

05;12

Исследование процесса спекания ленты Bi-2223/Ag методом акустической эмиссии

© E. Dul'kin, V. Beilin, E. Yashchin, M. Roth, Л.В. Гребенкина

Graduate School of Applied Science, The Hebrew University of Jerusalem, Jerusalem 91904, ISRAEL

НИИМ и ПМ Ростовского государственного университета, Россия

Поступило в Редакцию 14 декабря 2000 г.

Методами акустической эмиссии, теплового расширения и магнитной восприимчивости исследовано вторичное спекание ленты Bi-2223/Ag в процессе ее нагрева после первичного спекания и прокатки с деформацией $\varepsilon \sim 18\%$. При нагреве ленты зарегистрированы сигналы акустической эмиссии в интервале температур 570–660°C. Обсуждается процесс жидкофазного залечивания трещин, возникших при прокатке ленты, как возможный источник акустической эмиссии. Показана возможность применения акустической эмиссии как неразрушающего метода технологического контроля при производстве Bi-2223/Ag лент.

Технологический процесс изготовления сверхпроводящих лент Bi-2223/Ag включает несколько этапов: наполнение Ag-трубки несверхпроводящим порошком Bi-Pb-Sr-Ca, соответствующим стехиометрии 2223-фазы, волочение наполненной трубки с последующей плоской прокаткой в ленту и термомеханическая обработка, состоящая из двух циклов спекания и промежуточной прокатки (ПП) [1]. ПП обеспечивает уплотнение керамики, необходимое для получения высокой критической плотности тока J_c . Между тем микротрещины, индуцируемые в спеченной керамике применением ПП, зачастую остаются незалеченными даже после продолжительного вторичного спекания ленты, ограничивая ее токонесущую способность [2–3]. Процесс залечивания трещин в Bi-2223/Ag лентах ранее практически не исследовался; предполагается лишь, что его протекание должно контролироваться жидкофазными реакциями. Обнаруженный недавно (на основе измерений магнитной восприимчивости и магнетооптических исследований) эффект быстрого залечивания индуцированного прокаткой повреждения указывает на то, что залечивание трещин может протекать уже на стадии нагрева ленты до температуры вторичного спекания после ПП [4].

Известно, что процессы возникновения и исчезновения трещин в ВТСП керамике могут быть исследованы методом акустической эмиссии (АЭ) [5]. Ранее метод АЭ эффективно применялся для исследования процесса рекристаллизации при спекании керамики YBCO [6].

Цель настоящей работы — исследовать процесс вторичного спекания Bi-2223/Ag ленты методами акустической эмиссии, теплового расширения и магнитной восприимчивости.

Исследовались образцы Bi-2223/Ag ленты длиной 10 mm, шириной 3 mm и толщиной 0.250 mm, полученной по методике [7]. Образцы были прокатаны после первичного спекания, что привело к их деформации на величину $\varepsilon \sim 18\%$. Одновременно измерялись активность \dot{N} АЭ и тепловое расширение ΔL данных образцов по методике [8] при их нагреве и охлаждении со скоростью $2-3^\circ\text{C}/\text{min}$. Магнитная восприимчивость измерялась индуктивным методом на частоте 740 Hz при температурах 250–77 K.

Результаты измерений представлены на рисунке. По мере повышения температуры образцы монотонно сжимались и АЭ отсутствовала. В области 450°C усадка образцов достигла 5% и прекратилась, а

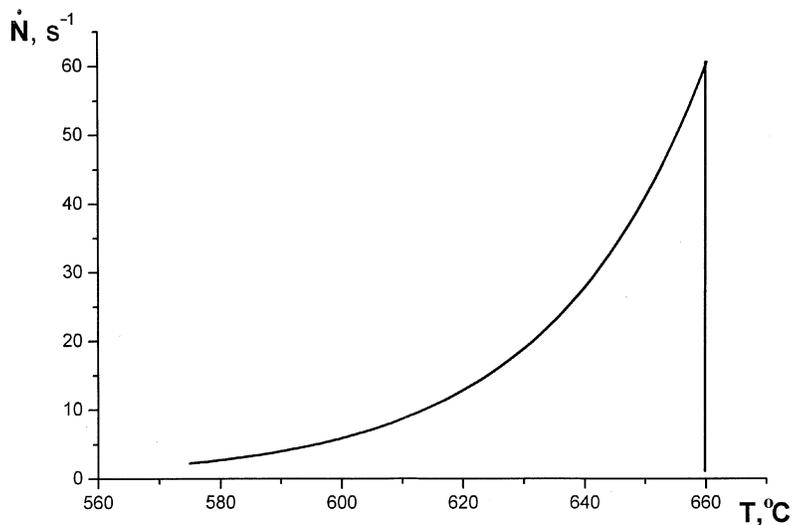


График зависимостей относительного теплового расширения $\Delta L/L$ и активности акустической эмиссии \dot{N} АЭ в процессе нагрева образцов Bi-2223/Ag ленты.

выше 570°C появились первые сигналы АЭ. По мере дальнейшего нагрева образцов активность \dot{N} АЭ экспоненциально возрастала и резко оборвалась при $T = 660^\circ\text{C}$. При дальнейшем нагреве до 836°C образцы не дилатировали и не излучали АЭ. При охлаждении наблюдалась незначительная усадка образцов, но сигналы АЭ отсутствовали.

Наблюдаемый АЭ отклик может быть интерпретирован в соответствии с результатами изучения *in situ* фазовых превращений в Bi-2223/Ag лентах [9]. Как следует из приведенной в [9] фазовой диаграммы, в области 400–660°C имеет место образование жидкой фазы. Указанный температурный интервал существования жидкой фазы коррелирует с установленным в настоящей работе температурным интервалом 570–660°C регистрации сигналов АЭ. Возможно предположить поэтому, что образующаяся жидкая фаза способствует процессу залечивания трещин, который и является источником АЭ. Данные по магнитной восприимчивости подтверждают это предположение. Кратковременный отжиг в течение 1 h при 650°C ранее прокатанной ленты приводит к сужению пика $\chi''(T)$ мнимой части восприимчивости вблизи критической температуры, что, как было показано в [4], свидетельствует об увеличении электрической связности керамики за счет залечивания трещин.

Таким образом, обнаруженные в температурном интервале 570–660°C сигналы АЭ отражают процесс залечивания трещин при вторичном спекании Ag/Bi-2223 ленты после ее прокатки. Следует отметить высокую чувствительность АЭ метода, позволяющую наблюдать раннюю стадию этого процесса в условиях сравнительно быстрого нагрева. Следовательно, АЭ может быть эффективно использована как инструмент для изучения процессов, протекающих в сверхпроводящей керамике при обработке Bi-2223/Ag лент и технологического контроля лент при их производстве.

Список литературы

- [1] Martini L. // *Supercond. Sci. Technol.* 1998. V. 11. P. 231–237.
- [2] Anderson J.W., Cai X.Y., Feldmann M., Polyanskii A., Jiang J., Parrell J.A., Marken R., Hong S., Larbalestier D.C. // *Supercond. Sci. Technol.* 1999. V. 12. P. 617–623.
- [3] Polak M., Parrell J.A., Polyanskii A., Pashitski A., Larbalestier D.C. // *Appl. Phys. Lett.* 1997. V. 70. P. 1034–1036.

- [4] *Polyanskii A., Beilin V., Goldgirsh A., Yashchin E., Roth M., Larbalestier D.* // The 2000 International Workshop on Superconductivity. June 19–22, 2000. Matsue-shi, Shimane, Japan, 2000. P. 253–256.
- [5] *Staines M.P., Flower N.E.* // *Supercond. Sci. Technol.* 1991. V. 4. P. S233–S234.
- [6] *Дулькин Е.А.* // *СФХТ.* 1994. Т. 7. С. 105–108.
- [7] *Beilin V., Goldgirsh A., Yashchin E., Roth M., Schieber M.* // *Physica C.* 1998. V. 309. P. 56–64.
- [8] *Дулькин Е.А.* // *СФХТ.* 1992. Т. 5. С. 102–103.
- [9] *Frello T., Roulson H.E., Gottschalk Andersen L., Andersen N.H., Bentzon M.D., Schmidberger J.* // *Supercond. Sci. Tech.* 1999. V. 12. P. 293–300.