

- [1] Шишанин О.Е. // ЖЭТФ. 1993. Т. 103. С. 1117–1125.  
 [2] Шишанин О.Е. // Письма в ЖЭТФ. Т. 57. Вып. 12. С. 772–776.  
 [3] Брук Г. Циклические ускорители заряженных частиц. М.: Атомиздат, 1970. 311 с.  
 [4] Schwinger J. // Proc. Nat. Acad. Sci. 1954. Vol. 40. P. 132–134.  
 [5] Яковлева Г.Д. Таблицы функций Эйри и их производных. М.: Наука, 1969. 377 с.

05; 12  
 © 1994 г.

Журнал технической физики, т. 64, в. 8, 1994

## СОЕДИНЕНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ ВТСП ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ СПЛАВЛЕНИЯ С ПОМОЩЬЮ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ДОМЕНА

*В.Ф.Хирный, П.В.Матейченко, С.Е.Логвинова, В.П.Шокуров,  
 В.Т.Загоскин*

Институт монокристаллов,  
 310001, Харьков  
 (Поступило в Редакцию 19 июля 1993 г.)

С открытием высокотемпературных керамических сверхпроводников (ВТСП) становится актуальным нахождение надежного способа их соединения, поскольку традиционные методы, разработанные ранее для низкотемпературных сверхпроводников, непригодны. Известен способ соединения двух образцов, например  $YB_6$  с помощью обычной зонной плавки [1]. К его недостатку относится ограниченность длины соединяемых образцов. Известно [2], что протекание постоянного тока большой величины [до  $100 \text{ А/см}^2$ ] через керамические иттриевые образцы  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  при комнатной температуре вызывает появление в них движущегося термоэлектрического домена. Исследование этого эффекта [3] показало, что когда в образце имеется трещина, то домен тормозится на ней. При дальнейшем изучении оказалось, что если привести в соприкосновение два иттриевых образца и пропустить через них постоянный или переменный электрический ток, то в месте их соприкосновения появляется стационарный термоэлектрический домен. Изменяя электрическое напряжение, можно было менять температуру места соединения. Эта особенность в поведении домена была принята за основу впервые разработанного нами метода сплавления нескольких керамических ВТСП образцов одинакового и различного составов с помощью модифицированной зонной плавки в электрическом поле теплового домена.

Методика соединения проводников состояла в следующем. Вертикально расположенные стержни из иттриевой керамики размером  $0.3 \times 0.3 \times 7.5 \text{ см}$  подсоединялись к источнику постоянного электрического напряжения типа СИП-30. Регулируя электрическое напряжение от 6 до 8 В и разогревая место соединения до  $950\text{--}1020 \text{ }^\circ\text{C}$ , проводили плавление на воздухе до получения однородного вида образца

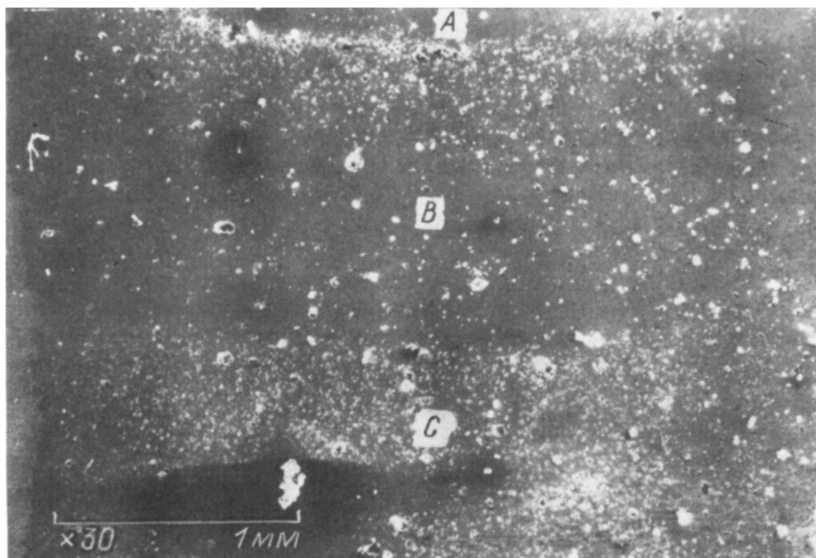


Рис. 1. Общий вид площади поперечного сечения несоосносплавленных двух керамических иттриевых стержней.

Видны три области А, В и С, образующиеся в результате поперечного сечения соединения типа "ласточкин хвост".

в месте состыковки. Для изготовления более длинного проводника к двум уже соединенным стержням таким же методом подплавлялся третий, и т.д. В месте соединения величина критического тока равнялась нулю сразу же после сплавления. В процессе отжига сверхпроводимость полностью вновь восстанавливалась. Для улучшения электрического контакта при плавлении место соединения выполнялось в виде "ласточкина хвоста". Необходима взаимная юстировка образцов, поскольку при ее нарушении часть образца по поперечному сечению состыковки не проплавлялась. Для исследования кинетики плавления и качества мест соединения на нескольких образцах нарушалась соосность, а затем выполнялись электронно-микроскопические исследования их поперечного сечения. Электронно-микроскопические исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе JSM-820 с системой рентгеновского микроанализа Link AN10.000. На рис. 1 представлен шлиф сечения контакта "ласточкин хвост" двух керамических  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  образцов, т.е. фазы 123. На нем можно видеть три области, различные как по морфологии, так и по составу. Область А [верхняя часть снимка] соответствует области наибольшего разогрева и содержит в виде примесной фазы фазу  $Y_2BaCuO_5$ , т.е. фазу 211. На рис. 2,а приведен снимок этой области при большем увеличении. На нем можно видеть, что фаза 211 (светлые пятна на сером фоне) представляет собой мелкокристаллические зерна размером  $1-2 \cdot 10^{-4}$  см, которые распределены в матрице  $1-2-3$  с высокой плотностью (13-15 об.%). В области А наблюдаются замкнутые поры (около 10 об.%) размером от 1 до 10 мк, как и у исходных стержней. Фаз, обедненных иттрием, мало. Область В [средняя часть рис. 1] условно можно разделить на два участка: верхний — с большим содержанием крупных пор (около 20 об.%) размером  $1-10 \cdot 10^{-4}$  см со сле-

дами  $\text{BaCuO}_2$  и безыттриевой (13 об.%) фаз и нижний — с высокой плотностью (пористость 3%), содержащий фазы, обедненные иттрием ( $\text{BaCu}_2\text{O}_x$ ,  $\text{BaCu}_3\text{O}_x$ ), которые локализованы преимущественно в порах (серые пятна на рис. 2,б). Область С (нижняя часть рис. 1) представляет структуру исходной керамики 123, обладает высокой пористостью и не содержит примесных фаз. На рис. 2,в приведен снимок этой области в большем увеличении. Площади поперечного сечения областей А, В и С примерно одинаковы. Рис. 1 выполнен вне пропорции.

На основании этих данных можно утверждать, что в процессе пропускания электрического тока большой плотности и образования в ме-

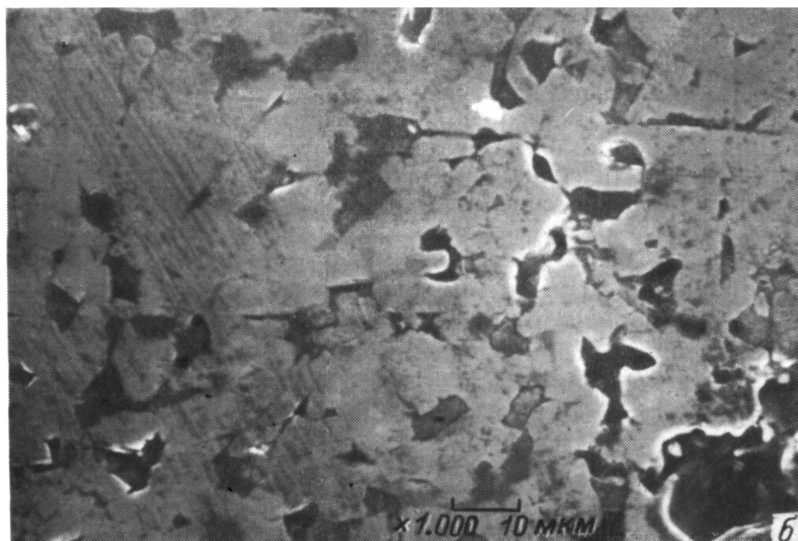
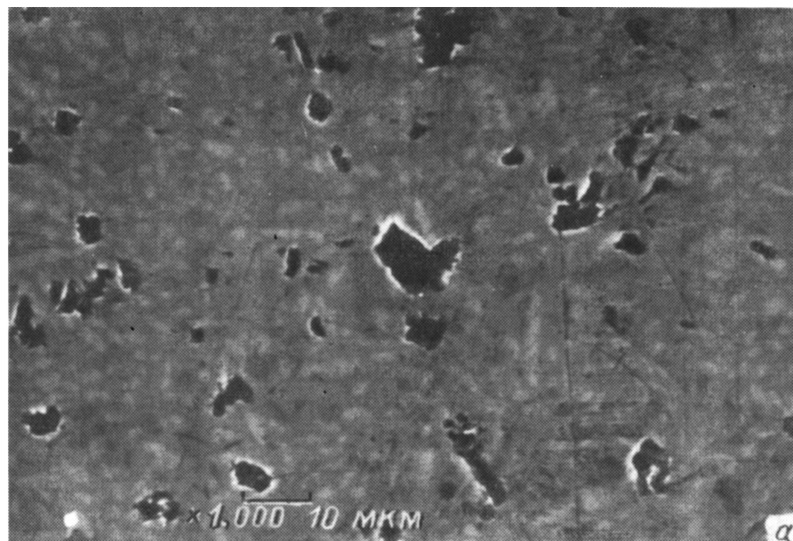


Рис. 2. Увеличенное изображение того же участка, что и на рис. 1, в сканирующем электронном микроскопе.

а — область А, б — область В, в — область С.

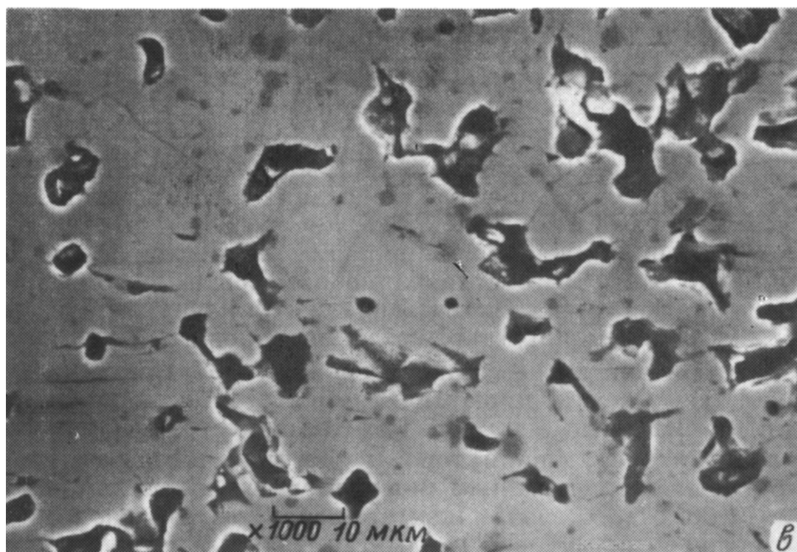


Рис. 2 (продолжение).

сте стыковки теплового домена в области *A* произошел разогрев образца до температуры  $T = 1020^\circ\text{C}$ , при которой происходит плавление фазы 123 по перитектической реакции  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x} \rightarrow Y_2BaCuO_5 + L$ . В присутствии жидкой фазы (*L*), обедненной иттрием, интенсивно протекает процесс спекания в области *A*, сопровождающийся выпадением фазы 211. Непрореагировавшая безыттриевая жидкость перераспределяется по образцу в поперечном температурном градиенте и кристаллизуется в виде фаз  $BaCuO_2$ ,  $BaCu_2O_x$  в порах в области *B*. Интенсивные диффузионные процессы, протекавшие в присутствии жидкой фазы, по-видимому, и способствовали хорошему качеству соединения керамик. Об этом свидетельствует вид вольт-амперной характеристики, зафиксированной в трех местах: на стержне, слева от места плавления

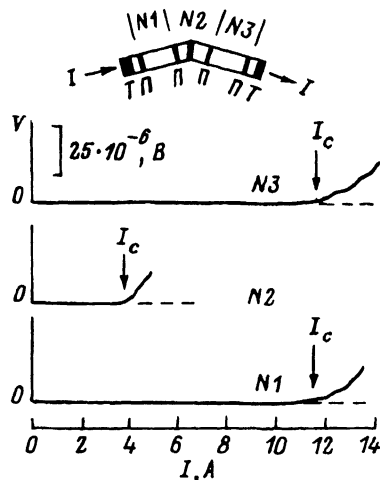


Рис. 3. Вид вольт-амперной характеристики при температуре  $T = 77\text{ K}$  в нулевом внешнем магнитном поле после обжига в кислороде.

Значение величины критического тока для  $N1-I_c = 11.5\text{ A}$ , для  $N2-I_c = 3.75\text{ A}$  и для  $N3-I_c = 11.5\text{ A}$ . На вставке показано условное разделение образца на области 1, 2 и 3. *T* — токовые контакты, *П* — потенциальные.



ния ( $N1$ ), в области стыковки ( $N2$ ) и правее контакта ( $N3$ ) (рис. 3). Из него видно, что критическая плотность тока одинакова по всей длине образца, поскольку  $J_c = I_c/(1/3)S$  в месте контакта, так как за величину площади контакта, согласно рис. 1, следует брать область  $A$ , т.е. третью часть от значения величины поперечного сечения стержней  $S$ . Здесь  $I_c$  — величина критического тока в месте контакта. Области  $B$  и  $C$  из-за нарушения соосности образования микрозазоров между соединяемыми частями оставались вне рабочей зоны, хотя визуальный контроль подтвердил сплавление по периметру внешней поверхности.

С помощью этого метода также впервые были выполнены взаимные соединения керамических стержней, изготовленных из  $Bi_{3.2}Pb_{0.8}Sr_4Ca_5Cu_7O_y$ , и соединения из стержней, изготовленных из различных керамик на иттриевой и висмутовой основах. Последнее, как мы считаем, необходимо кратко прокомментировать. При сплавлении разнородных керамик (разные температуры плавления) наблюдается преимущественный распад висмутовой керамики на несверхпроводящие фазы, обедненные содержанием меди, и купраты, находящиеся между зернами. Кроме того, различные температуры отжига в кислороде для иттриевой и висмутовой керамик препятствуют восстановлению сверхпроводимости, в связи с этим смешивать эти два состава нецелесообразно.

#### Список литературы

- [1] Пфанн В.Г. Зонная плавка. М.: Металлургия, 1966. 95 с.
- [2] Осипьян Ю.А. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1988. Т. 47. Вып. 5. С.257.
- [3] Семиноженко В.П. и др. // Тез. докл. I Междунар. конф. "Материаловедение ВТСП". Харьков, 1993. Т. 2. С. 66.