

## 熔融结构 (MTG) 的 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 块材 的交流磁化率研究\*

程香爱

(国防科技大学物理系)

张其瑞

(浙江大学物理系)

曾兴林 曹烈兆

(中国科技大学物理系)

王顺喜 王玉贵

(中国科学院等离子体研究所)

**摘要** 本文通过控制温度梯度和降温速率等烧结工艺制备了熔融结构的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  块材, 经结构分析和交流磁化率测量, 发现样品晶粒择优取向, 样品开始出现抗磁信号的温度为 92K, 交流磁化率虚部只存在一个反映晶粒内部损耗的小尖峰。施加直流场 0—600 高斯, 小尖峰向低温移动, 峰的半宽度略有展宽, 峰的高度增强。用磁滞损耗解释了上述结果。

**关键词** 熔融结构, 交流磁化率, 晶粒, 磁滞损耗

**分类号** TG132.27, TG146.41

交流磁化率  $x = x' + ix''$  的测量不仅可用来确定超导转变温度  $T_c$ , 而且可通过虚、实部对温度依赖关系的测定, 发现样品的均匀性、晶粒间弱连接情况以及晶粒内部的某些特性。Ni et al. 用测量交流磁化率虚部的方法确定晶粒的临界电流密度<sup>[1]</sup> ( $J_{cc}$ ) 要比晶界的临界电流密度 ( $J_{cj}$ ) 高三个量级, 而且, 由于晶界的存在而引起的弱连接会导致  $J_c$  在磁场中严重退化, 即  $J_c$  随外加磁场的增加而迅速衰减, 表明弱连接是阻碍临界电流密度提高的主要障碍。但弱连接并非氧化物超导体的内禀特性, 它可以通过晶粒的定向排列而消除。用外延生长法制备的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  超导薄膜的  $J_c$  可达  $10^7 \text{ A/cm}^2$ , 而用固相烧制法制备的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  块材的  $J_c$  仅有  $10^2 \sim 10^3 \text{ A/cm}^2$ ; 而且在很弱的外磁场下,  $J_c$  急剧下降。为了克服弱连接的障碍, Salama et al.<sup>[2]</sup> 在无温度梯度下使样品局域熔融, 得到 77 K 温度下, 无外场时,  $J_c \sim 18500 \text{ A/cm}^2$ 。Murakami et al.<sup>[3]</sup> 采用淬冷熔融生长法得到晶粒择优取向的试样, 其  $J_c \sim 10^4 \text{ A/cm}^2$  (77K, 1 特斯拉磁场下)。

王顺喜等人通过控制温度梯度和降温速率, 制备了熔融结构的  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  块材, 其  $J_c$  在 77K 下, 1.5KG 的外场中达  $6000 \text{ A/cm}^2$ 。在本文中, 对其制备的样品进行了交流磁化率研究, 并对结果进行了分析和讨论。

# 1 样品制备与实验方法

按名义组分  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  取适量分析纯的  $Y_2O_3$ ,  $CuO$  和  $BaCO_3$ , 充分研磨混合后压成矩形小块, 在空气中  $950^\circ C$  下烧结 24 小时, 然后将烧结的样品直接引进梯度炉中, 梯度炉预先加热到  $1200^\circ C$ , 在  $30^\circ C/cm^2$  的温度梯度下, 保温 10 分钟, 以  $10^\circ C/分钟$  的速率降温至  $1025^\circ C$ , 自  $1025^\circ C$  开始, 以  $25^\circ C/小时$  的速率使样品缓慢地通过包晶反应点  $1015^\circ C$ , 继而在约  $930^\circ C$  下保温 10 小时, 自然冷却至室温, 最后将样品在  $400^\circ C - 600^\circ C$  流动的氧气中, 退火 240 小时。

采用互感法测量样品的交流磁化率, 电桥的灵敏度优于  $0.01\mu H$ . 交流振幅  $b_0 = 0.03$  高斯, 频率  $f = 119 Hz$ . 样品劈裂面的 X 射线衍射及样品的摇摆曲线是在日本理学 Rigaku D/MAX- $\gamma A$  型 X 射线衍射仪上进行的。样品的扫描电镜 (SEM) 分析是在 X-650 型扫描电镜上进行的。

# 2 实验结果及讨论

样品劈裂面的 X 射线衍射谱图如图 1 所示。谱图上主要是 (001) 峰, 它与 (001) 取向膜的 X 射线衍射图非常相似, 表明有很好的晶胞 C 轴垂直于劈裂面的取向, 即晶粒是沿着垂直于劈裂面的方向生长。图 2 为样品在  $2\theta = 23.85$  处的摇摆曲线, 它与单晶、取向膜的摇摆曲线形状相似, 表明晶粒择优取向。扫描电镜分析结果更直观地反映了样品织构生长 (图 3)。最大晶粒尺寸约  $40\mu m \times 3\mu m$ , 比一般烧结的样品的晶粒尺寸要大。

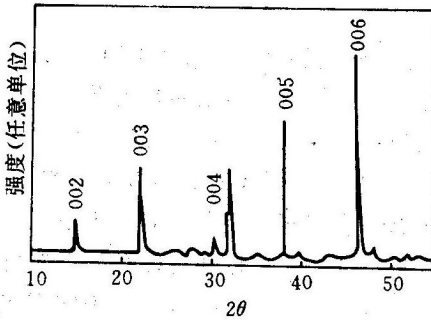


图 1 样品劈裂面的 X 射线衍射谱图

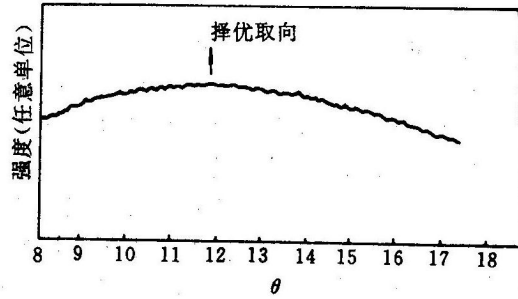


图 2 熔融生长的  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  块材的  $2\theta = 23.85$  的摇摆曲线

图 4 为熔融织构样品的交流磁化率对温度的依赖关系曲线。从图可看出, 交流磁化率实部  $x'$  开始出现抗磁信号的温度  $T_{CO}$  与其虚部  $x''$  开始出现损耗的温度相同, 接近 92K. 对应损耗峰的温度  $T_m$  略小于  $T_{CO}$ . 随着外加场  $H_{ac}$  从 0 增加到 600 高斯, 起始超导转变温度由 92K 变到 91.4K,  $x'$  的形状和展宽变化很小 (如图 4 (a)) 对于  $x''-T$  曲线 (图 4 (b)), 在 60-120K 温区内, 只存在一个小尖峰 (为方便起见, 图中只画出 80-100K 温区), 且随着外加直流场  $H_{dc}$  的增强, 峰对应的温度  $T_m$ 、峰展宽及峰的高度均有所变化, 当  $H_{dc} = 0$  时,  $T_m = 91.7K$ , 峰的半宽度  $\sim 0.5K$ , 峰的高度  $x''_{max} \approx 0.045$  (为简单起见, 取

$-4\pi x'(T > T_{co}) = 0, -4\pi x'(T \ll T_{co}) = -1$ ;  
 当  $H_d = 600$  高斯时,  $T_m = 90.4\text{K}$ , 峰的半宽度  
 $\sim 1.3\text{K}$ , 峰高  $x'_{max} \approx 0.288$ . 上述的实验结果表明,  
 $x'$  的峰反映的是磁通线在晶粒内部运动引起的  
 损耗, 而不是在约瑟夫逊弱连接区引起的  
 损耗, 这与文献[4]. 报导的结果一致。

许多实验证明, 交流磁化率强烈地依赖于  
 交流场的振幅  $H_a^*$  和直流场  $H_d^{DC}$ , 而对频率的  
 依赖比较弱[5]. 在  $H_a^* + H_d^{DC}$  大于约瑟夫逊临界  
 场  $H_{c1}$  时, Josephson 涡旋线从弱连接区流进,  
 流出会引起磁滞损耗. 对于  $x'-T$  曲线上, 温  
 度  $T_m^j$  处有一损耗峰. 如果场强超过晶粒的下  
 临界场  $H_{c1g}$ , 则在温度  $T_m^g$  处出现第二个峰.  
 ( $T_m^j < T_m^g \leq T_{co}$ ), 这是由于 Abrikosov 涡旋线



图 3 样品的扫描电镜照片

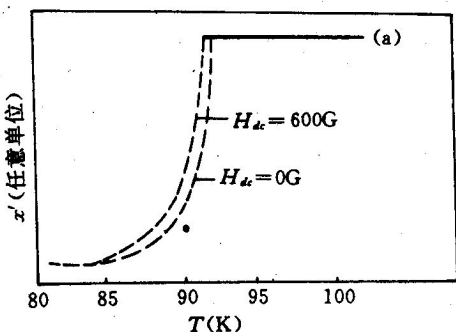


图 4 (a) 样品交流磁化率实部随  
 温度和磁场的变化曲线

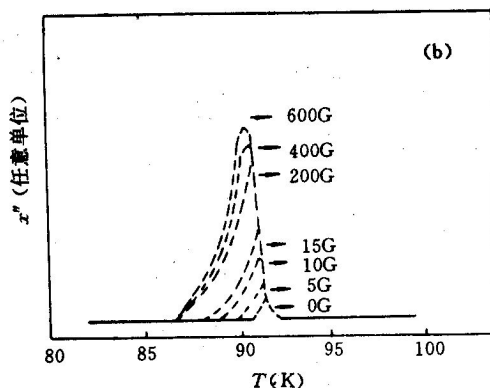


图 4 (b) 样品交流磁化率虚部随  
 温度和磁场的变化曲线

在超导晶粒中运动引起的损耗. 随着交流振幅或直  
 流场增加, 两个损耗峰均向低温方向移动. 但由于  
 晶粒内部钉扎势比晶界钉扎势大得多, 所以  $T_m^g$  随  
 $H_a^*$  或  $H_d^{DC}$  的变化要缓慢得多。

对熔融织构样品, 经过控制温度梯度和降温速  
 率等工艺, 使样品的晶粒间弱连接得到明显改善, 外  
 加 600 高斯的直流场, 晶界损耗仍反映不出, 只在  
 Abrikosov 涡旋线在超导晶粒中运动引起的损  
 耗。

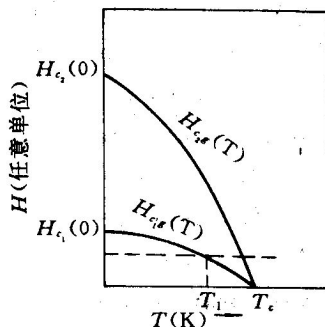


图 5  $H_{c1g}, H_{c2g}$  与温度关系

我们知道,  $H_{c1g}$  是温度  $T$  的函数, 随温度的升高,  $H_{c1g}$  下降, 近抛物线的关系. 如

图 5 所示。实验中外界场  $H_a = H_a^{DC} + H_a^m$  是固定的, 当温度从低升高时, 在  $T < T_1$  范围内, 样品处于 Meissner 态 (见图 5), 磁通线运动所引起的损耗几乎为零, 所以  $x' = 0$ ; 当  $T = T_1$  时, 样品进入混合态, 这时  $x' \neq 0$ , 有损耗产生, 并随着温度  $T$  的升高,  $x'$  增大; 另一方面, 在正常态  $x' = 0$ , 所以正常区增多会使  $x'$  减小, 故当磁通线从两边穿到样品中部时, 损耗最大, 形成  $x'$  的峰值, 对应温度为  $T_m$ , 增加外加直流场,  $x'$  峰向低温方向移动。

### 参 考 文 献

- 1 B Ni, T Munataka et al. Proc. Iss, 89 Tsukuba, 1989
- 2 Salama K, Selvamanickam V. et al. Appl. Phys. Lett. 1989; 54 (23): 2352~2354
- 3 Murakami M, Mouita M et al. Jpn. J. Appl. Phys. 1989; 28 (1): 1189~1194
- 4 GOTOH S, MURAKAMI M, et al. Physica C, 1990; 166 (2): 215~218
- 5 Nikolo M, and Goldfarb R B. Phys. Rev. B, 1989; 39 (10): 6615~6618

## AC Susceptibility on $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Bulk Material by Melt-textured Growth Method

Cheng Xiangai

(Department of Physics, National University of Defense Technology)

Zen Xingling Cao Liezhao

(Department of Physics, University of Science & Technology of China)

Zhang Qirui

(Department of Physics, Zhejiang University)

Wang Shunxi Wang Yugui

(Institute of Plasma, Academia Sinica)

### Abstract

By controlling the temperature gradient and the slow cooling rate, we have prepared  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  bulk material by melt-texted growth (MTG) method. Structure analysis and ac. susceptibility measurement show that the crystal is preferentially aligned and the temperature is about 92K while the onset demagnetic signal appears. only one single peak of  $x'$  appears which shows intragrain loss. The small peak moves to low temperature, the half-width of the peak widen a little, and the peak becomes stronger when dc. external field varies from 0 to 600 gauss, We explained the experimental results by the magnetic hysteresis loss.

**Key words** melt-texted growth, ac. susceptibility, grain, magnetic hysteresis loss