Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América

Dirección General de Estudios de Posgrado
Facultad de Ciencias Físicas
Unidad de Posgrado

Síntesis y caracterización de cintas superconductoras de alta temperatura $Bi2{-}x\ Pbx\ Sr2\ Ca2\ Cu3\ O10{+}\gamma$

TESIS

Para optar el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido

AUTOR

Diego André ORNA TIBURCIO

ASESOR

Mg. Jesús Walter FLORES SANTIBAÑEZ

Lima, Perú

2025



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Orna, D. (2025). *Síntesis y caracterización de cintas superconductoras de alta temperatura* $Bi2-x\ Pbx\ Sr2\ Ca2\ Cu3\ O10+\gamma$. [Tesis de maestría, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Unidad de Posgrado]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor	
Nombres y apellidos	Diego André Orna Tiburcio.
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	72166486
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0002-1381-3217
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Jesús Walter Flores Santibañez
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	08524828
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0003-3029-2027
Datos del jurado	
Presidente del jurado	
Nombres y apellidos	Ángel Guillermo Bustamante Domínguez.
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	06445752
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Andrés Nestor Díaz Sandoval.
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	08961579
Miembro del jurado 2	
Nombres y apellidos	Isaías Gonzaga de Oliveira.
Tipo de documento	Pasaporte
Número de documento de identidad	BR / FQ101142
Miembro del jurado 3	
Nombres y apellidos	Jesús Walter Flores Santibañez.
Tipo de documento	DNI

Número de documento de identidad	08524828
Datos de investigación	
Línea de investigación	A.2.1.1. Superconductividad
Grupo de investigación	Materiales funcionales
Agencia de financiamiento	Ninguno
Ubicación geográfica de la investigación	Universidad Nacional Mayor de San Marcos Edificio: Laboratorio de Cerámicos y Nanomateriales. Instituto de Investigación. Facultad de Ciencias Físicas País: Perú Departamento: Lima Provincia: Lima Distrito: Cercado de Lima Av. Carlos Germán Amezaga 375 Latitud: -12.05905 Longitud: -77.08130
Año o rango de años en que se realizó la investigación	2021-2023
URL de disciplinas OCDE	Física de la materia condensada https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#1.03.02

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
Universidad del Perú. Decana de América
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
UNIDAD DE POSGRADO

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS PARA OPTAR EL GRADO ACADEMICO DE MAGISTER EN FÍSICA CON MENCIÓN EN FÍSICA DEL ESTADO SÓLIDO

Siendo las .1.7..06. pm del 15 de agosto de 2025, en el salón 304 de la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, se reunieron los siguientes miembros del Jurado Examinador:

Dr.	Angel Guillermo Bustamante Dominguez	(Presidente)
Mg.	Andres Nestor Diaz Sandoval	(Miembro interno)
Dr.	Isaías Gonzaga de Oliveira	(Miembro externo)
Mg.	Jesús Walter Flores Santibañez	(Asesor)

Para la sustentación oral y pública de la tesis para optar el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido, del Bach. **Diego André Orna Tiburcio**, con código de matrícula N° 20137013.

Después de darse lectura al expediente de Grado, en el que consta haberse cumplido con todas las disposiciones reglamentarias, los señores miembros del Jurado Examinador atendieron a la exposición de la tesis titulada:

"Síntesis y caracterización de cintas superconductoras de alta temperatura Bi2-x Pbx Sr2 Ca2 Cu3 O10+y"

Concluida la exposición del candidato y luego de las preguntas de rigor por parte del Jurado Examinador, los asistentes y el tesista se retiraron del salón 304, para que el presidente y los miembros del Jurado Examinador puedan deliberar y calificar.

Al término de la deliberación, el Dr. Angel Guillermo Bustamante Dominguez invitó al tesista y a los asistentes a pasar al salón 304 para dar lectura a la evaluación de la sustentación. Obteniendo como resultado la calificación de:

18	Dieciocho	Muy Bueno
(NÚMERO)	(LETRAS)	(ESCALA)

A continuación, la presidente del Jurado Examinador entrega el Acta de Sustentación de Tesis a la Unidad de Posgrado, para continuar el trámite correspondiente para obtener el Grado Académico de Magíster en Física con mención Física del Estado Sólido, del Bach. **Diego André Orna Tiburcio**.

Siendo las .18..05..... pm, se levantó la sesión.

Los miembros del Jurado Examinador suscriben el Acta de sustentación de tesis en la Ciudad de Lima, el 15 de agosto de 2025.

Acta de Sustentación de Tesis del Bach. **Diego André Orna Tiburcio**.

Dr. Angel Guillermo Bustamante Dominguez
Presidente

Mg. Andres Nestor Díaz Sandoval
Miembro interno

Dr. Isaías Gonzaga de Oliveira
Miembro externo

Mg. Jesús Walter Flores Santibañez
Asesor

CALIFICACIÓN OBTENIDA: ..... (..18.....) ..Necesito muy bueno.....

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE
SAN MARCOS
Universidad del Perú, Decana de América

ANEXO 1

CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, Jesús Walter Flores Santibáñez en mi condición de asesor acreditado con el Dictamen de la UPG o de la EP N° 000003-2024-UPG-VDIP-FCF/UNMSM de la tesis, cuyo título es "Síntesis y caracterización de cintas superconductoras de alta temperatura Bi_{2-x} $Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$", presentado por el bachiller Diego André Orna Tiburcio para optar el grado académico de Magister en Física con mención en Física del Estado Sólido.

CERTIFICO que se ha cumplido con lo establecido en la Directiva de Originalidad y de Similitud de Trabajos Académicos, de Investigación y Producción Intelectual. Según la revisión, análisis y evaluación mediante la plataforma PIDS, el documento evaluado cuenta con el 12% de similitud, nivel PERMITIDO para continuar con los trámites correspondientes y para su **publicación en el repositorio institucional**.

Se emite el presente certificado en cumplimiento de lo establecido en las normas vigentes, como uno de los requisitos para la obtención del grado académico de Magister en Física con mención en Física del Estado Sólido.

Lima, 14 de enero de 2026.

Firma del asesor: 

Nombres y apellidos del asesor: Mg. Jesús Walter Flores Santibáñez DNI: 08524828

Dedicatoria

En agradecimiento al futuro que se presenta con paciencia y esperanza, dedico este trabajo culminado a quienes han sido pilares en mi vida. A mis padres, fuente de sabiduría y amor, y a mi familia, sostén inquebrantable, les expreso mi más profundo agradecimiento. También a mi amada novia, cuyo amor da luz a mis días, y a mi hija, promesa de un futuro radiante, les dedico estas palabras con gratitud y esperanza.

Agradecimientos

A mis padres y a mi familia por su apoyo constante. A los investigadores, del grupo MATEFUN por brindarme las herramientas necesarias para culminar este trabajo de investigación y a Prociencia por financiar parte de este proyecto.

Este trabajo ha sido apoyado por la Agencia Peruana de Ciencia CONCYTEC-PROCIENCIA a través de la subvención No. PE501079382-2022-PROCIENCIA.

ÍNDICE

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN 10
1.1. Situación Problemática 10
1.2. Formulación del Problema 12
1.3. Justificación teórica 12
1.4. Justificación Práctica 12
1.5. Objetivos 13
1.5.1. Objetivo general 13
1.5.2. Objetivos específicos 13
CAPITULO 2. MARCO TEÓRICO 14
2.1. Marco Filosófico o epistemológico de la investigación 14
2.2. Antecedentes de investigación 14
2.3. Bases Teóricas 16
2.3.1. Características de los superconductores 16
2.3.2. Clasificación de los superconductores 17
2.3.3. Vórtices 18
2.3.4. Línea de irreversibilidad 19
2.3.5. Relajación magnética 20
2.3.6. El superconductor $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$ 20
2.3.7. Papel del Plomo 21
CAPITULO 3. METODOLOGÍA 23
3.1 Tipo y diseño de investigación 23
3.2 Unidad de análisis 23
3.3 Población o universo de estudio 24
3.4 Tamaño de muestra 24
3.5 Técnicas de recolección de datos 24
3.6 Análisis e interpretación de la información 25
3.7. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y MORFOLÓGICA 26
3.7.1. Análisis por Difracción de rayos-X 26
3.7.2. Análisis por Microscopía Electrónica de barrido 28
3.7.3. Caracterización magnética 28
3.8. Preparación de muestras 30
3.8.1. Preparación de muestra Core 31
3.8.2. Primer Tratamiento Térmico 33
3.8.3. Laminado 35

3.8.4. Segundo tratamiento térmico 37
3.8.5. Variación de masas 38
3.8.6. Procedimiento para la extracción de muestra 40
CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN 41
4.1 Análisis por Difracción de rayos-x 41
4.2 Microscopía de barrido 45
4.3. Caracterización Magnética 49
4.3.1. Susceptibilidad Magnética 49
4.3.2. Medidas de Magnetización en función del campo aplicado. 53
4.3.3. Densidad de Corriente 55
CONCLUSIONES 58
RECOMENDACIONES 59
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS 60
ANEXOS 63
Anexo 1 64
Glosario 68

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Efecto Meissner en una esfera superconductora. [17] 16
Figura 2. Diagrama de fase magnético típico de un superconductor. [3]..... 17
Figura 3. Curvas de magnetización vs campo para superconductores tipo I (rojo) y tipo II (azul). [18]..... 18
Figura 4. Bosquejo de curvas de magnetización**.** [3] 19
Figura 5. Comportamiento de un superconductor tipo II**.** [3] 20
Figura 6. Derivada de la resistividad versus temperatura para el sistema dopado (Bi,Pb)-2223, sintetizado a las temperaturas de 835 °C, 840 °C, 845 °C y 850°C. [6] 22
Figura 7. a) Presenta las composiciones de fases en equilibrio con la fase 2223 en diferentes sistemas, mostrando cómo varía la cantidad de plomo (Pb) en diversas fases. b) El Pb se incorpora en diferentes fases, específicamente en las fases 2223 y otras secundarias, el Pb influye en la estabilidad de las fases del sistema, favoreciendo la formación de una matriz de fases más homogénea y estabilizada. [7]. 23
Figura 8. Difractómetro de polvo, modelo D8 Focus marca *Bruker*. Laboratorio de difracción de rayos X del CITBM, de la Facultad de Ciencias Físicas-Universidad Nacional Mayor de San Marcos. [16]. 26
Figura 9. Data obtenida por XRD a la muestra de $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$. [5]..... 27
Figura 10. DC Magnetic Property Measurement System de la compañía Quantum Desing. Laboratorio de Cavendish, Universidad de Cambridge. 29
Figura 11. Captura de la data de la muestra presentada por la página oficial Sigma Aldrich. [19]. 30
Figura 12. a) Gránulos grises del envase comparados con los aplastados. b) Manejo de materiales con guantes y mascarilla según indicaciones del fabricante. c) Polvo obtenido al final de la molienda y el molde de empastillador..... 31
Figura 13. a) Matrices de plata y polvo listo para ser embutido. b) Vista de los catéteres y agujas usadas. c) Tubo con doblez y plegado finalizado en ambos extremos luego del embutido sobre la barqueta. 32
Figura 14. Fotografía del horno tubular Lenton Thermal Designs usado para los tratamientos térmicos. 33
Figura 15. Representación de la rampa usada para la programación del controlador del horno Lenton para el primer tratamiento térmico, con una rampa de ascenso de 5 °C/minuto, una temperatura T1 de plateau a 865 °C por 15 horas y un enfriamiento a temperatura natural.... 34
Figura 16. Pastillas de control derretidas después de ser expuestas a 865°C durante 15 horas. Izquierda: Pastilla de 0.3 mm de espesor. Derecha: Pastilla de 0.9 mm de espesor. 35
Figura 17. a) Posición de los rodamientos adaptados al torno. b) Lámina de papel usada para presentar los rodamientos ajustados previo al proceso de laminado. c) Modelo de torno Sanchez C. 36
Figura 18. Programa usado en el controlador de temperatura para el segundo tratamiento térmico..... 37
Figura 19. Gráfico que muestra la evolución a través de los procesos para las masas de la cinta (rojo), núcleo (azul), variación de masa Core respecto Cinta (Morado), y variación respecto a las masas del Core (naranja)..... 39
Figura 20. a) Tubo embutido y sellado por ambos extremos. b) Cinta después del proceso de laminado. c) Cinta después del segundo tratamiento térmico. 39
Figura 21. a) Cinta sujetada lista para realizar un corte de 5 mm de largo. b) Con una tenaza se ejerció presión lateral y luego presión en el sentido paralelo de la cinta. c) Comprobación visual del material liberado. 40
Figura 22. Difractogramas de rayos X normalizados para el polvo prístino (a) y la muestra Core (b). 42

Figura 23. (a) y (c): micrografías SEM de ambas muestras de Powder y Core. (b) y (d): Análisis elemental por EDS para ambas muestras. 47
Figura 24. Imagen SEM de la superficie de la muestra en un a magnificación de 5000×. [5] 49
Figura 25. Curvas de Susceptibilidad DC dependiente de la temperatura para el polvo prístino (a) y del núcleo extraído fabricado mediante la técnica *Powder-In-Tube*. 51
Figura 26. Arriba: Estado normal no superconductor bajo un campo externo de 500 Oe. Abajo: Cálculo punto a punto de la inversa de la susceptibilidad. 53
Figura 27.(a) y (b), Ciclos de histéresis medidos entre 10-60K para la muestra Powder y Core. (c) y (d), curvas de densidad de corriente Jc estimadas siguiendo el modelo de Bean.. 54
Figura 28. Diagrama H-T de comparación entre ambas muestras. Centradas en la región de aplicabilidad. Las temperaturas mostradas son 10 K, 20 K, 30 K, 50 K, 60 K y 100 K. 56
Figura 29. Relajación magnética medida a 5 y 100 K para la muestra *Powder* (a) y *Core* (b). 57

RESUMEN

Se presenta el proceso de síntesis y caracterización por magnetometría de la cinta superconductora de primera generación $Bi_{(2-x)}Pb_xSr_2\ Ca_2\ Cu_3O_{(10+\gamma)}$ (BPSCCO-2223) fabricada mediante la técnica *Powder-in-Tube* (PIT) en una matriz de plata pura al 99.95%. El proceso de fabricación incluyó la preparación del polvo superconductor prístino $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}\ Ca_{2.0}\ Cu_{2.8}O_{(9.2+\gamma)}$, el embutido en un tubo de plata de 2 mm de diámetro, laminación controlada hasta obtener un espesor de 0.6 mm y la aplicación de dos tratamientos térmicos optimizados con temperaturas de plateau de 865 °C por 15 horas y 810 °C por 20 horas. Se estudiaron las propiedades estructurales mediante difracción de rayos X y las propiedades morfológicas mediante microscopía electrónica de barrido, las cuales confirmaron la presencia de la fase predominante Bi-2223, junto a la fase BSCCO-2212 y el carbonato $(Bi_{1.5}Pb_{0.5})Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$, no se reporta difusión de plata. Se realizó la caracterización de las propiedades magnéticas a través de medidas de susceptibilidad DC en modos FC y ZFC, mostrando una temperatura de irreversibilidad T_{irr}= 43 K bajo un campo de 1 kOe y una temperatura crítica de 105 K a 50 Oe. Se estima un incremento de la densidad de corriente crítica Jc =1.4×10^7 A/cm^2 a 10 K y 0.1 T respecto al polvo prístino medido bajo las mismas condiciones. Finalmente, se presenta el diagrama de fases campo-temperatura en la región de aplicabilidad que evidencia la influencia de los tratamientos térmicos en la conectividad de grano y estabilidad de la fase superconductora.

Palabras clave: Superconductividad, susceptibilidad DC, Cintas superconductoras de primera generación, proceso powder in tube.

ABSTRACT

The synthesis process and characterization by magnetometry of a first-generation superconducting tape with composition $Bi_{(2-x)}Pb_xSr_2\ Ca_2\ Cu_3O_{(10+\gamma)}$ (BPSCCO-2223) fabricated using the *Powder-in-Tube* (PIT) technique in a high-purity silver matrix (99.95%) is presented. The fabrication process involved the preparation of pristine superconducting powder $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}\ Ca_{2.0}\ Cu_{2.8}O_{(9.2+\gamma)}$, its packing into a silver tube of 2 mm diameter, controlled rolling to a final thickness of 0.6 mm, and the application of two optimized heat treatments with plateau temperatures of 865 °C for 15 h and 810 °C for 20 h. Structural properties were examined by X-ray diffraction (XRD) and morphological properties by scanning electron microscopy (SEM), confirming the predominant presence of the Bi-2223 phase, along with the BSCCO-2212 phase and the carbonate $(Bi_{1.5}Pb_{0.5})Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$, no silver diffusion reported. Magnetic characterization was performed through DC susceptibility measurements in *Field Cooling* (FC) and *Zero Field Cooling* (ZFC) modes, revealing an irreversibility temperature T_{irr} = 43 K under a field of 1 kOe and a critical temperature Tc of 105 K at 50 Oe. An increase in the critical current density up to $Jc=1.4\times10^7$ A/cm² at 10 K and 0.1 T was observed compared to the pristine powder under the same conditions. Finally, the field–temperature phase diagram in the applicability region, together with the magnetic hysteresis curves, evidences the influence of heat treatments on grain connectivity and the stability of the superconducting phase.

Keywords: Superconductivity, DC susceptibility, First generation superconducting tapes, powder in tube process.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN

1.1. Situación Problemática

En el campo de los materiales superconductores de alta temperatura, la optimización de las propiedades físicas y mecánicas sigue siendo un desafío crítico, especialmente en aquellos superconductores embutidos en matrices metálicas. Un aspecto relevante es la temperatura crítica (Tc), el punto donde la resistividad del material disminuye prácticamente a cero, lo cual es esencial para su rendimiento en aplicaciones tecnológicas. Sin embargo, la Tc está fuertemente influenciada por parámetros como la estequiometría de la muestra, el proceso de síntesis y las condiciones de laminado y calcinado, aspectos que no siempre están bien controlados o comprendidos en los procesos industriales. La estructura granular que se obtiene durante el laminado también juega un papel crucial, pues determina en gran medida las propiedades superconductoras y mecánicas del material [1].

En el caso de cintas cerámicas superconductoras con composición $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_{2.0}Cu_{2.8}O_{9.2+\gamma}$, estos desafíos se vuelven más complejos debido a la interacción entre los procesos de síntesis, el laminado y los tratamientos térmicos, que afectan la formación de la estructura granular y la aparición de fases secundarias no deseadas. Un problema fundamental radica en la falta de comprensión detallada sobre cómo estas variables de fabricación impactan directamente en las propiedades superconductoras, como la Tc y la estabilidad de la fase superconductora. La falta de control sobre la formación de fases secundarias y la dispersión granular afecta la aplicabilidad de estas cintas en dispositivos de alta demanda energética, como sistemas de transmisión eléctrica y dispositivos de almacenamiento de energía [2]. La resolución de estos problemas es esencial para avanzar en el diseño de materiales más eficientes y confiables en el ámbito de la superconductividad.

Por tanto, esta investigación busca llenar los vacíos de conocimiento en torno a cómo los parámetros del proceso de fabricación, incluyendo las condiciones de laminado y tratamientos térmicos, impactan en las propiedades críticas de las cintas cerámicas superconductoras.

El presente trabajo de investigación se organiza en seis capítulos, estructurados de la siguiente manera:

En el Capítulo 1, se presenta el contexto de la investigación, la problemática, los objetivos y la justificación teórica y práctica.

El Capítulo 2 desarrolla el marco teórico, donde se abordan los conceptos clave de la superconductividad, los antecedentes de estudios previos y las bases teóricas relacionadas con las propiedades y fabricación de cintas superconductoras.

En el Capítulo 3, se describe detalladamente la metodología empleada, incluyendo el diseño de investigación, la preparación de las muestras y las técnicas de caracterización utilizadas.

El Capítulo 4 expone los resultados obtenidos mediante las técnicas experimentales, junto con su análisis e interpretación, relacionándolos con los objetivos planteados.

El Capítulo 5 presenta las conclusiones del trabajo, evaluando cómo los resultados responden a los objetivos propuestos.

Finalmente, en el Capítulo 6, se proponen recomendaciones para futuras investigaciones en el área y aplicaciones potenciales de los materiales estudiados.

1.2. Formulación del Problema

¿Cómo se puede lograr la optimización de la temperatura crítica y las propiedades superconductoras en cintas cerámicas de composición $Bi_{1?6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_{2.0}Cu_{2.8}O_{9.2+\gamma}$, fabricadas con una matriz de plata? Este problema plantea la necesidad de investigar y comprender en profundidad los factores que influyen en la formación de la fase superconductora, así como el impacto de los tratamientos térmicos y la difusión de la matriz en el núcleo de la cinta. La resolución de este problema tiene el potencial de impulsar avances en la producción de cintas superconductoras de alta temperatura con aplicaciones tecnológicas prometedoras en la transmisión eficiente de energía eléctrica.

1.3. Justificación teórica

La investigación sobre cintas superconductoras $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$ fabricadas mediante la técnica Powder-In-Tube (PIT) responde a la necesidad de comprender y optimizar sus propiedades estructurales, magnéticas y superconductoras para aplicaciones avanzadas a medida que se desarrolle la técnica PIT. Desde una perspectiva teórica, propongo contribuir significativamente al entendimiento de la influencia de los procesos de laminado y los tratamientos térmicos en la formación de la microestructura granular, el control de fases secundarias y la mejora de la densidad de corriente crítica.

1.4. Justificación Práctica

Esta investigación tiene el potencial de optimizar la producción y aplicación de cintas superconductoras para tecnologías avanzadas. Se plantea comprender mejor las propiedades magnéticas y estructurales, permitiendo mejorar los procesos de fabricación, logrando cintas con mayor rendimiento y estabilidad. Esto es crucial para aplicaciones como la transmisión eficiente de energía eléctrica, almacenamiento magnético y el desarrollo de electroimanes superconductores para usos industriales y científicos. Además, la elección de la familia 2223 como objeto de estudio responde a su alta temperatura crítica y alta capacidad de transportar corriente eléctrica, mientras que la comparación entre muestras prístinas y fabricadas permite evaluar el impacto de los procesos de laminación y tratamiento térmico sobre las propiedades superconductoras.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Fabricar cintas superconductoras de alta temperatura utilizando el compuesto $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_{2.0}Cu_{2.8}O_{9.2+x}$, que pertenece a la familia $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$, en una matriz de plata.

1.5.2. Objetivos específicos

- Adquirir los tubos de plata y las muestras de polvo de BSCCO-2223 necesarios para el proceso de fabricación.
- Diseñar un procedimiento detallado para el relleno de los tubos de plata mediante la técnica PIT y su posterior laminación para la obtención de las cintas superconductoras.
- Realizar la caracterización de las muestras obtenidas, tanto del polvo original como del núcleo extraído de las cintas después de los tratamientos térmicos.

CAPITULO 2. MARCO TEÓRICO

2.1. Marco Filosófico o epistemológico de la investigación

Bajo el realismo científico, que se define como la capacidad de describir y explicar la realidad objetiva del mundo natural, esta investigación parte del supuesto de que las propiedades magnéticas y superconductoras observadas en las cintas BPSCCO-2223 reflejan características reales y objetivas del material. El objetivo de la investigación es descubrir y comprender estas propiedades mediante métodos experimentales y teóricos, confiando en que los resultados obtenidos proporcionarán una representación fiel de la realidad del material.

2.2. Antecedentes de investigación

La investigación en superconductores ha avanzado considerablemente, particularmente en la optimización de cintas superconductoras como las de B(Pb)SCCO-2223 en matriz de plata. Estos avances se basan en estudios previos que han demostrado la importancia crucial de los tratamientos térmicos y las técnicas de laminado en la fabricación de superconductores de alta calidad.

Uno de los estudios clave en este ámbito es el realizado por Alexander Otto, mencionado por Sato en 2016. Otto llevó a cabo un análisis exhaustivo de la laminación de metales en cables Bi-2223/Ag, empleando un proceso de estampación por rodillos combinado con la aplicación de una pasta de flux como lubricante. Este proceso permitió obtener datos valiosos sobre la relación entre el estrés aplicado a la cinta y la presión ejercida durante el laminado. Los resultados de este estudio indicaron que el laminado mecánico no solo estabiliza las propiedades mecánicas, sino también las térmicas de las cintas superconductoras, concluyendo que estas mejoras son esenciales para garantizar la integridad y funcionalidad de los superconductores bajo condiciones operativas exigentes mora [1]. Además, el estudio recomendó la implementación de un tratamiento térmico adicional para homogeneizar los granos en el núcleo, lo cual es crucial para mejorar la continuidad y calidad de la fase superconductora.

Por otro lado, la investigación de Sánchez [3] en el año 2014 abordó la fabricación de películas superconductoras de YBa2Cu3O7 sobre sustrato YSZ mediante deposición química. Este estudio enfatizó la relevancia de los tratamientos térmicos controlados para lograr una estructura superconductora eficiente. Sánchez aplicó temperaturas específicas y protocolos estandarizados durante la deposición, lo que resultó en muestras con una temperatura crítica cercana a 90 K, un parámetro vital para la aplicación práctica de estos materiales, del este reporte se extrae la importancia de los tratamientos térmicos. Además, se observó una orientación preferencial en los cristales, un fenómeno que resalta la importancia de la rampa de temperatura y su control preciso durante el proceso de formación de la fase superconductora.

Estos estudios forman la base teórica y práctica sobre la cual se sustenta la investigación propuesta. La optimización de las cintas superconductoras B(Pb)SCCO-2223 en matriz de plata se beneficia directamente de los conocimientos adquiridos sobre las técnicas de laminado y los tratamientos térmicos. Los resultados de investigaciones previas, como las de Otto y Sánchez, no solo aportan un marco de referencia esencial, sino que también subrayan áreas específicas de mejora que la investigación propuesta podría abordar. Estos antecedentes establecen un contexto sólido y justifican la necesidad de continuar explorando y refinando las técnicas de fabricación de superconductores, especialmente en la búsqueda de una mayor eficiencia y estabilidad en las aplicaciones prácticas.

2.3. Bases Teóricas

2.3.1. Características de los superconductores

La *Figura 1* ilustra la repulsión completa de las líneas de flujo de un campo magnético externo cuando el material está en su estado superconductor (derecha), comparado con su estado normal (izquierda). Es importante señalar que existe una cierta profundidad de penetración, conocida como penetración de London (λ), dentro del material.

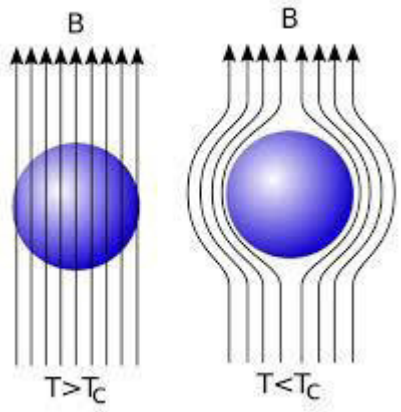

Figura 1. Efecto Meissner en una esfera superconductora. [17]

La ecuación (1) establece la relación entre el campo crítico y la temperatura a la que está expuesto el material.

$$H_c \sim H_c(0)[1 - (T - T_c)^2] \qquad (1)$$

Por otro lado, la Figura 2 presenta un diagrama de fase magnético típico para un superconductor de tipo I, donde la superconductividad del material está restringida a su superficie. Para valores mayores a estos parámetros, el material dejaría de ser superconductor y pasaría a un estado normal o no superconductor.

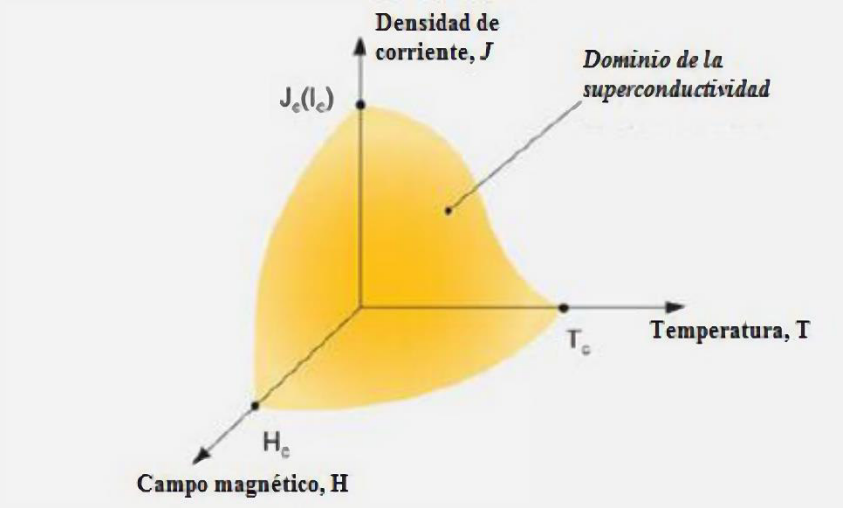

Figura 2. Diagrama de fase magnético típico de un superconductor. *[3]*

2.3.2. Clasificación de los superconductores

Superconductores de Tipo I:

Estos superconductores tienen un único campo magnético crítico y muestran el efecto Meissner mientras permanecen en el estado superconductor, como se representa en la Figura 3 de color rojo.

Superconductores de Tipo II:

Estos materiales presentan dos campos magnéticos críticos. Por debajo del primer campo, H_{c1} también exhiben el efecto Meissner, comportándose de manera similar a los superconductores de tipo I. Sin embargo, entre el primer y el segundo campo crítico H_{c2}, se genera un estado mixto en el que coexisten regiones superconductoras y normales. La superconductividad se pierde completamente al superar el segundo campo crítico. El diagrama de fase magnético de este tipo de superconductores se muestra en la Figura 3 con las curvas de color azul.

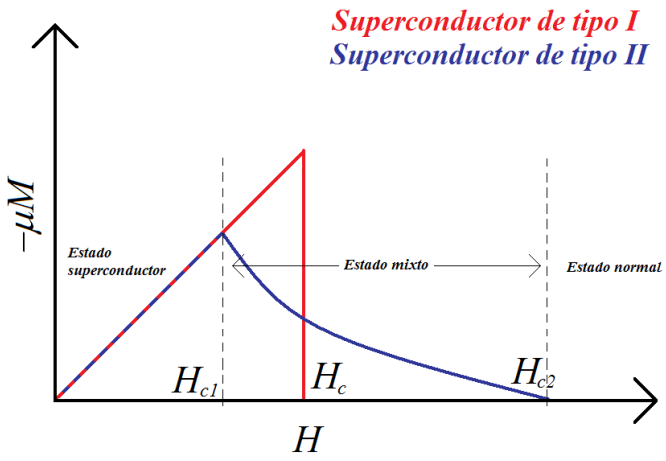

Figura 3. Curvas de magnetización vs campo para superconductores tipo I (rojo) y tipo II (azul). *[18]*

2.3.3. Vórtices

Los superconductores tipo II exhiben una magnetización irreversible, como se muestra en la Figura 4 (derecha), en contraste con el comportamiento de los superconductores tipo I. Entre los campos críticos inferior y superior, estos materiales entran en un estado mixto o fase de Shubnikov, en el cual ya no muestran el efecto Meissner. En esta fase, las líneas de campo magnético penetran el superconductor de manera cuantizada, formando vórtices superconductores. En el centro de cada vórtice, el campo magnético se extiende hasta una distancia conocida como la penetración de London (λ), mientras que el parámetro de orden se disminuye hasta una distancia ξ, que define el núcleo del vórtice. Alrededor de este núcleo, se generan supercorrientes que confinan el campo magnético dentro del vórtice, apantallando el resto del material.

A medida que aumenta el campo magnético, el número de vórtices crece. Si dos vórtices se acercan más de la distancia λ, sus campos magnéticos comienzan a superponerse, aumentando la energía magnética y creando una fuerza de repulsión entre ellos. Cuando múltiples vórtices atraviesan el superconductor, la configuración de mínima energía es aquella en la que los vórtices se mantienen lo más separados posible. Este problema fue resuelto por

Abrikosov en 1957 mediante las ecuaciones de Ginzburg-Landau, mostrando que la configuración de menor energía es una red triangular, conocida como la red de Abrikosov.

Finalmente, cuando la densidad de vórtices aumenta tanto que los núcleos de los vórtices se superponen, el material pierde completamente su superconductividad y entra en un estado normal, lo cual ocurre al alcanzar el campo crítico superior (Hc2).

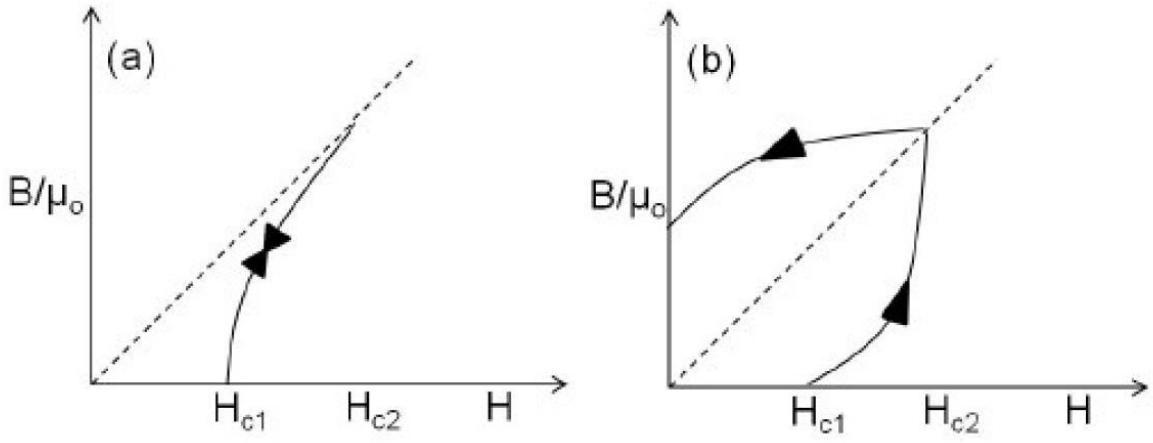

Figura 4. Bosquejo de curvas de magnetización. [3]

2.3.4. Línea de irreversibilidad

La Figura 4 presenta un esquema del diagrama de fase magnético donde se observa la línea de irreversibilidad, que marca la transición de fase de primer orden y separa el estado mixto previamente descrito. Esta línea define el límite para el transporte real de corriente en el material superconductor, ya que al superarla (en términos de campo magnético B o temperatura T), aunque el material permanezca en estado superconductor, cualquier corriente que se intente transportar causará la pérdida del fenómeno de superconductividad. Por lo tanto, la línea de irreversibilidad es crucial para la aplicabilidad del superconductor en dispositivos tecnológicos.

Otro aspecto clave en aplicaciones superconductoras es la densidad de corriente máxima que el material puede transportar sin pérdidas de energía, conocida como densidad de corriente

crítica. Este parámetro es el límite del transporte efectivo de corriente y es fundamental para evaluar la eficiencia y funcionalidad del superconductor en aplicaciones prácticas.

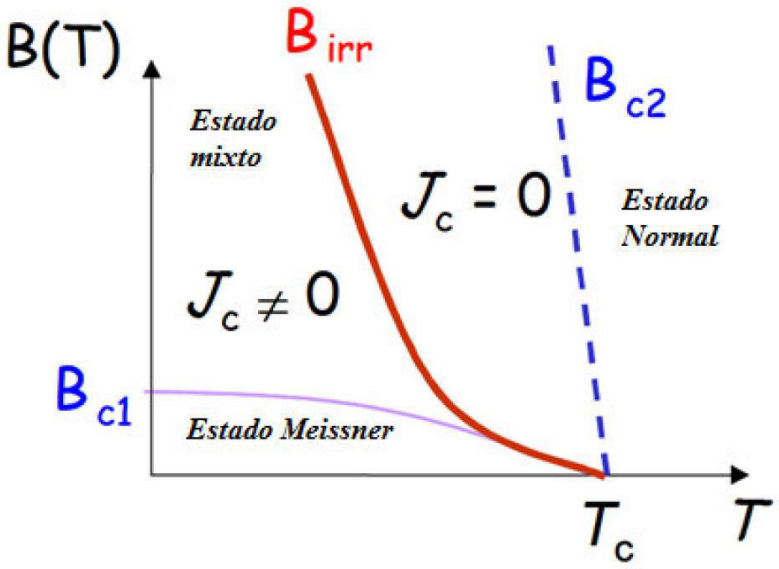

Figura 5. Comportamiento de un superconductor tipo II. *[3]*

2.3.5. Relajación magnética

Una configuración de vórtices fuera del equilibrio provoca una redistribución de las corrientes dentro del superconductor, lo que a su vez genera un cambio en el momento magnético a lo largo del tiempo. Este fenómeno se conoce como relajación magnética, en el que los vórtices experimentan un movimiento espontáneo de sus posiciones de anclaje. Las impurezas y defectos en la estructura del material actúan como centros de fijación. El desplazamiento de las líneas de flujo de estos sitios de anclaje puede ser inducido por activación térmica, tunelamiento cuántico o por estímulos externos como vibraciones mecánicas. [4].

2.3.6. El superconductor $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$

A continuación, se presentan las propiedades del compuesto $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$ [5]

Estructura Cristalina: Presenta una estructura cristalina perteneciente al sistema cristalino tetragonal. La estructura se compone de capas de cupratos que son responsables de sus propiedades superconductoras.

Parámetros de Red: La literatura de [3] reporta valores en el rango de 5.4 Å para el parámetro de red a y 30.9 Å para el parámetro de red c.

Transiciones de Fase: Este superconductor puede exhibir transiciones de fase a diferentes temperaturas (modificando el valor de x), lo que afecta su comportamiento superconductivo. La introducción de plomo (Pb) en la estructura puede modificar las propiedades cristalográficas y, por ende, las propiedades superconductoras.

Defectos y Porosidad: La microestructura, que incluye la presencia de defectos y la porosidad, también influye en las propiedades cristalográficas y en la respuesta del material a campos magnéticos.

2.3.7. Papel del Plomo

La sustitución parcial del Bi en la fase Bi-2223 por Pb, se da por medio de los compuestos PbO y PbO_2, los cuales fue estudiados por [6], a temperaturas de sintetización entre 835 °C y 850 °C, como se muestra en la Figura 6 . Este dopaje reduce la ventana térmica necesaria para obtener la fase de alta Tc (105 K). El Pb actúa como promotor de fase Bi-2223, reduciendo la estabilidad de fases secundarias, mejorando la textura cristalina con una mayor alineación de granos en la dirección *ab*, favoreciendo la incorporación de oxígeno en la red. Estos efectos incrementan la densidad de corriente crítica Jc.

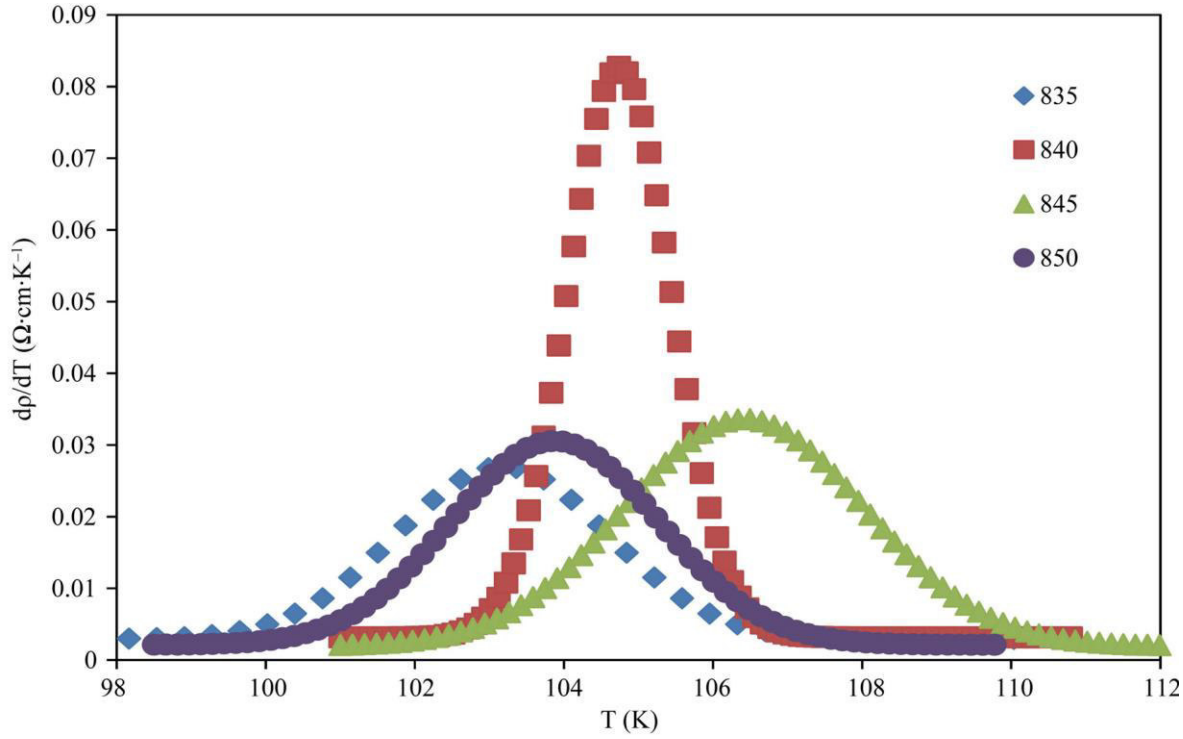

Figura 6. Derivada de la resistividad versus temperatura para el sistema dopado (Bi,Pb)-2223, sintetizado a las temperaturas de 835 °C, 840 °C, 845 °C y 850°C. [6]

En la Figura 7 se evidencian la importancia del dopaje con plomo (Pb) en el sistema Bi-Sr-Ca-Cu-O para estabilizar y ampliar el rango de composiciones de fases, en particular la fase 2223, que es crucial para aplicaciones superconductoras de alta temperatura. La Figura 7 a) muestra cómo la incorporación de Pb en diferentes fases, como 2212, 4805, 119x 5, 2201 y 2310, modifica sus composiciones y posibilita la formación de la fase 2223 en diferentes condiciones de equilibrio. Esto indica que el dopaje con Pb ayuda a estabilizar fases secundarias y a facilitar la formación y el control de la fase deseada, además de influir en las relaciones de equilibrio en el sistema. La Figura 7 b) profundiza en cómo el Pb se integra en las distintas fases, destacando que la sustitución de Pb en los sitios estructurales puede mejorar la estabilidad de la matriz de fases, reduciendo impurezas y alteraciones no deseadas. En conjunto, estos resultados resaltan que el dopaje con Pb en componentes como el Bi mejora significativamente las propiedades de la fase superconductor. [7].

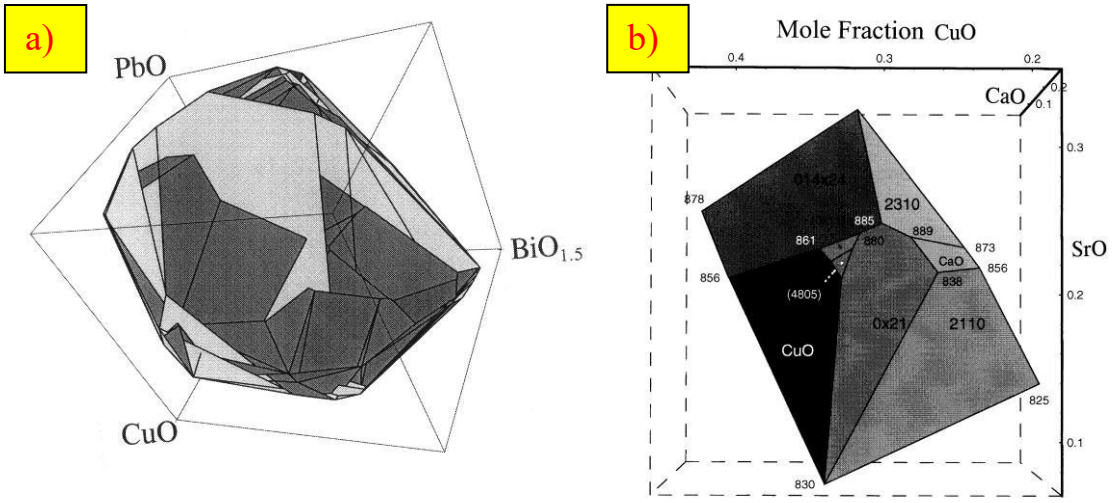

Figura 7. a) Presenta las composiciones de fases en equilibrio con la fase 2223 en diferentes sistemas, mostrando cómo varía la cantidad de plomo (Pb) en diversas fases. b) El Pb se incorpora en diferentes fases, específicamente en las fases 2223 y otras secundarias, el Pb influye en la estabilidad de las fases del sistema, favoreciendo la formación de una matriz de fases más homogénea y estabilizada. [7].

CAPITULO 3. METODOLOGÍA

3.1 Tipo y diseño de investigación

Este trabajo corresponde a una investigación aplicada y de tipo experimental. Se clasifica como aplicada porque busca resolver problemas específicos en la fabricación de cintas superconductoras para mejorar sus propiedades críticas. El diseño es experimental porque implica la manipulación controlada de variables como el tratamiento térmico y el laminado, evaluando su impacto mediante técnicas de caracterización estructural, morfológica y magnética.

3.2 Unidad de análisis

La unidad de análisis son las cintas superconductoras de la familia $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$, fabricadas mediante la técnica Powder-In-Tube con matriz de plata. Estas cintas representan el objeto principal de estudio, ya que se analizarán sus propiedades estructurales, morfológicas y magnéticas.

3.3 Población o universo de estudio

El universo de estudio está compuesto por las muestras de cintas superconductoras fabricadas y tratadas térmicamente, así como por las muestras prístinas de polvo cerámico $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_{2.0}Cu_{2.8}O_{9.2+x}$ obtenidas comercialmente, utilizadas como referencia para la caracterización.

3.4 Tamaño de muestra

Se trabajó con dos tipos de muestras principales:

Polvo prístino**:** Utilizado para el control y referencia de las propiedades iniciales.

Cintas superconductoras fabricadas = 2, obtenidas mediante el proceso experimental de embutido, laminación y tratamientos térmicos.

3.5 Técnicas de recolección de datos

Los datos se recolectaron mediante las siguientes técnicas:

1. Difracción de Rayos X (X-Ray Diffraction - XRD)**:** Para identificar las fases cristalinas y calcular el tamaño promedio de cristalitos.

2. Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron Microscopy - SEM): Para evaluar la morfología y la composición elemental de las muestras.

3. Magnetometría (Superconducting Quantum Interface Device - SQUID): Para medir las propiedades magnéticas, incluyendo la temperatura crítica y la densidad de corriente.

3.5.1 Localización. La cinta fue fabricada y los datos fueron analizados en el área de Hornos del Laboratorio de Cerámicos y Nanomateriales, ubicado en el primer piso del edificio de la unidad de posgrado de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Las muestras fueron examinadas mediante XRD y MEB en el Laboratorio

del Centro de Investigaciones Tecnológicas, Biomédicas y Medioambientales (CITBM), en el sótano de la Facultad de Ciencias Físicas. Se realizaron las mediciones magnéticas en colaboración con el laboratorio de Cavendish de la universidad de Cambridge (Inglaterra).

3.6 Análisis e interpretación de la información

La información recolectada fue procesada mediante los programas especializados *X'Pert HighScore Plus* para análisis de difracción y *OriginLab* para graficar y analizar datos magnéticos. Las fases identificadas y los parámetros críticos fueron comparados con antecedentes bibliográficos para interpretar el impacto de los procesos de fabricación en las propiedades superconductoras.

3.7. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y MORFOLÓGICA

3.7.1. Análisis por Difracción de rayos-X

Se usó el difractómetro *Bruker AXS Modelo D8 FOCUS* (*Figura 8*) para un primer estudio de la cristalización y obtención las fases presentes, en geometría 2Θ con un paso de 0,01° (Θ°) y tiempo de paso 3 segundos en el intervalo 8°-80° (2Θ), el equipo fue operado a 40kV y corriente de 30 mA. En la Figura 9 se aprecian las reflexiones fuertemente intensas y angularmente cercanas entre sí para las muestras de $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$ estudiada en [5]. Se presentarán a detalle las fases presentes en las muestras estudiadas en este trabajo en capítulos más adelante.



Figura 8. Difractómetro de polvo, modelo D8 Focus marca *Bruker*. Laboratorio de difracción de rayos X del CITBM, de la Facultad de Ciencias Físicas-Universidad Nacional Mayor de San Marcos. [16].

La posición angular y el ancho a media altura (FWHM) de las fases identificadas se emplearon para estimar el diámetro promedio de los cristalitos, utilizando la fórmula de Scherrer con la radiación Cu $K\alpha_1$ del difractómetro empleado.

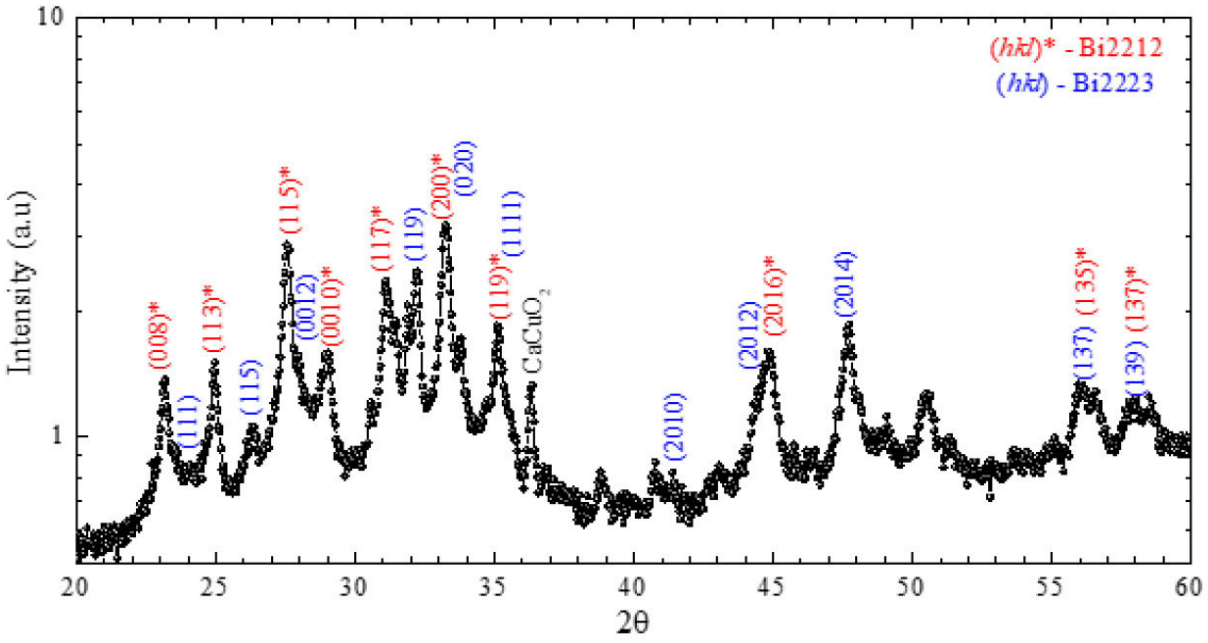

Figura 9. Data obtenida por XRD a la muestra de $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$. *[5]*

Se determinaron la posición angular y el ancho a media altura (FWHM) de las reflexiones correspondientes a las fases identificadas en las muestras analizadas. A partir de estos valores, se estimó el diámetro promedio de los cristalitos de las fases superconductoras mediante la fórmula de Scherrer:

$$D = \frac{k\,\lambda}{\beta_{hkl} Cos\theta} \qquad (2)$$

Donde θ es el ángulo para el pico (hkl), la longitud de onda de rayos-X es 1.5406 $\dot{A}$ para el difractómetro empleado. La ecuación (2) permite conocer el tamaño del cristalito correspondiente al pico de la fase superconductora estudiada.

3.7.2. Análisis por Microscopía Electrónica de barrido

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) es una técnica utilizada para estudiar la morfología y composición de las muestras a nivel microscópico. En este método, un haz de electrones enfocado interactúa con la superficie de la muestra, generando señales electrónicas que se traducen en imágenes de alta resolución.

3.7.3. Caracterización magnética

Para las mediciones magnéticas mostradas en la presente tesis, se empleó un equipo DC-MPMS-SQUID de la compañía Quantum Design, el cual se muestra en la *Figura 10*, ubicado en el Laboratorio Cavendish, University of Cambridge. A las muestras se le realizaron mediciones en los modos Zero Field Cooling (ZFC) y Field Cooling (FC) a campo magnético externo de 50 Oe y 1000 Oe.

Debido a que las mediciones de momento magnético detectadas por el sensor SQUID pertenecen al total del volumen de la muestra, se debe tener en cuenta también a las otras fases secundarias detectadas por DRX, además de la posible respuesta magnética que pueda tener el carbonato $(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$ o el plumbato Ca2PbO4. Teniendo en cuenta que los datos obtenidos por el sensor SQUID son de momento dipolar magnético ($\overline{m}$) medido en unidades Oersted (emu), las cuales se relacionan con la Susceptibilidad magnética (χ), la cual se usará en el presente trabajo para obtener datos de χ según la ecuación (3).



Figura 10. DC Magnetic Property Measurement System de la compañía Quantum Desing. Laboratorio de Cavendish, Universidad de Cambridge.

$$\chi = \frac{M \times Peso_{molecular}}{H_{ext} \times Masa_{muestra}} \qquad (3)$$

La Densidad de Corriente se calculó utilizando el modelo de Bean [25], el cual es una teoría macroscópica fenomenológica que describe como fluye la corriente dentro de un superconductor tipo II, bajo un campo magnético. Este modelo relaciona la magnetización irreversible medida de los ciclos de Histéresis con la Densidad de Supercorriente *bulk*.

La relación especifica de la magnetización irreversible depende de la geometría de la muestra, para nuestro caso se utilizada la expresión de J_c del modelo de Bean mostrado en la ecuación (4) para una muestra granular, la cual a su vez toma en consideración la anisotropía de la

corriente crítica, en la expresión ΔM es la diferencia entre los valores de las ramas de magnetización irreversible creciente ($+M$) y decreciente ($-M$) a un campo magnético determinado, y el tamaño de grano d.

$$J_c = \frac{30\Delta M}{d} \tag{4}$$

3.8. Preparación de muestras

Se prepararon dos muestras, la primera es el polvo superconductor prístino producido por la empresa *SigmaAldrich* (Muestra Powder). La muestra se presenta en forma de esferas de color gris opaco altamente frágiles similar al polvo de cemento. La composición nominal del producto es $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_{2.0}Cu_{2.8}O_{9.2+x}$, con código de referencia de producto 378720, ver en la Figura 11.

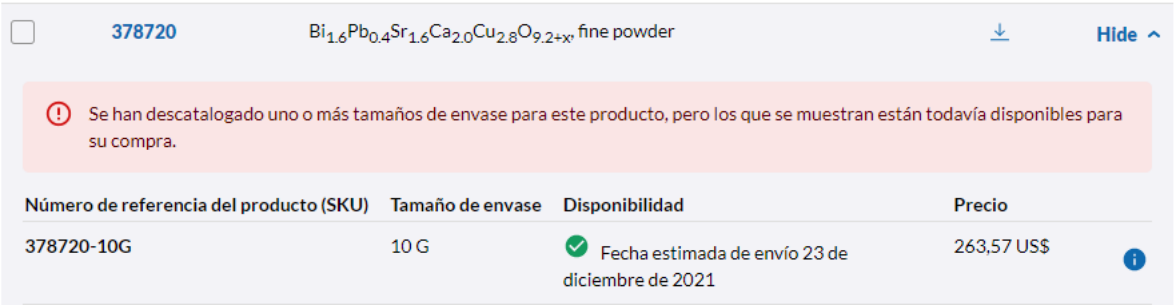

Figura 11. Captura de la data de la muestra presentada por la página oficial Sigma Aldrich. *[19]*.

La segunda muestra corresponde al núcleo de la cinta superconductora fabricada mediante la técnica Powder-In-Tube en matriz de plata de diámetro de 2 mm (Muestra Core). Ahora se presenta la técnica de embutido del polvo en las matrices de plata y tratamientos térmicos aplicados. Luego de la obtención de los tubos se presenta la técnica de laminado usada, el posterior tratamiento térmico y el proceso para la extracción de muestras.

3.8.1. Preparación de muestra Core

El proceso comenzó con la limpieza del mortero de ágata y su pilón, utilizando alcohol isopropílico y papel *tissue*, frotándolos durante una hora. Se realizaron enjuagues intermedios con alcohol isopropílico y un enjuague final a presión con una jeringa. Como contenedores para el polvo superconductor se emplearon tubos de plata (matrices), fabricados por *GoodFellow* con una pureza del 99.95%, un diámetro externo de 2.00 mm y una longitud de 50 cm. Estos tubos se recortaron en segmentos de 75 mm utilizando una tijera quirúrgica.

Se pesaron 9 g de gránulos, los cuales fueron molidos en el mortero y pilón de ágata durante 3 horas, tal como se muestra en la Figura 12. Una pequeña porción del polvo obtenido se utilizó para preparar pastillas de control de 0.15 g, prensadas a 6 toneladas durante 5 minutos, que sirvieron como referencias para los tratamientos térmicos.



Figura 12. a) Gránulos grises del envase comparados con los aplastados. b) Manejo de materiales con guantes y mascarilla según indicaciones del fabricante. c) Polvo obtenido al final de la molienda y el molde de empastillador.

Otra parte del polvo obtenido se destinó para su caracterización mediante difracción de rayos X (Muestra *Powder*). El objetivo de crear pastillas fue evaluar el comportamiento durante el tratamiento térmico para analizar el resultado en cada caso, como se muestra en la Figura 16,

y así estimar el límite de temperatura para futuras aplicaciones. Además, otras pastillas se reservaron como referencia para futuras caracterizaciones.

El resto del material se utilizó para rellenar las matrices de plata. Para este propósito, un extremo del tubo fue sellado doblando y plegando los primeros 5 mm, ver Figura 13(a), creando un tope. El polvo fino se introdujo en el tubo con la ayuda de catéteres #14 y #16, ver Figura 13 (b) utilizando sus respectivas agujas previamente selladas, y fue compactado mediante presión con un escalpelo quirúrgico de hoja fija para finalmente obtener un tubo relleno, Figura 13 (c).

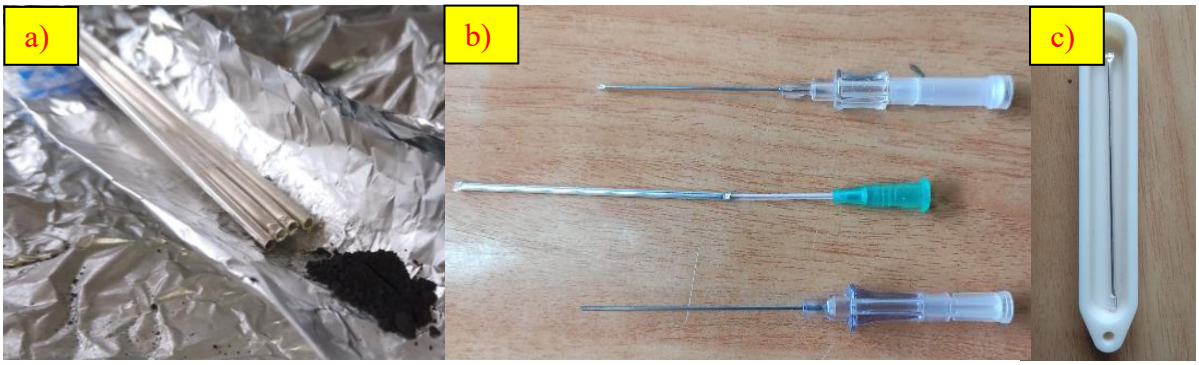

Figura 13. a) Matrices de plata y polvo listo para ser embutido. b) Vista de los catéteres y agujas usadas. c) Tubo con doblez y plegado finalizado en ambos extremos luego del embutido sobre la barqueta.

Luego de embutir el polvo en cada tubo, el extremo restante de la matriz de dobló y plegó a 5 mm del extremo sellando ambos extremos. Finalizada la preparación se pesó el tubo embutido y se estimó la cantidad de masa del polvo superconductor contenida respecto a la masa m_{Core} de la matriz inicial m_{Tube}^{Ag} registradas en la Tabla 1.

Tabla 1. Datos iniciales de la matriz después del embutido y sellado.

Sample	m_{Tube}^{Ag} (g)	ϕ_{ext} (mm)	ϕ_{int} (mm)	$m_{Tube+Core}$ (g)	m_{Core} (g)
Matrix with Core	0.949	2	1.6	1.1581	0.2091

3.8.2. Primer Tratamiento Térmico

Para los tratamientos térmicos, se utilizó el horno tubular *Lenton Thermal Designs*, como se muestra en la Figura 14. El modelo de control de temperatura propuesto incluyó una rampa de calentamiento a una velocidad de 5 °C/min, seguida de una fase de estabilización a una temperatura constante T1 durante 15 horas. Posteriormente, se realizó una fase de enfriamiento a la temperatura natural de la mufla. Para la muestra del núcleo (*Core*), la temperatura estable T1 alcanzó los 865°C, como se observa en la Figura 15.



Figura 14. Fotografía del horno tubular Lenton Thermal Designs usado para los tratamientos térmicos.

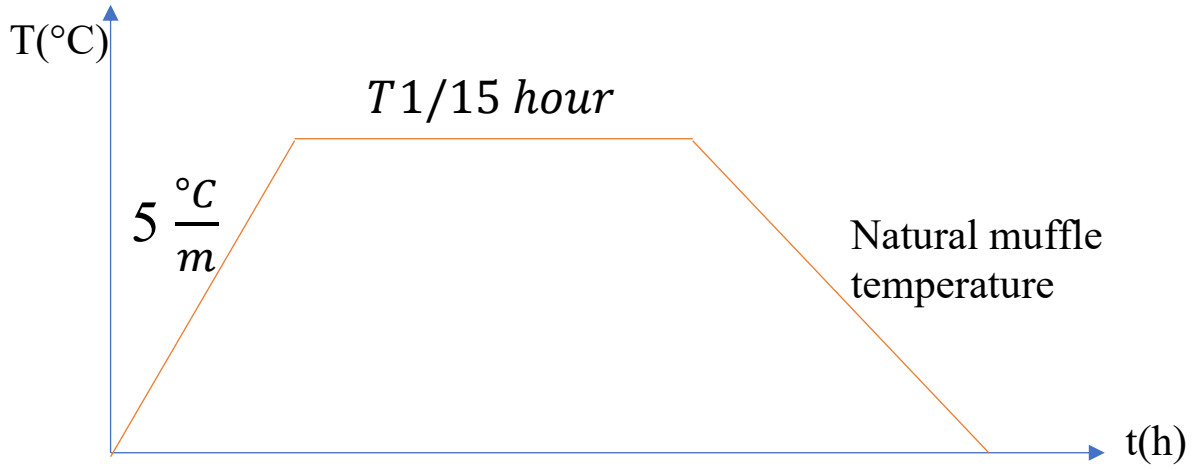

Figura 15. Representación de la rampa usada para la programación del controlador del horno Lenton para el primer tratamiento térmico, con una rampa de ascenso de 5 °C/minuto, una temperatura T1 de plateau a 865 °C por 15 horas y un enfriamiento a temperatura natural.

El primer tratamiento térmico aplicado llevó a la muestra y a la pastilla hasta la temperatura de estabilidad de 865 °C, se eligió esta temperatura para explorar sus efectos en el cerámico superconductor, además de que es una temperatura no explorada en [6] en la figura Figura 6, las rampas a temperaturas combinadas entre 820°C y 864°C en atmósfera de oxígeno se estudió en [8] y a temperatura de estabilidad de 840°C se estudiaron en [9]. Se evidenció que, la matriz presentó fuga de material por los extremos cerrados y esto tiñó la barqueta de tonos dorados y plateados como los mostrados en la pastilla izquierda de la Figura 16. Las pastillas de control mostraron perdida de la forma circular, tomando la forma del recipiente, esto evidencia haber llegado hasta la temperatura de fusión más bajos de algunos de los componentes, también se presenció coloración dorada, adherencia a la barqueta, y dureza extrema superior a la dureza de la barqueta, no se pudo rayar con los instrumentos acerados disponibles.



Figura 16. Pastillas de control derretidas después de ser expuestas a 865°C durante 15 horas. Izquierda: Pastilla de 0.3 mm de espesor. Derecha: Pastilla de 0.9 mm de espesor.

3.8.3. Laminado

Para el proceso de laminado, se utilizó un torno mecánico marca Sánchez Blanes, modelo C, al que se adaptaron rodamientos de 57 mm en el eje principal y de 47 mm en el brazo móvil. A continuación, se pasaron las cintas una por una, ajustando gradualmente el espacio entre los rodamientos, como se muestra en la Figura 17, lo que permitió obtener cintas laminadas con un espesor homogéneo a lo largo de su sección transversal. La Tabla 2 presenta información adicional sobre las características geométricas de las cintas.

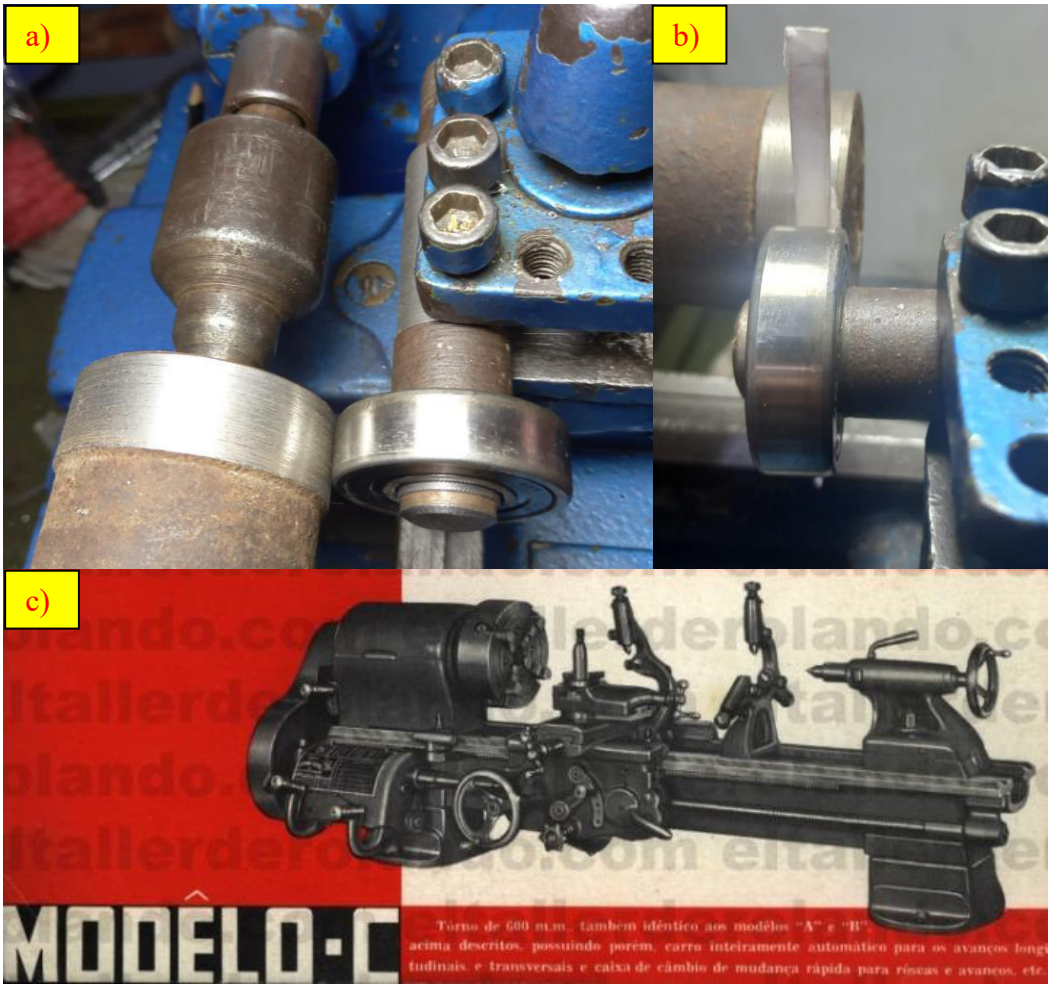

Figura 17. a) Posición de los rodamientos adaptados al torno. b) Lámina de papel usada para presentar los rodamientos ajustados previo al proceso de laminado. c) Modelo de torno Sanchez C.

Tabla 2. Características de las cintas después del primer tratamiento térmico y laminado.

Sample	T1 (°C)	m_{Tape} (g)	m_{Tube} (g)	$Thickness$ (mm)	$Width$ (mm)	$Length$ (mm)	m_{Core} (g)
Matrix with Core	865	1.1117	0.949	0.6	3.1	79.4	0.1627

3.8.4. Segundo tratamiento térmico

Durante el segundo tratamiento térmico, la muestra fue calentada a una velocidad de 5°C/min hasta llegar a una temperatura estable de 810°C, la cual se mantuvo durante 20 horas. Luego, se permitió que la muestra se enfriara lentamente dentro de la mufla, como se muestra en la Figura 18, lo que promovió la liberación del estrés interno y facilitó la formación de cristales más grandes. Este tratamiento tuvo como objetivo ablandar el material y eliminar las tensiones internas generadas en el núcleo y la matriz durante el proceso de laminado.

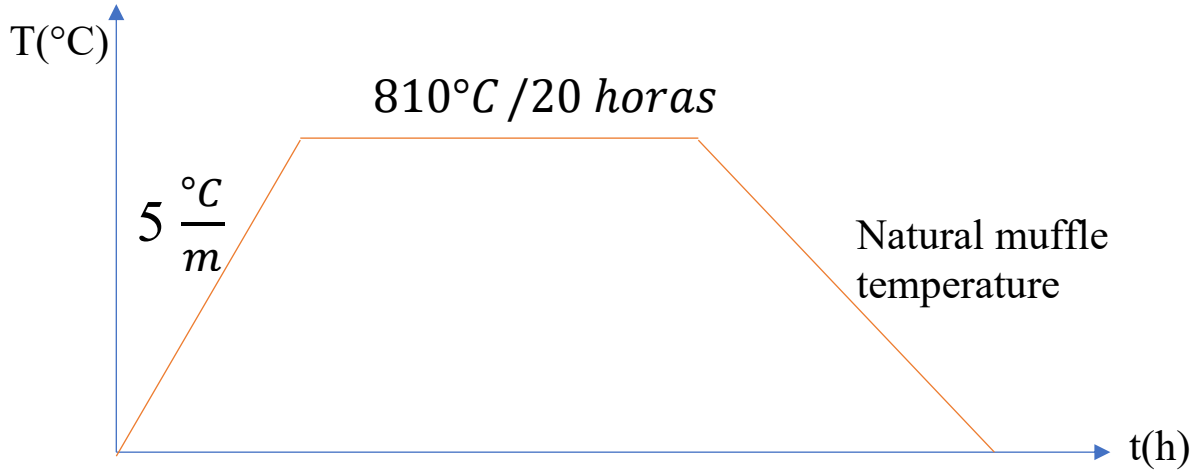

Figura 18. Programa usado en el controlador de temperatura para el segundo tratamiento térmico.

La Tabla 3 presenta la masa de la cinta (m_{Tape}) y de su núcleo (m_{Powder}) calculada después del segundo tratamiento térmico.

Tabla 3. Datos de la cinta después del segundo tratamiento térmico**.**

Sample	m_{Tape} (g)	m_{Tube} (g)	$Thickness$ (mm)	$Width$ (mm)	$Length$ (mm)	m_{Powder} (g)
Matrix with Core	1.1068	0.949	0.6	3.1	79.4	0.1578

3.8.5. Variación de masas

Se realizó la comparación de *Matrix + Core* y *Core,* donde *Matrix + Core* es el sistema de la matriz de plata más el superconductor embutido y la segunda parte, *Core,* es el núcleo superconductor. La masa inicial embutida con la masa del núcleo después del primer tratamiento térmico (*1st TT*) y la masa del núcleo después del segundo tratamiento (*2nd TT*), ver Tabla 4, en unidades de gramos. Los puntos rojos representan los datos para la matriz con el núcleo y los puntos azules para la masa del núcleo de la matriz. Se aprecian pérdidas significativas de las masas luego del primer tratamiento (14.635 %) y menor porcentaje hacia el segundo tratamiento (2.582 %). Ver Figura 19.

Tabla 4. Comparación en el contenido de las masas en gramos y porcentual durante el proceso de fabricación de la cinta superconductora.

Process	m_{Ag} (g)	Matrix+Core (g)	m_{Core} (g)	% mass
Stuffed	0.949	1.1581	0.2091	18.055
1th TT	0.949	1.1117	0.1627	14.635
2nd TT	0.949	1.1068	0.1578	14.257

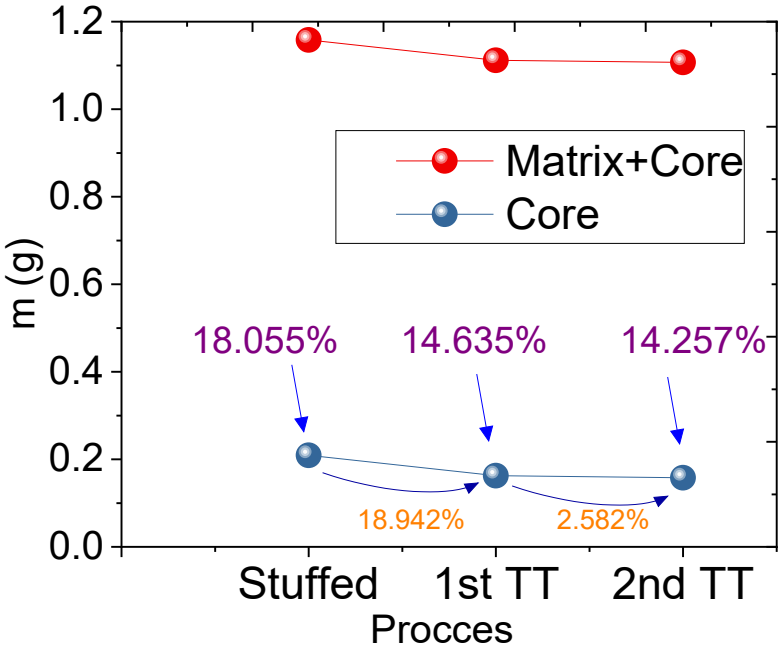

Figura 19. Gráfico que muestra la evolución a través de los procesos para las masas de la cinta (rojo), núcleo (azul), variación de masa Core respecto Cinta (Morado), y variación respecto a las masas del Core (naranja).

En la Figura 20 se presenta la evolución de la matriz rellena en los diferentes pasos, iniciando con el sellado de ambos extremos, pasando por el proceso de laminado en el torno Sanchez modelo C, y terminando con la cinta después del segundo tratamiento térmico.

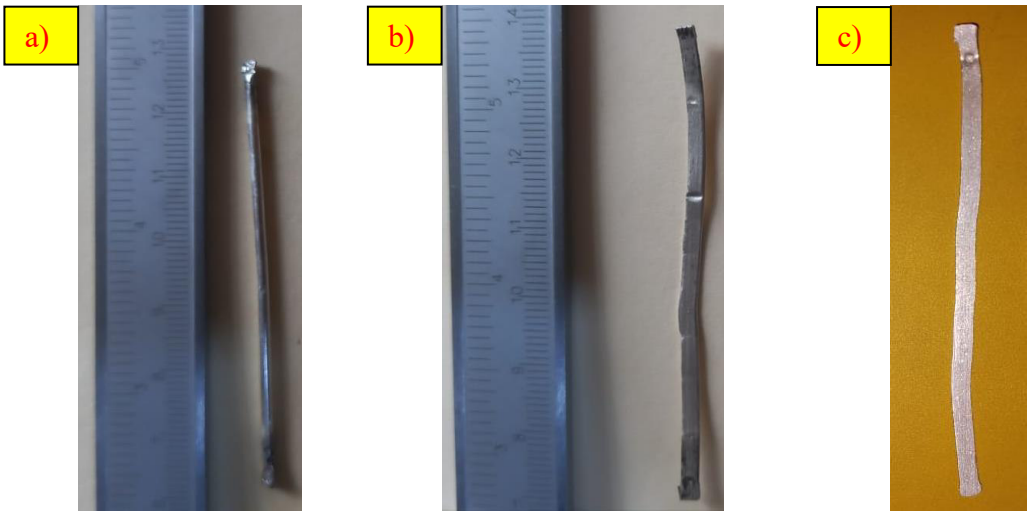

Figura 20. a) Tubo embutido y sellado por ambos extremos. b) Cinta después del proceso de laminado. c) Cinta después del segundo tratamiento térmico.

3.8.6. Procedimiento para la extracción de muestra

Para extraer las muestras del núcleo de la matriz de plata, se cortaron las cintas en fragmentos de aproximadamente 5 mm de longitud utilizando tenazas de acero. A continuación, se aplicaba presión lateral con una pinza hemostática para abrir la matriz de plata, apretando hasta percibir el inicio de la fractura lateral del núcleo. Luego, se ejercía una ligera presión en la misma dirección de la cinta para liberar el núcleo, obteniendo el material en forma de pequeñas escamas de aproximadamente 1 mm^2, junto con el polvo residual. Ver Figura 21.

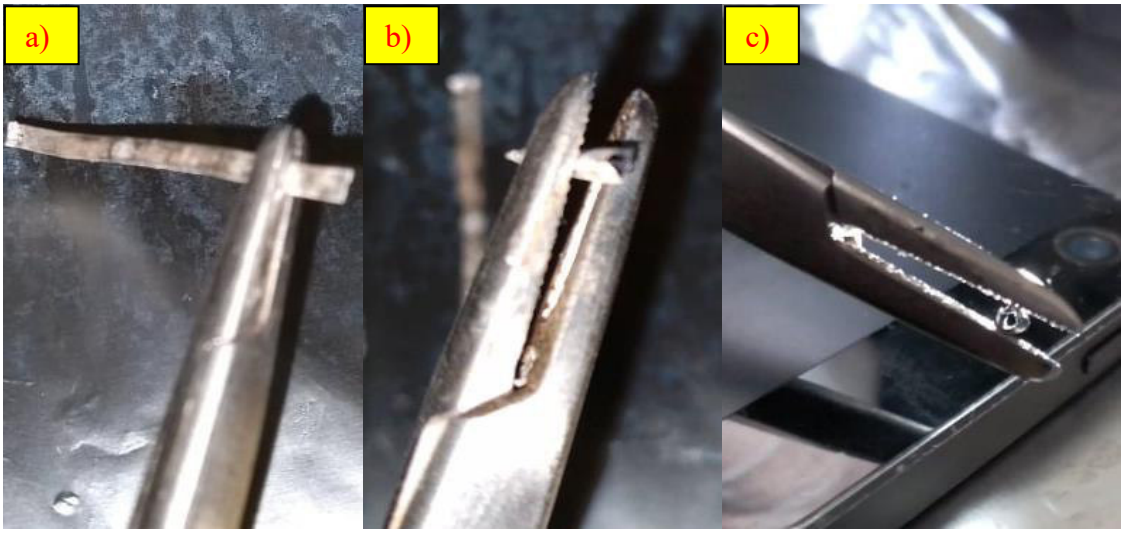

Figura 21. a) Cinta sujetada lista para realizar un corte de 5 mm de largo. b) Con una tenaza se ejerció presión lateral y luego presión en el sentido paralelo de la cinta. c) Comprobación visual del material liberado.

CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los siguientes resultados fueron realizados a la muestra *Powder*, que es el polvo usado para la fabricación de la cinta superconductora, y la muestra *Core*, que es el núcleo de la cinta superconductora en matriz de plata de 2 mm de diámetro, que fue llevada a un primer tratamiento térmico de 865°C, laminado y un segundo tratamiento térmico a 810°C.

4.1 Análisis por Difracción de rayos-x

Los difractogramas de la *Figura 22* a) muestra el patrón de Difracción de Rayos-X normalizado del polvo fino del frasco de Sigma Aldrich (*Powder*) de composición rotulada $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_{1.6}Ca_2Cu_{2.8}O_{9.2+x}$. Se aprecian las reflexiones principales. La fase principal identificada con la base de datos disponible fue el archivo 1540770.cif, adjunto en el Anexo 1, esta fase no identifica el pico desconocido a 28.08°. El archivo 1540770.cif muestra parámetros estructurales perteneciente a la fórmula química $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$, también llamada fase de familia BPSCCO-2223, el término familia hace referencia a que existen otras combinaciones con diferentes aportes de Pb.

Se identificó el carbonato $(Bi_{1.5}Pb_{0.5})Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$, con código de referencia 01-082-0154 del software *X´Pert HighScore Plus*. Este carbonato presenta el pico faltante en 28.018° al 38.9% en dirección 117, siendo este el segundo de mayor intensidad, con el mayor pico en 30.851° en dirección 119.

Los difractogramas de la *Figura 22* b) muestra el patrón de Difracción de Rayos-X normalizado del núcleo extraído (*Core*) de la matriz plata. Se aprecian las reflexiones principales. La fase principal (*Phase 1*) identificada con la base de datos disponible fue el archivo ICDO 00-048-0934, esta fase no identificaba un pico desconocido a 31.53°. Esta fase muestra parámetros estructurales perteneciente a la fórmula química $Bi_2Sr_{1.33}Ca_{1.39}Cu_{1.92}O_{7.64+x}$, esta es una fase perteneciente a la familia BSCCO-2212.

La fase secundaria que se pudo identificar con mayor coincidencia para la muestra Core fue Ca_2PbO_4, con código de referencia ICDO 00-048-1533. Esta fase presenta el pico faltante en 31.53° en dirección 130.

La tercera fase identificada, con código ICDO 00-046-0644 de fórmula química $Ca_{2.675}Cu_3Pb_{0.535}Sr_{2.675}Bi_{1.6}O_x$ pertenece a la familia de superconductores de fase (Bi-Pb)SCCO-2223.

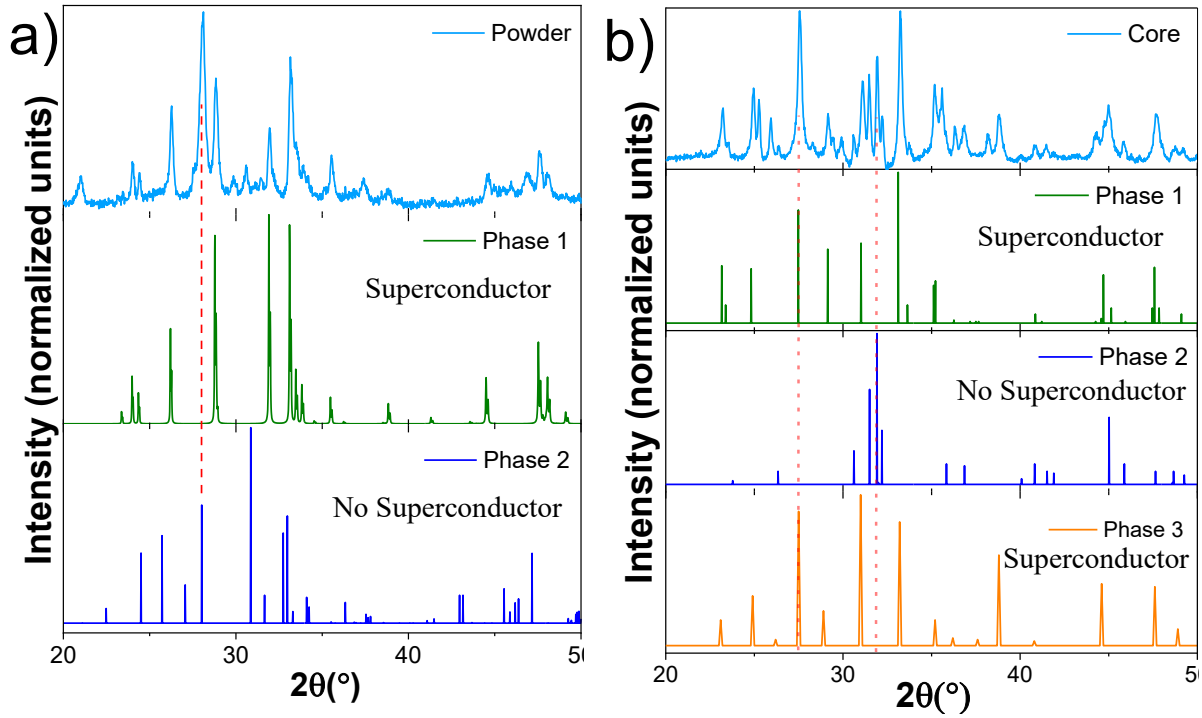

Figura 22. Difractogramas de rayos X normalizados para el polvo prístino (a) y la muestra Core (b).

Los parámetros de las fases identificadas para la muestra en polvo $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$, $(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$ y para la muestra Core $Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64+x}$, Ca_2PbO_4 y $Ca_{2.675}Cu_3Pb_{0.535}Sr_{2.675}Bi_{1.6}O_x$ se muestran en la *Tabla 5*, mientras que los índices de Miller y reflexiones comparadas con la muestra en polvo y la cinta se presenta en la *Tabla 6*.

Tabla 5. Parámetros cristalográficos extraídos de las fases identificadas para las muestras Powder y Core.

Samples	Phases	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α (°)	β (°)	γ (°)
Powder	$Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	3.823	3.823	37.074	90°	90°	90°
	$(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$	5.468	5.427	39.530	90°	90°	90°
Powder	$Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64}$	5.426	5.402	30.643	90°	90°	90°
	Ca_2PbO_4	5.836	9.745	3.3810	90°	90°	90°
	$Ca_{2.675}Cu_3Pb_{0.535}Sr_{2.675}Bi_{1.6}O_x$	5.397	5.397	30.807	90°	90°	90°

Tabla 6. Índices de Miller, reflexiones principales de la muestra en polvo y cinta, fases identificadas, medida FWHM para cada caso. (*ap: Aporte a las fases existentes. ** φ: Sin presencia en el ángulo indicado).

Sample	Miller Indices	(101)	(105)	(117)	(107)	(109)	(110)	(1 0 11)	(200)
Powder	Angle (2Θ)	23.0	26.2	28.0	28.8	31.9	33.1	35.5	47.5
	$Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	23.3	26.2	-	28.8	31.9	33.1	-	47.5
	$(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$	-	-	28.0	-	-	-	35.5	-
	FWHM-(2Θ)	0.20	0.20	0.31	0.20	0.20	0.24	0.24	0.24
Core	Miller Indices	(113)	(115)	(117)	(130)	(111)	(200)	(0 0 12)	(221)
	Angle (2Θ)	24.9	27.5	31.1	31.4	31.9	33.2	35.1	45.0
	$Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64}$	24.8	27.5	31.0	-	-	33.1	35.1	-
	Ca_2PbO_4	-	-	-	31.4	31.9	-	-	45.0
	$Ca_{2.675}Cu_3Pb_{0.535}Sr_{2.675}Bi_{1.6}O_x$	ap*	ap	ap	φ **	φ	ap	ap	ap
	FWHM-(2Θ)	0.18	0.22	0.18	0.14	0.14	0.16	0.14	0.24

Con la información sobre las fases presentes en forma de posición angular y ancho a media altura FWHM de la reflexión principal, se estimó el diámetro de cristalito promedio mediante la fórmula de la ecuación (2) con el ángulo $\theta = 14.0445°$ para el pico (117) de la muestra en polvo, la longitud de onda de rayos–X es $\lambda = 1.5406$ Å con radiación $Cu\ k\alpha - 1$ para el difractómetro empleado. Del cálculo se obtuvo un valor de 4.8429 Å. En la Tabla 7 se muestran los tamaños de cristalitos para cada reflexión. Mientras que en la *Tabla 8* se observan los índices de Miller, posiciones angulares y distancias interplanares respecto a cada fase.

Tabla 7. Índices de Miller, FHWK y posiciones angulares para la estimación de los cristalitos que forman cada reflexión cada fase identificada en las muestras de polvo y cinta.

Sample	Miller Indices	(101)	(105)	(117)	(107)	(109)	(110)	(1 0 11)	(200)
Powder	FWHM (2Θ)	0.20	0.20	0.31	0.20	0.20	0.24	0.24	0.24
	Θ (°)	11.68	13.13	14.00	14.42	15.95	16.55	17.78	23.76
	D(A)	7.66	7.70	4.84	7.75	7.80	6.53	6.58	6.84
Core	Miller Indices	(113)	(115)	(117)	(130)	(111)	(200)	(0 0 12)	(221)
	FWHM (2Θ)	0.18	0.22	0.18	0.14	0.14	0.16	0.14	0.24
	Θ (°)	12.41	13.73	15.51	15.74	15.95	16.56	17.55	22.51
	D(A)	8.55	7.03	8.66	11.15	11.17	9.80	11.26	6.781

Tabla 8. Fases encontradas, índices de Miller, posiciones angulares y distancias interplanares para las muestras Powder y Core.

Sample	Phase	Miller Indices	Angle (2θ)	Interplanar spacing [A]
Powder	$Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	(101)	23.3732	3.80284
		(105)	26.2697	3.39794
		(107)	28.8485	3.09981
		(109)	31.911	2.80218
		(110)	33.1117	2.70327
		(1 0 11)	35.5673	2.52817
		(200)	47.5292	1.91150
	$(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$	117	28.089	3.18212
Core	$Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64}$	113	24.82	3.58380
		115	27.47	3.24400
		117	31.02	2.88080
		020	33.12	2.70240
		0 0 12	35.12	2.55350
	Ca_2PbO_4	130	31.49	2.83870
		111	31.91	2.80229
		221	45.02	2.01204

4.2 Microscopía de barrido

El análisis morfológico y elemental del polvo prístino y de las muestras de núcleo de cinta se muestran en la Figura 23. El análisis indica que ambas muestras están compuestas de bismuto, plomo, estroncio, calcio, carbono y oxígeno, como se esperaba. Nótese que se han encontrado diferentes tamaños de grano, correspondientes a los picos principales y al pico usado en la fórmula de *Scherrer*, los más grandes corresponden al componente superconductor con un tamaño aproximado de micrómetros. Las áreas oscuras corresponden a porosidades en las muestras que influyen significativamente en los valores críticos de densidad de corriente. La

micrografía SEM de la muestra de polvo prístino obtenida con un aumento de 2000× se muestra en la Figura 23 (a). Esta muestra una zona altamente homogénea como fondo correspondiente a la muestra con un tamaño de grano mayor que de la muestra prístina, se aprecia un tamaño promedio del orden de decenas de micrómetros. El área mapeada de 30 μm × 30 μm muestra estructuras de borde suave y una dispersión de estructuras de forma afilada y alargada sobre un fondo homogéneo. El mapeo de composición elemental correspondiente se muestra en la Figura 23(b), mientras que la Tabla 9 resume los resultados. El mapeo de composición muestra la presencia de átomos presentes en las fases descritas por XRD con una alta contribución del elemento carbono, lo que confirma la presencia de la fase carbonatada (Bi, Pb)2Sr3.5Cu2O8(CO3) descrita anteriormente.

De manera similar, la micrografía SEM a 2000× (área de 5 μm × 5 μm) correspondiente a la muestra del núcleo se muestra en la Figura 23(c). Algunas escamas desprendidas de la estructura más grande y también pequeñas estructuras con un tamaño de alrededor de 4 μm se extienden sobre la superficie de la muestra. Las escamas más grandes están asociadas con la fase Bi2Ca1.39Sr1.33Cu1.92O7.64 y las estructuras pequeñas con la fase Ca2PbO4, que está asociada con el mapeo EDS de 5 μm × 5 μm (ver Figura 23(d)). Esto también se confirma por el color de los granos que están altamente asociados con la composición elemental (plomo y calcio).

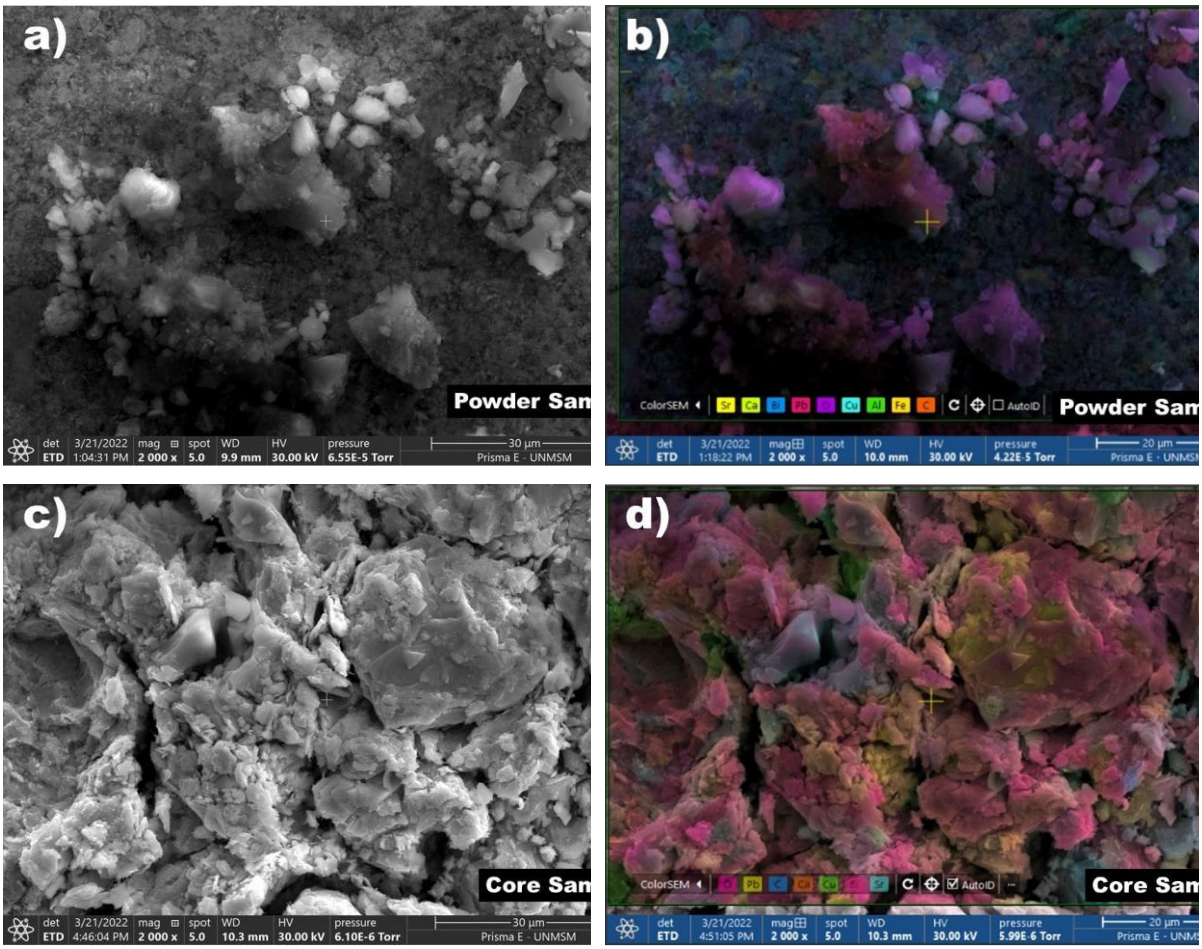

Figura 23. (a) y (c): micrografías SEM de ambas muestras de Powder y Core. (b) y (d): Análisis elemental por EDS para ambas muestras.

Los resultados obtenidos mediante técnicas de SEM y XRD no muestran la presencia de Ag, lo que indica que no se alcanzó la difusión de la matriz de plata en el núcleo.

Tabla 9. Composición elemental de la muestra *Powder* de $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\gamma}$ y *Core* fabricada mediante la técnica *Powder-In-Tube.*

Sample	Element	Atomic %	Atomic % Error	Weight %
Powder	O	52.2	0.3	26.3
	Cu	7.2	0	14.4
	Ca	6.2	0	7.9
	Bi	3.9	0.1	25.9
	Sr	3.1	0	8.5
	Al	1.8	0	1.5
	Pb	0.9	0.1	5.9
	Fe	0.2	0	0.3
	C	24.6	0.1	9.3
Core	O	45.4	0.5	15.6
	Pb	1.9	0	8.6
	C	21.3	0.2	5.5
	Ca	7.3	0.1	6.3
	Cu	8.8	0	12.1
	Bi	8.8	0.1	39.1
	Sr	6.5	0.1	12.3

La micrografía SEM [5] (que se muestra en figura 24.b) muestra la superficie de la muestra $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+y}$, tomada a un aumento de 5000×. La micrografía revela que la muestra presenta una porosidad notable, con cristales o granos de dimensiones que alcanzan hasta decenas de micrómetros. Esta porosidad y la estructura granular relacionada genera limitaciones del superconductor en presencia de un campo magnético externo, debido a que afectan la fracción del volumen superconductor y la conectividad entre granos mediante enlaces débiles.

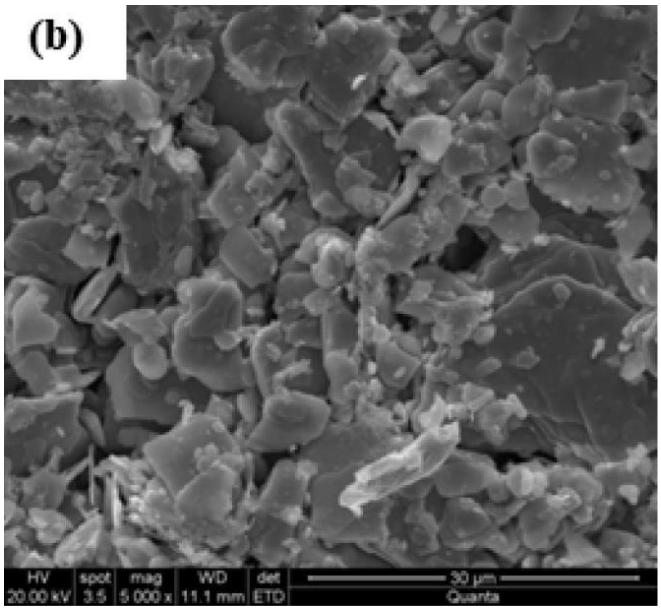

Figura 24. Imagen SEM de la superficie de la muestra en un a magnificación de 5000×. [5]

4.3. Caracterización Magnética

4.3.1. Susceptibilidad Magnética

Para las mediciones magnéticas, se estimó un peso molecular de la fase $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ de 1023.2766 g/mol, con una masa de muestra de 0.0274 g, mientras que para la fase $Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64}$ un peso molecular de 834.2845 g/mol, con una masa de muestra de 0.0159 g.

Se presentan los valores de susceptibilidad magnética de la muestra Powder con respecto a la temperatura, frente a los campos magnéticos externos de 50 y 1 k Oe. El campo fue aplicado después de enfriada la muestra (*Zero Field Cooling* - ZFC); posteriormente la temperatura se incrementó a 100 K (estado normal de la muestra) y finalmente reducida (*Field Cooling* - FC). Experimentalmente, la temperatura de irreversibilidad es encontrada como el valor de T en el cual las líneas de señal ZFC y FC se separan y su valor depende directamente del campo magnético aplicado.

La *Figura 25* (a) muestra la susceptibilidad magnética DC en función de la temperatura para la muestra Powder. Se presentan dos curvas: una para un campo aplicado de 50 Oersted (Oe) y otra para 1000 Oersted. El gráfico indica dos temperaturas críticas de transición superconductora, $T_{C(onset)}$ y $T_{C(irr)}$, para cada campo magnético. La temperatura crítica $T_{C(onset)}$ es más alta para 50 Oe comparada con 1 k Oe, sugiriendo una dependencia del campo magnético en la transición superconductora. El punto $T_{C(irr)}$ indica la temperatura donde la muestra se vuelve completamente superconductora, la cual también es más alta en el campo de 50 Oe. Esto podría interpretarse como una evidencia de la influencia del campo magnético externo en las propiedades superconductoras de la muestra. Por encima de la Tirr a 50 Oe se presencian fluctuaciones diamagnéticas remanentes.

La *Figura 25* (b) muestra la susceptibilidad magnética DC contra la temperatura para la muestra Core, medido en campos de 50 Oersted (Oe) y 1 kilo-Oersted (k Oe). Se pueden observar las temperaturas críticas $T_{C(onset)}$ y $T_{C(irr)}$, que indican el inicio de la transición superconductora y la temperatura a la cual la muestra se vuelve completamente superconductora, respectivamente. Para el campo de 50 Oe, $T_{C(onset)}$ es 105 K y $T_{C(irr)}$ es 75 K. Para 1 kOe, estas temperaturas son menores, con $T_{C(onset)}$ cerca de 72 K y $T_{C(irr)}$ alrededor de 43 K. Los recuadros ampliados muestran en detalle el comportamiento cerca de las transiciones. Se adjunta la *Tabla 10* con el resumen de los datos de la medición.

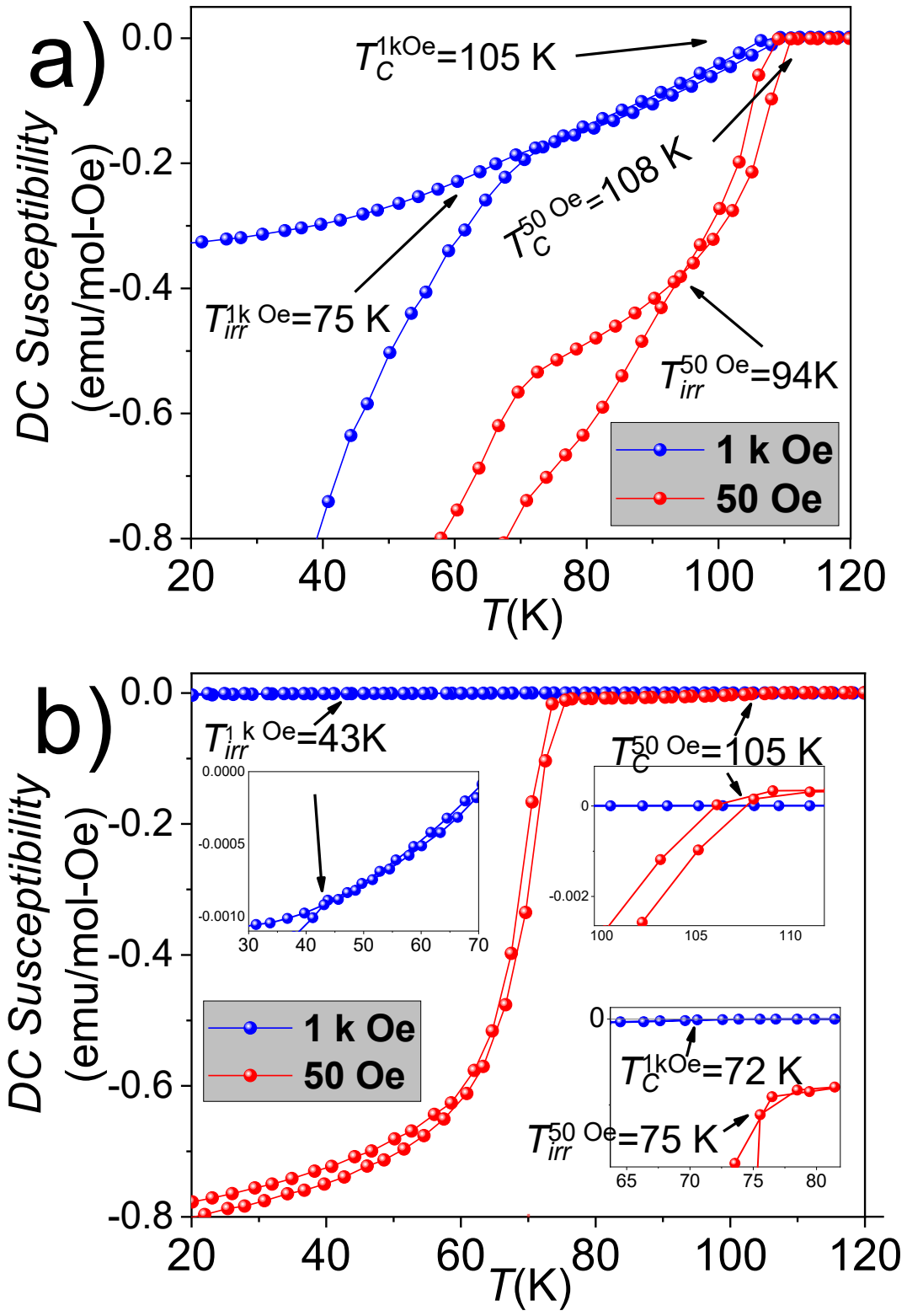

Figura 25. Curvas de Susceptibilidad DC dependiente de la temperatura para el polvo prístino (a) y del núcleo extraído fabricado mediante la técnica *Powder-In-Tube*.

Tabla 10. Resumen de las propiedades obtenidas de las mediciones de susceptibilidad magnéticas para las muestras Powder y Core bajo los dos campos aplicados de 50 Oe y 1 k Oe.

Sample:	Powder		Core	
Magnetic Field:	50 Oe	1 k Oe	50 Oe	1 k Oe
$T_{C(Onset)}$	108 K	105 K	105 K	72 K
$T_{C(irr)}$	94 K	75 K	75 K	43 K

Adicionalmente se realizó la medida del momento magnético vs temperatura en el rango de 100-400 K para la muestra Core bajo un campo magnético externo de 500 Oe. La *Figura 25* muestra dos gráficos relacionados con el comportamiento de la susceptibilidad magnética de la muestra de Core en el estado normal (no superconductor). En el gráfico superior, se muestra la susceptibilidad (χ) como función de la temperatura, y se mantiene constante con valores positivos en el intervalo estudiado, lo cual es típico del comportamiento del material cerámico en el estado normal. En el gráfico inferior, la inversa de la susceptibilidad ($1/\chi$) también se presenta en función de la temperatura, y se observa que es constante en el intervalo estudiado, lo cual sugiere que la muestra sigue la ley de Curie-Weiss [10], un comportamiento característico de los materiales paramagnéticos. Cuando se realizaron las mediciones del estado normal, ocurrió un salto en la señal de la susceptibilidad que se observa en la Figura 26 en forma de escalonada a 150 K. Al realizar los ajustes lineales a la curva $1/\chi$ vs T y extrapolándola se debería obtener 2 regiones con temperatura de Curie-Weiss experimental $\theta c1$ y $\theta c2$. Sin embargo, el fallo de la señal impide el cálculo de las temperaturas de Curie-Weiss correctamente, puesto que el estimado según los datos se obtiene $\theta c_1 = -4406$ K.

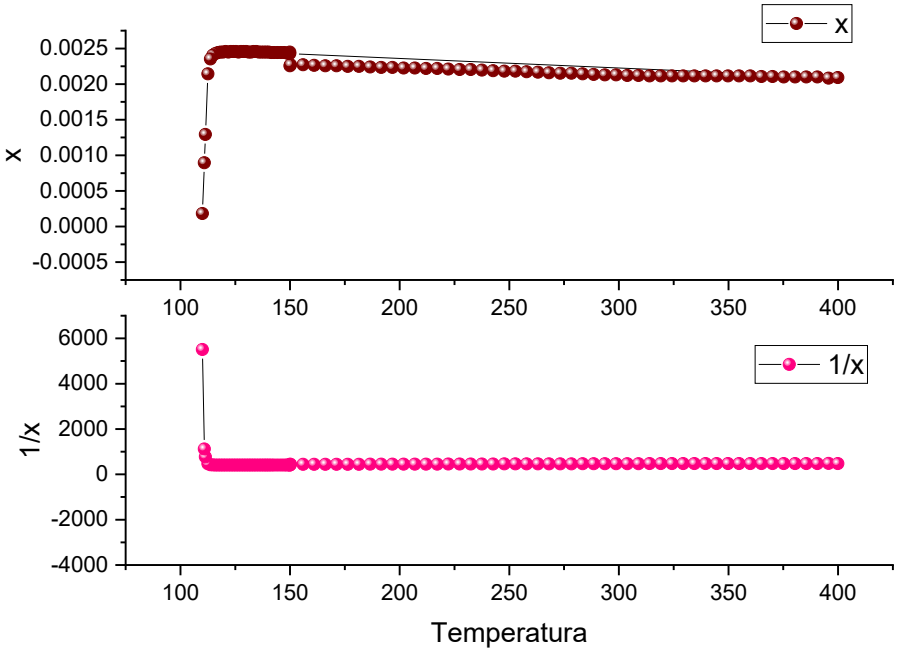

Figura 26. Arriba: Estado normal no superconductor bajo un campo externo de 500 Oe. Abajo: Cálculo punto a punto de la inversa de la susceptibilidad.

4.3.2. Medidas de Magnetización en función del campo aplicado.

La Figura 27 (a) muestra el ciclo de Histéresis M(H) medido respecto a la intensidad de campo magnético externo $B_{(T)}=\mu_0 H$ partiendo de cero hacia el campo máximo de -5.5 k Oe, siendo la muestra *Powder* medida a temperatura constante de 10, 20, 30, 50 y 60 K. La elección del menor valor de temperatura de medida garantiza que la fase secundaria detectada mediante DRX no contribuyan considerablemente en los valores de magnetización. Recordar que fases secundarias e impurezas se detectan analizando las curvas de magnetización a medida que la temperatura se acerca a Tc.

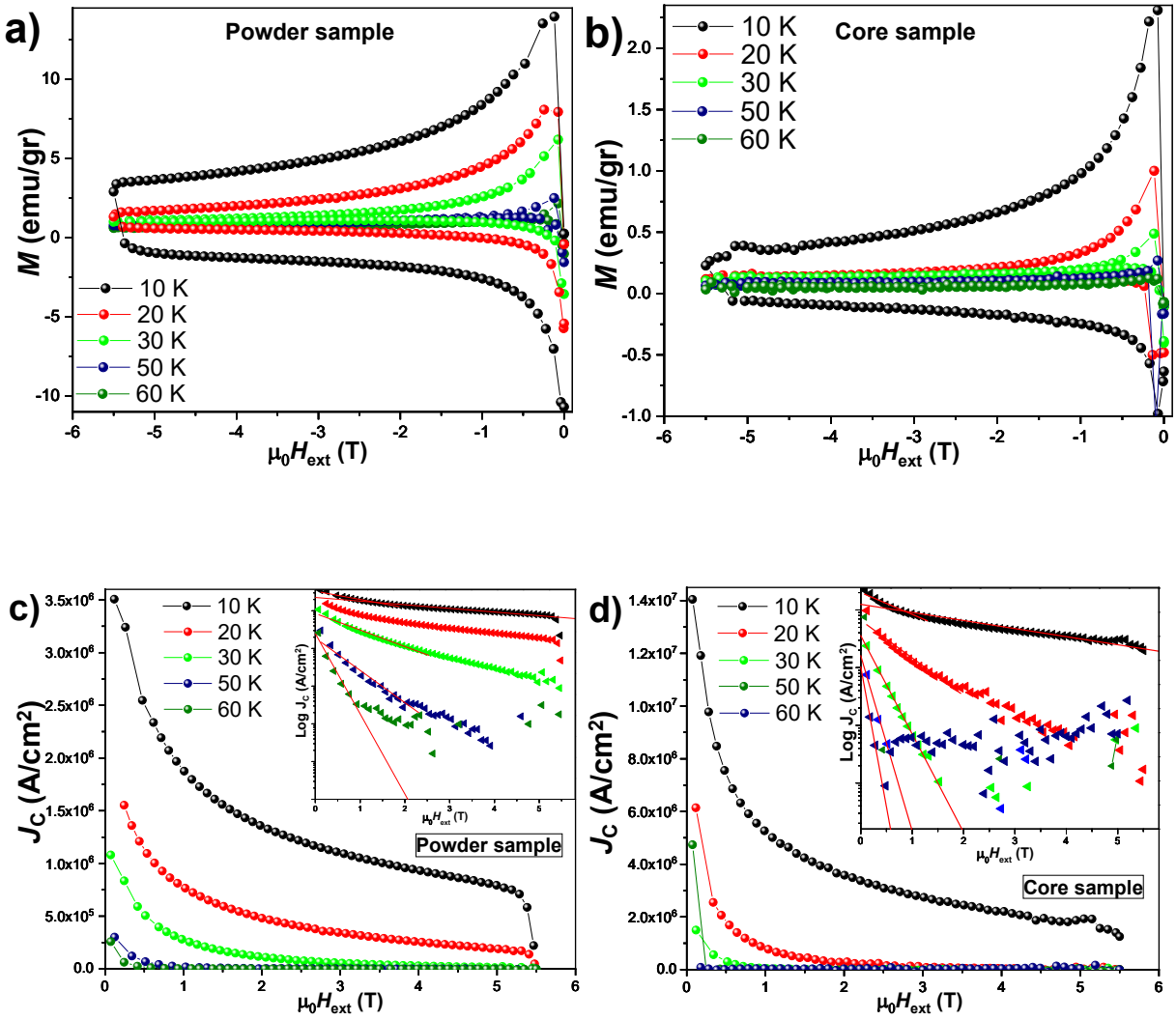

Figura 27.(a) y (b), Ciclos de histéresis medidos entre 10-60K para la muestra *Powder* y *Core*. (c) y (d), curvas de densidad de corriente Jc estimadas siguiendo el modelo de Bean..

La Figura 27 (b) muestra la histéresis magnética de la muestra *Core* a las temperaturas de 10, 20, 30, 50 y 60 K. El momento magnético DC se mide en emu y se traza en función del campo magnético aplicado en Oersted (Oe). A 10 K, la muestra exhibe un claro lazo de histéresis, característico de los superconductores tipo-II, con un campo crítico inferior H_{C1} marcado en 4.4 kOe y un campo de penetración H_P en -7.3 kOe, indicando la entrada y salida de flujo magnético. A 100 K, por encima de la temperatura crítica de superconductividad, no hay histéresis, lo que indica un comportamiento magnético normal.

Comparando las figuras Figura 27 (c) y Figura 27 (d), se observa claramente que el J_C es mayor en la muestra PIT. Esta mejora está relacionada con el ordenamiento de los granos mediado por el proceso de laminación y, por lo tanto, confirma el éxito del proceso mecánico empleado para la fabricación de la cinta BPSCCCO-2223. Sin embargo, a medida que aumenta la temperatura T, se observa una rápida caída de los valores de J_C para la muestra de cinta con núcleo, en comparación con el polvo prístino. Para estudiar la influencia de este comportamiento en el potencial industrial de la cinta fabricada, se estiman los límites del campo experimental de la región del vidrio vórtice y se discuten a continuación. La razón de la diferencia entre valores de Jc indicados en la *Tabla 11* se debe a las diferentes condiciones de medida en temperatura y campo aplicado.

Tabla 11. Densidad de corriente Jc para la familia 2223 y valores reportados en la literatura.

Main phase	**Details**	J_C **[A/cm²]**	**Reference**
$(Bi_{0.8}Pb_{0.2})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+x}$	Solid state reaction. 77 K, B = 0 T, PIT method. Monofilament. T_c = 105 K	10	[11]
BiPbSrCaCuO-2223	77.3 K, B = 0 T. PIT method. Multi filamentary (61 wires)	$3x10^4$	[12]
BPSCCO-2223	Solid state reaction.77 K, B = 0 T. PIT method. Multi filamentary (19 wires)	$12\ x10^3$	[13]
MgB_2	4.2 K, PIT, H_{c2}=18 T, internal Mg diffusion	10^6	[14]
REBCO	4.2 K, H_{c2}>100 T, Coated conductor	10^7	
1111-IBS	4.2 K, PIT, H_{c2}>100 T	10^6	
BPSCCO-2223	PIT method, monofilament. 60 K, B = 1 T	$3.8\ x\ 10^4$	This work
	PIT method, monofilament. 10 K, B = 1 T	$1.8\ x\ 10^6$	
	PIT method, monofilament. 20 K, B = 1 T	$7.5\ x\ 10^5$	

4.3.3. Densidad de Corriente

La Figura 28 muestra el diagrama B-T para las muestras, centrándose en el estado de *glass-vortex*. Como es bien sabido, la línea de irreversibilidad es el límite superior de esta región, mientras que la curva $H_{C1}(T)$ es el límite inferior del estado de vidrio vórtice. Tanto los valores de $H_{C1}(T)$ como de $H_{irr}(T)$ se estimaron a partir de los bucles de histéresis y de los

puntos en los que comienza y desaparece la magnetización de irreversibilidad (M_{irr}), respectivamente, es decir, los valores de H_{irr} se obtuvieron al extrapolaron los datos de la Figura 27 (a) y (b) en la curva de magnetización descendiente hasta alcanzar una magnetización igual a 0, mostrando campos elevados para una temperatura de 10 K. Los gráficos insertados en las Figura 27 (c) y (d) anteriores muestran el ajuste lineal de los gráficos Log(J_C) vs B, a partir de los cuales se estima $M_{irr}(T) = 0$. Las líneas de irreversibilidad que se muestran en la Figura 28 revelan claramente la diferencia entre el límite de aplicabilidad para ambas muestras. Sin embargo, a pesar de los valores más altos de H_{irr} de la muestra de polvo, la cinta fabricada es más eficiente para transportar valores altos de J_C (alrededor de 1 orden de magnitud mayor, como se indica en la Figura 27 (d)).

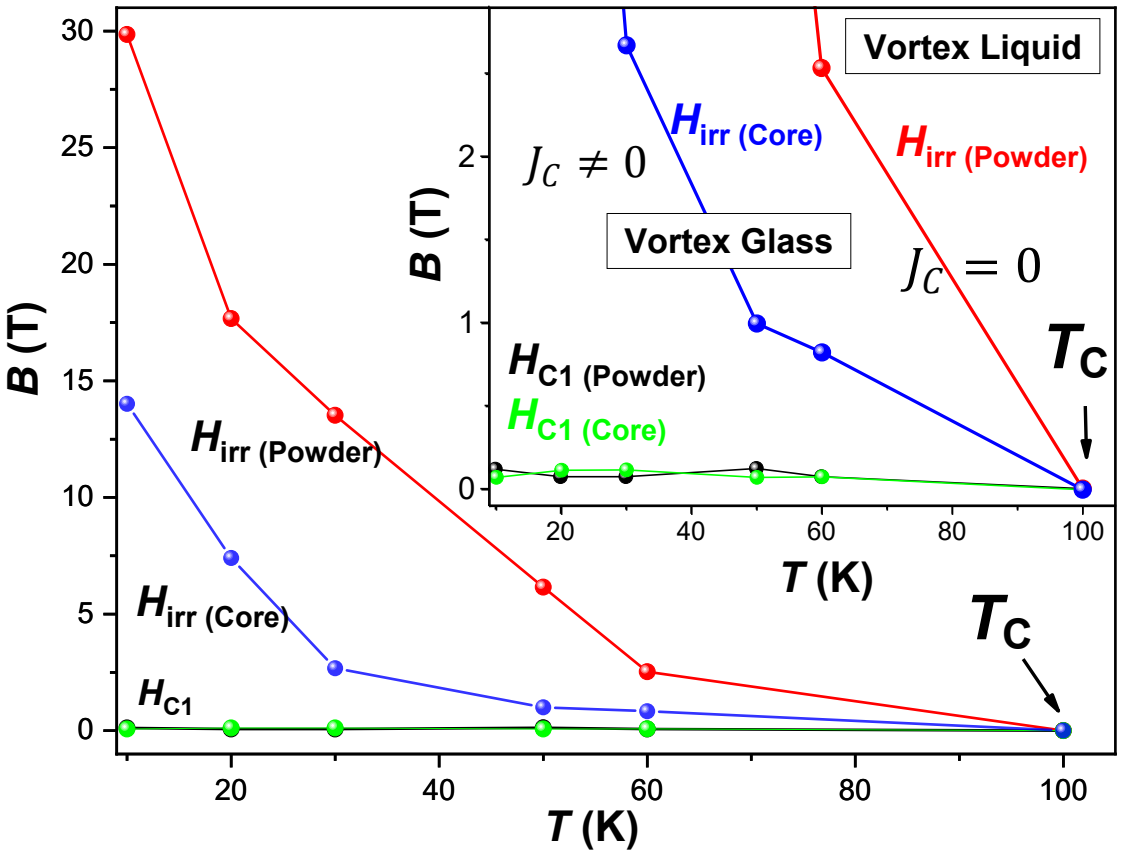

Figura 28. Diagrama H-T de comparación entre ambas muestras. Centradas en la región de aplicabilidad. Las temperaturas mostradas son 10 K, 20 K, 30 K, 50 K, 60 K y 100 K.

Con el objetivo de estudiar la influencia de las impurezas en la materia del vórtice y complementar la caracterización magnética, se realizaron mediciones de relajación magnética.

La *Figura 29* muestra la dependencia temporal normalizada de la magnetización $M/M_0(t)$ para las muestras de polvo y núcleo, medidas en condiciones experimentales lejanas al estado normal (T = 5 K) y cercanas a la transición superconductora crítica T_C (T = 100 K). Como es bien sabido, la relajación magnética está relacionada con el movimiento del vórtice fuera de sus sitios de fijación, lo que provoca una disipación de la corriente superconductora [15]. Para la muestra de polvo prístina (ver *Figura 29* (a)), se observa un proceso de relajación típico para HTSC para ambas isotermas. Sin embargo, se observan pequeños picos alrededor de 60 y 230 s, que podrían estar relacionados con la fase de carbonato encontrada previamente por XRD. De manera similar, la *Figura 29* (b) muestra la relajación magnética para la muestra de cinta de núcleo, en la que se observan dos mesetas para la curva de 100 K. Dado que la relajación magnética está relacionada con la materia del vórtice, es claro que los procesos térmicos y mecánicos empleados aquí afectan el mecanismo de fijación de la cinta superconductora fabricada.

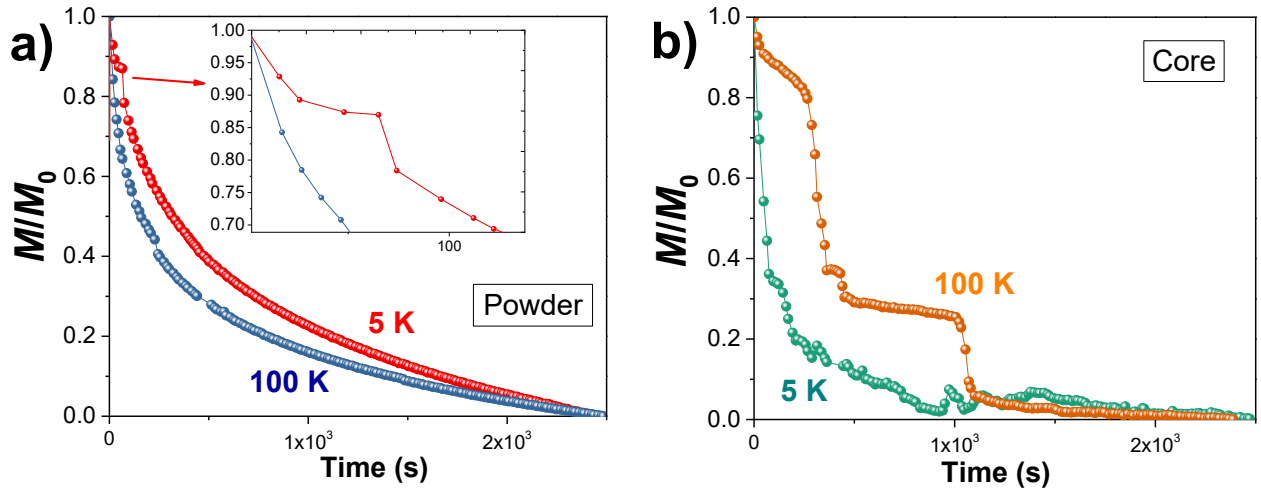

Figura 29. Relajación magnética medida a 5 y 100 K para la muestra *Powder* (a) y *Core* (b).

CONCLUSIONES

Se fabricó una cinta superconductora BPSCCO-2223 mediante la técnica de polvo en tubo. El análisis de difracción de rayos X confirmó que el polvo prístino contiene tanto BPSCCO-2223 como fases $(BiPb)_2Sr_{3.5}Cu_2O_8(CO_3)$.

La matriz sometida al tratamiento térmico de 865 °C permitió la formación del superconductor $Bi_2Ca_{1.39}Sr_{1.33}Cu_{1.92}O_{7.64}$, junto con las fases secundarias $Ca_{2.675}Cu_3Pb_{0.535}Sr_{2.675}Bi_{1.6}O_x$ y la fase plumbato Ca_2PbO_4. El tratamiento térmico redujo la masa del núcleo sin evidenciar difusión de plata.

También se generaron estructuras irregulares en el interior de la cinta, afectando la conectividad entre granos. Los granos presentaron un mayor tamaño en la superficie en comparación con la muestra prístina. Estas modificaciones morfológicas se asociaron a una ligera disminución de la temperatura crítica, de 108 K a 105 K, y a la reducción de la temperatura de irreversibilidad, de 75 K a 43 K, para un campo aplicado H_{ext} de 50 Oe y 1000 Oe, respectivamente.

Se estimó una $J_C = 1.4\times10^7$ A/cm^2 a 10 K y 0.1 T, lo que representa un incremento de un factor de 4 respecto al valor observado en la muestra prístina, atribuíble a la secuencia de procesos térmicos y mecánicos empleados.

Además, la región de aplicabilidad potencial de la cinta (por debajo de la línea de irreversibilidad) se reduce en comparación con el polvo superconductor inicial.

RECOMENDACIONES

Realizar mediciones magnéticas a T=77 K y campo nulo con nitrógeno líquido para poder comparar con otros autores.

Implementar técnicas de texturización adicionales para mejorar la orientación de los cristales y optimizar la densidad de corriente en las cintas superconductoras.

Evaluar el impacto de variaciones en la composición del núcleo cerámico (*Core*) sobre las propiedades superconductoras para determinar la estequiometría más óptima.

Extender el análisis de las propiedades magnéticas bajo condiciones extremas de campo y temperatura, para explorar la evolución de las propiedades y su tasa de cambio.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] T. D. Dzhafarov, "High-temperature thermal expansion of BiPbSrCaCuO superconductors," *Physica C,* pp. 329-334. https://doi.org/10.1016/0921-4534(96)00357-7, 1996.

[2] Sato, Research, Fabrication and Applications of Bi-2223 HTS Wire, V-1. World Scientific., ISBN 9789814749251., 2016.

[3] Sánchez, "Caracterización y estudio de la textura en capas superconductoras de YBaCuO sobre sustradoMgO," *Tesis de Maestría,* 2020.

[4] M. S. Yeshurun, "Magnetic relajationin high-temperature superconductors," *Reviews of Modern Physics,* p. 911, 68, 1996.

[5] L. D. Moraitis, "AC Magnetic Susceptibility: Mathematical Modeling and Experimental Realization on Poly-Crystalline and Single-Crystalline High-Tc Supeconductors YBa2Cu3O7-$\boldsymbol{\gamma}$ and Bi2-xPbxS2Ca2Cu3O10+$\boldsymbol{\gamma}$," *Journal Materials,* pp. 17, 1744, 2024.

[6] Nayera, "Optimizing the Preparation Conditions of Bi-2223 Superconducting Phase Using PbO and PbO2," *Materials Sciences and Applications,* pp. 224-233. 10.4236/msa.2012.34033, 2012.

[7] Wong, "Primary phase field of tyhe Pb-Doped 2223 High Tc superconductor in the (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O system," *Journal of Research os the National Institute of Standards and Technology,* pp. 104, 277. https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/jres/104/3/j43won.pdf , 1999.

[8] Bahadur, "Effect of optimum thermal treatment on BiSrCaCu2Oy," *J Mater Sci, 25,* p. 4852–4855. https://doi.org/10.1007/BF01129952, 1990.

[9] Botega, "Synthesis of (Bi,Pb)-2223 superconductor poder by Pechini Method," *Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada,* pp. 42-53, 2018.

[10] McElfresh, Fundamentals of Magnetism and magnetic measurements, Quantum Desing Inc, Purdue University, 1994.

[11] López, "Fabricación y caracterización de cintas superconductoras de alta temperatura crítica," *Momento, 33,* pp. 25-33. https://revistas.unal.edu.co/index.php/momento/article/view/40563 , 2006.

[12] K. Hayashi, "Development of Ag-sheathed Bi-2223 superconducting wires and their applications. Applied Superconductivity," *IEEE Transactions on. 11. ,* pp. 3281 - 3284. DOI: 10.1109/77.919763. , 2001.

[13] S. Fischer, "C. Rodig, P. Verges (1995) 10.1109/77.402790," p. 10.1109/77.402790, 1995.

[14] C. Yao, "al.iScience, Volume 24, Issue 6, 102541," p. https://doi.org/10.1016/j.isci.2021.102541, 2021.

[15] Smolyak, "Magnetic Relaxation - Methods for Stabilization of Magnetization and Levitation Force," *InTech,* p. https://doi.org/10.5772/16372 , 2011.

[16] Yactayo, "Síntesis y caracterización de magnetita nanoestructurada," Tesis de Licenciatura, Lima-Perú, 2018.

[17] creativecommons, "https://creativecommons.org/licenses/by-sa/3.0/," 21 Agosto 2005. [Online].

[18] I. d. d. p. IDP, "https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Magnetizaci%C3%B3n_seg%C3%BAn_el_tipo_de_superconductor.png," 22 Mayo 2008. [Online].

[19] SigmaAldrich, "https://www.sigmaaldrich.com/PE/es/search/116739-98-1?focus=products&page=1&perpage=30&sort=relevance&term=116739-98-1&type=cas_number," 01 01 2023. [Online].

[20] Maeda, "A New High-Tc Oxide Superconductor without a Rare Earth Element," *J. Appl. Phys.27,* p. L209. https://doi.org/10.1143/JJAP.27.L209, L209 1998.

[21] Liu, "Effects of plastic deformation on microstructure and critical current density of Ag-Sheathed BiPbSrCaCuO superconducting tapes," *Advances in Engineering Plasticity and its applications.,* pp. 991-996, 1993.

[22] e. a. Cheng, "Supercond. Sci. Technol.," *3,* pp. 622-626, 1990.

[23] e. a. Hsue, "A comparation of the properties of Bi-2223 precursor powders synthesized by various methods," *Materials Research Bulletin 36,* pp. 1653-1658. https://doi.org/10.1016/S0025-5408(01)00647-X, 2001.

[24] e. a. Paranthaman, "T. High-Performance YBCO-Coated Superconductor Wires," *MRS Bulletin 29,* pp. 533-541. https://doi.org/10.1557/mrs2004.159, 2004.

[25] Gokhfeld, "Anisotropy and Crystallite Misalignment in Textured Superconductors," *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 36,* pp. 59-65. https://doi.org/10.1007/s10948-022-06454-8, 2023.

[26] Zhuand, "Preparation of superconducting Bi-Sr-Ca-Su-O ceramics by the sol-gel method," *Journal of Materials Science, 25,* pp. 4762-4766, 1990.

[27] Song, "Effect of silver on superconductivity in th BiPbSrCaCu0-2223 system," *Journal of Materials Science , Materials in electronics 1,* pp. 30-33, 1990.

[28] e. a. Bahadur, "Effect of optimum termal treatment on BiSrCaCu2Ox," *Journal of Materials Science, 25,* pp. 4852-4855, 1990.

[29] Grasso, "Optimization of the preparation parameters of monofilamentary Bi(2223) tapes and the effect of the rolling pressure on Jc," *Superconductor Science and Technology, 8,* pp. 827 - 832. https://doi.org/10.1088/0953-2048%2F8%2F11%2F008, 1995.

[30] Cimberle, "Magnetic characterization of multifilamentary BSCCO(2223)-Ag tapes," *Nuovo Cimento, 19,* pp. 1259-1265. https://doi.org/10.1007/BF03185418 , 1997.

[31] Fabiani, " Investigation of magnetic properties of 2223-BSCCO Steel- Reinforced Tapes," *IEEE Transactions on applied superconductivity, 14,* pp. 1948-1954. DOI: 10.1109/TASC.2004.830605, 2004.

[32] Vadakkaathillam, "Evolution of superconducting properties of coexistent Bi-2212 and Bi-2223 phases in BPSCCO," *Indian Journal of Pure & Applied Physics, 59,* pp. 391-397, 2001.

[33] Tomizuka, "Self-diffusion in Silver," *Physical Review, 103,* pp. 1182-1184. https://doi.org/10.1103/PhysRev.103.1182, 1956.

[34] Valladares, "Preparación y Caracterización del Sistema LaCaBaCu3-x(PO4)xO7-δ con 0.0<x<0.6," *Tesis de maestría,* 2010.

[35] Eley, "Challenges and transformative opportunities in superconductor vortex physics," *J. Appl. Phys., 7,* p. 130. https://doi.org/10.1063/5.0055611, 2021.

[36] Bean, "Magnetization of High-Field superconductors," *Rev. Mod. Phys., 36,* p. 31. https://doi.org/10.1103/RevModPhys.36.31, 1964.

[37] Krabbes, "High Temperature Bulk Materials," *WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. ISBN: 3-527-40383-3.,* 2006.

[38] Lin, "Visualizing the Atomic Configuration of Carbonate Groups in a (Cu,C)Ba2Ca3Cu4O11+δ Superconductor," *Adv. Mater., 35,* p. https://doi.org/10.1002/adma.202301021, 2023.

[39] Tange, " Peak effect of critical current densities of Bi2Sr2CaCu2O8+δ superconducting whiskers at high temperatures in a low-field regime," *Phys. Rev. B, 74,* p. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.74.064514, 2006.

[40] Hayashi, "Development of Ag-sheathed Bi-2223 superconducting wires and their applications. Applied Superconductivity," *IEEE Transactions, 11,* p. DOI: 10.1109/77.919763., 2001.

ANEXOS

ASESOR INTERNO (duplicar si lo necesita)			
Nombres	Apellidos	Categoría	Clase
Jesus Walter	Flores Santibañez	ASOCIADO	D.E.

DNI	Título Profesional - Especialidad	Máximo Grado Académico
06524826	LICENCIADO EN CIENCIAS FÍSICAS	MAGISTER
Cód. Docente	**Grupo de Investigación**	**Laboratorio**
026557	SUPERCONDUCTIVIDAD	CERAMICO Y NANOMATERIALES

Departamento Académico	Otro estudio en el cual participa
FISICA DE ESTADO SÓLIDO	

Teléf. de Casa	Celular	E-mail
	968450694	jfloress@unmsm.edu.pe

Actividad específica en el estudio:	ASESORIA DE TESIS

Fecha	Firma
10-07-2024	

Anexo 1

```
#------------------------------------------------------------------------------
#$Date: 2016-01-01 11:24:07 +0100 (vie 01 de ene de 2016) $
#$Revision: 171899 $
#$URL: svn://www.crystallography.net/cod/cif/1/54/07/1540770.cif $
#------------------------------------------------------------------------------
#
# This file is available in the Crystallography Open Database (COD),
# http://www.crystallography.net/
#
# All data on this site have been placed in the public domain by the
# contributors.
#
data_1540770
loop_
_publ_author_name
'Zhu, X.'
'Feng, S.'
'Zhang, J.'
'Lu, G.'
'Gan, Z.'
'Wu, K.'
'Chen, K.'
_publ_section_title
;
 Structure modification of BiSrCaCuO superconductors due to
 Pb-substitution
;
_journal_name_full              'Modern Physics Letters B'
_journal_page_first             707
_journal_page_last              717
_journal_volume                 3
_journal_year                   1989
_chemical_formula_sum           'Bi1.6 Ca2 Cu3 O10 Pb0.4 Sr2'
```

_chemical_name_systematic '(Bi.8 Pb.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O10'
_space_group_IT_number 139
_symmetry_space_group_name_Hall '-I 4 2'
_symmetry_space_group_name_H-M 'I 4/m m m'
_cell_angle_alpha 90
_cell_angle_beta 90
_cell_angle_gamma 90
_cell_formula_units_Z 2
_cell_length_a 3.823
_cell_length_b 3.823
_cell_length_c 37.074
_cell_volume 541.849
_citation_journal_id_ASTM MPLBET
_cod_data_source_file Zhu_MPLBET_1989_1343.cif
_cod_data_source_block Bi1.6Ca2Cu3O10Pb0.4Sr2
_cod_original_cell_volume 541.8487
_cod_database_code 1540770
loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
x,y,z
-y,x,z
-x,-y,z
y,-x,z
x,-y,-z
y,x,-z
-x,y,-z
-y,-x,-z
-x,-y,-z
y,-x,-z
x,y,-z
-y,x,-z
-x,y,z
-y,-x,z
x,-y,z

y,x,z
x+1/2,y+1/2,z+1/2
-y+1/2,x+1/2,z+1/2
-x+1/2,-y+1/2,z+1/2
y+1/2,-x+1/2,z+1/2
x+1/2,-y+1/2,-z+1/2
y+1/2,x+1/2,-z+1/2
-x+1/2,y+1/2,-z+1/2
-y+1/2,-x+1/2,-z+1/2
-x+1/2,-y+1/2,-z+1/2
y+1/2,-x+1/2,-z+1/2
x+1/2,y+1/2,-z+1/2
-y+1/2,x+1/2,-z+1/2
-x+1/2,y+1/2,z+1/2
-y+1/2,-x+1/2,z+1/2
x+1/2,-y+1/2,z+1/2
y+1/2,x+1/2,z+1/2
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_occupancy
_atom_site_U_iso_or_equiv
O4 O-2 0 0 0.289 1 0.0
O2 O-2 0 0.5 0.0964 1 0.0
Bi1 Bi+3 0 0 0.2109 0.8 0.0
Cu2 Cu+2 0 0 0.0976 1 0.0
Sr1 Sr+2 0 0 0.3557 1 0.0
O1 O-2 0 0.5 0 1 0.0
Cu1 Cu+2 0 0 0 1 0.0
Ca1 Ca+2 0 0 0.4556 1 0.0
O3 O-2 0 0 0.1454 1 0.0

Pb1 Pb+2 0 0 0.2109 0.2 0.0

Glosario

Å	Ángstrom.
A	Amperios.
Bulk	Material a granel.
CBS	Backscattered Electron Detector.
Core	Muestra extraída del interior de la cinta supercondutora fabricada
ETD	Everhart-Thornley Detector.
FC	Field Colling.
FWHM	Full Width at Half Maximum.
H_{irr}	Campo de irreversibilidad.
HTSC	High temperature superconductor.
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido.
MPMS	Magnetic Property Measurement System.
Plateau	Región de una curva sin cambio significativo.
PIT	Powder In Tube -Polvo en tubo.
Prístino	Polvo original sin tratamiento térmico.
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido.
SQUID	superconducting quantum interference devices.
T_c	Temperatura crítica.
V	Voltios.
XRD	Difracción de Rayos X.
ZFC	Zero Field Cooling.