

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA**  
**UNIDAD DE INVESTIGACION**



**INFORME FINAL DE PROYECTO DE INVESTIGACIÓN**

**CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DEL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$**   
**OBTENIDO POR EL MÉTODO DE REACCIÓN DE ESTADO**  
**SÓLIDO**

**AUTOR:**

**Lic. CÉSAR CABRERA ARISTA**

**PROFESAR COLABORADOR:**

**LIC. RICHARD BELLIDO QUÍSPE**

**PERIODO DE EJECUCIÓN:**

**Del 01-09-2017 al 31-08-2018**

**Resolución de aprobación N° 892-2017-R**

**CALLAO, PERÚ 2018**

A handwritten signature in black ink, consisting of several stylized, overlapping strokes.



<b>I    <b>ÍNDICE</b></b>		<b>Página</b>
I	ÍNDICE	1
1.1	Índices de Tablas	3
1.2	Índices de Figuras	4
1.3	Índices de Gráficas	5
II	RESUMEN	6
	Abstrac	7
III	INTRODUCCIÓN	8
	3.1   Exposición del problema de investigación.	8
	3.1.1   Objetivo general	9
	3.1.2   Objetivos específicos	10
	3.2   Importancia y justificación de la investigación	10
IV	MARCO TEÓRICO	12
	4.1   La difracción de rayos X	12
	4.2   Superconductores de óxido de Cobre	14
	4.2.1   Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	14
	4.3   Refinamiento Rietveld	17
	4.3.1   Planteamiento del método de Rietveld.	19
	4.3.2   Intensidad de los picos de difracción de rayos X.	20
	4.3.3   El factor de estructura.	21
	4.3.4   Funciones para modelar el pico de difracción.	22
	4.3.5   El fondo del patrón de difracción.	25
	4.3.6   Reglas de ajuste para un refinamiento.	26
	4.3.7   Requisitos del método Rietveld.	28
	4.4   Hipótesis	29
	4.4.1   Hipótesis general	29
	4.4.2   Hipótesis específica	29
	4.4.3   Definición de las variables	29
	4.4.4   Operacionalización de las variables	30

*MF* *CF*

V	MATERIALES Y MÉTODOS	31
5.1	Materiales utilizados en la investigación.	31
5.2	Población de la investigación.	31
5.3	Técnicas, procedimientos y recolección de datos.	31
5.4	Las técnicas de análisis o métodos estadísticos.	31
5.5	Metodología de la investigación básica.	31
5.5.1	Preparación de la muestra.	32
5.5.2	El Método de Reacción de Estado Sólido	32
5.5.3	El Tratamiento Térmico	34
5.5.4	La Difracción de rayos – X	35
VI	RESULTADOS	37
6.1	Difracción de rayos - X	37
VII	DISCUSIÓN	51
7.1	Difracción de rayos - X del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	51
7.2	Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	52
7.3	Conclusiones	53
VIII	REFERENCIALES	54
IX	APÉNDICE	57
X	ANEXOS	58
	Matriz de consistencia	58





## Índices de Tablas

	Página
Tabla N° 4.1	
Parámetros cristalográficos del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	15
Tabla N° 5.1	
Cantidades estequiométricas del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	33
Tabla N° 6.1	
Resultados del difractograma de rayos $\neq$ X	37

44

## Índices de Figuras

	Página
Figura N° 4.1	
Haz incidente reflejado en planos de Bragg	12
Figura N° 4.2	
Difractograma de rayos - X	13
Figura N° 4.3	
Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	16
Figura N° 5.1	
Una pastilla de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	34
Figura N° 5.2	
Horno Tubular Lenton	35
Figura N° 5.3	
Difractómetro de rayos - X	36
Figura N° 7.1	
Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	52

## Índices de Gráficas

	Página
Gráfica N° 6.1	
Difractograma de rayos – X del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	50
Gráfica N° 7.1	
Patrón de difracción de rayos de la muestra	51

*[Handwritten signature]* *[Handwritten initials]*

## II RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se realiza un estudio de la caracterización estructural de una muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . La muestra de este material se obtiene con el método de preparación de reacción de estado sólido (RES) [7], material que después será sometida a un tratamiento térmico en un horno de alta temperatura que alcanza los  $975^\circ\text{C}$  de temperatura.

A continuación la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  fue sometida a un proceso de caracterización estructural por medio de un análisis de difracción por rayos X que permitió identificar la fase principal del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  y así como también otras fases presentes en la muestra tal como  $\text{CuO}$ ,  $\text{BaCuO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  y  $\text{Y}_2\text{Cu}_2\text{O}_5$  en pequeñas proporciones.

El refinamiento por el método de Rietveld del difractograma de rayos X de la muestra  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  se realizó utilizando el programa DBWS-9807a. Mediante este método se lograron obtener los parámetros de red  $a = 3.812 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.875 \text{ \AA}$  y  $c = 11.724 \text{ \AA}$  y además haciendo uso del software CARINE v3.1 se determinó la correspondiente estructura cristalina de la muestra.

## ABSTRACT

In the present research is a study of the Structural characterization of a sample of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . The sample of this material is obtained with the method of preparation of solid state reaction (RES) [1], material which then will be subjected to a heat treatment in a high temperature furnace that reaches  $975^\circ\text{C}$  temperature. material which then will be subjected to a heat treatment in a high temperature furnace that reaches  $975^\circ\text{C}$  temperature.

Then sample of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  was subjected to a process of structural characterization using diffraction analysis x-ray, which allowed us to identify the main phase of the  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  and as well as other phases in the sample such as  $\text{CuO}$   $\text{BaCuO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  and  $\text{Y}_2\text{Cu}_2\text{O}_5$  in small proportions.

Refinement by the x-ray diffractogram Rietveld method sample X  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  was performed using the DBWS-9807a program. This method has managed to obtain the network parameters to  $a = 3.812 \text{ \AA}$ ,  $b = 3,875 \text{ \AA}$  and  $c = 11.724 \text{ \AA}$  and in addition to making use of the CARINE v3.1 software determined the corresponding crystal structure of the sample.

Key words: X-ray diffraction, Refinement Rietveld, crystal structure.

### III INTRODUCCIÓN

#### 3.1 Exposición del problema de investigación.

Según lo expuesto en la referencia [1], las propiedades cristalográficas de los diversos materiales ha demostrado ser de gran ayuda y de mucha utilidad para conocer la estructura cristalina, que resulta de gran importancia en la física de estado sólido y permite conocer otras propiedades físicas de los materiales.

El descubrimiento de nuevos materiales usando diferentes métodos como el SOL-GEL o reacción de estado sólido (RES) [2] han permitido obtener materiales con alto grado de pureza que requieren de un estudio de sus propiedades cristalográficas, para lo cual se usan diversas técnicas físicas como la difracción de rayos X o la microscopía electrónica de transmisión.

El  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , compuesto descubierto en la década de los noventa [3], es un ejemplo de los nuevos materiales con recientes trabajos de investigación sobre sus propiedades físicas tales como:

- “Recovery of superconductivity under high pressure in  $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Zn}_x)_3\text{O}_{7-\delta}$ ” de K. Yoshida [2];
- “Producción y caracterización del nuevo superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}(\text{PO}_4)_x\text{O}_{7-\delta}$ ” de M. A. Uribe Laverde [3];
- “Superconductivity in the system  $\text{CaLaBaCu}_{3-x}(\text{PO}_4)_x\text{O}_{7-\delta}$  with  $X= 0.1, 0.3, 0.5$ ” de V. L. De Los Santos [4];
- “Superconductivity in the system  $[\text{Y}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}](\text{SrBa})\text{Cu}_{3-x}(\text{BO}_3)_x\text{O}_{7-\delta}$  with  $0.1 \leq x \leq 0.5$ ” de A. Bustamante [5];
- “Propiedades estructurales y eléctricas del sistema  $\text{Y}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ,  $x \equiv 0, 0.2, 0.4, 0.6, 1.0$ ” de P. Delgado [6];

- “Preparation and characterization of the superconductor  $\text{CaLaBaCu}_{2.8}(\text{BO}_3)_{0.2}\text{O}_{6.4}$  compound” de R. Bellido [7].
- “Sustitución de elementos 3d en el sitio del Cu en el compuesto superconductor  $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ” de A. J. Barón [18];


Según R. Bellido [7] es destacable la importancia de la sustitución de cationes o aniones en la estructura cristalina de un material para la formación de nuevas fases cristalinas. Los métodos empleados para sintetizar estos compuestos requieren de condiciones especiales de preparación por lo que resulta difícil sintetizar una muestra con buenas propiedades superconductoras. Algunos de los métodos son: el método SOL-GEL, el método RES, entre otros.

Por otro lado según Uribe [3], uno de los principales problemas al estudiar los nuevos materiales como el compuesto de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , es conocer sus propiedades cristalográficas: los parámetros de red, las posiciones atómicas y la ocupancia de los átomos en la estructura cristalina, por lo que nos preguntamos: ¿Es posible conocer las propiedades cristalográficas del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  obtenido por el método de reacción de estado sólido (RES)?

Ante esta pregunta surge la alternativa de la presente investigación: Conocer las propiedades cristalográficas del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  (obtenido por el método de reacción de estado sólido RES) es posible usando la técnica de difracción de rayos X y refinamiento Rietveld.

### 3.1.1 Objetivo general

El objetivo general es la preparación de una muestra del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  con el método de reacción de estado sólido RES y estudiar sus propiedades cristalográficas con la técnica de difracción de rayos X aplicada a la muestra.

44 

### 3.1.2 Objetivos específicos

- a) Obtener una muestra del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  con el método de reacción de estado sólido (RES) y someterlo a tratamiento térmico de alta temperatura.
- b) Identificar las fases cristalinas de la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  con la técnica de difracción de rayos X a temperatura ambiente.
- c) Determinar la estructura cristalina (los parámetros de la red cristalina) de la muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  usando el método de refinamiento Rietveld.

### 3.2 Importancia y justificación de la investigación

Según el proyecto [1] la presente investigación es importante porque abre el camino para futuros trabajos de investigación en las propiedades cristalinas de los materiales superconductores que ya existen y porque no de los nuevos materiales superconductores. La importancia y el aporte científico de la presente investigación se sustentan en el hecho de que el método de reacción de estado sólido (RES) resulte ser un método eficiente y de bajo costo para sintetizar las muestras de materiales con propiedades de superconductividad con propósitos de aplicaciones tecnológicas.

La investigación se justifica por las razones siguientes: 1) Debido a los posibles usos de los nuevos materiales superconductores y al posible aprovechamiento de sus propiedades. 2) Por las aplicaciones a nivel tecnológico y experimental. 3) Porque existe literatura teórica y experimental sobre el tema de investigación.

Además este proyecto es una investigación básica aplicada al campo de la Materia Condensada. Los resultados son útiles porque aumenta nuestros conocimientos sobre las propiedades cristalinas de los nuevos materiales superconductores.



Este proyecto sobre la preparación y caracterización del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  es una investigación básica. Técnicamente es una investigación experimental en el campo de la Física del Estado Sólido con código UNESCO 2211, Sub-campos cristalografía (221104), estructura cristalina (221105) y superconductores (221127).

Los resultados de la presente investigación pueden ser contrastados con los resultados de otras investigaciones experimentales publicadas en revistas internacionales de especialidad, tales como: *Physica C*, *Physical Review Letter*, entre otras.

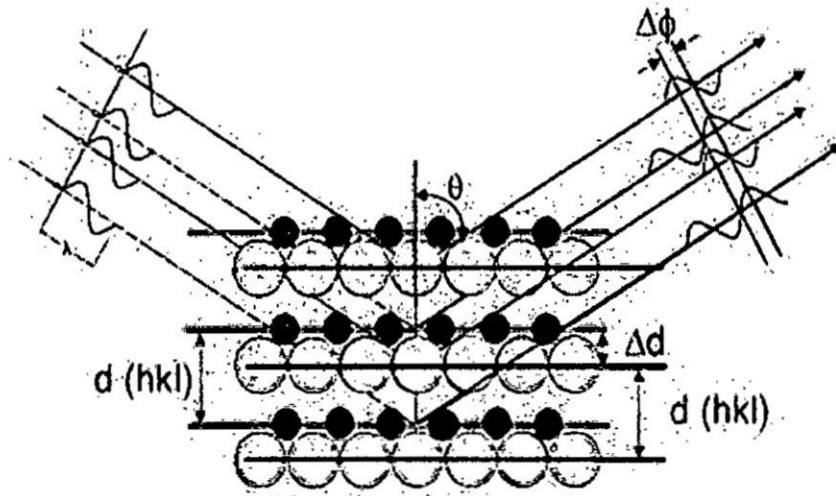
Handwritten initials 'HJ' and a signature.

## IV MARCO TEÓRICO

### 4.1 La difracción de rayos X

Según Bellidó [19], la técnica de Difracción de rayos -X, tiene su fundamento en la Ley de Bragg, en la que un haz de rayos-X dirigido después de interactuar con los átomos de una red cristalina, tal como se muestra en la Figura 4.1, son reflejados sin que se modifique su longitud de onda, es decir con la misma longitud de onda, pero con una diferencia de fase que depende de la posición de los átomos en la red.

FIGURA N° 4.1  
HAZ INCIDENTE REFLEJADO EN LOS PLANOS DE BRAGG



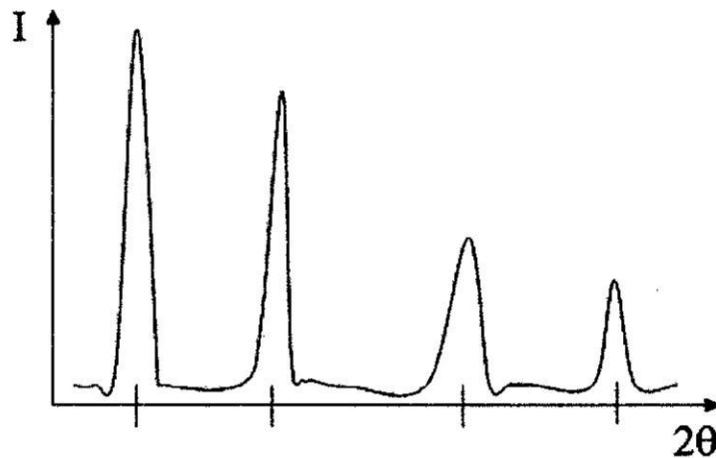
Fuente: Charles Kittel [15]

Desde luego la Ley de Bragg [15], establece la relación entre la longitud de onda " $\lambda$ " de los rayos-X, la distancia interplanar " $d$ " de los planos o redes iónicas que tiene el cristal y el ángulo de difracción " $\theta$ " mediante la ecuación [15]:

$$\lambda = 2 d_{hkl} \text{sen}(\theta_{hkl}) \quad (4.1.1)$$

Donde el valor de la distancia interplanar  $d_{hkl}$  es característica de la estructura de los cristalitos y de los parámetros de red de la muestra que se analiza. El valor de  $\theta_{hkl}$  obviamente depende de la longitud de onda  $\lambda$  de los rayos que inciden en el plano  $hkl$ . Esta representación fue empleada por Bragg para describir la difracción, donde los rayos-X inciden desde el lado izquierdo y se reflejan en cada uno de los planos atómicos con índices  $(hkl)$ .

FIGURA N° 4.2  
DIFRACTOGRAMA DE RAYOS X



Fuente: Elaboración propia

De acuerdo a Cullity [8], un difractograma de rayos-X como se indica en la Figura 4.2, registra la intensidad de rayos-X difractados (reflejados según Bragg)  $I$  en función del ángulo de barrido  $2\theta$ , que es el ángulo difractado formado por la dirección del rayo difractado por el cristal con el rayo transmitido.

Con respecto a los factores que determinan la forma de los picos de un difractograma de rayos-X estos son: el factor de absorción, factor de polarización, factor de temperatura, factor de estructura, factor de Lorentz y la multiplicidad de los sitios de Bragg.



## 4.2 Superconductores de óxido de Cobre

En los últimos 20 años impresionantes progresos han sido realizados en la caracterización de los materiales superconductores de óxido de cobre [4] y del descubrimiento que tiende hacia la ocurrencia de la superconductividad. Las principales características de los superconductores basados en óxido de cobre han sido descritas en muchos trabajos. Tal por ejemplo en las estructuras cristalinas de los superconductores de alta temperatura crítica como son  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [6] y  $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [4].

### 4.2.1 Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

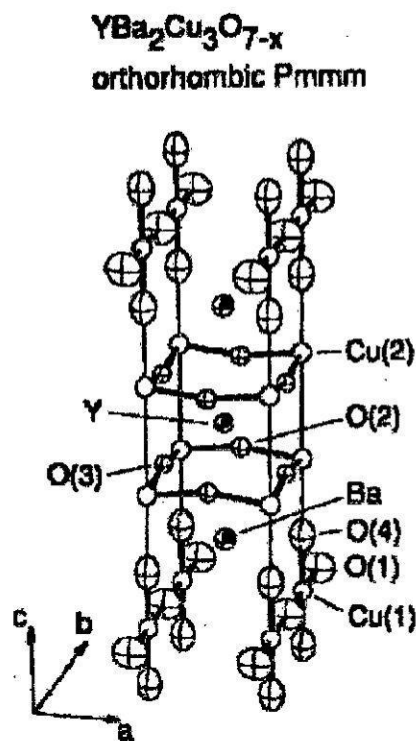
Según lo reportado por Guzmán [9], para principios de 1987, el grupo de investigadores de la Universidad de Houston encabezado por Paúl W. Chu, anunció que una nueva fase estable constituida por tierras raras a base de Y(ytrio), Ba(bario) y óxidos de cobre, presentaba propiedades superconductoras a 92 K, a una temperatura superior a la del Nitrógeno líquido que es 77 K.

Esto ocurre cuando el superconductor  $\text{LaBaCuO}$  a 30 K de fase tetragonal es nuevamente estudiado, es decir se realiza substituciones iónicas, así haciendo una serie de estudios de substitución, se llega a saber que el átomo de La(Lantano) es reemplazado por un catión trivalente de tierra rara tal como el Itrio,  $\text{Y}^{3+}$  así se obtiene el superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  siendo su estructura de tipo ortorrómbico con grupo espacial Pmmm, los parámetros de esta celda reportado por Beno [10] está dada por ( $a=3.822 \text{ \AA}$ ,  $b=3.891 \text{ \AA}$  y  $c=11.677 \text{ \AA}$ ).

El incremento del  $T_c$  en el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  posiblemente se deba a que el radio iónico del Y ( $0.93 \text{ \AA}$ ) es menor que el de La ( $1.06 \text{ \AA}$ ) y según Wu [11], esto lleva pues a que la presión química interna en la red cristalina sea mayor, además la

La estructura sobre el otro lado de los planos Ba-O depende sobre la estequiometría. En el caso del Y-123 [14] los átomos Cu-O forma una cadena lineal con átomos de Cu, teniendo una coordinación planar 4, que conduce para un cristal ortorrómbico. Según Park [13] en el caso de Y-123 que es tetragonal todos los oxígenos están ausentes en el plano basal y los átomos de Cu están paralelos a los planos Ba-O, con átomos de Cu teniendo coordinación lineal 2.

FIGURA N° 4.3  
ESTRUCTURA CRISTALINA DEL  $YBa_2Cu_3O_7$ .



Fuente: Charles P. Poole Jr. [16]

También es importante mencionar que la superconductividad, tiene lugar esencialmente dentro de los planos  $CuO_2$  bidimensional o también llamados los Bloques Activos (BA) en este superconductor Y-123 [14]. Además las cadenas  $CuO_x$  pueden ser considerados como Reservorios de Cargas (RC), que son

necesarias para transferir las cargas dentro de los planos  $\text{CuO}_2$ . Esto nos posibilita considerar los superconductores HTSC como siendo formado de planos  $\text{CuO}_2$  separados por los reservorios de cargas (RC).

De la fuente [20], muchos de los óxidos superconductores de alta temperatura crítica son compuestos del cobre (Cu) y presentan características muy importantes, excepto para algunos materiales como  $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{BiO}_3$ . Razón por la cual la primera característica de estos compuestos es la presencia de los planos superconductores  $\text{CuO}_2$  que determina muchas de las propiedades de estos materiales y la segunda característica más importante de estos óxidos es su propiedad metálica.

Como es sabido en todas las estructuras cristalinas de los superconductores de óxido de cobre contienen siempre uno o más planos superconductores  $\text{CuO}_2$  (denominados bloques activos), los cuales están conectados a regiones (denominados los bloques de reservorio de carga) que no participan directamente en la superconductividad, estos bloques de reservorios de carga proveen los requerimientos electrónicos para la aparición o supresión de la superconductividad dentro de los bloques activos.

### **4.3 Refinamiento Rietveld**

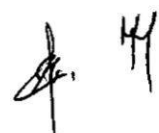
Siguiendo el enfoque de M. L. Ramón [17], en la caracterización estructural de materiales cristalinos se emplea la difracción de rayos X, ya que con esta técnica se determina la estructura cristalina del material, así como permite el análisis cualitativo y cuantitativo de las diferentes fases e imperfecciones en la estructura del material cristalino.

Uno de los problemas que se ha detectado al aplicar esta técnica es la identificación de las fases existentes en muestras poli cristalina que presentan picos de difracción que se sobreponen, ya que tienen la misma distancia inter planar y, por consiguiente dificultan la determinación de la estructura cristalina de cada una de ellas. En las películas poli cristalinas, además de presentarse el problema anterior, en ocasiones el material que se deposita cristaliza con cierta dirección preferencial. Según M. A. Ramón [17], el método de Rietveld es una técnica de refinamiento que tiene la capacidad de determinar con mayor precisión los parámetros estructurales de la muestra, a partir de la construcción de un modelo teórico que se ajusta al patrón de difracción experimental, mediante un ajuste de mínimos cuadrados.

En el modelo teórico se incluyen aspectos estructurales tales como: estructura cristalina, grupo espacial, posición de los átomos en la celda unitaria, etc. Así mismo, en el modelo teórico se incluyen factores micro estructural que contempla la concentración de fases presentes, tamaño del cristal y micro deformaciones.

Por último también se incluye el factor instrumental, el cual contempla el efecto de la óptica del equipo de difracción de rayos x sobre la medición y cuyo efecto es el ensanchamiento de los picos de difracción. Como sabemos ahora el método Rietveld es una técnica de refinamiento de estructuras cristalinas, diseñado originalmente para analizar patrones de difracción de neutrones, pero con el tiempo se ha utilizado en patrones de difracción de rayos X con muy buenos resultados.

El éxito de este método se debe a su creador, Hugo Rietveld, quien lo distribuyó de forma gratuita entre la comunidad científica, tradición que se ha mantenido por años entre investigadores. Algunos del software libre que se emplean para refinamiento Rietveld son: DBWS, Fullprof, Rietan, etc.

Handwritten signature and initials in black ink, located at the bottom right of the page.

#### 4.3.1 Planteamiento del método de Rietveld:

El método de Rietveld es una técnica de refinamiento, que consiste en ajustar un modelo teórico a un patrón experimental de difracción de rayos X usando el método de mínimos cuadrados, a fin de obtener el mejor ajuste entre ambos.

Como lo expresa L. Ramón [17], el patrón calculado se basa en un modelo que incluye aspectos estructurales (grupo espacial, átomos en la unidad asimétrica, factores térmicos), e instrumentales (anchura a la altura media del pico de difracción causada por el instrumento, anchura de las rejillas (slits) utilizadas en la medición, tamaño de la muestra irradiada, penetración del haz de rayos X en la muestra, etc.).

La función que se minimiza por mínimos cuadrados se denomina residuo, la cual está definida como  $S_y$  y se calcula con la siguiente fórmula:

$$S_y = \sum_i W_i (y_{i(obs)} - y_{i(calc)})^2 \quad (4.3.1)$$

En esta función  $y_{i(obs)}$  es la intensidad experimental,  $y_{i(calc)}$  es la intensidad calculada en el punto  $i$  del patrón de difracción, respectivamente,  $W_i$  es el peso respectivo dado a estas intensidades mientras que la sumatoria es sobre todos los puntos del patrón de difracción. El valor de  $S_y$  es una función compleja que incluyen todos los parámetros que dan lugar al patrón de difracción.

El refinamiento permite encontrar los valores óptimos de todos estos parámetros de manera que  $S_y$  adopte el valor mínimo posible. La función expresada en la ecuación (1) no es lineal.



#### 4.3.2 Intensidad de los picos de difracción:

Como lo expresa M. L. Ramón [17], Rietveld sugirió la medición cuidadosa de un patrón de difracción de polvos, punto a punto en un intervalo angular amplio tomando en cuenta las zonas en donde hay picos de difracción y donde sobresale el fondo, y aquellas intensidades del patrón de difracción son originadas por un conjunto de factores físicos susceptibles de ser cuantificados.

Algunos de estos factores son: estructura cristalina (geometría de la celda unitaria, las posiciones atómicas y vibraciones térmicas), características de la muestra (tamaño del cristal, concentración, textura, mezclas de fases, micro tensiones) y las condiciones instrumentales (foco, centralización y monocromaticidad del haz y absorción).

Como lo expone R. A. Young [21], la intensidad de un pico de difracción de rayos X se calcula empleando la siguiente ecuación:

$$Y_{i,c} = \sum_j y_{i,j} = \sum_j S_j \sum_K L_{k,j} F_{k,j}^2 \Phi_{k,j}(2\theta_i - 2\theta_{k,j}) P_{k,j} A + y_{b,i} \quad (4.3.2)$$

Donde  $Y_{i,c}$  es la intensidad calculada en el punto  $i$  del patrón de difracción,  $y_{i,j}$  es la intensidad en el punto  $i$  del patrón de difracción debido a la fase  $j$ .  $S_j$  es el factor de escala correspondiente a la fase  $j$ .  $K_j$  representa los índices de Miller que producen la difracción para la reflexión de Bragg de la fase  $j$ .  $L_{k,j}$  representa los factores de Lorentz, polarización y factor de multiplicidad.  $(F_{k,j})^2$  es el factor de estructura de la fase  $j$ .  $\Phi_{k,j}(2\theta_i - 2\theta_k)$  es la función que describe el perfil del pico de difracción centrado en el ángulo de Bragg  $2\theta_k$  de la fase  $j$ .  $P_{k,j}$  es la función que describe la orientación preferencial cuando los cristales de la fase  $j$  no se encuentran en forma aleatoria.

$A$ , es el factor de absorción el cual depende del espesor de la muestra y de la geometría del equipo de difracción.  $Y_{b,i}$  es la intensidad del fondo en el punto  $2\theta_i$  del patrón de difracción.

### 4.3.3 El factor de estructura:

El factor de estructura nos indica la capacidad de difracción de la celda unitaria y está integrado por el factor atómico de dispersión de los átomos de la fase  $j$  y la posición de los átomos en la celda unitaria. En el refinamiento Rietveld el factor de estructura se calcula con la siguiente fórmula:

$$F_k = \sum_j N_j F_j \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)] \exp[-M_j] \quad (4.3.3)$$

Donde  $F_k$ , es el factor de estructura.  $N_j$ , es el sitio de ocupancia de los átomos de la fase  $j$  que se encuentran en la unidad asimétrica.  $F_j$ , es el factor atómico de dispersión del átomo  $j$ . Los números  $h, k, l$ , son los índices de Miller que producen la difracción.  $x_j, y_j, z_j$ , son las coordenadas relativas de las posiciones de los átomos en la celda unitaria.

$$M_j = \frac{8\pi^2 \bar{u}_s^2 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{B_j \sin^2 \theta}{\lambda^2} \quad (4.3.4)$$

Aquí  $\bar{u}_s^2$  es el desplazamiento cuadrático medio del átomo  $j$  provocado por vibraciones térmicas.  $B_j = 8\pi^2 \bar{u}_s^2$  es el coeficiente de temperatura isotrópico y está relacionado con la vibración de los átomos originado por el efecto de la temperatura.

#### 4.3.4 Funciones para modelar el perfil de un pico de difracción:

La descripción exacta de la forma de los picos de difracción es un proceso crítico en el refinamiento Rietveld. La forma de los picos observados en un patrón de difracción, la cual está determinada por la muestra (tamaño de cristal, micro-deformaciones, defectos, etc) y el instrumento (Fuente de radiación, geometría utilizada, tamaño de rejillas, varía como una función de  $2\theta$ .

Algunas de las funciones que se utilizan para modelar el pico de difracción son las siguientes:

a) Gaussiana (G)

$$G = \frac{\sqrt{4\ln 2}}{H_k \sqrt{\pi}} \exp(-4\ln 2(2\theta_i - 2\theta_k)^2 / H_k^2) \quad (4.3.5)$$

Donde:  $H_k$ , es el ancho a la altura media del pico de difracción para la k-ésima reflexión.  $(2\theta_i - 2\theta_k)$ , es el ángulo de Bragg para la k-ésima reflexión.

b) Lorentziana (L)

$$L = \frac{\sqrt{4}}{\pi H_k} \frac{1}{\left[1 + 4 \frac{(2\theta_i - 2\theta_k)^2}{H_k^2}\right]} \quad (4.3.6)$$

Donde:  $H_k$ , es el ancho a la altura media del pico de difracción para la k-ésima reflexión.  $(2\theta_i - 2\theta_k)$ , es el ángulo de Bragg para la k-ésima reflexión.

c) Pseudo - Voigt (pV)

$$pV = \eta L + (1 - \eta)G \quad (4.3.7)$$

El modelo pseudo – Voigt está formado por una combinación lineal de una función Gaussiana y una Lorentziana. El parámetro  $\eta = 0$  describe si la forma del pico de difracción es Gaussiana,  $\eta = 1$ , si es Lorentziana. Si el valor de  $\eta$  se encuentra entre 0 y 1 se tiene una combinación de ambas.

Las formulas del modelo pseudo – Voigt son:

$$\eta = N_A + N_B 2\theta \quad (4.3.8)$$

$N_A$  y  $N_B$ , son variables refinables.

$$H^2 = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W + \frac{I_G}{\cos^2\theta} \quad (4.3.9)$$

$$\frac{H_G}{H} = (1 - 0.74417\eta - 0.24781\eta^2 - 0.00810\eta^3)^{1/2} \quad (4.3.10)$$

$$\frac{H_L}{H} = 0.72928\eta + 0.19289\eta^2 + 0.07783\eta^3 \quad (4.3.11)$$

Donde;  $H$ , es el ensanchamiento total del pico de difracción.  $\eta$  es el parámetro de mezcla de la forma del pico de difracción y se obtiene al refinar  $N_A$  y  $N_B$ . La cantidad  $H_G$  es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente Gaussiana.  $H_L$  es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente Lorentziana. El ensanchamiento total  $H$  se obtiene a través del refinamiento de  $U$ ,  $V$  y  $W$  (ensanchamiento instrumental) e  $I_G$  (ensanchamiento por tamaño de cristal).

d) Pseudo – Voigt modificada de Thompson – Cox – Hastings (TCHZ)

El modelo de Thompson – Cox – Hastings es una variante de la pseudo – Voigt, donde ambas utilizan la ecuación (7). La diferencia entre estas dos ecuaciones

radica en la selección de cuales parámetros se refinan y cuales se calculan. En la pseudo Voigt se refinan  $(\eta, H)$  y se calculan  $H_G$  y  $H_L$  y en la Thompson - Cox - Hastings (TCHZ) se refinan  $(H_G, H_L)$  y se calculan  $(\eta, H)$ .

Las fórmulas del modelo TCHZ son:

$$H_G = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W + \frac{I_G}{\cos^2 \theta} \quad (4.3.12)$$

$$H_L = X \tan \theta + \frac{Y}{\cos \theta} \quad (4.3.13)$$

$$H = (H_G^5 + 2.69269 H_G^4 H_L + 2.42843 H_G^3 H_L^2 + 4.47163 H_G^2 H_L^3 + 0.07842 H_G H_L^4 + H_L^5)^{1/5} \quad (4.3.14)$$

$$\eta = 1.36603 \frac{H_L}{H} - 0.47719 \left[ \frac{H_L}{H} \right]^2 + 0.11116 \left[ \frac{H_L}{H} \right]^3 \quad (4.3.15)$$

Donde,  $H_G$  es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente Gaussiana, el cual se obtiene a través del refinamiento de U, V y W (ensanchamiento instrumental) e  $I_G$  (ensanchamiento por tamaño de cristal debido a la componente gaussiana).  $H_L$ , es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente Lorentziana.

Los términos de la ecuación (13) representan las contribuciones por micro-deformaciones ( $X \tan \theta$ ) y tamaño de cristal  $\left( \frac{Y}{\cos \theta} \right)$  originadas por el ensanchamiento lorentziano del pico de difracción. Estos valores se obtienen a través del refinamiento de X y Y.

$H$ , es el ensanchamiento total del pico de difracción originado por las contribuciones del ensanchamiento del pico de difracción debido a la componente Gaussiana y Lorentziana respectivamente,  $\eta$  es el parámetro de mezcla de la componente Gaussiana y Lorentziana de la forma del pico de difracción.

#### 4.3.5 El fondo del patrón de difracción:

Según R. A. Young [21], el fondo puede tener diferentes orígenes, ya sea debido a la presencia de una fase amorfa en la muestra, a la fluorescencia producida por ésta o bien es la señal del soporte. Por ello es importante el modelado de la intensidad del fondo  $y_{bi}$ , el cual puede ser realizado de tres maneras:

- a) escribiendo manualmente una tabla que proporcione los valores del fondo durante cada paso.
- b) mediante una interpolación lineal entre puntos seleccionados del patrón de difracción.
- c) utilización de una función que modele el fondo.

En difractogramas en donde los picos de difracción están bien resueltos y se observa bien la línea de base, el ajuste del fondo es relativamente fácil. Sin embargo, en difractogramas complejos en donde los picos de difracción no están bien resueltos, estos se confunden con la línea base del fondo por lo que es difícil estimar el fondo. Cuando se refina el fondo, se emplea una función, un polinomio que lo represente de la manera más precisa.

El grado del polinomio puede incrementar de acuerdo a la complejidad del fondo; también aumenta el número de variables a refinar. La siguiente función es un ejemplo de un polinomio de quinto orden el cual se usa para el refinamiento del fondo.

$$y_{bi} = \sum_{m=0}^5 B_m \left[ \frac{2\theta_i}{BK} - 1 \right]^m \quad (4.3.16)$$

Donde la cantidad  $y_{bi}$  es la intensidad del fondo en el punto  $i$ ; aquí  $B_m$  son las variables a refinar; el término  $2\theta_i$  es un punto del patrón de difracción; BK es el origen del polinomio.

#### 4.3.6 Reglas de ajuste para un refinamiento

De L. Ramón [17], los criterios de ajuste durante el refinamiento indican al usuario el avance del mismo y ayudan a decidir si el modelo propuesto es correcto y también si se ha caído en un falso mínimo, por lo que importante tener varios indicadores para cada ciclo. Así el usuario puede juzgar si el proceso de refinamiento es satisfactorio y además cuando se debe detener el refinamiento.

Los criterios de ajuste más utilizados son:

a) El residuo del patrón pesado ( $R_{wp}$ ), este criterio muestra el progreso del refinamiento, ya que el numerador contiene la función residuo que está siendo minimizada durante el refinamiento Rietveld. El residuo del patrón pesado se calcula de la siguiente manera:

$$R_{wp} = \left[ \frac{\sum w_i (y_{i,obs} - y_{i,cal})^2}{\sum w_i (y_{i,obs})^2} \right]^{1/2} \quad (4.3.17)$$

Donde el término  $y_{i,obs}$  es la intensidad observada en el paso  $i$ ; el término  $y_{i,cal}$  es la intensidad calculada en el punto  $i$ ; el término  $w_i$  es el peso asignado.

HH

b) El valor esperado  $R_{exp}$ . Dicho criterio refleja la calidad de los datos obtenidos en la medición del patrón de difracción (conteos estadísticos). La fórmula del residuo del valor esperado es:

$$R_{exp} = \left[ \frac{N - P}{\sum w_i (y_{i,obs})^2} \right]^{1/2} \quad (4.3.18)$$

Donde el término N es el número de datos observados; el término P es el número de parámetros a refinar; el término  $w_i$  es el peso asignado; el término  $y_{i,obs}$  es la intensidad observada en el paso i.

c) El ajuste de "bondad" ( $\chi^2$ ). Si el tiempo de toma de los datos fue suficientemente grande, no dominarán los errores estadísticos,  $R_{exp}$  podría ser muy pequeña y la  $\chi^2$  para una estructura cristalina refinada podría ser mayor que 1. Si los datos son obtenidos pobremente,  $R_{exp}$  podría ser grande y  $\chi^2$  podría ser menor que 1, el valor de  $\chi^2$  debe estar entre 1 a 1.3; el ajuste de "bondad" se define como;

$$\chi^2 = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \quad (4.3.19)$$

Donde el término  $R_{wp}$  es el residuo del patrón pesado; el término  $R_{exp}$  es el residuo del valor esperado.

d) Residuo del factor de Bragg ( $R_B$ ). Esto indica la calidad del modelo en cuanto a los datos cristalográficos de la celda unitaria, veracidad del grupo espacial (el cual representa la distribución de átomos en la celda unitaria), parámetros de red, posiciones de los átomos en los sitios que les corresponde. La fórmula para calcular el residuo del factor de Bragg es:



$$R_B = \frac{\sum |y_{k,obs} - y_{k,calc}|}{\sum y_{k,obs}} \quad (4.3.20)$$

Donde el término  $y_{k,obs}$  es la intensidad observada de la k-ésima reflexión; el término  $y_{k,calc}$  es la intensidad calculada de la k-ésima reflexión.

Los valores del residuo, ya sea  $R_{wp}$ ,  $R_{exp}$ ,  $\chi^2$  o  $R_B$  [21] son indicadores útiles para la evaluación de un refinamiento, especialmente en el caso de pequeños mejoramientos en el modelo, pero no debe de ser sobre interpretado.

Los criterios más importantes para juzgar la calidad de un refinamiento Rietveld son:

- 1) El ajuste de los datos del patrón calculado con los datos del patrón observado. Para ello, en un refinamiento Rietveld se debe incluir la gráfica con las intensidades calculadas, intensidades observadas y la curva diferencia.
- 2) No perder de vista el sentido físico de los datos obtenidos en el refinamiento.

Además de lo anterior, la estructura cristalina debe ser consistente con los resultados de otras técnicas de caracterización, tales como infrarrojo, Raman, microscopía, etc.

#### 4.3.7 Requisitos del método Rietveld

Para poder aplicar el método Rietveld, se deben de tomar en cuenta los siguientes requisitos:

- Tener una muestra cristalina.
- Identificación de las fases cristalinas presentes en la muestra.
- Contar con un programa (software) para realizar el refinamiento.
- Contar con los datos cristalográficos de cada una de las fases presentes en el material: grupo espacial, posición de los átomos, tipo de la estructura cristalina, parámetros de red, etc.
- Realizar una medición lenta de la muestra (tamaño de paso de 0.02 con un tiempo en cada paso de 2 a 9 segundos dependiendo de la cristalinidad de la muestra y de la disposición de un difractómetro de rayos X.
- Contar con la función instrumental del difractómetro de rayos X.

#### 4.4 Hipótesis

Es posible preparar una muestra del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  empleando el método de reacción de estado sólido (RES) y con la técnica de difracción de rayos X se puede conocer sus propiedades cristalográficas.

**4.4.1 Hipótesis general:** Es posible conocer las propiedades cristalográficas del compuesto de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  obtenido por el método de reacción de estado sólido (RES).

**4.4.2 Hipótesis específica:** Se puede determinar la estructura cristalina del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , obtenido por el método de reacción de estado sólido (RES); usando la técnica de difracción de rayos X y del refinamiento Rietveld.

#### 4.4.3 Definición de las variables

Variable independiente: ángulo de barrido.

Variable dependiente: Intensidad relativa.

#### **4.4.4 Operacionalización de las variables**

Ninguna

A handwritten signature in black ink, consisting of stylized initials and a surname.

## **V MATERIALES Y MÉTODOS**

### **5.1 Materiales utilizados en la investigación.**

Materiales: mortero de ágata, espátula de acero inoxidable, papel de aluminio, balanza digital de 0.01g de precisión y prensa hidráulica de empastillado.

Equipos: Horno tubular marca LENTON de 1000 °C, Difractómetro de rayos X, marca Rigaku, modelo Miniflex.

Materia e Insumo: Oxido de Ytrio ( $Y_2O_3$ ), Carbonato de bario ( $BaCO_3$ ), Oxido de cobre ( $CuO$ ).

### **5.2 Población de la investigación.**

Una muestra (pastilla) del material cerámico  $YBa_2Cu_3O_7$ .

### **5.3 Técnicas, procedimientos y recolección de datos.**

Esta investigación es básica.

### **5.4 Las técnicas de análisis o métodos estadísticos.**

Esta investigación es básica.

### **5.5 Metodología de la investigación básica.**

La metodología para la demostración de la hipótesis consiste en preparar una muestra del compuesto  $YBa_2Cu_3O_7$ , el cual se inicia con los cálculos estequiométricos y luego el tratamiento térmico.

Existen dos principales métodos que se utilizan para la preparación de este compuesto, la reacción de estado sólido (RES) y Sol = Gel. El método escogido para el presente trabajo es el método de reacción de estado sólido (RES) el cual consiste en mezclar y triturar los ingredientes del compuesto  $YBa_2Cu_3O_7$  en un mortero de ágata hecho en laboratorio para luego formar una pastilla usando una prensa empastilladora y posteriormente someter la muestra a un equipo de difracción de rayos - X (DRX).

### 5.5.1 Preparación de la muestra

Nuestro objetivo fue preparar una muestra del compuesto  $YBa_2Cu_3O_7$  a fin de estabilizar la estructura cristalina. Para realizar la preparación se utilizó el método de reacción de estado sólido (RES) y luego se siguió con el tratamiento térmico.

### 5.5.2 El Método de Reacción de Estado Sólido

De la referencia [20], la reacción dentro y entre los sólidos requiere de la movilidad de átomos e iones, es decir su difusión. El mecanismo de difusión en sólidos es el salto de átomos e iones en los sitios vacantes de la red o entre las posiciones que no están normalmente ocupadas (iones o átomos intersticiales). Los átomos, moléculas e iones pueden también moverse por superficies libres, en fronteras de grano y de fase o por una evaporación proceso de condensación.

Según Bellido [19] para temperaturas por debajo del punto de fusión, las razones de difusión en sólidos puros son usualmente tan bajas que virtualmente ninguna reacción toma lugar debido a ello es necesario un incremento de la temperatura para que la reacción de estado sólido pueda tomar lugar a una razón detectable.

La muestra del compuesto  $YBa_2Cu_3O_7$  se preparó usando el método de la reacción de estado sólido (RES) bajo condiciones normales de presión y de temperatura.

Según el método RES se mezcla inicialmente cantidades estequiométricas apropiadas de los ingredientes, de alta pureza, para después ser triturados y pulverizados homogenizados en un mortero de ágata.

De la referencia [20] para la determinación de las cantidades estequiométricas apropiadas de los ingredientes se tiene en cuenta los cálculos estequiométricos de la muestra. Es decir se determinan cantidades exactas de cada ingrediente que componen dicha muestra. Para una muestra de  $1\text{ g}$  se requiere entonces lo siguiente:

TABLA N° 5.1  
CANTIDADES ESTEQUIOMETRICAS DEL  $YBa_2Cu_3O_7$ .

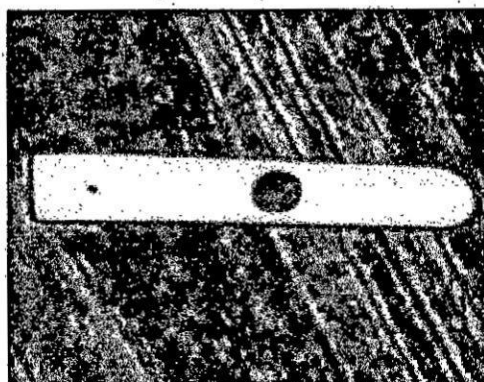
Ingredientes	Masa (g)	Pureza (%)
$Y_2O_3$	0.13572	99.99
$BaCO_3$	0.47086	99.99
$CuO$	0.28676	99.99

Fuente: Elaboración propia.

Después de procedió a formar una pastilla, para esto se utilizó una prensa hidráulica, en la que se colocó la muestra, para luego ejercer sobre esta una presión de cinco toneladas por centímetro cuadrado:  $5.0 \frac{\text{Ton}}{\text{cm}^2}$  durante un tiempo de 5 minutos.

A continuación se retira la pastilla de la prensa y es colocada sobre una barqueta de alúmina tal como se indica en la FIGURA N° 5.1.

FIGURA N° 5.1.  
UNAPASTILLA DE  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

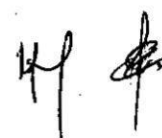


Fuente: propia de la investigación

### 5.5.3 El Tratamiento Térmico

El tratamiento térmico es la etapa más importante del proceso de preparación de la muestra. Para el presente trabajo de investigación se realiza el siguiente proceso:

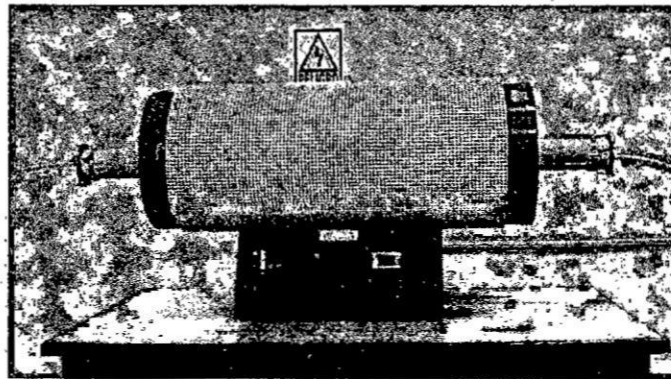
Primer tratamiento térmico: La pastilla del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  se introduce en un horno tubular LENTON de la Facultad de Ciencias Físicas de la UNMSM, equipo especial de altas temperaturas con controladores automáticos digitales, como se indica en la Figura 5.2, y la pastilla es recocida a la temperatura de  $950\text{ }^\circ\text{C}$  por  $24\text{ h}$  sin flujo de oxígeno con la finalidad de liberar el  $\text{CO}_2$ , seguido de un enfriamiento lento a razón de  $50^\circ\text{C}/\text{h}$  hasta llegar a la temperatura ambiente.

Handwritten signature or initials in black ink, located at the bottom right of the page.

A continuación la pastilla se somete a un proceso de pulverización hasta quedar uniforme y luego usamos la prensa empastilladora para formar nuevamente la pastilla [2].

Segundo tratamiento térmico: Se repite todo el proceso anterior a la que fue sometida la muestra.

FIGURA N°5.2  
HORNO TUBULAR LENTON.



Fuente: Propia de la investigación

#### 5.5.4 La Difracción de rayos - X

Para la difracción de rayos - X de una muestra del  $YBa_2Cu_3O_7$  se utilizó un Difractómetro de rayos - X, de marca Rigaku, modelo Miniflex que existe en el Laboratorio de difracción de rayos - X, de la Facultad de Ciencias Físicas de la UNMSM que trabaja con la longitud de onda  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$  de la radiación K- $\alpha$  del Cu, con voltaje de 30 kV e intensidad de corriente 15 mA y filtro de Níquel, con un barrido de ángulo  $2\theta$  de  $8^\circ$  a  $80^\circ$  y un paso o incremento de ángulo de  $0.04^\circ$ , para la identificación de las fases que están presentes en la muestra del  $YBa_2Cu_3O_7$ .

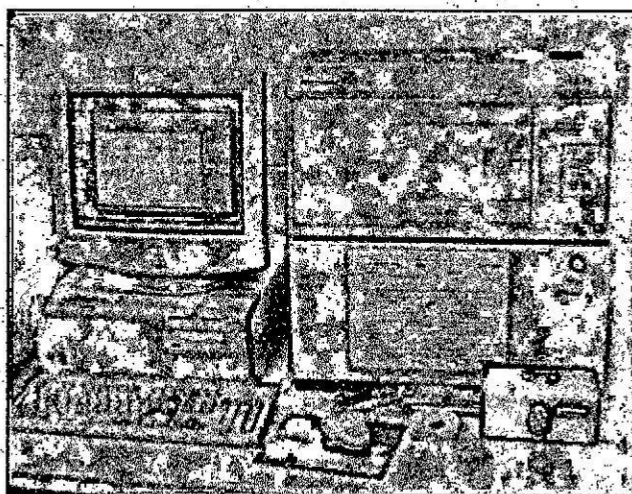
41



Para ello se trituró la pastilla en forma de polvo y colocada en una porta-muestra especial de 15 mm de radio, adherida con una luna de vidrio para preservar la uniformidad superficial de la distribución del polvo. Luego es colocado en el interior del equipo montado en el centro del goniómetro.

En la Figura 5.3, se aprecia el modelo del difractómetro de rayos - X utilizado para analizar la muestra, en este se encuentra los datos almacenados en un computador que se encuentra conectado al equipo.

FIGURA N° 5.3  
DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X.



Fuente: Laboratorio de rayos X de F.C.F. UNMSM.

## VI RESULTADOS

### 6.1 Difracción de rayos X

Los primeros resultados del presente trabajo se obtienen al someter la muestra a la técnica de Difracción de Rayos X, los resultados: la intensidad I en unidades arbitrarias (u. a.) y el ángulo  $2\theta$  en grados, se presenta en la siguiente tabla N° 6.1.

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I (u.a.) vs el ángulo $2\theta$ (grados)					
$2\theta$	I	$2\theta$	I	$2\theta$	I
22.0001	4.03818	22.7201	3.23054	23.4402	5.48213
22.0401	3.35291	22.7601	3.59765	23.4802	5.72687
22.0801	3.1816	22.8001	3.89134	23.5202	4.38081
22.1201	3.5487	22.8401	2.96133	23.5602	4.52766
22.1601	3.42633	22.8801	3.81791	23.6002	4.6745
22.2001	3.5487	22.9202	4.94371	23.6402	4.42976
22.2401	3.81791	22.9602	4.45423	23.6802	4.65002
22.2801	4.18502	23.0002	5.35977	23.7202	4.25844
22.3201	3.62212	23.0402	5.72687	23.7602	4.2095
22.3601	3.72002	23.0802	7.12188	23.8002	4.16055
22.4001	3.59765	23.1202	9.32452	23.8402	4.03818
22.4401	4.06265	23.1602	10.13216	23.8802	4.45423
22.4801	3.79344	23.2002	11.20901	23.9202	3.91581
22.5201	3.42633	23.2402	10.3769	23.9602	4.77239
22.5601	4.42976	23.2802	9.59373	24.0002	5.06608
22.6001	3.69555	23.3202	9.30005	24.0402	5.62898
22.6401	3.32844	23.3602	7.63583	24.0802	6.11845
22.6801	3.59765	23.4002	7.02398	24.1202	6.65688

Resultados de la investigación.

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I (u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
24.1602	7.31767	25.6802	3.6466	27.4003	5.04161
24.2002	7.21977	25.7202	4.13607	27.4403	4.35634
24.2402	6.68135	25.7602	3.96476	27.4803	4.38081
24.2802	6.28977	25.8002	4.52766	27.5203	4.5766
24.3202	7.12188	26.1202	3.57318	27.5603	4.30739
24.3602	6.24082	26.1602	4.2095	27.6003	4.99266
24.4002	5.62898	26.2002	3.76897	27.6403	3.94028
24.4402	6.38767	26.2402	4.33186	27.6803	4.69897
24.4802	5.72687	26.2802	3.74449	27.7203	5.26187
24.5202	5.01713	26.3202	4.16055	27.7603	5.99608
24.6002	5.21292	26.6402	4.18502	27.8003	6.24082
24.6802	4.25844	26.7202	3.98923	27.8403	6.60793
24.8002	4.60108	26.7602	3.5487	27.8803	7.6603
24.8402	3.86686	26.8002	3.69555	27.9203	8.66373
24.8802	4.01371	26.8402	3.52423	27.9603	8.12531
24.9602	3.76897	26.8802	4.06265	28.0003	8.46794
25.0002	4.50318	26.9202	3.84239	28.0403	7.80715
25.0402	4.18502	26.9602	4.16055	28.0803	8.39452
25.0802	3.86686	27.0002	4.52766	28.1203	6.55898
25.2002	3.57318	27.0402	4.06265	28.1603	5.89819
25.2802	4.23397	27.1602	3.84239	28.2003	5.65345
25.4402	3.13265	27.2002	3.37739	28.2403	5.1395
25.5202	4.13607	27.2803	4.01371	28.2803	4.84581
25.6002	3.40186	27.3203	4.1116	28.4403	4.01371
25.6402	4.06265	27.3603	3.98923	28.4803	3.76897

Resultados de la investigación.

*Handwritten signature*

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
28.5203	4.08713	29.7603	4.91924	31.4403	4.5766
28.6003	4.5766	29.8403	5.26187	31.4803	4.52766
28.6403	5.33529	29.8803	5.09055	31.5203	4.13607
28.7203	5.92266	29.9603	5.50661	31.5603	4.72345
28.7603	5.43319	30.0003	6.6324	31.6003	5.06608
28.8003	4.91924	30.0403	7.56241	31.6404	4.77239
28.8403	4.25844	30.1203	8.02741	31.6804	4.52766
28.8803	3.96476	30.1603	7.04846	31.8004	6.02056
28.9203	4.18502	30.2003	6.02056	31.8404	7.02398
28.9603	4.2095	30.2403	5.38424	31.8804	5.89819
29.0003	3.89134	30.4003	5.97161	31.9204	6.65688
29.0803	4.69897	30.4403	4.60108	31.9604	6.06951
29.2003	4.47871	30.4803	6.06951	32.0004	5.55556
29.2403	3.79344	30.5203	4.03818	32.1604	5.92266
29.2803	5.06608	30.5603	4.96818	32.2004	6.53451
29.3203	4.79687	30.6803	5.53108	32.2404	5.87372
29.3603	4.38081	30.7203	6.2653	32.2804	6.09398
29.4403	5.11503	30.7603	7.1953	32.3204	5.53108
29.4803	5.48213	30.8003	6.38767	32.3604	5.26187
29.5203	6.65688	30.8403	5.87372	32.4004	5.62898
29.5603	5.89819	30.8803	5.28634	32.4404	7.2932
29.6003	6.60793	30.9603	4.96818	32.4804	6.09398
29.6403	5.97161	31.0003	5.04161	32.5204	7.41557
29.6803	4.69897	31.0403	3.6466	32.5604	7.36662
29.7203	5.40871	31.0803	4.38081	32.6004	8.71268

Resultados de la investigación.



TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo $2\Theta$ (grados)					
$2\Theta$	I	$2\Theta$	I	$2\Theta$	I
32.6404	10.91532	33.7204	5.26187	35.5204	4.84581
32.6804	13.77876	33.8804	5.67792	35.5604	5.87372
32.7204	17.05825	33.9204	6.09398	35.6004	6.19187
32.7604	24.42487	33.9604	5.99608	35.7204	7.92952
32.8004	34.21439	34.0004	6.04503	35.7604	6.51003
32.8404	45.71708	34.2404	6.43661	35.8004	8.34557
32.8804	60.05874	34.2804	5.84924	35.8404	7.51346
32.9204	76.87225	34.3604	6.11845	35.8804	6.85267
32.9604	93.34312	34.4004	5.92266	36.0805	5.48213
33.0004	100	34.4404	5.7024	36.1205	5.06608
33.0404	95.10524	34.4804	6.11845	36.1605	4.65002
33.0804	86.51493	34.5604	5.55556	36.2005	4.79687
33.1204	69.26089	34.6004	6.24082	36.2405	5.1395
33.1604	47.52814	34.6404	5.84924	36.2805	5.40871
33.2004	31.25306	34.8004	4.79687	36.3205	6.38767
33.2404	21.26774	34.8404	5.97161	36.3605	5.80029
33.2804	14.34165	34.9604	5.55556	36.4805	7.1953
33.3204	10.89085	35.0004	5.1395	36.5205	6.53451
33.3604	9.2511	35.0404	5.77582	36.5605	7.31767
33.4004	8.00294	35.0804	5.43319	36.6005	6.92609
33.4404	7.70925	35.1204	6.43661	36.6405	6.28977
33.4804	7.73372	35.1604	4.96818	36.6805	5.72687
33.5204	6.92609	35.4004	5.26187	36.8005	5.28634
33.5604	6.75477	35.4404	5.53108	36.8405	4.23397
33.6804	4.99266	35.4804	4.77239	37.0805	5.38424

Resultados de la investigación.

*Handwritten signature*

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
37.1205	3.84239	38.7205	7.92952	39.7205	5.40871
37.1605	4.79687	38.7605	8.6882	39.7605	5.06608
37.2805	5.04161	38.8005	10.98874	39.8005	4.77239
37.3605	4.65002	38.8405	12.60401	39.8405	5.6045
37.4805	4.99266	38.8805	13.28928	39.8805	5.35977
37.6005	4.96818	38.9205	14.92903	39.9205	5.06608
37.6405	5.31082	38.9605	15.12482	39.9605	5.2374
37.6805	4.60108	39.0005	14.97797	40.0005	4.77239
37.7205	5.65345	39.0405	15.24719	40.0405	5.1395
37.7605	4.40529	39.0805	13.16691	40.0805	5.21292
37.9205	4.94371	39.1205	9.88742	40.1205	5.87372
37.9605	4.91924	39.1605	9.349	40.1605	5.40871
38.0005	5.18845	39.2005	7.1953	40.2005	5.1395
38.0405	4.79687	39.2405	7.6603	40.2405	5.82477
38.0805	5.09055	39.2805	7.17083	40.2805	5.40871
38.1205	4.96818	39.3205	5.87372	40.3205	6.33872
38.2405	5.26187	39.3605	5.45766	40.3605	6.6324
38.2805	4.55213	39.4005	5.99608	40.4006	7.95399
38.3205	5.31082	39.4405	5.65345	40.4406	9.03084
38.4805	4.72345	39.4805	5.2374	40.4806	11.82085
38.5205	5.62898	39.5205	5.31082	40.5206	17.15614
38.5605	6.02056	39.5605	4.79687	40.5606	18.94273
38.6005	5.67792	39.6005	5.26187	40.6006	19.92168
38.6405	6.04503	39.6405	5.38424	40.6406	18.33089
38.6805	6.77925	39.6805	5.18845	40.6806	14.63534

Resultados de la investigación.

HY

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
40.7206	11.67401	43.3206	5.35977	45.3607	5.40871
40.7606	9.03084	43.3606	5.1395	45.4007	5.11503
40.8006	7.58688	43.4006	5.06608	45.4407	5.50661
40.8406	5.67792	43.4406	4.99266	45.4807	5.6045
40.8806	6.75477	43.5606	4.52766	45.5207	5.45766
41.0006	6.06951	43.6006	5.82477	45.5607	5.94714
41.0406	5.72687	43.8006	5.2374	45.6007	5.99608
41.2006	4.91924	43.8406	5.7024	45.6407	5.58003
41.2406	5.18845	43.8806	4.6745	45.6807	5.6045
41.2806	5.06608	43.9206	5.84924	45.7207	6.43661
41.3206	5.35977	44.3206	5.01713	45.7607	7.80715
41.4406	4.33186	44.3606	4.60108	45.8007	6.51003
41.4806	5.45766	44.4006	5.75135	45.8407	6.65688
41.7206	5.26187	44.6006	5.94714	45.8807	7.02398
41.7606	4.91924	44.6406	4.89476	45.9207	6.14293
41.8006	5.18845	44.6806	5.6045	45.9607	5.62898
41.8406	5.09055	44.7206	6.31424	46.0807	5.97161
41.9606	4.69897	44.8807	5.89819	46.1207	5.33529
42.0006	4.89476	44.9207	6.77925	46.2807	5.77582
42.1206	5.92266	44.9607	5.72687	46.3207	5.67792
42.1606	6.31424	45.0007	6.09398	46.3607	5.77582
42.5206	5.6045	45.2007	5.40871	46.4007	5.38424
42.6806	5.7024	45.2407	4.99266	46.4407	5.82477
42.7206	4.94371	45.2807	5.50661	46.4807	5.77582
42.7606	5.80029	45.3207	5.40871	46.5207	6.38767

Resultados de la investigación.

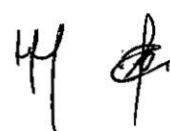


TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
46.5607	5.43319	47.5607	12.40822	49.4808	6.06951
46.6007	5.99608	47.6007	11.13558	49.5208	6.99951
46.6407	6.87714	47.6407	11.35585	49.6408	5.97161
46.6807	7.51346	47.6807	10.20558	49.6808	5.67792
46.7207	7.21977	47.7207	9.59373	49.7208	6.02056
46.7607	8.7861	47.7607	10.96427	49.7608	5.87372
46.8007	10.32795	47.8007	9.17768	49.9208	5.75135
46.8407	14.36613	47.8407	9.05531	49.9608	6.1674
46.8807	16.00587	47.8807	7.58688	50.0008	5.94714
46.9207	19.45668	47.9207	6.65688	50.0408	4.65002
46.9607	19.77484	48.0007	5.92266	50.0808	6.2653
47.0007	21.48801	48.0807	7.26872	50.1208	6.41214
47.0407	22.09985	48.1207	6.11845	50.2408	5.67792
47.0807	22.93196	48.3207	5.82477	50.2808	5.77582
47.1207	20.85169	48.3607	4.82134	50.4408	5.38424
47.1607	21.56143	48.4007	5.58003	50.4808	4.35634
47.2007	18.96721	48.6407	5.1395	50.6408	5.38424
47.2407	17.89036	48.6807	6.02056	50.6808	4.79687
47.2807	16.59325	48.8407	5.82477	50.7208	5.53108
47.3207	16.51982	48.8807	5.99608	50.7608	5.04161
47.3607	14.43955	48.9207	6.04503	50.9608	5.94714
47.4007	13.72981	48.9607	5.7024	51.0008	5.53108
47.4407	12.50612	49.0407	6.46109	51.2008	5.21292
47.4807	11.74743	49.4008	5.89819	51.2408	4.91924
47.5207	12.06559	49.4408	6.24082	51.2808	6.04503

Resultados de la investigación.

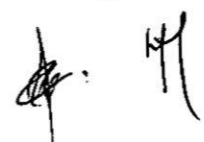




TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
51.3608	5.77582	52.5608	7.07293	53.5609	6.53451
51.4008	5.92266	52.6008	6.48556	53.6809	6.46109
51.4408	6.46109	52.6408	6.46109	53.7209	6.97504
51.5208	6.55898	52.6808	6.75477	53.8409	5.62898
51.5608	6.68135	52.7208	7.51346	53.8809	6.04503
51.6008	6.70582	52.7608	6.68135	53.9209	5.62898
51.6408	7.68478	52.8008	7.58688	53.9609	6.04503
51.6808	7.14635	52.8408	7.56241	54.0009	5.99608
51.7208	8.49241	52.8808	7.85609	54.0409	5.62898
51.7608	8.88399	52.9208	8.10083	54.0809	6.11845
51.8008	9.07978	52.9608	7.48899	54.4009	5.77582
51.8408	8.3211	53.0008	8.93294	54.4409	5.84924
51.8808	6.70582	53.0408	9.07978	54.6409	6.38767
51.9208	7.6603	53.0808	9.47137	54.6809	5.65345
51.9608	7.04846	53.1208	9.47137	54.7209	5.16397
52.0008	6.36319	53.1608	9.20215	54.7609	6.75477
52.0408	6.58346	53.2008	8.00294	54.9609	5.67792
52.0808	6.09398	53.2408	7.92952	55.0009	4.91924
52.1208	6.19187	53.2808	7.09741	55.0409	6.14293
52.1608	5.48213	53.3208	7.68478	55.2009	6.14293
52.2008	6.38767	53.3608	6.97504	55.2409	7.02398
52.3208	5.65345	53.4008	6.75477	55.2809	6.97504
52.3608	6.09398	53.4408	7.44004	55.3209	7.41557
52.4008	5.92266	53.4809	6.75477	55.3609	7.24425
52.5208	6.02056	53.5209	7.17083	55.4009	8.24767

Resultados de la investigación.

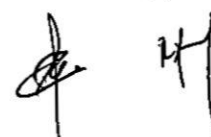


TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
55.4409	8.49241	56.6809	6.28977	58.481	33.21096
55.4809	7.83162	56.7209	5.62898	58.521	34.14097
55.5209	7.88057	56.7609	6.43661	58.561	36.46598
55.5609	8.02741	56.9209	5.75135	58.601	34.45913
55.6009	7.6603	56.9609	6.09398	58.641	33.84728
55.6409	7.68478	57.3609	5.89819	58.681	30.98385
55.6809	7.48899	57.4009	6.2653	58.721	30.17621
55.7209	7.53793	57.4409	5.58003	58.761	25.3304
55.7609	7.73372	57.4809	6.46109	58.801	25.45277
55.8009	8.07636	57.5209	5.72687	58.841	20.558
55.8409	6.06951	57.5609	6.75477	58.881	20.60695
55.8809	7.7582	57.8009	6.21635	58.921	16.22614
55.9209	7.2932	57.841	5.80029	58.961	15.93245
55.9609	7.14635	58.001	6.46109	59.001	13.21586
56.0009	6.60793	58.041	8.24767	59.041	13.31375
56.0409	6.77925	58.081	7.44004	59.081	11.99217
56.0809	7.04846	58.121	7.7582	59.121	10.10768
56.1209	5.99608	58.161	8.51689	59.161	8.29662
56.1609	6.53451	58.201	7.46451	59.201	9.07978
56.2009	5.43319	58.241	10.13216	59.241	8.39452
56.2409	6.58346	58.281	10.40137	59.281	7.44004
56.2809	6.41214	58.321	13.99902	59.481	6.60793
56.3209	6.1674	58.361	17.18062	59.681	6.19187
56.3609	5.97161	58.401	22.32012	59.721	6.31424
56.4009	5.58003	58.441	26.99462	59.761	6.68135

Resultados de la investigación.


 HP

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
59.921	5.45766	61.601	7.09741	63.0411	8.19873
59.961	5.7024	61.801	7.80715	63.0811	7.21977
60.001	6.7303	61.841	7.39109	63.4011	6.92609
60.041	5.89819	62.041	6.43661	63.4411	7.12188
60.281	6.19187	62.081	7.26872	63.4811	5.94714
60.321	6.31424	62.121	6.77925	63.5211	6.24082
60.361	5.99608	62.2811	7.80715	63.7211	5.6045
60.401	6.36319	62.3211	8.14978	64.0011	6.04503
60.641	6.11845	62.3611	8.98189	64.0411	5.75135
60.681	5.97161	62.4011	8.85952	64.0811	5.87372
60.721	6.77925	62.4411	7.88057	64.1211	6.58346
60.761	7.07293	62.4811	10.20558	64.6811	5.75135
60.801	6.95056	62.5211	9.27558	64.7211	6.33872
60.841	6.46109	62.5611	9.37347	64.8411	6.82819
60.881	6.36319	62.6011	10.25453	64.8811	5.92266
60.921	7.6603	62.6411	9.37347	64.9211	6.51003
61.041	5.94714	62.6811	10.05874	64.9611	7.51346
61.081	6.28977	62.7211	9.814	65.0011	6.55898
61.121	7.2932	62.7611	9.93637	65.0411	7.24425
61.161	6.6324	62.8011	9.64268	65.0811	6.06951
61.201	5.21292	62.8411	10.52374	65.3211	6.1674
61.241	6.36319	62.8811	9.7161	65.3611	5.87372
61.321	7.56241	62.9211	8.44347	65.5611	6.90162
61.521	6.6324	62.9611	9.30005	65.6011	7.17083
61.561	7.39109	63.0011	9.47137	65.6411	6.53451

Resultados de la investigación.



TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2Θ (grados)					
2Θ	I	2Θ	I	2Θ	I
65.6811	7.46451	68.5212	11.96769	69.5212	7.61136
65.9211	7.2932	68.5612	11.11111	69.5612	7.39109
65.9611	8.02741	68.6012	12.16349	69.6012	7.63583
66.0011	8.27215	68.6412	13.58297	69.6412	7.02398
66.0411	7.56241	68.6812	14.24376	69.6812	7.17083
66.0811	7.7582	68.7212	14.12139	69.7212	6.97504
66.2411	6.95056	68.7612	16.83798	69.8812	6.48556
66.2811	7.85609	68.8012	16.78904	69.9212	7.34214
66.3211	6.70582	68.8412	17.42535	70.1612	6.7303
66.3611	7.24425	68.8812	17.9393	70.2012	7.12188
66.5611	6.48556	68.9212	18.08615	70.2412	6.48556
67.1212	6.19187	68.9612	17.69457	70.4812	7.1953
67.1612	6.36319	69.0012	16.42193	70.5212	6.51003
67.4412	7.02398	69.0412	17.05825	70.5612	6.95056
67.7212	6.75477	69.0812	15.17376	70.8012	7.09741
67.7612	7.61136	69.1212	14.70876	70.8412	6.68135
68.0012	7.34214	69.1612	12.82428	71.1213	7.46451
68.0412	7.24425	69.2012	12.67744	71.1613	6.70582
68.2412	7.78267	69.2412	11.84533	71.2813	5.75135
68.2812	8.88399	69.2812	10.64611	71.3213	7.2932
68.3212	9.39794	69.3212	9.64268	71.3613	6.99951
68.3612	9.814	69.3612	8.7861	71.4013	7.17083
68.4012	9.86295	69.4012	8.14978	71.6413	6.31424
68.4412	10.81743	69.4412	8.00294	71.6813	7.21977
68.4812	10.03426	69.4812	8.59031	71.7213	6.65688

Resultados de la investigación.



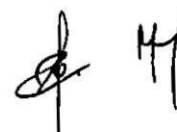
 

TABLA N° 6.1  
RESULTADOS DEL DIFRACTOGRAMA DE RAYOS - X

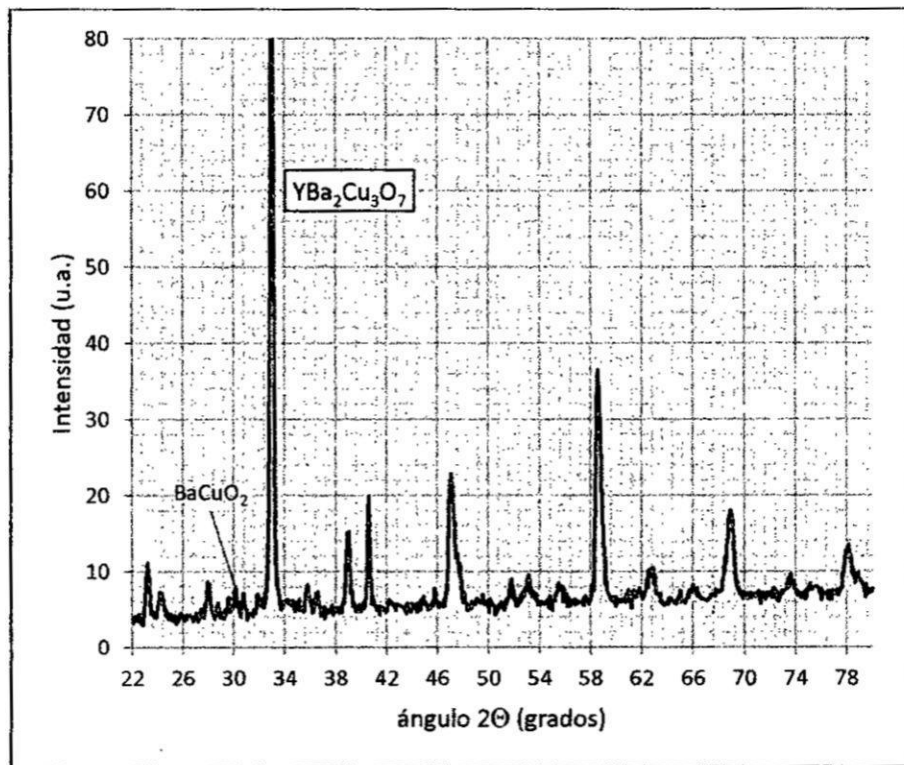
Valores representativos de la Intensidad I(u.a.) vs el ángulo 2 $\Theta$ (grados)					
2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I	2 $\Theta$	I
71.7613	6.95056	73.4413	8.00294	75.1213	8.49241
72.0813	7.26872	73.4813	8.05188	75.1613	8.00294
72.1213	7.12188	73.5213	8.95742	75.2813	7.61136
72.1613	6.58346	73.5613	8.24767	75.3214	7.92952
72.2013	7.12188	73.6013	9.66716	75.6414	8.05188
72.2413	7.83162	73.6413	9.17768	75.6814	7.95399
72.2813	7.7582	73.6813	8.6882	75.9214	6.85267
72.3213	7.2932	73.7213	8.51689	75.9614	7.21977
<del>72.3613</del>	<del>7.70925</del>	<del>73.7613</del>	<del>8.7861</del>	<del>76.0014</del>	<del>7.68478</del>
72.4013	6.77925	73.8013	8.51689	76.0414	6.28977
72.4413	7.36662	73.8413	8.02741	76.0814	7.07293
72.4813	6.38767	73.8813	8.83505	76.4414	7.21977
<del>72.5213</del>	<del>7.04846</del>	<del>73.9213</del>	<del>7.70925</del>	<del>76.4814</del>	<del>6.58346</del>
72.5613	7.24425	73.9613	7.63583	76.5214	7.39109
72.6013	6.85267	74.0013	7.12188	76.5614	7.24425
72.6413	7.21977	74.0413	7.24425	76.6014	6.36319
<del>72.6813</del>	<del>6.04503</del>	<del>74.0813</del>	<del>6.92609</del>	<del>76.8014</del>	<del>6.36319</del>
72.9213	7.48899	74.1213	7.36662	76.8414	7.53793
72.9613	7.14635	74.4413	6.55898	76.8814	7.04846
73.2013	7.58688	74.4813	7.09741	77.1614	6.95056
<del>73.2413</del>	<del>7.83162</del>	<del>74.5213</del>	<del>6.6324</del>	<del>77.2014</del>	<del>7.61136</del>
73.2813	7.70925	74.7213	6.46109	77.2414	7.1953
73.3213	8.51689	74.7613	7.53793	77.2814	7.39109
73.3613	7.73372	74.8013	6.38767	77.3214	6.92609
<del>73.4013</del>	<del>9.20215</del>	<del>74.8413</del>	<del>7.36662</del>	<del>77.3614</del>	<del>7.39109</del>

Resultados de la investigación.



Esta grafica muestra unos picos que son característicos del espectro de difracción de las sustancias cristalinas sometidas a la difracción de rayos-x. Picos que tiene relación directa con tipo de estructura cristalina de la muestra sometida a difracción de rayos-x.

GRÁFICA N° 6.1  
DIFRACTOGRAMA DE RAYOS X DEL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$



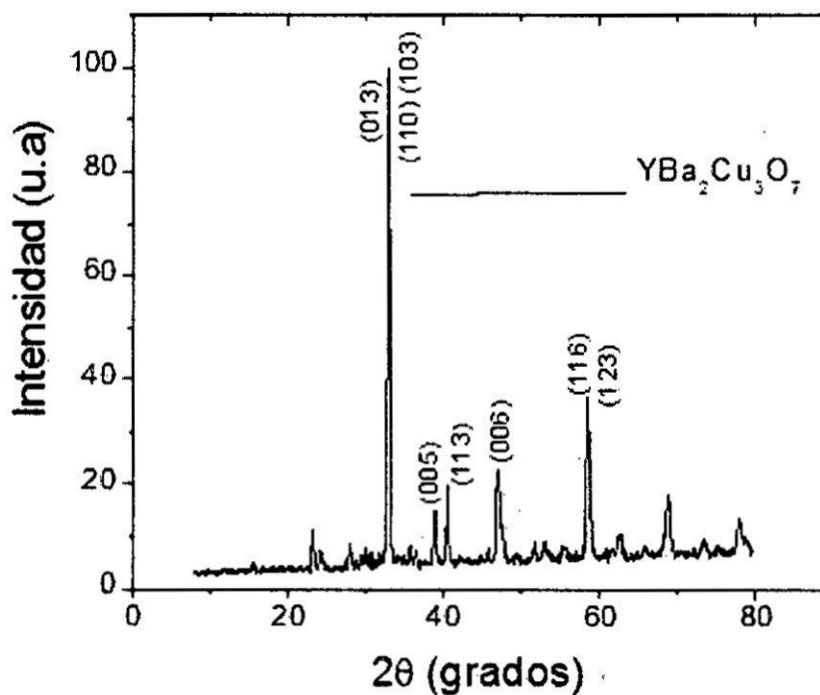
Fuente: Resultados de la investigación.

## VII DISCUSIÓN

### 7.1 Difracción de rayos X del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Los resultados del patrón de difracción de rayos-x de la muestra se observa en la Gráfica N° 7.1, en ella los picos principales, son aquellos de máxima intensidad que demuestra una buena cristalización de la muestra en la fase del recocido. Además en la gráfica se aprecia que el pico principal se encuentra aproximadamente en el ángulo  $2\theta = 33^\circ$  y para este valor la muestra presenta una fase ortorrómbica con grupo espacial Pmmm, similar a la del compuesto  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  ortorrómbico reportado por Ch. Poole Jr. [16]. Además se comprobó la existencia de otras fases presentes en la muestra, tales como  $\text{CuO}$ ,  $\text{BaCuO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  y  $\text{Y}_2\text{Cu}_2\text{O}_5$  en pequeñas proporciones.

GRÁFICA N° 7.1  
PATRÓN DE DIFRACCIÓN DE RAYOS - X DE LA MUESTRA



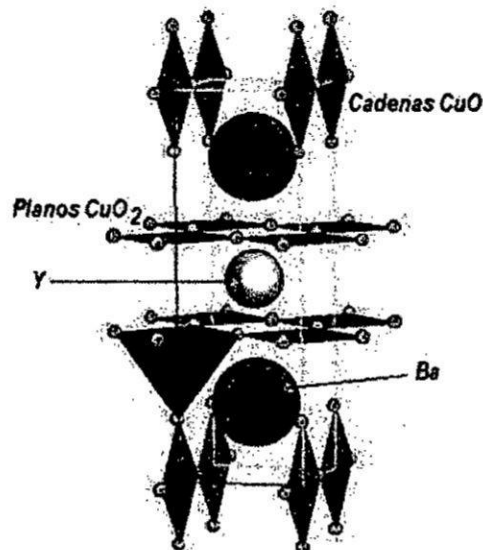
Fuente: Elaboración propia.

El refinamiento por el método de Rietveld del difractograma de rayos X de la muestra  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  se realizó utilizando el programa DBWS-9807a. Mediante este método se lograron obtener los parámetros cristalográficos y la correspondiente estructura cristalina de la muestra, haciendo uso de un modelo estructural conocido del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ .

## 7.2 Estructura cristalina del $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ :

En la Figura N° 7.1, se observa la estructura cristalina del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , estructura que se pudo determinar con ayuda del software CARINE v3.1. Con los datos de la difracción de rayos-x y aprovechando el método Rietveld se puede deducir que la estructura cristalina del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  es ortorrómbica con los parámetros de red  $a = 3.812 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.875 \text{ \AA}$  y  $c = 11.724 \text{ \AA}$ . Además los valores estadísticos del refinamiento son como sigue:  $R_p = 8.46 \%$ ,  $R_{WP} = 10.50 \%$ ,  $R_{EXP.} = 4.6 \%$ ,  $S = 2.20$ .

FIGURA N° 7.1  
ESTRUCTURRA CRISTALINA DEL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$



Fuente: elaboración propia.



### 7.3 Conclusiones

Como parte final de la presente investigación se puede mencionar las conclusiones siguientes:

- La técnica de reacción de estado sólido (RES) para la preparación de una muestra de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  es muy buena, ya que, resulta posible determinar su tipo de estructura cristalina usando la técnica de difracción de rayos-x y que está disponible en los laboratorios de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional de San Marcos.
- El refinamiento por el método Rietveld es un método para refinar estructuras cristalinas y no para encontrar la estructura de un compuesto.

## VIII REFERENCIALES

Existe en la literatura investigación sobre la preparación y caracterización del material superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  y de su potencial en aplicaciones tecnológicas. Entre los antecedentes técnicos a este proyecto, se pueden tener en cuenta los siguientes trabajos de investigación:

- [1] C. Cabrera A. Proyecto de investigación: “Caracterización estructural del  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  obtenido por el método de reacción de estado sólido”, FIQ UNAC (2017).
- [2] K. Yoshida, A. Tajima: “Recovery of superconductivity under high pressure in  $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Zn}_x)_3\text{O}_{7-y}$ ”, *Physica C*, N° 360, (2000).
- [3] M. A. Uribe Laverde. “Producción y caracterización del nuevo superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}(\text{PO}_4)_x\text{O}_{7-\delta}$ ” *Rev. Col. Física*, Vol. 39, N° 2, (2007).
- [4] V. L. De Los Santos. “Superconductivity in the system  $\text{CaLaBaCu}_{3-x}(\text{PO}_4)_x\text{O}_{7-\delta}$  with  $X= 0.1, 0.3, 0.5$ ” *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67, 605-609, (2006).
- [5] A. Bustamante. “Superconductivity in the system  $[\text{Y}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}](\text{SrBa})\text{Cu}_{3-x}(\text{BO}_3)_x\text{O}_{7-\delta}$  with  $0.1 \leq x \leq 0.5$ ” *Physica C*, 884 – 885, (2004).
- [6] P. Delgado. “Propiedades estructurales y eléctricas del sistema  $\text{Y}_{1-x}\text{Pr}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ,  $x = 0, 0.2, 0.4, 0.6, 1.0$ ” *Rev. Física*, N° 31, pg 19, (2005).



- [7] R. Bellido. "Preparation and characterization of the superconductor  $\text{CaLaBaCu}_{2.8}(\text{BO}_3)_{0.2}\text{O}_{6.4}$  compound". *Physic C*, 408 – 410, (2004).
- [8] B. D. Cullity, "Elements of x-ray diffraction". 20 Ed. AddisonWesley Reading, Massachusetts, (1978).
- [9] O. Guzmán, Paz Del Ángel, A. Montoya, P. Bosch, D. R. Acosta, A. Ruano, H. Rojas, J. M. Domínguez, C. Falcony. *Revista del Instituto Mexicano del Petróleo*. Vol. XIX, N° 4, Octubre 1987 p.50=58.
- [10] M. A. Beno, L. Soderholm, D. W. Capone, D.G. Hinks, J. D. Jorgensen, J.D. Grace and Ivan K. Schuller. *Appl. Phys. Lett*, Vol 51, N° 1, 6 July 1987 p. 57-59.
- [11] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Gao. Z. J. Huang, Y. Q. Wang y C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* 58, 908 (1987).
- [12] Koji Ikeda, Masakatsu Nagata, Minoru Ishihara. *Japanese Journal of Applied Physics* Vol. 27, N° 2 February 1988, pp. L202-L205.
- [13] Chan Park and Robert L. Snyder. *Structures of High-Temperature Cuprate Superconductors*. *J. Am. Ceram. Soc.* 78(12) 3171-94 (1995).
- [14] V. P. S. Awana, J. Horvat, H. K. Liu, S. X. Dou, Rajvir Singh, A. V. Narlikar, M. P. Das. *Physica C* 301 (1998) 205 – 214.
- [15] Charles Kittel. "Introducción a la Física del Estado Sólido" Cap. 12, pág. 406. Ed. Reverté S.A. 1998.

- [16] Ch. P. Poole Jr., H. A. Farach, R. J. Creswick, "Superconductivity" Editorial Academic Press, Elsevier. San Diego, California, USA 2007.
- [17] L. Ramon, "Introducción al Método Rietveld", CIE, UNAM, 2007
- [18] A. J. Barón G. "Sustitución de elementos 3d en el sitio del Cu en el compuesto superconductor  $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ " Rev. Col. Física, Vol. 38, N° 1, (2006).
- [19] R. Bellido, "Síntesis y propiedades conductoras del compuesto  $\text{CaLaBaCu}_{2.9}(\text{BO}_3)_{0.1}\text{O}_{6.7}$ ", FIQ – UNAC (2013).
- [20] C. Cabrera A. "Estudio de las propiedades magnéticas del superconductor  $\text{CaLaBaCu}_3\text{O}_7$ ", FIQ – UNAC (2012)
- [21] R. A. Young, "The Rietveld Method", International Union Crystallography, Oxford Science Publication, 1995.

Two handwritten signatures in black ink, one on the left and one on the right, located at the bottom right of the page.

## IX APÉNDICE

RES = Reacción de estado sólido.

DRX = Difracción de rayos - X.

(hkl) = Índice de Miller.

$2\theta$  = Ángulo de difracción.

K = Kelvin

Å = Angstroms

HTSC = Superconductores de cobre de alta temperatura.

Ton. = Toneladas fuerza.

Y = Ytrio

Ba = Bario

Cu = Cobre

O = Oxígeno

X ANEXOS

**MATRÍZ DE CONSISTENCIA**  
**CARACTERIZACION ESTRUCTURAL DEL  $YBa_2Cu_3O_7$  OBTENIDO POR EL METODO RES**

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPOTESIS GENERAL	VARIABLE	INDICADORES	METODOLOGIA A UTILIZAR
¿Será posible preparar una muestra del compuesto $YBa_2Cu_3O_7$ y conocer sus propiedades cristalográficas?	Conocer las propiedades: cristalográficas del $YBa_2Cu_3O_7$	Es posible preparar una muestra del compuesto de $YBa_2Cu_3O_7$ usando el método de reacción de estado sólido y con difracción de rayos X conocer sus propiedades cristalográficas	<b>V. INDEPENDIENTE</b> Angulo de barrido.  <b>V. DEPENDIENTE</b> Intensidad relativa	ninguno	Método RES
<b>PROBLEMAS ESPECIFICOS</b>		<b>OBJETIVOS ESPECIFICOS</b>		<b>HIPOTESIS ESPECIFICAS</b>	
¿Será posible preparar una muestra del $YBa_2Cu_3O_7$ con el método de reacción de estado sólido?	Obtener una muestra del $YBa_2Cu_3O_7$ con el método de reacción de estado sólido.	Es posible obtener una muestra del compuesto $YBa_2Cu_3O_7$ con el método de reacción de estado sólido	<b>VARIABLES</b>	<b>INDICADORES</b>	<b>METODOLOGIA A UTILIZAR</b>
¿Será posible conocer la estructura cristalina del compuesto de $YBa_2Cu_3O_7$ ?	Con difracción de rayos X identificar las fases cristalinas del $YBa_2Cu_3O_7$ y determinar los parámetros de red con refinamiento Rietveld.	Se puede determinar la estructura cristalina del compuesto $YBa_2Cu_3O_7$ con difracción de rayos X		ninguno	Método RES