

Покрyтия на основе висмутовых керамик $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ на различных подложках различной формы.

С.В. Антоненко, К.В.Брызгунов, М.А. Горячев

Московский Инженерно-Физический Институт(Государственный Университет), 115409 Москва, Россия

В настоящее время разработан целый ряд сильноточных и слаботочных устройств на основе высокотемпературных сверхпроводников ($T_c \geq 77$ К). Это провода, магнитные экраны, подвесы, ключи, тоководы, электродвигатели, датчики магнитного поля, приемники оптического излучения на основе сверхпроводников, МГД – генераторы, и многие другие [1]. С использованием ВТСП пленок и покрытий проводятся различные исследования с целью определения физических характеристик ВТСП (с применением оптических методов, определение СВЧ свойств), влияние добавок на свойства сверхпроводников (T_c , j_c , ΔT_c), изучение вопросов стабильности (“старения”) материала, влияние облучения на ВТСП и др.

Для успешного практического применения устройств, основанных на ВТСП, необходимо, чтобы сверхпроводник обладал высокими критическими параметрами, такими как: T_c (температура сверхпроводящего перехода), j_c (критическая плотность тока), ΔT_c (ширина сверхпроводящего перехода). Для задач решаемых с использованием тонких пленок и покрытий большое значение имеет адгезия, текстурированность пленок, зернистость, моно- и поликристалличность, стабильность свойств со временем, механическая прочность.

Требование высоких значений критических параметров заставляют разрабатывать новые и совершенствовать уже известные методы приготовления ВТСП.

Существует много технологий получения ВТСП. Для приготовления ВТСП пленок и покрытий применяются, в основном, следующие технологии: термическое испарение, катодное распыление, магнетронное распыление (на постоянном и переменном токе), лазерное напыление, жидкофазная эпитаксия, МЛЭ, керамический метод и т.д. Основным недостатком всех перечисленных методов, кроме керамического, является наличие этапа обработки образца в вакуумной камере, что приводит к усложнению процесса и удорожанию технологии и приготовленной пленки.

Поэтому, основной целью данной работы было исследование возможности приготовления сверхпроводящих покрытий с высокими критическими параметрами, по технологическому циклу, не включающему работу с вакуумным оборудованием.

Технологический процесс был разбит на две стадии. На первой стадии готовилась шихта, которая затем использовалась для нанесе-

ния на целую серию подложек в виде суспензии. На втором этапе проводился отжиг образцов при различных температурно-временных режимах. За основу режима термообработки, как шихты, так и покрытий, были приняты режимы термообработки композиционных заготовок приведенные в работе [2], так называемые - MPSC –циклы (melt process with slow cooling – процесс подплава с медленным охлаждением). Рис.1. Из-за слишком большой длительности отжигов по полному MPSC циклу, некоторые этапы были убраны, и отжиг образцов проводился по сокращенному MPSC циклу, рис.2.

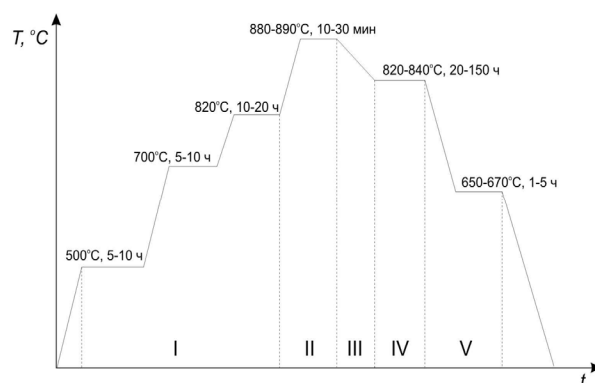


Рис.1.Типичный цикл формирования 2212 BSCCO структуры по методу MPSC:

Отжиг образцов проводился в лабораторной печи, автоматика печи обеспечивала поддержание температуры в рабочей области печи с точностью до 1C° .

Анализ качества образцов, в процессе проведения серии экспериментов, осуществлялся с использованием метода магнитного экранирования и четырехконтактного метода, так же проводились рентгенографические исследования.

На первом этапе проведения эксперимента была приготовлена шихта. Для приготовления шихты использовалась смесь порошков Bi_2O_3 (99,9%), SrCO_3 (99,999%), CaCO_3 (99,999%) и CuO (99,9%) с номинальным молярным составом 2: 2: 1: 2, что соответствует массовому соотношению 4,66: 2,96: 1: 1,66.

После смешивания и растирания, смесь была помещена в корундовый тигель и подвергнута предварительному отжигу в печи при температуре 800C° в течение 10 ч.

После окончания отжига шихта растиралась до состояния порошка в керамической ступке керамическим пестиком. Затем готовили сус-

пензию с использованием дистиллированной воды или спирта. Далее механическим способом суспензия наносилась на подложки MgO <100>, BeO различной формы и полосы Ni.

В процессе проведения экспериментов были проведены исследования влияния на критические параметры образцов различных температурных режимов: изменение температуры подплава, различные скорости охлаждения образца после подплава, температура и длительность фазообразующего отжига.

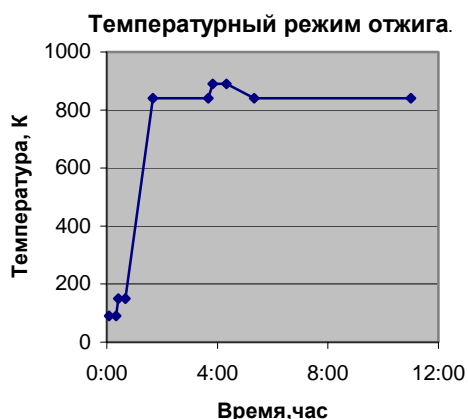


Рис. 2. Типичная программа термообработки всех образцов на подложке MgO.

Лучшие из образцов приготовленных на подложке MgO <100> обладают значениями $T_c=81-85K$ по уровню 0,1-0,9 при ширине сверхпроводящего перехода $\Delta T_c = 2-4 K$. Данные значения были получены для образцов с температурой подплава $890^\circ C$, скоростью охлаждения после подплава 50 град/час и длительностью фазообразующего отжига на температуре $840^\circ C$ 42 часа.

Увеличение температуры фазообразующего (с $840^\circ C$ до $860^\circ C$) отжига приводит к стеканию покрытия с подложки. Изменение скорости охлаждения после подплава с 50град/час до 25град/час увеличивает размер кристаллитов, а так же приводит к ослаблению экранировки пленки, при этом значение T_c и ΔT_c остаются практически неизменными.

Основным параметром, резко влияющим на качество приготавливаемых образцов, является продолжительность отжига. При увеличении продолжительности отжига с 12 ч до 42 ч, наблюдался рост значения T_c с 80 К до 85 К.

По результатам рентгенографического исследования, в образцах присутствует не менее 95% сверхпроводящей фазы. Полученные результаты говорят о том, что используя даже сокращенный MPSC цикл, можно получать образцы высокого качества.

Используя результаты, полученные из экспериментов с использованием подложки MgO,

был составлен температурно-временной режим отжига, позволяющий получать образцы висмутовой керамики 2212 с высокими критическими параметрами.

Так же проводились эксперименты по приготовлению сверхпроводящих покрытий на керамики BeO различной формы, как плоской, так и в виде трубки. В результате эксперимента были получены образцы с $T_c=81,5K$ и $\Delta T_c=4K$, что близко к значениям, полученным для образцов на подложке из MgO. По качеству, полученное покрытие на трубке ни чем не отличалось от покрытия, полученного на плоской подложке. Это дает возможность изготавливать сверхпроводящие висмутовые покрытия на подложках любой геометрии.

В качестве возможной подложки для нанесения висмутового ВТСП покрытия так же были опробованы никелевые полосы. Как и для BeO, весь технологический процесс был полностью идентичен процессу для образцов на подложке MgO.

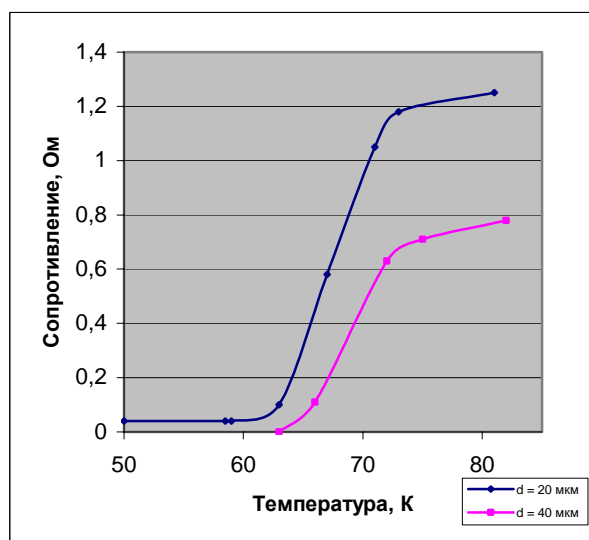


Рис.3. Кривые сверхпроводящих переходов снятые резистивным методом для образцов на полосках Ni.

Для лучших образцов были получены $T_c=67-68 K$ и $\Delta T_c=6-8 K$. Все значения T_c и ΔT_c определялись по уровню 0,1÷0,9.

Работа выполнена в рамках ФЦП "Интеграция" проект №Б0049.

1. А.О. Комаров и др., Перспективные материалы, 2002, №3.
2. А.О. Комаров и др., Разработка технологических процессов получения легированных Bi-2212 проводников с высокой токонесущей способностью, Перспективные материалы, 2001, №1.