

УДК 05.4

ХАРАКТЕРИСТИКИ $YBaCuO$ -КОЛЬЦА И ЦИЛИНДРА, ВЫРАЩЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЗАРОДЫШЕЙ $Sm_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

© 2012 г.

С.А. Чурин

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород

churin@ipm.sci-nnov.ru

Поступила в редакцию 08.11.2011

Методом top seed с использованием монокристаллических зародышей $Sm_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ выращены текстурированные кристаллы $YBaCuO$ в форме кольца, цилиндра. Найдено распределение вертикальной составляющей индукции магнитного поля по высоте внутри и вне кольца, по диаметру над поверхностью кольца и по срединной линии кольца, над поверхностью цилиндра по его диаметру. Дается объяснение полученным результатам.

Ключевые слова: высокотемпературная сверхпроводимость, рост кристаллов, зародыш, цилиндр, кольцо, индукция магнитного поля.

Массивные изделия из высокотемпературных сверхпроводящих (ВТСП) материалов на основе $YBaCuO$ в форме цилиндров, колец, стержней, дисков находят применение в качестве диамагнитных подвесов, тоководов, магнитов [1–3]. Характеристики указанных изделий в сверхпроводящем состоянии находятся в сильной зависимости от их кристаллографической структуры. Это объясняется малой длиной когерентности ВТСП-материалов. С другой стороны, ВТСП-материалы плавятся инконгруэнтно, что создаёт дополнительные трудности в процессе их последующей кристаллизации. Поэтому разработка методов изготовления ВТСП-изделий со структурой монокристалла или текстуры представляет большое практическое значение. Наиболее распространённым приёмом выращивания структурно совершенных объёмных $YBaCuO$ -кристаллов является метод top seed. В этом методе изделия из $YBaCuO$ кристаллизуются с применением зародышей. В качестве зародышей используются кристаллы $SmBaCuO$, $NdBaCuO$, других соединений на основе редких земель, имеющих более высокую температуру плавления, чем соединение $YBaCuO$, но почти одинаковые с ним параметры кристаллической решётки. Полученные таким способом образцы обладают высокой степенью текстуры. В ряде случаев они близки к монодоменным [4]. Однако использование одного зародыша не всегда гарантирует изготовление изделий с большими линейными размерами и с высокой плотностью критического тока. Так, диски с диаметром более 62 мм имеют заметно меньшую плотность критического тока, чем диски с диаметром 30 – 40 мм [5]. Поэтому представляет

интерес поиск методов, обеспечивающих сохранение высоких критических параметров сверхпроводящих изделий из ВТСП-материалов по всему их объёму. Одним из таких методов является использование зародышей с размерами, сравнимыми с величиной самого изделия [6]. Другим возможным методом является использование нескольких небольших зародышей, размещённых на поверхности загрузки для выращивания кристалла. Возможно, что использование нескольких зародышей для роста кристаллов $YBaCuO$ позволит создать структуры с несколькими локальными минимумами индукции магнитного поля. Такие структуры могут найти применение при создании диамагнитных подвесов, обладающих высокой степенью устойчивости. Желательно также знать, каким образом использование нескольких зародышей для выращивания кристалла из соединения $YBaCuO$ повлияет на плотность критического тока в изделии. С этой целью в настоящей работе выращены блочные кристаллы в форме цилиндра и кольца с использованием зародышей $Sm_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Измерены характеристики захваченного магнитного поля кольца и цилиндра после намагничивания их полем постоянного магнита. Определена плотность критического тока в них.

Для выращивания зародышей использовались цилиндрические загрузки состава $Sm_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ высотой 20 и диаметром 20 мм, полученные по стандартной порошковой технологии. Плавление загрузки осуществлялось при температуре 1080°C в течение одного часа в вертикальной цилиндрической печи с вертикальным градиентом температуры в месте расположения загрузки

ки $15^\circ\text{C}/\text{см}$. Затем температура в печи снижалась за два часа до 1055°C , и далее загрузка охлаждалась со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{час}$ до 1010°C . Далее температура в печи снижалась до комнатной в течение 10 часов. Полученный цилиндр разрушался молотком, и из его осколков выбирались пластинки с хорошо отражающей зеркальной поверхностью. Рентгеноструктурный анализ показал, что зеркальной поверхностью пластинок является грань (001) кристаллов $\text{Sm}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ с величиной δ , равной 0.5. Объём зародышей был несколько кубических миллиметров.

Кольцо с внешним и внутренним диаметрами 32 и 20 мм соответственно и высотой 25 мм было получено из порошка следующего состава $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta} - 100 \text{ г} + 15 \text{ г} - \text{Y}_2\text{Ba}_1\text{Cu}_1\text{O}_5 + 1.5 \text{ г} - \text{CeO}_2$ методом прямого одностороннего прессования и последующего спекания в муфельной печи при температуре 920°C в течение 20 минут. Из аналогичного состава был изготовлен цилиндр диаметром и высотой 20 мм. Плотность кольца и цилиндра после прессования и спекания составляла 0.7 от расчетной. Кристаллизация кольца с размещёнными на его поверхности семью зародышами и цилиндра с одним зародышем осуществлялась в вертикальной трубчатой печи с градиентом температуры в месте кристаллизации $15^\circ\text{C}/\text{см}$. Расстояния между зародышами на поверхности кольца были одинаковыми. Зеркальная поверхность зародыша была обращена к поверхности кольца или цилиндра. Режимы кристаллизации кольца и цилиндра были следующими. Нагрев образцов до 1040°C осуществлялся в течение 4 часов. При температуре 1040°C образцы находились один час, затем в течение двух часов температура снижалась до 1005°C с постоянной скоростью и далее со скоростью охлаждения $1^\circ\text{C}/\text{час}$ до температуры 965°C . После образцы в течение 5 часов охлаждались до 940°C и далее в течение 12 часов до комнатной температуры. Для придания образцам диамагнитных свойств они отжигались в токе кислорода при температуре 550°C в течение 5 часов с последующим охлаждением в токе кислорода до комнатной температуры в течение 20 часов. После спекания и кристаллизации размеры образцов изменились. Внешний и внутренний диаметры кольца уменьшились соответственно до 31 и 17.5 мм. Высота уменьшилась до 20 мм. Диаметр цилиндра стал равным 18 мм, а высота – 17 мм. Рентгеноструктурный анализ показал, что на поверхность цилиндра выходят плоскости (110), (005), (200), (020), (123). Интенсивности отражения от данных плоскостей одинаковы. Рентгеноструктурный анализ поверхности кольца не

проводился, но предполагалось, что результаты были такими же, как и в случае цилиндра.

Распределение вертикальной составляющей (B_z) индукции магнитного поля постоянного магнита, сверхпроводящего кольца и цилиндра находилось с помощью датчика Холла. В случае измерения вертикальной составляющей захваченного магнитного поля образцов (B_z) они замораживались в контакте с постоянным SmCo-магнитом. Вертикальная составляющая индукции магнитного поля (B_z) на поверхности постоянного магнита была равна 0.22 Т. После охлаждения образцов и магнита до температуры кипящего азота магнит убирался. Над поверхностью образцов на расстоянии 1 мм размещался датчик Холла, который перемещался по диаметру образцов. В случае кольца датчик Холла перемещался также по окружности с радиусом $r = (r_0 + R_0)/2$, где r_0 – радиус внутренней образующей, а R_0 – радиус внешней образующей кольца. Центр окружности находился на оси кольца. Траекторию движения датчика Холла по окружности с радиусом r для краткости назовём серединной линией кольца. Распределение вертикальной составляющей индукции магнитного поля B_z кольца на его оси по высоте находилось с шагом 1 мм.

На рис. 1 приведено распределение вертикальной составляющей индукции магнитного поля (B_z) по диаметру цилиндра. На рис. 2 приведено распределение B_z над поверхностью кольца по его диаметру. На рис. 3 – изменение B_z по высоте кольца на его оси. На рис. 4 – зависимость B_z от угла φ на серединной линии кольца.

Изменение размеров кольца и цилиндра связано с испарением пор из объёма загрузок в процессе их плавления и кристаллизации. В свою очередь, испарение пор обусловлено термокапиллярным эффектом. Соединение YBaCuO плавится инконгруэнтно с разложением на жидкую ($\text{CuO} + \text{BaCuO}_2$) и твёрдую (Y_2BaCuO_5) фазы. С другой стороны, исходные образцы содержат большое количество пор. Коэффициент поверхностного натяжения жидкой фазы с уменьшением температуры увеличивается. Поэтому в нестационарном режиме, когда происходит нагрев цилиндра или кольца, температура наружной поверхности образцов выше, чем внутри. В этом случае жидкая фаза ($\text{CuO} + \text{BaCuO}_2$) движется по внутренней поверхности пор к центру образца. При этом поры движутся в область с более высокой температурой к поверхности образца [7]. Испарение пор приводит к уменьшению диаметров кольца и цилиндра, а также и их высоты.

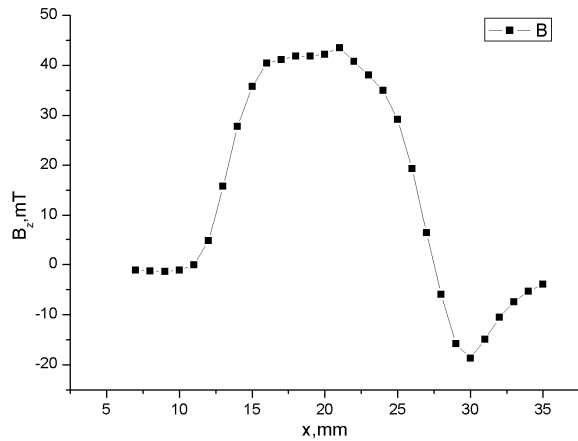


Рис. 1. Зависимость вертикальной компоненты вектора индукции магнитного поля (B_z) от местоположения (x) датчика Холла над поверхностью цилиндра в сверхпроводящем состоянии

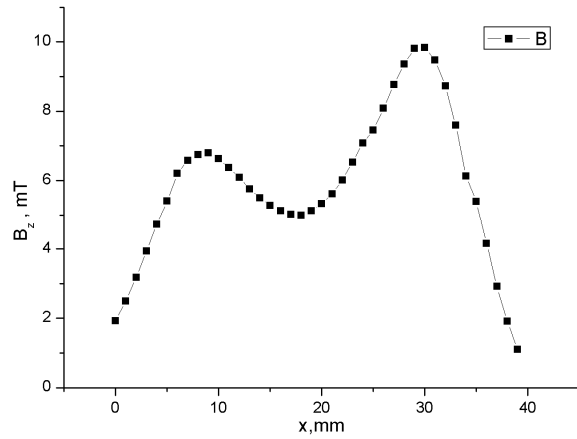


Рис. 2. Зависимость B_z от местоположения датчика Холла над поверхностью ВТСП-кольца в сверхпроводящем состоянии. Датчик Холла движется по диаметру кольца на высоте 1 мм над поверхностью кольца

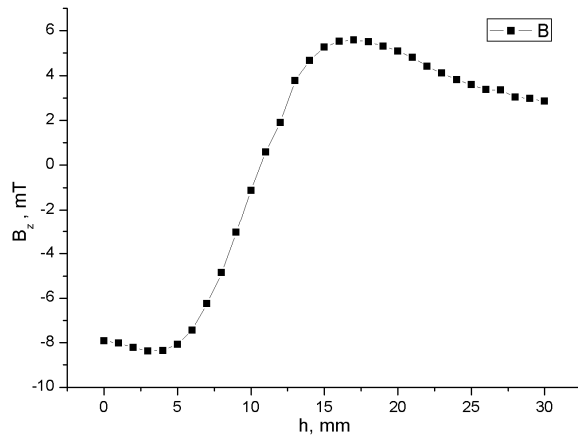


Рис. 3. Зависимость B_z от местоположения датчика Холла по высоте на оси кольца

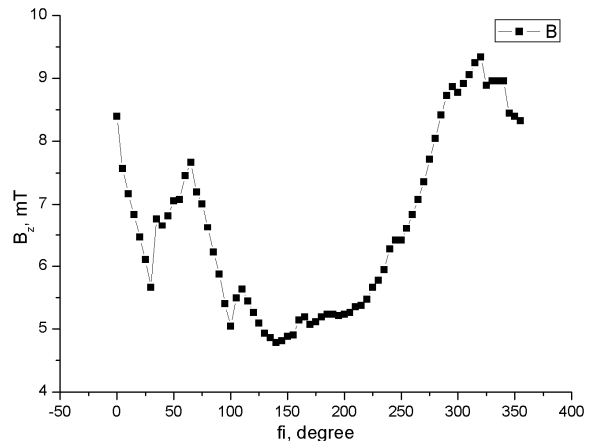


Рис. 4. Зависимость B_z от местоположения датчика Холла по углу ϕ для кольца. Датчик Холла движется по срединной линии кольца

Сравнение величины индукции над поверхностью цилиндра и кольца показывает, что в случае кольца захваченный магнитный поток значительно меньше, чем в случае цилиндра. Обращает на себя внимание изменение знака индукции по высоте на оси кольца, при переходе через поверхность внутрь образца (рис. 3). Можно предположить, что на внешней верхней поверхности цилиндра и по внутренней поверхности цилиндра токи текут в разных направлениях. Это возможно, если предположить, что образец представляет собой сросток кристаллов (блоков) и по каждому из блоков циркулируют разные по величине токи. Ток, циркулирующий по кольцу, заметно меньше, чем ток в отдельном блоке. Каждый зародыш генерирует свой кристалл, и ток, идущий через границу между кристаллами в сростке, значительно меньше, чем ток в каждом кристалле под каждым из семи зародышей в цилиндрическом образце. Подтверждением того, что кольцо представляет со-

бой сросток кристаллов, являются результаты, приведённые на рис. 4, где показана зависимость B_z от угла ϕ по окружности кольца. На приведённой зависимости видны пики, которые отвечают за расположение зародышей и за величину тока, текущего в каждом из зародышей. Видно также, что использование нескольких зародышей для роста кристаллов YBaCuO ведёт к образованию локальных минимумов по индукции магнитного поля на поверхности кристаллов. По данным, приведённым на рис. 1, 2, может быть рассчитана величина плотности критического тока $j=c(\partial B_z/\partial r)$ в цилиндре и кольце. Подставляя в выражение для плотности критического тока значения из рис. 1, 2, находим, что плотность критического тока в цилиндре составляет 10^4 A/cm², в кольце по его верхней поверхности – 600 A/cm². Указанные различия в токах могут быть связаны с формированием границ между блоками в процессе роста кристаллических блоков. Формирование границ

между блоками, так же как и изменение размеров кольца и цилиндра после кристаллизации, может быть связано с термокапиллярным эффектом [7].

Таким образом, в настоящей работе показано, что использование нескольких зародышей при выращивании кристаллов YBaCuO ведёт к образованию локальных минимумов индукции магнитного поля на поверхности кристалла. Плотность критического тока в изделиях из YBaCuO уменьшается с увеличением числа зародышей на поверхности исходной загрузки.

Автор считает своим долгом поблагодарить Ю.Н. Дроздова за выполнение рентгеноструктурного анализа образцов.

Список литературы

1. Cardwell D.A., Shi Y.-H., Babu N.H. et al. // *Supercond. Sci. Technol.* 2010. 034008. V. 23. P. 1–9.
2. Kim S.B., Takano R., Nakano T. et al. // *Physica C*. 2009. V. 469. P. 1811–1815.
3. Hidekazu T., Mitsuru M., Hosei H. // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2004 V. 14. N.2. P. 1778–1781.
4. Yoshizawa S., Shimada H., Fujimoto H. et al. // *J. Physics: Conf. Ser.* 2006. Vol. 18. P. 442–445.
5. Wongsatanawarid A., Seki H., Murakami M. // *IEEE/ CSC & ESAS European Superconductivity News Forum (ESNF)*. 2010. No. 15. P. 1–5.
6. Nizhelskiy N.A., Poluchenko O.L., Matveev V.A. // *Supercond. Sci. Technol.* 2007. V. 20. P. 81–86.
7. Churin S.A. // *Supercond. Sci. Technol.* 2004. V. 17. P. 164–168.

CHARACTERISTICS OF YBCO RINGS AND CYLINDERS GROWN BY APPLYING $\text{Sm}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ NUCLEI

S.A. Churin

Textured YBCO ring- and cylinder-shaped crystals have been grown from single-crystal $\text{Sm}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nuclei using the top-seeded solution growth method. We have found the distribution of the vertical component of the magnetic induction over the height inside and outside the ring, throughout the diameter over the surface of the ring and along the middle line of the ring, over the cylinder surface throughout its diameter. The results obtained are explained.

Keywords: high-temperature superconductivity, crystal growth, nucleus, cylinder, ring, magnetic field induction.