) es necesario

Para formar	de	Multiplicamos	Por el peso molecular del reactivo	Obtenemos (g)
Y ₂	Y ₂ O ₃	0.5	$[Y_2O_3] \Rightarrow 88.9059 \times (2) + 15 \times (3) \times (0.5)$	112.906
Ba	BaCO ₃	2	$[BaCO_3] \Rightarrow (137.33 + 12.011 + 16 \times (3))$	394.682
Cu ₂	CuO	3	$[CuO] \Rightarrow (63.546 + 16) \times 3$	238.638

Figura 4: Cálculos de proporción de elementos químicos.

Para formar Óxido de Itrio Y ₂ O ₃	Para formar Carbonato de Bario BaCO ₃	Para formar Óxido de cobre CuO
746.226 \Rightarrow 1 gramo	746.226 \Rightarrow 1 gramo	746.226 \Rightarrow 1 gramo
112.906 gramos \Rightarrow x	394.682 gramos \Rightarrow x	238.638 gramos \Rightarrow x
x = 0.1418 gramo	x = 0.528 gramo	x = 0.3196 gramo

Figura 5: Cálculos para formar los compuestos químicos.

deshidratarlos. Para este proceso, se colocan los polvos en el horno, cada uno en su recipiente a una temperatura de 150 °C durante 1 hora.

- Colocar y hacer la molienda de los polvos en un mortero de ágata, hasta que la mezcla quede uniforme y el grano de polvo sea pequeño como talco
- Calcinar los polvos sobre una placa o un crisol de aluminio dentro del horno a una temperatura de 800 °C durante 2 horas. Esta etapa es para volatizar los carbonatos del compuesto.
- Sacar los polvos a una temperatura ambiente, dejar que se enfríen y pulverizarlos de nuevo con el mortero hasta tener de nuevo el grano tipo talco.
- Nuevamente calcinar los polvos en el crisol dentro del horno a una temperatura de 900 °C durante 2 horas. Esta etapa es también para volatizar los carbonatos del compuesto.
- Colocar los polvos a una temperatura ambiente y nuevamente remolerlos en el mortero, hasta tener un polvo muy fino. En esta parte se percibe que el grano es muy duro y se recomienda no remoler a golpes para no lastimar la superficie.
- Nuevamente calcinar los polvos a una temperatura de 950 °C durante 2 horas.
- Sacar los polvos a temperatura ambiente y remolerlos. Nuevamente el grano es muy duro, por lo que debe manejarse con mucho cuidado. Cabe mencionar que en esta etapa ya tenemos polvos superconductores. Los pasos anteriores son para evitar la creación de fases verdes no superconductoras.
- A temperatura ambiente, colocar los polvos en un molde cilíndrico de acero inoxidable (pastilladora) como se ve en la Figura 6
- Sacar los polvos compactados de la pastilladora y colocarlos sobre una placa de aluminio. Posteriormente,



Figura 6: En los extremos de la pastilladora colocar los polvos y aplicar una presión de 2 toneladas, durante 15 minutos. Para evitar que no se lastimen los émbolos colocar en sus extremos un material blando (aluminio).

introducirllos en el horno a una temperatura de 950 °C, durante 12 horas.

- Descender la temperatura lentamente desde los 950 °C hasta 450 °C y mantener dicha temperatura durante 12 horas.
- Descender la temperatura de 450 °C hasta la temperatura ambiente. Ajustar el Setup muy lentamente y apagar el horno. Es recomendable oxigenar la muestra a una temperatura de 450 °C durante 12 horas para obtener una buena pastilla superconductora y evitar tener fallas cuando la estemos probando con el LN2 (nitrógeno líquido).



Figura 7: Pastilla terminada y lista para probarla.

El anterior procedimiento fue sacado del texto titulado *Superconductividad* y se puede encontrar en el siguiente archivo [pdf](#).

1.4. Método Sol-gel

El método sol-gel es un proceso químico en fase húmeda ampliamente utilizado en la ciencia de los materiales. Este método se utiliza principalmente para la fabricación de nanomateriales (normalmente un óxido metálico). Se parte de una suspensión coloidal de partículas sólidas en

un líquido o lo que se conoce como “sol” que actúa como precursor de una red integrada ya sea de partículas discretas o de una red de polímeros. La técnica de sol-gel es un método que tiene muchas ventajas entre las que se pueden mencionar: bajas temperaturas involucradas en la deposición y síntesis de recubrimientos, se puede controlar el espesor, el tamaño de partícula, la morfología y sobre todo es una técnica económica. Como se mencionó antes, este método se basa en transformaciones químicas en los coloides. Los coloides son partículas sólidas con diámetros de 1 a 100 nm. En estas suspensiones, la fase dispersada es tan pequeña que las fuerzas gravitacionales son nulas y las interacciones son dominadas por las fuerzas de corto alcance como la atracción de Van der Waals y las cargas de superficie. Existen diferentes tipos de coloides, como son: Sol- aerosol (neblina y humo) y emulsión. Los precursores típicos del proceso sol-gel son los alcóxidos metálicos y los cloruros metálicos, que sufren varias reacciones de hidrólisis y policondensación para formar una dispersión coloidal, que luego de una polimerización lenta forma un gel[4].

En general, los alcóxidos son muy sensibles a la humedad (se descomponen muy fácilmente ante la presencia de esta), es por ello que la hidrólisis para la formación del gel es llevada a cabo usando alcoholes como un solvente común para los diferentes líquidos inmiscibles. Un gel polimérico es una red macromolecular infinita, la cual está hinchada por disolvente. Un gel puede ser creado cuando la concentración de la especie dispersa aumenta. El disolvente es atrapado en la red de partículas y así la red polimérica impide que el líquido se separe, mientras el líquido previene que el sólido colapse en una masa compacta. La deshidratación parcial de un gel produce un residuo sólido elástico que se conoce como xerogel[5]. Finalmente, este material es tratado térmicamente en un flujo de gas para obtener el material nanoestructurado final. A continuación en la figura 8 se observa el esquema del proceso de Sol-Gel.

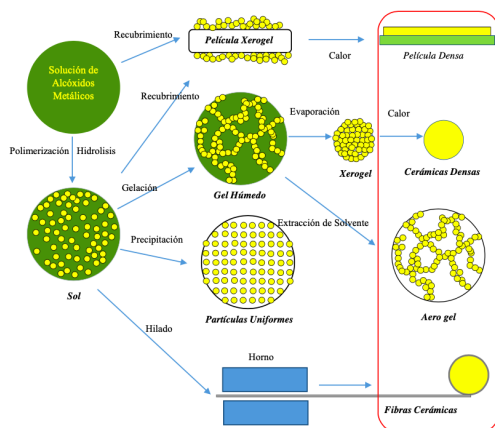


Figura 8: Diagrama de la metodología de crecimiento de materiales nanoestructurados mediante Sol-Gel. **Tomado de:** [6]

2. BÚSQUEDA DE 2 ARTÍCULOS

Artículo: Caracterización del cerámico superconductor $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel.

Autores: Juan Feijóo; Ana María Osorio; Ángel Bustamante1; Luis de los Santos Valladares; Amado Castro; María H. Carhuancha; Rosa Aguirre

Sitio de descarga: <http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v73n4/a04v73n4.pdf>

En el presente trabajo Juan Feijóo y colaboradores llevaron a cabo la síntesis del compuesto $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ utilizando el método Sol-Gel, debido a que este método ofrece mejores ventajas (*Siendo esta la opinión de los autores*) respecto a otros por ejemplo se menciona el método RES (*Reacción de estado sólido*), las ventajas que se enfatiza en dicho artículo son dos, la primera viene siendo que existe un mayor control en la estequiometría en el procesado y la segunda es que el producto final presenta una mayor pureza. La síntesis del compuesto superconductor la realizaron mediante soluciones portadoras de los metales a partir de acetatos y luego por reacción química con ácido oxálico obtuvieron el precursor base de oxalato, para finalmente ser calcinado y sinterizado hasta la obtención del óxido superconductor. Después se caracterizó el material mediante la técnica de Difracción de rayos X, para verificar la presencia de la fase superconductora y del grado de cristalinidad y luego se determinó la temperatura crítica (T_c) mediante la medida de magnetización con el equipo SQUID.

Artículo: Preparación sencilla de cupratos en el sistema $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-BaO-CuO}$ a partir de geles, comportamiento de vitriados.

Autores: J. L. RÍOS, J. PEREZ, E. CORDONCILLO, M.A. TENA, J. CARDA y G. MONROS

Sitio de descarga: <http://boletines.secv.es/upload/199534209.pdf>

En este artículo de J. L. RÍOS y colaboradores realizaron la síntesis de cupratos (*procesados cerámicos de óxidos de cobre*) basados en la tecnología Sol-Gel (*coloidales y geles protegidos con gelatina*), en el artículo se describen dos métodos de síntesis: **el primero** lo desarrollan mediante la gelificación por desestabilización de una disolución de coloides o sales solubles de los cationes intervinientes y **el segundo** a partir de un gel polimérico a base de una matriz de gelatina como agente quelato. Los anteriores métodos están basados en los siguientes trabajos [7] y [8] correspondientemente.

Los autores expresan un interés en los dos métodos anteriormente mencionados, ya que a diferencia de otros métodos estos no requieren de resinas o pastas previamente al desarrollo del polvo y por tanto se podría realizar una deposición mecánica por inmersión para posteriormente desarrollar las fases de gelificación (por ejemplo por exposición a vapor de amoníaco de la película en fresco en el primer caso y por enfriamiento en el segundo), secado, reacción y sinterizado.

Los geles secos se precalcinan a 800 °C y se prensan por prensado uniaxial para ser sometidas las pastillas a 1000 °C. Para finalmente obtener muestras del compuesto Y_2O_3 -BaO-CuO₂ tratadas por los métodos anteriormente mencionados y en condiciones de tratamiento térmico críticas. Por ultimo las muestras se comparan con una alternativa cerámica para poner de manifiesto la reactividad de las vías no convencionales, con datos estructurales obtenidos mediante la caracterización por el método de Difracción de rayos X (DRX), además de someterlas a espectroscopia ultravioleta visible (UV).

3. DESCRIPCIÓN DE LOS EXPERIMENTOS

Para el artículo: Caracterización del cerámico superconductor $CaLaBaCu_3O_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel.

En este artículo se menciona que se utilizaron reactivos con un 99,99 % de pureza de la marca Alfa Sear, entre los que se encuentran $Y(OOCCH_3)_3 \cdot 4H_2O$, La_2O_3 , $Ba(OOCCH_3)_2$, $CuOOCCH_3 \cdot H_2O$, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, $HCOO-COOH$ y CH_3CH_2OH .

Además para pesar las cantidades estequiométricas emplearon la balanza analítica A&D con precisión $\pm 0,000$. En la síntesis se uso un agitador magnético de marca HANNA. En el tratamiento térmico usaron un horno tabular marca LENTON LTF & PTF Models 16/610-1600 °C, el cual es equipo especial para altas temperaturas con controladores automáticos digitales.

El preparado del compuesto superconductor $CaLaBaCu_3O_{7-\delta}$ se inicia con los cálculos estequiométricos en la determinación de las cantidades exactas de los reactivos a usar. Ya habiéndolos pesado estas cantidades pasan a una mezcla de etanol-agua empleado como solvente. Luego se prepara una solución de ácido oxálico, ambas mezclas se ponen en contacto por goteo a partir de lo cual se genera una reacción química con formación de precipitado a base de oxalatos. El sistema se mantiene en agitación magnética por un tiempo de 12 horas a temperatura ambiente. El precipitado es filtrado y pasa a una estufa para ser secado por un tiempo de 48 horas a 40°C; como resultado se obtiene el precursor del cerámico superconductor denominado “matriz” del $CaLaBaCu_3O_{7-\delta}$.

La matriz obtenida (*polvo de color celeste*) por dos tratamientos térmicos de 950 °C por un tiempo de 12 horas; la primera denominada calcinado y la segunda sinterizado a la cual se hace pasar flujo de oxígeno. Finalmente el óxido cerámico pasa a ser enfriado lentamente a 60 $\frac{^\circ C}{h}$, hasta llegar a temperatura ambiente. acabo

* *El anterior proceso de síntesis se llevo acabo siguiendo el método Sol-Gel que se describió en la introducción de este trabajo.*

En la caracterización para la adquisición de datos estructurales se utilizó el difracto-metro de Rayos X, equipo

Rigaku con ángulo de barrido de 8° a 80°, a un paso de 0,02° y la radiación K α de Cu ($\lambda=1,5406\text{\AA}$).

Para la medida de la magnetización y la determinación de la temperatura critica de superconductividad se empleo el equipo MPMS XL Ever Cool-SQUID.

Para el artículo: Preparación sencilla de cupratos en el sistema Y_2O_3 -BaO-CuO a partir de geles, comportamiento de vitriados.

Como ya se menciona en la sección anterior se llevaron acabo dos métodos de síntesis de manera que continuación se describe cada uno de estos.

En el **método de gel coloidal**, la mezcla estequiométrica correspondiente a 10 gramos de producto final utilizando precursores compatibles, se disuelve en 200 mL de agua. A la disolución mantenida en agitación continua y a 70°C, se le añade gota a gota amoniaco concentrado hasta alcanzar pH 7. El coprecipitado obtenido es homogéneo e higroscópico con coloraciones azules siendo secado en estufa a 80 °C. No se procede al lavado de los aniones dado que su presencia, presumiblemente evitará la formación de fases metaestables y facilitará la cristalización de los cupratos. El polvo así obtenido es calcinado de acuerdo con el tratamiento térmico diseñado.

En el *método de gel protegido con gelatinas*, la mezcla estequiométrica correspondiente a 10 gramos de producto final (aprox. 0,1 mol L⁻¹ del catión de menor estequiometría, en este caso ytrio), utilizando precursores compatibles, se disuelve en 200 mL de agua. A la disolución mantenida en agitación continua y a 70 °C, se añade gelatina (27 $\frac{g}{L}$), previamente hinchada en forma de engrudo por inmersión en agua. La disolución es madurada a 4 °C en armario refrigerador durante una semana obteniéndose un gel hidrofílico homogéneo de color azul claro. Los geles se secan en estufa a 80 °C. La acción de la proteína es doble: por un lado desarrollar una acción quelato semejante a la desarrollada por los citratos en el método Pechini a través de sus grupos amino y carbonilo, y por otro lado, la acción protectora sobre las partículas coloidales liofóbicas desarrolladas en el mecanismo de nucleacióncrecimiento de sólidos asociados a los procesos de secado y posterior calcinación del gel.

Muestra	CE (cerámica)	GC (gel coloidal)	GE (gel protegido)
Ba	Nitrato	Nitrato	Nitrato
Y	Oxalato	Acetato	Acetato
Cu	Sulfato.5H ₂ O	Nitrato.3H ₂ O	Nitrato.3H ₂ O

Todos suministrados por Panreac, el Acetato de Ytrio es de Aldrich.
Todos p.a.

Figura 9: Muestras y precursores usados. **Tomado de:** [1]

Ya secas las muestras fueron sometidas a tratamientos térmicos límite, por un lado se obvió la etapa de eliminación de orgánicos calcinando directamente a $\frac{800^\circ C}{8h}$ en un

horno eléctrico que alcanza dicha temperatura en 3 horas, el polvo así obtenido se calclino a $\frac{1000^{\circ}\text{C}}{6h}$ con 5 horas de periodo de calentamiento y siempre en una atmósfera oxidante. Parte del material calcinado a 800 °C fue sometido a prensado uniaxial con presiones de 14 $\frac{\text{Ton}}{\text{cm}^2}$ con el fin de conformar pastillas que fueron sometidas al mismo tratamiento de $1000\frac{^{\circ}\text{C}}{12h}$.

La temperatura elegida por J. L. RÍOS y colaboradores fue 50 °C ya que es la temperatura empleada habitualmente en los métodos cerámicos con el fin de contrarrestar la menor duración de los tratamientos térmicos (hasta cuatro y cinco tratamientos a 950 °C, además del de sensibilización con oxígeno, se pueden contar en algunos casos). Por otro lado, los autores quisieron evitar el peligro de fusión parcial de la muestra que de acuerdo con la literatura puede tener efectos negativos sobre la superconductividad del material, sin embargo los resultados a 1.000 °C permitieron hacer una evaluación del comportamiento del material en condiciones límite.

Para la caracterización se uso un difracto-metro Philips utilizando la radiación K_{α} del Cu filtrada por Ni con velocidades de goniómetro de $0,05\frac{^{\circ}2\theta}{s}$. Los resultados se presentan en la figura 10. En las Figuras 11,12 y 13 se presentan los difracto-gramas de las muestras crudas y la evolución térmica de las GC y GE.

Muestra				
T(°C)	CRUDA	800	1000	1000/14 Ton.
CE	B(mf) C(f) Y(d) azul	BaSO ₄ (m) blanco	- blanco	-
GC	B(m) azul	l(m) negro	5(f) verde oscuro	5(m) verde oscuro
GE	B(d) azul	l(m) negro	5(m)S(d) negro	S(f) negro

FASES CRISTALINAS: $S(YBa_2Cu_3O_{7-x})$, $5(Y_2BaCuO_5)$, l (Cuprato intermedio no asignado), $B(BaNO_3)$, $C(CuSO_4.3H_2O$ Chalcantita), $Y(Y_2(C_2O_4)_3)$.

INTENSIDAD DE LOS PICOS: f(Fuerte), m(Media), d(Débil).

Figura 10: Difracción de rayos X y color. Tomado de: [1]

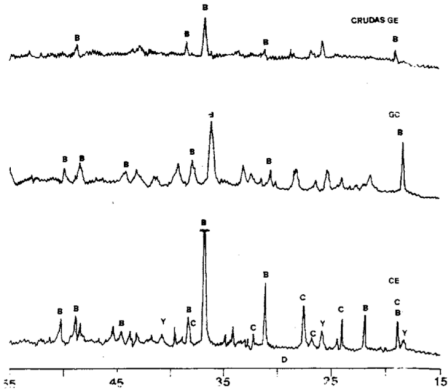


Figura 11: Difracto-gramas de las muestras crudas. Tomado de: [1]

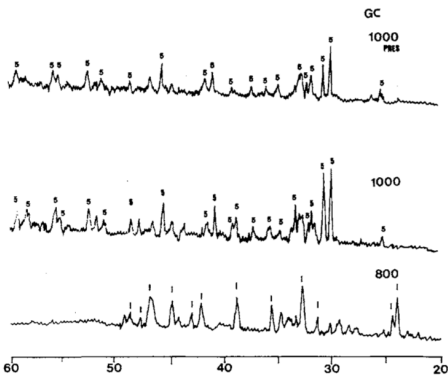


Figura 12: Difracto-gramas de la muestra GE calcinada y calcinada prensada. Tomado de: [1]

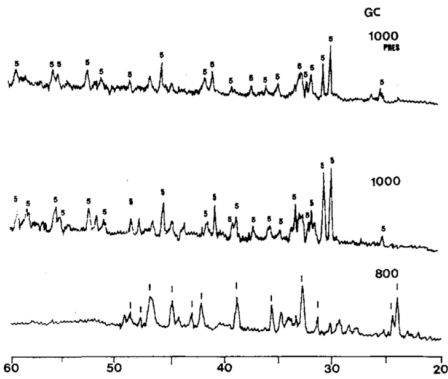


Figura 13: Difracto-gramas de la muestra GC calcinada y prensada. Tomado de: [1]

4. RESULTADOS OBTENIDOS EN CADA ARTÍCULO Y SU ANÁLISIS

Para el artículo: Caracterización del cerámico superconductor $CaLaBaCu_3O_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel.

Como se menciona en la sección dos de este trabajo Juan Feijóo y colaboradores ya habiendo obtenido el cerámico superconductor lo caracterizaron mediante la técnica de Difracción de rayos X. En específico realizaron las siguientes mediciones:

- Caracterización de la matriz por Difracción de Rayos X (DRX).
- Caracterización del material calcinado por DRX.
- Caracterización del material sinterizado por DRX.
- Comparación del material sinterizado por el método RES y el método Sol-Gel.

De lo anterior se obtuvieron los siguientes Difracto-gramas:

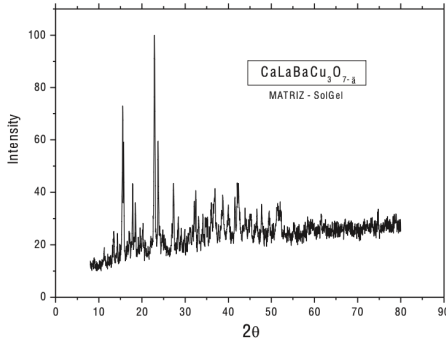


Figura 14: DR-X de la matriz del compuesto $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel. **Tomado de:** [2]

En la figura 14 se aprecia el difracto-grama del material denominado matriz que corresponde al precursor, abase de oxalatos de Ca, La, Ba y Cu. Los autores reportan que presenta ligera cristalinidad con mayor presencia amorfa.

El Difracto-grama de la matriz calcinada a 950 °C se reporta en la figura 15, en la cual se aprecia el aumento del grado de cristalinidad respecto a la matriz, debido a que a esa temperatura se a generado el superconductor $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

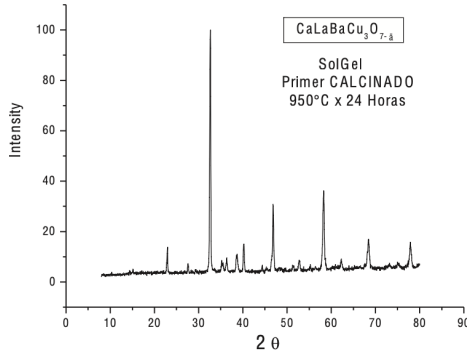


Figura 15: DR-X del calcinado $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel. **Tomado de:** [2]

La caracterización de la fase conductora $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ se realizó por comparación con la base de datos del PCPDFWIN-2002, correspondiente a la ficha número 46-0580. Los autores del artículo reportan que se nota una pequeña fase espuria en el ángulo $2\theta=35^\circ$ (Figura 16)

En la figura 17 se muestran los resultados del DR-X para un segundo tratamiento térmico por sinterizado con flujo de oxígeno; siendo este tratamiento el que realizaron para mejorar el grado de cristalinidad y disminuir las fases espurias, tal cuál se observan en el difracto-grama del sinterizado.

La muestra sinterizada fue medida por un magnetómetro SQUID. En la figura 18 se reporta la curva de magnetización versus la temperatura, bajo un enfriamiento con un campo magnético inicial cero (*Zero Field Cooling -ZFC*).

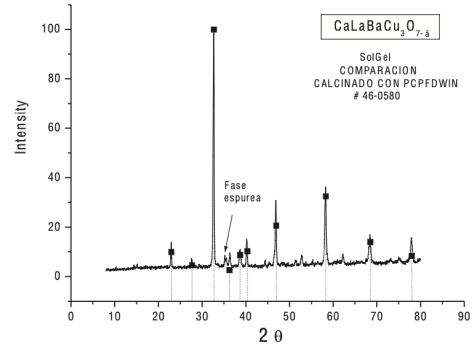


Figura 16: DR-X del $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ obtenido por el método Sol-Gel en comparación con la base de datos PCPDFWIN. **Tomado de:** [2]

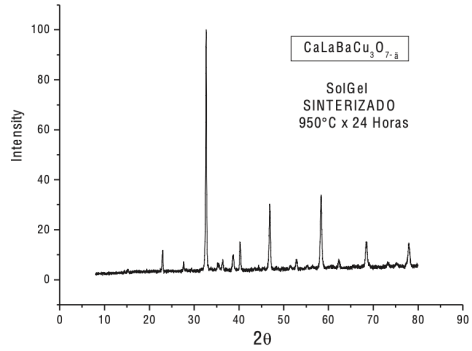


Figura 17: DR-X del $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sinterizado con flujo de oxígeno. **Tomado de:** [2]

Según la curva, la muestra preparada por el método de sol-gel es un superconductor de alta temperatura crítica con T_c (onset) de 80 K. Esta temperatura crítica de superconductividad corresponde al cerámico superconductor $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (La-1113) reportado en la literatura[9].

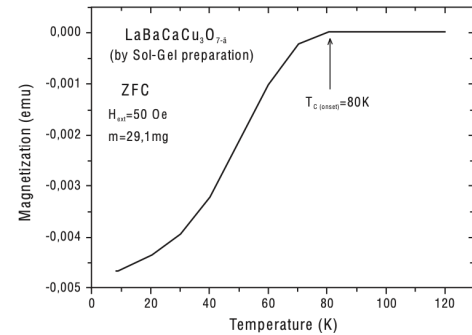


Figura 18: Medida de magnetización vs temperatura del compuesto $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sol-gel. **Tomado de:** [2]

Finalmente el equipo de trabajo de Juan Feijóo, con el objetivo de comparar los resultados obtenidos por el método RES del trabajo de investigación de Valladares y colaboradores[9], con el presente obtenido por el método sol-gel, se observa en la figura 19 estructuras muy simila-

res con la atenuante que en el método RES se tuvo que emplear tres tratamientos térmicos mientras que por el método Sol-Gel, solo fue necesario un tratamiento térmico de calcinado para resultados similares.

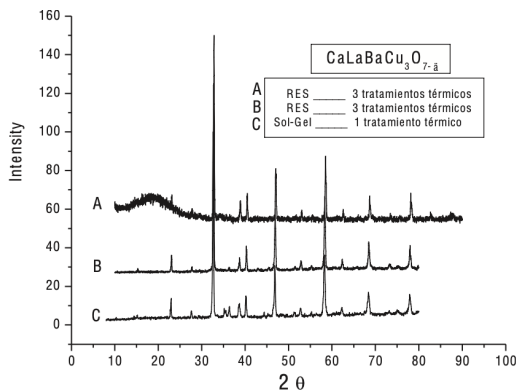


Figura 19: DR-X del $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sol-gel en comparación con trabajos similares obtenidos por el metodo RES^[9](reacción de estado solido). **Tomado de:** [2]

5. COMPARACIÓN DE RESULTADOS

Queda claro que los resultados de ambos artículos son diferentes ya que aunque han utilizado el mismo método de síntesis Sol-gel los compuestos han sido diferentes por lo que los datos estructurales obtenidos en la caracterización difieran. Sin embargo en ambos artículos se hace referencia de que El método Sol-Gel es una ruta sencilla en comparación a otros métodos de síntesis de superconductores lo significaría una reducción de costos si lo que se requiere es un uso practico para tales materiales.

En particular el articulo de Juan Feijóo y colaboradores es mas cuantitativo ya que llega a decirnos que el material superconductor obtenido es por su estructura y caracterización un superconductor de alta temperatura critica, mientras que el articulo de J. L. Ríos y colaboradores es más cualitativo ya que aunque caracterizaron las muestras obtenidas sus conclusiones se centran en el aspecto que estas tienen como la coloración.

REFERENCIAS

- [1] JL Ríos, J PEREZ, E CORDONCILLO, MA TENA, J CARDA, and G MONROS. Preparación sencilla de cupratos en el sistema YBaCuO a partir de geles, comportamiento en vidriados. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 34(4):209–213, 1995.
- [2] Juan Feijóo, Ana María Osorio, Ángel Bustamante, Luis de los Santos Valladares, Amado Castro, María H Carhuacho, and Rosa Aguirre. Caracterización del cerámico superconductor $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ obtenido por el método sol-gel. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 73(4):208–214, 2007.
- [3] Juan Manuel O’Callaghan Castellà. Superconductividad. historia y fundamentos. *Buran*, (8):55–58, 1996.
- [4] Gaoling Zhao, Hiromitsu Kozuka, Hong Lin, and Toshinobu Yoko. Sol-gel preparation of $\text{Ti}_{1-x}\text{V}_x\text{O}_2$ solid solution film electrodes with conspicuous photoresponse in the visible region. *Thin Solid Films*, 339(1-2):123–128, 1999.
- [5] Kiyotaka Wasa, Makoto Kitabatake, and Hideaki Adachi. *Thin film materials technology: sputtering of control compound materials*. Springer Science & Business Media, 2004.
- [6] Carlos Alberto Florian Aguilar. Fabricación de películas delgadas de óxido de vanadio por el método sputtering como material termocrómico. 2015.
- [7] P Barboux, I Campion, S Daghighi, J Livage, JL Genicon, A Sulpice, and R Tournier. Synthesis of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ from coprecipitated hydroxides. *Journal of non-crystalline solids*, 147:704–710, 1992.
- [8] G Monros, MA Tena, P Escribano, J Badenes, and E Cordoncillo. Spinets from gelatine-protected gels. *Journal of Materials Chemistry*, 5(1):85–90, 1995.
- [9] L De Los Santos Valladares, A Bustamante Dominguez, R Bellido Quispe, W Flores Santibañez, J Albino Aguiar, CHW Barnes, and Y Majima. The irreversibility line and curie-weiss temperature of the superconductor $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-x}$ (BO_3) x with $x= 0.2$ and 0.3 . *Physics Procedia*, 36:354–359, 2012.