

05.4; 12

© 1991

МЕТОД ПЛАВЛЕНИЯ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ПУТЕМ
ПРОПУСКАНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА

А.Р. К а д ы р б а е в, П. Г у т ь к а

По литературным данным, на монокристаллах [1] и на эпитаксиальных пленках [2] высокотемпературного сверхпроводящего соединения $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ плотность критического тока при температуре кипения жидкого азота и в нулевом магнитном поле достигает 10^5 А/см². В то же время массивные образцы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, приготовленные по керамической технологии, имеют плотность критического тока на три порядка меньше [3]. В связи с этим говорят о существовании слабой связи джозефсоновского типа между зернами $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -керамики.

Применяется несколько методов повышения критического тока в ВТСП керамиках. Недавно в работе [4] за счет зонной плавки удалось получить образцы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ с очень плотной структурой из ориентированных длинных плоских зерен с очень малым количеством дефектов. На этих образцах после длительного отжига в кислороде был измерен ток $3,75 \cdot 10^4$ А/см² в нулевом магнитном поле и $2,0 \cdot 10^4$ А/см² в поле 1 Т.

С целью получения плотной структуры мы проводили плавки путем пропускания электрического тока. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ был изготовлен керамической технологией из исходных порошков Y_2O_3 , Ba_2CO_3 и CuO . Готовый порошок соединения с размером частиц меньше 100 мкм был засыпан в цилиндрическую заготовку из чистого циркония с наружным диаметром 14 мм и внутренним диаметром 8 мм, уплотнен механически. Заготовка была герметически закрыта пробкой, которая затем была приварена аргонодуговой сваркой. Затем она была продеформирована в ротационноковачной машине без промежуточных отжигов в пруток диаметром 6.25 мм (степень деформации 80 %). Было зафиксировано слабое, но отчетливое растрескивание циркониевой оболочки в продольном направлении, которое не помешало провести деформацию прутка до конечного диаметра. После термообработки в вакууме при 650 °С в течение 30 мин цирконий восстановил свою пластичность и пруток был дальше продеформирован до диаметра 3.1 мм (деформация 75 %), затем термообработка в вакууме при 600 °С в течение 30 мин и окончательная деформация в провод диаметром 2 мм (деформация 60 %). Общая степень деформации заготовки с диаметром 14 мм на диаметре 2 мм составила 97.9 %.

Температура плавления циркониевой оболочки выше, чем у керамической сердцевины. Поэтому можно нагревать композиционный

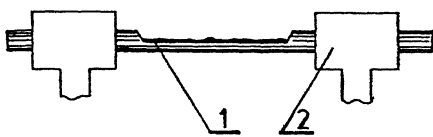


Рис. 1. Схема нагрева проводничных образцов: 1 - токовод, 2 - образец.

провод до такой температуры, когда сердцевина расплавится, а циркониевая оболочку сохранит свою форму. Схема нагрева электрическим током показана на рис. 1. Нагреву подвергались как целые проволочные образцы (с закрытой оболочкой), так и образцы, у которых циркониевая оболочка была с одной стороны удалена (с открытой оболочкой), так что плавление керамики происходило в открытом желобе из половинки циркониевой оболочки.

Режим обработки током был следующий: сначала образец нагревали приблизительно до 1100°C (ток около 2.5 А). Затем проводили как можно более медленное охлаждение. Следует отметить, что температура образца не была одинакова по всей его длине. В первый момент максимальную температуру имела средняя часть образца, составляющая приблизительно 70 % его длины между токовводами, а по обе стороны от нее температура резко падала. Измерение температуры проводили пирометром. Вблизи токовводов образец оставался темным и его температуру в этом месте уже нельзя было определить точно; можно было считать, что она меньше 500°C . Оказалось, что со временем ток нагрева постепенно самопроизвольно уменьшается, причем максимальная температура образца практически не меняется, а уменьшается зона, нагретая до максимальной температуры. Соответственно удлиняются зоны образца с постепенным уменьшением температуры токовводов.

Итак, с увеличением времени обработки током зона с максимальной температурой становилась все меньше, пока не становилась практически точечной. Максимальное время обработки током составило 165 мин.

Таким образом, охлаждение расплавленной сердцевины происходило в условиях существования градиента температуры, что создавало условия для осуществления направленной кристаллизации $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Все образцы после плавления мы отжигали в кислороде при температуре 900°C в течении 20 часов с последующим охлаждением со скоростью $60^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. Микроструктура исследовалась на растровом электронном микроскопе. Микроструктура расплавленной керамики неоднородна. Есть участки с рыхлой, пористой структурой и есть участки с относительно плотной структурой. Встречаются участки с равноосными зернами, но большая часть состоит из блоков, которые сложены из вытянутых ориентированных зерен с формой, близкой к прямоугольной, рис. 2. Ориентировка имеет два преимущественных направления: ближе к центральной части

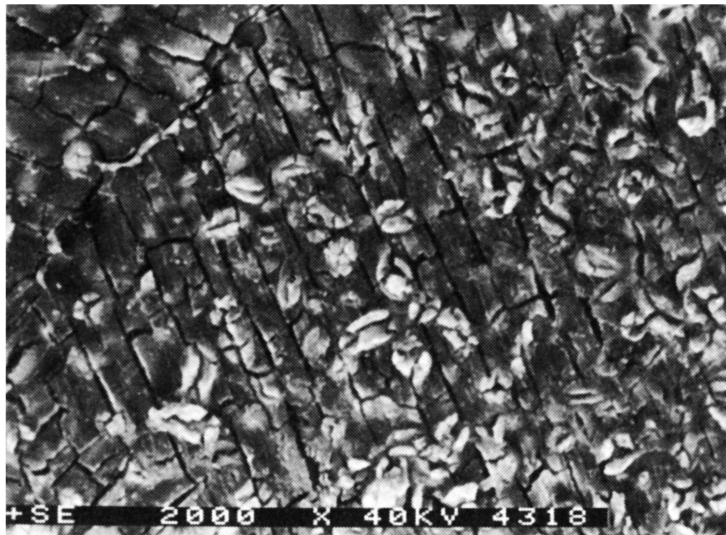


Рис. 2. Микроструктура плавленной керамики.

провода – осевое, а ближе к оболочке – радиальное. Между этими областями имеются блоки как с равноосными зернами, так и с зернами, ориентированными в произвольном направлении. Можно предположить, что кристаллизация и рост зерен керамики происходил под влиянием двух основных градиентов температур – осевого и радиального, и их суперпозиции, соответственно.

По границам зерен множественные трещины, которые вероятно возникли под воздействием сил термического напряжения и напряжения, вызванного структурным тетрагонально–орторомбическим переходом вследствие недостаточно медленного охлаждения. Сверхпроводящие свойства измеряли магнитным методом [5]. Все плавленные образцы оказались сверхпроводящими с критической плотностью тока 200–1300 А/см² при жидком азоте в нулевом магнитном поле.

В результате анализа полученных плавленных $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ образцов можно сделать следующие выводы:

1. Показана принципиальная возможность получения плотной структуры $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ с длинными ориентированными зернами. За счет контролируемого процесса медленной кристаллизации и охлаждения при использовании плавления электрическим током.

2. В использованной в работе схеме плавления и охлаждения возникает суперпозиция двух градиентов температуры, что приводит к изменению ориентации зерна по объему образца.

3. Опробованное время плавления и охлаждения (до 165 мин) недостаточно для релаксации возникающих при охлаждении напряжений без трещинообразования.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] S c h n e e m e y e r L.F., G y o r g y E.M.,
W a s z c z a k J.V. // Phys. Rev. B. 1987.
V. 36. P. 8804.
- [2] L a i b o w i t z R.B., K o c h R.H., C h a u -
d a r i P., G a m b i n o R.G. // Phys. Rev.
B. 1987. V. 35. P. 8821.
- [3] E k i n J.W., B r a g i n s k i A.I. et al. //
J. Appl. Phys. 1987. V. 62. P. 4821.
- [4] C h u n l i n J., F a n Z h a n g u o et al. //
Supercon. Sci. Technol. 1991. V. 4. P. 49-
54.
- [5] G ö m ö r y F., L o b o t k a P. // Solid State
Comm. 1988. V. 66. P. 645.

Поступило в Редакцию
15 августа 1991 г.