

Влияние параметров механоактивации на формирование сверхпроводящей фазы в YBCO композите

С. Төлендіұлы^{1,2}, Ә. Совет^{1,2}, М. Садыков^{1,2}, С.М. Фоменко^{2*}, А. Акишев²,
М.Т. Бекджанова², К. Камунур³, А.К. Абишева³, Н.Т. Рахым^{1,2,3}

¹Алматинский университет энергетики и связи им. Г. Даукеева, ул. Байтурсынова, 126/1, Алматы, Казахстан

²Институт проблем горения, ул. Богенбай батыра, 172, Алматы, Казахстан

³Казахский национальный университет им. аль-Фараби, пр. аль-Фараби, 71, Алматы, Казахстан

АННОТАЦИЯ

Сверхпроводниковые материалы на основе купратов, относящиеся к высокотемпературным сверхпроводникам, характеризуются неустойчивостью формирования фазового состава в зависимости от метода их получения. Настоящая работа посвящена синтезу сверхпроводника YBCO с применением предварительной механообработки исходных компонентов шихты, в процессе которой за счет высокой дисперсности и повышения концентрации образования наночастиц из исходных компонентов шихты повышается их реакционная способность и вследствие этого увеличивается формирование полезной сверхпроводящей фазы в конечном композите. Применение предварительной механоактивации (МА) инициирует процесс диспергации и активации компонентов шихты. Исследуемые образцы в условиях МА обрабатывались в течение 10, 20, 30, 40 и 50 минут. Из полученных механоактивированных порошков далее методом твердофазного горения синтезированы композиты, исследование которых показало, что они отличаются по свойствам и структуре в зависимости от длительности процесса МА. Исследование микроструктуры и фазового состава показало, что оптимальные свойства проявили образцы с 30-ти минутной механоактивацией. Структура композита характеризуется мелкозернистой субстанцией с практическим отсутствием пор и высокой концентрированной плотностью, однородным фазовым составом YBCO, что позволило получить сверхпроводник с высокой критической температурой перехода в сверхпроводящее состояние при 80 К.

Ключевые слова: YBCO, высокотемпературные сверхпроводники, синтез, механическая активация, структурные параметры, оптимальный режим

1. Введение

Высокотемпературные сверхпроводники на основе купратов являются перспективными материалами для широкого применения их в электронных, магнитных устройствах, электродвигателях, ускорителях частиц, магнитной левитации, исследовании космических объектов и т.д. [1].

Широкий спектр соединений на основе купратов с добавками различных реагентов позволяет синтезировать и улучшать сверхпроводящие характеристики с применением новых методов подготовки компонентов и условий термической обработки [2].

Одним из перспективных направлений является применение механоактивной диспергации материала с повышением в составе количества частиц менее 5 мкм. В работе [3] показано, что механоактивация зависит от многих параметров обработки материала: скорости вращения, длительности МА и соотношения материалов, участвующих в процессе. Для активации поверхности частиц, улучшения реакционного химического взаимодействия компонентов при синтезе сверхпроводника была впервые применена высокоскоростная планетарная мельница последнего поколения, характеризующаяся высокими техническими улучшенными свойствами.

Основными особенностями нового метода механоактивации являются равномерное распределение шихты в межшаровом пространстве в

*Ответственный автор

E-mail: exotherm@yandex.kz

объеме мельницы при их помоле и улучшенная циркуляция материала, исключая окомкование и залипание, и высокий выход дисперсного материала, который контролировался ситовым и микроскопическим методами анализа.

Следует отметить, что к альтернативой механоактивации относится метод механохимической обработки материалов, включающий использование измельчителей совместно с химическими реагентами, которое в настоящее время считается инновационным решением при подготовке и получении материалов с заданными свойствами для различных функций их применения: катализаторы, сорбенты, конструкционные материалы и т.д. [3]. Однако обращает внимание в этом случае факт необходимости использования химически стойкого оборудования к реагентам, применяемым при обработке материала, и строгое соответствие состава исходных компонентов, которое не поддается регламенту технологического процесса. Важным фактом является то, что при механохимической обработке составов наблюдается образование промежуточных фазовых соединений – регуляторов процесса активации реагентов, позволяющих управлять ходом реакции в последующем твердофазном спекании, с получением продуктов с заданной морфологией и микроструктурой материала. Таким образом, комплексное использование механической активации, механохимической обработки и твердофазного горения позволяет в перспективе интенсифицировать получение сверхпроводников с заданными свойствами [8].

Известно, что интенсивность процесса синтеза при твердофазных реакциях зависит от пропорциональности зернистых и дисперсных исходных компонентов, которую необходимо учитывать для достижения оптимальной температуры в процессе горения.

Как правило, механоактивация находится в зависимости от скорости горения как в низкокалорийных, так и высококалорийных системах. Это показано в примере работы [4], где скорость горения после механоактивации в соединении Ti-C увеличилась в четыре раза, а в системе NiAl превысила тридцатикратный предел. Установлено, что такой характер процесса связан с плавлением металлов и формированием микрореакционной среды. При применении других методов активации наблюдается значительное снижение скорости горения исследуемых соединений. Установлено, что на уменьшение скорости горения влияет процесс агрегации измельченных частиц в круп-

ные конгломераты. Это приводит к снижению теплопередачи между частицами реакционной среды, что замедляет процесс твердофазного горения. Поэтому важным моментом твердофазного горения является равномерное распределение реагентов в шихте с соблюдением дисперсности измельченных частиц с высокой степенью увеличенного контактного соприкосновения между ними, а также дефектности микрокристаллов материала, способствующих хорошему спеканию композита. Степень дисперсности материала способствует увеличению удельной поверхности исходных порошков и увеличению адсорбции атомов кислорода на каждой дефектной частице материала. Температура синтеза материала при твердофазном горении, согласно установленным классическим представлениям, напрямую связана со скоростью химической реакции компонентов шихты, которая увеличивается пропорционально скорости горения.

Для системы Ni-Al [5] установлено, что зависимость скорости процесса синтеза от температуры при МА изменяется с образованием легкоплавкой эвтектики ниже ее реальной температуры. Это можно связать с аккумулярованием части энергии и нарушением баланса с потерей части химической энергии в результате взаимодействия компонентов при интенсивной механической обработке.

В ряде случаев механизм взаимодействия реагентов меняется после механической активации. Интенсификация эндотермических реакций, в частности плавления, после МА приводит к снижению температуры процесса. Установлено, что на гетерогенные процессы влияют микроструктурное и энергетическое состояние материала [6]. Микроструктурный эффект сводится к измельчению реагентов и увеличению площади контакта между ними. Энергетический эффект связан с накоплением дополнительной энергии в кристаллической решетке, а также остаточных упругопластических деформаций при механическом разрушении материала.

За счет присутствия в шихте мелкодисперсного материала механоактивированных порошков можно регулировать условия протекания твердофазного горения. Снижение температуры и времени начала взаимодействия реагентов в предварительно активированных системах, а также увеличение скорости химических реакций и полноты их превращения отражаются на механизмах и кинетических процессах взаимодействия компонентов. Влияние МА на твердофазные процессы является следствием комплексного воздействия суммы

факторов, складывающихся из диспергации и увеличения поверхности контакта реагентов, микродефектов кристаллической решетки с образованием их центров кристаллизации новых фаз, выделения и получения продуктов реакции компонентов шихты. Таким образом, использование механического воздействия для изменения структурного состояния материала и его энергоемкости является эффективным способом воздействия на твердофазные процессы получения материалов с заданными свойствами и функциональностью [7].

В работе [9] после обработки материала $Y_3Ba_5Cu_8O_y$ в планетарной мельнице (ВЭМ) установлено присутствие наноразмерных частиц при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). В полученных изделиях температурные зависимости критических токов и их плотности в соединении $Y_3Ba_5Cu_8O_y$ обеспечиваются усилением пиннинга потоков в матрице этого материала за счет полученной доли высокодисперсных наноразмерных частиц в результате процесса МА.

Процесс механоактивации был использован при синтезе $CaSm-1111$ [10]. Синтез ожидаемой фазы осуществлялся из образцов Fe_2As , $SmAs$ с добавкой CaF_2 в равных количествах с последующей механоактивацией полученного соединения $Ca_{0,5}Sm_{0,5}FeAsF$ в планетарной мельнице. Спрессованное и синтезированное при термообработке соединение $Ca_{0,5}Sm_{0,5}FeAsF$ данного класса обладало критической температурой перехода $T_c = 54,2$ К.

При изготовлении сверхпроводников $Y_3Ba_5Cu_8O_{18\pm\delta}$ и $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ с применением механоактивации в шаровой мельнице (НЕМ) и ручного измельчения в агатовой ступке показало, что использование шаровой мельницы позволяет увеличить сверхпроводящие свойства YBCO. Электронно-микроскопические исследования показали, что при обработке в шаровой мельнице (НЕМ) образуются наноразмерные частицы, которые интегрируются в матрице синтезированных образцов YBCO.

Таким образом, предварительная механоактивация исходных порошков при твердофазном синтезе YBCO позволяет увеличить выход полезной сверхпроводящей фазы, а также вторичных фаз, которые действуют как эффективные центры пиннинга.

2. Экспериментальные методы

Физические свойства керамических сверхпроводников в основном зависят от методов синтеза и технологических аспектов подготовки исход-

ных образцов. Основное внимание исследователей направлено на снижение затрат и времени при получении сверхпроводящих материалов с заданными свойствами [12].

2.1. Синтез образцов

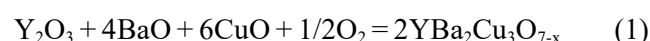
2.1.2. Исходные компоненты

В качестве исходных материалов для получения сверхпроводящих композитов на основе YBCO использовали: порошок Y_2O_3 (чистота 99%, марка ИТО-В, 50-60 мкм), BaO (чистота 99%, 30-40 мкм), наноксид меди (чистота 99%, размер 30-50 нм).

2.2. Пробоподготовка

Необходимые количества порошков при соотношении $Y:Ba:Cu = 17\%:46\%:29\%$ (остальное кислород) взвешивали, тщательно перемешивали. Для получения однородной массы были использованы три метода измельчения: в шаровой мельнице, в планетарной дробилке и путем ручного растирания в агатовой ступке. Исследования показали, что наиболее дисперсные порошки получаются при использовании планетарной сверхскоростной шаровой мельницы типа Retsch PM 200F при соотношении измельчаемой массы с фарфоровыми шарами 1:2 для предотвращения реакции между компонентами. Скорость вращения планетарных элементов в мельнице составляла более 320 об/с, а время механоактивации порошков варьировалось в пределах 10, 20, 30, 40 и 50 минут. Затем порошок спрессовывали (80 МПа) в цилиндрические образцы диаметром 20 мм и высотой 50 мм, которые прокаливали в муфельной печи при 920 °С в течение 10 часов. Затем полученные спеченные цилиндрические образцы повторно измельчали в порошок и вновь спрессовали в цилиндрические образцы и окончательно обжигали при 920 °С при скорости нагревания 100 °С/мин с выдержкой в течение 10 ч в потоке кислорода со скоростью 278 мл/мин.

Химическая реакция синтеза композита ВТСП имеет следующий вид:



Прокаливание образцов при высокой температуре необходимо для обеспечения возможности диффузионного перемешивания и спекания компонентов, которое способствует образованию однородной стехиометрической сверхпроводящей фазы YBCO. Стоит отметить, что орторомбиче-

ская сверхпроводящая фаза YBCO нестабильна при температуре выше 650 °С. Также при температуре 900-950 °С структура становится тетрагональной, если содержание кислорода на формульную единицу меньше 6,5 и материал теряет сверхпроводящие свойства. Для восстановления содержания кислорода до желаемого значения, близкого к семи, материал должен быть подвергнут длительному отжигу в атмосфере кислорода или воздуха в диапазоне температур 920-950 °С. Это позволяет восстановить стехиометрический состав сверхпроводника за счет стабилизации в кристаллической структуре материала потерянный кислород. После завершения процесса спекания печь с образцами медленно охлаждается со скоростью 10 °С/мин до комнатной температуры. Этот процесс является важным при создании сверхпроводящего материала с заданными свойствами и структурой [12]. Спеченные образцы композита YBCO после обжига приобретают черно-серый оттенок.

2.3. Методы исследования и анализа

Рентгеноструктурные измерения образцов после спекания и измельчения были выполнены на дифрактометре DRON-4 с использованием излучения CuK-а в диапазоне 20 значений 20-90° с типичной скоростью сканирования 2° в минуту. Детектор рентгеновского излучения в этом приборе перемещается вокруг образца и измеряет интенсивность этих пиков и их положение (т.е. угол дифракции 2θ). Самый высокий пик определяется как 100%-ный, а интенсивность всех остальных пиков измеряется в процентах от 100% пика. Эти пики характерны для конкретной кристаллической структуры и соединения могут быть идентифицированы с помощью базы данных JCPDS [13].

Морфологию образцов и их точечный элементный анализ определяли с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), включая оценки размера зерен и частиц [14]. Для исследования микроструктуры сверхпроводников на основе YBa₂Cu₃O_{7,8} использовали систему Quanta 3D 2001 Dual, FEI.

Исследования сверхпроводимости образцов Y-Ba-Cu-O проводили на комплексе Quantum Design PPMS EverCool II с использованием необратимого охлаждения в поле (FC) и охлаждением в нулевом поле (ZFC) в области низких температур. Комплекс PPMS Quantum Design представляет собой уникальную концепцию лабораторного оборудования: открытую архитектуру, систему с переменным температурным полем,

предназначенную для выполнения различных автоматизированных измерений. Данный комплекс имеет специально разработанные параметры измерения и может быть легко адаптирован к собственным экспериментам. Контроль окружающей среды для образцов включает поля до ±16 x10 Ое и диапазон температур 1,9-400 К. Его усовершенствованная расширяемая конструкция сочетает в себе множество функций в одном приборе, что делает PPMS самой универсальной системой в своем роде [15].

Формула Бина-Джоуля-Ленца используется для определения значения критического тока в сверхпроводниках. Критический ток – это максимальный ток, который может протекать через сверхпроводник без потери сверхпроводящих свойств.

Формула Бина-Джоуля-Ленца имеет вид:

$$I_c = k \frac{dH_c}{dx}$$

где: I_c (Тр) – критический ток при температуре Тр; H_a – магнитное поле; l – длина образца; w – ширина образца.

3. Результаты и обсуждение

Данные полученных рентгенограмм по основным вещественным показателям приведены в таблице 1, из которой видно неоднозначное распределение фазообразования в процессе твердофазного горения исследуемых образцов. Наибольшее содержание кислорода при синтезе YBCO наблюдается в материалах с 40-минутной механохимической обработкой с содержанием фазы Y₃Ba₅Cu₃O_{7,34} – 61,4% мас. и 50-минутной – 46,7%, тогда как при 10, 20 и 30-минутных обработках эта фаза отсутствует.

Однако при высоком содержании сверхпроводящей фазы, соответствующей стехиометрическому составу, наблюдается выделение карбоната бария, который снижает сверхпроводящие свойства материала, находясь в составе материала в свободном состоянии. Сверхпроводящая фаза с пониженным содержанием кислорода YBa₂Cu₃O_{7,03} при 10, 20 и 30 минутах МА образуется соответственно в количестве – 77,9, 81,7 и 87,6%.

Фаза Y₂BaCuO₅ обладает пониженной сверхпроводимостью и ее влияние проявляется во всех образцах, в особенности с 40 и 50-минутными МА – 19,2 и 22,8%, соответственно. Более низкое образование этой фазы характерно при 10, 20 и 30-минутных обработках с очевидным значительным уменьшением при 30 минутах МА.

Особое внимание заслуживает оксид меди (CuO), который образует твердые растворы внедрения. Как видно из таблицы 1, наибольшее количество CuO концентрируется в кристаллической решетке YBCO с увеличением времени обработки материала до 40-50 минут. Установлено, что с повышением времени механоактивации от 10, 20 и до 30 мин содержание твердого раствора в материале постепенно уменьшается от 9,6% до наименьшего содержания оксида меди (5,4%) при 30-минутной МА. Следует отметить, что оксид бария быстро карбонизируется в атмосфере с образованием $BaCO_3$.

На рис. 1 видно, что 30-минутная МА порошков является оптимальным временем, при котором происходит максимальное формирование выхода полезной фазы. Увеличение времени обработки материала приводит к агрегации частиц с образованием плотных гранул различных фракций, которые тормозят синтез полезной сверхпроводящей фазы.

Рентгенофазовым анализом исследованы структурные параметры соединений, полученных при различном времени воздействия МА (табл. 2). Показано, что параметры ромбоэдрической кристаллической решетки сверхпроводников изменяются

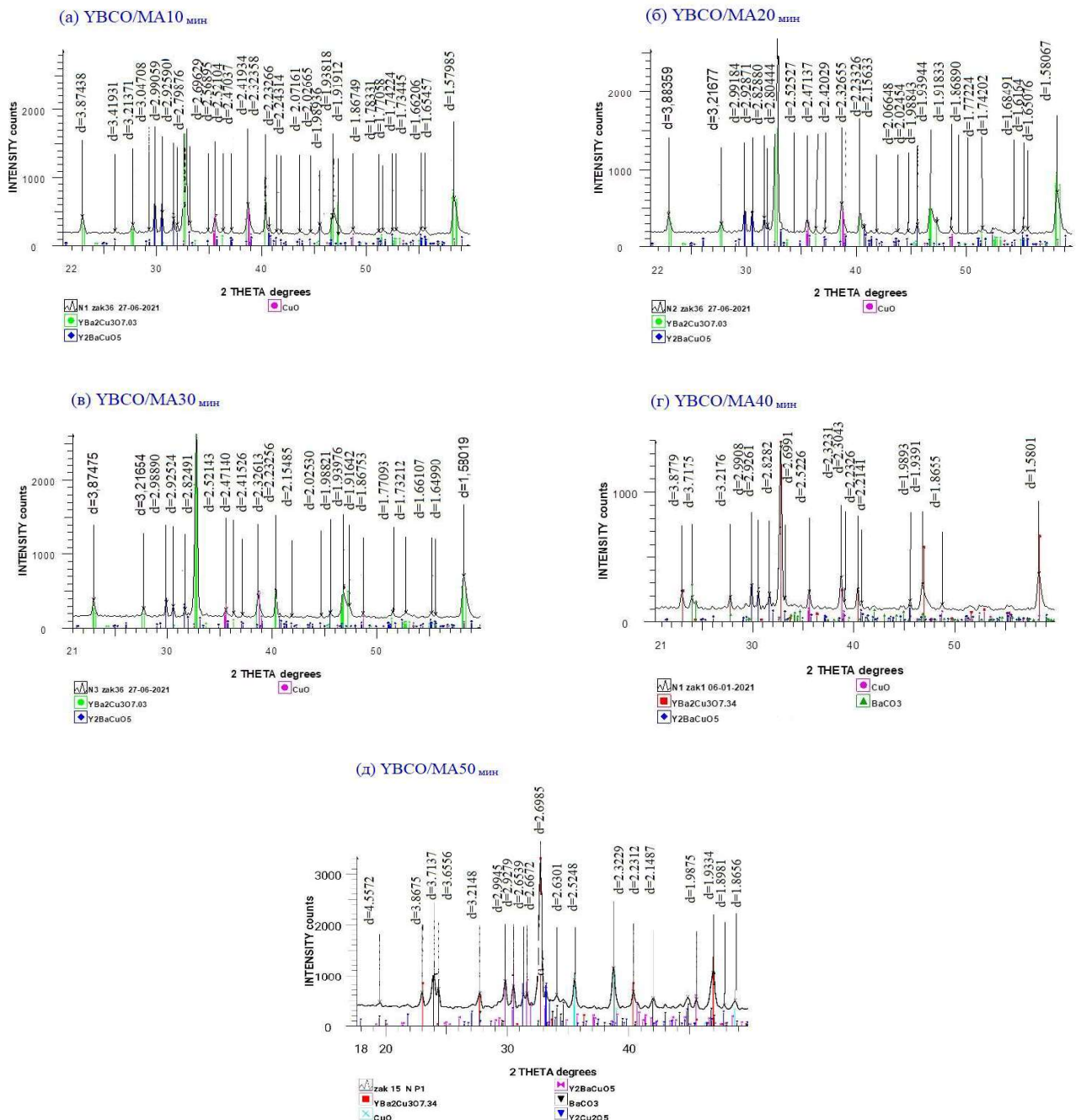
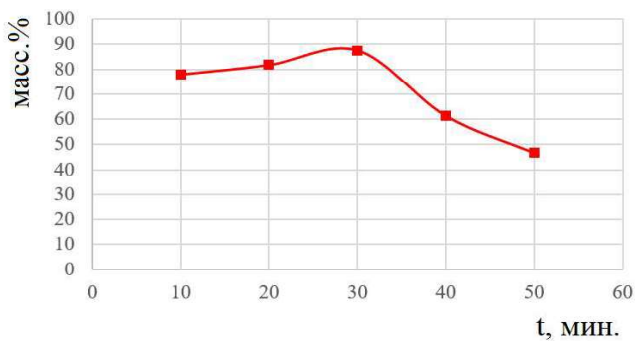


Рис. 1. Рентгенограммы синтезированных образцов YBCO при различной длительности (мин) процесса предварительной МА.

Таблица 1. Результаты РФА для сверхпроводящих образцов

Образцы	Наименование фаз/Содержание, мас. %				
	$YBa_2Cu_3O_{7.34}$	$YBa_2Cu_3O_{7.03}$	Y_2BaCuO_5	CuO	$BaCO_3$
YBCO/MA10 мин	-	77,9	12,6	9,6	-
YBCO/MA20 мин	-	81,7	9,7	8,5	-
YBCO/MA30 мин	-	87,6	7	5,4	-
YBCO/MA40 мин	61,4	-	19,2	14,9	4,5
YBCO/MA50 мин	46,7	-	22,8	20	10,7

**Рис. 2.** Зависимость выхода полезной фазы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ от времени МА.

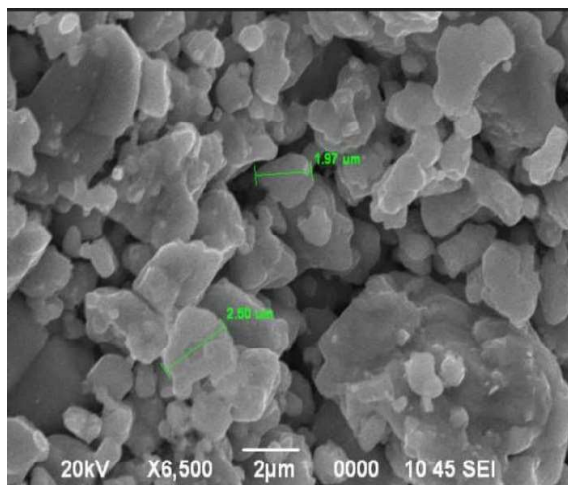
и наибольшее ее изменение проявляется при 30-минутной обработке. По стороне $a = 3,8411 \text{ \AA}$, $b = 3,8789 \text{ \AA}$ и $c = 11,6538 \text{ \AA}$. Как видно, наибольшему изменению подвергается кристаллическая решетка с некоторыми колебаниями значений при 10-минутной обработке. Анализируя данные таблицы 2, можно заметить, что параметр «с» при МА практически мало подвержен изменению и сверхпроводящие свойства в основном зависят от параметра «b», вероятно оксид меди концентрируется на этой стороне решетки, способствуя увеличению сверхпроводимости материала.

Таблица 2. Структурные параметры различных образцов по данным РФА

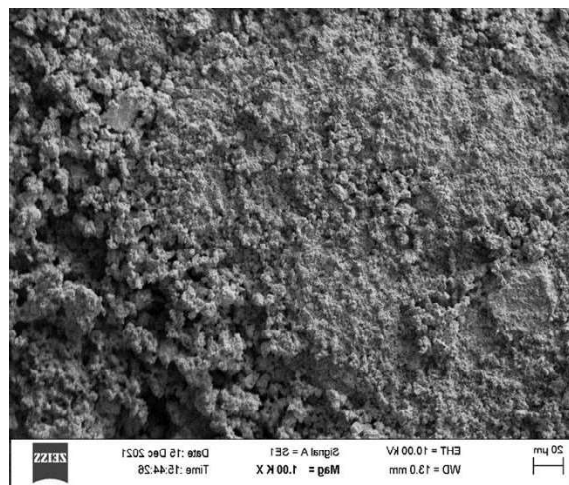
Наименование	Структурные параметры		
	a (Å)	b (Å)	c (Å)
YBCO/MA0 мин	3,8200	3,8900	11,6800
YBCO/MA10 мин	3,8438	3,8762	11,6540
YBCO/MA20 мин	3,8412	3,8873	11,6536
YBCO/MA30 мин	3,8411	3,8789	11,6538
YBCO/MA40 мин	3,8415	3,8878	11,6533
YBCO/MA50 мин	3,8431	3,8770	11,6543

Следует отметить значительное изменение дисперсности материала при МА, которое иллюстрируется рис. 3. На образцах без предварительной обработки (рис. 3а) и механоактивированных в течение 30 мин (рис. 3б) показаны изменения размеров кристаллов до и после их обработки в планетарной мельнице. На рис. 3а видно крупнозернистую структуру с включениями пор, а мелкозернистую плотную с концентрацией частиц материала – рис. 3б.

Полученные сверхпроводящие материалы изучены на предмет магнитной чувствительности переменного тока от температуры (рис. 4).



(а)



(б)

Рис. 3. СЭМ-микротографии с различным временем МА: (а) образец YBCO/MA 0 мин; (б) образец YBCO/MA 30 мин.

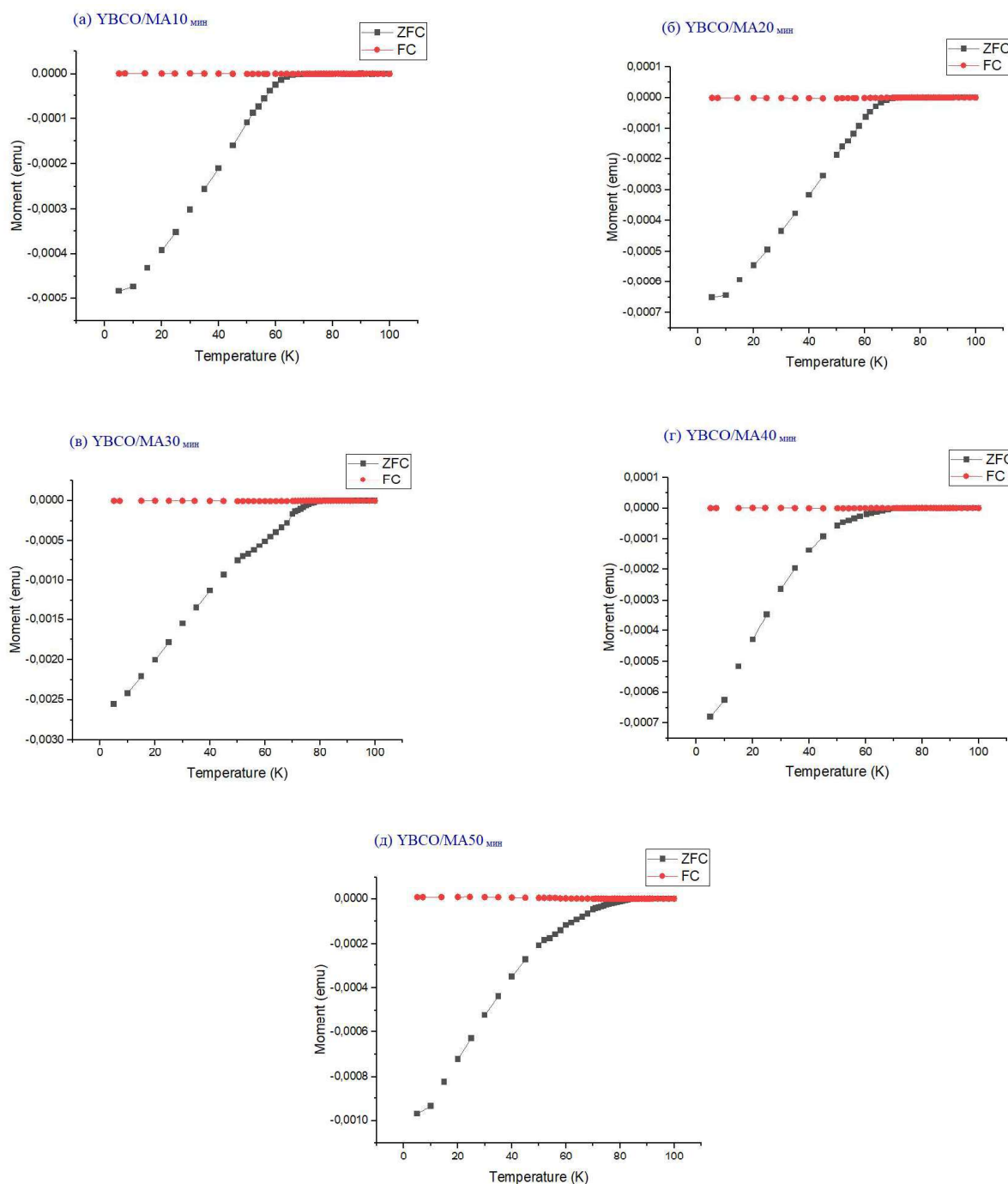


Рис. 4. Зависимость магнитной чувствительности переменного тока образцов ВТСП от температуры.

Видно, что наибольшая магнитная чувствительность проявляется при 30-минутной МА и частично при 50-минутной МА при 80 К. Примечательно, что при 10, 20 и 40-минутных обработках магнитная чувствительность снижается и проявляется только при температуре, близкой к 60 К. Вероятно, это связано со сложными физическими процессами, происходящими в сверхпроводнике при низких температурах.

Наиболее определяющими при исследовании образцов являются полученные их сверхпроводящие характеристики, приведенные в таблице 3.

Показано, что при 30-минутной обработке материала повышается критическая температура с наибольшим показателем $T_c = 80$ К и максимальным критическим током $J_c = 10727$ А/см². Следует отметить, что при 40 и 50-минутных экспозициях МА критическая температура несколько ниже и составляет 78 и 77 К, которые можно объяснить наличием примесей BaCO_3 и фазы Y_2BaCuO_5 , а также повышенным содержанием твердых растворов внедрения CuO и YBCO с образованием новых фаз в кристаллической решетке YBCO .

Таблица 3. Сверхпроводящие характеристики образцов YBCO

Наименование	T _c , К	J _c , А/см ²
YBCO/МА10 мин	72	8696
YBCO/МА20 мин	70	9122
YBCO/МА30 мин	80	10727
YBCO/МА40 мин	78	10273
YBCO/МА50 мин	77	8189

Анализ проведенных исследований показал, что интенсивная предварительная механоактивация материала и соблюдение оптимальных условий обработки значительно влияет на высокую степень синтеза сверхпроводящей фазы YBCO, позволяя достичь высокой критической температуры ВТСП и повышения фазовой устойчивости изделий при его использовании.

4. Заключение

Проведены комплексные исследования высокотемпературных купратных сверхпроводников YBCO, синтезированных с применением диспергации материала на высокоскоростной планетарной мельнице. Установлено оптимальное время МА – 30 минут.

В процессе твердофазного горения синтезированы сверхпроводники YBCO с мелкокристаллической структурой (3-10 мкм) и повышенной плотностью материала, что позволило увеличить критическую температуру сверхпроводника с 72 до 80 К.

Показано, что в процессе синтеза сверхпроводника в результате высокотемпературных диффузионных процессов образуются твердые растворы в результате внедрения свободного оксида меди CuO в кристаллическую решетку YBCO с изменением ее параметров. Отмечена также кристаллизация в материале ВТСП свободного карбоната бария и присутствие фазы Y₂BaCuO₅, которые не обладают сверхпроводимостью.

Изменение минерального состава синтезированного сверхпроводника и отклонение от его стехиометрического состава связано с особенностью технологии синтеза получения ВТСП.

Установлено, что незначительное количество выявленных примесей при реакционном синтезе материала и их рассредоточение в массе изделия позволяет сохранять сверхпроводящие показатели для надежного и длительного использования.

Благодарность

Данное исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP19677755)

Список литературы

- [1]. Hashi K., Ohki S., Matsumoto S., Nishijima G., Goto A., Deguchi K., Yamada K. Achievement of 1020 MHz NMR // *Journal of Magnetic Resonance*. – 2015. – Vol. 256. – P. 30-33.
- [2]. Slimani Y., Hannachi E., Azzouz F.B., Salem M.B. Impact of planetary ball milling parameters on the microstructure and pinning properties of polycrystalline superconductor Y₃Ba₅Cu₈O_y // *Cryogenics*. – 2018. – Vol. 92. – P. 5-12.
- [3]. Lapshin O.V., Boldyreva E.V., Boldyrev V.V. The role of mixing and dispersion in mechanochemical synthesis (review) // *J. Inorg. Chem.* – 2021 – Vol. 66. – P. 402-424.
- [4]. Nepapushev A.A., Moskovskikh D.O., Buinevich, V.S., Vadchenko S.G., Rogachev A.S. Production of Rounded Reactive Composite Ti/Al Powders for Selective Laser Melting by High-Energy Ball Milling // *Metall. Mater. Trans.* – 2019. – Vol. 50. – P. 1241-1247.
- [5]. Mofa N.N., Sadykov B.S., Bakkara A.E., Mansurov Z.A., Fabrication of metallic powders for energy intensive combustible compositions by mechanochemical treatment: 1. Peculiarities of the structure and state of aluminum powder particles formed by mechanochemical treatment. *Russ // J. Non-Ferr. Met.* – 2018. – Vol. 59. – P. 450-457.
- [6]. Mofa N.N., Sadykov B.S., Bakkara A.E., Mansurov Z.A. Fabrication of metal powders for energy-intensive combustible compositions using mechanochemical treatment: 2. Structure and reactivity of mechanically activated Al-Modifier-SiO₂ mixtures. *Russ // J. Non-Ferr. Met.* – 2019. – Vol. 60. – P. 694-703.
- [7]. Mobasherpour I., Tofigh A.A., Ebrahimi M. Effect of nano-size Al₂O₃ reinforcement on the mechanical behavior of synthesis 7075 aluminum alloy composites by mechanical alloying // *Mater. Chem. Phys.* – 2013. – Vol. 138. – P. 535-541.
- [8]. Slimani Y., Hannachi E., Hamrita A., Ben Salem M.K., Ben Azzouz F., Manikandan A., Ben Salem M. Comparative investigation of the ball milling role against hand grinding on microstructure, transport and pinning properties of Y₃Ba₅Cu₈O_{18±δ} and YBa₂Cu₃O_{7-δ} // *Ceramics International*. – 2018. – Vol. 44(16). – P. 19950-19957.
- [9]. MacManus-Driscoll J., Wimbush S. Future Directions for Cuprate Conductors // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. – 2011. – Vol. 21(3). – P. 2495-2500.

- [10]. Sahoo B., Routray K.L., Mirdha G.C., Karmakar S., Singh A.K., Samal D. Investigation of microhardness and superconducting parameters of CNTs blended YBCO superconductor // *Ceramics International*. – 2019. – Vol. 45. – P. 22055-22066.
- [11]. Pervakov K.S., Kulikova L.F., Tsvetkov A.Yu., Vlasenko V.A. New high-temperature iron-containing superconductor $\text{Ca}_{0.5}\text{Sm}_{0.5}\text{FeAsF}$ // *Brief communications on physics FIAN*. – 2022. – Vol. 8. – P. 13-19.
- [12]. Slimani Y., Almessiere M.A., Hannachi E., Mumtaz M., Manikandan A., Baykal A. Improvement of flux pinning ability by tungsten oxide nanoparticles added in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductor // *Ceramics International*. – 2019. – Vol. 45(6). – P. 6828-6835.
- [13]. Tolendiuly S., Alipbayev K.A., Fomenko S.M., Sovet A., Zhauyt A. Effect graphite on magnesium diboride superconductivity synthesized by combustion method under argon pressure: Part II. // *Metalurgija*. – 2022. – Vol. 61(2). – P. 385-388.
- [14]. Tolendiuly S., Alipbayev K.A., Fomenko S.M., Sovet A., Zhauyt A. Effect graphite on magnesium diboride superconductivity synthesized by combustion method under argon pressure: Part I // *Metalurgija*. – 2022. – Vol. 61(1). – P. 285-288.
- [15]. Tolendiuly S., Alipbayev K., Fomenko S., Sovet A., Zhauyt A. Properties of high-temperature superconductors (HTS) and synthesis technology. // *Metalurgija*. – Vol. 60(1-2). – P.137-140.
- [8]. Slimani Y, Hannachi E, Hamrita A, Ben Salem MK, Ben Azzouz F, Manikandan A, Ben Salem M (2018) *Ceramics International* 44(16): 19950-19957. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.261>
- [9]. MacManus-Driscoll J, Wimbush S (2011) *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 21(3): 2495-2500. <https://doi.org/10.1109/TASC.2010.2100343>
- [10]. Sahoo B, Routray KL, Mirdha GC, Karmakar S, Singh AK, Samal D (2019) *Ceramics International* 45: 22055-22066. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.222>
- [11]. Pervakov KS, Kulikova LF, Tsvetkov AYU, Vlasenko VA (2022) *Brief communications on physics FIAN* 8: 13-19. <https://doi.org/10.3103/S106833562208005X>
- [12]. Slimani Y, Almessiere MA, Hannachi E, Mumtaz M, Manikandan A, Baykal A (2019) *Ceramics International* 45(6): 6828-6835. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.12.176>
- [13]. Tolendiuly S, Alipbayev KA, Fomenko SM, Sovet A, Zhauyt A (2022) *Metalurgija* 61(2) :385-388.
- [14]. Tolendiuly S, Alipbayev KA, Fomenko SM, Sovet A, Zhauyt A (2022) *Metalurgija* 61(1): 285-288.
- [15]. Tolendiuly S, Alipbayev K, Fomenko S, Sovet A, Zhauyt A. (2021) *Metalurgija* 60(1-2): 137-140.

References

- [1]. Hashi K, Ohki S, Matsumoto S, Nishijima G, Goto A, Deguchi K, Yamada K (2015) *Journal of Magnetic Resonance* 256: 30-33. <https://doi.org/10.1016/j.jmr.2015.04.009>
- [2]. Slimani Y, Hannachi E, Azzouz FB, Salem MB (2018) *Cryogenics* 92: 5-12. <https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2018.03.010>
- [3]. Lapshin OV, Boldyreva EV, Boldyrev VV (2021) *J.Inorg.Chem* 66: 402-424. <https://doi.org/10.1134/S0036023621030116>
- [4]. Nepapushev AA, Moskovskikh DO, Buinevich VS, Vadchenko SG, Rogachev AS (2019) *Metall.Mater.Trans* 50: 1241-1247. <https://doi.org/10.1007/s11663-019-01553-9>
- [5]. Mofa NN, Sadykov BS, Bakkara AE, Mansurov ZA (2018) *J.Non-Ferr.Met* 59: 450-457. <https://doi.org/10.3103/S1067821218040119>
- [6]. Mofa NN, Sadykov BS, Bakkara AE, Mansurov ZA (2019) *J.Non-Ferr.Met.* 60: 694-703. <https://doi.org/10.3103/S1067821219060130>
- [7]. Mobasherpour I, Tofigh AA, Ebrahimi M (2013) *Mater.Chem.Phys* 138: 535-541. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2012.12.015>

Effect of mechanical activation parameters on the formation of superconducting phase in YBCO composite

S. Tolendiuly^{1,2}, A. Sovet^{1,2}, M. Sadykov^{1,2}, S. Fomenko^{2*}, A. Akishev², M. Bekjanova², K. Kamunur³, A. Abisheva³, N. Rakhym^{1,2,3}

¹Almaty University of Energy and Communications named after G. Daukeev, 126/1, Baitursynov str., Almaty, Kazakhstan

²Institute of Combustion Problems, 172, Bogenbai batyr str., Almaty, Kazakhstan

³Al-Farabi Kazakh National University, 71, Al-Farabi ave., Almaty, Kazakhstan

ABSTRACT

Superconducting materials based on cuprates, which are classified as high-temperature superconductors, are characterized by instability in the formation of the phase composition, depending on the method of their preparation.

This work is devoted to the synthesis of the YBCO superconductor using a new stage, both with preliminary mechanical treatment of the initial components of the charge, in which, due to high dispersion and increasing the concentration

of formation of nanoparticles from the initial components of the charge, their reactivity increases due to this, the formation of a useful superconducting phase in the final composite increases.

The use of preliminary mechanical activation (MA) initiates the process of dispersion and activation of the charge components. The studied samples were processed under MA conditions for 10, 20, 30, 40 and 50 minutes. From the obtained mechanically activated powders, composites were then synthesized using the solid-phase combustion method, the subsequent study of which showed that they differ in properties and structure depending on the duration of the process.

A study of the microstructure and phase composition showed that samples with a 30-minute exposure to its mechanical activation showed optimal properties. The structure is characterized by a fine-grained substance with a virtual absence of pores and a high concentrated density, homogeneous phase composition of YBCO, which made it possible to obtain a superconductor with a high critical temperature of transition to the superconducting state, in the region of 80 K.

Keywords: YBCO, high-temperature superconductors, synthesis, mechanical activation, structural parameters, optimal mode

YBCO композитіндегі асқын өткізгіш фазаның қалыптасуына механикалық белсендіру параметрлерінің әсері

С. Төлөндіұлы^{1,2}, Ә. Совет^{1,2}, М. Садықов^{1,2},
С.М. Фоменко^{2*}, А. Акишев², М.Т. Бекджанова²,
К. Камунур³, А.К. Абишева³, Н.Т. Рахым^{1,2,3}

¹Г. Дәукеев атындағы Алматы энергетика және байланыс университеті, Байтұрсынов көшесі, 126/1, Алматы, Қазақстан

²Жану проблемалары институты, Бөгенбай батыр к-сі, 172, Алматы, Қазақстан

³Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, әл-Фараби даңғылы, 71, Алматы, Қазақстан

АННОТАЦИЯ

Жоғары температуралы асқын өткізгіштерге жатқызылатын купрат негізіндегі асқын өткізгіш материалдар, оларды дайындау тәсіліне байланысты фазалық құрамның түзілуінің тұрақсыздығымен сипатталады.

Бұл жұмыс шихтаның бастапқы құрамдас бөліктерін алдын ала механикалық өңдеу ретінде жаңа кезеңді пайдалана отырып, YBCO асқын өткізгіш материалын синтездеуге арналған, онда жоғары дисперсия және шихтаның бастапқы құрамдас бөліктерінен нанобөлшектердің түзілу концентрациясының жоғарылауына байланысты, осыған орай олардың реактивтілігі артады, яғни соңғы композитте пайдалы асқын өткізгіш фазаның түзілуі артады.

Алдын ала механикалық белсендіруді (МБ) қолдану шихта компоненттерінің дисперсиясы мен активтену процесін жоғарлатады. Зерттелетін үлгілер МБ жағдайында 10, 20, 30, 40 және 50 минут ішінде өңделді. Алынған механикалық белсендірілген ұнтақтардан кейін қатты фазалық жану әдісімен композиттер синтезделді, кейінгі зерттеу олардың процестің уақытына байланысты қасиеттері мен құрылымы бойынша ерекшеленетінін көрсетті. Микроқұрылымды және фазалық құрамды зерттеу оның механикалық активтенуіне 30 минуттық әсер еткен үлгілер оңтайлы қасиеттерді көрсеткенін көрсетті. Құрылым үлкен кеуектіліктің болмауымен және тығыздығы жоғары, біртекті фазалық құрамымен ұсақ түйіршікті құрылыммен сипатталады, бұл 80К аймағында асқын өткізгіштік күйге өтудің жоғары критикалық температурасы бар асқын өткізгішті композитті алуға мүмкіндік берді.

Түйін сөздер: YBCO, жоғары температуралық асқын өткізгіштер, синтез, механикалық активация, құрылымдық параметрлер, оңтайлы режим