



## Trabajo Fin de Grado

Realización de tratamientos láser para el control  
de propiedades de multicapas de materiales  
funcionales

Laser treatments to control the properties of multilayers  
of functional materials

Autor/es

Berta Gracia Calvo

Director/es

Elena Martínez Fernández  
Álvaro Cubero Ruiz

Grado en Ingeniería Mecánica

Escuela de Ingeniería y Arquitectura  
2020/2021

## **AGRADECIMIENTOS**

Quisiera agradecer en primer lugar a mi directora, Elena Martínez, por el tiempo que ha dedicado en ayudarme con este proyecto, siempre desde la amabilidad y paciencia, ya que su ayuda ha sido fundamental.

A mi codirector, Álvaro Cubero, por haberme enseñado las técnicas láser y por los ratos que hemos compartido juntos.

Al profesor Luis Alberto Angurel, por haberme dado la oportunidad de realizar este proyecto y por sus consejos e ideas a lo largo de estos meses.

A mis amigos y amigas de la EINA, por haber estado siempre al pie del cañón en los momentos más difíciles de esta etapa, por todo lo que hemos compartido, por vuestra ayuda, por no habernos rendido nunca.

A mis amigas, porque a veces sin entenderme, me han apoyado y animado siempre a continuar.

A mis padres, por su confianza y paciencia, por creer en mí siempre, por no dejar que tirara nunca la toalla. Sin vosotros no habría llegado hasta aquí.

## **RESUMEN**

En la actualidad, la tecnología láser está en continuo desarrollo y es de gran interés en el campo del procesado de materiales, con tratamientos que consiguen propiedades extraordinariamente útiles en numerosos campos de aplicación. Paralelamente, en el campo de los materiales superconductores, una gran cantidad de estudios se están centrando en el desarrollo de bobinas superconductoras capaces de generar campos magnéticos muy elevados que pueden ser utilizados en un abanico amplio de aplicaciones industriales.

El Trabajo Fin de Grado que recoge esta memoria se ha centrado en el uso de un láser ultravioleta pulsado de alta potencia para el tratamiento superficial de cintas multicapa superconductoras, cuya capa más externa es de plata. El haz láser escanea la superficie siguiendo una trayectoria tipo meandro. Se ha estudiado la influencia de los parámetros del tratamiento láser en el control de las propiedades microestructurales de las capas externas que componen estos materiales, evitando dañar sus propiedades superconductoras. Mediante la variación de la velocidad de barrido del haz, la frecuencia de repetición de pulsos o la superposición de tratamientos, se ha comprobado que valores similares de la fluencia acumulada  $F_{2D}$ , obtenidos con distintos valores de frecuencia y velocidad, tenían efectos muy diferentes sobre las muestras, por lo que es necesario tener en cuenta no solo  $F_{2D}$  sino también el valor de la irradiancia del pulso,  $I_p$ , y la historia del proceso. Se ha realizado una caracterización eléctrica de estas cintas, con y sin tratamiento láser, para obtener su corriente crítica a la temperatura de nitrógeno líquido (77 K).

El análisis de los tratamientos superficiales ha servido para estudiar después si la superficie tratada permitía la fabricación de uniones soldadas entre dos cintas superconductoras, con aplicación directa en la construcción de bobinas. Para ello, se planteó la fabricación de un utilaje para reproducir las uniones en el laboratorio. Se realizaron distintas uniones, con cintas sin tratar y con cintas tratadas bajo ciertas condiciones elegidas, para comprobar el efecto del procesado láser en la resistencia eléctrica de la unión a 77 K.

Tras estudiar la calidad de las uniones, se llegó a la conclusión de que realizar las mismas con la cinta previamente tratada aumentaba el valor de la resistencia eléctrica introducida con la soldadura con respecto a las uniones fabricadas con cinta sin tratar. Sin embargo, con las condiciones del tratamiento láser elegidas y siguiendo el proceso de fabricación de la unión propuesto, en ningún caso se dañaba el superconductor, ya que no disminuía la intensidad crítica.

## **ÍNDICE Y CONTENIDOS**

1- Introducción

    1.1 – Contexto

        1.1.1 – Tratamientos láser

        1.1.2 – Superconductividad

    1.2 – Alcance y objetivos

2- Materiales y métodos experimentales

    2.1 – Descripción de la cinta multicapa superconductora

    2.2 – Procesos láser

    2.3 – Caracterización de la microscopía

    2.4 – Medidas eléctricas

3- Resultados y discusión

    3.1 – Efecto del procesado láser en la microestructura

    3.2 – Superposición de tratamientos láser

    3.3 – Efecto del procesado láser sobre la corriente crítica ( $I_C$ )

4- Unión soldada de dos cintas superconductoras

    4.1 – Fabricación de uniones soldadas

        4.1.1 – Utilaje para la fabricación de uniones soldadas

        4.1.2 – Procedimiento de realización de las uniones

    4.2 – Resistencia eléctrica de las uniones

5- Conclusiones

6- Referencias

7- Anexos

# 1 – INTRODUCCIÓN

## 1.1 – Contexto

### 1.1.1 – Tratamientos láser

En los últimos años, el láser se ha convertido en una herramienta de gran utilidad en el procesado de materiales, desarrollando numerosas aplicaciones que abarcan, por ejemplo, corte, soldadura o el tratamiento superficial de todo tipo de materiales, cerámicos, metálicos, poliméricos o materiales compuestos. Se consiguen resultados muy satisfactorios que en ocasiones no son posibles de obtener con otras tecnologías, ya que el láser aporta una gran cantidad de energía focalizada con gran precisión espacio-temporal. Además, en el mecanizado láser, al no existir contacto entre la pieza y la herramienta, no hay desgaste de los útiles y tampoco es necesario un sistema complejo de sujeción de la pieza [1].

En general, un generador láser consta de tres elementos principales. El *medio activo* puede ser un gas, un líquido o un sólido y es donde una serie de átomos o moléculas se excitan desde su estado de equilibrio hasta niveles energéticos superiores. Actúa como un amplificador óptico. El *mecanismo de excitación* es el sistema encargado de aportar al medio activo la energía necesaria para que sus átomos aumenten su nivel de energía. Por último, el *resonador óptico* se encarga de amplificar los fotones generados en el medio activo, haciéndolos rebotar a través de este y dejando salir cierto porcentaje de energía. Normalmente consiste en un par de espejos colocados en los extremos del medio activo [2]. En la actualidad, existen numerosos tipos de láser con aplicaciones en el procesado de materiales a nivel industrial, como el láser de CO<sub>2</sub>, el láser de YAG, el láser de excímero o el láser de diodos.

Además de las características fundamentales de la radiación láser (monocromaticidad, coherencia espacial y temporal, direccionalidad...) también son relevantes para el procesado de materiales otros parámetros específicos de cada haz láser, como por ejemplo, la longitud de onda, si la emisión es pulsada o continua (tiempo de interacción), o la frecuencia de emisión.

La perfecta *monocromaticidad* hace referencia a una onda que vibra con una única frecuencia. Es una situación ideal que nunca se alcanza con ondas luminosas, como la radiación láser, en donde la anchura espectral es muy pequeña. La *coherencia temporal*, que está relacionada con la propiedad anterior, y con la correlación de la fase de la onda en un punto determinado en dos instantes de tiempo diferentes. La *coherencia espacial* está relacionada con la direccionalidad. Para dos puntos de onda, si su diferencia de fase se mantiene constante en un intervalo de tiempo, la onda se dice coherente espacialmente. La *direccionalidad* es consecuencia de que el medio activo del láser está colocado en una cavidad resonante. Sólo las ondas que viajen a lo largo del eje de la cavidad, o muy próximas a él, se amplifican y contribuyen al haz láser de salida.

La *longitud de onda* es un parámetro de gran interés. En función del medio activo, la radiación láser emitida presenta valores diferentes de longitud de onda  $\lambda$ . La energía absorbida por el material depende de  $\lambda$ , de sus propiedades ópticas y de las características

de la superficie, por lo que es un parámetro determinante. Por ejemplo, la absorbancia presenta un máximo en  $\lambda \sim 400$  nm para la plata y  $\lambda \sim 800$  nm para el cobre. Por último, el *tiempo de interacción*, hace referencia a si la radiación láser se deposita sobre la superficie del material en modo continuo o pulsado. En función de la anchura del pulso, los procesos de interacción láser-materia son diferentes [1].

En el procesado láser convencional, la energía láser depositada sobre el material se transforma en diferentes tipos de interacción en la pieza. Dependiendo del material se consiguen excitaciones de los electrones libres (metales), vibraciones de átomos de la red (aislantes) o ambos efectos (semiconductores). En función de la densidad de potencia de la radiación y del tiempo de interacción con la pieza, se pueden alcanzar distintos regímenes de trabajo: ruptura de gas, plasma, evaporación, fusión... Estos tipos de interacción generan procesos de calentamiento, fusión o ablación, que producen diferentes efectos como tratamientos superficiales, corte y mecanizado o soldadura, en función de las condiciones en las que se trabaje [2].

Todas las propiedades mencionadas abren muchas posibilidades en el procesado de materiales utilizando la tecnología láser. En este trabajo se ha analizado el efecto de irradiar la superficie de un material superconductor multicapa con un láser pulsado de potencia con una anchura de pulso de 300 ps.

### 1.1.2 – Superconductividad

La superconductividad es un fenómeno que se descubrió en 1911 por Kamerlingh Onnes y Gilles Holst [3]. En 1908, el físico holandés Kamerlingh Onnes llegó a enfriar el helio a una temperatura próxima al cero absoluto. En estos experimentos observó fenómenos hasta entonces desconocidos, entre ellos la superconductividad. Por **superconductividad** se entiende la propiedad que tienen algunos materiales de no oponer resistencia al paso de la corriente eléctrica. Además, estos compuestos expulsan de su interior los campos magnéticos, mientras que éstos no superen un valor límite.

Desde su descubrimiento, se inició una búsqueda para encontrar materiales (elementos químicos, aleaciones metálicas o compuestos cerámicos) que fueran capaces de alcanzar la fase superconductora a temperaturas más elevadas. A grandes rasgos, los superconductores se pueden clasificar como:

- **Superconductores tipo I:** materiales que en presencia de un campo magnético establecen corrientes en la superficie que impiden que dicho campo penetre en el material, fenómeno conocido como efecto Meissner.

Para caracterizarlos, se definen dos parámetros fundamentales; la temperatura crítica  $T_C$ , y el campo magnético crítico  $H_C$ , por encima de los cuales el material deja de ser superconductor.

- **Superconductores tipo II:** materiales que no pasan bruscamente del estado superconductor al normal, diferencia principal respecto a los superconductores de tipo I. En este caso existen dos campos magnéticos críticos,  $H_{C1}$  y  $H_{C2}$ , que dependen de la temperatura, entre los cuales coexisten el estado superconductor y el normal. En esta fase se forman vórtices por los que el campo magnético comienza a penetrar en el interior del material. Es importante evitar que estos

vórtices se muevan en presencia de una corriente aplicada, ya que ello supondría generar disipación. Esto se consigue introduciendo defectos en el material, que anclan estos vórtices. De esta forma se define una corriente crítica  $I_C$ , que depende de la temperatura ( $T$ ) y de la intensidad del campo magnético ( $H$ ), por debajo de la cual el material puede transportar una corriente constante sin disipar calor. Superado el valor de  $H_{C2}$ , los núcleos de los vórtices solapan entre sí y el campo magnético penetra totalmente en el material y se pierde por completo la superconductividad. Estos materiales son los más empleados en aplicaciones.

Paralelamente, podemos distinguir entre superconductores de **baja temperatura** (*LTS, Low Temperature Superconductor*) y superconductores de **alta temperatura** (*HTS, High Temperature Superconductor*). Los superconductores LTS fueron los primeros que se descubrieron. Algunos ejemplos relevantes desde el punto de vista de las aplicaciones son el Nb-Ti ( $T_C = 9$  K) o el Nb<sub>3</sub>Sn ( $T_C = 18$  K). El panorama cambió radicalmente con el descubrimiento en 1986 del primer óxido cerámico, LaBa<sub>2</sub>CuO<sub>4-x</sub>, con el que la superconductividad alcanzaba una temperatura crítica de 30 K. A principios de 1987, se anunció la superconductividad del **YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> (YBCO) a 92 K**, temperatura crítica notablemente superior a la del nitrógeno líquido, de 77 K. Más adelante, se consiguieron temperaturas críticas de hasta 130 K en compuestos como el Hg<sub>2</sub>Ba<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> [3].

Aprovechando estas propiedades de algunos materiales superconductores que permiten el paso de corrientes eléctricas elevadas y sin pérdidas a temperaturas bajas, incluso en campos magnéticos elevados, los conductores fabricados con estos materiales se emplean en la fabricación de bobinas que generan campos magnéticos elevados. Los conductores empleados en estas aplicaciones son hilos, cintas o cables de diversas geometrías, según el superconductor empleado, y que incorporan además distintos materiales, normalmente metales, para conseguir robustez mecánica y estabilidad térmica. Las bobinas superconductoras tienen actualmente numerosas aplicaciones, desde la fabricación de electroimanes superconductores, utilizados en instalaciones científicas o en aparatos de resonancia magnética, hasta generadores que transforman energía mecánica en electricidad. Otras aplicaciones todavía en desarrollo están enfocadas en dispositivos que aporten una mayor eficiencia energética o en transporte, en concreto en trenes de alta velocidad, aprovechando el fenómeno de la levitación que se observa con este tipo de materiales.

Uno de los problemas de la fabricación de estas bobinas con materiales superconductores HTS es que la máxima longitud que se puede alcanzar con los sistemas de fabricación actuales está limitada a valores próximos al kilómetro, por lo que, en muchos casos, se requiere poder realizar uniones de unos conductores con otros. Es por ello por lo que numerosos estudios se centran actualmente en el análisis y optimización de dichas uniones.

## 1.2 – Alcance y objetivos

El objetivo de este trabajo es analizar el efecto de la irradiación láser sobre un tipo concreto de material superconductor multicapa con un láser de alta potencia dependiendo

de los parámetros láser empleados. Se determinarán condiciones que permitan confinar el tratamiento láser a una de las capas sin dañar las propiedades de las demás. Además, se estudiará si la superficie tratada con este láser, bajo las condiciones óptimas, es apta para ser soldada y obtener bajos valores de resistencia de contacto. De esta forma, se pretende analizar el efecto del procesado láser de la superficie en los valores de resistencia eléctrica de la unión, de cara a la fabricación de bobinas de cintas de superconductor.

Para ello, se realizarán varios tratamientos láser sobre la cinta de superconductor, utilizando distintos parámetros de procesado. Se hará uso de la microscopía electrónica para analizar los cambios morfológicos y de composición generados en la superficie de las muestras, y se planteará la fabricación de un utilaje que permita fabricar las uniones mencionadas de forma reproducible. Tras ello, se realizarán los ensayos eléctricos necesarios para obtener los parámetros eléctricos relevantes y poder caracterizar la calidad de la unión.

La memoria que recoge este trabajo se estructura de la siguiente manera.

Tras definir el alcance y los objetivos, el **apartado 2 Materiales y métodos experimentales** describe el material estudiado, concretando el tipo de cinta superconductora (2.1), así como los métodos experimentales utilizados: el proceso láser (2.2), la caracterización de la microscopía (2.3) y las medidas eléctricas (2.4).

El **apartado 3 Resultados y Discusión** se centra en la discusión de los tratamientos láser utilizados, caracterizados según el parámetro  $F_{2D}$  (3.1), la superposición de tratamientos (3.2) y el efecto de éstos sobre la intensidad crítica  $I_C$  (3.3).

El **apartado 4 Uniones soldadas de cinta superconductora** recoge el estudio de las uniones soldadas de cinta superconductora, describiendo en primer lugar el proceso propiamente dicho de la fabricación de dichas uniones, utilaje y método (4.1) y la caracterización eléctrica de las mismas (4.2).

Finalmente, en el apartado **5 Conclusiones** se presenta un pequeño resumen de las conclusiones obtenidas a lo largo del trabajo, destacando lo más importante.

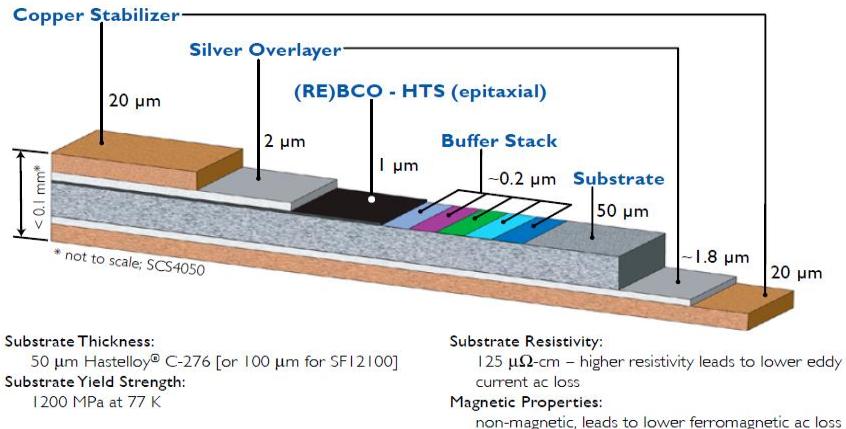
En el **apartado 6 Bibliografía** se pueden consultar las fuentes utilizadas para la realización de esta memoria y el **apartado 7 Anexos** recoge algunos anexos a los que se hará mención a lo largo de la memoria, que por extensión no se han incluido en la misma.

## **2 – MATERIALES Y MÉTODOS EXPERIMENTALES**

### **2.1 – Descripción de la cinta multicapa superconductora**

El estudio de este trabajo se ha realizado sobre cintas multicapa de 4 mm de anchura (*figura 1*) [4], suministradas por SuperPower, Inc. Este tipo de cintas se denomina “Second-Generation High Temperature Superconductor” (2G-HTS) (superconductor de alta temperatura de segunda generación). Están basadas en el superconductor **(RE)Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> (REBCO)**, siendo RE “rare earth” (elemento de tierras raras), generalmente Y o Gd. Este superconductor permite la fabricación de cintas de cientos de metros de longitud, que pueden transportar corrientes eléctricas elevadas.

Como se puede observar en la *figura 1*, la cinta con la que se va a trabajar está constituida por una estructura de capas finas de distintos materiales, que se describen a continuación.



**Figura 1:** Esquema de la cinta de superconductor YBCO Superpower ®. Fuente: [4]

Es importante destacar que, en el estudio que recoge esta memoria, la cinta utilizada no cuenta con la capa estabilizadora de cobre más exterior (*copper stabilizer*) ya que el objetivo es el tratamiento de la superficie de plata, más próxima al superconductor.

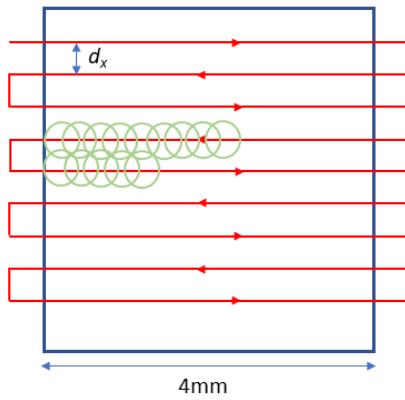
- **Capa de plata (silver overlayer):** capa de 1.8  $\mu\text{m}$ . Capa protectora directamente en contacto con el superconductor. Se elige la plata por ser un metal dúctil y maleable, y por poseer los valores de conductividad eléctrica y térmica ( $\sigma = 6,30 \times 10^7 \text{ S/m}$  y  $\kappa = 406,0 \text{ W/m K}$ , respectivamente, a 20 °C) más elevados de todos los metales.
- **Capa de superconductor (REBCO – HTS):** capa de 1  $\mu\text{m}$ . Material superconductor propiamente dicho.
- **Capa de óxidos tampón (buffer stack):** capas de aproximadamente 0,2  $\mu\text{m}$ , que tienen la función de asentar el superconductor sobre el substrato.
- **Sustrato (substrate):** capa de 50  $\mu\text{m}$ . Es la capa más gruesa de todas las que conforman la cinta de superconductor. Proporciona la resistencia mecánica al superconductor. En el caso de las cintas estudiadas es de Hastelloy® C276, una aleación compuesta por Ni, Cr, Mo, Fe y W entre otros. El substrato es no magnético, y tiene una alta resistividad (125  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ ).

## 2.2 – Procesos láser

El láser utilizado en este trabajo es un **láser ultravioleta (UV) pulsado** (Rofin-Sinar) cuyos parámetros son:

- Longitud de onda  $\lambda = 355 \text{ nm}$ .
- Anchura del pulso  $\tau_p = 300 \text{ ps}$ .
- Área del haz en el plano de incidencia  $A_b = 774 \text{ } \mu\text{m}^2$ .
- Frecuencias de repetición de pulso  $f = 250\text{--}800 \text{ kHz}$ .

Para procesar la superficie se ha empleado el método llamado ***meandering laser beam scanning*** (*figura 2*) [5]. Esta forma de trabajo consiste en el movimiento del haz de láser siguiendo una trayectoria tipo meandro en una dirección determinada (en este caso, la anchura de la cinta, 4 mm), siguiendo una línea de longitud predeterminada y controlando la velocidad de barrido del haz de láser ( $v_s$ ) y la distancia entre líneas consecutivas (en este caso,  $d_x = 5 \mu\text{m}$ ). Con esta configuración, las nanoestructuras generadas en las superficies tratadas dependerán de las características del haz láser, pero también de otros efectos como la superposición de los pulsos dentro de cada línea y entre líneas consecutivas. Es importante que los cambios de dirección del láser se produzcan fuera de la muestra (longitud de línea mayor que la anchura de la cinta) para evitar que, en el proceso de frenado del láser al cambiar el sentido del movimiento del haz, se pueda dañar localmente al material.



**Figura 2:** Esquema del método “meandering laser beam scanning” (no a escala). Se muestra el haz láser (círculos verdes) y la trayectoria del centro del haz (líneas rojas).

Para caracterizar los tratamientos láser, además de las condiciones del láser, es necesario definir los siguientes parámetros:

- **Fluencia  $F_p$ :** energía por unidad de área de un pulso dado, donde  $P$  es la potencia media del láser (W) y  $A_b$  es la sección transversal del haz en el punto de incidencia láser,  $P$  se controla mediante la corriente de bombeo del láser. En este modelo de láser, para una misma corriente de bombeo, la  $P$  depende de  $f$ . En el *Anexo I* se incluye la tabla de calibración del láser.

$$F_p = \frac{P}{f} \frac{1}{A_b} \quad (1)$$

- **Irradiancia  $I_p$ :** potencia por unidad de área de un pulso dado. Normaliza la fluencia respecto a la duración del pulso.

$$I_p = \frac{F_p}{\tau_p} \quad (2)$$

- **Frecuencia acumulada  $F_{2D}$ :** tiene en cuenta el solapamiento de pulsos en el barrido del haz láser sobre la superficie, tanto en una línea como entre dos líneas consecutivas, y viene dado por [6]:

$$F_{2D} = \frac{A_b}{d_x d_p} F_p \quad (3)$$

Donde  $d_p$  es la distancia entre dos pulsos láser en una línea ( $d_p=v/f$ ) y  $d_x$  la distancia entre dos líneas consecutivas.

Así, para cada una de las pruebas realizadas, conocidos los parámetros del láser y a partir de las variaciones realizadas, se han obtenido los valores de estos parámetros que junto a las imágenes de microscopía han permitido clasificar los tratamientos realizados.

### 2.3 – Caracterización de la microscopía

Para el estudio de los cambios superficiales en las cintas de superconductor tratadas con el láser se ha utilizado un **microscopio electrónico de barrido** (Field-emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) (Carl Zeiss MERLIN), equipado con un sistema de espectroscopia por dispersión de energía de rayos X (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS) (INCA350 Oxford Instruments).

Un microscopio electrónico es capaz de obtener imágenes de alta resolución haciendo incidir un haz de electrones sobre la muestra. La interacción electrón-materia hace que se generen dos tipos de electrones: SEs (*secondary electrons*), en español, electrones secundarios, y BSEs (*backscattered electrons*), electrones retrodispersados. Así, distintos tipos de detectores son capaces de detectar ambos tipos de electrones, y las señales de los detectores se usan para crear las imágenes y generar información sobre las propiedades de la muestra [7]. A continuación, se explica brevemente dichos tipos de detectores y su campo de utilización.

- **Detector in-lens.** Aplicación típica: estudio de la estructura de la superficie. Los electrones secundarios se generan en la región superior de la superficie de interacción generada, por lo que proporcionan información directa sobre la superficie de la muestra. La principal ventaja de utilizar este tipo de detector es la alta eficiencia de detección, especialmente a bajos voltajes.
- **Detector SE.** Aplicación típica: topografía y estructura de la superficie.
- **Detector AsB.** Aplicación típica: topografía (orientación de los cristales) y contraste de composición. El uso de electrones retrodispersados (BSEs) hace posible mostrar las diferencias de composición en la muestra. Los distintos tonos de grises permiten identificar regiones con diferente composición química.

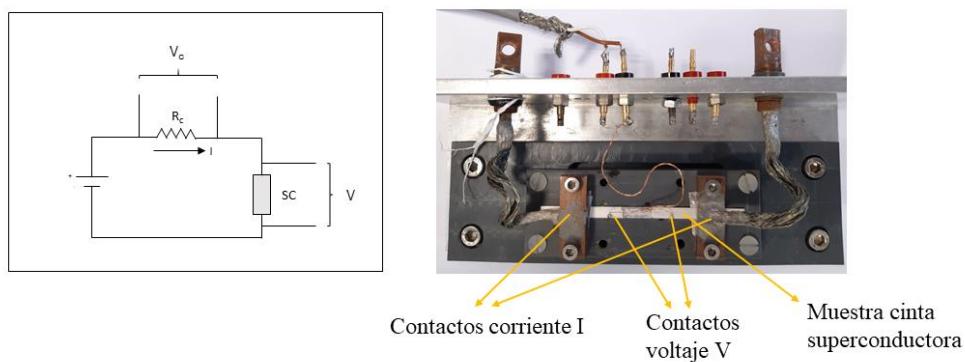
En este trabajo, también se ha empleado **EDS** para analizar la composición local en diferentes regiones de las muestras tratadas por láser.

El voltaje aplicado influye directamente en la penetración de los electrones sobre la muestra. Así, a mayor energía, la interacción sobre la muestra es mayor y también la profundidad de la penetración. En nuestro estudio utilizamos un voltaje de 5 kV. Utilizar voltajes bajos, del orden de 1 a 5 kV es necesario para obtener una información más representativa de la superficie.

## 2.4 – Medidas eléctricas

Se ha realizado una caracterización eléctrica de las cintas superconductoras antes y después de los tratamientos láser, para obtener el valor de la corriente crítica. La figura 3 muestra un esquema del circuito eléctrico empleado. Tal y como se observa, la medida se realiza por cuatro puntos, es decir, dos contactos para la inyección de la corriente y dos para la medida del voltaje en la muestra. De este modo se pueden medir pequeños valores de voltaje en la muestra, que si midiéramos por dos puntos quedarían enmascarados por la contribución mucho mayor de la resistencia del cableado y contactos. Para realizar este experimento, la muestra se instala en un portamuestras, tal como se muestra en la figura 3, y se sumerge en nitrógeno líquido (temperatura de 77 K).

Para esta medida se ha empleado el sistema de medida disponible en el laboratorio de Superconductividad que utiliza el grupo de investigación Láser, Energía y Materiales Avanzados (LEMA). En este sistema, mediante una tarjeta de adquisición de datos (DAQ), un amplificador y el software LabVIEW, se puede programar una rampa de corriente en la fuente de corriente y registrar los valores de voltaje generado en una resistencia calibrada ( $V_c$ ) y en la muestra ( $V$ ) durante dicha rampa. De esta forma, obtenemos la representación de  $I$  ( $=V_c/R_c$ ) y  $V$  en función del tiempo, y combinando ambas obtenemos la curva  $V(I)$  de la cinta superconductora. En este trabajo se han empleado rampas de 2 o 3 segundos de duración. De esta forma se evita que la cinta superconductora se pueda dañar por calentamiento cuando la corriente sobrepasa su corriente crítica.



**Figura 3:** (Izquierda) Esquema del circuito eléctrico del sistema para la medida I-V de las cintas superconductoras. (Derecha) Cinta superconductora instalada en el portamuestras para la medida de  $I_c$  a nitrógeno líquido. Se muestran los contactos de corriente y de voltaje.

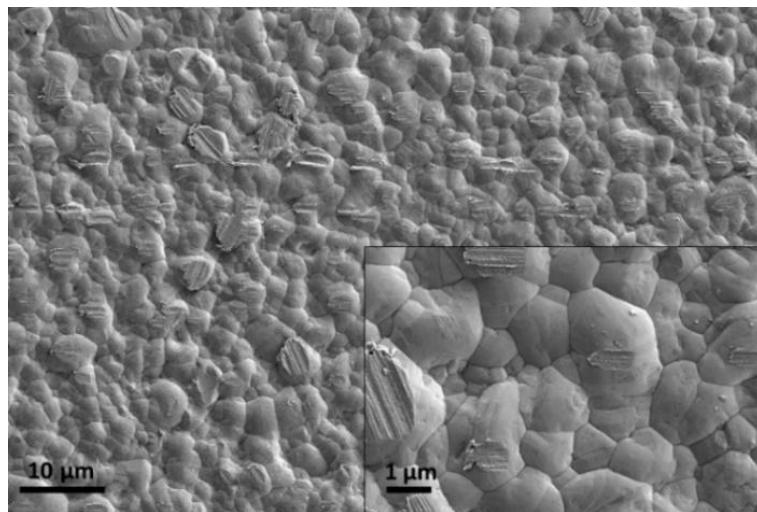
## **3 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En este apartado se va a analizar el efecto del tratamiento láser sobre la microestructura de la capa estabilizadora de cintas de 2G-HTS mediante microscopía electrónica de barrido y las propiedades superconductoras de dichas cintas multicapa. Como se ha comentado en el apartado 1.2, el procedimiento seguido durante este trabajo fue el de tratar con láser la superficie de las muestras de cinta superconductora y analizarlas en el microscopio FE-SEM. De este modo podemos elegir qué combinaciones de parámetros láser permiten afectar la capa estabilizante de plata sin deteriorar el aspecto de la capa superconductora, y que por tanto son adecuadas para medir la variación de las propiedades superconductoras.

### 3.1 – Efecto del procesado láser en la microestructura

En este apartado se va a estudiar el efecto de los distintos parámetros del tratamiento definido en el apartado 2.2 en las diferentes pruebas realizadas, observando el cambio de la microestructura de las muestras.

En primer lugar, se muestra una imagen de la superficie de la capa estabilizadora de plata de la cinta sin tratar. Se puede ver la forma característica de los granos de plata (*figura 4*).



**Figura 4:** Imágenes FE-SEM (detector SE) de la superficie de la cinta sin tratar.  
El recuadro muestra una imagen a mayor aumento.

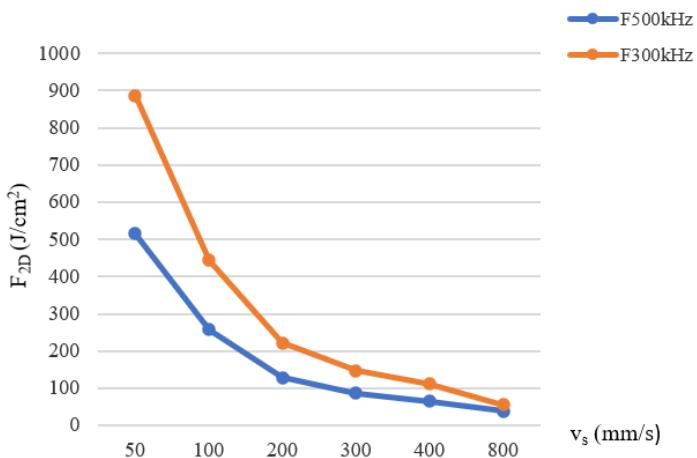
Se realizaron distintos tratamientos variando  $f$ ,  $F_p$  y  $v_s$ . Así, las *tablas 1* y *2* recogen los valores del parámetro  $F_{2D}$  para distintos tratamientos a estudiar para dos pruebas distintas. La primera corresponde a 500 kHz y  $F_p = 0,28 \text{ J/cm}^2$  y la segunda a 300 kHz y  $F_p = 0,81 \text{ J/cm}^2$ . La *figura 5* ilustra los valores del parámetro  $F_{2D}$  para ambas pruebas en función de la velocidad del barrido del láser.

Tratamiento	T500-1	T500-2	T500-3	T500-4	T500-5	T500-6
$v_s$ (mm/s)	800	400	300	200	100	50
$F_{2D}$ (J/cm <sup>2</sup> )	32	64	86	129	258	516

**Tabla 1:** Valor de  $F_{2D}$  en los distintos tratamientos láser realizados fijando  $f = 500$  kHz,  $P = 1,1$  W,  $F_p = 0,28$  J/cm<sup>2</sup>,  $I_p = 0,95$  GW/cm<sup>2</sup>,  $d_x = 5\mu\text{m}$  y variando la velocidad de barrido del láser.

Tratamiento	T300-1	T300-2	T300-3	T300-4	T300-5	T300-6
$v_s$ (mm/s)	800	400	300	200	100	50
$F_{2D}$ (J/cm <sup>2</sup> )	55	111	148	222	443	886

**Tabla 2:** Valor de  $F_{2D}$  en los distintos tratamientos láser fijando  $f = 300$  kHz,  $P = 1,89$  W,  $F_p = 0,81$  J/cm<sup>2</sup>,  $I_p = 2,71$  GW/cm<sup>2</sup>,  $d_x = 5\mu\text{m}$  y variando la velocidad de barrido del láser.



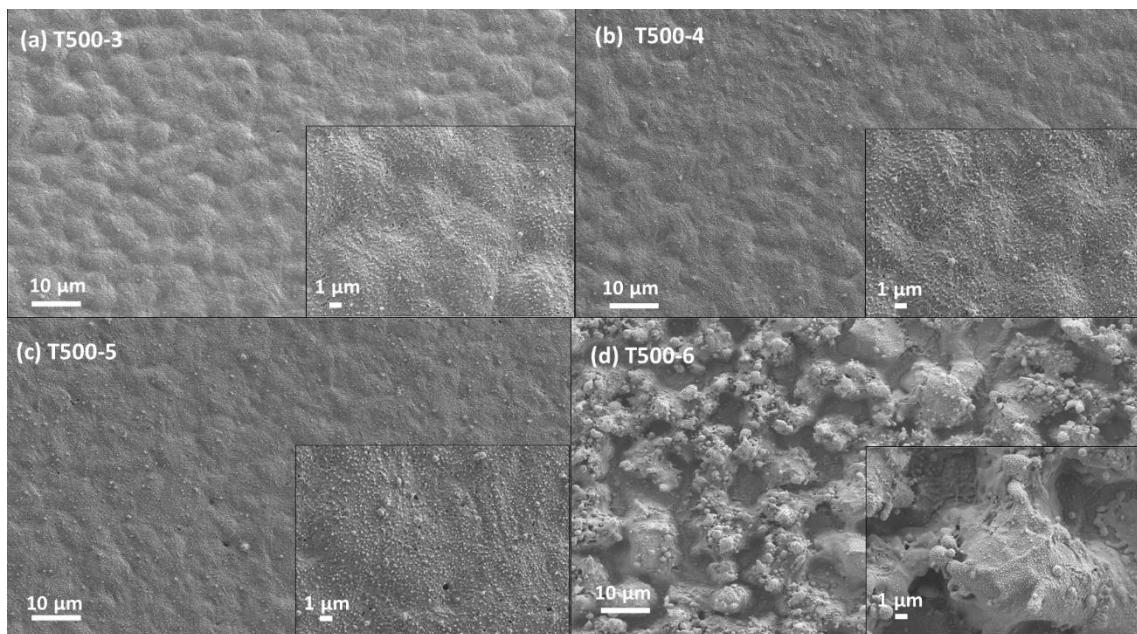
**Figura 5:** Valores del parámetro  $F_{2D}$  (J/cm<sup>2</sup>) frente a la velocidad  $v_s$  (mm/s) de barrido del haz de láser.

En la figura 6 se muestran las imágenes FE-SEM de la superficie de la cinta tras algunos de los tratamientos láser recogidos en la tabla 1 ( $f = 500$  kHz,  $F_p = 0,28$  J/cm<sup>2</sup>). Para velocidad de  $v_s = 300$  mm/s, correspondiente a fluencia  $F_{2D}$  de aproximadamente 86 J/cm<sup>2</sup> (figura 6a) los límites de grano de la plata aparecen más difuminados que en la muestra sin tratar (figura 4), además se aprecian pequeñas gotas de plata fundida sobre la superficie. Al disminuir  $v_s$ , es decir, aumentar  $F_{2D}$  (figura 6b) este efecto es más acusado. Al alcanzar un valor de  $F_{2D} = 258$  J/cm<sup>2</sup> (figura 6c) comienzan a generarse nuevos fenómenos: se aprecian además pequeños agujeros negros, como consecuencia de que se ha eliminado localmente la plata y empieza a detectarse la capa de superconductor. Finalmente, para  $F_{2D} = 516$  J/cm<sup>2</sup> (figura 6d) se observa una superficie más inhomogénea que las anteriores y con muchos más defectos. Este tratamiento ha eliminado parcialmente la plata en algunas regiones, y la que queda sobre la muestra se aglomera. De forma similar, podemos analizar el efecto del tratamiento láser recogido en la tabla 2 ( $f = 300$  kHz,  $F_p = 0,81$  J/cm<sup>2</sup>) que se muestran en la figura 7. Cualitativamente, el comportamiento es similar al descrito para  $f = 500$  kHz, aunque en este caso aparece un

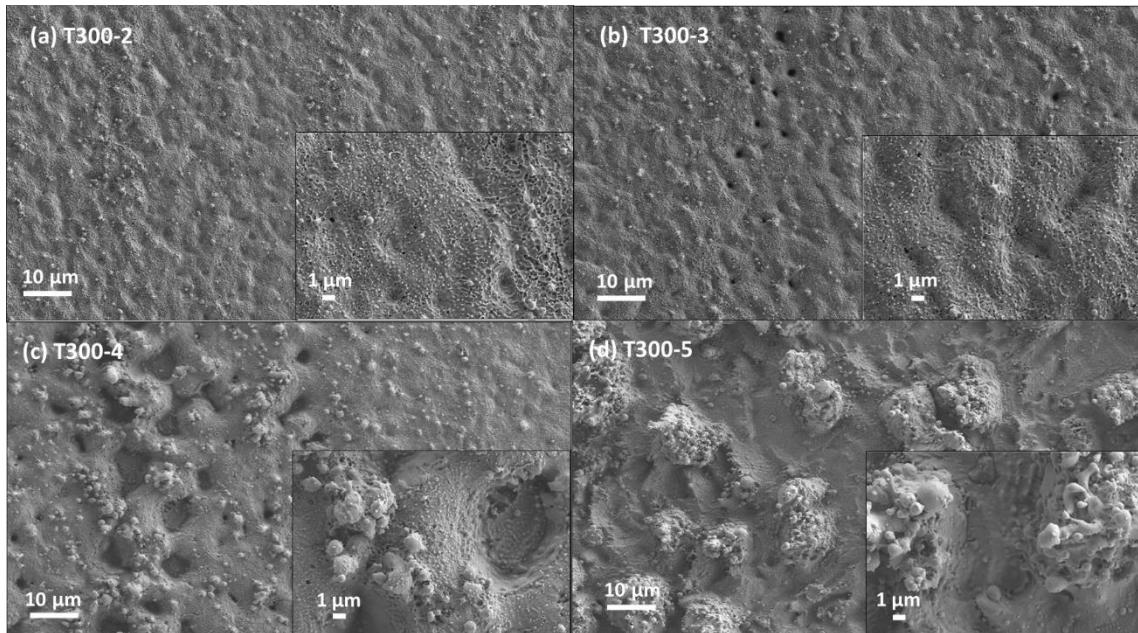
mayor número de partículas de fundido. Además, en algunos casos (*figura 7c*), la microestructura no es homogénea.

Estas diferencias ponen de manifiesto que el valor de la energía por pulso es también relevante a la hora del diseño del experimento. Para ello se pueden comparar las microestructuras de las *figuras 6* y *7* que presenten valores similares del parámetro  $F_{2D}$ . Por ejemplo, si comparamos T500-4 ( $F_{2D} = 129 \text{ J/cm}^2$ , *figura 6b*) y T300-2 ( $F_{2D} = 110 \text{ J/cm}^2$ , *figura 7a*) podemos observar como en los dos casos se han difuminado los límites de grano, aunque en mayor medida para la T300-2, pese a ser un tratamiento con un valor de  $F_{2D}$  ligeramente menor.

La diferencia observada se hace incluso más notable al comparar las superficies de los tratamientos T500-5 ( $F_{2D} = 258 \text{ J/cm}^2$ , *figura 6c*) y T300-4 ( $F_{2D} = 221 \text{ J/cm}^2$ , *figura 7c*). Pese a corresponder este último a un valor ligeramente menor de  $F_{2D}$ , la superficie presenta zonas con importantes acumulaciones de plata y grandes agujeros (izquierda de la imagen *7c*), junto con otras zonas en las que el efecto ha sido menos intenso (derecha de la imagen *7c*). Sin embargo, la superficie T500-5 (*figura 6c*) presenta un aspecto más homogéneo, aunque con la formación de pequeños puntos negros ya mencionados anteriormente.



**Figura 6:** Imágenes FE-SEM (detector SE) de la superficie de la cinta con distintos tratamientos a 500 kHz y diferentes velocidades (ver tabla 1). Las imágenes interiores muestran detalles de la superficie.



**Figura 7:** Imágenes FE-SEM (detector SE) de la superficie de la cinta con distintos tratamientos a 300 kHz y diferentes velocidades (ver tabla 1). Las imágenes interiores muestran detalles de la superficie.

En conclusión, tras las pruebas realizadas y basándonos en las imágenes presentadas, el parámetro  $F_{2D}$  no es el único parámetro de procesado que permite definir la severidad del tratamiento sobre la superficie de la cinta superconductora estudiada. Para muestras con valores de este parámetro muy similares, las superficies observadas en algunos casos eran muy diferentes, y en general, **el tratamiento a una frecuencia  $f$  de 300 kHz** recogido en la *tabla 2* y *figura 7 ha sido mucho más agresivo* que el realizado a una frecuencia  $f$  de 500 kHz recogido en la *tabla 1* y *figura 6*. Este comportamiento indica la relevancia, no sólo del valor de la fluencia promedio, sino también de los **niveles de energía** con los que se trabaja en cada pulso. Valores mayores producen tratamientos superficiales más agresivos para valores similares de fluencia acumulada.

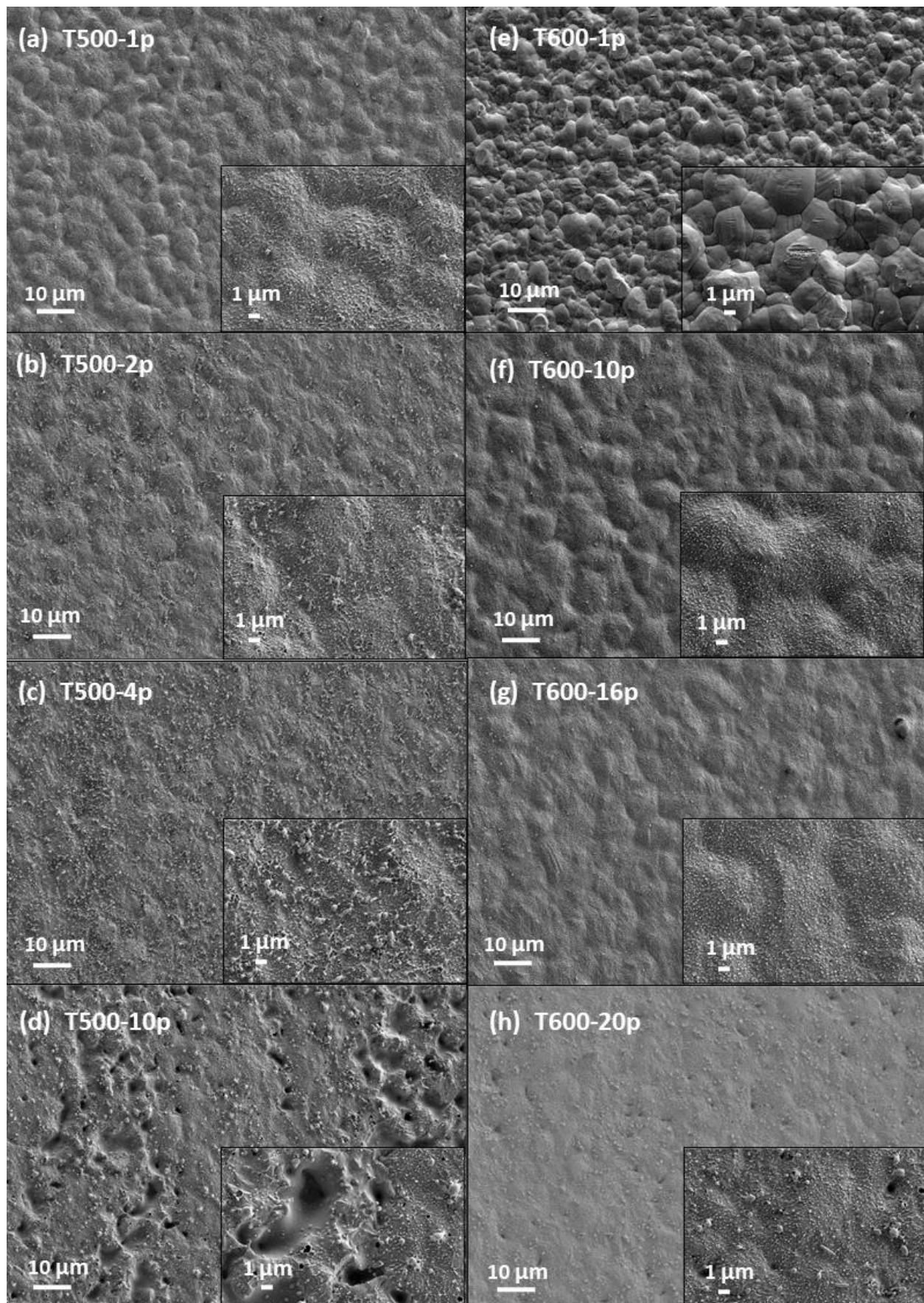
### 3.2 – Superposición de tratamientos láser

Tras las conclusiones obtenidas con el estudio del apartado 3.1, se planteó definir una estrategia que permitiera fijar parámetros del tratamiento láser y controlar con mayor precisión los efectos generados en la superficie de las cintas sin dañar el superconductor. Así, el procedimiento seguido en este caso fue el de **superponer un número determinado de veces un tratamiento muy suave** sobre una misma superficie de cinta superconductora, **sin variar los parámetros**. Con este método de trabajo se realizaron dos pruebas, una a 500 kHz y otra a 600 kHz, con los parámetros recogidos en la *tabla 3*.

Tratamiento	$P$ (W)	$F_p$ (J/cm <sup>2</sup> )	$I_p$ (GW/cm <sup>2</sup> )	$v_s$ (mm/s)	$f$ (kHz)
T500-Xp	0,7	0,11	0,38	500	500
T600-Xp	0,92	0,2	0,66	500	600

**Tabla 3:** Parámetros láser para los tratamientos a 500 y 600 kHz. X hace referencia al número de repeticiones, siendo  $X = 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12$  en el caso de T500-Xp y  $X = 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20$  en el caso de T600-Xp.

La figura 8 recoge las imágenes de algunos tratamientos reflejados en la tabla 3 cuyas microestructuras guardan similitudes con las mostradas con los tratamientos más suaves de la figura 6 y que se pasan a comentar a continuación. Observando la superficie (a) y (e), tras la primera pasada con las dos condiciones, se detecta que la superficie de la muestra (e) procesada a mayor frecuencia y menor fluencia se muestra prácticamente inalterada con respecto a una muestra sin tratar (figura 4), mientras que en la procesada a 500 kHz (a) se aprecia como el láser ha conseguido difuminar notablemente los bordes de grano. También se observa que los tratamientos realizados a 600 kHz han permitido alcanzar el doble de repeticiones, sin afectar negativamente a la superficie, con respecto a los tratamientos a 500 kHz, de mayor fluencia y energía de pulso. A efectos prácticos esto se traduce en un **mayor control en el tratamiento de la superficie**. Trabajar con estas condiciones y mediante la forma de trabajo estudiada en este apartado, permite **modificar poco a poco la superficie**, siendo capaces de controlar los cambios generados en la plata manteniendo incluso el 100% de esta sobre las muestras.

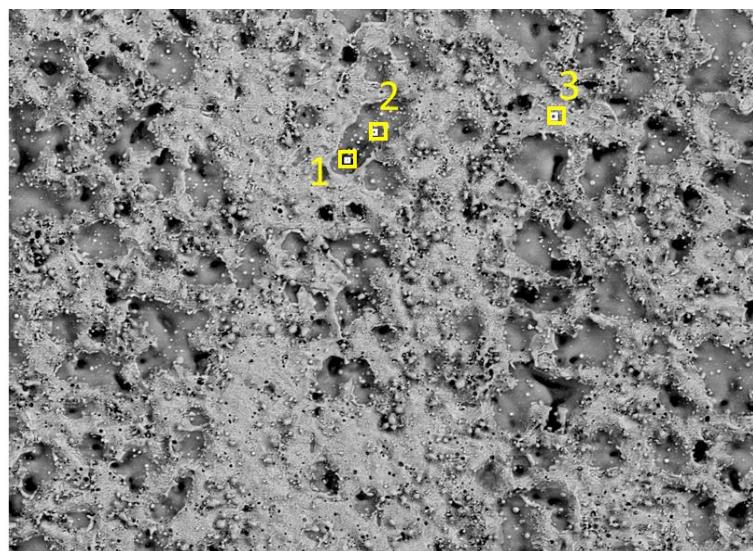


**Figura 8:** Imágenes FE-SEM (detector SE) de la superficie de la cinta de distintos tratamientos de las tablas 3 y 4. Las imágenes interiores muestran detalles de la superficie.

Se realizó **análisis de composición mediante EDS** en alguno de los tratamientos realizados para completar el estudio sobre el estado de la superficie de la muestra.

A modo de ejemplo, se muestra en la *figura 9* el análisis obtenido para el tratamiento T500-10p (*figura 8d* y *tabla 3*). En el *Anexo II* se puede consultar con detalle la composición de los tres espectros estudiados. En el espectro 3, zona de un color más claro en la *figura 9* y aparentemente menos dañada, la mayoría de la composición es plata (85,7% at.), además se detecta un poco de níquel (1,5%) y cobre (2,5%), debido a que el área de influencia no se concentra sólo un punto. También se ha observado que la plata al enfriarse tras su fusión arrastra parte de los elementos que hay a su alrededor. En el espectro 1, fase de color mucho más oscuro, muestra que el elemento mayoritario es el níquel (60%), elemento principal del Hastelloy, que es la capa de substrato de la cinta superconductora, además de otros elementos presentes en el mismo como el hierro, cobalto o cromo, en menor proporción. Aparecen también restos de elementos presentes en el superconductor, como el itrio, bario o cobre. Por último, el espectro 2, de un color intermedio entre el 1 y el 3, corresponde principalmente a zonas de material superconductor, apareciendo elementos propios del mismo en mayor proporción como pueden ser el oxígeno (42,6%), bario (5,1%), cobre (7,6%), itrio (1,8%), además de restos de plata (2,4%) y níquel (13,02%), entre otros.

Como se puede observar, el tratamiento láser consigue tratar la capa de plata de forma controlada. Sin embargo, a partir de un umbral este proceso afecta a las demás capas del material. En estos casos el tratamiento láser **no consigue eliminar capa por capa de manera uniforme** y controlada las distintas capas de la cinta multicapa, sino que aparecen distintas zonas en las que se encuentran elementos tanto de la capa más superficial de plata, de las capas tampón o incluso del substrato.



**Figura 9:** Imagen FE-SEM (detector ASB) de la superficie de la cinta con el tratamiento T500-10p, figura 8d, tabla 3, indicando las zonas en la que se analizan los distintos espectros (1,2 y 3) para obtener su composición. Ver Anexo II.

### 3.3 – Efecto del procesado láser sobre la corriente crítica ( $I_c$ )

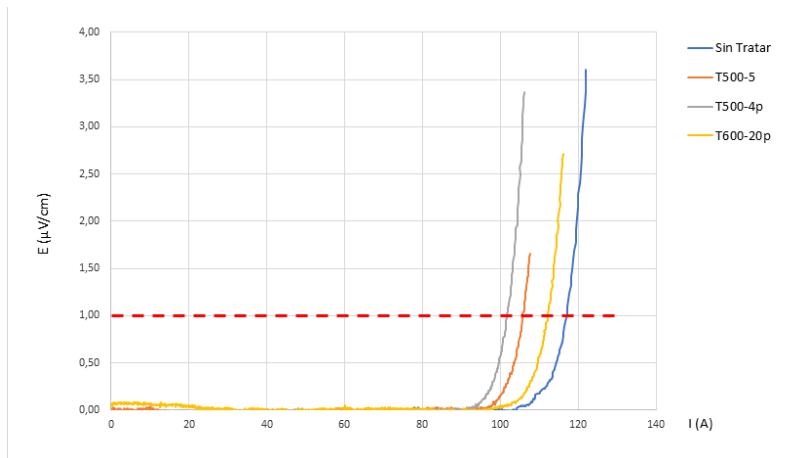
Tras lo estudiado en los apartados anteriores, se seleccionaron algunos de los tratamientos realizados para comprobar que las propiedades superconductoras de las cintas no se hubieran deteriorado. Para las medidas eléctricas, descritas en el apartado 2.4, se eligieron tratamientos en los que ya se observa cambio sustancial de la microestructura de la plata, pero descartando aquéllos en los que se vio claramente que las capas inferiores estaban muy afectadas. El objetivo de los tratamientos era conseguir modificar la superficie de plata sin deteriorar las capacidades superconductoras de la cinta, de cara al posterior estudio de la formación de uniones de unas cintas con otras. Las medidas eléctricas supusieron el último paso, tras el estudio realizado en los apartados 3.1 y 3.2, para determinar la calidad del tratamiento y para valorar si era apto o no para formar las uniones soldadas.

La curva  $I$ - $V$  característica de un superconductor es altamente no lineal, a diferencia de un metal. Así, el voltaje  $V$  o el campo eléctrico  $E$  generados vienen dados por las siguientes expresiones:

$$V = V_o \times \left(\frac{I}{I_c}\right)^n ; E = E_o \times \left(\frac{I}{I_c}\right)^n \quad (4)$$

$E = V / L$  (V/m) es el campo eléctrico promedio, donde  $V$  es el voltaje medido y  $L$  la distancia entre los contactos de voltaje en la muestra. Normalmente la intensidad crítica  $I_c$  se define con el criterio de  $1 \mu\text{V}/\text{cm}$ , que es el que se ha usado en este trabajo.

La figura 10 recoge las curvas  $I$ - $V$  medidas para la cinta sin tratar, una cinta con un tratamiento T500-5 (*tabla 1, figura 6c*) y los tratamientos T500-4p y T600-20p (*tabla 3, figura 8c y 8h*). En dicha figura se representa en el eje de ordenadas el campo eléctrico promedio  $E$  definido anteriormente y en el eje de abscisas a la intensidad  $I$ . Se ha representado  $E$  y no  $V$  para mostrar claramente el criterio de  $1 \mu\text{V}/\text{cm}$  (línea roja discontinua de la figura). El corte de esta línea roja con cada curva proporciona el valor de intensidad crítica  $I_c$  para cada tratamiento.



**Figura 10:** Curvas  $V/L - I$ , siendo  $L$  la separación entre los contactos de voltaje (aprox. 2.5 cm). Se muestran los resultados para la cinta sin tratar y para cintas con tratamientos T500-5 (*tabla 1, figura 6c*) y T500-4p y T600-20p (*tabla 2, figura 8c y 8h, respectivamente*).

Según lo expuesto, los valores obtenidos para la  $I_c$  fueron, aproximadamente, de **118 A** para la **cinta sin tratar** (curva azul, *figura 10*), **105 A** para el tratamiento **T500-5** (curva naranja, *figura 10*), **102 A** para el tratamiento **T500-4p** (curva gris, *figura 10*) y **113 A** para el tratamiento T600-20p (curva amarilla, *figura 10*).

Como se puede observar, la **intensidad crítica** por encima de las cuales las cintas dejan de ser superconductoras **disminuye ligeramente tras el tratamiento**. Sin embargo, la disminución no es drástica y todos los valores están por encima del valor mínimo de  $I_c$  de 94 A dado por el fabricante para el segmento de cinta empleado en este trabajo. Esto resulta interesante ya que permitirá analizar si a la hora de realizar uniones soldadas, el hecho de tratar la capa de plata permite disminuir la resistencia eléctrica de la unión. Este tema es el que se analiza en el próximo apartado.

## **4 –UNIÓN SOLDADA DE DOS CINTAS SUPERCONDUCTORAS**

Como se ha indicado previamente, el último apartado de este trabajo fue la realización de uniones soldadas para comprobar si, tras el tratamiento láser, la resistencia eléctrica asociada a la soldadura era menor que la generada al soldar las cintas con la capa de plata sin modificar. Tras caracterizar y analizar varios tratamientos láser sobre las cintas conductoras en los que se abordaban diferentes estrategias, se realizaron las medidas eléctricas pertinentes para comprobar si se habían deteriorado las propiedades eléctricas de la cinta. De entre las cintas tratadas sin reducción de los valores de corriente critica se eligieron varias candidatas para fabricar las uniones.

A continuación, se describe el proceso de fabricación de las uniones soldadas, el utilaje y la metodología, y posteriormente se discutirán las medidas eléctricas que permitieron caracterizar la calidad de las uniones, de forma similar a como se realizó con los tratamientos láser sobre las cintas superconductoras anteriormente.

### **4.1 - Fabricación de uniones soldadas**

En este apartado se va a describir el utilaje utilizado para la realización de las uniones, así como el procedimiento que se siguió.

Es importante recordar que las cintas de segunda generación no tienen secciones transversales simétricas (ver *figura 1*), por lo que las uniones se realizaron de forma que **la corriente no tenga que atravesar la capa de Hastelloy**, de alta resistencia eléctrica. Para ello, se **enfrentan las dos superficies de plata más próximas a la capa superconductora**. En caso contrario, la resistencia total de la unión sería mucho mayor.

#### **4.1.1 – Utilaje para la fabricación de uniones soldadas**

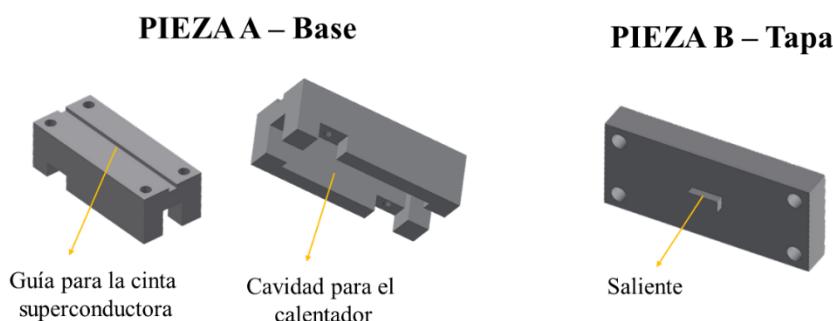
Ante la necesidad de desarrollar un protocolo de fabricación de uniones soldadas con cintas superconductoras que sea reproducible, en este trabajo se planteó la necesidad de fabricar un pequeño utilaje que actuase como caja de soldadura para reproducir en el laboratorio las uniones de forma fiable. El utilaje debía ser pequeño y manejable, que

permitiera realizar las uniones con comodidad y facilidad y que a su vez asegurara la reproducibilidad del proceso.

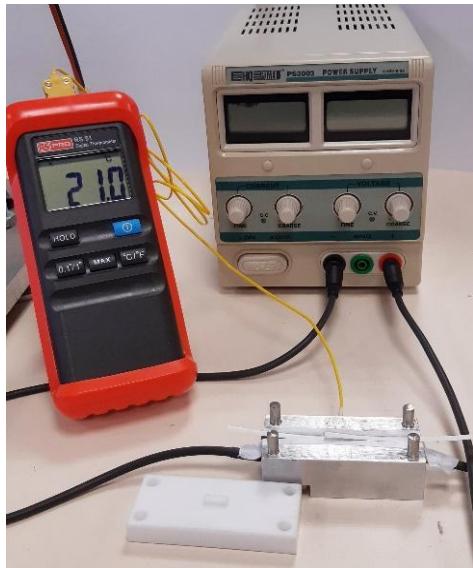
El utilaje consistió en dos piezas (ver *figura 11*, en la que se muestran vistas 3D de ambas piezas):

- La **base** (pieza A) se realizó en una aleación de aluminio, por ser un material buen conductor térmico, ligero y económico. Consistió en una pequeña caja de forma rectangular con una guía en la parte central superior de anchura ligeramente superior a la cinta superconductora. En esta guía se introducen las cintas a soldar. Se realizó una pequeña marca visual que sirve para saber hasta dónde introducir la primera cinta y así asegurar que la superficie de unión fuese de la longitud requerida, facilitando la reproducibilidad del proceso de fabricación de las uniones. Además, se dispuso de un tope de Hastelloy que se introduce previamente por el otro lado, hasta dicha marca visual. En la parte inferior de la base se realizó una pequeña cavidad para alojar la resistencia eléctrica que aporta el calor necesario para realizar la soldadura. Además, se realizó un pequeño orificio cercano a la zona de soldadura, para introducir el termopar que permite medir la temperatura del proceso cuando se realiza la unión.
- La **tapa** (pieza B), que encaja encima de la base, se fabricó de teflón, por ser un material antiadherente y aislante. Dicha tapa cuenta con un pequeño saliente con dimensiones iguales a las que tendrán las uniones de las cintas. El saliente permite que solo se ejerza presión en la parte de las cintas correspondientes a la unión soldada.

Ambas piezas se unen entre sí mediante cuatro cilindros pasantes, una vez colocadas las cintas, para asegurar que la pieza B quede en el lugar adecuado. Además, se utilizaron unos pequeños pesos que, colocados sobre la parte central de la tapa, aseguran el contacto del saliente sobre la zona a soldar. La *figura 12* muestra una fotografía del montaje empleado (termopar, lector de termopar y fuente conectada al calentador).



**Figura 11:** Vista 3D de la base (pieza A) y tapa (pieza B) del utilaje fabricado en aleación de aluminio y teflón, respectivamente, para la realización de las uniones soldadas.



**Figura 12:** Utilaje conectado a la fuente de alimentación que alimenta a la resistencia, con el termopar que muestra la temperatura que va alcanzado el proceso.

#### 4.1.2 – Procedimiento de realización de las uniones

Una vez se contó con el utilaje descrito en el punto anterior, previamente a fabricar las uniones sobre las cintas superconductoras, se realizaron varias pruebas en cintas de cobre. El objetivo de estas pruebas previas fue encontrar un procedimiento de trabajo óptimo que permitiera obtener uniones de la mejor calidad posible y una buena reproducibilidad en el método, además de poder detectar los puntos más críticos del proceso que pudieran dar lugar a errores durante la fabricación de las uniones.

Cabe destacar que todo el proceso de montaje y preparación de las cintas que se va a describir a continuación se realizó en frío. El procedimiento fue el mismo para las pruebas previas de las cintas de cobre y para las uniones finales con la cinta de superconductor.

*Paso 1* – Cortar las cintas en dos partes aproximadamente iguales y medir y marcar la zona que formará la unión, de 1 cm de longitud.

*Paso 2* – Aplicar flux para soldadura de la marca REMS.

*Paso 3* – Deposición del material de soldadura. Se empleó una aleación de indio-estaño, por su bajo punto de fusión (aproximadamente 120 °C). De esta forma no se supera nunca el límite máximo de temperatura de 250 °C, indicado por el fabricante de la cinta superconductora. Con el soldador calentado a 180 °C, se deposita el material de aporte en ambas mitades de la cinta superconductora, siempre sobre la cara más próxima al material superconductor. Se limpia con papel tras la soldadura y se vuelve a aplicar flux antes de colocar las cintas en la caja.

*Paso 4* – Preparación de la caja de soldadura. En frío, se coloca primero una cinta de teflón sobre la ranura para poder extraer con facilidad las cintas una vez soldadas. Luego se introduce (hasta la marca visual) la lámina de Hastelloy que actúa de tope, y a

su lado la primera cinta. Después, se coloca la siguiente cinta por el otro lado de manera que ambas superficies preparadas para ser soldadas hagan contacto.

*Paso 5* – Colocar la tapa de la caja de soldadura. Asegurar la estabilidad de la tapa y poner encima unos pequeños pesos en la parte central, donde la tapa ejerce la presión. Sabiendo que el área de apoyo es de  $0,4 \text{ cm}^2$ , utilizando un peso de 200 g, la presión ejercida es de  $5 \text{ N/cm}^2$ .

*Paso 6* – Conectar la fuente de alimentación para que la resistencia comience a calentar, y se produzca la soldadura. Esperar (aproximadamente, 6 minutos) hasta que la temperatura alcanzada, leída por el termopar, sea de  $145^\circ\text{C}$  y en ese momento desconectar.

*Paso 7* – Dejar enfriar el utilaje hasta una temperatura que permita manipular la caja sin peligro (aproximadamente, 15 minutos).

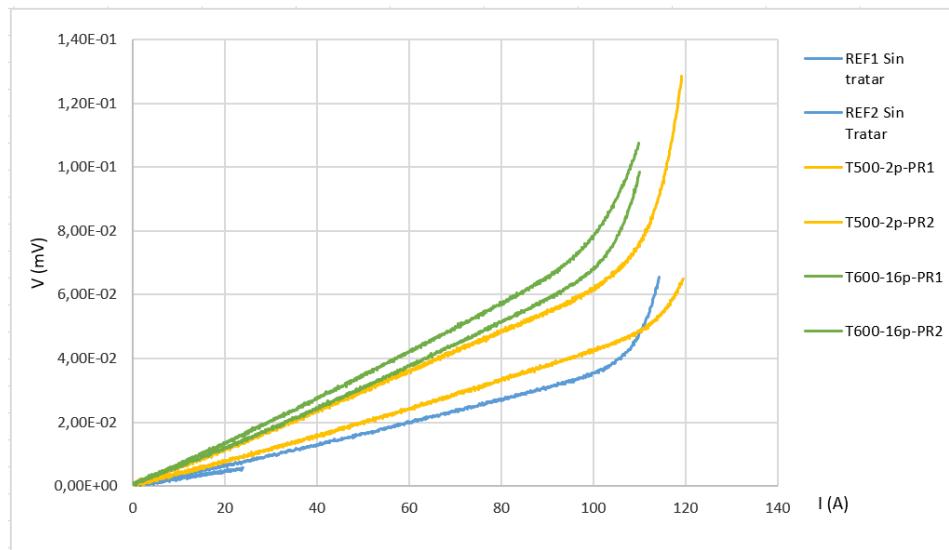
*Paso 8* – Retirar los pesos y la tapa de la caja y retirar las cintas soldadas cuidadosamente.

#### 4.2 – Resistencia eléctrica de las uniones

Una vez realizadas las uniones soldadas con las cintas superconductoras, según lo descrito en los apartados anteriores, el último paso de este trabajo fue realizar las medidas eléctricas pertinentes, igual que se hizo para las cintas individualmente, para poder caracterizar la calidad de las uniones realizadas.

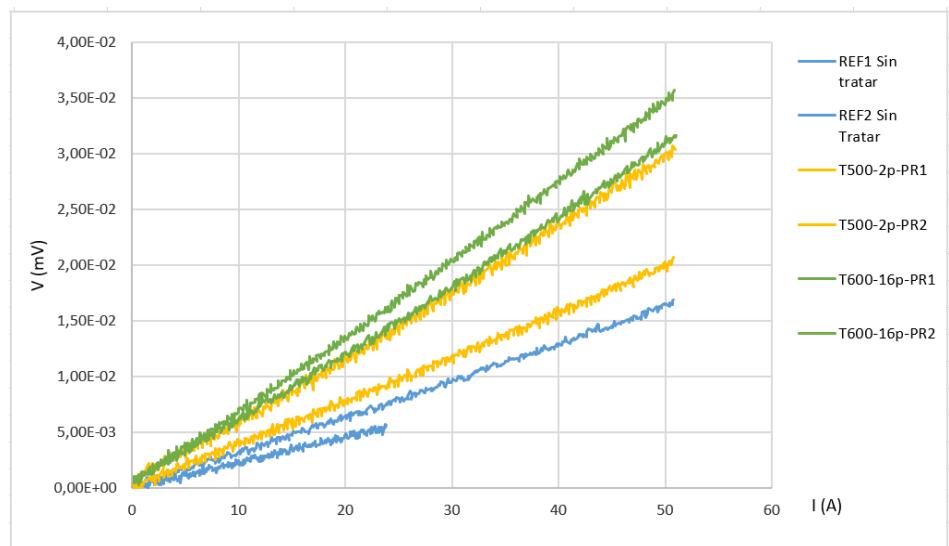
Para el análisis de las uniones se realizaron primero con cinta sin tratar, y con cinta tratada según los parámetros de los tratamientos T500-2p (*tabla 3, figura 8b*) y T600-16p (*tabla 3, figura 8g*), para tener la referencia de la unión con la cinta sin tratar y poder comparar con tratamientos a dos frecuencias distintas. Para cada uno de los 3 casos se realizaron 2 uniones, para confirmar la reproducibilidad del proceso.

Según lo descrito en el apartado 2.4, se realizaron diferentes medidas, aumentando progresivamente la intensidad  $I$ , y se obtuvieron las curvas que se pueden observar en la *figura 13*. En ella se han agrupado por colores las dos pruebas realizadas para la unión con cada tratamiento, así como para la unión con la cinta sin tratar. Las curvas son la suma de dos contribuciones; una contribución I-V lineal,  $V = R \times I$ , debida a la resistencia de la unión, y otra no lineal, debida al superconductor. Como se puede ver, en ningún caso la unión ha deteriorado la  $I_C$  ya que esta está por encima de los 100 A indicados por el fabricante en todos los casos.



**Figura 13:** Curvas V-I para las uniones realizadas con las cintas sin tratar y tratadas.

La figura 14 muestra la parte lineal de las curvas, seleccionando los valores hasta aproximadamente 50 A. A partir de estas curvas, mediante un ajuste lineal, se obtuvo el valor de la resistencia para las uniones realizadas. Los valores obtenidos se recogen en la tabla 4.



**Figura 14:** Parte lineal de las curvas V-I de las uniones, de la que se obtiene la resistencia de la unión mediante un ajuste lineal.

Tratamiento	R <sub>1</sub> ( $\mu\Omega$ )	R <sub>2</sub> ( $\mu\Omega$ )	<R> ( $\mu\Omega$ )
Referencia	0,2	0,3	0,25 ± 0,05
T500-2p	0,4	0,6	0,5 ± 0,1
T600-16p	0,6	0,7	0,65 ± 0,05

**Tabla 4:** Valores de las resistencias eléctricas de las uniones obtenidos a partir del ajuste lineal mostrado en la figura 14, para cada una de las dos muestras de cada tratamiento, así como la resistencia media.

Como se puede observar, los **valores de las resistencias de las uniones soldadas con las cintas tratadas aumentan** con respecto a las uniones de cinta sin tratar. Además, en el caso del tratamiento T500-2p se observa como existe bastante diferencia entre un valor y otro, como también se puede ver en la *figura 13*.

## **5 - CONCLUSIONES**

Este trabajo se ha basado en la realización de distintos tratamientos láser sobre la capa más externa de plata de las cintas multicapa superconductoras de alta temperatura de segunda generación suministradas por la empresa SuperPower ®, basadas en el superconductor REBCO. Se han obtenido las siguientes conclusiones y resultados.

Se realizaron distintos tipos de tratamientos sobre la superficie de plata de la cinta mediante el método “*meandering laser beam scanning*”, utilizando un láser pulsado ( $\tau_p = 300$  ps) ultravioleta. Variando parámetros del láser como la frecuencia de repetición  $f$  o la velocidad de barrido del haz láser  $v_s$ , se seleccionó la fluencia acumulada  $F_{2D}$  para caracterizar los tratamientos, en los que se tiene en cuenta el efecto de solapamiento del haz láser tanto lo largo de la línea que dibuja el láser como entre líneas. Sin embargo, se observó que, para muestras con valores similares de dicho parámetro, el análisis superficial de las cintas tratadas mostraba que los tratamientos podían ser muy diferentes y, en general, se concluyó que **los tratamientos a bajas frecuencias eran más agresivos que los de altas frecuencias, incluso a mayores velocidades**. Este hecho se debió a que además de a la fluencia acumulada  $F_{2D}$ , el efecto del tratamiento depende a su vez de los niveles de energía asociados a cada pulso individual.

Se realizaron también tratamientos fijando unos parámetros del procesado láser y repitiendo el proceso un número variable de veces. Trabajando de esta forma se observó que **se lograba un mayor control en el tratamiento de la superficie, pero no permitió eliminar de manera uniforme capa por capa**.

El estudio de la corriente crítica  $I_C$  de las cintas tratadas con respecto a la cinta sin tratar concluyó que en los casos en los que sólo se modificaba la capa de plata **el tratamiento láser no empeoraba las prestaciones eléctricas de la cinta**: en ningún caso se dañaba el superconductor.

Para analizar cómo afectan los tratamientos de la superficie de plata en la creación de uniones de cintas y cómo se comporta la resistencia eléctrica introducida con la soldadura, se realizaron diferentes uniones con una cinta sin tratar y con dos tratamientos seleccionados, variando los parámetros láser y trabajando por superposición de tratamientos. Tras medir los valores de la corriente crítica  $I_C$  de las cintas y la resistencia eléctrica  $R$  de la unión, se llegó a la conclusión de que **el tratamiento láser no empeoraba las propiedades superconductoras de las cintas utilizadas para fabricar la unión**, ya que la intensidad crítica de las mismas no era inferior en ningún caso a la de

la cinta de partida. Sin embargo, **la resistencia eléctrica de la unión era mayor en el caso de las uniones con cintas tratadas con láser** con respecto a la unión con cintas sin tratar.

## **6 - REFERENCIAS**

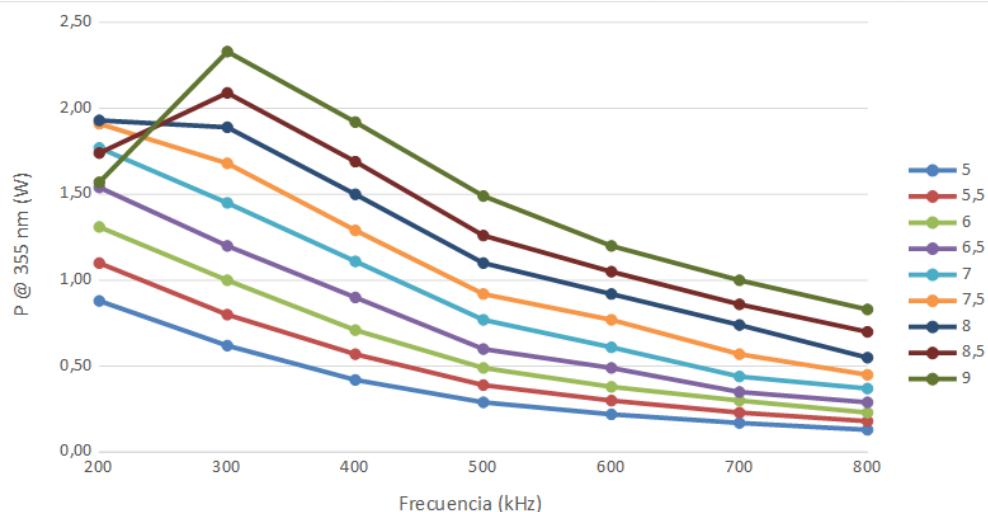
- [1] A. Cuesta, «Tecnología Láser: Aplicaciones Industriales» *Marcombo*, (2011), pp.8-12.
- [2] C. López, «Procesado y Mecanizado de cerámicas superconductoras de Bi-2212 con técnicas láser», Tesis doctoral, 2005, Universidad de Zaragoza.
- [3] D. Larbalestier, D. M. Feldmann, A. Gurevich y A. Polynaskii, «High-T<sub>c</sub> superconducting materials for electric power applications» *Nature*, vol. 414 (2001), pp. 368-377.
- [4] SuperPower-Furukawa 2013, «Superpower 2G HTS Coated Conductors» [En línea]: [<https://www.superpower-inc.com/specification.aspx>]. Último acceso: junio 2021].
- [5] Á. Cubero, E. Martínez, L. A. Angurel, G. de la Fuente, R. Navarro, H. Legall, J. Krüger y J. Bonse, «Effects of laser-induced periodic surface structures on the superconducting properties of Niobium» *Applied Surface Science*, vol. 508 (2020) 145140.
- [6] Á. Cubero, E. Martínez, L. A. Angurel, G. de la Fuente, R. Navarro, H. Legall, J. Krüger y J. Bonse, «Effects of laser-induced periodic surface structures on the superconducting properties of Niobium» *Nanomaterials*, vol. 20 (2020) 2525.
- [7] Carl Zeiss SMT AG Company, Sigma User Guide - Field Emission Scanning electron microscope, 2011.

## 7 - ANEXOS

**Anexo I:** Medidas experimentales de potencia del láser UV 300 ps (en W).

En la siguiente tabla y figura se muestran los valores de la potencia media del láser  $P$ , término de la *ecuación 1* del *apartado 2.2*, para distintas corrientes de bombeo y frecuencias de repetición.

Posición	Corriente (A)	Frecuencia (kHz)							
		200	300	400	500	600	700	800	
33	55	5	0,88	0,62	0,42	0,29	0,22	0,17	0,13
33	55	5,5	1,10	0,80	0,57	0,39	0,30	0,23	0,18
33	55	6	1,31	1,00	0,71	0,49	0,38	0,30	0,23
33	55	6,5	1,54	1,20	0,90	0,60	0,49	0,35	0,29
33	55	7	1,77	1,45	1,11	0,77	0,61	0,44	0,37
33	55	7,5	1,91	1,68	1,29	0,92	0,77	0,57	0,45
33	55	8	1,93	1,89	1,50	1,10	0,92	0,74	0,55
33	55	8,5	1,74	2,09	1,69	1,26	1,05	0,86	0,70
33	55	9	1,57	2,33	1,92	1,49	1,20	1,00	0,83



**Anexo II:** Composición, en porcentaje de peso atómico, de los distintos espectros analizados para el tratamiento *T500-10p* representado en la *figura 9*.

<b>Espectro</b>	<b>O</b>	<b>Mg</b>	<b>Al</b>	<b>Cr</b>	<b>Mn</b>	<b>Fe</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Cu</b>	<b>Y</b>	<b>Mo</b>	<b>Ag</b>	<b>Ba</b>	<b>La</b>	<b>Gd</b>	<b>Total</b>
1	8,1	0,97	0,99	10,54	1,71	4,77	1,84	59,93	3,19	0,46	0,94	3,48	1,65	0,82	0,6	100
2	42,65	5,14	4,25	4,4	3,1	1,22	0,52	13,02	7,63	1,81	2,27	2,43	5,14	3,74	2,67	100
3	9,43		0,65					1,52	2,54			85,87				100