Classification
Physics Abstracts
74.10J

Courant critique continu supérieur à 1 000 A dans un supraconducteur texturé par fusion de zone sous champ magnétique

J. M. Barbut ⁽¹⁾, M. Barrault ⁽¹⁾, F. Boileau ⁽¹⁾, M. Ingold ⁽¹⁾, D. Bourgault ⁽²⁾, P. De Rango ^(2, 3) et R. Tournier ⁽²⁾

⁽¹⁾ Merlin Gerin, Centre de Recherches A2, 38050 Grenoble Cedex, France

⁽²⁾ Centre National de la Recherche Scientifique, Laboratoire de la Lévitacion et de la Force Magnétique (MATFORMAG), B.P. 166, 38042 Grenoble Cedex 9, France

⁽³⁾ Laboratoire de Cristallographie, B.P. 166, 38042 Grenoble Cedex, France

(Reçu le 3 février 1994, révisé le 18 mars 1994, accepté le 5 avril 1994)

Résumé. — La texturation de composés $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, a été réalisée par un dispositif de fusion de zone sous champ magnétique. Un fort gradient thermique vertical, suivant lequel les échantillons sont tradatés, combiné à un champ magnétique horizontal de 5 teslas permet l'alignement des cristallites avec les plans (a, b) perpendiculaires au champ et parallèles au gradient thermique du four. En champ propre et à 77 K, un courant continu de 1 000 A a circulé à travers un échantillon multigrain de 13 mm^2 de section et de 20 mm de longueur, prouvant la qualité des joints de grains. Des courants de 200 A ont également circulé dans $H = 8 \text{ T}$ ($H \perp I$) pour une large fenêtre d'angles entre le champ et les plans (a, b) . Ces premiers résultats sont encourageants pour des applications pratiques possibles avec des barreaux texturés de grandes dimensions.

Abstract. — Texturation of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, has been achieved in a zone melting apparatus in a magnetic field. A strong vertical thermal gradient, along which samples are pulled ; combined with a horizontal magnetic field of 5 teslas induces cristallite alignment with their (a, b) planes perpendicular to the magnetic field and parallel to the thermal gradient. At $H = 0 \text{ T}$ and $T = 77 \text{ K}$, a dc current of 1 000 A passed through a multigrain sample of 13 mm^2 section and 20 mm length, thus proving the quality of grain boundaries. 200 A currents also passed through in $H = 8 \text{ T}$ ($H \perp I$) for a large angular range between H and (a, b) planes. These preliminary results are encouraging for possible practical applications of large sized textured bar samples.

1. Introduction.

Il a été montré précédemment que l'application au cours de la solidification de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, d'un champ magnétique suffisamment intense induit une orientation de l'axe c parallèle à ce dernier [1, 2]. Cette technique a permis d'obtenir des densités de courant critique aussi élevées

que $20\,000\text{ A/cm}^2$ dans un champ magnétique de 20 teslas à 77 K [3, 4]. La dimension du matériau ainsi obtenu reste néanmoins limitée par le diamètre utile du four.

Comme il a d'autre part été montré que l'application, au cours de la solidification d'un échantillon d' YBaCuO , d'un gradient thermique favorise la croissance des plans (a , b) dans la direction de ce dernier, l'utilisation d'un dispositif à fusion de zone devrait permettre la réalisation de barreaux texturés de grandes longueurs selon un processus continu [5, 6]. De très bons résultats ont déjà été obtenus par cette méthode [7, 8]. La texturation par un gradient présente cependant des inconvénients :

- l'existence de gradients latéraux dans le four ou dans l'échantillon lui-même modifie la direction de croissance [9, 10]. L'axe du barreau n'est pas forcément dans les plans (a , b), ce qui oblige le courant à circuler d'un plan à l'autre dans la direction de l'axe c ;

- elle ne permet pas le contrôle de la direction de l'axe c , ce qui rend aléatoire l'orientation relative de deux grains distincts ;

- cette désorientation possible de deux grains adjacents diminuant le courant critique, il est nécessaire de produire un grain unique, ce qui limite la vitesse d'élaboration d'un barreau à la vitesse de croissance du grain. Le profil thermique du four ainsi que la vitesse de déplacement ont été bien étudiés [9-14]. Pour toutes ces raisons, il nous a semblé intéressant de construire un dispositif combinant les effets du gradient thermique et du champ magnétique.

Le principe en est simple : l'orientation de l'axe c est imposée par la direction du champ, le déplacement du barreau à travers une zone chaude assurant la texturation du matériau (Fig. 2).

Un premier four qui présente des zones à fort gradient thermique (Fig. 1) et s'insère dans le trou de champ horizontal d'une bobine de 5 teslas a été construit. Dans cet article, les résultats obtenus sur les premiers échantillons élaborés dans ce dispositif sont présentés.

2. Méthode expérimentale.

Tous les précurseurs utilisés dans cette étude étaient composés de 80 % de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Rhône-Poulenc et de 20 % de Y_2BaCuO_5 . Des barreaux de dimensions typiques $70 \times 4 \times 4\text{ mm}^3$ ont été compactés dans une presse isostatique sous 400 MPa, puis frittés sous

Fig. 1. — Profil de température du four à vide.

[Configuration of thermal gradient in the empty furnace.]

Fig. 2. — Principe de texturation.

[Texturation principle in a magnetic field.]

air à 930 °C pendant 12 h. Ils ont ensuite été suspendus à une tige d'alumine puis déplacés de bas en haut dans le four sous champ à des vitesses R comprises entre 1 et 1,5 mm/h. Le gradient thermique dans la zone de texturation G était compris entre 36 °C/cm et 20 °C/cm. La température maximale du four était mesurée par un thermocouple placé à côté de l'échantillon (Tab. I).

Les échantillons 1 et 2 ont été découpés et polis pour des études en microscopie optique ou électronique, et pour des mesures de courant de transport.

La mesure du courant de transport de l'échantillon n 3 a été effectuée sans découpe préalable.

Tableau I. — *Tableau résumant les caractéristiques principales du cycle thermique de texturation avec les dimensions de chaque échantillon.*

[Typical features of thermal treatment and sample size.]

Ech. n°	G	R	Temp. maximale	Longueur initiale	Longueur texturée	Section
1	36°/cm	1mm/h	1055°C	70mm	12mm	16mm ²
2	26°/cm	1mm/h	1035°C	70mm	24mm	20mm ²
3	26°/cm	1,5mm/h	1040°C	80mm	22mm	13mm ²

Les contacts d'injection du courant et de mesure de la tension ont été réalisés par recuit à 900 °C d'un dépôt de laque d'argent. Les résistances de contacts surfaciques ainsi obtenues sont de l'ordre de 100 nΩ.cm².

3. Premiers résultats et discussion.

Ces résultats ont été obtenus sur des échantillons qui se sont rompus au cours du traitement thermique. Cette rupture a résulté d'une fusion excessive des échantillons due à un séjour trop prolongé à haute température. Pour corriger ce défaut, nous avons modifié par la suite la température maximale et diminué la largeur de la zone chaude. La partie texturée de ces échantillons, quand elle existait, a néanmoins été étudiée.

3.1 ANALYSE AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB). — L'analyse au MEB réalisée sur les échantillons n° 1 et 2 (Figs. 3 et 4), apporte les informations suivantes : le matériau est très peu poreux ; les microfissures, parallèles et caractéristiques des plans (*a*, *b*), sont à peine visibles (voir Fig. 3). Les joints de grains, uniquement observables en lumière polarisée, sont de bonne qualité. Les inclusions de Y₂BaCuO₅ sont de taille relativement importante, de 1 à 20 μm et la phase parasite CuO, en faible quantité, est dispersée dans l'échantillon et est observée surtout au niveau des joints de grains.

Fig. 3. — Vue au MEB de l'échantillon n° 2 mettant en évidence la présence de CuO (taches noires) et d'inclusions de la phase Y₂BaCuO₅ (taches grises) bien dispersées mais de taille relativement importante. La porosité est très faible, les failles à peine visibles, les fractures inexistantes.

[SEM micrograph picture of sample 2 showing small porosity, traces of secondary phases, such as CuO impurities (black spots) and Y₂BaCuO₅ inclusions (grey spots) finely dispersed but with relatively large in size.]

3.2 MESURES DE COURANTS CRITIQUES. — Ces mesures sont faites par la méthode « quatre points ». Le dispositif (Fig. 6) permet de faire tourner le barreau autour de son axe horizontal dans un champ magnétique vertical compris entre 0 et 8 T. La rotation est effectuée *in situ* dans l'azote liquide. L'angle θ entre le champ et la direction des plans (*a*, *b*), déduite de la position

Fig. 4. — Vue au MEB de l'échantillon n 2 à un endroit où des fractures et des trous révèlent la présence d'un joint de grains, le CuO (taches noires) y est aussi associé. Sur la droite, on peut remarquer la qualité d'un autre joint de gain.

[SEM micrograph picture of sample 2 showing a grain boundary revealed by the presence of CuO impurities in small amounts. On the right, we can observe the quality of another grain boundary.]

Fig. 5. — Photographie de l'échantillon n 3 avec ses contacts. 1 000 A ont circulé à travers l'échantillon à 77 K et en champ nul sans que la tension mesurée ne se distingue du bruit, soit un champ électrique inférieur à $0,5 \mu\text{V/cm}$.

[View of sample 3. At $T = 77 \text{ K}$ and $H = 0 \text{ T}$, 1 000 A passed through the sample with an electric criterium smaller than $0.5 \mu\text{V/cm}$.]

de l'échantillon texturé dans le dispositif d'élaboration peut varier entre -150° et $+150^\circ$ avec une précision de $0,5^\circ$. Le courant critique est déterminé selon un critère de $10 \mu\text{V/cm}$.

Fig. 6. — Dispositif expérimental pour les mesures de courants critiques de transport à 77 K sous champ magnétique en fonction de l'angle.

[Experimental set-up for angular dependence of transport critical current measurements in magnetic fields.]

Le courant est fourni soit par deux alimentations Sorensen DCS 125 A-8 V en parallèle, pilotées automatiquement, soit par une alimentation Heinzinger 1 000 A-5 V, pilotée manuellement. Nous appliquons en général des rampes de courant de 100 A/s ; une fois le critère atteint, pour éviter les risques de surchauffe et de fusion de l'échantillon, les alimentations sont automatiquement coupées. La dépendance en fonction de θ du courant critique de transport a été étudiée dans la configuration H perpendiculaire à I .

3.3 RÉSULTATS. — L'échantillon n° 1 s'est brisé pendant une mesure dans $H = 0.5$ T alors qu'il y circulait un courant continu de 500 A depuis plusieurs minutes. L'échantillon n° 2 a présenté un courant critique de 170 A sous un champ de 8 T, parallèle aux plans (a , b) (Fig. 8).

Les mesures effectuées sur l'échantillon n° 3 sont présentées figures 7 et 8. Elles permettent de vérifier l'existence d'un pic de courant critique à $\theta = 0^\circ$, c'est-à-dire dans la configuration $H \parallel$ aux plans (a , b), cas où le piégeage des vortex est maximum, prouvant que l'axe c se trouve bien parallèle au champ appliqué pendant la texturation.

A 8 T, la courbe (Fig. 7) montre en effet un maximum centré sur 0° ; la présence de plusieurs pics au voisinage de 0° montre le caractère multigrain de l'échantillon qui serait constitué de grains désorientés les uns par rapport aux autres de 0 à $\pm 20^\circ$. Cette faible désorientation de l'axe c des différents grains par rapport à la direction du champ magnétique appliqué pendant l'élaboration met en évidence l'effet du champ magnétique sur l'orientation des grains pendant la texturation.

Fig. 7. — Variation du courant critique de l'échantillon n 3 à 77 K en fonction de Θ pour des champs magnétiques de 2 à 8 T. Θ est l'angle entre le champ appliqué pendant la mesure et la direction perpendiculaire à celui appliqué pendant la texturation, c'est-à-dire perpendiculaire à la direction imposée par le champ pour l'axe c .

[Angular dependence of the transport critical current of sample 3 in fields of 2 up to 8 teslas at 77 K. Θ is the angle between the measuring magnetic field and the face of the bar perpendicular to the direction of the annealing field.]

Fig. 8. — Variation du courant critique des échantillons 1 et 3 en fonction du champ magnétique à 77 K ($H \perp I$, $H // \text{plans } ab$).

[Variation of the critical current *versus* magnetic field ($H \perp I$, $H // ab$ planes) of samples 1 and 3 at 77 K.]

A 1 000 A, limite des possibilités de notre alimentation, la tension mesurée sur l'échantillon n 3 reste inférieure à ± 100 nV, c'est-à-dire dans le bruit du dispositif de mesure (Fig. 8). Son courant critique est donc supérieur à 1 000 A.

4. Conclusion.

Les premiers barreaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, texturés par fusion de zone sous champ magnétique ont permis d'atteindre des courants supraconducteurs de transport en continu de 1 000 A en champ nul (soit $J_c > 7\,700 \text{ A/cm}^2$) et de 200 A sous 8 T, ($H \perp I$), à 77 K. L'application d'un champ magnétique pendant la texturation du matériau limite la désorientation entre les grains à 20° . Dans ce matériau polycristallin, les joints de grains sont d'une qualité suffisante pour autoriser des capacités de transport élevées, cette propriété des joints de grains est probablement due en partie à la faible désorientation des grains entre eux. Ce résultat montre qu'il n'est pas nécessaire de synthétiser des matériaux « monodomains » pour obtenir des conducteurs à forte capacité de transport. Ces matériaux polycristallins pourraient par exemple être utilisés comme amenées de courant de bobines supraconductrices à 4,2 K. L'optimisation des paramètres du procédé ; gradient thermique, température maximale du four, vitesse de déplacement, et composition chimique des précurseurs devraient permettre d'augmenter la longueur des barreaux ainsi que leur capacité de transport.

Remerciements.

Nous remercions Alcatel-Alsthom-Recherche, Framatome et la Délégation Régionale Rhône-Alpes à la Recherche et à la Technologie pour le soutien financier apporté au laboratoire et l'ADEME pour le soutien apporté à Merlin Gerin, ainsi que Rhône-Poulenc pour la fourniture de précurseurs $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

Bibliographie

- [1] De Rango P., Lees M., Sulpice A., Tournier R., Ingold M., Germi P. and Pernet M., Texturing of magnetic materials at high temperature by solidification in a magnetic field, *Nature* **349** (1991) 770-772.
- [2] Lees M. R., Bourgault D., De Rango P., Lejay P., Sulpice A. and Tournier R., A study of the use of a magnetic field to control the microstructure of the high-temperature superconducting oxide $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, *Philos. Mag. B* **65** (1992) 1395-1404.
- [3] Braithwaite D., Bourgault D., Sulpice A., Barbut J. M., Tournier R., Monot I., Lepropre M., Provost J. and Desgardin G., Scaling Properties of the Anisotropic Critical Current Density in Bulk Textured YBaCuO . Evidence Toward a 3D Flux Line Lattice, *J. Low Temp. Phys.* **91** (1993) 1.
- [4] Braithwaite D., Bourgault D., Barbut J. M., Schopohl N., Tournier R. and Vallier J. C., The Angular Dependence of Critical Current Densities in Bulk Magnetically Melt Textured YBaCuO in magnetic fields upto 20 Teslas, *J. Low Temp. Phys.* **92** (1993) 5/6.
- [5] McGinn P. J., Black M. A. and Valenzuela A., Texture processing of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ by joule heat zone melting, *Phys. C* **156** (1988) 57-61.
- [6] Meng R. L., Kinalidis C., Sun Y. Y., Gao L., Tao Y. K., Hor P. H. and Chu C. W., Manufacture of bulk superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ by a continuous process, *Nature* **345** (1990) 326-328.
- [7] Francavilla T. L., Meng R. L., Hor P., Chu C. W., Ekin J. W. and Liebenberg D. H., Magnetic field dependence of d.c. critical current for large sample of textured bulk Y-Ba-Cu-O, *Cryogenics* **33** (1993) 256-260.
- [8] Parish M. V. and Chandler D. B., « Processing of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ monofilaments », Proceeding of the 1992 TCSHUS Workshop (1992) pp. 282-287.
- [9] Meng R. L., Sun Y. Y., Hor P. H. and Chu C. W., Grain growth in monolithic $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ with high J_c , *Phys. C* **179** (1991) 149-158.

- [10] Selvamanicam V., Partsinevelos C., McGuire A. V. and Salama K., Control of grain alignment to fabricate long Y-Ba-Cu-O superconductors with high current density, *Appl. Phys. Lett.* **60** (1992) 3313-3315.
- [11] McGinn P. J., Chen W., Zhu N., Balachandran U. and Lanagan M. T., Texture processing of extruded $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ wires by zone melting, *Phys. C* **165** (1990) 480-484.
- [12] Izumi T. and Shiohara Y., Growth mechanism of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ superconductors prepared by the horizontal Bridgman method, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 16-23.
- [13] Meng R. L., Tao Y. K., Pham D., Sun Y. Y., Hor P. H. and Chu C. W., « Grain growth in the continuous processing technique for monolithic Y123 », Proceeding of the 1992 TCSHUS Workshop (1992) 288-293.
- [14] Shiohara Y., Izumi T. and Nakamura Y., Solidification processing and growth mechanism of YBCO superconducting oxides, Proceeding of the 1992 TCSHUS Workshop (1992) pp. 258-263.