



УДК 669:3'24:539.25

METAL TAPE Cu (68.4%) Ni (30%) Fe (1.6%) WITH BYAXIAL CUBIC TEXTURE FOR SUPERCONDUCTORS: OBTAINING, RECRYSTALLIZING AND SURFACE MORPHOLOGY
МЕТАЛЛИЧЕСКАЯ ЛЕНТА Cu(68,4%)Ni(30%)Fe(1,6%) С ДВУХОСНОЙ КУБИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРОЙ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В ПРОИЗВОДСТВЕ СВЕРХПРОВОДНИКОВ: ПОЛУЧЕНИЕ, РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И КОНТРОЛЬ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ

Kharchenko A.V. / Харченко А.В.*d.c.s., jun.res. / к.х.н., м.н.с.***Maklakov A.S. / Маклаков А.С.***stud. / студ.***Grigoriev A.N. / Григорьев А.Н.***d.c.s., doc. / к.х.н., доц.***Kaul A.R. / Кауль А.Р.***d.c.s., prof. / д.х.н., проф.**Lomonosov Moscow State University, Moscow, Leninskie Gory 1/3, 119991**МГУ имени М.В.Ломоносова, Москва, Ленинские горы 1/3, 119991*

Аннотация. Рассмотрен процесс текстурообразования в ленте из тройного сплава Cu–Ni–Fe при холодной деформации прокаткой со степенью ~99% и последующем рекристаллизационном отжиге. Показана возможность реализации совершенной кубической текстуры в тонкой ленте из сплавов на медно-никелевой основе, что открывает перспективу их использования в качестве подложек в технологии производства ленточных высокотемпературных сверхпроводников. Определены оптимальные режимы отжига, позволяющие получить в исследованных сплавах совершенную биаксиальную текстуру. Проведен анализ морфологии лент в зависимости от времени и температуры отжига.

Ключевые слова: металлическая лента, сверхпроводник, текстурирование

Вступление

Сверхпроводники обладают двумя практически значимыми свойствами. В данных материалах при температуре ниже критической T_c отсутствуют потери энергии при прохождении постоянного электрического тока; вещества в сверхпроводящем состоянии вытесняют магнитное поле из своего объема [1]. Эти явления используются для передачи энергии с высокой плотностью тока и получения магнитного поля высокой напряженности [2]. Данные материалы применяют в электродвигателях, подшипниках [3], ускорителях элементарных частиц, магнитно-резонансных томографах [4], токоограничивающих устройствах, в составе силовых кабелей. В лабораторной практике сверхпроводники используют при исследованиях методом ядерного магнитного резонанса [5].

Наибольший интерес представляют высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП). Их выпускают в виде протяженных плоских лент. Данный форм-фактор связан с кристаллической структурой ВТСП и необходим для высоких эксплуатационных характеристик изделия. Ленточные ВТСП обладают многослойной структурой [6]. В качестве подложки используют металлические ленты, на которые наносят вещество-сверхпроводник. Между



подложкой и сверхпроводником создают буферную прослойку, предотвращающую окисление подложки в процессе нанесения ВТСП, химическое взаимодействие материала подложки и ВТСП, а также массоперенос между слоями [7]. Качество подложки и буферных слоев так же значимо, как и качество сверхпроводника.

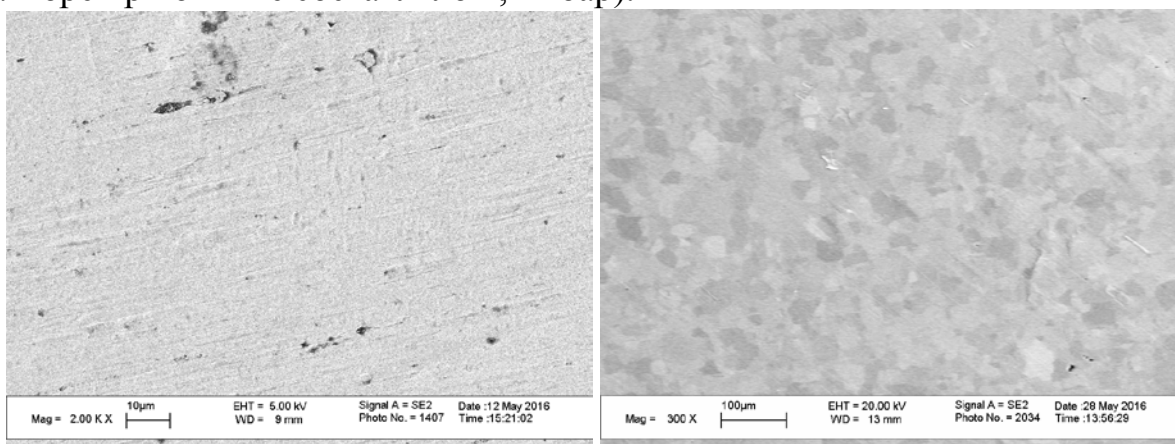
Целью работы является получение биаксиально-текстурированных лент из медного сплава $\text{Cu}(68,4\%)\text{Ni}(30\%)\text{Fe}(1,6\%)$ и контроль их морфологии методом атомно-силовой микроскопии.

Исходные заготовки

Для проведения работы нам была предоставлена лента $\text{Cu}(68,4\%)\text{Ni}(30\%)\text{Fe}(1,6\%)$, имеющая ширину 10 мм и толщину 100 мкм. Острую кубическую текстуру в ней можно получить, подвергая холодной прокатке и высокотемпературному отжигу. Исходная заготовка была после стадии холодной прокатки. Вследствие наличия неровностей на поверхностях валков, которые использовались для прокатки, присутствовали продольные борозды. Поскольку неровность поверхности подложек может помешать нанесению эпитаксиальных оксидных слоев, использовали механическую шлифовку, а затем полировку для сглаживания поверхности подложек. Эти операции производили с помощью шлифовально-полировальной системы Struers TegraPol 21 для подготовки металлических образцов.

Текстурирующий отжиг

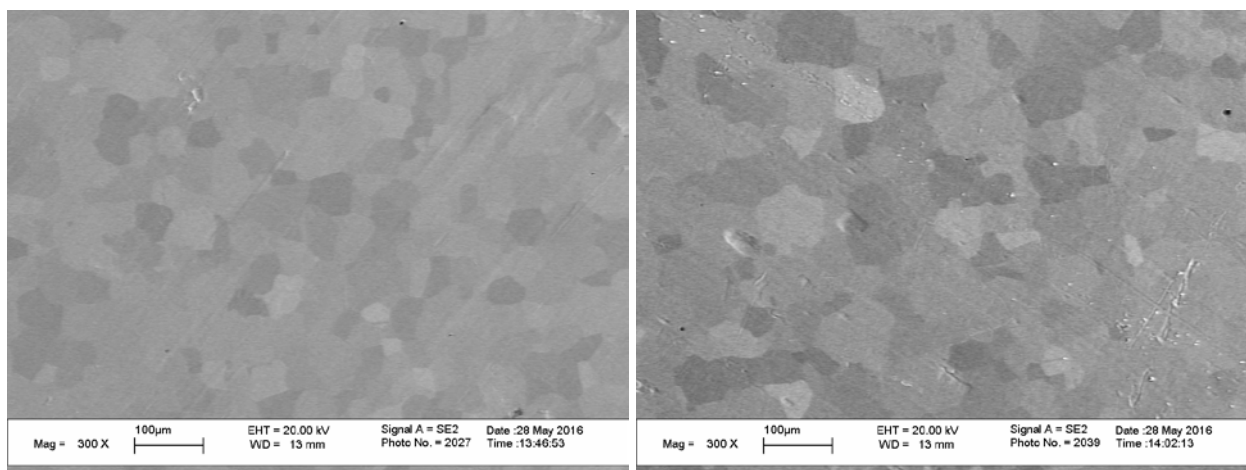
Текстурирующий отжиг выполняли в режиме лентопротяжки при $1100\text{ }^\circ\text{C}$ в токе водорода. Для этого использовали проходную высокотемпературную вакуумную печь. Перед проведением отжига реактор откачивали масляным и турбомолекулярным насосом до давления 1 мбар, во время отжига насосы продолжали работать. После откачки включали генератор водорода и нагнетали в реактор 0,4 мбар водорода (суммарное давление воздуха и водорода в реакторе при отжиге составляло 1,4 мбар).



Авторская разработка

Рис.1. РЭМ исходной ленты (слева) и ленты после отжига при $900\text{ }^\circ\text{C}$ (справа).

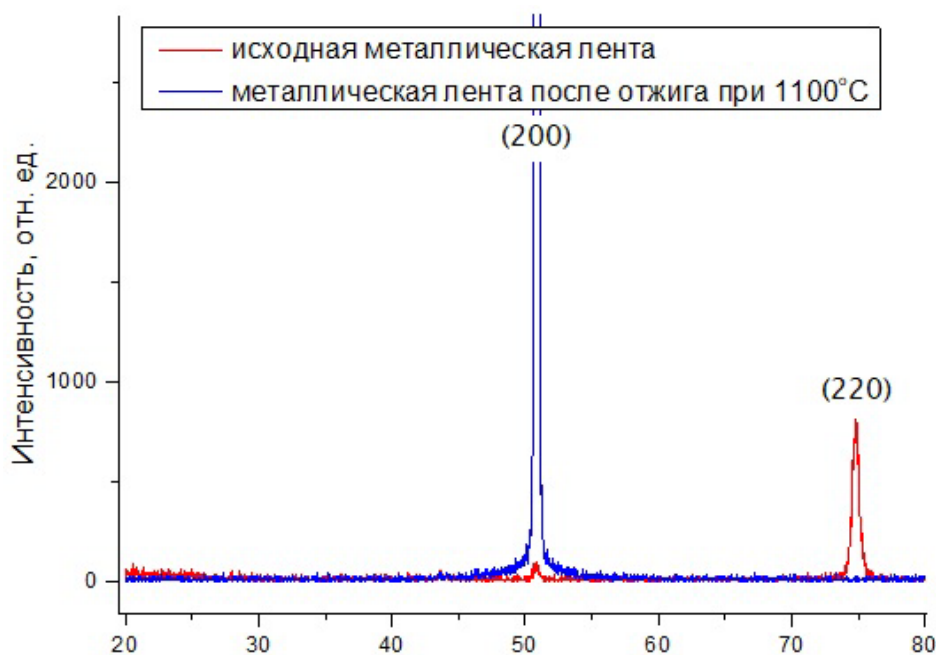
Рассмотрение в растровый электронный микроскоп исходной заготовки и подвергнутой рекристаллизационному отжигу при $900\text{ }^\circ\text{C}$ (рис.1) доказывает значительные изменения в структуре сплава, являющиеся следствием рекристаллизации.



Авторская разработка

Рис.2. РЭМ ленты 900 °С(слева) и ленты после отжига при 1100 °С (справа).

На проявление зеренной структуры, изменение размера зерна влияют время и температура термообработки: их увеличение ведет к росту зерна (рис.2).



Авторская разработка

Рис.3. Рентгенограммы металлических лент.

Сравнивая рентгенограммы ленты, сделанные до отжига и после (рис.3), можно увидеть, что при рекристаллизации лента текстурируется в направлении (100), необходимом для использования в составе сверхпроводящей ленты.

Электрохимическая полировка

После текстурирующего отжига, в результате которого происходила рекристаллизация металлических подложек, из-за образования торосов между кристаллитами сплавов (из которых были сделаны подложки), гладкость поверхности подложек заметно уменьшилась. Поскольку это могло ухудшить характеристики гетероструктур со сверхпроводником, для сглаживания поверхности металлических лент применяли электрохимическую полировку.



Для приготовления электролита, в котором производилась электрополировка, 44,00 г CrO_3 засыпали в круглодонную колбу, заливали 416,52 г концентрированной ортофосфорной кислоты и кипятили с обратным холодильником до полного растворения. Затем полученный раствор остужали и фильтровали.

Электрополировку производили, подключая целевую ленту в качестве анода, а транспортную – в качестве катода к импульсному источнику питания Gwinstek SPS-1820. В ходе полировки электролит перемешивали с помощью магнитной мешалки. Варьировали плотность тока, проходящего через образцы, и время полировки, в соответствии с табл.1.

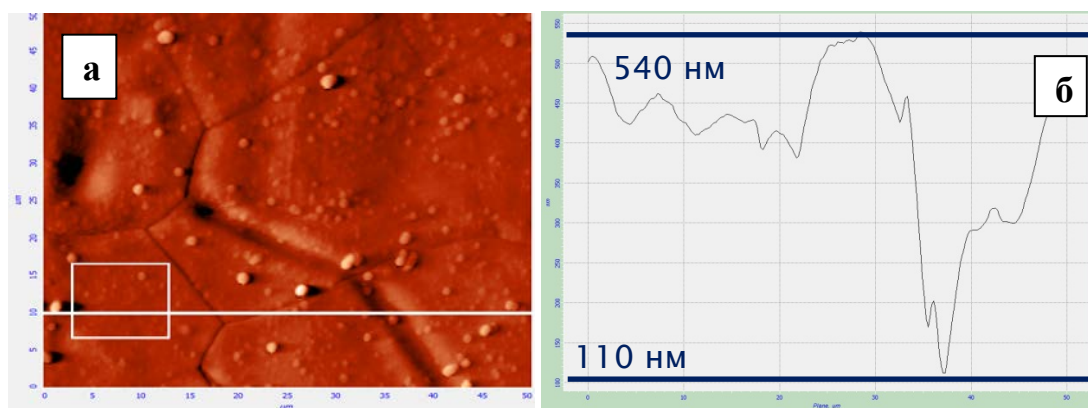
Таблица 1

Параметры электрополирования

Плотность тока, mA/cm^2	Время полировки, с		
	17	120	210
25	120	210	300
35	120	300	900
150	30		
350	30	60	90
600	30		

Авторская разработка

В используемых интервалах плотности тока и длительности полировки, по данным атомно-силовой микроскопии прослеживается следующая закономерность: гладкость поверхности подложек улучшается с повышением плотности тока и ухудшается с увеличением длительности полирования.



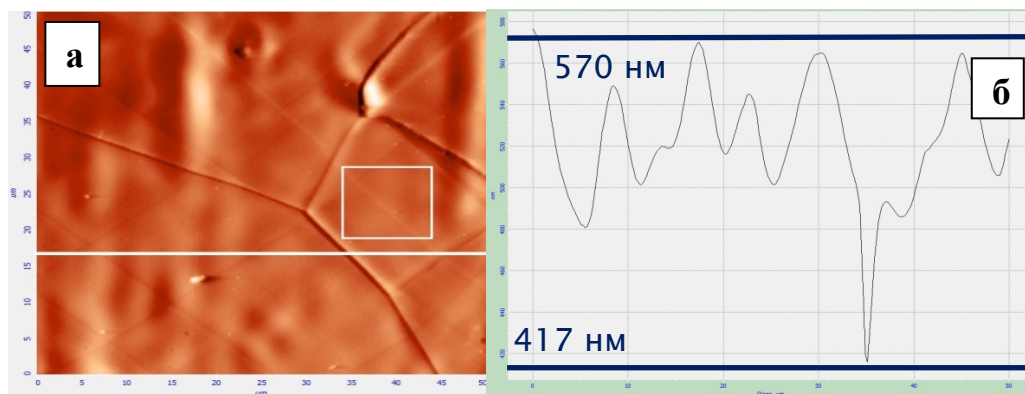
Авторская разработка

Рис.4. АСМ-скан области площадью 2500 мкм^2 электрополированной (плотность тока – $150 \text{ mA}/\text{cm}^2$, длительность – 30 с.) текстурированной подложки, (а); рельеф поверхности подложки в поперечном разрезе (б).

Значения средне-модульной шероховатости, рассчитанные для участков площадью 100 мкм^2 , находящихся внутри зерен, составили при 30 секундах полировки 23.8 нм, 22.3 нм и 8.9 нм для плотностей тока полировки $150 \text{ mA}/\text{cm}^2$,



350 мА/см² и 600 мА/см², соответственно. Таким образом, хотя самый лучший показатель по-прежнему у образца, полированного при максимальном токе в течение минимального времени, максимальной шероховатостью поверхности обладает образец, который при рассмотрении участков площадью 2500 мкм² стоял на втором месте по этому показателю. Мы считаем, что это еще одно подтверждение того, что большой вклад в неровность поверхности подложки при неправильно выбранном режиме полировки вносят межзеренные границы.



Авторская разработка

Рис.5. АСМ-скан области площадью 2500 мкм² электрополированной (плотность тока – 350 мА/см², длительность 30 с.) текстурированной подложки (а); рельеф поверхности подложки в поперечном разрезе (б).

Заключение и выводы

Таким образом, в работе получены двухосно-текстурированные металлические ленты. Показано, что нагревание в интервале 900 – 1100 °С приводит к значительным перестройкам, рекристаллизации и образованию зеренной структуры. При этом побочным негативным процессом является увеличение шероховатости поверхности вследствие образования границ зерен. Методом электрохимического полирования удалось улучшить шероховатость.

Работа выполнена в рамках гранта РФФИ №16-03-00981

Литература:

1. Poole C. Jr. Handbook of Superconductivity. Academic Press, 2000. 709 p.
2. Hernandez-Llambes J.C., Hazelton D. Advantages of second-generation high temperature superconductors for pulsed power applications. // Pulsed Power Conference. 2009. № 518. P. 221-226.
3. Siems S.O., Candors W. Advances in the design of superconducting magnetic bearings for static and dynamic applications. // Supercond. Sci. Technol. 2005. V.18. P. 86-89.
4. Van Driessche I., Schoofs B., Penneman G. et al. Review of the application of high temperature superconductors in coated conductor development and the measurement of their properties // Meas. Sci. Rev. 2005. V.5. P. 19-29.
5. Callaghan P.T., Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy. Oxford: Clarendon press, 1993. 462 p.
6. Foltyn S.R., Civale L., Macmanus-Driscoll J.L. et al. Materials science



challenges for high-temperature superconducting wire. // Nature Materials. 2007. V.6. № 9. P. 631-642.

7. Kuzmina N.P., Ibragimov A.I., Makarevich A. M. et al. Chemical Solution Deposition of Ceria Textured Thin Films from Novel Mixed-Ligand Metal - Organic Precursors. // Chem. Mater. 2010. V.22 № 2. P. 5803-5813.

References:

1. Poole C. Jr. Handbook of Superconductivity. Academic Press, 2000. 709 p.
2. Hernandez-Llambes J.C., Hazelton D. Advantages of second-generation high temperature superconductors for pulsed power applications. // Pulsed Power Conference. 2009. № 518. P. 221-226.
3. Siems S.O., Canders W. Advances in the design of superconducting magnetic bearings for static and dynamic applications. // Supercond. Sci. Technol. 2005. V.18. P. 86-89.
4. Van Driessche I., Schoofs B., Penneman G. et al. Review of the application of high temperature superconductors in coated conductor development and the measurement of their properties // Meas. Sci. Rev. 2005. V.5. P. 19-29.
5. Callaghan P.T., Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy. Oxford: Clarendon press, 1993. 462 p.
6. Foltyn S.R., Civale L., Macmanus-Driscoll J.L. et al. Materials science challenges for high-temperature superconducting wire. // Nature Materials. 2007. V.6. № 9. P. 631-642.
7. Kuzmina N.P., Ibragimov A.I., Makarevich A. M. et al. Chemical Solution Deposition of Ceria Textured Thin Films from Novel Mixed-Ligand Metal - Organic Precursors. // Chem. Mater. 2010. V.22 № 2. P. 5803-5813.

Abstract. Superconductors have two practically significant properties. In these materials at a temperature below the critical T_c , there is no energy loss during the passage of a constant electric current; substances in the superconducting state displace the magnetic field from their volume [1]. These phenomena are used to transfer energy with a high current density and to obtain a magnetic field of high intensity [2]. These materials are used in electric motors, bearings [3], particle accelerators, magnetic resonance imagers [4], current-limiting devices, as part of power cables. In laboratory practice, superconductors are used in nuclear magnetic resonance [5].

The highest research interest is represented by high-temperature superconductors. HTS produced in the form of long flat tapes. This form factor is associated with the crystal structure of HTSC and is necessary for high performance characteristics of the product. Ribbon HTS have a multilayer structure [6]. Metallic tapes, on which a superconductor substance is applied, are used as a substrate. Between the substrate and the superconductor they create a buffer layer that prevents oxidation of the substrate during the deposition of HTSC, the chemical interaction of the substrate material and HTSC, as well as the mass transfer between the layers [7]. The quality of the substrate and the buffer layers is as significant as the quality of the superconductor.

The aim of the work is to obtain biaxially textured tapes from copper alloy Cu (68.4%) Ni (30%) Fe (1.6%) and to control their morphology using atomic force microscopy.

Thus, in the work byaxial textured metal tapes are obtained. It is shown that heating in the range of 900 – 1100 °C leads to significant rearrangements, recrystallization and the formation of a grain structure. In this case, a side negative phenomenon is the increase in surface roughness due to the formation of grain boundaries. The method of electrochemical polishing was able to influence the roughness.

Key words: metal tape, superconductor, texturing.

Статья подготовлена в рамках гранта РФФИ №16-03-00981

Статья отправлена: 11.12.2018 г.

© Харченко А.В.