

# FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CINTAS SUPERCONDUCTORAS DE ALTA TEMPERATURA CRÍTICA

M. López y A. Mariño

Grupo de Superconductividad y Nuevos Materiales, Facultad de Ciencias, Departamento de Física, Universidad Nacional de Colombia.

## Resumen

A partir del compuesto superconductor  $(Bi_{0,8}Pb_{0,2})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$  (BSCCO – 2223) se fabricaron cintas superconductoras de BSCCO – 2223 usando el método OPIT (oxide powder-in-tube) utilizando diferentes tratamientos térmicos. Al someter las cintas a altas temperaturas se obtuvieron densidades de corriente crítica relativamente altas, con relación al material “bulk”, de  $J_c \approx 10 A/cm^2$  a  $77 K$  y  $B = 0 T$ , y una alta conectividad entre granos, atribuida a una fusión parcial del compuesto. La morfología y composición del material superconductor empaquetado (cintas) fue analizado por Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Energía Dispersiva de rayos X (EDX) respectivamente, observándose una composición similar a la nominal y mostrando una buena conectividad entre los granos, responsable de sus propiedades eléctricas.

**Palabras claves:** Materiales superconductores, Cintas superconductoras, compuestos BSCCO-2223, método OPIT

## Abstract

From the superconductor compound  $(Bi_{0,8}Pb_{0,2})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$  (BSCCO – 2223), BSCCO – 2223 superconducting tapes were prepared using the oxide powder-in-tube (OPIT) method, using different thermal treatments. By submitting the tapes to high temperatures, high current densities relative to bulk material  $J_c \approx 10 A/cm^2$  a  $77 K$  y

$B = 0T$  and high grain connectivity were obtained, which could be attributed to partial fusion of the compound. Morphology and composition of the packed material were studied by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) respectively, observing a composition close to nominal and good grain connectivity, responsible of their electrical properties.

**Keywords:** Superconducting Material, Superconducting tapes, BSCCO-2223 compounds, OPIT method.

## 1. Introducción

Prácticamente desde su descubrimiento en 1911, se pensó que los materiales superconductores podrían ser utilizados para conformar líneas de transmisión eléctrica y otras aplicaciones a nivel micro y macroscópico. Desafortunadamente, las aplicaciones industriales de los superconductores fueron en general difíciles de lograr debido a la necesidad de utilizar bajas temperaturas, ya que las máximas temperaturas críticas ( $T_c$ ) de estos materiales estaban alrededor de 23 K. En 1986 los investigadores suizos Bednorz y Müller descubrieron el primer componente (LaSrCuO) de una familia de superconductores cerámicos a base de cobre, denominados posteriormente superconductores de alta temperatura crítica (HTS), que poseían temperaturas de transición al estado superconductor ( $T_c$ ) alrededor de 40 K. Poco después, en 1987, un grupo de investigadores (P. Chu y colaboradores) sintetizaron un nuevo superconductor con temperaturas críticas de 92 K,  $YBa_2Cu_3O_{7-\gamma}$  (YBCO), temperatura superior a la temperatura de ebullición del nitrógeno líquido, y rápidamente un tiempo después se descubrieron otros compuestos con  $T_c$  de 110K y 136 K, BSCCO y HgSCCO respectivamente [1, 2].

No obstante los numerosos esfuerzos realizados tanto a nivel experimental como teórico, el mecanismo responsable de la superconductividad de alta temperatura crítica en estos óxidos de cobre aún hoy en día no ha sido claramente determinado. Sin embargo, desde el punto de vista de las potenciales aplicaciones estos superconductores resultan de gran interés, pese a que todavía deben

hacerse esfuerzos por resolver situaciones relacionadas con la necesidad del aumento de su capacidad de transportar corriente (densidad de corriente crítica,  $J_c$ ) y a pesar de las dificultades intrínsecas de estos cupratos superconductores teniendo en cuenta que son materiales cerámicos.

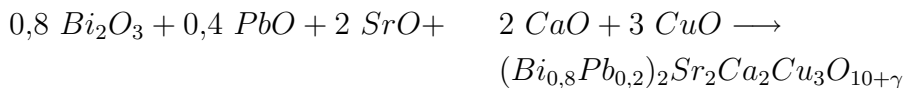
En los últimos años se ha logrado un avance significativo respecto a este último punto mediante la fabricación de cintas superconductoras de compuestos de BSCCO [3, 4], usando tubos de plata los cuales son compatibles con la fase cerámica, es decir, la plata no reacciona con el material superconductor y es permeable al oxígeno. Por otra parte, las propiedades mecánicas de las cintas obtenidas (ej. maleabilidad) facilitan su uso en diversas aplicaciones industriales [5].

El sistema BSCCO de alta  $T_c$  ha atraído la atención de muchos investigadores ya que, si bien la densidad de corriente crítica es baja con relación al YBCO [6], ha sido posible gracias a sus propiedades, fabricar cintas superconductoras por el método OPIT las cuales son usadas principalmente tanto en la producción de grandes campos magnéticos como en la fabricación de componentes de circuitos electrónicos y como cables para transmisión de energía.

En este trabajo se reportan los primeros resultados obtenidos en la fabricación de cintas superconductoras de  $BSCCO - 2223$  por el método OPIT, en donde se utilizan diferentes tratamientos térmicos con el fin de obtener una mejor conectividad entre los granos y por consiguiente, una mayor densidad de corriente crítica.

## 2. Parte Experimental

Se preparó y caracterizó el material superconductor de alta temperatura crítica con composición nominal  $(Bi_{0,8}Pb_{0,2})_2Sr_2Ca_2 - Cu_3O_{10+\gamma}$  ( $BSCCO - 2223$ ) mediante reacción de estado sólido:



Con este compuesto se prepararon cintas superconductoras por el método OPIT (Oxide Powder-in-Tube) utilizando tubos de plata de 3,5 mm de diámetro externo y 2,5 mm de diámetro interno, aplicando diferentes tratamientos térmicos (Figura 1). Adicionalmente y a manera de comparación se fabricó una cinta, denominada cinta 0, que a diferencia de las anteriores no fue sometida a tratamiento térmico alguno.

Las cintas fueron caracterizadas morfológica y composicionalmente mediante SEM y EDX respectivamente, sus características superconductoras se determinaron a partir de mediciones de susceptibilidad magnética y resistividad eléctrica en la que se utilizó el método de las cuatro puntas [7].

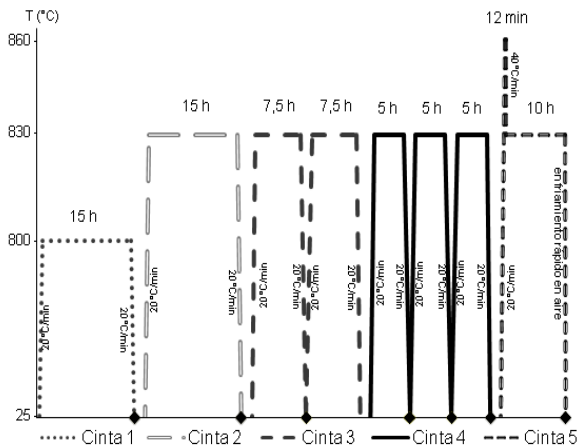


FIGURA 1. Tratamientos térmicos para las 5 cintas preparadas. Los puntos negros indican el momento en el cual se realizó una deformación mecánica (prensado)

### 3. Resultados y Discusión

#### 3.1. Caracterización Eléctrica

A partir de medidas de susceptibilidad magnética se determinó que todas las cintas presentaron transición al estado superconductor a

una temperatura de  $105 \pm 5 K$ .

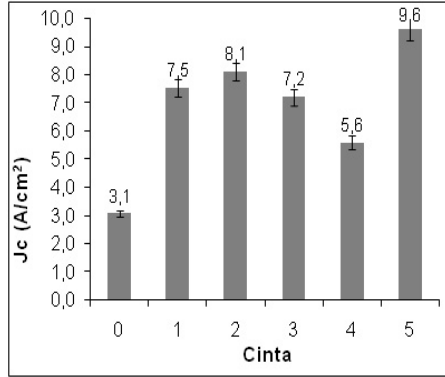


FIGURA 2. Densidad de corriente crítica para las cintas de  $(Bi_{0,8}Pb_{0,2})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$  a  $77 K$  y  $B = 0T$

En la Figura 2 se presentan los resultados de las mediciones de densidad de corriente crítica ( $J_c$ ) de las diferentes cintas preparadas, determinados a  $77 K$  y sin campo magnético aplicado ( $B = 0 T$ ), utilizando el método resistivo de cuatro puntas con el criterio de  $10\mu V$ . Como se observa en la Figura 2, la cinta 5 presentó la mayor densidad de corriente crítica,  $J_c = 9,6 \pm 0,5 A/cm^2$ . El incremento en la densidad de corriente crítica observado en esta cinta puede ser consecuencia de la fusión parcial del material, generada al calentar la cinta a  $860^\circ C$  por un corto periodo de tiempo (12 min). Esta fusión parcial conduce a un incremento en la conectividad de los granos, como se corroboró con las medidas de SEM. La mayor densidad de corriente crítica de esta cinta, indica que tanto el empaquetado del polvo superconductor en el tubo de plata como los posteriores tratamientos térmicos mejoraron las propiedades superconductoras, incrementando la  $J_c$  en aprox. 30% con respecto al material en bloque ( $6,9 \pm 0,5 A/cm^2$ ) [8].

La cinta cero, sin tratamiento térmico, presenta la menor densidad de corriente crítica, atribuible a una baja conectividad intergranular. Por otra parte, los valores de  $J_c$  de las cintas dos, tres y cuatro, que tienen el mismo tiempo de sinterizado (15h) señalan una disminución progresiva en las propiedades superconductoras de las cintas

a medida que se realizan más etapas intermedias de compresión. Ahora bien, la cinta 1 sometida a un tratamiento térmico a temperatura más baja ( $800^{\circ}\text{C}$ ) presentó una  $J_c$  similar a la de las cintas 2 y 3 poniendo de manifiesto que tratamientos a más bajas temperaturas pueden conducir a resultados similares. Por otra parte, se observó que tiempos de recocido más largos de 15 h, conducen a la formación de otros compuestos, como se verificó con análisis EDX [9], los cuales podrían estar relacionados con una recristalización del material.

### 3.2. Caracterización Morfológica

Las muestras sinterizadas fueron examinadas en el microscopio electrónico de barrido para determinar los cambios morfológicos durante la exposición a los diferentes tratamientos térmicos y deformaciones mecánicas (prensado).

En la Figura 3 se presenta una imagen SEM de la muestra policristalina de BSSCO fase 2223 en polvo en donde se observa la formación de hojuelas características de este compuesto.

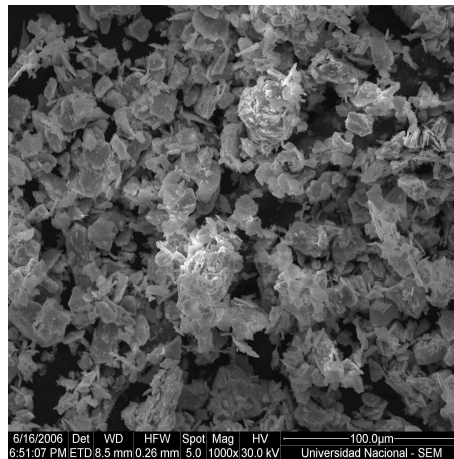


FIGURA 3. Imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) de la muestra policristalina de BSSCO - 2223 en polvo.

En la Figura (4.a) se presenta la imagen SEM de la cinta prensada sin tratamiento térmico, en donde son notorios los límites de

los granos compactados. El tratamiento térmico aplicado a la cinta 5 incrementa la conectividad de los granos haciendo que los límites de estos aparezcan difusos, sugiriendo que los granos están unidos unos a otros formando un solo aglomerado (Figura 4.b), lo que permitiría un mayor transporte de corriente y mejores propiedades eléctricas como las observadas.

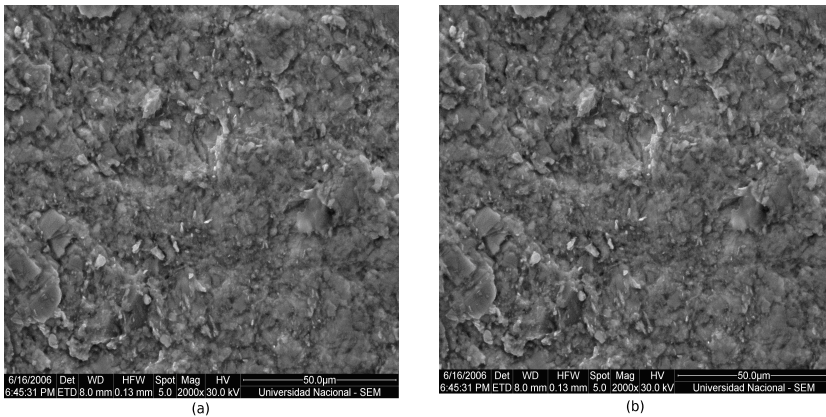


FIGURA 4. Imagen de microscopia electrónica de barrido (SEM) (a) dentro de la cinta 0 de BSCCO - 2223, (b) dentro de la cinta 5 de BSCCO - 2223.

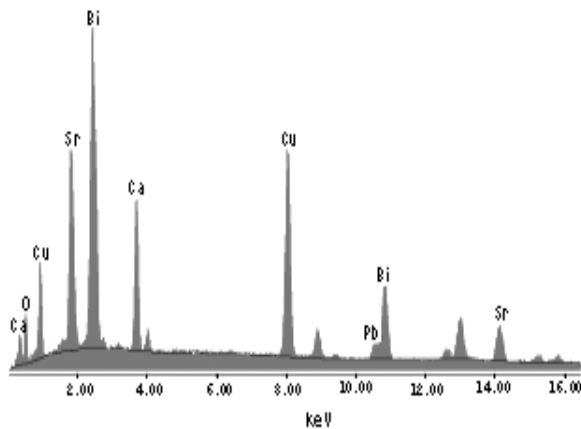


FIGURA 5. EDX para la cinta 5 del BSCCO - 2223.

En la Figura 6 se presenta el espectro EDX del material superconductor dentro de la cinta 5. Como se aprecia, no aparece el pico característico de Ag (2,984 keV), lo que indica que no hubo incorporación de plata en el material superconductor durante los tratamientos térmicos, además con el análisis EDX se determinó que la composición predominante del material dentro de las cintas fue  $(Bi_{0,9}Pb_{0,2})_2Sr_{2,0}Ca_{2,3}Cu_{3,1}O_{10+\gamma}$ , lo cual muestra que se conserva la composición inicial después del tratamiento térmico.

#### 4. Conclusiones

Se fabricaron cintas superconductoras de BSCCO fase 2223 por el método OPIT, con temperaturas críticas de  $105 \pm 5 K$  y densidades de corriente crítica de aprox.  $9,6 \pm 0,5 A/cm^2$  a  $77 K$  y  $B = 0 T$ .

Los diferentes tratamientos térmicos y procesos de compresión tienen influencia marcada sobre las propiedades superconductoras de las cintas, siendo benéficos aquellos tratamientos y procesos que dan como resultado una mejor compactación de los granos, atribuida principalmente a un fundido parcial del material superconductor.

La composición del material dentro de las cintas, determinada con EDX, no sufrió variaciones apreciables, ni se observó difusión de Ag, luego de los tratamientos térmicos a que fueron sometidas.

#### Referencias

- [1] Charles P. Poole *Superconductivity*, California-Estados Unidos. Academia Press (1995).
- [2] Burns. G, *High -Temperature Superconductivity An Introduction*, Academic Press, Inc. Boston. San Diego. New York. London (1997)
- [3] Kobayashi S., Kaneko T., Ayai N., Hayashi K., Takei H. and Hata R. *Development of Bi-2223 superconducting wires*, Physica C. 357, 1115-1118 (2001)



- [4] Parrell J. S., Polyanskii A. A.; Pashitski A. E., and Larbalestier D. C. *Direct evidence for residual, preferentially-oriented cracks in rolled and pressed Ag-clad BSCCO-2223 tapes and their effect on the critical current density.*, Supercond. Sci. Technol. 9, 393-398 (1996)
- [5] Dou S. X., Guo Y. C., Yau, J. and Liu, H. K. *Effect of interfacial layers on the mechanical properties of Ag-clad Bi-based superconducting composite tapes.*, Supercond. Sci. Technol. 6, 195-198. (1993)
- [6] B Zeimetz, H K Liu and S X Dou *Microstructural study of Bi2223/Ag tapes made using a two-stage sintering procedure.*, Supercond. Sci. Technol. 11, 505-508. (1998)
- [7] Wieder, H. H. *Laboratory Notes on electrical and galvanomagnetic measurements.*, ELSEVIER. New York chapter 1 (1979)
- [8] López, M. *Preparación y Caracterización de Cintas Superconductoras de Alta Temperatura Crítica*, Tesis de pregrado. Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia, Bogota (2006)
- [9] Castañeda, S. *Fabricación y Caracterización de Cintas Superconductoras de (Bi,Pb)SrCaCuO fase 2234 por el Método PIT (Powder In Tube)*, Tesis de pregrado. Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia, Bogota (2006)