

## ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА ВОЛЬТ-АМПЕРНЫЕ КРИВЫЕ МОНОЛИТНЫХ $(\text{Bi}, \text{Pb})_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_2 \text{Cu}_3 \text{O}_x$ СВЕРХПРОВОДНИКОВ

© Б.И. Смирнов, Т.С. Орлова, А.Н. Кудымов,  
М.Т. Ланаган,\* Н. Чен,\*\* К.К. Горетта\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Аргонская национальная лаборатория, 604-39 Аргон, США

\*\* Иллинойская корпорация по сверхпроводимости,  
60201 Еванстон, США

(Поступила в Редакцию 24 апреля 1996 г.)

Экспериментально при 77 К изучалось влияние электрического поля напряженностью 120 MV/m на вольт-амперные характеристики монолитных сверхпроводников  $(\text{BiPb})_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_2 \text{Cu}_3 \text{O}_x$  (2223). Большие текстурированные 2223-пластины получались путем холодного и горячего прессования порошков. Установлено, что в электрическом поле происходит значительное увеличение критического тока  $I_{c0}$  и проводимости образца при токах  $I > I_{c0}$ . Эффект электрического поля является обратимым, наблюдается для различных ориентаций поля относительно направления прессования и сохраняется в магнитном поле  $H < 200$  Ое.

В последние годы большое внимание уделяется получению и исследованию монолитных высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), которые могут быть использованы в качестве проводников с высокой плотностью тока  $J_c$  (порядка  $10^3$  A/cm<sup>2</sup>). [1-3]. Среди различных ВТСП особый интерес представляют материалы на висмутовой основе, поскольку они более стабильны по содержанию кислорода и устойчивы по отношению к влиянию внешней среды. Авторами [3] были отработаны различные способы получения соединений  $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{CaCu}_2 \text{O}_x$  (2212) и  $(\text{BiPb})_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_2 \text{Cu}_3 \text{O}_x$  (2223) с большими значениями  $J_c$  и изучены их сверхпроводящие, структурные и механические свойства.

В то же время ранее [4] было установлено, что на сверхпроводящие свойства ВТСП-керамик может влиять электрическое поле, причем эффект поля зависит от состава и технологии приготовления материала [5-9]. В частности, особенно большой эффект электрического поля наблюдался в сильно текстурированных 2212-сверхпроводниках [10].

В настоящей работе круг исследуемых ВТСП-материалов с высокими значениями критического тока был расширен, и мы изучали влияние электрического поля на проводимость монолитных 2223-сверхпроводников, приготовленных двумя различными способами. В

результате было установлено, что при 77 К электрическое поле существенно влияет на вольт-амперные характеристики (ВАХ) указанных сверхпроводников, увеличивая критический ток  $I_{c0}$  и проводимость при  $I > I_{c0}$ . Эффект поля в значительной степени является обратимым, сохраняется в магнитном поле  $H < 200$  Ое и наблюдается при температурах ниже критической  $T_c$ .

## 1. Материалы и экспериментальная методика

Исходные порошки 2223 приготавливались из промежуточных фаз  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  и  $\text{CaCuCO}_2$ , которые синтезировались из смеси  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  и  $\text{CuO}$  [11]. Содержание фазы 2223 по рентгеновским данным составляло 95%.

Керамические пластины получались двумя способами [2]. В первом случае (метод CIP — cold isostatic pressing) порошок сначала подвергался холодному прессованию в тонкостенной трубке при 140 МПа, затем полученная пластина выдерживалась на воздухе при 865°C в течение 50 h. Далее подобная двухступенчатая операция могла производиться еще один или два раза. Окончательно пластины имели размер примерно  $5 \times 10 \times 100$  mm.

Во втором случае (метод SF — sinter forging) первоначально в стальной матрице при 70 МПа прессовалась пластина размером около  $7 \times 8 \times 38$  mm. Далее эта пластина подвергалась сжатию с некоторой скоростью (0.001–0.005 mm/min) на воздухе при 840–850°C. При этом окончательные напряжения составляли 2–3 МПа, а толщина пластины уменьшалась на 65–75 %. В результате такой обработки получалась сильно текстурированная структура с осью  $c$ , ориентированной параллельно направлению прессования.

Критическая температура сверхпроводящего перехода  $T_c$  для полученных пластин, определенная с помощью SQUID-магнетометра, равнялась 106–107 K. Максимальные значения плотности критического тока, определенные четырехконтактным методом при импульсном источнике тока, для CIP- и SF-пластин равнялись соответственно  $10^3$  и  $8 \cdot 10^3$  A/cm<sup>2</sup> [2].

В настоящей работе для измерения ВАХ использовались образцы прямоугольной формы с начальным размером  $1.5 \times 2 \times 4$  mm, на боковую поверхность которых ( $2 \times 4$  mm) наносились четыре индивидуальных контакта. Перед нанесением контактов с поверхности удалялся слой толщиной около 0.2 mm.

Эксперимент по влиянию внешнего электрического поля на ВАХ образцов в большинстве случаев проводился аналогично [4] в системе металлический электрод–диэлектрик–сверхпроводник при 77 K, т.е. при  $T < T_c$  (рис. 1). Высокое отрицательное напряжение  $U$  прикладывалось к электроду (2), который был изолирован от образца (4) пленкой (3) из фторопласта или слюды толщиной соответственно 50 и 40 μm. Через токовые контакты (5), один из которых был заземлен, пропускался постоянный транспортный ток  $I$ , и на потенциальных контактах (6) измерялось напряжение  $V$ . Запись ВАХ осуществлялась двухкоординатным самописцем. Значение критического тока определялось при резком увеличении напряжений по уровню 1 μV/mm. Максимальное значение  $U$  равнялось 6 kV, что соответствовало для разных пленок

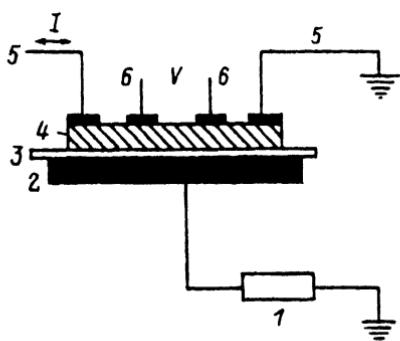


Рис. 1. Схема исследования эффекта электрического поля.

1 — источник высокого напряжения, 2 — металлический электрод, 3 — диэлектрическая пленка, 4 — ВТСП-образец, 5 — токовые, 6 — потенциальные контакты.

напряженностям электрического поля  $E = 120$  и  $140 \text{ MV/m}$ . В отдельных опытах оценивалось также влияние температуры на эффект электрического поля, включая область  $T > T_c$ .

При исследовании эффекта электрического поля последнее могло включаться как до начала эксперимента (при  $I = 0$ ), так и в процессе измерения ВАХ при некотором значении  $I$ . Изучение ВАХ и указанного эффекта проводилось также в магнитном поле  $H \leq 220 \text{ Ое}$ , которое было направлено параллельно электрическому полю и создавалось катушкой с током.

## 2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Для пластин, полученных методом СИР, изучались образцы с различной ориентацией транспортного тока и электрического поля относительно направления прессования  $z$ . При этом максимальные значения плотности критического тока  $J_{c0}^{\max}$  при  $77 \text{ К}$  достигали  $350 \text{ A/cm}^2$ , хотя в большинстве случаев  $J_{c0} = 150\text{--}280 \text{ A/cm}^2$ . Для SF-образцов электрическое поле всегда было ориентировано вдоль  $z$  и  $J_{c0}^{\max} = 400 \text{ A/cm}^2$ . При исследовании влияния магнитного и электрического полей на ВАХ оказалось, что для различных образцов оно является качественно одинаковым.

На рис. 2 демонстрируется эффект электрического поля на примере образца СИР-2223 для  $E \perp z$ . Видно, что в сильном электрическом поле  $E = 120 \text{ MV/m}$ , как это наблюдалось и ранее для Y-123 и Bi-2212 [6, 10], происходит существенное смещение ВАХ в сторону больших токов, т.е.  $I_c$  возрастает, а сопротивление образца при  $I > I_{c0}$  уменьшается. Для  $V > 50 \mu\text{V}$  относительное смещение ВАХ по току для СИР-2223 может достигать 20%. В случае образцов SF-2223 эффект поля в большинстве случаев меньше ( $\approx 10\%$ ).

Изменение напряжений  $V$  на ВАХ со временем  $t$  в случае включения и выключения электрического поля в условиях  $I = \text{const}$  ( $I > I_{c0}$ ) показано на рис. 3. Видно, что включение электрического поля приводит к понижению напряжений (при малых  $V$  практически до нуля), которые вновь восстанавливаются при выключении поля (рис. 3, a). Если же поле  $E$  было включено до начала эксперимента (рис. 3, b), то при его выключении происходит резкий скачок напряжений  $V$ , которые восстанавливаются при включении поля.

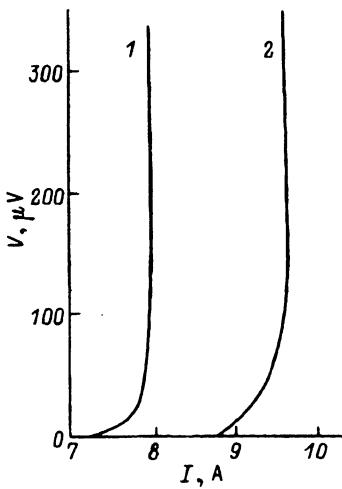


Рис. 2. Вольт-амперные кривые для образца CIP-2223 при значениях  $E = 0$  (1) и  $120 \text{ MV/m}$  (2).

$E \perp z$ ,  $J_{c0} = 320 \text{ A/cm}^2$ ,  $T = 77 \text{ K}$ .

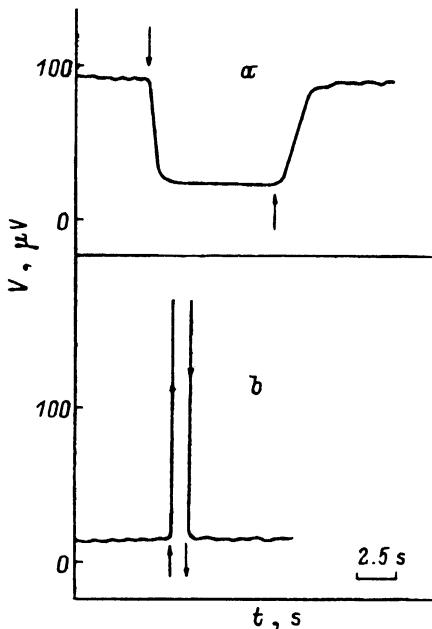


Рис. 3. Изменение величины  $V$  в результате включения (!) и выключения (↑) электрического поля  $120 \text{ MV/m}$  для образца CIP-2223 при  $I = \text{const.}$

$E \parallel z$ ,  $J_{c0} = 210 \text{ A/cm}^2$ ,  $T = 77 \text{ K}$ . В случае б первоначально поле включалось при  $I = 0$ .

Типичные результаты (как для CIP, так и для SF-2223) по влиянию приложенного при  $77 \text{ K}$  магнитного поля  $H < 200 \text{ Ое}$  на ВАХ представлены на рис. 4. Кривые пронумерованы в порядке их измерения. Видно, что в магнитном поле ВАХ смещаются в сторону меньших токов, причем для напряжений  $V > 200 \mu\text{V}$  этот эффект очень мал ( $\approx 3\%$ ), тогда как в области  $V < 50 \mu\text{V}$  и, особенно, при  $V < 10 \mu\text{V}$  наблюдается достаточно заметное влияние магнитного поля. Примечательно, что эффект магнитного поля является обратимым, т.е. при снятии поля ВАХ полностью восстанавливается (кривые 1 и 6 на рис. 4). Дополнительно была проведена проверка обратимости эффекта магнитного поля после охлаждения образца в поле  $H = 187 \text{ Ое}$  от  $300$  до  $77 \text{ K}$ . Полученные данные представлены на рис. 5. При сопоставлении рис. 4 и 5 видно, что, во-первых, вольт-амперные кривые при  $187 \text{ Ое}$  практически совпадают и, во-вторых, остаточный эффект магнитного поля отсутствует и в случае охлаждения образца в поле.

Кроме того, на рис. 5 продемонстрировано влияние электрического поля как при наличии (кривые 1, 2), так и в отсутствие магнитного поля (кривые 3, 4). Видно, что для 2223-сверхпроводника эффект электрического поля сохраняется, по крайней мере до  $H = 187 \text{ Ое}$ , в то время как в Y-123 образцах он подавлялся уже при  $H = 20 \text{ Ое}$  [6].

На рис. 5 обращает на себя внимание также наличие небольшого срыва (гистерезиса) на вольт-амперных кривых 2 и 4, причем значение тока срыва  $I_f$  практически не зависит от величины магнитного поля.

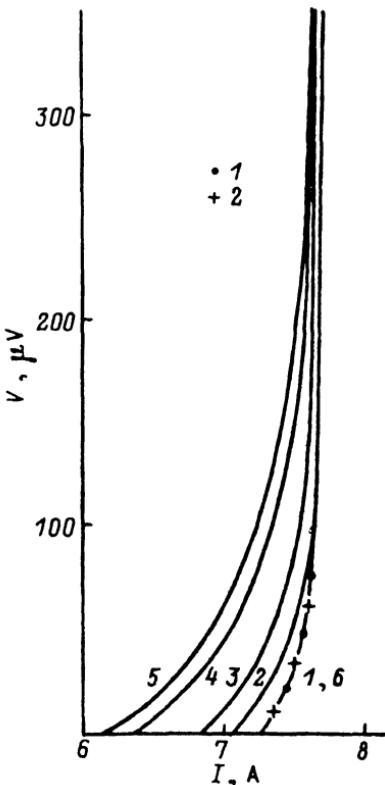


Рис. 4. Вольт-амперные кривые для образца SF-2223 при разных значениях внешнего магнитного поля.

$H$  (Ое): 1, 6 — 0, 2 — 22, 3 — 77, 4 — 132, 5 — 187.  $E \parallel z$ ,  $J_{c0} = 270 \text{ A/cm}^2$ ,  $T = 77 \text{ K}$ . Кривые пронумерованы в порядке их измерения.

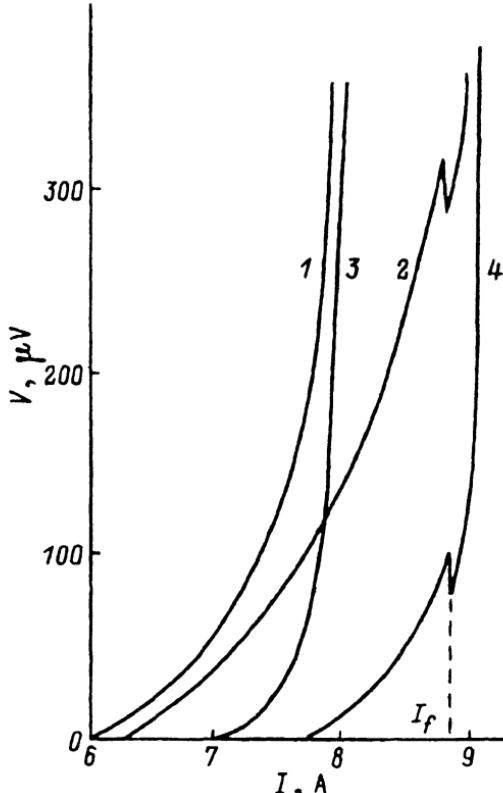


Рис. 5. Влияние электрического поля на ВАХ образца SF-2223 для разных значений  $H$ .

$H$  (Ое): 1, 2 — 187, 3, 4 — 0.  $E$  (MV/m): 1, 3 — 0, 2, 4 — 120.  $E \parallel z$ ,  $J_{c0} = 270 \text{ A/cm}^2$ ,  $T = 77 \text{ K}$ . Образец охлаждался от 300 К в магнитном поле  $H = 187$  Ое.

Подобное постоянство  $I_f$  для разных значений  $H$  наблюдалось и для ВТСП-керамики Y-123 [9].

Ранее для керамики Y-123 было показано [5], что влияние электрического поля на ВАХ наблюдается при 77 К, т.е. при  $T < T_c$ , а при  $T > T_c$  эффект отсутствует. В настоящей работе были проведены опыты по эффекту поля и в интервале температур  $77 \text{ K} < T < T_c$ . В результате было установлено, что при повышении температуры от 77 К эффект поля пропадает несколько ниже  $T_c$ , когда образец еще остается сверхпроводником, хотя и с малыми значениями  $I_{c0}$ .

Таким образом, полученные результаты по влиянию электрического поля на ВАХ монолитных сверхпроводников Bi-2223 качественно согласуются с данными для ВТСП Y-123 [4-7] и Bi-2212 [10]. Следует лишь подчеркнуть большую величину эффекта поля для 2223- и 2212-образцов, которые выделяются высокими значениями  $J_{c0}$ . Ранее [5] проводились эксперименты на керамиках-2223 с малыми  $J_{c0}$ , но эффект поля был невелик (максимальное падение напряжений  $V$  в поле  $E = 120 \text{ MV/m}$  достигало лишь 50%).

Само по себе наблюдение эффекта поля в монолитных сверхпроводниках представляется, конечно, необычным, поскольку глубина проникновения поля в ВТСП составляет примерно  $5\text{ \AA}$  [12], и в тонких монокристаллических пленках эффект поля проявляется лишь в том случае, когда их толщина очень мала [13].

Анализируя результаты по эффекту электрического поля в композитах Y-123 и Y-123/Ag и сопоставляя их со структурными данными [14,15], авторы [6] пришли к выводу о том, что эффект поля возникает в результате воздействия последнего на слабые связи S/I/S-типа. Не исключено, что наличие изолирующего слоя на границах зерен может приводить к возникновению на них под воздействием поля электрических зарядов и тем самым способствовать увеличению критического тока и проводимости образцов [16]. Слабые связи S/I/S-типа, по-видимому, присутствуют и в исследованных нами 2223-образцах. В частности, они могут содержать несверхпроводящую фазу  $(\text{Ca}, \text{Sr})_2\text{CuO}_3$  [17].

В заключение еще раз отметим, что в настоящей работе при 77 K удалось наблюдать большое влияние электрического поля на вольт-амперные кривые монолитных сверхпроводников Bi-2223 с высокими значениями критического тока. Указанное влияние сохраняется в магнитном поле и пропадает при температурах несколько ниже  $T_c$ , когда образец еще остается сверхпроводником. В дальнейшем наличие большого эффекта поля в подобных ВТСП-материалах может быть использовано для его более детального исследования, что, безусловно, будет содействовать пониманию природы самого эффекта в монолитных сверхпроводниках.

### Список литературы

- [1] K. Jagannadham, J. Narayan. Mater. Sci. Eng. **B26**, 1, 75 (1994).
- [2] K.C. Goretta, B.P. Brandel, M.T. Lanagan, J. Hu, D.J. Miller, S. Sengupta, J.C. Parker, M.N. Ali, N. Chen. IEEE Trans. Appl. Supercond. **5**, 5, 1309 (1995).
- [3] K.C. Goretta, M.T. Lanagan, T.J. Brent, S.E. Dorris, J. Joo, J.J. Picciolo, R.A. Shearer, J.P. Singh, S. Wasylenko, P.M. Winandy, X.W. Wang, C.A. Youngdahl, R.B. Poeppel, D.J. Miller, T.G. Holesinger, P. Kostic, N. Chen. Appl. Supercond. **2**, 6, 411 (1994).
- [4] Б.И. Смирнов, С.В. Криштопов, Т.С. Орлова. ФТТ **34**, 8, 2482 (1992).
- [5] Б.И. Смирнов, Т.С. Орлова, С.В. Криштопов. ФТТ **35**, 8, 2250 (1993).
- [6] T.S. Orlova, B.I. Smirnov. Supercond. Sci. Technol. **7**, 12, 899 (1994).
- [7] Б.И. Смирнов, Т.С. Орлова, Х.Й. Кауфманн. ФТТ **36**, 2, 460 (1994).
- [8] З. Дамм, Т.С. Орлова, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман. ФТТ **36**, 8, 2465 (1994).
- [9] Б.И. Смирнов, Ю.М. Байков, А.Н. Кудымов, Т.С. Орлова, Ю.П. Степанов. ФТТ **37**, 6, 1794 (1995).
- [10] T.S. Orlova, A.N. Kudymov, B.I. Smirnov, D.J. Miller, M.T. Lanagan, K.C. Goretta. Physica **C 235**, 2, 194 (1995).
- [11] S.E. Dorris, B.C. Prorok, M.T. Lanagan, S. Sonha, B. Poeppel. Physica **C 212**, 1, 66 (1993).
- [12] X.X. Xi, C. Doughty, A. Walkenhorst, C. Kwon, Q. Li, T. Venkatesan. Phys. Rev. Lett. **68**, 8, 1240 (1992).
- [13] J. Mannhart. Mod. Phys. Lett. **B 6**, 10, 555 (1992).
- [14] J. Jung, M.A.-K. Mohamed, S.C. Chend, J.P. Franck. Phys. Rev. **B 42**, 10, 6181 (1990).
- [15] J. Jung, I. Isaak, M.A.-K. Mohamed. Phys. Rev. **B 48**, 10, 7526 (1993).
- [16] B.Ya. Shapiro, I.B. Khalfin. Physica **C 219**, 5, 465 (1994).
- [17] Nan Chen, A.C. Biondo, S.E. Dorris, K.C. Goretta, M.T. Lanagan, C.A. Youngdahl, R.B. Poeppel. Supercond. Sci. Technol. **6**, 10, 674 (1993).