

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : La supraconductivité et les oxydes supraconducteurs de type $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+x}$	3
A. Généralités sur la supraconductivité	3
A. I. Historique	3
A. II. Définition des paramètres de la supraconductivité	4
A. II. 1. L'état supraconducteur	4
A. II. 2. Deux types de supraconducteur	5
A. II. 3. Densité de courant critique	7
B. Les oxydes supraconducteurs de type $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+x}$	7
B. I. Historique	7
B. II. Structures cristallographiques	8
B. III. Propriétés supraconductrices de l'oxyde $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	9
B. III. 1. Anisotropie des propriétés supraconductrices intrinsèques	9
B. III. 2. Les céramiques massives texturées	11
B. III. 3. Les joints de grains	11
B. III. 4. Densité de courant critique sous champ magnétique	12
B. I.V. Amélioration du courant critique de transport	14
B. IV. 1. Composition de la poudre précurseur	14
B. IV.2. Granulométrie de la poudre précurseur	15
B. IV. 3. Ajout de dopants	15
B. IV. 4. Optimisation du procédé de texturation	15
Problématique	17
Références bibliographiques	18
Chapitre II : Procédé de texturation par frittage-forgeage et techniques d'analyse	22
A. Choix du procédé de mise en forme	22
B. Frittage-forgeage de l'oxyde $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+x}$	24
B. I. Principe	24
B. II. Appareillage	24
B. III. Paramètres de frittage-forgeage	26
B. III. 1. La température de frittage-forgeage	27
B. III. 2. Pression de frittage-forgeage	27

B. III. 3. Caractéristiques de l'échantillon cru	28
C. Analyse de texture	29
C. I. Limitations des diagrammes classiques	30
C. I. 1. Diagrammes $\theta - 2\theta$	30
C. I. 2. Diagrammes assymétriques	31
C. I. 3. « ω -scans » ou « rocking curves »	32
C. II. Choix de la technique d'analyse	34
C. III. Procédure expérimentale	35
C. I.V. Analyse combinée par diffraction de rayonnements	40
D. Autres techniques de caractérisation	47
D. I. Microscopie électronique à balayage	47
D. II. Mesure de granulométrie	48
D. III. Caractérisation de la supraconductivité	48
D. III. 1. Résistivité	48
D. III. 2. Susceptibilité magnétique	49
D. III. 3. Densité de courant critique en transport J_c	49
Références bibliographiques	51
Chapitre III : Synthèse de la phase Bi2223 et texturation par frittage-forgeage	52
A. Synthèse de la phase Bi2223	53
A. I. Synthèse sol-gel	53
A. I. 1. Le choix de la voie sol-gel	53
A. I. 2. Procédure expérimentale	54
A. I. 2. a) Stoechiométrie de départ	54
A. I. 2. b) Méthode expérimentale	54
A. II. Calcination	57
A. III. Le frittage	59
A. III. 1. Préparation des échantillons	60
A. III. 2. Caractérisation rapide des pastilles frittées	60
A. III. 3. Influence des paramètres de frittage	62
A. III. 3.a) Premier frittage réactif	62
A. III. 3.b) Broyages et frittages successifs	63
A. III. 3.c) Troisième frittage réactif	65
A. I.V. Influence de la phase Bi2201 sur les propriétés supraconductrices	68
B. Texturation par frittage-forgeage à partir de poudre Bi2223	74
B. I. Procédure expérimentale	74

B. II. Optimisation de la température de frittage-forgeage	74
Conclusion	84
Références bibliographiques	85
Chapitre IV : Optimisation des densités de courant critique	88
A. Développement du procédé CFF : « Calcination - Frittage - Forgeage »	90
A. I. Influence de la taille des particules sur les propriétés	90
A. I. 1. Caractéristiques des poudres calcinées	90
A. I. 2. Aspect qualitatif de la texture des phases Bi2212 et Bi2223	92
A. I. 3. Microstructure des échantillons texturés	93
A. I. 4. Analyse quantitative de la texture des phases Bi2212 et Bi2223	93
A. I. 5. Texture et propriétés de transport	94
A. II. Influence des paramètres de frittage-forgeage sur les propriétés	95
A. II. 1. Propriétés de transport et formation de la phase Bi2223	96
A. II. 2. Textures des phases Bi2212 et Bi2223	101
A. II. 3. Mesures de susceptibilité magnétique	106
B. Modification de la poudre précurseur	108
B. I. Influence du broyage pré-calcination sur les propriétés	108
B. I. 1. Formation de la phase Bi2223	110
B. I. 2. Densités de courant critique en transport	113
B. I. 3. Texturation à partir de la poudre A : formation de la phase Bi2223, texture et propriétés physiques	114
B. I. 4. Mesures magnétiques	119
B. II. Influence du broyage post-calcination sur les propriétés	120
C. Addition de particules de MgO	125
C. I. Frittage de la phase Bi2223	126
C. I. 1. Formation de la phase Bi2223	126
C. I. 2. Microstructure	130
C. I. 3. Propriétés physiques	131
C. II. Texturation de la phase Bi2223 et dopage avec des nanoparticules de MgO	134
Conclusion	140
Références bibliographiques	142

Chapitre V : Empilement de disques pour applications en courant fort et Analyse combinée Texture-Structure-Microstructure par diffraction de neutrons	143
A. Empilement de disques pour applications en courant fort	143
A. I. Procédure expérimentale	143
A. II. Influence de la pression d'empilement sur les caractéristiques finales du matériau	143
A. II. 1. Microstructure	143
A. II. 2. Densité de courant critique en transport et désorientation angulaire	144
A. III. Influence du nombre d'échantillons empilés sur les caractéristiques finales du matériau	145
B. Analyse combinée Texture-Structure-Microstructure par diffraction de neutrons	152
B. I. Dispositif	152
B. II. Analyse qualitative des diagrammes enregistrés	154
B. III. Analyse combinée / Programme MAUD	154
B. III. 1. Calibration de l'instrument	156
B. III. 2. Analyse combinée	156
B. III. 2. a. Résultat n°1 : Temps de de forgeage	156
B. III. 2. b. Résultat n°2 : Echantillon empilé	159
B. III. 2. c. Résultat n°3 : Phase '14 :24'	160
B. III. 2. d. Résultat n°4 : Texture à partir de poudre « pure » en phase Bi2223	161
B. III. 2. e. Résultat n°5 : Figures de pôles recalculées	162
Conclusion	164
Références bibliographiques	165
Conclusion générale	166