

Фазовый переход в MgB_2 с очень низкой плотностью

В.А. Гриненко, Е.П. Красноперов, В.А. Столяров,
РНИИ Курчатовский Институт, 123182 Москва

А.А. Буш,
МИРЭА, Москва
Б.П. Михайлов
ИМЕТ, Москва

Кристаллиты диборида магния (MgB_2), разделенные металлическим магнием, после термообработки замыкаются сверхпроводящими перемычками, у которых критическая температура на 4-6 К ниже, чем у кристаллитов. У образцов этой фазы средняя плотность $d \approx 0.7 \text{ г/см}^3$ в 4 раза меньше рентгеновской, а критический ток $J_c > 5 \cdot 10^3 \text{ А/см}^2$ при 20 К в нулевом поле.

В керамических высокотемпературных сверхпроводниках (ВТСП) Джозефсоновская природа межгранульных контактов серьезно ограничивает критический ток [1]. В дибориде магния также наблюдалось высокое межгранульное сопротивление [2], но в условиях «горячего» сжатия оно существенно снижалось [3]. Твердость кристаллитов MgB_2 препятствует образованию междугранульной связи в процессе волочения, что ограничивает критический ток проводов и лент [4] по сравнению с образцами, синтезированными под давлением. Природа межгранульных контактов в MgB_2 остается малоизученной. Было замечено, что дополнительный магний, добавленный к порошку диборида магния, увеличивает критический ток [5] и способствует зарастанию дефектов, образовавшихся после механической обработки.

В данной работе синтезированы образцы низкой плотности с искусственно созданными межгранульными связями. Исследованы их магнитные свойства, фазовый состав и структура.

Образцы приготавливались из смеси рентгеновски однофазных порошков MgB_2 чистоты 99.9% с размером гранул менее 10 мкм и магния чистоты 99.9% с размером гранул менее 100 мкм. Исходное соотношение масс $MgB_2:Mg$ варьировалось от чистого диборида магния до 1:2.7. Порошки перемешивались и прессовались усилием 3 т в таблетки диаметром 5.0 мм и высотой 1.5 мм. После чего образцы помещались в нержавеющий стакан, закрытый стальной пробкой и термообработывались при 900°C в атмосфере He с давлением 1.5-1.7 атм. Таблетки отжигались по одной и, для предотвращения возможных поверхностных эффектов, укладывались в стопку по трое. Для измерений брался средний образец. Время отжига изменялось от 0.5 до 3 часов.

Было изготовлено несколько таблеток с исходным соотношением масс $MgB_2:Mg \approx 1:1.6$. После термообработки отдельных таблеток в течение 2-х часов практически весь добавленный магний из них

испарялся, но размеры оставались неизменными. Сохранились даже такие элементы формы как облой после прессования таблеток. Измеренная средняя плотность образцов оказалась примерно в 4 раза меньше рентгеновской плотности и составляла около 0.7 г/см^3 . На электронограммах разлома пористых образцов хорошо видны полости продолговатой формы, которые возникли после испарения магния. Рентгеновский анализ показал присутствие до 5% Mg, после 2-х часов термообработки, и появление дои 10-15% фазы MgB_4 при более длительных отжигах.

После термообработки трех таблеток, уложенных в стопку в малом объеме, в течение 3-х часов в средней таблетке оставалось около 40% магния (к массе образца), а плотность MgB_2 по образцу составляла около 0.7 г/см^3 . Размеры и форма также сохранялись.

Методом Холловской диагностики исследованы диамагнитные (сверхпроводящие) свойства MgB_2 низкой плотности. На рис.1 приведены результаты измерений намагниченности образцов при отогреве в постоянном поле после ZFC процесса.

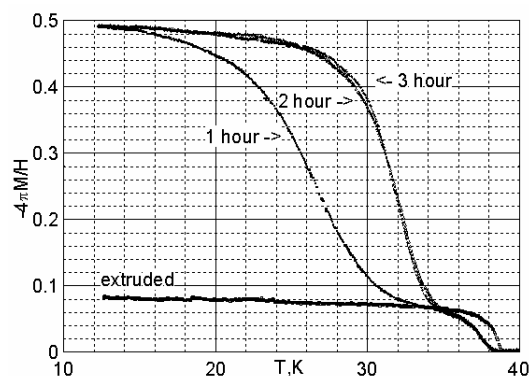


Рис. 1 Средняя восприимчивость $-4\pi M/H$ образцов (таблеток) в зависимости от температуры в поле $H=3 \text{ Э}$ после ZFC процесса. Обозначения: extruded – исходный образец со средней плотностью MgB_2 $d \approx 0.7 \text{ г/см}^3$, 1 hour – термообработка 1 час, 2 hour – термообработка 2 часа, 3 hour – термообработка 3 часа

Диамагнитный момент исходного образца – мал, поскольку изначально в спрессованной таблетке частицы MgB_2 изолированы друг от друга несверхпроводящим магнием. После термообработки между кристаллитами возникает сетка сверхпроводя-

щих мостиков, и момент резко возрастает. В частности, при $T=4.2$ К момент пористого образца на порядок больше, чем у исходного.

Излом на зависимостях $M(T)$ указывает на существование двух фаз с различными критическими температурами: высоко температурная фаза с $T_{c1} = 38$ К таким же, как для исходных кристаллитов, и низко температурная фаза с $T_{c2} \approx 34$ К для системы сеток.

Из измерений петель гистерезиса намагниченности (образец 3 hour, на рис.1) оценено значение критического тока в рамках модели Бина [6]. На рис.2 изображена зависимость критического тока от температуры в нулевом поле.

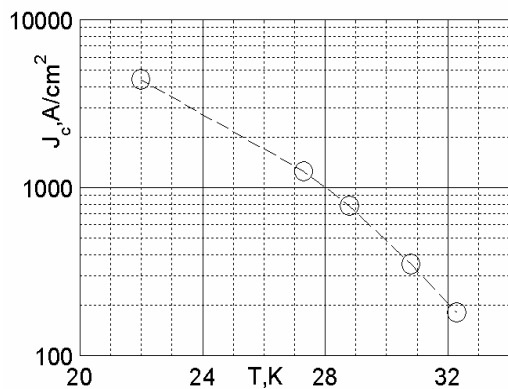


Рис. 2. Критическая плотность тока J_c в зависимости от температуры T в нулевом поле (образец 3 hour, на рис.1).

С учетом того, что MgB_2 занимает около 25% объема образца, величина плотности критического тока уступает менее чем на порядок величине J_c в проводах [6, 7].

Были изготовлены образцы с исходным составом $MgB_2:Mg \approx 1:2.7$ со средней плотностью MgB_2 около 0.45 г/см³. После отжига стопки в течение 2-х часов в среднем образце осталось около 60% магния (к массе образца). На рис.3 приведены измерения намагниченности этого образца в поле 4 Э после ZFC.

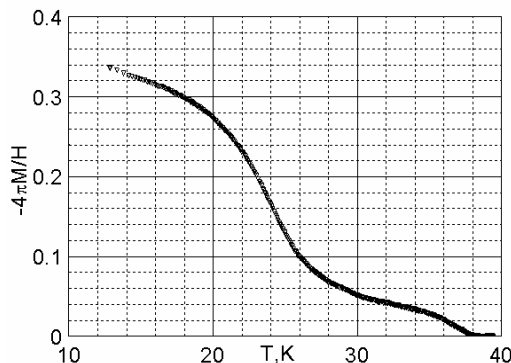


Рис 3. Температурная зависимость средней восприимчивости образца с плотностью MgB_2 около 0.45 г/см³.

Видно, что этот образец также является двух фазным, но межкристаллические сетки имеют $T_c \approx 28$ К на 10К ниже, чем у плотно кристаллической фазы.

Формирование системы сеток является следствием твердофазной реакции, по которой образуется MgB_2 . При избытке магния возникают фрактальные связи (нити) между кристаллитами. Фрактальная структура имеет большое число дефектов (вакансий), что, по-видимому, объясняет ее низкую критическую температуру [8]. С другой стороны, система сеток имеет высокие критические токи, которые замкнуты по всему сечению образца, что обеспечивает большой диамагнитный момент, по сравнению с изолированными кристаллитами.

1. Miu L et al., J. Superconductivity, 3, 391 (1990).
2. S. X. Dou et al., Physica C, 361, 79 (2001).
3. T. C. Shields et al., Supercond. Sci. Technol., 15, 202 (2002).
4. G. Grasso et al., Appl. Phys. Lett., 79, 202 (2001).
5. A. Serquis et al., Appl. Phys. Lett. 82, 1754 (2003).
6. S. Soltanian et al., Physica C 382, 187 (2002).
7. B. A. Glowacki et al., Physica C 372–376, 1254 (2002).
8. A. Gurevich et. al., cond-mat/0305474.