

05.4

## Синтез, микроструктура, транспортные и магнитные свойства висмутовых ВТСП с пористой структурой

© М.И. Петров, Т.Н. Тетюева, Л.И. Квеглис, А.А. Ефремов,  
Г.М. Зеер, К.А. Шайхутдинов, Д.А. Балаев, С.И. Попков,  
С.Г. Овчинников

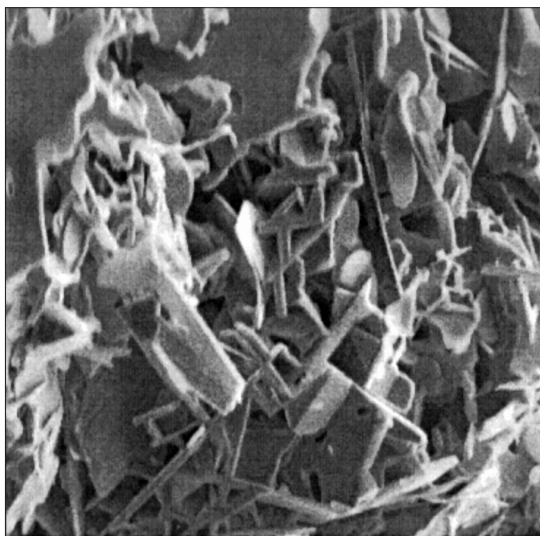
Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Красноярск  
Красноярский торгово-экономический институт  
Красноярский государственный технический университет  
Сибирский государственный аэрокосмический университет  
им. М.Ф. Решетнева, Красноярск  
E-mail: smp@iph.krasn.ru

Поступило в Редакцию 18 июня 2003 г.

Приведены предварительные результаты по синтезу и исследованию физических свойств поликристаллических ВТСП низкой плотности состава  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ , имеющих микроструктуру пены.

Недавно в научной печати появилось сообщение о синтезе сверхпроводящей пены из ВТСП  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  [1]. Такая пена может быть практически идеальным материалом для активных элементов ограничителей токов короткого замыкания, поскольку, будучи помещенной в жидкий азот, может выдерживать критические токи, значительно превосходящие таковые для объемных ВТСП. Это является следствием того, что пена содержит открытые поры, в которые легко проникает хладагент (жидкий азот), и тем самым обеспечивается эффективный отвод тепла из всего объема материала. Кроме этого, в сверхпроводящей пене можно ожидать усиления пиннинга из-за фрактальной структуры такого материала [2], и тем самым, увеличения критического тока и силы левитации.

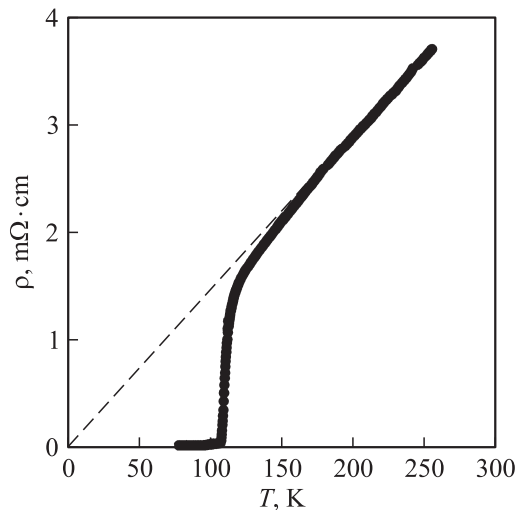
В настоящей работе нами была синтезирована ВТСП керамика состава  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  низкой плотности. Технология синтеза висмутовой керамики аналогична описанной в работе [3], однако мы изменили конечный отжиг, что привело к преимущественному росту



KSTU\* REM-100U\* 30 kV  $\times 1000$  — 20  $\mu\text{m}$

**Рис. 1.** Сканирующая электронная микроскопия (SEM) образца  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с микроструктурой пены.

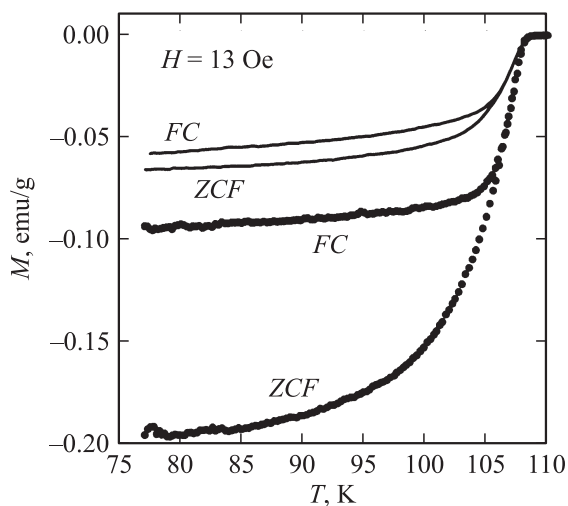
ВТСП присталлитов в  $ab$  плоскости. Из-за того, что в поликристалле кристаллиты ориентированы хаотически, такой рост приводит к увеличению объема материала. Кроме этого, окончательное разложение карбоната кальция осуществлялось во время окончательного отжига. Избыточное давление углекислого газа при этом также способствует увеличению объема образца. В результате плотность материала составила 0.38 от теоретической для  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ . На рис. 1 приведены результаты сканирующей электронной микроскопии (SEM) данного материала. Структура образцов исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа РЭМ-100У при ускоряющем напряжении 30 kV и увеличении  $\times 1000$ . Образцы покрывались слоем алюминия толщиной несколько нанометров, поскольку заряд, поступающий от электронного луча в процессе исследования, накапливался на поверхности образца. Слой алюминия наносился с помощью вакуумного напыления. Путем сопоставления изображений, полученных от образца,



**Рис. 2.** Температурная зависимость удельного электросопротивления  $\rho(T)$  ВТСП  $Bi_{1.8}Pb_{0.3}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$  с микроструктурой пены.

покрытого слоем алюминия и образца без покрытия, было показано, что покрытие не изменяет структуры образца. Из рис. 1 видно, что структура образцов пористая, размеры пор и их морфология примерно одинаковы в пределах поля изображения и колеблются в пределах нескольких  $\mu m$  до нескольких десятков  $\mu m$ . Изображение содержит масштабно-инвариантные элементы, расположение их регулярно и достаточно симметрично. Фурье-образ большого числа микрофотографий подтверждает этот вывод. Удельная поверхность образца была измерена по тепловой десорбции аргона с использованием уравнения БЭТ и составила  $6.5 m^2/g$ .

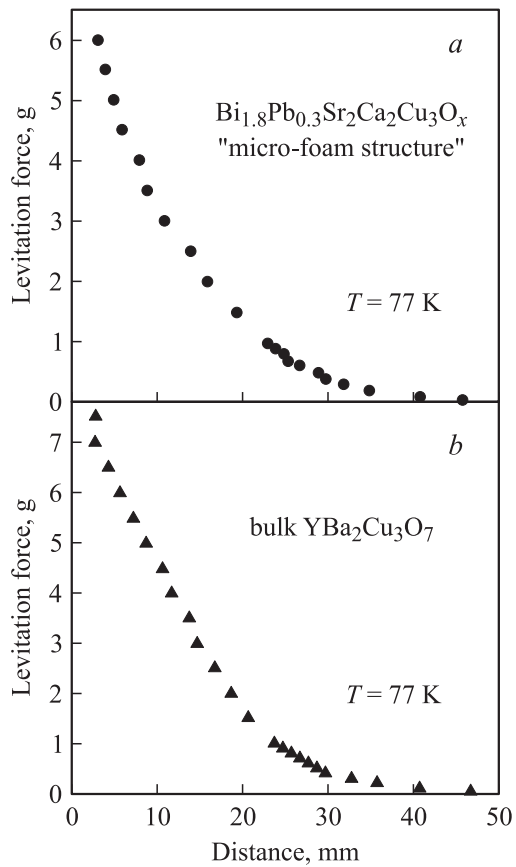
На рис. 2 представлена температурная зависимость удельного электросопротивления  $\rho(T)$  образца в температурном диапазоне 77–300 К. Температура перехода в сверхпроводящее состояние („ $R = 0$ “) составляет 107 К. Экстраполяция  $\rho(T)$  из области высоких температур к  $T = 0$  (штриховая линия на рис. 2) дает остаточное сопротивление  $\rho \approx 0$ , что говорит о том, что роль межгранульных границ пренебрежимо мала. Такой ход  $\rho(T)$  характерен для монокристаллов [4], что удивительно,



**Рис. 3.** Температурные зависимости намагниченности  $M(T)$  ВТСП  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с микроструктурой пены (кружки) и зависимости  $M(T)$  порошкообразного  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  (сплошные линии).

поскольку данный материал представляет собой поликристалл низкой плотности. Абсолютная величина удельного электросопротивления  $\rho(T)$  оказалась на порядок большей, чем приведенной в литературе для ВТСП висмутовых монокристаллов [4], однако мы не проводили корректировку  $\rho$  с учетом реального поперечного сечения в этом пористом материале. Такая процедура представляется нам преждевременной до выяснения вопроса о фрактальной размерности наших образцов.

Температурные зависимости намагниченности  $M(T)$  ВТСП  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с микроструктурой пены, измеренные в режиме охлаждения в нулевом поле (ZCF) и поле  $H = 13$  Oe (FC), приведены на рис. 3 (кружки). Для сравнения на том же рисунке представлены зависимости  $M(T)$  порошкообразного соединения  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ , полученного из исходной пены (сплошные линии). Из сопоставления видно, что величина диамагнитного отклика и разность между режимами FC и ZCF больше в случае образца  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с пенообразной структурой. Это указывает на существенное увеличение силы пиннинга в пористом квазинизкоразмерном материале.



**Рис. 4.** Зависимость силы левитации от расстояния между магнитом Nd–Fe–В и ВТСП  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с микроструктурой пены (а) и ВТСП  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  высокой плотности (б).

Измерения силы левитации (которая напрямую зависит от критического тока и силы пиннинга) ВТСП  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с микроструктурой пены проводились при следующих условиях. Постоянный магнит Nd–Fe–В с параметрами: диаметр  $d = 9 \text{ mm}$ , высота  $h = 6 \text{ mm}$ , масса  $m = 2.97 \text{ g}$  размещался над поверхностью таблетки

ВТСП  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  с размерами: диаметр  $D = 22$  mm, высота  $H = 6$  mm. В качестве „реперного“ образца использовалась таблетка из  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  высокой плотности (0.93 от теоретической) с такими же размерами, синтезированная по стандартной керамической технологии. Измерения проводились при температуре жидкого азота. Зависимость силы отталкивания между ВТСП и магнитом от расстояния между ними представлена на рис. 4. Видно, что сверхпроводники на основе висмута с микроструктурой пены (рис. 4, *a*) имеют практически такую же силу левитации при взаимодействии с постоянным магнитом, что и иттриевая керамика (рис. 4, *b*), хотя известно, что наибольшая сила левитации достигается в ВТСП однозеренных и монокристаллических образцах со структурой 1–2–3 [5]. Таким образом, несмотря на относительно низкую величину плотности критического тока висмутового ВТСП с пенообразной структурой при температуре жидкого азота ( $\sim 50$  A/cm<sup>2</sup>) и низкий „коэффициент заполнения“, сила левитации этого материала оказывается достаточно высокой из-за большого пиннинга.

Работа выполнена при частичной поддержке грантов ККФР-РФФИ „Енисей“ 02–02–97711, Лаврентьевского конкурса молодежных проектов СО РАН 2002 г. и гранта ФЦП „Интеграция“ Б0017.

## Список литературы

- [1] Reddy E.S., Schmitz G.J. // Supercond. Sci. Technol. 2002. V. 15. P. L21–24.
- [2] Кузьмин Ю.И. // Письма в ЖТФ. 2003. Т. 29. В. 10. С. 36–44.
- [3] Кравченко В.С., Журавлева М.А., Усков Е.М. и др. // Неорганические материалы. 1998. Т. 34. № 10. С. 1274–1280.
- [4] Ando Y., Takeya J., Abe Y. et al. // Phys. Rev. B. 2000. V. 62. N 1. P. 626–630.
- [5] Chen I.-G., Hsu J.-Ch., Janm G. // Chinese Journal of Phys. 1998. V. 36. P. 420–428.