

**PROCESSAMENTO DE MONODOMÍNIOS SUPERCONDUTORES  
YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> UTILIZANDO A TÉCNICA “TOP-SEEDED  
MELT GROWTH (TSMG)”**

**PROCESSING OF SINGLE-DOMAIN YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> SUPERCONDUCTORS  
BY MEANS OF THE TOP-SEEDED MELT GROWTH METHOD**

**Jorlandio Félix Francisco<sup>1</sup>, Pedro Rodrigues Junior<sup>1\*</sup>**

<sup>1</sup> Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG, Departamento de Física, Campus em Uvaranas, PIBIC/CNPq/UEPG

<sup>1\*</sup> Autor para contato: Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG, Departamento de Física, Campus em Uvaranas, Ponta Grossa, PR, Brasil; e-mail: prjunior@uepg.br

*Recebido para publicação em 05/06/2007*

*Aceito para publicação em 09/08/2007*

**RESUMO**

Materiais supercondutores do tipo YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> (Y123) apresentam um grande potencial de aplicações tecnológicas. Por outro lado, para atingir estas potencialidades estes materiais devem apresentar determinadas características que dependem intrinsecamente do processo de preparação adotado. Neste trabalho apresentamos um estudo sobre o processamento de monodomínios de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> utilizando a técnica “top-seeded melt growth (TSMG)”. Os monodomínios foram processados a partir da mistura dos precursores YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> (Y123), Y<sub>2</sub>BaCuO<sub>5</sub> (Y211) e CeO<sub>2</sub>, nas seguintes proporções [75% Y123 + 25 % Y211] + 1% wt CeO<sub>2</sub>. São discutidos diferentes ciclos térmicos utilizados no processamento, as características da morfologia superficial dos monodomínios e as propriedades de transporte eletrônico.

Palavras-chave: texturização por fusão, YBCO monodomínios, propriedades de transporte, microestrutura.

**ABSTRACT**

Fusion-processed YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> is a promising material for technological applications. Thus, the control of the various properties of this material is essential for these applications. This control depends closely on the fabrication process of the superconducting material. In the present work, we study the processing of single-domain YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub>, by means of the top-seeded melt-growth (TSMG) technique, using a single-domain Nd-Ba-Cu-O bulk crystal as the seed. The

composition of the samples was (75%  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  + 25 %  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ ) + 1% wt  $\text{CeO}_2$ . Different thermal cycles used in the processing of the samples and the properties of morphological surface and electronic transport were studied.

Key words: processing through melting, single-domain YBCO, microstructure, transport properties

## 1. Introdução

Após a descoberta dos óxidos supercondutores de alta temperatura crítica (BEDNORZ e col., 1986), uma diversidade de novos materiais supercondutores foi desenvolvida e intensamente estudada. Dentre os diversos sistemas óxidos supercondutores já estudados, o sistema  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$  (Y123) se destaca pelo seu potencial de aplicação tecnológica bem como pelo incremento no conhecimento científico que este material vem proporcionando (PATHAK e col, 2005). Por outro lado, muitas das propriedades físicas, químicas e mecânicas deste sistema necessitam serem melhoradas para viabilizar suas aplicações tecnológicas. Para muitas aplicações práticas altas densidades de corrente crítica ( $J_c$ ), da ordem de  $10^4$  a  $10^6$  A/cm<sup>2</sup>, são necessárias e frequentemente em presença de intensos campos magnéticos. A capacidade em transportar altas densidades de corrente crítica ( $J_c$ ) não é uma propriedade intrínseca destes materiais, mas, depende fortemente da sua microestrutura. Portanto, o controle da microestrutura destes materiais é fundamental para aplicações tecnológicas. Entretanto, o controle da microestrutura destes óxidos supercondutores é uma tarefa difícil de ser executada (MURAKAMI M., 1992). Os materiais supercondutores de alta temperatura crítica apresentam um pequeno comprimento de coerência ( $\xi$ ), em particular no sistema Y123,  $\xi \approx 34\text{\AA}$  no plano ab e  $\xi \approx 4\text{\AA}$  ao longo do eixo c. O comprimento de coerência,  $\xi$ , representa a distância na qual é mantida a coerência dos pares de Cooper. Para distâncias maiores que  $\xi$  ocorre a destruição do estado supercondutor. Devido ao curto comprimento de coerência ao longo do eixo c no sistema Y123, perturbações na rede cristalina podem provocar depressões no parâmetro de ordem supercondutor, resultando nas chamadas ligações fracas. As ligações fracas nestes materiais são defeitos que apresentam dimensões maiores ou iguais

a  $\xi$ . Assim, quando em um supercondutor há ligações fracas a densidade de corrente crítica, através do material, sofre uma redução entre duas e três ordens de grandeza (CRISAN, A., e col, 2001).

No caso dos materiais supercondutores processados por métodos convencionais de sinterização, as fronteiras de grãos comportam-se como ligações fracas. Durante o processo de sinterização, o não alinhamento entre os grãos é provocado a partir da formação de uma rede de discordâncias nas fronteiras de grãos. As dimensões desta desordem estrutural podem atingir diversos angstroms de extensão, as quais apresentam a mesma ordem de grandeza do comprimento de coerência. Esta situação leva a quebra dos pares de Cooper nas fronteiras de grãos resultando na supressão do estado supercondutor (GROSS R., 2005). Para eliminar estas fronteiras de grãos foi desenvolvido o método de texturização por fusão (MTG) (JIN S., e col, 1988). O método MTG é eficiente na redução das ligações fracas, porque possibilita o alinhamento dos grãos, permitindo assim grandes valores de  $J_c$  no sistema Y123 a 77K.

Após o primeiro trabalho feito por JIN e col sobre o processamento de materiais supercondutores através de fusão texturizada (melt-textured growth), muitas técnicas, baseadas no MTG, foram desenvolvidas, existindo atualmente distintas técnicas aplicáveis ao sistema Y123 (MURAKAMI M., 1992, MCGINN, P., 1995, DESGARDIN, G. e col., 1999 e GROSS R., 2005).

Quase todas as técnicas de processamento de amostras texturizadas estão baseadas numa transformação peritética que ocorre pela reação de um líquido (rico em cobre) com o composto sólido  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  (Y211). O processo de texturização produz um crescimento dos cristalitos na orientação paralela aos planos atômicos de  $\text{Cu-O}_2$  (planos ab), formando longas placas alinhadas paralelamente umas às outras. Disso

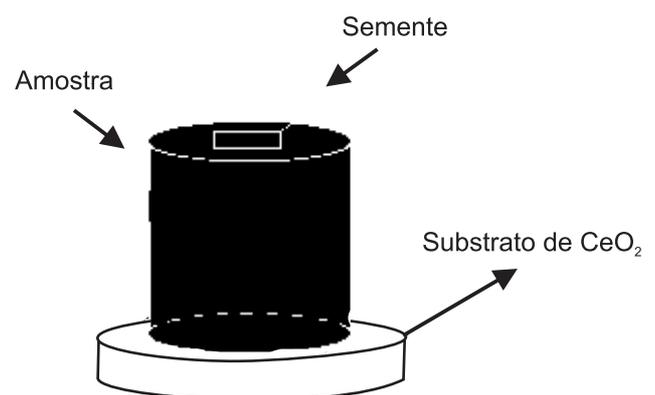
resulta uma estrutura bastante densa, com grãos grandes, reduzido número de ligações fracas e um forte aprisionamento de vórtices devido à presença de precipitados na sua microestrutura que atuam como centros de aprisionamento (MCGINN, P., 1995). Este alinhamento dos microcristais ao longo do plano ab confere ao sistema Y123 texturizado um caráter fortemente anisotrópico, que se reflete em várias de suas propriedades. Entre as diferentes técnicas de texturização, a denominada “top-seeded melt growth” (TSMG) quando aplicada ao sistema Y123 é a que melhores resultados apresenta no desenvolvimento de materiais mássicos com elevadas densidades de corrente crítica,  $J_c$ , à temperatura de nitrogênio líquido (DESGARDIN, G. e col., 1999).

Neste trabalho discutimos o processamento de monodomínios supercondutores via técnica “top-seeded melt growth” (TSMG) a partir da mistura das fases Y-123, Y-211 e  $\text{CeO}_2$ , nas seguintes proporções; [75% Y123 + 25 % Y211] + 1% wt  $\text{CeO}_2$ . São discutidos os tratamentos térmicos utilizados no crescimento dos monodomínios, a morfologia superficial dos monodomínios e medidas de resistividade elétrica em função da temperatura nas direções paralelas ao plano ab e ao eixo c.

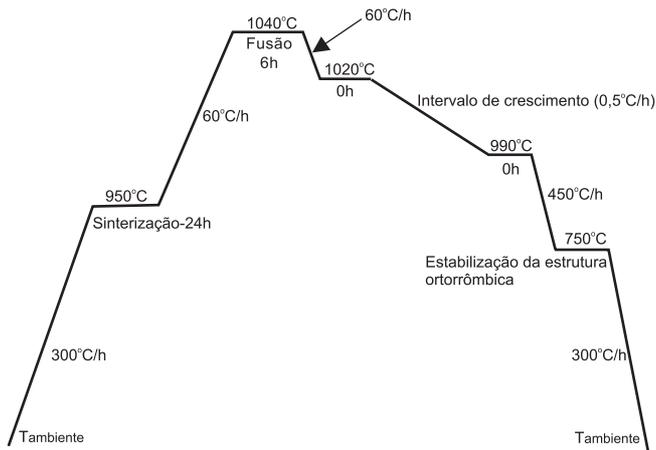
## 2. Experimental

As amostras foram preparadas pela técnica TSMG (DESGARDIN, G. e col., 1999), com a seguinte composição [75% Y123 + 25 % Y211] + 1% wt  $\text{CeO}_2$  onde as porcentagens são calculadas em relação à massa das amostras. A fase Y211 e o  $\text{CeO}_2$  são adicionadas à fase Y123 por que permitem aumentar a viscosidade do semilíquido em temperaturas acima da temperatura peritética (DESGARDIN, G. e col., 1999). Esta mistura foi macerada por um período de 12 horas em moinho de bolas, o que permite homogeneizar a mistura e reduzir o tamanho médio de partículas. A mistura foi prensada ( $P \approx 15\text{MPa}$ ) na forma de

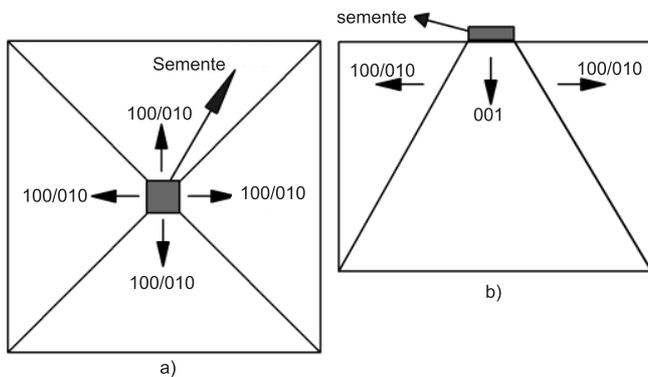
pequenos cilindros com diâmetro de 12mm e altura de 6-8mm e sinterizadas a uma temperatura de  $920^\circ\text{C}$  por um período de 24 horas para então, serem submetidas ao processo de texturização. A pastilha é depositada sobre um substrato de  $\text{CeO}_2$ , recoberto com  $\text{YbO}_2$  para evitar contaminações na amostra. Os cristais utilizados no processo, como centros de nucleação, foram cristais de  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , crescidos pela técnica Bridgman (OBRADORS, X. et al., 1997). Os cristais de  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  apresentam parâmetros de rede similar aos do sistema Y123 e tem ponto de fusão  $1085^\circ\text{C}$ . Os intervalos de temperatura correspondentes às janelas de crescimento foram percorridos com velocidades de resfriamento de  $0,5^\circ\text{C}/\text{h}$ . A figura 1 representa um esquema da amostra preparada para o processo de texturização. O tratamento térmico ao qual a amostra é submetida durante o processo de texturização é mostrado na figura 2. A figura 3 representa um esquema do crescimento do monodomínio nas diferentes direções cristalográficas. As temperaturas do tratamento térmico foram modificadas para cada amostra processada, com o objetivo de otimizar o tratamento térmico. Estas modificações foram feitas na janela de crescimento, a qual é definida no intervalo de temperaturas entre  $1000^\circ\text{C}$  e  $970^\circ\text{C}$ .



**Figura 1** - Esquema representativo de uma amostra preparada para ser submetida ao processo de texturização.



**Figura 2** - Esquema representativo do tratamento térmico utilizado no processamento das amostras.



**Figura 3** - Esquema representativo do crescimento de um monodomínio pela técnica TSMG. (a) Ilustra a forma de crescimento ao longo das quatro direções do plano ab. (b) Crescimento ao longo do eixo c observado lateralmente.

As observações da topologia superficial das amostras foram realizadas com auxílio de um microscópio ótico (aumento de 40X a 400X). Para tanto, foi realizado um polimento mecânico nas superfícies das amostras.

As medidas da resistividade elétrica em função da temperatura foram realizadas com um resistômetro diferencial de varredura, utilizando-se a técnica de quatro pontas, com corrente elétrica aplicada paralelamente ao plano ab e ao eixo c.

### 3. Resultados e Discussões

#### 3.1. Amostras Processadas

Na tabela 1 são apresentados dados sobre as

amostras texturizadas com seus respectivos intervalos de temperatura, escolhidos para a janela de crescimento, e também as dimensões dos monodomínios resultantes. A aplicação de diferentes janelas de crescimento foi feita com o objetivo de otimizar o processo de crescimento dos monodomínios. É possível observar que os monodomínios que apresentaram maiores superfícies foram obtidos com janelas de crescimento entre 995°C e 980°C, intervalos estes correspondentes às amostras 02, 03, 04 e 05. Definindo a janela de crescimento no intervalo de temperaturas entre 1000°C e 978°C (amostras 06, 07 e 08), é possível observar que; a) não houve crescimento do monodomínio (amostra 06) e, b) a presença de diversos centros de nucleação (amostras 07 e 08). Estas observações evidenciam a existência de uma janela de crescimento ideal, na qual o monodomínio deve apresentar um crescimento por todo o volume da amostra. A qualidade do monodomínio está diretamente relacionada com o intervalo de temperatura utilizado na janela de crescimento e a taxa de resfriamento da amostra (A. YOUNG e col. 1999). As temperaturas superior e inferior da janela de crescimento devem coincidir, respectivamente, com o início e o final do processo de crescimento do monodomínio. A definição da janela de crescimento é um parâmetro muito importante no processo TSMG. Intervalos estreitos podem não permitir um completo crescimento, por outro lado largos intervalos podem favorecer o surgimento de outros centros de nucleação além de não proporcionar um crescimento completo do monodomínio. Outro parâmetro importante no processo TSMG é a taxa de resfriamento da amostra (D A CARDWELL e col, 2000). O processo de crescimento do monodomínio é lento o que implica em baixas velocidades de resfriamento (da ordem de 0,5°C/h). Em determinadas situações, quando a amostra tem grandes dimensões (diâmetro da ordem de 40 mm ou mais), a amostra é mantida por um intervalo de tempo na temperatura inferior da janela de crescimento, isto torna possível a obtenção de grandes monodomínios (N. HARI BABU e col, 2000). A desvantagem do uso deste processo é o seu tempo de execução, que é de 120h ou mais. Por outro lado esta baixa taxa de variação da temperatura provoca um estado de quase equilíbrio, o que permite um crescimento dos monodomínios com melhor homogeneidade (DESGARDIN, G e col., 1999). Na figura 4 são apresentadas fotografias representativas das amostras processadas.

**Tabela 1** - Relação das amostras processadas. Estão relacionadas: a) temperaturas superiores e inferiores da janela de crescimento, b) tempo de permanência nas respectivas temperaturas e, b) dimensões dos monodomínios.

Amostra	Temperaturas da janela de crescimento, com o tempo de permanência	Dimensão do monodomínio
01	(1 h a 996 °C) – (0h a 985 °C)	1 X 1mm <sup>2</sup>
02	(1h a 995 °C) – (0h a 975 °C)	5 X 4 mm <sup>2</sup>
03	(1h a 995 °C) – (0h a 975 °C)	4 X 4 mm <sup>2</sup>
04	(1h a 995 °C) – (0h a 980 °C)	5 X 5 mm <sup>2</sup>
05	(1h a 995 °C) – (10h a 980 °C)	6 X 5 mm <sup>2</sup>
06	(1h a 1000°C) – (5h a 985 °C)	Não houve crescimento
07	(1h a 990 °C) – (10h a 978 °C)	Houve polinucleação
08	(1h a 990 °C) – (5 h a 978 °C)	Houve polinucleação
09	(1h a 990 °C) – (0h a 970 °C)	2 X 2 mm <sup>2</sup>



(a)



(b)



(c)

**Figura 4** - Fotografias das superfícies superiores das amostras processadas. (a) Amostra 01 – monodomínio 1x1mm<sup>2</sup>. (b) amostra 02 – monodomínio 5x4mm<sup>2</sup>. (c) Amostra 05 – monodomínio 6x5mm<sup>2</sup>.

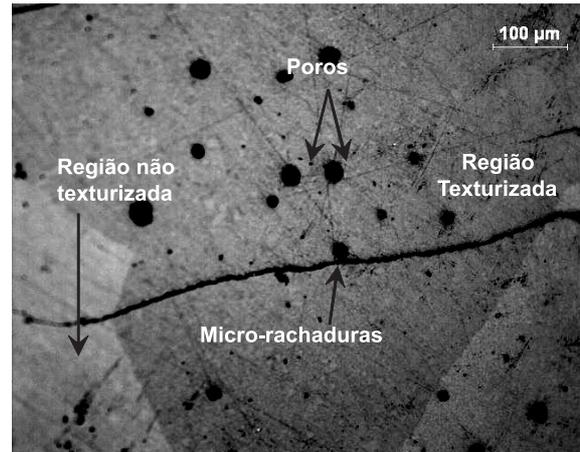
### 3.2. Microscopia ótica

Imagens de microscopia ótica com luz polarizada permitem a observação da morfologia superficial das amostras; regiões texturizada e não-texturizada, defeitos, micro-rachaduras, agregados de fases espúrias, etc.

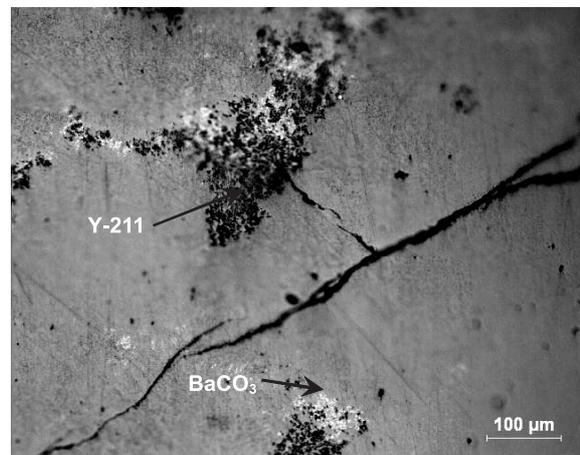
As figuras 5a e 5b correspondem a imagens da amostra 05, plano ab. Na figura 5a, a região mais escura corresponde à fração da amostra que foi texturizada e a região mais clara indica a parte não texturizada. É possível observar a presença de micro-rachaduras e de poros. As micro-rachaduras são provocadas pela tensão térmica e também pela transição estrutural tetragonal – ortorrômbica (CLOOTS e col. 2005). Os poros são formados a partir da liberação de oxigênio da estrutura do material no intervalo de temperaturas compreendido entre 950°C e 1020°C. A liberação de oxigênio é proporcional à taxa de aquecimento (CLOOTS e col. 2005).

Na figura 5b é mostrada uma região da amostra 05 próxima da borda. Nesta imagem é possível observar a presença da fase Y211 e também a presença de agregados de  $\text{BaCO}_3$ . Durante o processo de texturização, que ocorre do centro da amostra em direção as bordas, a frente de crescimento na medida em que avança expulsa o excesso de fase Y211 e outras fases espúrias, tais como os agregados de  $\text{BaCO}_3$ , em direção às bordas da amostra (DESGARDIN, G. e col., 1999).

A figura 6 representa uma imagem do plano paralelo ao eixo c da amostra 05. É possível observar o empilhamento dos planos ab o que caracteriza o crescimento na direção cristalográfica (001).

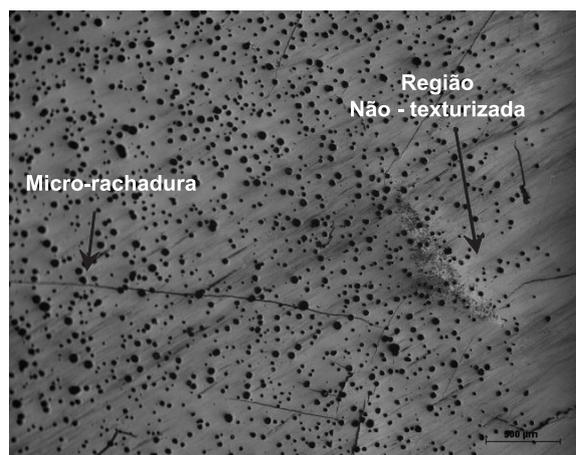


a)



b)

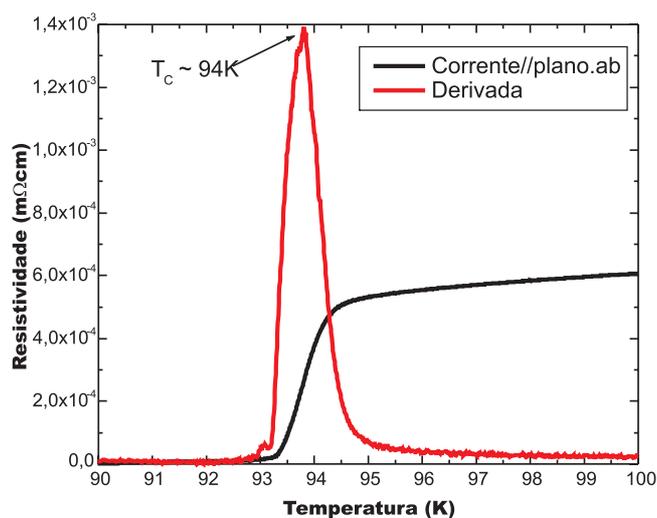
**Figura 5-** (a) Imagem de microscopia ótica do plano ab da amostra 05, com aumento de 100X utilizando luz polarizada. (b) Imagem de microscopia ótica do plano ab da amostra 05, com um aumento de 100X com luz normal. Esta imagem corresponde a uma região próxima da borda da amostra onde é possível observar os agregados de fase verde Y211 expulsas durante o crescimento do monodomínio.



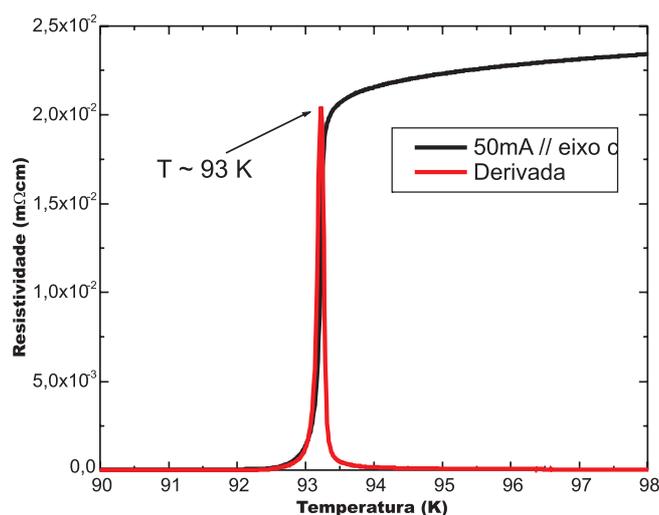
**Figura 6** - Imagem de microscopia ótica do plano paralelo ao eixo c da amostra 05, com luz polarizada e aumento 40X.

### 3.3. Medidas de Resistividade Elétrica

Nas figuras 7 e 8 são mostradas, respectivamente, as curvas da resistividade elétrica em função da temperatura e da derivada da resistividade ( $dr/dT$ ) em função da temperatura para a região próxima à transição de fase normal-supercondutora para a amostra 05, com corrente de 50mA aplicada paralelamente ao plano ab e ao eixo c. Adotando como critério para determinação da temperatura crítica, o ponto de máximo da curva da derivada, foi determinada a temperatura crítica,  $T_c \approx 93K \pm 0,5$  para as medidas nas duas direções. Este resultado demonstra que a mudança na orientação da corrente aplicada não altera significativamente a temperatura crítica do sistema. Os valores encontrados nas diferentes direções estão dentro da margem de erro do experimento.

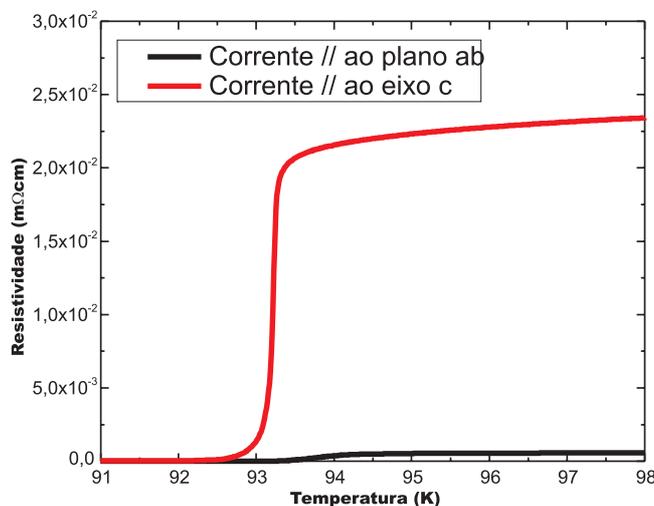


**Figura 7** - Medida da resistividade elétrica em função da temperatura e a derivada da resistividade elétrica ( $dr/dT$ ) em função da temperatura para a amostra 04.  $i = 50$  mA aplicada paralelamente ao plano ab.



**Figura 8** - Medida da resistividade elétrica em função da temperatura e a derivada da resistividade elétrica ( $dr/dT$ ) em função da temperatura para a amostra 04.  $i = 50$ mA aplicada paralelamente ao eixo c.

Na figura 9 são mostradas medidas de resistividade contra temperatura com corrente elétrica aplicada paralelamente ao plano ab e paralelamente ao eixo c. É possível observar que no estado normal a resistividade ao longo do eixo c é maior que a resistividade no plano ab, revelando o comportamento anisotrópico do sistema Y123. Este comportamento, fortemente anisotrópico, é uma característica intrínseca destes sistemas e, é resultante da estrutura cristalina do material e das diferenças entre os comprimentos de coerência ( $\xi$ ) ao longo das diferentes direções cristalográficas da estrutura ortorrômbica. Para o sistema Y123,  $\xi_c \cong 4\text{\AA}$  e  $\xi_{ab} \cong 32\text{\AA}$  (MCGINN, P., 1995). Devido a este curto comprimento de coerência ao longo do eixo c, neste sistema, perturbações na rede cristalina podem provocar depressões no parâmetro de ordem superconductor, resultando neste comportamento anisotrópico (CRISAN, A., e col,2001). Calculando a razão entre  $\rho_c$  e  $\rho_{ab}$ , foi determinado  $\rho_c/\rho_{ab} \cong 40$ , este valor está em acordo com os valores encontrados na literatura (FRIEDMANN, T.A. e col 1990 e BLATTER, G., e col 1994).



**Figura 9** - Medidas de resistividade elétrica com a corrente elétrica aplicada paralelamente ao plano ab e ao eixo c. A diferença entre os valores da resistividade na fase normal evidencia o caráter anisotrópico do sistema.

## Conclusões

No presente trabalho monodomínios supercondutores, do tipo  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , foram processadas pela técnica “top-seeded melt growth”. Esta técnica de texturização apresenta-se como muito eficiente no processamento de monodomínios de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . Os monodomínios foram obtidos a partir da mistura das fases Y123 e Y211 nas proporções de 75% e 25% respectivamente. Entre os diferentes tratamentos térmicos aos quais as amostras foram submetidas, concluímos que o intervalo de temperatura, correspondente à janela de crescimento, compreendido entre 995°C e 975°C, foi o que apresentou um crescimento dos monodomínios com tamanhos satisfatórios (amostras 02, 03, 04 e 05).

Com auxílio da microscopia ótica foi analisada a topologia superficial dos monodomínios. Foram identificadas as regiões texturizadas e as não texturizadas além da identificação de defeitos estruturais, tais como; agregados de fases não supercondutoras, micro-rachaduras e poros. Estes defeitos são ocasionados pelas condições de processamento tais como: reação incompleta das fases precursoras, temperaturas de processamento, diferenças entre os coeficientes de expansão térmica das fases Y-123 e Y-211, entre outras.

As medidas de resistividade elétrica em função da temperatura permitiram observar a transição da fase normal – supercondutora. A análise destas medidas permitiu; a determinação da temperatura crítica,  $T_c$ , das amostras, a observação do comportamento anisotrópico destes sistemas. As temperaturas críticas obtidas foram  $T_c \cong 93 \pm 0,5\text{K}$ , para a corrente elétrica aplicada nas duas direções, plano ab e eixo c. Estas observações mostram que a mudança na orientação da corrente aplicada não altera significativamente a temperatura crítica do sistema. Foi calculada a razão  $\rho_c/\rho_{ab} \cong 40$ , onde  $\rho_c$  é a resistividade quando a corrente é aplicada paralela ao eixo c e  $\rho_{ab}$  é a resistividade quando a corrente é aplicada paralela ao plano ab. Este valor obtido confirma o comportamento anisotrópico deste sistema.

Em síntese foi determinado um intervalo de temperaturas para o qual as amostras processadas pela técnica TSMG apresentam monodomínios com dimensões, características estruturais e propriedades supercondutoras próprias do sistema  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , processado pela técnica TSMG.

## REFERÊNCIAS

1. BEDNORZ J. G., MULLER, K.A. “Possible High Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O System”, Phys. B – Condensed Matter 64, 189-193, 1986.
2. PATHAK L. C. and MISHRAS. K. “A review on the synthesis of Y-Ba-Cu-O oxide powder”, Supercond. Sci. Technol.18, R67 -R89, 2005.
3. MURAKAMI M. “Melt processed high-temperature superconductors”, Tokyo-Japan World Scientific, 1992.
4. CRISANA., GORDEEV S.N., de GROOT, P.A.J. and BEDUZ C. “Some superconducting properties of the inter-domain border of melt-textured  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ”, PhysicaC 355, 231-237, 2001.
5. GROSS, R. “Grain boundaries in high temperature superconductors: A retrospective view”, Physica C 432, 105-115, 2005
6. JIN S., TIEFEIT H., SHERWOOD R. C., DAVIS, M. E., VANDOVER R. B., KAMMLOT G. W., FASTACH R. A. and KEITH H. D. High critical currents in Y-Ba-Cu-O superconductors, Appl. Phys. Lett., 52, 2074, 2076, 1988.
7. MCGINN, P. “Bulk processing and characterization of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ”, High-Temperature Superconducting Materials Science and Technology, Ed. Donglu Shi – Pergamon – University of Cincinnati, 345, 1995.
8. DESGARDIN, G., MONOT, I. and RAVEAU, B. “Texturing of high-T superconductors”, Supercond. Sci. Technol.12, R115 –R133, 1999.
9. OBRADORS X., YUR., SANDIUMENGE F., MARTINEZ B., VILALTA N., GOMIS V., PUIG T. and PIÑOL S. “Directional solidification of  $\text{ReBaCuO}$  (Re=Y, Nd): microstructure and superconducting properties”, Supercond. Sci. Technol.10, 884-890, 1997
10. YOUNG A., GYE-WON H. and CHAN-JOONG K. “Control of growth rate and texture formation of  $\text{YBaCuO}$  single-domain crystal by applying two-step undercooling in TSMG”, IEEE-Transactions on Applied Superconductivity – Vol.9 – n°02 – 2093-2096, 1999.
11. CARDWELL, DA., HARI BABU, N., LOW and CAMPBELL A.M. “Processing, microstructure and irreversibility of large-grain Nd-Ba-Cu-O”, Supercond. Sci. Technol. 13, 646-654, 2000.
12. BABU, H. N., LO, W., CARDWELL, D.A. and SHI, Y.H. “Fabrication and microstructure of large grain ND-Ba-Cu-O”, Supercond. Sci. Technol.13, 468-472, 2000.
13. R CLOOTS, R KOUTZAROVA, J-P MATHIEU and M AUSLOOS. “From re-211 to re-123. how to control the final microstructure of superconducting single-domains”, Supercond. Sci. Technol. 18, R9-R23, 2005.
14. FRIEDMANN, T.A., RABIN, M.W., GIAOINTZAKIS, J., RICE, J.P. and GINSBERG, D.M. “Direct measurement of the anisotropy of the resistivity in the a-b plane of twin-free, single-crystal, superconducting  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ ”. Physical Review B, 42, 6217-6221, 1990.
15. BLATTER, G., FEIGEL'MAN, M.V., GESHKENBEIN, V.B., LARKIN, A.I., VINOKUR, V.M. Vortices in high-temperature superconductors”. Reviews of Modern Physics, 66, 1125-1388, 1994.