

05.4

Потери в стержнях $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ в сверхпроводящем состоянии

© С.А. Чурин

Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород
E-mail: churin@ipm.sci-nnov.ru

Поступило в Редакцию 10 мая 2007 г.

Предлагается метод выращивания стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ и способ сокращения потерь в них в сверхпроводящем состоянии. Показано, что термокапиллярный механизм переноса жидкой фазы в процессе плавления и кристаллизации стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ответствен за формирование не сверхпроводящей фазы в межкристаллическом состоянии. Приводятся результаты измерения вольт-амперных характеристик стержней в сверхпроводящем состоянии.

PACS: 74.81.Bd

Высокотемпературные сверхпроводящие (ВТСП) объемные материалы на основе иттрия находят применение в качестве элементов электрических двигателей [1], тоководов к низкотемпературным сверхпроводящим соленоидам [2]. Однако плотность критического тока ($10^4-10^5 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ при $T = 77 \text{ K}$) в объемных материалах заметно меньше, чем в эпитаксиальных пленках ($10^6-10^7 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ при $T = 77 \text{ K}$) на основе иттрия [3]. Это связано с тем, что эпитаксиальные пленки структурно более совершенны, чем объемные материалы. Длина когерентности в ВТСП-материалах сравнима с их постоянной кристаллической решетки. Поэтому для достижения высокой плотности критического тока в объемных ВТСП-материалах необходимо их высокое структурное совершенство, отсутствие пор, посторонних фаз на границах кристаллических блоков и когерентность границ между блоками. Структурного совершенства ВТСП-материалов добиваются их кристаллизацией. Стержни $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ с плотностью транспортного критического тока ($25 \cdot 10^4 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ при температуре 4.2 К) получают top-seed методом [2,4] или методом прямой кристаллизации [5]. Однако для изготовления, например, одного стержня top-seed методом требуется много материала. В случае прямой кристаллизации длина

стержней не превышает 50 mm. Плотность критического тока в них $30\,000\text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ при $T = 77\text{ K}$. Измерения плотности критического тока в работах [2,5] выполнялись пропусканием через образцы импульсов тока длительностью от единиц миллисекунд до сотен секунд. Заметное различие в плотностях критического тока эпитаксиальных и объемных материалов связывается с наличием дефектов между кристаллитами стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Ранее показано [6], что кристаллизация стержней в вертикальной трубчатой печи с аксиальным и радиальным градиентом температуры меняет вольт-амперные характеристики (ВАХ) стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Плотность критического тока заметно возрастает. Это связывается с тем, что радиальный градиент температуры в процессе плавления и кристаллизации стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ способствует выведению пор и несверхпроводящей фазы из объема стержня. Однако возникает вопрос о влиянии величины градиента температуры, скорости выведения стержня из горячей зоны и других режимов кристаллизации на образование несверхпроводящих фаз в объеме стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$.

В настоящей работе предложены метод и режимы кристаллизации частично расплавленных стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, позволяющие заметно снизить количество дефектов в стержнях, что ведет к снижению потерь в ВТСП-стержнях на основе иттрия. По стандартной порошковой технологии готовились стержни $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ длиной 17 cm и диаметром 9 mm. Далее стержни частично плавилась и кристаллизовались в вертикальной трубчатой печи. Температура в печи задавалась с помощью управляющей термопары. Предполагалось, что при повышении и понижении температуры в месте нахождения управляющей термопары на ΔT температура в остальных точках печи меняется на такое же значение. Стержень в печи устанавливался таким образом, что управляющая термопара находилась на 5 cm ниже верхней точки стержня. Аксиальный градиент температуры по длине образца менялся от $1^\circ\text{C}/\text{cm}$ в наиболее горячей зоне нижней части стержня (температура 1030°C) до $15^\circ\text{C}/\text{cm}$ в точке расположения управляющей термопары (температура 970°C). Радиальный градиент температуры по всей длине стержня был $5^\circ\text{C}/\text{cm}$. Стержни частично плавилась в одном режиме, но кристаллизовались в разных.

Для частичного плавления стержней температура в месте нахождения управляющей термопары поднималась до 970°C в течение одного часа. При этой температуре стержни выдерживались в течение 10 min,

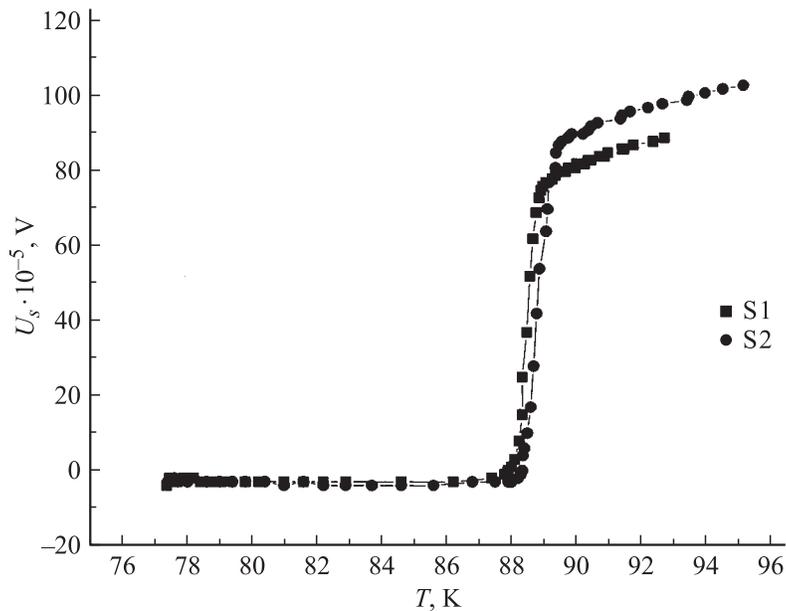


Рис. 1. Зависимость падения напряжения на стержнях S1 и S2 от температуры при токе через стержни 2А.

после чего температура снижалась до 950°С. В наиболее горячей части стержня температура была на 60°С выше. Стержни плавилась на длине 10 см. В процессе кристаллизации стержней температура в печи снижалась со скоростью 1°С/ч от 950 до 900°С. Таким образом кристаллизовался стержень под обозначением S1. Другой стержень (S2) кристаллизовался путем вывода его вверх из печи в более холодную зону со скоростью 2.7 mm/h. Температура в печи при этом снижалась в том же режиме, что и для образца под обозначением S1. После 900°С температура в печи со скоростью 150°С/ч снижалась до комнатной. Закристаллизовавшиеся части стержней дополнительно отжигались в токе кислорода. Для выполнения необходимых измерений четырехзондовым методом на полученные кристаллы наносились контакты из серебряной пасты. С целью снижения потерь на контактах они вжигались в стержень при температуре 830°С в течение пяти часов.

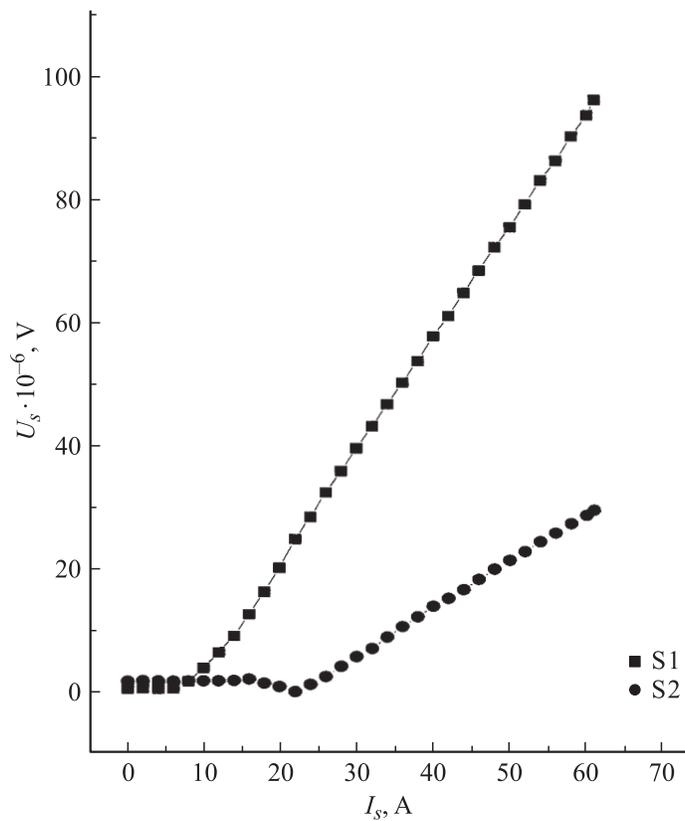


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики стержней S1 и S2 при температуре кипения жидкого азота.

После нанесения контактов стержни отжигались в токе кислорода. Расстояние между потенциальными контактами для образца S1 и S2 было одинаковым и равным 10 mm. Температура и ширина перехода стержней в сверхпроводящее состояние измерялись при токе через стержень 2A, ВАХ стержней измерялись при температуре кипения жидкого азота, влияние магнитного поля на потери в стержне определялось при токе 60 А. Вектор индукции магнитного поля был перпендикулярен току в стержне.

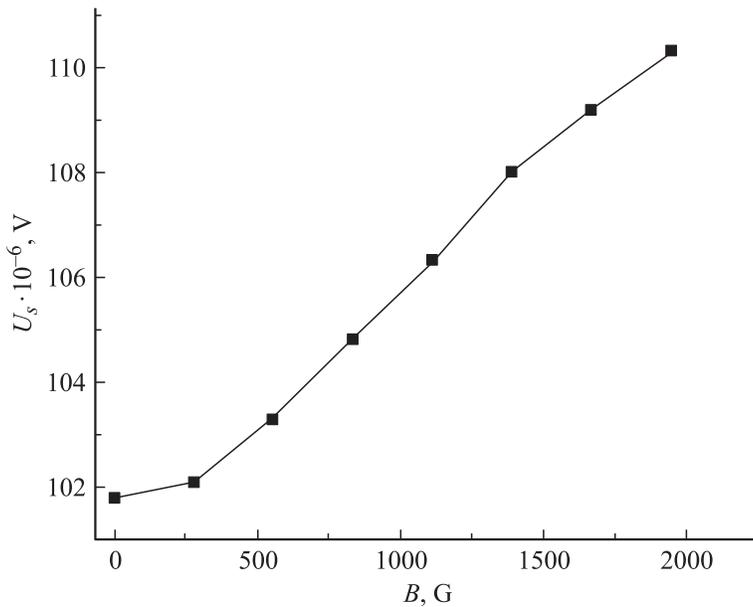


Рис. 3. Зависимость падения напряжения на стержне S1 от величины магнитного поля при температуре кипения жидкого азота. Ток через стержень 60 А.

На рис. 1 приведена зависимость падения напряжения на стержнях от температуры. Видно, что в случае образца S1 температура перехода в сверхпроводящее состояние несколько меньше, чем в случае образца S2. Более заметны различия между образцами на вольт-амперных характеристиках образцов (рис. 2). Потери в образце S2 существенно меньше, чем в образце S1. Для образца S1 определено влияние магнитного поля на одну точку ВАХ при токе через стержень 60 А (рис. 3). Видно, что с увеличением магнитного поля потери в стержне растут, но не существенно. Эти потери вызваны образованием и движением вихрей в сверхпроводящих частях стержня. Для объяснения полученных результатов напомним, что образец S1 был закристаллизован в процессе только снижения температуры в печи, а образец S2 дополнительно выводился из горячей зоны. В случае кристаллизации образца S1 градиент температуры по его длине менялся от 15°C/cm (в более

холодной зоне) до $1^\circ C/cm$ (в более горячей зоне). Образец S2 вывёлся из печи и был закристаллизован при более высоком градиенте температуры. Влияние радиального градиента температуры на свойства стержней в сверхпроводящем состоянии связано с термокапиллярным эффектом. Здесь необходимо напомнить, что $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ стержни содержат поры. С другой стороны, соединение $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ плавится инконгруэнтно. В процессе плавления $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ распадается на твердую ($Y_2Ba_1Cu_1O_5$) и жидкую ($BaCuO_2+CuO$) фазы. В процессе плавления стержней $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ в поле с градиентом температуры поры, находящиеся в стержне, испаряются через более горячую боковую поверхность стержня, жидкая фаза по поверхности пор [7] устремляется к более холодной поверхности стержня. Движение жидкой фазы обусловлено тем, что коэффициент поверхностного натяжения жидкой фазы с уменьшением температуры растёт. Скорость движения жидкой фазы по поверхности пор пропорциональна градиенту температуры, радиусу пор и обратно пропорциональна вязкости жидкой фазы. Процесс частичного разделения фаз наиболее интенсивно идет в нестационарном режиме нагрева и длится первые десятки минут. Более горячая боковая поверхность стержня обогащается фазой $Y_2Ba_1Cu_1O_5$. Далее в процессе кристаллизации жидкая фаза начинает растворять фазу $Y_2Ba_1Cu_1O_5$, которая диффундирует через жидкую фазу к более холодной части стержня, где и образуется в результате реакций соединения $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Кристаллизация стержня начинается в нескольких точках на его боковой более холодной поверхности. В стержнях $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ много химически связанного кислорода. В процессе кристаллизации отдельные атомы кислорода конденсируются в поры, которые вытесняются на границы кристалликов. С увеличением размеров кристалликов концентрация пор на их границах растёт [7]. В том случае, если существует радиальный градиент температуры, поры, находящиеся вблизи границ кристалликов, будут испаряться через боковую, более горячую поверхность стержня. Очень важно также, чтобы в процессе кристаллизации стержня в нем не оставались не прореагировавшие фазы. Не прореагировавшие фазы могут находиться между кристалликами, что также создает потери в стержне в сверхпроводящем состоянии. Радиальный градиент температуры в стержне способствует выведению не сверхпроводящей компоненты стержня на боковую, более холодную поверхность стержня.

Можно предположить, что в случае большего градиента температуры увеличивается скорость переноса фазы $Y_2Ba_1Cu_1O_5$, растворенной в жидкой фазе $BaCuO_2+CuO$, к точке роста кристаллов $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ и увеличивается скорость роста кристаллов $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Это позволило уменьшить количество посторонних фаз и пор между кристалликами стержня, что привело к снижению потерь в стержнях в сверхпроводящем состоянии.

Таким образом, для снижения потерь в сверхпроводящих стержнях $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ предпочтительно в процессе кристаллизации их выводить со скоростью 1–2 мм/ч через зону с аксиальным градиентом температуры 15–20° C/cm при наличии радиальной компоненты градиента температуры.

Список литературы

- [1] Kovalev L.K., Oswald D., Gawalek W. et al. // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1999. V. 9. N 2. P. 1201–1204.
- [2] Maehata K., Taino T., Mizokami M. et al. // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 1999. V. 9. N 2. P. 1281–1284.
- [3] Vorobiev A.K., Drozdov Y.N., Gusev S.A. et al. // Supercond. Sci. Technol. 1999. V. 12. P. 908–911.
- [4] Delamare M.P., Walter H., Bringmann B. et al. // Physica C. 1999. V. 323. P. 107–114.
- [5] Lee D.F., Partsinevelos C.S., Presswood R.G., Jr., Salama K. // J. Appl. Phys. 1994. V. 76 (1). P. 603–605.
- [6] Чурин С.А. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. В. 22. С. 77–82.
- [7] Churin S.A. // Supercond. Sci. Technol. 2004. V. 17. P. 164–168.