

Treball final de grau

Estudi: Grau en Enginyeria Química

Títol: Preparació d'un superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a partir d'una solució de nitrats.

Document: Resum

Alumne: Carolina Zambrano Sabando.

Tutor: Pere Roura Grabulosa / Jaume Camps Soler

Departament: Física / Enginyeria Química, Agrària i Tecnologia Agroalimentària

Àrea: Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica / Enginyeria Química

Convocatòria (mes/any): Setembre / 2020

ÍNDIX

1.	INTRODUCCIÓ	2
2.	OBTENCIÓ DEL PRECIPITAT I TRACTAMENTS TÈRMICS	3
3.	CONCLUSIONS.....	5

1. INTRODUCCIÓ

Els materials superconductors presenten unes propietats que els fan atractius des d'un punt de vista tecnològic ja que permeten el pas total del corrent elèctric sense cap pèrdua d'energia. Tot i això, aquests materials presenten dos factors que limiten la seva utilitat: han de ser refredats i a més, són ineficients quan treballen amb corrent alterna ja que passen d'un comportament superconductor a conductor. Tenint en compte les limitacions i característiques es diferenciarien dues grans aplicacions: la transmissió d'energia i els camps magnètics.

Altres camps com l'electrònica (fabricació de xips i circuits elèctrics molt petits en no despendre's calor per l'efecte Joule) les centrals nuclears (electroimants en els reactors de fusió nuclear) i d'altres es beneficien d'aquest gran descobriment: la superconductivitat.

Degut a les seves propietats, l'aplicació més directa és la creació de cables superconductors d'alta temperatura o, més abreviadament, els HTS (High-temperature Superconductor).

Actualment l'obtenció dels superconductors té un gran interès per això el present projecte s'ha basat en l'obtenció de pólvores d'un superconductor YBa₂Cu₃O₇ a baixes temperatures a partir d'una solució de nitrats.

Durant el procés d'obtenció de les pólvores s'han realitzat varis tipus d'anàlisis dels productes inicials i finals, aquests anàlisis han estat:

- La difracció de raigs X (XRD)
- L'espectroscòpia d'infraroig (IR)
- La termogravimetria (TG).

S'han realitzat diferents proves amb diferents percentatges d'oxigen en l'atmosfera per tal que la reacció dels òxids estigues complerta i així obtenir la major quantitat possible del SC sense l'aparició d'altres fases, també vàrem fer tractaments tèrmics allargant i escurçant el temps d'escalfament.

Alternativament, també vàrem provar a obtenir el precipitat amb una tècnica anomenada Spray-drying. Aquesta tècnica va consistir en la polvorització de la dissolució en un corrent d'aire calent on el solut va sedimentar en una ampolla mitjançant un cicló.

2. OBTENCIÓ DEL PRECIPITAT I TRACTAMENTS TÈRMICS

L'elaboració de la solució ha sigut el punt de partida per poder obtenir les pólvores del superconductor YBa₂Cu₃O₇.

La reacció estequiomètrica per a cada òxid per obtenir 1 mmol de YBa₂Cu₃O₇ va ser de 2 mmols de carbonat de bari (BaCO₃), 1/2 mmol d'òxid d'itri (Y₂O₃) i 3 mmols d'òxid de coure (CuO). A partir d'aquesta relació i la massa molar de cada aliatge, s'ha calculat la quantitat en massa de cada òxid. Per aconseguir aquesta solució de nitrats s'ha fet servir l'àcid nítric (HNO₃) el qual va reaccionar amb els òxids i carbonats formant-ne els seus nitrats.

A continuació s'ha realitzat un escalfament per poder eliminar l'aigua de la solució permet-nos així obtenir un precipitat d'una barreja de nitrats, es a dir, les pólvores amb les quals s'ha treballat per aconseguir el superconductor.

Aquest moment ha sigut el més delicat de tota la preparació, ja que el nostre fi era obtenir un precipitat homogeni, que tots els nitrats es barreassin de la millor manera possible, que la mida de gra fos petita i que el bari no precipites primer.

Per l'obtenció del precipitat dels tres nitrats s'han realitzat tres mètodes diferents per obtenir les millors pólvores possibles i així optimitzar el millor mètode de sinterització del superconductor, determinant-ne els paràmetres crítics com són la temperatura del tractament tèrmic d'alta temperatura, el temps durant el qual s'ha mantingut la isoterma, l'atmosfera en la qual s'ha realitzat el tractament i el tipus de preparació de la dissolució: primer en volum, segon gota a gota i tercer atomització.

Per tal d'obtenir l'YBa₂Cu₃O₇ finalment s'han realitzat uns tractaments tèrmics a alta temperatura. S'han realitzat assajos semblants pels tres tipus de precipitats, això ha permès fer una comparació dels resultats intermedis i finals de les anàlisis.

Les temperatures dels tractaments tèrmics d'alta temperatura per obtenir el SC han estat entre 500 i 950 °C.

Amb les pólvores obtingudes dels diferents tractaments d'alta temperatura, variant el precipitat, se'ls ha realitzat un seguit d'anàlisis (sobretot XRD) per tal de caracteritzar quin és el seu estat. Amb això s'ha aconseguit definir quina és la millor opció per arribar al producte desitjat i quines reaccions es van obtenint abans d'arribar-hi. S'ha intentat aconseguir una caracterització de l'estat del material des dels òxids inicials fins al compost superconductor final.

Utilitzant el precipitat 1 i fent el tractament tèrmic d'alta temperatura a 500 °C al TG (aire sintètic) s'ha obtingut més quantitat de BaCO₃ que amb els experiments anteriors amb 1% i 5% d'oxigen, el carbonat de bari s'ha format quan hem escalfat la mostra en una placa calefactora abans d'entrar al TG, degut a que l'assecatge a temperatura superior (200°C) a l'ambient accelera la reacció amb el CO₂ atmosfèric.

De tots els tractaments realitzats, amb el tractament tèrmic d'alta temperatura a 800 °C es va aconseguir la màxima quantitat de la fase superconductora (un 40%), per això es va decidir tornar a fer aquest tractament en una atmosfera d'aire controlada amb 1% d'oxigen per observar si aconseguíem augmentar aquesta quantitat, efectivament es va aconseguir, vàrem obtenir aproximadament un 62 % de la fase superconductora.

Tot seguit s'ha realitzat un tractament tèrmic de 800°C amb el precipitat 2 en el forn de mufla amb aire atmosfèric on s'ha obtingut aproximadament un 63% de la fase superconductora però també vàrem obtenir una quantitat de carbonat de bari molt elevada (aproximadament un 14%), això es degut a que la reacció de carbonatació del nitrat és més ràpida a temperatura elevada.

A continuació vàrem decidir tornar a fer un tractament tèrmic d'alta temperatura a 800°C però amb isoterma 1 hora, vàrem aconseguir obtenir quasi la mateixa quantitat de superconductor que amb el tractament sense isoterma però es va obtenir poca quantitat de carbonat de bari (2,2%), degut a que vàrem fer servir la mateixa mostra ja tractada a 500°C, aquest carbonat de bari s'havia format abans del tractament tèrmic, els dies que havia estat emmagatzemat el precipitat 2.

Per poder comparar el precipitat 2 i 3 s'ha realitzat un tractament tèrmic de 800°C isoterma 1 hora amb el precipitat 3, on s'ha incrementat la quantitat de carbonat de bari degut als 9 mesos que havia estat emmagatzemat el precipitat 3 i se'ns ha reduït la quantitat de fase superconductora. Per tal d'obtenir més quantitat de SC s'ha fet un tractament tèrmic de 900°C isoterma 1 hora on s'ha obtingut aproximadament un 65% de fase superconductora però ens va aparèixer una fase secundària (Y₂BaCuO₅) que ens va impedir obtenir el 100% de superconductor.

Finalment vàrem fer una comparació dels nostres resultats amb els resultats del projecte: Síntesi de pólvores del superconductor GdBa₂Cu₃O₇ a partir de dissolucions precursors de nitrats, realitzat per en Guillem Pujol Bartrina, on s'ha observat que amb el mateix tractament tèrmic de 900°C isoterma 1 hora amb les pólvores spray dried: PEG 0,3/1 si s'ha obtingut quasi el 100% de SC sense l'aparició de fases secundàries.

3. CONCLUSIONS

A partir de tots els resultats obtinguts en el present projecte no ha estat possible aconseguir el 100% de superconductor, ja que en quasi tots els resultats part del nitrat de bari s'ha descompost formant el seu òxid que reacciona amb el CO₂ i s'ha format BaCO₃. S'ha pogut formar quan hem escalfat la mostra en una placa calefactora abans d'entrar al TG (200 °C), degut a que l'assecatge a temperatura superior a l'ambient accelera la reacció amb el CO₂ atmosfèric que ja es produeix més lentament a temperatura ambient.

Respecte la temperatura del tractament tèrmic s'ha vist que el millor rang per l'obtenció de la fase superconductora esta entre 800 i 900 °C però a una temperatura de 500 °C ja es pot apreciar la aparició d'una petita quantitat d'aquesta fase, tot i que no és fins a 800 °C quan aquesta és abundant.

Fent una comparació amb el projecte: Síntesi de pólvores del superconductor GdBa₂Cu₃O₇ a partir de dissolucions precursors de nitrats, realitzat per en Guillem Pujol Bartrina s'ha pogut veure que l'obtenció del superconductor es millor quan la solució de partida també porta PEG ja que facilita una dissolució inicial homogènia independentment del mètode d'obtenció del precipitat de nitrats i dona quasi un 100% de superconductor sense fases secundaries.

L'autora del present projecte.

Carolina Zambrano Sabando.

Girona, 2 de setembre del 2020.