## 05;12 Влияние магнитного поля на градиент температуры в стержнях Y<sub>1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>+Eu<sub>1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>

## © С.А. Чурин

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

## Поступило в Редакцию 1 октября 2008 г.

Приводится метод выращивания высокотемпературных сверхпроводящих  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  стержней длиной 10 ст, диаметром 8 ст. Приведены зависимости сопротивления стержней от температуры в магнитном поле с индукцией 0.6 Т и в поле с индукцией 0.Т. Измерены вольт-амперные характеристики стержней при температуре кипения жидкого азота в магнитном поле с индукцией 0.6 Т и без него. Показано, что магнитное поле заметно уменьшает градиент температуры, возникающий в процессе выхода стержней из сверхпроводящиего состояния.

PACS: 74.81.Bd

Изделия из объемных высокотемпературных сверхпроводящих (ВТСП) материалов используются как компоненты диамагнитных подвесов [1], токовводов к низкотемпературным сверхпроводящим соленоидам [2]. Однако плотность критического тока  $(10^4 - 10^5 \,\mathrm{A\cdot cm^{-2}})$ ,  $T = 77 \, \text{K}$ ) в объемных материалах заметно меньше, чем в эпитаксиальных пленках  $(10^6 - 10^7 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2})$ , T = 77 K на основе иттрия [3]. Это связано с тем, что эпитаксиальные пленки структурно более совершенны, чем объемные материалы. Структурного совершенства ВТСП материалов добиваются их кристаллизацией. Короткие стержни (длиной до 40-70 mm) выращивают top-seed методом [1]. Однако в случае выращивания более длинных стержней top-seed методом требуется много исходного материала. Поэтому представляет интерес и кристаллизация стержней в вертикальной трубчатой печи. Здесь с увеличением длины стержня расход материала растет линейно. С другой стороны, с увеличением длины стержня тепловой поток через него, например к низкотемпературному сверхпроводящему соленоиду, сокращается.

93

Это еще одно основание для разработки методом выращивания более длинных ВТСП стержней.

В настоящее время для охлаждения низкотемпературных сверхпроводящих соленоидов используются криокулеры [4]. В этом случае охлаждение низкотемпературного сверхпроводящего соленоида идет через ВТСП токоввод. Знание градиента температуры, который возникает в токовводе при отборе тепла от низкотемпературного соленоида с помощью криокулера, позволяет оценить время охлаждения соленоида.

Токовводы из ВТСП материалов в процессе их использования находятся в магнитном поле — собственном или создаваемом внешними устройствами. Хорошо известно, что магнитное поле заметно влияет на характеристики сверхпроводящих изделий и может являться причиной выхода их из сверхпроводящего состояния. Причиной выхода ВТСП стерженей из сверхпроводящего состояния могут явиться также потери в стержне, которые связаны с наличием в стержне пор и посторонних фаз по границам зерен [5]. Поэтому представляет интерес разработка методов выращивания стерженй, позволяющих снизить содержание трещин, пор и несверхпроводящих фаз между кристаллитами.

В настоящей работе приводится метод выращивания стержней  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . Определено влияние магнитного поля на вольт-амперные характеристики стержней, на падения напряжения на сверхпроводящих стержнях в процессе их перехода в сверхпроводящее состояние. Определено также влияние магнитного поля на градиент температуры в стержне в процессе выхода его из сверхпроводящего состояния. Дано объяснение результатов экспериментов.

Из смеси 50 wt.<sup>6</sup> Y<sub>1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub> + 50 wt. %Eu<sub>1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub> порошков по стандартной порошковой технологии готовились стержни длиной 18 ст и диаметром 9 mm. Далее стержни частично плавились и кристаллизовались в вертикальной трубчатой печи с аксиальной и поперечной составляющей градиента температуры. Аксиальный градиент температуры менялся от 0–1° C/ст в нижней части стержня до 15–20° C/ст в месте расположения управляющей термопары. Температура в нижней части стержня достигала 1030°С. Расстояние между нижним концом стержня и местом расположения управляющей термопары составляло 15 ст. Аксиальный градиент температуры по всей длине стержня знака не менял. Стержень нагревался только с одной стороны, что приводило к образованию поперечного градиента температуры 10–15° С/ст по всей длине стержня. Режимы плавления

и кристаллизации стержня приведены в работе [5]. После остывания закристаллизовавшаяся часть стержня длиной 95 mm отрезались и на нее наносились серебряной пастой токовые и потенциальные контакты. Контакты вжигались при температуре  $830^{\circ}$ C в течение 4 h. Длина токовых контактов составляла 20 mm, потенциальных — 2–3 mm. Расстояние между потенциальными контактами было 20 mm. После нанесения контактов стержни дополнительно отжигались в токе кислорода при температуре  $500^{\circ}$ C в течение 4 h с последующим медленным остыванием (3°C/h) до комнатной температуры.

Зависимость падения напряжения на стержне от температуры измерялась четырехзондовым методом при токе через стержень 4 А. Источником магнитного поля являлись постоянные магниты на основе Fe-Nd-В диаметром 75 mm. Вектор индукции магнитного поля был перпендикулярен оси стержня. Стержень охлаждался в магнитном поле, после чего увеличивался ток через стержень до 4А и начиналось отогревание стержня. Вольт-амперная характеристика стержня измерялась при температуре кипения жидкого азота. Для изучения влияния магнитного поля на равновесный градиент температуры в стержне в процессе выхода его из сверхпроводящего состояния стержень вертикально помещался в магнитное поле. На верхнем конце стержня крепилось термосопротивление. Вся конструкция — постоянные магниты со стержнем между ними и термосопротивлением вверху заливалась жидким азотом. В процессе испарения жидкого азота температура верхнего конца стержня поднималась. Нижний конец стержня оставался при температуре кипения жидкого азота. Регистрировались падение напряжения на потенциальных контактах стержня и температура верхнего конца стержня. Аналогичные измерения выполнялись без постоянных магнитов.

Влияние поперечного градиента температуры на свойства стержней в сверхпроводящем состоянии связано с термокапиллярным эффектом, сопровождающим плавление и кристаллизацию ВТСП стержней на основе иттрия и редких земель [5]. Исходные стержни из ВТСП материалов содержат поры. С другой стороны, соединения на основе ВТСП материалов, содержащих редкие земли, плавятся инконгруэнтно. В процессе плавления  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ +Eu<sub>1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$ </sub> распадается на твердую ( $Y_2Ba_1Cu_1O_5$ +Eu<sub>2</sub>Ba<sub>1</sub>Cu<sub>1</sub>O<sub>5</sub>) и жидкую (BaCuO<sub>2</sub>+CuO) фазы. Поры, находящиеся в стержне, испаряются через более горячую боковую поверхность стержня, жидкая фаза по поверхности пор [6]

устремляется к более холодной поверхности стержня. Процесс частичного разделения фаз наиболее интенсивно идет в нестационарном режиме нагрева и длится первые десятки минут. Далее, в процессе кристаллизации, жидкая фаза (BaCuO<sub>2</sub>+CuO) начинает растворять фазу  $Y_2Ba_1Cu_1O_5+Eu_2Ba_1Cu_1O_5$ , которая диффундирует через жидкую фазу к более холодной части стержня, где и образуется в результате реакции соединение  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . В стержнях  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  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 растет [6]. В том случае, если существует поперечный градиент температуры, поры, находящиеся вблизи границ кристалликов, будут испаряться через боковую более горячую поверхность стержня. Можно предположить, что в случае большего поперечного градиента температуры увеличивается скорость переноса фазы Y2Ba1Cu1O5+Eu2Ba1Cu1O5, растворенной в жидкой фазе BaCuO2+CuO, к точке роста кристаллов  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta} + Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  и увеличивается скорость роста кристаллов Y1Ba2Cu3O7-6+Eu1Ba2Cu3O7-6. Это позволило уменьшить количество посторонних фаз и пор между кристалликами стержня, что приводит к снижению потерь в стержнях  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta} + Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  в сверхпроводящем состоянии.

На рис. 1 приведена зависимость падения напряжения на стержне от температуры. В случае отсутствия магнитного поля ширина перехода стержня в сверхпроводящее состояние меньше одного градуса, что говорит об однородности стержня по составу. В поле 0.6 Т ширина перехода существенно возрастает. Также заметно влияние магнитного поля на вольт-амперную характеристику стержня (рис. 2). Потери в стержне заметно возрастают, но он остается в смешанном состоянии. Возрастание ширины перехода стержня по температуре и увеличение электрических потерь в стержне связыватся с проникновением магнитных вихрей в стержень. На рис. 3 приведена зависимость падения напряжения на стержне от температуры для того случая, когда нагрев стержня идет от одного из его концов. Термосопротивление было закреплено на теплом конце стержня. Падение напряжения на потенциальных контактах начинает возрастать при достижении на более теплом потенциальном контакте температуры выхода стержня из сверхпроводящего состояния. В том случае, когда измерения выполнялись без магнитного поля,



**Рис. 1.** Зависимость падения напряжения на стержне от температуры. *В* — вектор индукции магнитного поля.



Рис. 2. Вольт-амперная характеристика стержня.



Рис. 3. Зависимость падения напряжения на стержне от температуры теплого конца стержня.

температура контакта была равной 90 К, в магнитном поле выход из сверхпроводящего состояния начинается при температуре 87 К (рис. 2). Расстояние между термосопротивлением и нагревающимся потенциальным контактом — 35 mm. Однако 20 mm — это покрытие из серебряной пасты, которая обладает большой теплопроводностью, и можно предположить, что изменение температуры по длине токового контакта из серебра будет незначительным. Основное изменение температуры будет на участке от токового контакта до потенциального контакта. Это расстояние 15 mm. На этом расстоянии изменение температуры в случае измерения падения напряжения на стержне без магнитного поля составляет 25 К, с магнитным полем — 17 К. Можно предположить, что градиент температуры в стержне  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ + $Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ , охлаждаемом с одного конца жидким азотом, составляет 1.6 К/mm, в магнитном поле с индукцией 0.6 Т аналогичный градиент составляет

1.1 К/mm. Уменьшение равновесного градиента температуры в процессе выхода стержня из сверхпроводящего состояния связано с проникновением вихрей магнитного поля в стержень.

Таким образом, выращивание стержней  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+ \\ + Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  в вертикальной трубчатой печи с поперечным градиентом температуры позволяет увеличить длину стержней и сократить в них количество дефектов. Равновесный градиент температуры в сверхпроводящих изделиях  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}+Eu_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  в процессе их охлаждения или отогрева составляет 1.6 К/mm вне магнитного поля и 1.1 К/mm в магнитном поле 0.6 Т.

Автор благодарит Министерство промышленности и инноваций Нижегородской области за финансовую поддержку данной работы.

## Список литературы

- Nizhelskiy N.A., Poluchenko O.L., Matveev V.A. // Supercond. Sci. Technol. 2007. V. 20. P. 81–86.
- [2] Maehata K., Taino T., Mizokami M. et al. // IEEE Transactions on Applied Supercondactiviti. 1999. V. 9. 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] Green Michael A. // Supercond. Sci. Technol. 2003. V. 16. P. 1349-1355.
- [5] Чурин С.А. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. В. 22. С. 77-82.
- [6] Churin S.A. // Supercond. Sci. Technol. 2004. V. 17. P. 164-168.