

УДК 538.945+538.97:621.375.826

УВЕЛИЧЕНИЕ ПЛОТНОСТИ КРИТИЧЕСКОГО ТОКА В ВТСП КЕРАМИКЕ $\text{Bi}(2223)$ В РЕЗУЛЬТАТЕ ПЛАВЛЕНИЯ CO_2 ЛАЗЕРОМ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО КРАТКОВРЕМЕННОГО ОТЖИГА

Г.Н.Михайлова, А.М.Прохоров, А.В.Троицкий, Б.П.Михайлов, Д.И.Григорашев,
П.Е.Казин, В.В.Ленников, Т.Д.Аксенова

Кратковременное плавление ВТСП-керамики CO_2 лазером и последующий ее отжиг приводят к образованию плотной мелкозернистой структуры (размер зерна $\sim 2 - 3$ мкм). В результате образования такой структуры происходит существенное (в 40 раз при 20 К и в 8 раз при 77 К) повышение критического тока керамики.

Практическое применение массивных изделий из высокотемпературных сверхпроводящих (ВТСП) керамик ограничивается низкими значениями плотности критического тока ($< 10^3$ А/см² при 77 К). В последние годы широкое распространение получили расплавные методы получения керамики, которые позволяют резко улучшить транспортные и магнитные свойства сверхпроводников [1 – 4]. Возможность получения плотных, текстурированных ВТСП керамик с очень высокой плотностью критического тока $J_c \sim 10^4 - 10^5$ А/см² в результате плавления делает эту технологию очень привлекательной для практического применения. Однако процесс текстурирования за счет плавления и последующей кристаллизации занимает очень много времени (сотни часов), и при этом размеры образцов ограничены сантиметрами. Указанные методы перекристаллизации требуют дорогостоящих градиентных печей, являются высокоэнергетическими и практически не могут быть использованы для изготовления длинномерных сверхпроводящих изделий (лент, проводов). В связи с этим представляют большой интерес методы кратковременного плавления ВТСП материалов [9, 10], одним из которых является метод лазерного плавления. Эти методы имеют следующие преимущества:

высокую скорость процесса;

формирование аморфизированных промежуточных продуктов и последующая направленная кристаллизация;

уплотнение керамики;

возможность применения для производства длинномерных изделий (проводов, лент);

возможность получения толстых ВТСП пленок на различных подложках, включая монокристаллические;

возможность легирования ВТСП в жидкой фазе.

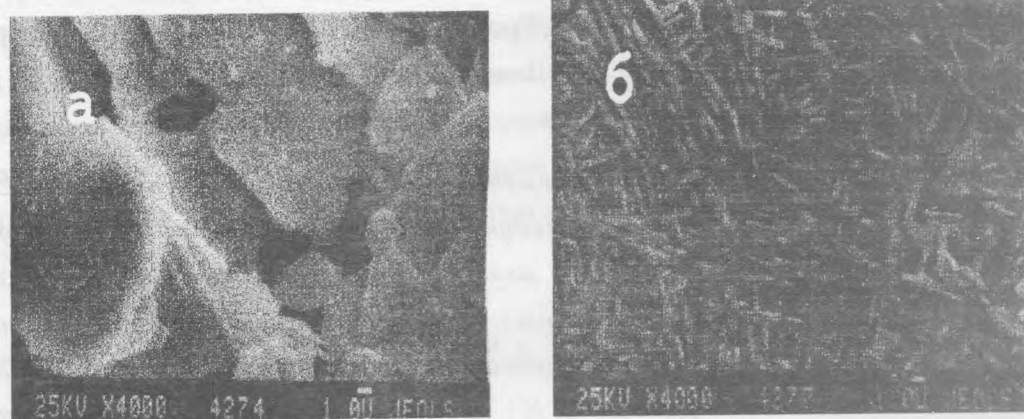


Рис. 1. а) Микроструктура исходного образца керамики $Bi(2223)$; б) Микроструктура поверхности того же образца после лазерного плавления и отжига.

Оптические свойства высококачественных ВТСП-пленок и монокристаллов $Y(123)$ $Bi(2212, 2223)$ детально исследованы в работе [11]. Ранее [5 – 8] было показано, что применение излучения лазера, а также инфракрасного нагрева для кратковременного плавления ВТСП керамики дают обнадеживающие результаты с точки зрения повышения плотности структуры и токонесущей способности. Поэтому представляется важным и перспективным провести детальное и целенаправленное исследование комплекса проблем, связанных с лазерной обработкой (плавлением) ВТСП керамики, направленной на создание более плотной и текстурированной структуры с существенно более высокими критическими параметрами.

В данной работе исследовалось лазерное плавление $Y(123)$ и $Bi(2223)$ керамик. В качестве источника лазерного излучения использовался непрерывный CO_2 лазер ($\lambda = 10.6$ мкм) с плотностью мощности излучения на выходе до 127 Вт/см^2 . Применялось однократное и двухкратное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин . Отжиг образцов после лазерного плавления проводился в изотермических

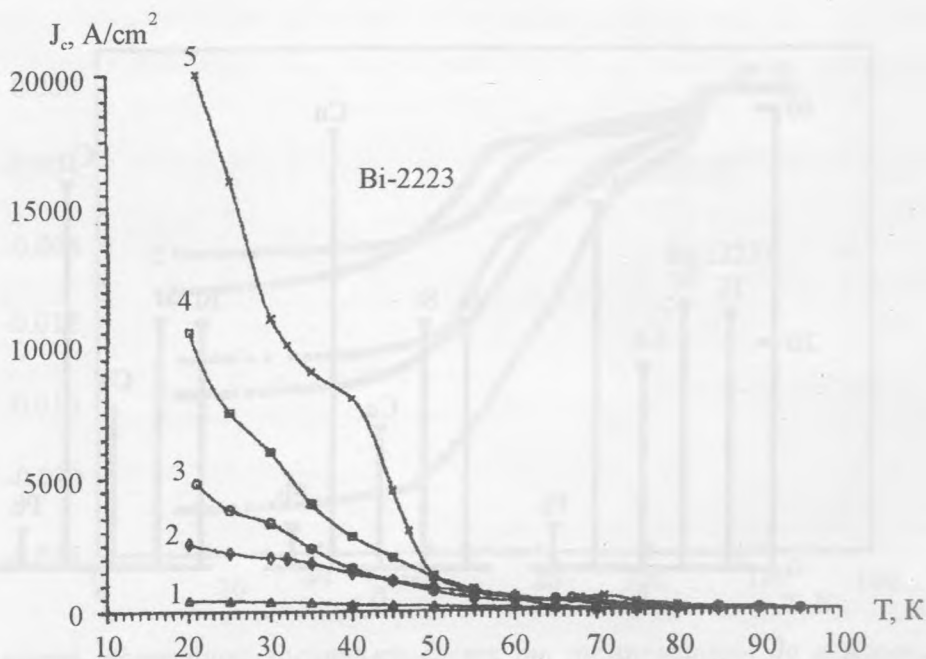


Рис. 2. Зависимость критической плотности тока от температуры до и после лазерного плавления и отжига. (1) Исходная $Bi(2223)$ керамика, приготовленная путем прессования. (2) Плавленый CO_2 лазером ($\lambda = 10.6$ мкм) образец. Плотность мощности лазерного излучения $q = 57$ Вт/см², однократное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (3) $q = 44$ Вт/см², двукратное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (4) $q = 44$ Вт/см², двукратное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (5) $q = 127$ Вт/см², однократное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. Отжиг образцов после лазерного плавления проводился в изотермических условиях при $840^\circ C$ в течение 100 часов.

условиях при $920^\circ C$ в течение 50 час для $Y(123)$ и при $840^\circ C$ в течение 100 час для $Bi(2223)$ соответственно. Микроструктура и химический состав поверхности образцов и их поперечного сечения были исследованы с помощью сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM-35 с EDX-спектрометром LINK. Для изучения эволюции сверхпроводящей фазы в результате отжига проводился XRD-анализ плавленной и неплавленной сторон образцов. Критическая температура (T_c) и плотность критического тока (J_c) полученных образцов определялась из измерений комплексной магнитной восприимчивости.

Результаты экспериментов показывают возможность существенного уплотнения образцов и формирования локальной текстуры. Была обнаружена принципиальная раз-

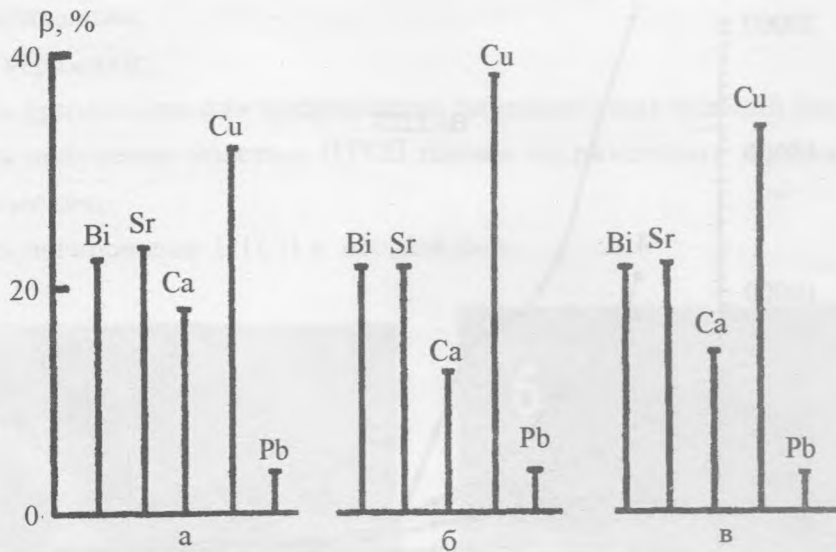


Рис. 3. Элементный состав β , определенный с помощью микроанализатора LINK при различных этапах лазерной и тепловой обработки образца $Bi(2223)$: (а) химический состав в исходном состоянии; (б) после лазерного плавления и аморфизации; (в) после отжига.

ница в изменении микроструктур Y - и Bi - ВТСП керамики. Микроструктура $Y(123)$ в результате лазерного плавления и отжига изменяется незначительно. Микроструктура Bi керамики меняется очень существенно. В результате лазерного плавления и отжига в ней возникает плоская структура с локальными (40×50 мкм) текстурированными зонами (см. рис. 1). Та же картина наблюдается и для плотности критического тока материалов: для $Y(123)$ J_c меняется незначительно, а для $Bi(2223)$ J_c существенно возрастает (см. рис. 2). Как видно из рис. 2 (кривая 5), величина J_c для одного из образцов возросла в 40 раз при $T = 20$ К и в 8 раз при 77 К по сравнению с исходным образцом. При этом T_c в обоих случаях не меняется.

На рис. 3 представлены результаты исследования элементного состава образца $Bi(2223)$ до плавления, после плавления и после плавления и отжига. Сравнение концентраций элементов в исходном состоянии (рис. 3а), после лазерного плавления и аморфизации (рис. 3б), и после отжига (рис. 3в) показало, что в первом случае химический состав соответствует отношению 2:2:2:3 (рис. 3а). Затем, после лазерного плавления и аморфизации соотношение концентраций элементов изменяется (рис. 3б). После отжига химический состав восстанавливается, происходит рекристаллизация керамики

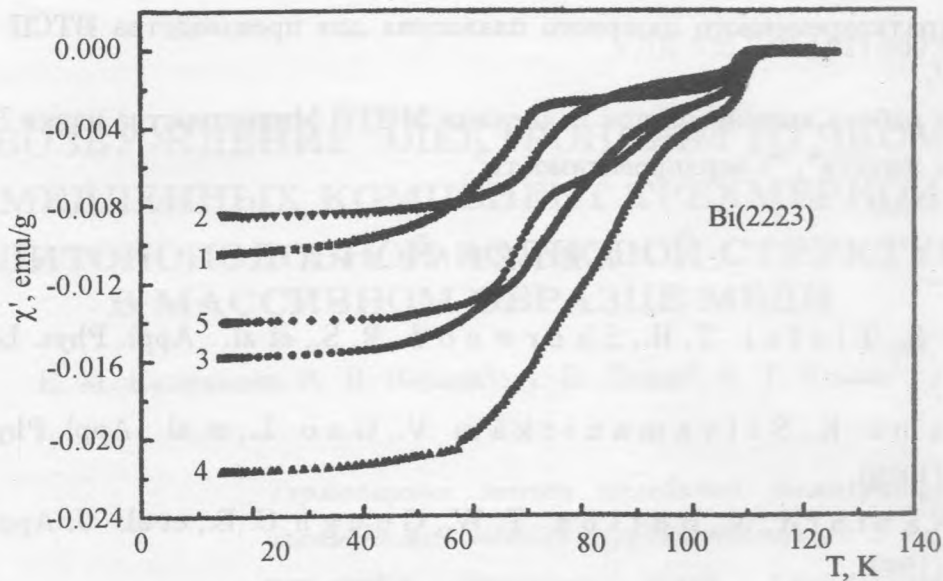


Рис. 4. Зависимость магнитной восприимчивости от температуры до и после лазерного плавления и отжига. (1) Исходная $Bi(2223)$ керамика, приготовленная путем прессования. (2) Плавленый CO_2 лазером ($\lambda = 10.6$ мкм) образец. Плотность мощности лазерного излучения $q = 57$ Вт/см², однократное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (3) $q = 44$ Вт/см², двукратное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (4) $q = 44$ Вт/см², двукратное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. (5) $q = 127$ Вт/см², однократное сканирование поверхности образца со скоростью 45 мм/мин. Отжиг образцов после лазерного плавления проводился в изотермических условиях при 840°С в течение 100 часов.

(рис. 3в). Этот результат получается в условиях оптимального лазерного облучения. В случае, если энергия лазерного излучения превышает некоторый предельный уровень, происходит необратимый распад сверхпроводящей фазы. Результаты XRD-анализа $Bi(2223)$ образцов показывают, что исходный материал состоит на 67% из $Bi(2223)$ фазы, на 23% из $Bi(2212)$ и на 10% из других примесей. Лазерное плавление приводит к тому, что фаза $Bi(2223)$ распадается и формируется фаза $Bi(2201)$. Последующий отжиг приводит к образованию фазы $Bi(2212)$ (через 50 час и затем к восстановлению фазы $Bi(2223)$ (более 60% через 100 час). Эти результаты подтверждаются измерениями магнитной восприимчивости (χ). На кривых $\chi(T)$ имеются три ступеньки при $T \approx 115, 100$ и 70 К (рис. 4). Эти ступеньки могут возникать в результате сверхпроводящих переходов в объеме и на границах зерен фаз $Bi(2223)$ и $Bi(2212)$ соответственно.

Таким образом, данное исследование показало принципиальную возможность применения кратковременного лазерного плавления для производства ВТСП керамики с высоким J_c .

Данная работа выполнена при поддержке МНТП Министерства науки РФ "Оптика и лазерная физика", "Сверхпроводимость".

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Jin S., Tiefel T. H., Sherwood R. S., et al. Appl. Phys. Lett., **51**, 943 (1987).
- [2] Salama K., Selvamaniyam V., Gao L., et al. Appl. Phys. Lett., **54**, 2352 (1989).
- [3] McNabford N., Button T. W., Gough C. E., et al. J. Appl. Phys., **66**, 5930 (1989).
- [4] Murakami M., Morita M., Doi K., et al. Jpn. J. Appl. Phys., **28**, 1189 (1989).
- [5] Кононюк Н. Ф., Махнач А. В., СФХТ, **4**, 1344 (1991).
- [6] Михайлов Б. П., Гутька П., Освальд И. и др. Письма в ЖТФ, **18**, 47 (1992).
- [7] Shih C. H. S., Molian P. A., et al. J. Mater. Sci., **29**, 1629 (1994).
- [8] Денисов Ю. В., Мадий В. А., Красилов Ю. И. СФХТ, **7**, 109 (1994).
- [9] Есепкин В. А. и др. СФХТ **4**, 1344 (1991).
- [10] Михайличенко А. Л. и др. Квантовая электроника, **26**, 696 (1996).
- [11] Elazgак А. Е., Nahoum R., Vontemps N. et al. Phys. Rev. B, **49**, 9846 (1994).

Институт общей физики РАН

Поступила в редакцию 21 сентября 1999 г.