Satbayev University

ӘОЖ 538.945-022.522 Қолжазба құқығында

ЖЕТПИСБАЕВ КАЙРАТБЕК УРИСТИМБЕКОВИЧ

Жоғарытемпературалық асқынөткізгіштің сипаттамаларына $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтақтары қоспасының әсері

6D074000 – Наноматериалдар және нанотехнологиялар

Философия докторы (PhD)
дәрежесін алу үшін дайындалған диссертация

Ғылыми кеңесшілері:
физика-математика ғылымдарының
докторы Қ.И. Сәтбаев атындағы
ҚазҰЗТУ профессоры Көмеков С.Е.
ғылым докторы Малайзия ұлттық
университетінің профессоры
Рослан Абд Шукор

Қазақстан Республикасы
Алматы, 2019

МАЗМҰНЫ

	НОРМАТИВТІ СІЛТЕМЕЛЕР	4
	БЕЛГІЛЕУЛЕР ЖӘНЕ ҚЫСҚАРТУЛАР	5
	АНЫҚТАМАЛАР	6
	КІРІСПЕ	7
1	**ӘДЕБИЕТТЕРГЕ ШОЛУ**	12
1.1	Купраттар түріндегі ЖТАӨ кристалдық құрылымы	12
1.2	Bi-ЖТАӨ кристалды құрылымының ерекшеліктері	15
1.3	Купраттардың қатпарлы асқын өткізгіштігі	16
1.3.1	2D-торлардың моделі	16
1.3.2	«Зарядтар резервуары- купраттар жазықтығы» моделі	18
1.4	Bi-ЖТАӨ құрылымдық-фазалық және микроқұрылымдық жағдайы	19
1.4.1	Кристалдық тордың анизотропиялық қасиеттері	19
1.4.2	Текстураны қалыптастыру механизмдері	21
1.4.3.	Дәнаралық байланыс мәселесі	21
1.4.4	Микробіртексіздік және пиннингтер	22
1.4.5	Дисперсиялық бөлшектердің қоспасы	22
1.5	Наноөлшемді қоспалардың ЖТАӨ сипаттамаларына әсерін зерттеуге арналған әдебиеттерге шолу	23
	Әдебиеттерге шолу бөлімі бойынша тұжырым	35
2	**ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ**	36
2.1	Bi-ЖТАӨ материалдарын жоғары температурада өңдеу	36
2.1.1	Bi-2212 композиттері	37
2.1.2	Bi-2223 композиттері	38
2.2	Қатты фазалық әдіспен ЖТАӨ материалдарын алу	40
2.3	Бірлесіп тұндыру әдісімен ЖТАӨ материалдарын алу	42
2.4	Таспа алу немесе «Powder in tube» әдісі	44
2.5	Көлемді Bi-ЖТАӨ материалдары	47
2.6	Bi-ЖТАӨ материалдарының критикалық токтары	49
2.7	Критикалық температураны өлшеу және рентгендік дифрактометрия және сканерлеуші электронды микроскопты қолдану	50
	Тәжірибелік бөлім бойынша тұжырым	51
3	**ТӘЖІРИБЕ НӘТИЖЕЛЕРІН ТАЛҚЫЛАУ**	52
3.1	$Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары	53
3.2	$Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $(Bi_{1,6}Pb_{0.4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары	60
3.3	$Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары	66
3.4	Негізгі сипаттамалардың күйдіру уақытына тәуелділігі	73
3.5	Наноқоспалардың концентрациясына ЖТАӨ материалдары	80

сипаттамаларының тәуелділігі
3.6 Тәжірибелік бөлімге тұжырым 87
ҚОРЫТЫНДЫ 89
ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ 90
ҚОСЫМШАЛАР 102

НОРМАТИВТІК СІЛТЕМЕЛЕР

Бұл диссертациялық жұмыста келесі нормативті құжаттарға сілтемелер берілген:

ҚР МЖМБС 5.04.034-211 «Қазақстан Республикасының Мемлекеттік жалпыға білім беру стандарттары. Жоғарғы оқу орнынан кейінгі білім..Докторантура». Негізгі ережелер /ҚР білім және ғылым министрімен бекітілген. «17 маусым 2011 жыл.№261», Астана,2011.

«Диссертацияларды және авторефераттарды рәсімдеу бойынша нұсқаулық», ҚР БҒМ, Жоғарғы аттестаттау комитеті. – Алматы, 2004 жыл.

ISO/TS 17200:2013 Nanotechnology — Nanoparticles in powder form — Characteristics and measurements, IDT.

ИСО 9277:2010, Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method (Определение удельной площади поверхности твердых тел по адсорбции газа с применением метода Брунауэра. Эммета и Теллера (метод БЭТ)]

ИСО 13322-1. Particle size analysis — Image analysis methods — Part 1: Static image analysis methods (Анализ гранулометрический. Методы анализа изображений. Часть 1. Статические методы анализа изображений)

ИСО 14468. Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties (Материалы на основе твердых частиц. Отбор и деление проб для определения характеристик частиц)

ИСО/ТС 27687. Nanotechnologies — Terminology and definitions for nano-objects — Nanoparticle. nanofibre and nanoplate (Нанотехнологии. Термины и определения нанообъекгое. Наночастица, нановолокно и нанопластина)

ГОСТ ISO/TS 27687—2014 «Нанотехнологии. Термины и определения нанообъектоа. Наночастица, на но волокно и нанопластина.

БЕЛГІЛЕУЛЕР ЖӘНЕ ҚЫСҚАРТУЛАР

ЖТАӨ -жоғарғы температуралық асқынөткізгіш
BPSCCO - $(Bi_{1,6}Pb_{0.4})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$
YBCO - YBa2Cu3O7
CZFO - $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$
NZFO - $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$
Bi-ЖТАӨ - висмутқоспалы ЖТАӨ материалдары
Y-ЖТАӨ - иттрий барий құрамды ЖТАӨ материалдары

АНЫҚТАМАЛАР

Берілген диссертациялық жұмыста келесі анықтамалар қолданылады:

Пиннинг – асқынөткізгіш материалдағы магнит құйыны өрісінің бекітілуі (тоқтауы);

λ – ену тереңдігі - пиннингтік нүктелер арқылы материал бойына магнит құйыны өрісінің ену тереңдігі

ξ- когеренттік ұзындығы – асқынөткізгіш материал бойымен сырғанайтын (ығысатын) магнит құйыны өрісінің радиусы

КІРІСПЕ

Жұмыстың жалпы сипаттамасы. Диссертациялық жұмыс жоғарғы температуралық асқынөткізгіштердің критикалық температурасы, критикалық ток тығыздығы секілді негізгі сипаттамаларына наноөлшемді қоспаларының әсерін зерттеуге арналған. Қойылған мәселені шешу жұмыстары BPSCCO висмутқоспалы және YBCO иттрий-барийқоспалы ЖТАӨ материалдарына наноөлшемді CZFO және NZFO ұнтақтарын қосу арқылы эффективті пиннигті орталықтарын жасау арқылы жүзеге асырылды.

Берілген жұмыс 3 тараудан тұрады. Бірінші тарауда мәселенің бүгінгі жағдайы туралы мәліметтер келтіріледі, ұнтақтардың басқада түрлерін қосу және сыртқы әртүрлі әсерлердің нәтижесінде алынған эффективті пиннингті орталықтарды жасауға арналған ғылыми еңбектерге шолу жасалады.

Екінші тарауда диссертациялық жұмыстағы қойылған есептің нәтижесін алу үшін қолданылған құрылғылар мен тәжірибе әдістерін сипаттауға арналады.

Үшінші тарауда ЖТАӨ материалдарының негізгі қасиеттеріне түрлі наноқұрылымдық қоспалардың әсерлерін зерттеудің тәжірибелік нәтижелерін талқылау, осы жұмыстағы өлшеу нәтижелерін талқылау және оларды басқа нәтижелермен салыстыру сипаталады.

Тақырыптың өзектілігі. Асқынөткізгіштік механизмін түсіндіре алатын теорияның болмауына қарамастан, қазіргі кезде ЖТАӨ материалдары электроникада, энергетикада, көліктерді үдетуге арналған техникаларда және т.с.с. бағыттарда кең қолданысқа ие болды. Олардың ішінде жоғарғы қуатты ток тасымалдаушы сымдар мен кабельдерді құрастыруға қолданылатын күрделі купраттар негізіндегі керамикалық висмут және иттрий-барий қоспалы ЖТАӨ материалдарын ерекше атап айтуға болады. Алайда ЖТАӨ материалдарының сыртқы магнит өрісіне күшті тәуелділігінен, критикалық температура және критикалық ток мәндерінің жоғары болмауынан олардың кең көлемдегі қолданысы шектеулі болып отыр. Сыртқы магниттік өріске тәуелділікті әлсірету мақсатында, соңғы жылдары пиннингті орталықтары күшін жоғарылату әдістерін кең пайдалана бастады. Пиннингтік орталықтар магнит өрісінің материалға терең енуі үшін қажет, соның нәтижесінде ток тығыздығын арттыруға мүмкіндік пайда болады. Пиннингтік орталықтары кристалдық торлардағы әртүрлі ақаулардан қалыптасады. Атомдық деңгейдегі ақауларды алу және қалыптастырудың негізгі келесі түрлері бар:

- қоспаларды ендіру;
- сыртқы әсер ету (радиациалық);
- ақаулардың планарлы немесе реттелген құрылымын құрастыру.

Құрылымдық параметрлері және асқынөткізгіштік қасиетері арасындағы өзара байланысты анықтайтын асқынөткізгіштік механизмі теориясының болмауы алынған нәтижелерді түсіндіруге, сонымен қатар, тәжірибелерді жоспарлауға мүмкіндік беретін, көптеген модельдерді ұсынумен

компенсацияланады. Осы жұмыста критикалық температураның жоғарғы параметрлеріне қол жеткізу үдерісіне CuO_2 - купраттық жазықтығын қалыптастыру нәтижесінде заряд тасымалдашыларының тиімді концентрациясымен байланыстыратын «зарядтар резервуары- жазықтық» деп аталатын модель қолданылады.

Купратты ЖТАӨ материалдарына оның құрамындағы кристалдардың қабатты болуынан критикалық токтарының лездік анизотропиясы тән болады. Пиннингтік орталықтары қызметін атқаратын атомдық деңгейдегі ақауларды қалыптастыру үшін наноөлшемдегі ұнтақтарды пайдалану ыңғайлы. Пиннингтік орталықтардың жоғарғы тығыздығына қол жеткізу үшін қажет тиімді қоспаларды іздеу кезінде ток тығыздығын жоғарылату негізгі мақсат болып табылады. Наноөлшемді ұнтақтарды қосу басқа әдістермен салыстырғанда ең тиімдісі болып табылады. Наноқоспалардың түрлерін, олардың мөлшерін, концентрациясын және наноөлшемдерін таңдау үдерісіндегі негізгі мақсат критикалық ток тығыздығының артуы және критикалық температураның төмендеуі арасындағы ымыраны іздеу болып табылады. Наноөлшемді ұнтақтарды қолдану кезінде критикалық ток тығыздығы мен температураның эффективті артуы жүзеге асатын концентрацияларын таңдауда жоғарғы және төменгі қандай да бір шектік мәндері болады. Бұл жұмыста наноөлшемді ұнтақтардың түрлері алынған алдыңғы нәтижелерге сүйеніп анықталды. Сондықтан аталған жұмыста $Co_{0,5}Zn_{0,5}F_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ секілді күрделі құрамды наноөлшемді (5-50 нм) ұнтақтар таңдалады. Аталған наоөлшемді материалдар әртүрлі магниттік материалдардан құралады.

Магнетизм және асқынөткізгіштік ұғымдары бір-біріне қарама қарсы ұғымдар болғандықтан зерттеу үшін қызықты тақырып болып табылады. Магниттік наноматериал магниттік тор мен магниттік текстура арасындағы өзара әсерлесу арқылы асқынөткізгіштің критикалық ток тығыздығының артуына ықпал етуі мүмкін. Антиферромагнитті Co-Fe_2O_3, ферромагнитті - Fe_3O_4 және диамагнитті ZnO қоспа ретінде қолданудың нәтижесінде BPSCCO критикалық температура мен критикалық ток тығыздығының артуына мүмкіндік берді. Күрделі магниттік оксидтерін пиннингтік орталықтың діңгегі ретінде магниттік өрістерді бекітуге арналған тиімді материал ретінде қолдануға болады. Олар күшті құрылымдық, электрондық, және магниттік, тіпті иондық еркіндік дәрежелерінің күшті әсерлесуіне негізделген қасиеттердің көптеген түрлеріне ие. Осыған дейінгі жұмыстарда $Cu_{0,5}Tl_{0,5}Ba_2Ca_2Cu_3O_9$ құрамына жалпы массасының 0,08 % етіп CZFO қоспасын ендіргенде критикалық температура мәні 3,35 % және тиімді ақаулар концентрациясының артуы анықталған еді. CZFO және NZFO наоұнтақтарының BPSCCO және YBCO материалдарының негізгі сипаттамаларына әсері бұрын соңды зерттелмеген. Сондықтан осы жұмыста CZFO және NZFO таңдалды, себебі ол наноөлшемдгі ең тиімді суперпарамагнит, сонымен қатар, ол сынамаларды әзірлеу кезінде ферромагниттік нұсқа ретінде қолданылады.

Егер нано қоспаның өлшемі - d магниттік өрістің ЖТАӨ материалы бойына λ-ену тереңдігінен кіші және ξ-когеренттік ұзындығынан үлкен болған жағдайда критикалық ток тығыздығы - J_C жоғарылайды деген тұжырымды пайдаланамыз. Бұл жұмыста наноөлшемдері d=5-50 нм болатын ұнтақтары BPSCCO және YBCO ЖТАӨ материалдарына қолданылады.

Жұмыстың мақсаты. Сонымен, бұл жұмыстың негізгі мақсаты критикалық ток тығыздығын жоғарылатуға және критикалық температураны төмендетпеуге мүмкіндік беретін пиннингтік орталықтарды қалыптастыруға қажетті CZFO және NZFO наоөлшемді ұнтақтарды пайдалану (қосу) арқылы BPSCCO және YBCO жоғары температуралық асқын өткізгіш материалдарының негізгі сипаттамаларын зерттеу болып табылады.

Осы мақсаттарға қол жеткізу үшін диссертациялық жұмыста келесі **мәселелерді** шешу алға қойылды:

- висмут қоспалы $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ және иттрий-барий қоспалы $YBa_2Cu_3O_7$ материалдарына $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (CZFO) и $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (NZFO) наноөлшемді ұнтақтарын қосу арқылы ЖТАӨ критикалық температурасы-T_c және критикалық ток тығыздығы-J_c сипаттамаларына тәжірибелік зерттеуді жүргізу;

- висмут қоспалы және иттрий-барий қоспалы ЖТАӨ материалдарын қатты фазалы және бірлесіп тұндыру әдістері арқылы алу, әртүрлі әдістермен алынған сынамалардың қасиеттерін салыстыру, сынамалардың магниттік сезімталдығын өлшеу арқылы критикалық температура мәнін дәлірек анықтау;

- ЖТАӨ критикалық ток тығыздығы мен температурасының наноөлшемді қоспалардың концентрациясына тәуелдігін анықтау,сонымен қатар күйдіру уақытына тәуелділігін анықтау;

- радиациялық әдісі секілді пиннингтік орталықтарды алудың басқа әдістердің нәтижелерімен салыстыру арқылы наноөлшемді пиннингтік орталықтардың тиімділігін бағалау.

Қорғауға шығарылатын негізгі тұжырымдар:

1) күйдіру уақытын (125 сағаттан) жоғарылатпай, сынамаларды өңдеудің жоғары жиілігін сақтау арқылы висмут құрамды $(Bi_{1,6}Pb_{0.4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалына наноөлшемді $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ қоспаның 0,01-0,1% мөлшерінде ендіру арқылы пиннингтік орталықтарды құру критикалық ток тығыздығын 12 % арттыруға, сонымен қатар, критикалық температура мәнін 100 К кемітпеуге мүмкіндік береді;

2) күйдіру уақытын (50 сағаттан) жоғарылатпай, сынамаларды өңдеудің жоғары жиілігін сақтау арқылы иттрий-барий құрамды $YBa_2Cu_3O_7$ материалына наноөлшемді $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ қоспаның 0,02-0,1 % мөлшерінде ендіру арқылы пиннингтік орталықтарды құру критикалық ток тығыздығын үш есеге арттыруға, сонымен қатар, критикалық температура мәнін 90 К кемітпеуге мүмкіндік береді;

3) бірлесіп тұндыру әдісі қатты фазалы әдісіне қарағанда, ЖТАӨ материалдың біртектілігі тиімді болып табылатыны анықталды. Бірге тұндыру

әдісінің көмегімен қатты фазалы синтез әдісімен (Bi-2212) салыстырғанда Bi-2223 фазасының үлесін екі есеге арттыруға қол жеткізуге мүмкіндік береді.

Жүргізілген жұмыстың жаңалығы

1. Алғаш рет висмут құрамды $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ ЖТАӨ материалына жалпы массынан 0,01-0,5 % мөлшерінде наноөлшемді $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ ұнтақтарын қосу арқылы критикалық сипаттамаларына зерттеу жүргізілді.

2. Алғаш рет иттрий-барий құрамды $YBa_2Cu_3O_7$ ЖТАӨ материалына жалпы массынан 0,01-0,5 % мөлшерінде наноөлшемді $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ ұнтақтарын қосу арқылы критикалық сипаттамаларына зерттеу жүргізілді.

3. $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноөлшемді қоспалардың аз концентрациясы мөлшеріндегі ендірулердің критикалық ток тығыздығы және температурасына әсері зерттелді, осы қоспаларды қолдану арқылы критикалық сипаттамларының күйдіру уақытына тәуелділігі зерттелді.

4. $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноқоспалары арқылы бірлесіп тұндыру әдісі арқылы алынған BPSCCO сынамалардың қатты фазалы әдісі арқылы алынған сынамалармен салыстырғанда Bi-2223 фазасы Bi-2212 фазасынан екі есе жоғары болады.

Алынған нәтижелердің **теориялық маңыздылығы** магниттік наноөлшемді ұнтақтарды жасанды ендіру арқылы асқынөткізгіш бетімен ығысатын магниттік құйындары ағынын тоқтатудың (бекітудің) модельдік нұсқасы расталады. Аталған нәтижелер пиннингтік орталықтары ретінде алынған наноөлшемді магниттік ұнтақтарды біртекті тарату тиімділігін дұрыс түсінуге мүмкіндік береді, сонымен қатар, ЖТАӨ материалдарындағы пиннингтік орталықтарды әрі қарай дамытуда қолданылуы мүмкін.

Алынған нәтижелердің **тәжірибелік маңыздылығы** CZFO және NZFO наноөлшемді ұнтақтары тиімді пиннингтік орталықтарды құруға мүмкіндік береді. Бұл нәтижелер үлкен токтың тығыздығына ие асқынөткізгіш материалдарын құрастыруда болашақта қолдануға болады.

Жұмыс апробациясы диссертациялық жұмыстың негізгі тұжырымдары мен зерттеу нәтижелері келесі халықаралық ғылыми-техникалық конференцияларда баяндалды және талқыланды:

- American institute of Physics, Conference Proceedings (USA, 2016);
- «Жаңа ғылым: заманға сай жағдайы және даму жолдары» атты Халықаралық ғылыми- тәжірибелік конференция (Оренбург, РФ, 2016);
- «Қазақстанның жаңа экономикалық саясатын жүзеге асырудағы жас ғалымдардың ролі мен орны» Халықаралық сатпаев оқуларының еңбектері. Қ. И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ, 2-том, (Алматы, 2016);
- Студенттер мен жас ғалымдарының «Фараби әлемі» атты үшінші халықаралық ғылыми конференциясы, әл-Фараби атындағы ҚазҰУ (Алматы, 2016);

Малайзия ұлттық университетінің қолданбалы физика институтының (Куала-Лумпур, Малайзия) жоғары температуралы жоғары өткізгіштер зертханасында шетелдік жетекші ұсынған жоғары дәлдіктегі заманауи зерттеу әдістері мен құрылғыларының көмегімен тәжірибелік нәтижелер алынды, BPSCCO және YBCO жоғары температуралы өткізгіштер қасиеттерін зерттеу ұйымдастырылды.Сонымен қатар, Қ. И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ және әл-Фараби атындағы ҚазҰУ зертханаларында алынған ЖТАӨ материалдарының сипаттамаларын өлшеу жүргізілді.

Автордың жеке үлесі тәжірибелік жұмыстарды қою және жүргізу, алынған нәтижелерді жинақтау және түсіндіру, мақалалар мен есептерді жазу. Жұмыстың мақсаты мен міндеттері, тәжірибелерді жоспарлау, нәтижелерді талқылау және қорғауға арналған негізгі ережелер ғылыми кеңесшілермен талқыланды.

Жарияланымдар. Диссертациялық жұмыстың тақырыбына сәйкес 9 мақала басып шығарылған, соның ішінде 4 - ҚР БҒМ білім және ғылым саласындағы бақылау Комитетімен ұсынылған ғылыми басылымдарда басылып шығарылған, 1 - Thomson Reuters ақпараттық базасына енген халықаралық ғылыми журналда, 4 - халықаралық ғылыми конференция материалдарында, соның ішінде 1 - шет елдегі конференцияда (Thomson Reuters ақпараттық базасына енген басылымдарда), 1- тезис шығарылған.

Жұмыс көлемі мен құрылымы. Диссертациялық жұмыс 111 беттен және 14 кестеден тұрады. Жұмыс кіріспеден, әдебиеттерге шолудан, объектілерді сипаттау мен зерттеу әдістерінен, нәтижелер мен оларды талқылаудан, қорытынды, әдебиеттер тізімі 144 атаудан және 15 қосымшалардан тұрады.

1 ӘДЕБИЕТТЕРГЕ ШОЛУ

1.1 Купраттар түріндегі ЖТАӨ кристалдық құрылымы

Асқынөткізгіштік феноменін анықтау мақсатында жарық көрген ғылыми еңбектердің жалпы саны 150 мыңнан асады [1]. Атап айтқанда соңғы уақытта қолданыс бағытындағы пайдалы әсері жоғары болатын висмут қоспалы және иттрий-қоспалы ЖТАӨ материалдарының қасиеттерін зерттеу жұмыстары кеңінен зерттелуде. Олардың негізгі сипаттамалары ретінде критикалық ток тығыздығын жақсартуға арналған көптеген зерттеулер нәтижелеріне шолу жасалды.

Фундаменталды деңгейде жоғары температуралы асқынөткізгіштік феноменін түсіндіретін нақты теорияның болмауы белгілі бір шамада тәжірибелік зерттеулерде алынған нәтижелерді түсіндіруге және оларды жоспарлауға мүмкіндік беретін модельдік ұсыныстармен толықтырылады. Онда құрылымдық параметрлер мен асқынөткізгіш сипаттамалар арасында өзара байланысты орнату міндеті қойылады. Олардың арасында Тс критикалық температурасының жоғары мәндеріне жету CuO_2 жазықтықтарымен түзілген құрылымның жоғары өткізгіш фрагментінде тасымалдаушылардың оңтайлы шоғырлануымен байланысаты «зарядтар резервуары – купраттық жазықтық» кристаллохимиялық моделін атап өткен жөн.

ЖТАӨ материалдарының ішінде азоттың балқу температурасында (Т = 77 К) қолданылытын жүйелерде жұмыс істеуге өте қабілетті қосылыстардан тұратын үлкен мөлшерде ток тасымалдағыш құралдарына қызығушылық басым. Олардың ішінде мына металлдарды Tl-, Hg-, Bi- және Y- негізіндегі ЖТАӨ материалдарын атауға болады. Бұл жұмыста зерттелетін $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+x}$, $YBa_2Cu_3O_{6+x}$, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$. қосылыстары жоғарыда аталғандардың арасында қолданылады. Аталған жоғары температуралы асқын өткізгіштердің кристалдық құрылымдары «зарядтар резервуары – купраттық жазықтық» модельдік принципі бойынша қалыптастырылған [2]: оларда асқынөткізгіштікке жауапты CuO_2 жазықтығы [3] құрылымдық элементі ретінде қабылданған.

Қарастырылатын тақырып аясындағы ғылыми жұмыстар фундаменталды сұрақтар мен теорияларды ұсынуға емес, олардың қолданысы үшін қажетті сипаттамаларының параметрлерін арттыруға бағытталған. Критикалық ток тығыздығы мен критикалық температураға үлкен мөлшер қоспаларды қосу арқылы кристалдық құрылымына әсер ету бағытынан бөлек, нанометрлік деңгейдегі ұнтақтарды (5-50 нм) өте аз мөлшерде қосу (0,05-0,5 %) арқылы әсерлерін бақылайды [4-8]. Bi-ЖТАӨ негізіндегі материалдары арасында T_C критикалық температурасы (~ 110 К) жоғары болатын $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (Bi-2223) фазасы ұзын сымдар мен таспаларға орау қабілетінің жоғары болуына байланысты үлкен қызығушылық тудырады [9]. BSCCO фазалық өткізгішті пайдалану кезіндегі негізгі мәселелер – дәнаралық әлсіз байланыстар және магниттік құйындар ағындарын тұрақтандыру. Асқынөткізгіштің өзіне

магниттік құйындары ағынын ендіру қабілетін – ену тереңдігі λ деп атайды. Ену тереңдігін жақсартудың негізгі әдісі кристалдық құрылымға өзгеріс жасамай, өлшемі кішкентай ақаулардың жүйесін біркелкі құрастыру. Аталған ақау нүктелері арқылы магнит құйындары ағыны тереңірек материал бойына енеді. Осы әдісті магнит құйындары ағыны қозғалысын «бекіту» немесе ағылшын тілінде «пиннинг» деп атайды. Әдебиеттерге шолу жасаудың негізгі мақсаты ретінде аталған ену тереңдігін жақсарту үшін жасалатын пиннингтік күштерді жақсартуға арналған ғылыми жұмыстар болып табылады. Авторлардың жұмысында ағындарды бекіту мүмкіндігін жақсарту жасанды пиннингтік нүктелерді тиімді бекітуге бағытталған. Магниттік ағынды түзету мүмкіндігін құрылымдық бақылау, мысалы, дислокация мен шоғырлануы, кіші қайталама фаза және аймақтың сәулеленуінен болатын жасанды ақаулар болуы мүмкін [10-12].

ЖТАӨ құрылымдарындағы мыстың негізгі координациялық көп қырлылығы орталығындағы мыстың атомы бар CuO_4 жазық төртбұрышымен ұсынылған. Мұндай кешендерді біріктіру кезінде пайда болатын негізгі алғышарттардың бірі ретінде - бұрыш төбелерінің арақашықтығы d_{Cu-Cu}~3,9 Å болатын CuO_4 төртбұрыштарынан құрылған тізбегін атауға болады. Ортақ төбелерден тұратын тізбектердің бірігуінен пайда болатын екі өлшемді шексіз CuO_2 кристалдық торлардың болуы ЖТАӨ өкілі болып табылатын асқынөткізгіш купраттарының кристалдық құрылымына тән ерекшелігі болып табылады. Ca, Sr, Ba және Y сілтілі-жер катиондары CuO_2 кристалдық торларымен бірге $A_xB_yCuO_2$, (A-Ba, Sr; B-Ca, Y) модельдерін құрайды, сонымен қатар, мыс-оттегі торларынан басқа, осы торлардан жоғары және төмен орналасқан кальций, стронций, барий және иттрий қабаттарын қамтиды. ЖТАӨ құрылымдарында $A_xB_yCuO_2$ модульдері немесе перовскит тәрізді құрылымы бар блоктарды құрайтын осындай модульдердің пакеттері Металл-Оттегі (бұдан әрі M-O) дара немесе қос қабаттармен бөлінген, мұндағы M-Hg, Bi, Tl, Cu болады. M-O қабаттары кейде перовскитті блоктардың өсуіне кедергі келтіретін "блоктаушы" ретінде қарастырылады. $A_xB_yCuO_2$ модульдерін және M-O қабаттарын біріктіру нәтижесінде пайда болатын ЖТАӨ композиттік құрылымдары құрылымдық серияларды қалыптастырады, онда перовскитті блоктағы k модульдерінің саны $1<k<9$ шегінде өзгеруі мүмкін.

Асқынөткізгіш купраттардың арасында, металл ретінде M таллий таңдалғанда, A = Ba, B = Ca, немесе Tl-ЖТАӨ таллийлік асқынөткізгіштердің арасында M-O дара және қос қабатты құрылымдарынан тұрады. Олардың химиялық құрамы $TlBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$ (Tl-O дара қабаттары бар құрылымдары үшін) және $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ (M-O қосарланған қабаттары бар құрылымдары үшін) формулаларымен анықталады [13-16]. Асқынөткізгіштер арасында, оның қандай да бір топтарында 100 К асатын критикалық температурасы бар өкілдері болады. Бірінші топта: $TlBa_2Ca_2Cu_3O_y$ немесе Tl-1223, n=3, T_C=110 К; $TlBa_2Ca_3Cu_4O_y$ немесе Tl-1234), n=4, T_C=103 К, екінші: $Tl_2Ba_2CaCu_2O_y$ немесе Tl-2212, n=2, T_C=113К; $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_y$ немесе Tl-2223, n=3, T_C=125К және

$Tl_2Ba_2Ca_3Cu_4O_y$ немесе Tl-2234, n=4, T_C=127 К. n=2 және 3 үшін екінші гомологиялық қатардан екі өкіл құрылымдарының қарапайым ұяшықтары А.1-суретте келтірілген.

Бұл қосылыстардың перовскит блоктары сәйкесінше екі және үш CuO_2 торынан тұрады. Олар бірінші жуықтамасында NaCl алғышарты бар Tl-O қосарланған қабаттармен бөлінген. Ba-O қабаттары перовскит блоктары мен екі қабатты Tl-O болады. Бір бөлгіш қабаты бар Tl-ЖТАӨ құрылымдары және сәйкесінше екі және үш CuO_2 торынан тұрады, А.2-суретте келтірілген.

Сынапты асқынөткізгіштер (Hg-ЖТАӨ) критикалық температурасының мәні және CuO_2 кристалдық торының саны бойынша абсолютті "рекордсмендер" болып табылады [17-21]. Басты айырмашылық– бөлу қабаттарында (Tl-O) оттегі позициялары ішінара толтырылғанында болады. Оттегінің бұл тапшылығы синтез кезінде белгілі бір қиындықтар туғызады және Hg-ЖТАӨ қатысты тұрақсыздықты анықтайды.

Иттрий (Y-ЖТАӨ) негізіндегі асқынөткізгіш купраттары Hg-ЖТАӨ және Tl-ЖТАӨ-мен салыстырғанда айтарлықтай төмен критикалық температураға ие, сонымен бірге $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ немесе Y-123 қосылысы негізіндегі материалдары қазіргі уақытта криогендік техника құрылғыларында тәжірибелік қолданысқа кең көлемде ие болады, онда криоагент ретінде сұйық азотты қолданады. критикалық температурасы T_K=93 К болатын стехиометриялық $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ [22-24] құрылымында перовскитті блок CuO_2 екі кристалдық тордан тұрады, ал Cu-O бөлу қабатында оттегінің атомдарымен тек элементарлық ұяшықтың b қабырға орталықтарымен толтырылған, В.3-суретте көрсетілген.

Оттегі бойынша тапшы Y-123 құрылымында b қабырғаларының орталықтары бос емес және осы қосылыстың стехиометриясы $YBa_2Cu_3O_6$ формуласымен ұсынылуы мүмкін. Бұл қосылыс асқынөткізгіштік қасиетке ие емес. Y-ЖТАӨ тобында $YBa_2Cu_4O_8$ немесе Y-124 (T_C ~ 80К) және $Y2Ba_3Cu_7O_{15}$ қосылыстары да жатады. Бұл қосылыстардың кристалдық құрылымдарына тән ерекшелігі, ортақ төбелері бар онда бөлу қабаты қосарланған Cu–O тізбегінің қатысуымен қалыптасады. А.1-2, В.3-суреттерде келтірілген ЖТАӨ кристалдық торларының модельдері кристалдық құрылымдары туралы жалпы түсінік береді. Нақты құрылымдар айтарлықтай күрделі, себебі олар айтарлықтай бұрмаланған және алмастыру ақаулары бар.

1.2 Bi-ЖТАӨ кристалды құрылымының ерекшеліктері

Bi-ЖТАӨ кристалды құрылымдары алғышарттарының ауытқуы айрықша байқалады және көбірек зерттелген. Ең танымал висмут сериялары үш ЖТАӨ түрлерінде қарастырылған: $Bi_2Sr_2CuO_6$ (Bi-2201), $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (Bi-2212) және $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (Bi-2223), олардың ішінде тек соңғы екеуін ғана критикалық температуралары бойынша, сәйкесінше T_C= 85-90 К және 110-115 К, жоғары температуралы асқынөткізгіштерге жатқызуға болады. В.4-суретте Bi-2212

қосылысы құрылымының перовскит блогында екі CuO_2 торы бар, Bi-2223 – үш торы бар.

Сондай-ақ жоғарыда аталған үш түрімен қатар, [25-26] авторлар критикалық температуралары 90-95 және 75 К болатын көп фазалы үлдірлер мен ұнтақтардағы Bi-2234 (n=3) және Bi-2245 (n=4) қосылыстарын анықтаған. Бұл фазалардың жеке болуы рентгенофазалық және рентгеноспектралдық талдау, электронды микроскопия және электрондардың микродифракциясы әдістерімен расталған. Бұл фазалар қорғасынның легирлеуші қоспаларын енгізуімен тұрақтануы мүмкін.

Олардың нақты құрылымдары әртүрлі өлшемдер мен Bi^{3+} және Tl^{3+}электрондық конфигурациялары салдарынан біршама ерекшеленеді. Tl асқынөткізгіштерден айырмашылығы - онда көршілес TlO кристалдық торлары арасындағы бөлуші қабаттағы қашықтық тек 2,0 Å құрайды, көршілес BiO кристалдық торлары арасындағы қашықтық Bi-ЖТАӨ үлкен (~3,0 Å).

$Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ құрылымдарының $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$-тен аса маңызды айырмашылығы оларда өлшемсіз модуляциялардың болуымен анықталады. Олардың пайда болуы перовскитті блоктағы қашықтықтың Cu-O арасындағы өлшемдік сәйкессіздіктен және үш валентті висмут арақашықтығының иондық байланысымен анықталатын оттегінің үйлестіруші атомдарымен шартталған. Бұл модуляциялар Bi_2O_2 бөлгіш қабатымен өте жылдам асқын стехиометриялық оттегінің жұтылуын ынталандырады және Bi-ЖТАӨ торларының барлық атомдарының елеулі ығысуларында көрінеді.

Модульденген ығысу Bi-ЖТАӨ кристалды құрылымдарының бұрмалауының жалғыз көзі емес; оларда әдетте катионды алмастырудың айқын әсерлері байқалады. Мысалы, Bi-2212 қосылысының құрылымын көптеген зерттеулерде, әдетте, 1-ден асатын Ca позицияларын толтыру коэффициентінің мәндері белгіленеді, бұл кальцийді неғұрлым ауыр катиондармен ішінара алмастыруды куәландырады. Мұндай алмастыру нәтижесінде пайда болатын нүктелік ақаулардың болуы Bi-ЖТАӨ негізінде материалдардағы токтың критикалық тығыздығын арттыру мүмкіндігімен жиі байланыстырады.

М.1, Н.1-кестелерде көрсетілген мәліметтер бойынша үлкен (80 К жоғары) температураға ие, осы қосылыстың ұнтақтары мен монокристалдарында рентгенқұрылымдық және нейтронографиялық әдістермен орындалған нақтылау нәтижесі бойынша $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ қосылыстарының құрылымын сипаттайтын негізгі параметрлер келтірілген [27-30].

Әртүрлі жұмыстардың деректері бойынша атомдардың координаталарының мәндері өзара қанағаттанарлық сәйкестікте болады. Сонымен қатар позициялардың жұмыспен қамтылуын сипаттайтын мәндері біршама ерекшеленеді, алайда олардың барлығы кальций мен стронций позицияларында бөтен катиондар немесе ақаулар болуы мүмкін екендігін көрсетеді, ал мыс позициялары толығымен бос емес.

Барлық көрсетілген жұмыстардың нәтижелері оттегі атомдары мен катиондардың орташа немесе дұрыс позициялардан айтарлықтай ауытқуларын белгілейді. Bi-2212 торындағы мұндай атомдық ығысулар, ең алдымен, Bi-O қабатымен берілетін модульдік құрылыммен байланыстырылады. Bi_2O_2 қабатындағы висмут пен оттегінің атомдық орын ауыстырулары нәтижесінде модульдік құрылымды қалыптастырудың әртүрлі механизмдері қарастырылады

1.3 Купраттардың қатпарлы асқын өткізгіштігі

1.3.1 2D-торлардың моделі

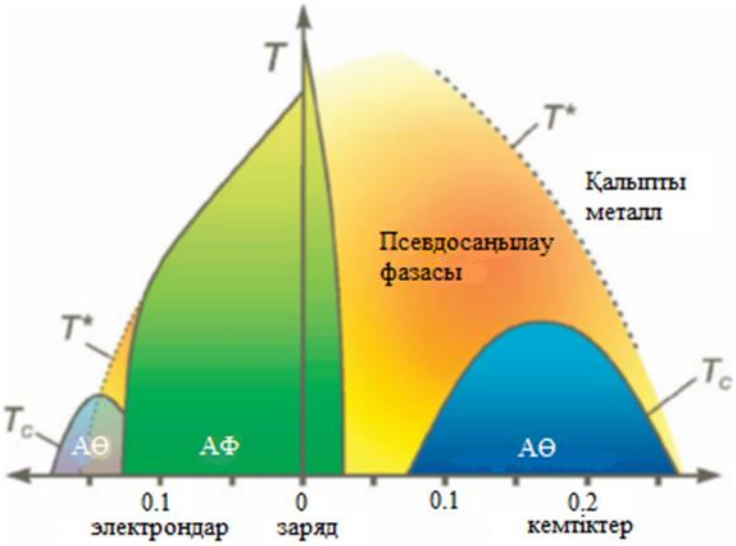
ЖТАӨ-тің негізгі қасиеттерін CuO_2 желілерінде екі өлшемді 2D тордың моделін қолдана отырып, электрондардың өзара әрекеттесуі тұрғысынан түсіндіруге болады. Олардағы негізгі өткізгіш тасымалдаушылар кемтіктер болып табылады, олардың динамикасы негізінен $d_{x^2+y^2}$ мыс пен $2p_x$, $2p_y$ оттегі орбиталдарының қабаттасуынан пайда болатын CuO_2 желілерінің электрондық құрылымының ерекшеліктерімен анықталады [31-33].

CuO_4 жазық квадраттарының энергия деңгейінің диаграммасын келесі түрде көрсетуге болады [34]: *xy, xz, yz* мыс орбиталдарымен бірге *p* оттегі орбиталдары түзілетін аумақта *pd* π және *pd* π*, $d_{x^2+y^2}$ мыс p_x және p_y оттегі орбиталдарымен бірге байланыстыратын σ және анти-байланыстыратын σ* аймақтарды құрайды; d_{z^2}мыс орбитасы байланыссыз болып қалады. Ресми валенттілік жағдайында Cu^{2+} және O^{2-}аймақ σ* жартылай толтырылған. Бұл сапалы көрініс, тұтастай алғанда, бірінші қағидаттардан орындалған аймақтық құрылымның есептеріне сәйкес келеді. Физикалық қасиеттерді түсіну үшін ең үлкен қызығушылық екі аймақ, σ және σ*, қалғандары байланыстырмайтын аймақ түрінде ұсынылуы мүмкін, яғни энергетикалық спектрдің құрылымы үш зоналық модельмен сипатталуы мүмкін Г.5, а-суретте көрсетілген. Мұндай модель аясында пайда болатын күрделі мәселе, ол асқынөткізгіштердің металдық сипаттамасын болжайды, ал олар изолятор немесе жартылай өткізгіш болып табылады. U_{dd} Мыстың атомдарында кулондық тебілістің корреляциялық энергиясын есепке алу, σ*-аймақтың ыдырауына алып келетін, жағдайды едәуір түзетеді [35]. U_{dd}>Δ, мұндағы Δ – мыс және оттегі иондары арасындағы заряд тасымалдау энергиясы басым Cu-3*d* сипаты бар жоғарғы және төменгі аймақтар және олардың арасында орналасқан O-2*p* күй-жайдың басым үлесі бар аймақ қалыптасатын жағдайда болады. Төменгі аймақ (кемтік көрінісінде) кемтік толығымен толтырылған кемтік арқылы көрсетіледі, ал O-2*p* және Cu-3*d* аймақтары арасында энергетикалық саңылау пайда болады, бұл осы материалдар туралы изоляторлар ретінде түсініктерге сәйкес келеді Г.5, б-суретте көрсетілген. Мұндай жүйелерде асқынөткізгіштіктің пайда болуы тотығу жағдайының өзгеруіне және оттегі құрамының өзгеруі немесе катиондық алмастыру есебінен кемтіктік тасмалдағыштардың ұлғаюына байланысты болады. Жүйеге қосымша кемтіктерді енгізу кезінде олар O-2p күйлерінде орналасады. Соның нәтижесінде $2p^5$ (O^-) конфигурациясы пайда

болады, ал O^{2-}→экстраэлектрондардың жалпы санын сақтау қажеттілігі салдарынан босатылады. Cu^{2+} дан Cu^{1+}-ге:

$$Cu(3d^9)+O(2p^6) \rightarrow Cu(3d^{10})+O(2p^6) + \Delta. \quad (1)$$

CuO_2 жазықтарын кемтікпен толықтырған кезде изолятордың жақсы анықталған бос квазибөлшектерімен металдандырылған күй-жайға біртіндеп ауысуы болады [36]. Бастапқы кезеңде кемтікті тасымалдағыштар концентрациясының ұлғаюымен изолятор күйде болады. Квази бірөлшемді реттеу күйлері жолақтар түрінде көрінеді. Бөлшектерді ендіру нәтижесінде пайда болатын металданған каналдар бойымен еркін қозғалатын мезоскопиялық деңгейде оларды антиферромагнитті матрицада орналасқан күйде қарастыруға болады [37]. 1-суреттегі температуралық-заряд тасымалдаушы диаграммасында көрсетілгендей ЖТАӨ материалдарының жағдайы қалыпты жағдайдағы нақты саңылаудан және псевдосаңылаудан тұратындығы байқалады [38].



Сурет 1 - "Температура - зарядтар концентрациясы" диаграммалары Т (р)

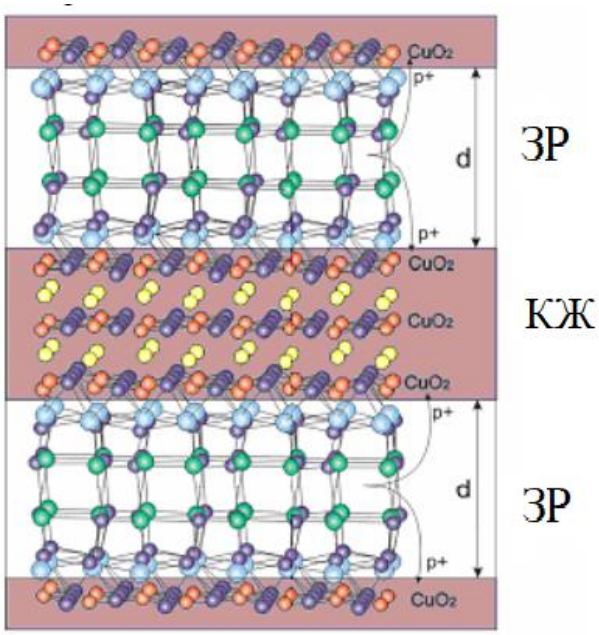
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [38]

$d_{x^2+y^2}$ мыстың және $2p_x$ *пен* $2p_y$ оттегі орбиталінің, гибридтелуіне негізделген ЖТАӨ асқынөткізгіштіктерінің пайда болуы туралы модельдік ұсынымы шамасы ең көп таралған, бірақ жалғыз емес болады. Бірқатар жұмыстар негізінде оттегі орбиталдарын коллективтендіру туралы тұжырым қабылданады [39].

1.3.2 «Зарядтар резервуары- купраттар жазықтығы» моделі

«Зарядтар резервуары - купраттар жазықтығы» моделінде ЖТАӨ кристалды құрылымы, өзінің функционалдық мақсаты бойынша ерекшеленетін әдетте $C_mB_2A_{n-1}Cu_nO_y$ стехиометриясына жауап беретін екі блоктан тұрады: «асқын өткізгіштік» блоктары $\{CuO_2 - [A- CuO_2]_{n-1}\}$, олар CuO_2 торын және "зарядтар резервуары" $\{BO - [CO]_m - BO\}$ блоктарын қамтиды, мұндағы O - оттегі, A - Ca, Y; B - Sr, Ba; C - Bi, Tl, Hg. Тотықтырғыш күйдіру кезінде оттегі индексі, ең алдымен, "зарядтар резервуары"блогындағы оттегі құрамының өзгеруі есебінен өзгереді. Ол асқынөткізгіш блоктарға түсетін заряд тасымалдаушылар көзінің рөлін атқарады. Осы әсерге әртүрлі катиондармен ЖТАӨ-ны қосындылау есебінен қол жеткізуге болады.

Bi-ЖТАӨ-де асқынөткізгіштер ретінде $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8+\delta$ және $\{CuO_2-Ca-CuO_2-Ca-CuO_2\}$ $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ қосылыстарындағы $\{CuO_2-CuO_2-Ca-CuO_2\}$ $\{CuO_2-CuO_2\}$ блоктары 2-суретте қарастырылады [40].



Сурет 2 - КЖ- купраттар жазықтығы, ЗР - зарядтар резервуары блогы, "Зарядтар резервуары-жазықтық" моделі $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$.

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [40]

Заряд резервуары" блогы Bi_2O_2 қабаттарынан және Sr-O торларынан тұрады. Bi_2O_2 қабатындағы құрылымдық бұрмалаулар $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ модуляцияланған құрылымымен шартталған және экстракт оттегі позицияларының түзілуі оттегі құрамын реттеу мүмкіндігін жеңілдетеді және, тиісінше, тасымалдаушылар шоғырлануын жеңілдетеді. Осы қосылыста T_C~90 К максималды мәніне жеткен оттегінің оңтайлы құрамы $\delta\approx8,18$ [41, 42], (9, а сурет). Г.6-*а,б*-суретте осы мәндерде δ асқынөткізгіштің кемтіктік тасымалдаушылардың концентрациясы $p\approx0,16$ шамасын құрайды [43, 44].

1.4 Bi-ЖТАӨ құрылымдық-фазалық және микроқұрылымдық жағдайы

1.4.1 Кристалдық тордың анизотропиялық қасиеттері

Кристалды құрылымдардың қатпарлы сипаты олардың физикалық қасиеттерінің күрт анизотропиясында көрінеді [44]. ЖТАӨ анизотропиясы туралы түсінік 1-кестеде айқындалады, онда a, b және c негізгі кристаллографиялық бағыттары бойынша шамалардың қатынасы критикалық тогы сияқты қасиеттерді сипаттайтын бірнеше рет өсуі мүмкін [45-49].

Y-123 асқынөткізгіштердің қасиеттері анизотропты 3D моделі аясында дұрыс сипатталады, Bi-ЖТАӨ үшін квази екі өлшемді 2D-модельді пайдалану қажет. Д.7-суреттегі асқынөткізгіштердің фазалық диаграммасында критикалық магниттік құйындары торының аймағы бірінші жоғары H_{C1} тек шағын кеңістікті алады.

Кесте 1 - Bi-2212 физикалық қасиеттерінің анизотропиясы

Қасиеттері	Бағыты	
	‖ ab	‖ c
Критикалық ток, J_C, А/см^2	2×10^6	5×10^3
Критикалық магнит өрісі H_{C2}, Тл	3400	90
Жылуөткізгіштік W/mK	5,5	0,8
450^0 С оттегінің диффузия коэффиценті, см^2/с	1×10^{-1}	2×10^{-16}
Жылу ұлғайғыштық коэффициенті	$14{,}5\times10^{-6}$	21×10^{-6}
Электр кедергісі ρ(300 K), Ом/см	0,15	7
Когерентіліктің ұзындығы, ξ , Å	19	0,45

2D -қабатты материалдарда қарапайым сызықтық құйындарды күрделі заттар алмастыруы мүмкін. Олар CuO_2 желілері бойымен қозғалатын әлсіз әрекеттесетін «құймақ» түрінде болады Е.8-суретте көрсетілген.

Бұл Bi-2212 және Bi-2223 құрылымдарын Sr-O және Ca-O қабаттары ретінде изолятор ретінде, ал Bi-O қабаттарын ~ 100 МэВ болатын жартылай өткізгіштер ретінде қарастыруға негіз береді. Сондықтан CuO_2 желілері арасындағы байланыстарды әлсіз Джозефсон байланысы, ал перовскиттік блоктар - жарты элементар ұяшықтың өлшемімен (~15 Å) *c* осі бойымен Джозефсон түйісулерінің тізбегі ретінде қарастыруға болады. Сондықтан, Bi-ЖТАӨ ерекше $J_C(T)$ тәуелділігімен сипатталады.

Поликристалды материалдарда Bi-ЖТАӨ күрт анизотропиясы критикалық токтың дәндердің бағытын бұрмалауына тәуелділігінен көрінеді. Е.9-суреттен байқалатындай, дәндер ~ 7°-қа бұрмалау нәтижесі критикалық ток мөлшерінің азаюына әкеледі. Бірқатар зерттеулерде J_C-тің төмендеуі дәнаралық

шекараларында орналасқан дислокация өзектері бағыттаушы бұрыштың жоғарылауымен қабаттаса бастайтындығымен байланысты [50-52], бұл өткізгіш токтың өтуіне жол бермейді.

Осылайша, жоғары ток өткізгіштік қабілеті жоғары Bi-ЖТАӨ негізіндегі өткізгіштік материалдары мәселесінің материалдық аспектісі ең маңыздыларының бірі ретінде өткір негізгі текстураны (00l) қалыптастыру және оларда дән бағыттарының ең аз дисперсиясы бар микроқұрылым құру мәселесі қарастырылады.

Сондықтан кристалдық құрылымның ерекшеліктерін анықтау олардың негізінде материалдардың критикалық токтарына арналған зерттеулерде қажетті буынға қызмет етеді. Кристалдық құрылымдардың қатпарлы сипаты, сондай-ақ Bi-ЖТАӨ негізінде әзірленген материалдарға жеткілікті айқын талап қояды, атап айтқанда, оларда айқын базистік құрылым құру. Мұндай текстураны іске асырған жағдайда CuO_2 купрат-жазықтықта жоғары өткізгіштіктің болуымен байланысқан негізгі құрылымдық элемент тасымал тогының бағыты бойынша жақсы жақындайды.

1.4.2 Текстураны қалыптастыру механизмдері

Bi-ЖТАӨ асқынөткізгіштік қабілеттілігіне негізделген таспалық композиттер технологиясы үшін, сұйық фазаның қатысуымен болатын қасиеттерді оңтайландыру мақсатында жаймалау кезінде және түпкілікті тазарту сатысында механикалық штамдардың әсерінен текстураның түзілуін зерттеу маңызды.

Жаймалау кезінде Bi-ЖТАӨ ұнтақтарын төмен температурада металл субстраттарға жайып құю тәжірибесінен, жаймалау кезінде әдетте тегіс емес сфералық пішінді ұнтақтардың түйіршіктері тегістеледі және бір-бірімен тығыз қабаттар түзеді. Мұндай жабындардағы негізгі құрылымның ауырлығы тек илемдеу режимдеріне ғана емес, сонымен қатар қабықтардың беріктік сипаттамаларына да байланысты [53]. Оңтайлы, жоғары J_C мәндеріне жету үшін, пластина тәрізді габитус кристалдары бір-бірімен «соқтығысатын» кірпіш қалау типіндегі микроқұрылым қолданылады. Мұндай микроқұрылымдағы дәндер арасындағы байланыс негізінен базальды жазықтықта жүреді. Жаймаланғаннан кейін бірден жазықтықтардың (00l) бағдарлануының орташа шашырауы $\delta \sim 10°$ болады. Bi-2212 материалдарын деформациялау кезінде, Ax-$ByCuO_2$ модулдерімен бір-біріне қатысты жылжу ретінде ұсынылуы мүмкін, {001} <110> сияқты тәуелсіз сырғанау жүйелері белсенді болады.

1.4.3 Дәнаралық байланыс мәселесі

Поликристалды ЖТАӨ-де магнеторезистік құбылыстарды зерттеу кезінде электрлік кедергінің осы үлгілердің R (T) температурасына тәуелділігі көбінесе екі сатылы сипатқа ие болатындығы анықталды. Асқынөткізгіштің өту температурасының төмендеуімен алдымен электрлік кедергінің күрт төмендеуі байқалады, содан кейін айтарлықтай тегіс өзгеріс болады [54-56]. R(T)

бірқалыпты өзгермелі аймақтың болуы шекаралардың «ашықтығына» байланысты және дән шекаралары Джозефсон түйісулерінің торын құрайтындығына байланысты болды. Поликристалды асқынөткізгіштер екі сатылы резистивті асқынөткізгіштік өтпелі кезеңді көрсетеді, өйткені джозефсондық өтпелердің сыникритикалық параметрлері (J_C, H_{C1}) байланыс жасайтын асқынөткізгіштердің тиісті мәндерінен айтарлықтай аз. Мұндай материал түйіршіктелген асқынөткізгіштің моделінде сипатталған, онда асқынөткізгіш ұнтақтар джозефсондық контактілердің мөлдір емес қабатымен бөлінген. Дән аралық байланыстардың Вольт-амперлік сипаттамалары (осы байланыстардың пайда болған дәндердің шекарасымен жоғары өткізгіш токты өткізу қабілеті) ең алдымен, қабаттар материалы диэлектрик немесе металл болып табылуына байланысты шектерді қалыптастыратын қабаттардың тасымалдық қасиеттеріне тәуелді болады. S–I–S типті джозефсондық байланыстар жағдайында (S – аса өткізгіш, I – диэлектрик) критикалық токтың температуралық тәуелділігі былай анықталады:

$$J_C(T) \sim \Delta(T)\tanh(\Delta(T)/2kT), \qquad (2)$$

мұндағы $\Delta(T)$ - БКШ моделіндегі асқынөткізгіш температуралық саңылауы, k – Больцман тұрақтысы.

S-N типті джозефсондық байланыстар үшін $J_C(T)$ тәуелділігі-S, мұндағы N-қалыпты металл, ең алдымен, мұндай жүйелердегі асқынөткізгіш ток тікелей туннелдеумен ғана емес, сонымен қатар жақындық әсерімен де анықталады. Соңғы жағдайда [57]

$$J_C(T) \sim (1 - T/T_C)^2 \exp(d/\xi_N), \qquad (3)$$

мұндағы ξ_N-металл қабаттағы когеренттіліктің ұзындығы, d-оның тиімді қалыңдығы.

1.4.4 Микробіртексіздік және пиннингтер

2-текті асқынөткізгіш материалдарындағы критикалық ток асқынөткізгіштігі әлсіреген ξ-когеренттілік ұзындығына тең кіші аймақтарда магнит өрісі құйындарының пиннингімен ынталандырылады. Құйын өзегі біртектіліктің осындай түрі арқылы өтетін кезде, V-құйын өзегінің көлемінде конденсация энергиясының бір бөлігіне тең энергия ұтысы пайда болады.

$$U_0=(H^2_C/8\pi)V, \qquad (4)$$

мұндағы H_C – термодинамикалық критикалық магнит өрісі

Bi-ЖТАӨ материалдарында пиннинг орталықтарының рөлін атқаратын ең көп таралған ақаулар ретінде екінші фазалардың дисперсиялық қосылыстары және құрылымдық ақаулар қарастырылады.

1.4.5 Дисперстік бөлшектерді қосу

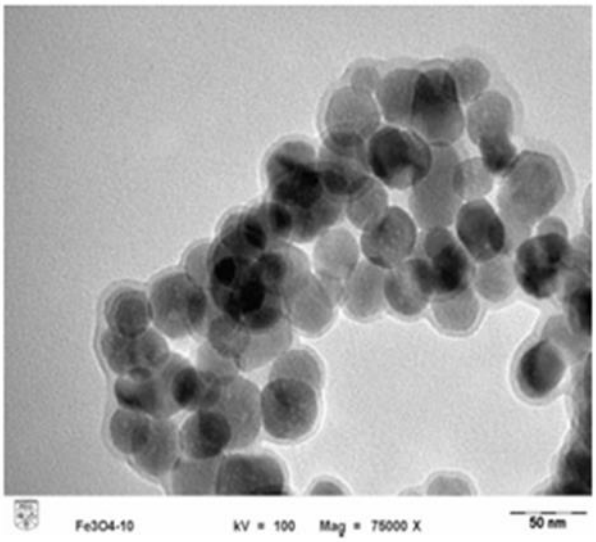
Асқынөткізгіш композиттердің ток өткізуші қабілетін арттыру бойынша зерттеулердің ең айқын бағыты ультрадисперсті бөлшектерді енгізу есебінен пиннингтің қосымша орталықтарын жасанды жасауға негізделген. Мұндай Bi-ЖТАӨ жүйелерінде критикалық токтың жоғарылау әсерлері висмут керамикасына MgO, SiC бейорганикалық қосылыстардың ультрадисперсті ұнтақтарын, сондай-ақ өтпелі металдардың карбидтері мен нитридтерін араластыру кезінде байқалған [58-63]. Мұндай эксперименттердің нәтижелерін интерпретациялау J_C өзгеруі материалға енгізілетін бейорганикалық қосылыстардың бөлшектерінде пиннинг күшінің ұлғаюымен ғана емес, сонымен қатар осы қосылыстардың висмутта асқынөткізгішпен өзара әрекеттесуі салдарынан да байланысты болуы мүмкін. Дисперсиялық бөлшектерді енгізу неғұрлым жетілдірілген дәнаралық байланыстардың пайда болуымен біріктіру кезінде анағұрлым тығыз керамиканың қалыптасуына алып келуі мүмкін [64]. Сұйық фазаның пайда болуы дән шекарасындағы джозефсондық байланыс түрін өзгертеді, SIS-типті қату кезінде (асқынөткізгіш - изолятор - асқынөткізгіштік) SNS-типті байланысына (асқынөткізгіш - қалыпты өткізгіш - асқынөткізгіш).

[65] мақалада авторлар Bi-2223-тен ZrN цирконий нитридімен асқынөткізгіш матрицаның өзара әрекеттесуіне арналған зерттеулері нәтижесінде, оларды енгізу J_C айтарлықтай арттыруға мүмкіндік беретіндігін байқады. Бұл жұмыс $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ атомдық-құрылымдық параметрлерін анықтауға негізделді. Ритвелд экспериментінің зерттеуі негізінде олардың шамаларының өзгеруі тіркелген жоқ, және J_C бақыланған өсуі ZrN бөлшектеріндегі пиннигпен байланысқан. Асқын өткізгіш материал технологиясы дисперсиялық ұнтақтарды енгізу есебінен критикалық токты арттыру әсеріне қол жеткізуді көздеген жағдайларда негізгі технологиялық циклдің ерекшеліктерін ескеру қажет. Әдетте, өлшенетін байланыстарды жақсарту үшін қолданылатын асқын температуралы өңдеу оны едәуір әлсіретуі мүмкін. Ұнтақтардың бөлшектері әдетте ξ~20 Å когеренттік ұзындығынан едәуір көп болғандықтан, олар пиннингтің тиімді орталықтары бола алмайды. Мұндай композиттердегі J_C ұлғаюы әдетте фазааралық беттің жұқа құрылымының ерекшеліктерімен, бөлшектер/матрица және фазааралық кеңістікке жақын ақаулармен байланысты: дислокациялармен, материалдың деформациясы процесінде бұл бөлшектер кернеу концентрациясы болып табылады.

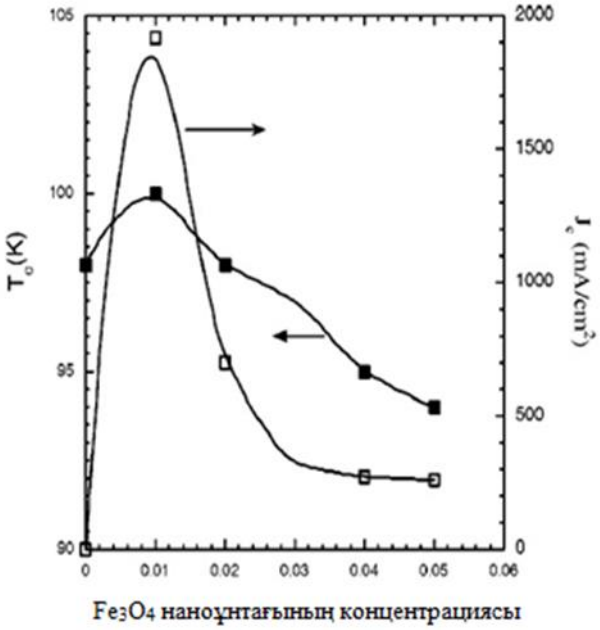
1.5 Наноөлшемді қоспалардың ЖТАӨ сипаттамаларына әсерін зерттеуге арналған әдебиеттерге шолу

Зерттеу үшін таңдалған CZFO және NZFO наноөлшемді қоспаны таңдаудан бұрын осы қоспалар төңірегіндегі басқа наоқоспалардың нәтижелеріне шолу жасалды. Авторлар BPSCCO асқынөткізгішке наноөлшемі 40 нм Fe_2O_3 және 6,5 нм болатын Cr_2O_3 қоспаларын ендіру арқылы ЖТАӨ

сипаттамаларына әсерін зерттеген [66]. Fe_2O_3 наноұнтағының (0,01, 0,02, 0,03, 0,04, 0,05, 0,06) мас.% мөлшерлерінде ендіріп, ЖТАӨ негізгі сипаттамалары критикалық ток тығыздығы мен критикалық температура мәндерінің ұнтақ концентрациясына тәуелділігін анықтаған. Зерттеу нәтижесінде 0,01 мас.% мәнінде ең жоғарғы критикалық сипаттамалары 3-суретте анықтаған.



1 Fe_3O_4 наноұнтағының микросуреті



а) б)

а -Fe_2O_3 наноұнтағының микроскоптағы бейнесі және б- Bi-ЖТАӨ материалы

Сурет 3 - Критикалық сипатамаларының концентрацияға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [66]

Сонымен қатар, Cr_2O_3 наноұнтағының 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 мас.% мөлшерлерінде ендіріп, ЖТАӨ негізгі сипаттамалары критикалық ток тығыздығы мен критикалық температура мәндерінің ұнтақ концентрациясына тәуелділігін анықтаған. Зерттеу нәтижесінде 0,1 % мәнінде ең жоғарғы критикалық сипаттамаларын Е.10-суретте көрсетілген бойынша анықтаған.

[67] жұмыста авторлар $NiFe_2O_4$ наноұнтағын (15 нм) пиннингтік нүктелер жасау үшін Bi-ЖТАӨ материалы сипаттамаларына әсерін анықтау мақсатында зерттеулер жүргізген. $NiFe_2O_4$ наноұнтағының 0,01-0,05 % мөлшеріндегі бөлігін қосып, бірлесіп тұндыру әдісі бойынша жасалған ЖТАӨ материалының сипаттамаларын T_C- критикалық температурасын, J_C - критикалық ток тығыздығын, түзілу фазаларын және микроқұрылымын зерттеген. 0,01 % мөлшерінде ендірілген сынамасы ең үлкен T_C және J_C мәндерін көрсеткен. Таза сынамаға қарағанда 3 есе ток тығыздығы мәнін көрсеткен. Алайда $NiFe_2O_4$ (> 0,01мас.%) жағдайларында сипаттамалардың мәндері төмендеген.

Сынамалардың барлық түрлері Bi-2223 фазасының үлкен бөлігін (66 %) құраған.

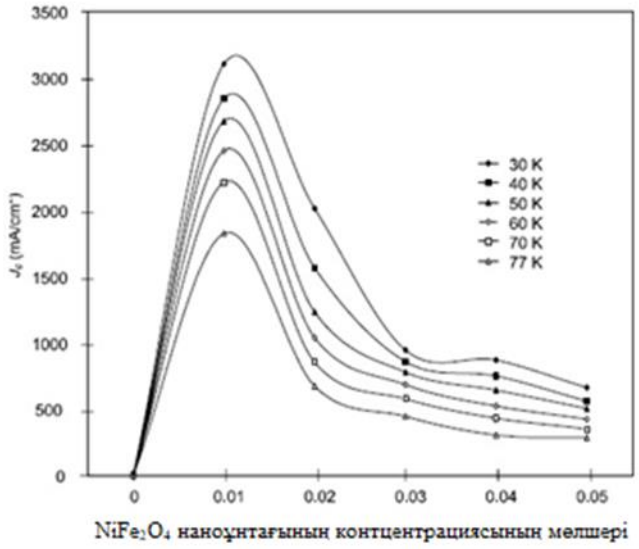
Ж.11-суретте электр кедергісінің температураға тәуелділігі графигі көрсетілген. Графикте анықталғаны барлық сынамалардың критикалық температурасы шамалас болып, наноұнтақтың ендірілуі кристалдық құрылымға әсерін тигізбеді. Сонымен қатар 2-кестеде көрсетілгендей, критикалық температураның мәнін сақтап қалуға мүмкіндік береді. 0,01 % мөлшердегі наноұнтақ қоспасы ең үлкен критикалық мәндер береді [67].

Кесте 2- Сынамалардың критикалық мәндерінің наноұнтақ концентрациясына тәуелділігі

X (Вт %)	$T_{c\text{-}zero}$ ($\pm 1\ K$)	J_c, 30 K (mA/cm^2)	Jc,77 K (mA/cm^2)
0	95	7	0,36
0,01	99	3110	1830
0,02	98	2010	680
0,03	96	950	450
0,04	95	870	310
0,05	94	660	290

[67] мақаладағы авторлардың жұмысында критикалық температурасының наноұнтақтардың коцентрациясына тәуелділігінде барлық сынамалардың электр кедергісі 94-99 К арасында нөлге айналғандығы анықталды және бұл өзгерісті Ж.12-суретте көруге болады. 0,01 % сынамасы ең үлкен T_C- 99 К көрсетті.

4-суретте авторлар 30-77 К аралығында тұрақты температурада таза және 0,01-0,05 мас.% мөлшерінде ендірілген наноұнтақтардың критикалық ток тығыздығын анықтап, концентрациясына тәуелділігін анықтаған. 0,01 мас.% мөлшеріндегі сынама ең үлкен ток тығыздығы мәнін берді. Ол наноұнтақты қоспаған таза ЖТАӨ материалының ток тығыздығынан 3 есе көп мөлшерде болды.

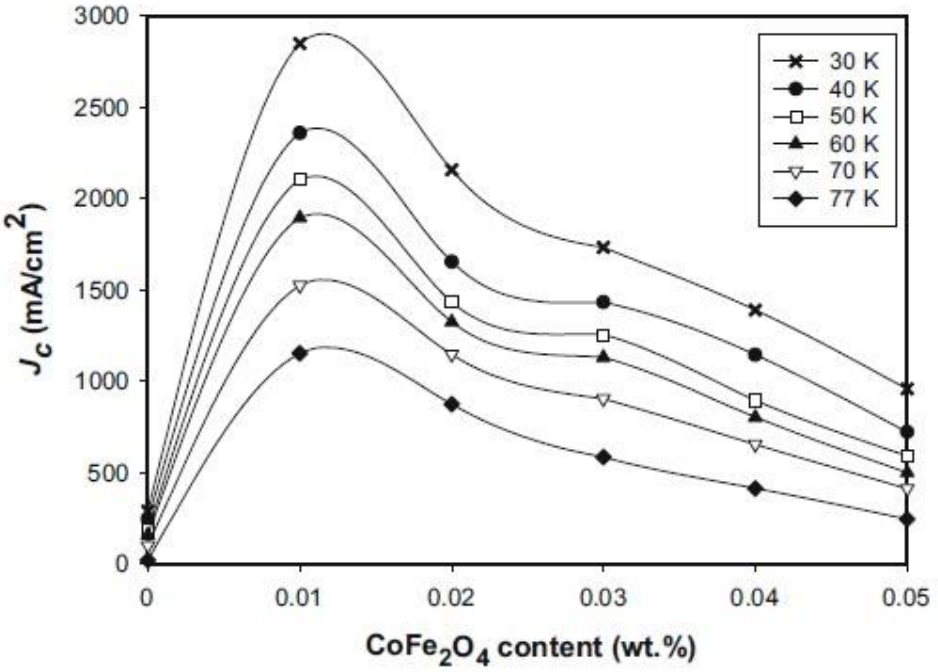


Сурет 4 - Критикалық ток тығыздығының наноұнтақтардың коцентрациясына тәуелділігі

Ескертпе - Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [67]

Критикалық ток тығыздығының температураға тәуелділігі 3.13-суретте көрсетіліп, температураның өсуімен оның сызықты түрде төмендегені анықталды. Бұл динамика магнит құйындары ағынының температуралық қозғалысының белсенділігімен түсіндіруге болады. Қисық сызықты төмендеуі пиннинг орталығының өлшемінен сипаттамалық параметрдің кіші болуымен түсіндіріледі [68]. Қорыта келе аталған $NiFe_2O_4$ наноұнтақ арқылы ток тығыздығын тиімді арттыруға болады.

5-суретте $Bi_{1,4}Pb_{0.6}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ ЖТАӨ материалына x=0,00-0,05 мас.% мөлшерінде ендіріп, темпаратураның 30-77 К аралығында әр сынаманың критикалық ток тығыздығын анықтаған. Ток тығыздығының ең үлкен мәні x = 0,01 мас.% мәнінде көрсеткен. Сәйкесінше осы сынама ұнтақтарын қолданып, күміс түтікшені пайдаланып таспа жасалған. Асқынөткізгіштік фазасына өту температурасы 110 К басталып, 78 К аяқталды. Bi-2212 фазасының көп болуы салдарынан Критикалық температура мәнінің төмендігі түсіндіріледі.



Сурет 5 - Критикалық ток тығыздығының наноұнтақтардың концентрациясына тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [69]

Келесі авторлар ЖТАӨ құрамына пиннинг нүктелерін жасау үшін нанөлшемді (60 нм) CoFe2O4 ұнтақты ендіру арқылы бірлескен тұндыру әдісір қолданған [69]. Алайда сынама пішінін таспа түрінде құрастырып, фазасы мен микроқұрылымына зерттеулер жүргізген. Алынған нәтижелердің негізгі бөлігі жоғарыда аталған ғылыми жұмыстың нәтижелеріне ұқсас болғанымен, бұл жұмыста наноөлшемді ұнтақтар қосылған сынаманы күйдіру уақытына тәуелділігін және критикалық сипаттамаларын магнит өрісіне тәуелділігі анықтаған. Күміс түтікшеге толтырылған ЖТАӨ ұнтағынан көптеген үдерістердің қайталануы нәтижесінде таспа сынама құрастырылып, 8450 С температурада 50 және 100 сағат бойы күйдірілген. 3-кестеде 100 сағаттық күйдіру нәтижесінде Bi-2223 фазасының жоғарылағандығы, Bi-2212 фазасының азайғандығы анықталып, Bi-2201 фазасы байқалмады. 30 К 2240 А/см^2 және 77 К 4520 А/см^2 едәуір жоғары болған ток тығызды 100 сағаттық сынамадан байқалды. Бұл нәтижелер алдыңғы жұмыстарда [70] PbO наноұнтағын қосып жеткен нәтиежелерге қарағанда төмендеу болды. Ол кезде 100 сағаттық сынамамен 30 К – 26800 А/см^2, 2240 А/см^2 және 77 К - 10700 А/см^2 болған еді. Ол J_C жоғары болуы микроқұрылымның оңтайлы құрылуы мен пиннинг нүктелерінің тиімді жасалуы біріккеннен болуы мүмкін. Мұндай жағдайда Bi-2212 фазасының мөлшері азайып, ток тығыздының артуына әкеледі. Егер 2212 фазасы көп болса, онда критикалық температура да ток тығыздығы да төмен болады [69].

Кесте 3 - 50 және 100 сағат күйдірілген сынамалардың ток тығыздығы

X(Вт.%)	Күйдіру уақыты (h)	Фаза мөлшері (%)		J_c(A/cm^2) (30 K)	Jc(A/cm^2) (77 K)
		Bi-2223	Bi-2212		
0,00	50	73	27	6370	1040
0,00	100	76	24	8280	1290
0,01	50	83	17	20,380	3860
0,01	100	86	14	22,420	4520

З.14-суреттен микросуреттің көмегімен $CoFe_2O_4$ наноұнтағының орташа өлшемі 60нм құрағандығын байқауға болады. Аталған ұзындық Bi-2223 фазасының ену тереңдігімен сәйкес келеді. СЭМ арқылы наноұнтақты қосылған және таза таспа асқынөткізгіштің микросуреті қабатты пластиналаық құрылымды беріп, Bi-2223 фазасын қосымша дәлелдеді. Наноұнтақ қосылған 100 сағат күйдірілген сынамасы таспасының құрылымында 50 сағатқа қарағанда ұзынырақ пластиналардың бар екендігі байқалады [70].

И.15-суретте $CoFe_2O_4$ наноұнтағы қосылған және таза сынамалардың критикалық ток тығыздығының критикалық температура мәндеріне тәуелділігі көрсетілген. 50 және 100 сағат күйдірілген наноұнтақ қосылмаған сынамаларға қарағанда ендірілген сынамалардың ток тығыздығы едәуір жоғары екендігі анықталды. Сонымен қатар, екі жағдайда да 100 сағат бойы күйдірілген таспаның ток тығыздығы 50 сағаттан шамалы жоғары болып, оны күйдіру уақытының дәнаралық байланысқа оң әсерін бергендігімен және пластиналардың ұзын болып қалыптасуымен түсіндіруге болады [70].

Көптеген ЖТАӨ материалдарына арналған ғылыми жұмыстарда магнит өрісінің кіші мәндерінде зерттеулер жүргізген [71]. Бұл жұмыста авторлар таспаның ток тығыздына кіші магнит өрісінің әсерін зерттеген. И.16-суретте 77 К температурасында таспа беті жазықтығына a) параллель және b) перпендикуляр бағыттарында магнит өрісімен әсер ету арқылы Jc ток тығыздығын зерттеген. Бұл жағдайда да 50 және 100 сағаттық наноұнтақтар қосылған сынамалардың ток тығыздығы таза сынамлардан жоғары болатындығы көрінеді. Магнит өрісінің жоғары мәндерінде ток тығыздығының төмендеуі дәнаралық байланыстың әлсіздігімен түсіндіріледі. $CoFe_2O_4$ наноұнтағын қосқандағы әсерлер [72-74] жұмыстарындағы Fe_2O_3, Fe_3O_4, $NiFe_2O_4$ және NiO наноұнтақтарын қосып зерттеулер жүргізген жұмыстардың нәтижелеріне ұқсас келеді. $CoFe_2O_4$ (60 нм) наноұнтағының әсерін басқа ұнтақтармен салыстыру 3-кестеде көрсетілген. Ток тығыздығын арттыру үшін наноұнтақтардың төменгі концентрациясын таңдаған кезде PbO [6] және MgO [75] (>0,1%) және тиімді магнит ұнтақтарды таңдау нәтижесінде алынғандығы байқалады. Сонымен қатар, Al_2O_3 [76], Ag_2CO_3 [77], Nb_2O_5 [78] жұмысында да J_C жоғарыланғанын байқауға болады.

[79] жұмыста авторлар YBCO ЖТАӨ материалына SnO_2 наноұнтағын (0, 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 және 1,0) мас.% мөлшерінде қосу арқылы асқынөткізгіштің негізгі сипаттамаларына әсерін зерттеген. Зерттеу нәтижесінде қоспалардың барлық үлгілерінде асқынөткізгіштік жағдайына өту температурасының - ΔT_C жоғары мәні және диамагниттік жағдайға өту мәні жоғары болғандығы тіркелген. 0,4 мас.% мөлшерінде қосылған YBCO сынамасында ΔT_C кіші мәні және ең жоғарғы T_C мәні тіркелген.

[80] мақалада авторлар пиннингтік күштердің анизотропиясының моделін құрастыруға тырысқан. Жұмыстың негізгі қорытындысы ретінде наноұнтақтардың кіші концентрациясында екі құйындық сызықты біріктіре алатын пиннигтік нүктелері кезінде агниттік өрістің тар диапазаонында критикалық ток тығыздығының артуы байқалатындығы тіркелген. Сонымен қатар, 1D және 3D күшті пиннигтік нүктелердің моделдік түсініктемесін беру туралы мәліметтерді ұсынаған.

[81] мақалада авторлар ЖТАӨ материалына графен наноұнтағын (0,001, 0,002, 0,003, 0,01, 0,02 және 0,03) мас.% мөлшерінде қосу арқылы асқынөткізгіштің негізгі сипаттамаларына әсерін зерттеген. Зерттеу нәтижесінде графенді осу кезінде дән аралық саңылаулардың графенмен толықтырылғандығы сканерлеуші электронды микроскоптың көмегімен байқалған. Метал жағдайдан асқынөткізгіштіктің басталуы және өту температурасы $T_{Con\text{-}set}$ барлық сынамалар үшін 90 және 92 K аралығында болған. Айнымалы токтың магниттік сезімталдығын өлшеу кезінде өту температурасы Tcχ 90 және 93 K аралығында болып, тек 0,001 мас.% сынамасы үшін жоғарғы мәнді көрсеткен. Жұмыстың негізгі қорытындысы ретінде графенді қосу арқылы критикалық ток тығыздығын арттыруға болатындығы баяндалған.

Иттрий барий құрамды ЖТАӨ материалдарының пленкаларын трифторацетат ерітіндісіндегі эпитаксиалды өсуі арқылы алынған ЖТАӨ материалының сипаттамаларын зерттеуге арналған жұмыста [82] авторлар асқынөтізгіштің біртектілігіне жету үшін жаңа әдістер ұсынады. 30 есе жоғары лездік жылдамдықпен қыздыру нәтижесінде дәнаралық нанокристалдық фазалардың түзілуі байқалған. Ұсынылған әдістің нәтижесінде наноөлшемді ақаулардың концентрациясы ұлғайып, критикалық ток тығыздығының артуына әсерін тигізген. Сонымен қатар, авторлар ұсынылған әдістің экономикалық тиімділігін де атап өткен.

Нанокомпозитті YBCO пленкаларын әртүрлі ерітінділерде өсіру технологиялары туралы авторлар бірнеше әдістерід ұсынады [83-85]. $BaZrO_3$ және $BaHfO_3$ металлорганикалық қосындылар арқылы жұқа және қалың пленкалы ЖТАӨ материадарын алып, оларыдң негізгі сипаттамалары зерттеледі.

ЖТАӨ материалының критикалық ток тығыздығына әсерін зерттеу үшін BPSCCO композитіне наноұнтағын Bi_2O_3 қосып, авторлар нәтижесін жариялаған [85]. Наноұнтақтың 0,04, 0,06 және 0,1 % мөлшерінде ендіріп,

сынмалардың ішінде ең жоғары критикалық ток тығыздығын 0,06 % сынамасында тіркеген.

Келесі жұмыста автор [86] ЖТАӨ материалдарының негізгі сипаттамаларына әсер ететін қоспалар туралы мәліметтерді қарастырып, сонымен қатар, радиациялық әсерлердің асқынөткізгіштікке ықпалы зерттелген. Автор тұңғыш рет Nb_3Sn жұқапластиналы асқынөткізгіш сынамалардың критикалық тоғына иондық сәулелеу әсеріне қатысты жалғыз зертханалық жұмыстар ұйымдастырып, мәліметтерін жариялаған. Критикалық тоқты радиациялық-стимулдауды өлшеу мәліметтері әдебиттерден белгілі өзгеше типтегі (Фольг және диффузиялық қатпар) сынамаларға қатысты мәліметтермен салыстырылып қаралды, сонымен қатар иондық сәулелеудің критикалық температураға әсер мәліметтері де қаралған. C_d - атомға ығысу саны көмегімен - қуатталған әртүрлі типтегі бөлшектерді сәулелеу кезіндегі Iс сипаттамасымен салыстыру жасалды. Зерттеу нәтижесінде Нәтижесінде төмендегідей мәліметтерді алған:

1. Пленкалы сынамалар үшін *Iс* деградациясыиондық сәулелеу кезінде Тс деградациясына қарағанда тезірек $C_d=3\times10^{-2}$ параметріне сәйкес флюенске дейін жүретіні анықталды.

Nb_3Sn пленкалы сынамалардың критикалық тоғына бір уақытта кешенді түрде иондық шоғыр арқылы, магниттік өріс, токтық күйде, төмен температурамен әсер етудің эксперименталды нәтижелері 30 % дәлдікпен магниттік өрістің сыртқы факторлары және тоқтық жағдайы сынамалардың критикалық тоғының радиациялық-стимулдеу жылдамдығының төмендеуіне әсер ететіндігін көрсетті. Бұл мәліметтерден тәжірибелік аса маңызды қорытынды алынған, өйткені айрықша тоқтық, радиациялық және магнитті-өрістік жүктемеде жұмыс жасайтын ниобий – қалайылы асқын өткізгіштері бар құрылғыларды жоспарлауда ресурстық есептеуде маңызды роль атқарады. Нақты айтқанда, радиациялық ақау жағдайында магниттік жүйенің мүмкін тұрақты жұмыс уақытын есептеуде критикалық температура жағдайында емес критикалық тоқта қарастыру қажет.

2. Әртүрлі сәулелеу типтері үшін $I_c(C_d)$ тәуелділіктер корреляциясы көрсетілген, ал Тс, - Iс төмендеуінің радиациялық - стимулациялық әмбебап механизымын білдіреді. Алынған мәліметтер критикалық тоқтың төмендеуі критикалық температура деградациясынан болатынын айқындайды, сондықтан Фермидің үстіне жақын тығыздық шегінің бұлынғырлануымен байланысты фундаменталды механизымы бар. Бұл механизм бақылаулы монотонды емес Холл константасының флюенс сәулеленуіне жауапты болады, бұл осы жұмыста тұңғыш рет алынды.

3. Iс көтерілуі немесе төмендеуі мүмкін иондық сәулелеудің бастапқы сатысында Nb_3Sn пленкаларының критикалық ток тығыздығының флюенске тәуелділігіне пленканың бастапқы ақаулылығы да әсер ететіндігі байқалды.

4. Бірегей радиациялық камераны пайдалану сәуле шоғырын өшірмей критикалық тоқты өлшеумен бірқатар экспертименттер жүргізуге қол жеткізді.

Ионды сәуленің шоғырымен динамикалық әсер ету кезінде критикалық тоқтың азаю эффектісі тұңғыш рет байқалды. Бұл құбылыстың пайда болуының әртүрлі себептері қарастырылып, талқыланды.

Автор флюенстердің кең диапазонында жоғарытемпературалы асқынөткізгіштердің бір сынамаларын бірнеше рет иондық сәулелеу кезінде Jc, Tc, ΔT_C және ρ өзгеруі жөніндегі маңызды кешенді ақпарат берілген. Бұл нәтижелер Холл тұрақтысына радиациялық ақаулардың әсерлерін зерттеген нәтижелерілермен салыстырылып қаралды. Жұмыс барысында алынған, сондай ақ әдебиеттерден белгілі болған барлық эксперименталды нәтижелер жиынтығы ЖТАӨ (әсіресе үлкен флюенстерде) рационалды сипатының К.17 типті асқынөткізгіштен принципті өзгешелігі байқалатынын көрсетеді. Y және Bi негізіндегі ЖТАӨ Jc, Tc, және ρ сипат ерекшеліктерін зерттеуден шығатын қорытынды фазалық өтуде ақаулардың шоғырлануы байқалады, ал тоқ тасымалдаушылары локализация күйінде болатындығы мәлімделген.

ЖТАӨ рационалдық әсер етуін зерттеудің негізгі нәтижелері ретнідетөмендегі мәліметерді үсынады:

- бірінші рет радиациялық деффектілердің критикалық тоққа, критикалық температураға және флюенстер, температуралар және магнит өрістерінің кең интервалында $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, $HgBa_2Cu_3O_{7-x}$, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ ЖТАӨ пленкалы сынамаларының электірлік кедергісі үлесі әсерін жүйелі түрде зерттеу жүргізілген. Радиациалық ақаулар иондық сәулелеу көмегімен жасалды (He иондары E=125 кэВ, E=1,2 МэВ, E=3,6 МэВ энергиясымен). Критикалық токтың Jc(F,T,B), критикалық температураның Tc(F), электірлік кернеулік үлесінің ρ *(F)* дозалық тәуелділіктері алынған;

- критикалық тоқ және критикалық температура сәулелеу кезінде төмендейді, ал ρ экспоненциалды өсетіндігі анықталған. Эксперименталды түрде Fc критикалық флюенсі анықталды, онда Jc және Tc нөлге айналады, ал ρ электірлік кернеулік үлесі күрт өсуге ұшырайтындығы анықталған;

- критикалық токтың критикалық температураға қарағанда сезімтал екендігі анықталды. Jc және Tc жартылай түсіп қалуы үшін қажет флюенстер 5-9 есе ажыратылаған;

- Холл тұрақтысына әртүрлі температуралық сәулелеуде иондық әсер етумен қалыптасқан радиациялық ақаулардың әсерлерін зерттеу жүргізілді. Өткізгіштіктің (электірлік кернеулік артуы) төмендеуіне әкелуі мүмкін ρ тасымалдаушылар концентрациясының елеулі өзгеруіне сәулелеу әкелмейтіні анықталған;

- критикалық флюенс мәндеріне сәйкесінше радиациялық-стимуляциаланған Jc, Tc, және ρ жылдамдығы бастапқы A тасымалдау шамасына байланысты болады, атап айтқанда Jc, Tc жоғары мәнді және ΔT_Cжәне ρ төмен мәнді сынамалар *Fc* критикалық флюенсінің үлкен шамасына ие екені анықталған;

- Bi-2212/Ag және Bi-2223/Ag композиттерінің критикалық тоғына электрлік сәулелеу әсері зерттелді. B=0 және T>55 K температурада сәулелеу Ic

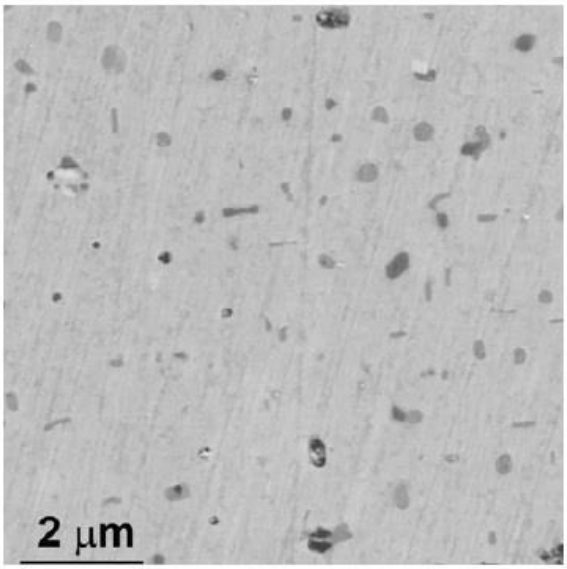
төмендеуіне әкеледі, және ол критикалық температураның айтарлықтай төмендеуін тудырмайды. Күміс түтікшедегі Bi-2212 композиттерінде айтарлықтай критикалық тоқтың артуы гелий температурасында және B=5 Тл магнит өрісінде анықталған. Алынған нәтижелер асқынөткізгіштердің жоғары температудағы аралас күйі-жайымен түсіндіріледі. Электронды сәулелеуді пининтерді күшейту және критикалық тоқты арту үшін пайдалану мүмкіндіктері қарастырылған.

[87] жұмыста авторлар ЖТАӨ материалының критикалық сипаттамаларына радиацияның әсерін бақылауға арналған жұмыстар жүргізген. $YBa_2Cu_3O_7$ материалына иондық сәулелендірудің әсерін бақылаған және Bi-2223 материалына электронды сәулелендірудің әсерін бақылаған. Таспа түрінде әзірленген YBCO сынаманы энергиясы 167 МэВ болатын $^{132}Xe^{27+}$ және 107 МэВ $^{84}Kr^{17+}$ иондарымен күміс түтікшеден жасалған таспаның сыртынан атқылаған. Сәуленің векторын таспаның бетіне перпендикуляр бағыттағанда таспа беті 100 ℃ темпаратурадан аспаған.

77 К температурасында асқынөткізгіштіктің критикалық ток күші өлшеніп, асқынөткізгіштік жоғалатын сәтіндегі флюенстің жоғарғы шектік мәндері анықталды. Сонымен қатар, криптон мен ксенонның атқылаушы иондары өскен кезде кейбір интервалда критикалық токтың өсетіндігі анықталды. Электрондармен атқылау нәтижесінде критикалық ток күшінің лезде төмендейтіндігі К.18-суретте анықталды.

Келесі диссертациялық жұмыста автор [88] ЖТАӨ негізіндегі асқынөткізгіштердің критикалық параметрлеріне радиациялық сәулелердің әсерін зерттеген. Жұмыстың негізгі мақсаттарының бірі YBCO және GdBCO асқынөткізгіштеріне $^{132}Xe^{27+}$ (167 МэВ), $^{84}Kr^{17+}$(107 МэВ) және $^{40}Xe^{8+}$(48 МэВ) иондарымен атқылап, критикалық температурасына, критикалық ток тығыздығына әсерін зерттеген.

Радиациялық әсерлердің нәтижесінде пайда болған ақаулардың өлшемдері аргон ионымен -5 нм, криптон ионымен - 6,2 нм және ксенон ионымен - 6,8 нм болған. Аталған өлшемдер пиннингтік орталық қызметіне нақты жарайтындығын дәлелдеген және оны 6-суретте байқауға болады. Алайда радияция нәтижесінде YBCO ЖТАӨ кристалдық торында өзгерістердің (стехиометриядан ауытқуы) пайда болғаны байқалған.



Сурет 6 - YBCO асқынөткізгішіндегі радиация нәтижесінде пайда болған ақаулар

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [92]

Л.19-суреттегі байқалған 2-5 нм ақаулар абрикосов құйындарының пиннингтік нүктелері ретінде қызмет атқара алады. Дегенмен, ғылыми жұмыстың нәтижесінде алынған ақаулардың біркелкі болмауы себебінен және стехиометриялық өзгерістер болғандықтан радиация көмегімен жасалған пиннингтік орталықтар наноөлшемді ұнтақтарды қолдануға қарағанда тиімділігі төмен болады.

Сонымен қатар, ЖТАӨ параметрлеріне басқа да әртүрлі әсерлердің, қысымның, дыбыстық толқындардың әсері қандай болатындығы туралы ғылыми жұмыстар жүргізілген [89, 90].

Наноқоспалардан жасалған ақаулардың радиациялық ақаулардан айырмашылығы пиннингтік орталықтардың концентрациясының қоспа құрамына химиялық өзгешелігіне емес, оның физикалық қасиеттеріне (парамагнетиктер, диамагнетиктер, суперпарамагнетиктер) тәуелді болуында. Бұл жерде екі маңызды заңдылықты атап өту қажет. Қоспалардың өте аз мөлшерінде (0,1-0,5 мас.%) асқынөткізгіштің критикалық қасиеттеріне оң әсер беретіндігінде. Алайда қоспаның концентрациясы одан әрі ұлғайған кезде, әдетте, асқын өткізгіштіктің негізгі сипаттамларының төмендеуі орын алады.

Көптеген зерттеулер негізінде жасалған әдебиеттерге шолуда ЖТАӨ материалдарының функционалдық сипаттарын, олардың кристалдық торында әртүрлі құрылымды ақауларды қыздыру немесе әртүрлі химиялық элементтер және қоспалармен легирлеу арқылы туындату жолымен арттыру мүмкіндіктері көрсетілген [86, С. 115]. ЖТАӨ материалдарымен ықпалдасу тәсілдеріне қарай қоспаларды келесі топтарға бөліп қарастыруға болады:

а) алмастыру қоспалары-қоспада жеңіл еріп, кристалл торының катиондарын алмастыратын қоспалар;

б) инерттік қоспалар-тиімді пининктік орталық бола алатын наноөлшемді бөлшектер түрінде болатын, ЖТАӨ материалдарына қатысты инертті қоспалар;

в) белігі бір концентрацияда, температуралық өңдеу жағдайында бөлінетін және ЖТАӨ материалдарымен термодинамикалық үйлесімді қоспалар (фазалар). Бұл қоспалар да Jсартуына ықпал етеді;

г) ықпал етудің бірнеше әдістерін біріктірген қоспалар.

Көптеген жұмыстарға шолу нәтижесінде керамиканың ЖТАӨ асқынөткізгіш сипаттамасына аталған қоспа топтарының әсер ету нәтижелері қаралғандығы анықталды. Алмастыру қоспалары үшін Jс жоғарылауының сипаттық мәнін 30-60 % құрайды, ал инерттік қоспаларда 100-200 %. Критикалық тоқтың артуындағы елеулі айырмашылық алмастыру қоспаларын ендіру кезінде олардың үлесі көптеу болатындығымен түсіндіріледі. Сонымен қатар, тордағы атомдардың ауысуы, фазалық ауысулар, асқынөткізгіш емес екінші фазалардың түсіп қалуы, ЖТАӨ матрицалар көлемінің қысқарулары байқалады. Тағы бір айта кететін жағдай, ауыспалы қоспалар нүктелі ақаулар болып табылады және көлемі жағынан ұсақ болғандықтан Абрикосов құйындардың айтарлықтай пининғтік әсерлерге әкелмейді. Инертті қоспалары ЖТАӨ кристалдық құрамына азырақ әсер етеді және дисперсиялық жоғары дәрежеде болуынан жеткілікті тиімді пининғтік орталықтар құрылады. ЖТАӨ фазалық құрамы өзгермейді.

Бүгінгі таңда асқынөткізгіштіктің жоғары қасиеттеріне қол жеткізуге мүмкіндік беретін қосындылар (қоспалар) және концентрацияларды көрсететін нақты теориялар жоқ. Қоспалар құрамын варианттау кезіндегі құрылымдық өзгеруілерін болжау мәселелері қазірге дейін шешілмеген мәселе болып табылады.

Әзірге, қоспалардың пайыздық құрамы, құрылымы мен асқынөткізгіштің электрофизикалық қасиеттері арасында тікелей және айқын байланысы анықталмаған. Радиациялық ақауларға қатысты жоғарыда келтірілген тәжірибелік мәліметтеріне қарасақ сәулелену кезінде Jс сипаттамасында екі эффектісі байқалады. Бірінші-белгілі бір жағдайларда Jсартуы. Екінші-флюенстің артуымен және кейбір критикалық F=Fc флюенсінде оның нольге айналуы кезінде критикалық тоқтың төмендеуі.

Әдебиеттердегі мәліметтер бойынша Jс ең жоғары артуына қажет жағдайларды атауға болады:

1) жылдам нейтрондармен және ауыр иондармен сәулелендіру. Жеңіл иондар мен электрондар айтарлықтай аз эффектіге әкеледі;

2) монокристалды және керамикалық сынамаларды сәулелендіру. Пленкларда Jс өсуі өте аз дәрежеде байқалады;

3) сыртқы магнит өрісіндегі критикалық тоқты өлшеу (1 Тл көп жағдайда);

4) магниттік сезімталдық арқылы Jc критикалық тоқтың тығыздығын анықтау. [91] көрсетілгендей, критикалық температураның сәулелену дозасына тәуелділігі әмбебап сипатта болады. T_c/T_{c0} (F) тәуелділігінің әмбебаптығы, A-15 [92] типтегі асқынөткізгіштер жағдайында сияқты, қасиеттердің рационалды өзгеруіне жауапты тек бір типті ақау болады. Әртүрлі авторлар осы ақау типі Cu-O жазықтығындағы оттегі вакансиялары болуы мүмкін деп пайымдайды және олардың саны ЖТАӨ ақауланудың рационалдық дәрежесіне тең болады, ал оттегі атомының диффузиясы төмен температурада әсер ету кезіндегі Tc сипаты болып табылады. Сәулелеудің әртүрлі типтерінде оттегі вакансиялары нүктелі ақаулар түрінде немесе каскад түрінде қалыптасады. Бұл ең алдымен иондық және нейтрондық сәулелеуге қатысты, өйткені бұл жағдайда ішкі дәндік байланысында критикалық тоқтың артуы байқалады, ол пининг орталықтарының ақау әсерлерімен байланысты. Электронды сәулелеу кезінде қарапайым нүктелі дән көлемі бойында таралған дәнаралық – вакансия типіндегі ақаулар пайда болады. Сондықтан бұрын айтылғандай электрондық сәулеленуде нейтронды сәулеленуден қарағанда критикалық тоқтың айтарықтай аз артуы байқалады. Үшінші талаптың себебі бастапқы Jc, сәйкесінше пленкадағы пининг жоғары болады, ал монокристалдық және керамикалық сынамаларда төмен болады. Екінші эффект - F=Fc-те Jc нөлге айналуы мына жұмыста талқыланған [91, P. 2700] ол зерттеулерде мысал ретінде Y-123 пленкаларының қасиетіне иондық сәулелеудің әсері және ақау концентрациясында асқынөткізгіштіктің қалыпты (диэлектрикалық) күйге фазалық өтуі қарастырылған. Радиациялық әсер етудің негізігі артықшылығы болып ол процесстің бақылаулылығы табылады. Алдын ала материалдағы ақаулар санын жоғары дәлдікпен есептеуге болады. Сонымен қатар пайда болған ақаулар типі белгілі. Бірақ, бұл әдістің бұрын айтылғандай кемшіліктері де бар.

Негізгілерін атап өтеміз:

- рационалды әсер ету процесінің үлкен еңбек және энергия көлемін қажет етуі, қымбатқа түсуі;
- нейтрондар мен жоғары энергетикалық бөлшектермен сәулелеу кезінде ұзақ уақыт жоғалту;
- бірқатар жағдайларда радияциядан кейінгі белсенділіктің болуы;
- технологияны масштабтаудың күрделілігі.

Асқынөткізгіштік қасиеттерін радиациялық әсер ету көмегімен арттырудың қазіргі кездегі басты проблемасы радиациялық сәулелеудің күрделілігі мен қымбаттығы болып табылады. Сонымен қатар ең басты мәселе зертханалық зерттеулердің нәтижелерін ұзынөлшемді өткізгіштердің өндірістік технологиясына ауыстыруда қиындықтар туындайды. Ал наноөлшемді қоспаларды пайдалану аталған кемшіліктерден тұрмайды. Бұл әдіс қажетті дәрежеде бақыланады, өте жақсы маштабталады, арзан және зиянсыз. ЖТАӨ матрицасына наноқоспаларды енгізу әдісі алдында тұрған негізгі мақсат-қоспалардың оптималды түрін табу, олардың концентрациясын және

дисперсиялылығын анықтау болып табылпды. Ерекше айта кететін жағдай, диссертациялық жұмыс тақырыбын таңдау кезінде әдебиеттерде енгізу қоспаларының температураның кең диапазонында және магнит өрісінде наноөлшемді магниттер туралы, ЖТАӨ критикалық ток туралы жүйелі мәліметтер болған жоқ, сондай ақ, радиациялық ақаулар әсерінен болатын асқынөткізгіштіктің корреляцияланып өзгерулері және электрофизикалық параметрлерінің ауысу мәліметтері мүлдем болған жоқ. Сол себепті, жұмыстың мақсаты наноқоспалардың әсері заңдылығын, жоғарытемпературалық асқынөткізгіш материалдың тасымал және магниттік қасиеттеріне, рационалды әсеріне қатысты жаңа мағлұматтар алу болып табылады.

Әдебиеттерге шолу бөлімі бойынша тұжырым

ЖТАӨ материалдарына жасалған зерттеулердің ішінен кристалдық торларға өзгеріс жасамайтын ультрадисперсті ұнтақтарды – наноұнтақтарды қосу туралы, сонымен қатар, олардың қосу концентрациясы өте аз мөлшерде жасалған зерттеулер қарастырылды. Бұл тарауда ЖТАӨ материалдарының кристалдық құрылымындағы физикалық және химиялық құбылыстарды түсіндіретін модельдік сиптаттаулар туралы қысқаша мәліметтер келтірілді. Атап айтқанда асқынөткізгіштік үдерісінің BPSCCO және YBCO түрлерінде болатын жағдайын түсіндертін «зарядтар резервуары-купраттар жазықтығы» моделі туралы мәліметтер келтірілді.

Осы жұмыста таңдалған $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтақтарының басқа вариациясында жасалған ғылыми зерттеулердің нәтижелері қарастырылды. Алайда наноұнтақтардың дәл осы түрлері $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ және $YBa_2Cu_3O_7$ ЖТАӨ материалдарының негізгі сипаттамаларына әсері зерттелмегендігі анықталды. Осы фактіні ескере отырып, сонымен қатар, Малайзия ұлттық университетінің профессоры ғылыми консультанты Рослан Абд Шукордың ұсынуымен жоғарыда аталған наноұнтақтардың асқынөткізгіштік үдерісіне әсерін бақылау қажеттілігі мақұлданды.

2 ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ

Асқынөткізгіштік матрицаға пиннингті орталықтарды құрастыру мақсатында қоспаларды ендіруді көптеген әдістермен жүзеге асыруға болады. Негізгі мәселелердің бірі критикалық температура Тс мәнін төмендетпей эффективті пинниг орталықтарының концентрациясына жету арқылы ток тығыздығын Jc жоғарылату болып табылады. Қоспалардың ыңғайлы концентрациясын, дисперстігін және түрін іздеу арқылы Тс төмендеуі мен Jc жоғарылауы арасындағы ортақ ымыра жағдайды табу қажет. Сондықтан аталған жұмыстағы негізгі стратегияның бірі ретінде наноөлшемді ақаулардың эффективті дислокациясын жасау. Аталған ақауларды магниттік құйындардың пиннингтік күшін жоғарылату мақсатында әртүрлі химиялық қоспаларда қолданып, тәжірибе жүзінде тек эмпирикалық жолмен ғана тиімді нұсқасын іздестіреді. Осы ретте наноөлшемді магнитті қоспаларды қолдану арқылы ЖТАӨ материалдарындағы наноөлшемді ақаулардың тиімді дислокациясын біркелкі, немесе реттелген түрде алуға болады.

Сонымен қатар, BPSCCO висмутқоспалы және YBCO иттрий-барий қоспалы ЖТАӨ материалдардың критикалық тогы температура және сыртқы магнит өрісі әсеріне тәуелді болатындығы белгілі. Бұл қасиет критикалық токтың жоғарғы тығыздығын қамтамасыз ететін магниттік құйындардың пиннигтік күштерін әлсіретететін күшті термиялық флуктуацияларының әсерінен болады. Сондықтан ЖТАӨ материалдарын құрылымдық зерттеудегі негізгі мәселелердің өзектілігі ретінде критикалық токты жоғарылататын эффективті пиннингті орталықтардың рөлін атқаратын құрылымдық ақауларды жасау. Bi-ЖТАӨ материалдарында кристалл құрылымдары қабаттасып сипатта орналасқандықтан, оған критикалық токтың күрделі анизотропия қасиеті тән. Когеренттілік ұзындығына шамалас нанодеңгейдегі немесе атомдық-кристалдық деңгейдегі ақаулар пиннингтік орталықтар ретінде қарастырылады. ЖТАӨ материалдарындағы жасанды пиннигтік орталықтарды құрастырудың негізгі бірнеше әдістері бар. d – ақаудың өлшемі ξ- когеренттік ұзындығы мәніне жақындаған сайын ағынның пиннигтік күші жоғарылайды деген тұжырымды да қолдануға болады. Бұл өлшем ($\xi < d < \lambda$) шартын орындайды.

2.1 Bi-ВТСП алынған материалдарды жоғары температурада өңдеу

Жоғарыда айтылғандай, ұнтақ түрінде болатын ЖТАӨ материалдардың J_C жоғары температурамен жоғары мәнін болуына өңдеу арқылы қол жеткізіледі. Bi-ЖТАӨ үшін жоғары температурада өңдеу кезінде көпсатылы бақылаулы күйдіру пайдаланылады. Оны жүргізу кезінде асқынөткізгіш материалды қажетті деңгейге дейін оттегімен байыту және дәнаралық байланысты арттыру үшін дәндерді жартылай өңдейді және кристаллографиялық текстура жақсарады. Бұл күйдірудің режимі Bi_2O_3-CuO-CaO-SrO фазалық диаграммасындағы Bi-2212 және Bi-2223 фазаларының орналасуына байланысты. Бұл фазалар үшін олар әртүрлі болады.

2.1.1 Bi-2212 композиттері

$Bi_2Sr_{3-x}Ca_xCu_2O_{8+\delta}$ қосылысының перитектикалық әсері температурасынан сәл жоғары температурада қыздыру, ұзақ уақыт бойы суыту және шыңдау материалдарын жоғары температурада технологиялық өңдеу нәтижесінде Bi-2212 фазасы құрылады. Құрамы оттегімен байытылған атмосферада, қоспадағы Sr және Ca концентрациясына, оттегінің құрамына байланысты және қыздыру нәтижесінде болатын ыдырау Bi-2212 фазалары әртүрлі болуы мүмкін [93-95]. Bi-2212 қоспаны стехиометриялық құрамға ұқсас ауада қыздырған кезде Bi-2212→қатты фазалар + сұйықтық + O_2 ыдырау реакциясы кезінде $(Sr,Ca)CuO_2$, $(Sr,Ca)_2CuO_3$ және $Bi_2Sr_2CuO_{6+\delta}$ кристалдарының бар екендігі байқалады. Алғашқы сатыда газсыздандыру мақсатында өңделіп отырған материал салыстырмалы түрде төмен температурада (T~450 ºС) ұсталады, одан соң бөлшектердің желімделуін ынталандыру мақсатында баяу қыздырылады. Келесі кезекте Bi-2212 қоспасының еруі мен дәндер арасындағы байланыстарды арттыруға қажетті сұйықтық бөлінуі үшін оны аз уақыт жоғары температурада қыздыру қажет (870–890ºС) және осы кезде баяу балқыту фазаларының бөлшектері, көбіне $(Sr,Ca)CuO_2$ түзіледі. Содан кейін баяу суыту кезінде Bi-2212 фазасының пластина түріндегі бөлшектерінің пайда болуы және өсуі байқалады. Олардың өсуі баяу балқыту фазалары мен балқу сұйықтығының арасындағы рекацияға байланысты. ~850 ºС температурасында ұстау кезінде бірфазалық және материал текстурасының біртектілігі артады және оның оттегімен қанығады болады, бірақ 100 сағаттан кейін де Bi-2212 фаза құрамында $(Sr,Ca)CuO_2$ фаза бөлшектері және Bi-2201 типіндегі жинақталу ақаулары қалып қояды. Белгілі болғандай, $T \approx 850$ ºС температурасында күйдіру кезінде Bi-2212 қоспасында $\delta \approx 0{,}16$ сәйкес және T_C>85 К максималды температура мәніне сәйкес оттегінің концентрациясы байқалады. Осыған орай, соңғы сатыда оттегі индексінің өзгеруінің алдын алу мақсатында материалғашыңдау жүргізген жөн. Бірақ материалды лездік шыңдау микросаңылаулардың пайда болуына әкелуі мүмкін, сондықтан шыңдауды орнына пеш камерасын азотпен толтырып, тотығу атмосферасын қолданумен алмастырады. Bi-2212 материалдар технологиясында, Bi-2212 фазасын еріту мақсатында жүргізілетін T_1 жоғары температурада қысқа уақытты күйдіру температурасын дұрыс таңдаумен қатар v суыту жылдамдығы мен ~850ºС, t температурасында ұстау уақытын анықтайтын параметрлер де өте маңызды. Мысалы, [96] v 5ºС /сек тан 40ºС /сек жоғарлатып және t с 70ºС тен 10ºС төмендеткен кезде таспалардағы критикалық ток шамасы төмендейді. Мұндай материал әлсіз текстуралы, құрамында саңылаулар мен фаза қалдықтары болады. Bi-ЖТАӨ таспасы технологиясының жағымсыз ерекшелігі біртексіздік және саңлаулар түзетін газдың бөлінуі. Оның нәтижесінде дәнаралық байланыстардың және текстураның әлсіреуі, жоғары температуралы өңдеу кезінде әсер етпеген материалдардағы қалдықтар үлесінің артуы байқалады. [85, P.100] мақалада көрсетілгендей, бұл құбылыстарды таспаларды бір осьті сығу арқылы басуға болады, бірақ бұл операцияны ұзын сынамалар

жасау техногоиясында жүзеге асыру мүмкін емес. Осындай әсерге таспаларды жаймалау арқылы қол жеткізіледі, бірақ бұл жағдайда өтілімдегі қысу шамасы минималды болуы тиіс, кері жағдайда интенсивті түрде саңылаулардың пайда болуы байқалады.

T_C≈85 К температурасының салыстырмалы критикалық төмен мәндері нәтижесінде, соған сәйкес H_{C2} шекті магнит өрісі болған сұйық азот температурасы пайдалынылған Bi-2212 негізіндегі материалдарды пайдалану аясы T<30 К температурасымен шектеледі. Сыртқы магнит өрісінің нөлдік мәнінде сұйық гелий температурасында Bi-2212 алынған ұзын таспалардың (100 м астам) РІТ-технологиясы көмегімен алынған шекті тоғы J_C~$1\cdot10^5$А/см^2 құрайды. Сонымен қатар, Bi-2212 асқынөткізгіштер критикалық тоқтың J_C(H) магниттік өрісінің сыртқы кернеулігіне әлсіз түрде тәуелді болғандықтан олар J_C шамасын күшті магнит өрісінде H ~ 30 T мәніне дейін сақтай алады. Сондықтан олар жоғары кернеулікті магниттік өрісі бар магниттік жүйе құруда перспективті материал ретінде танылады.

2.1.2 Bi-2223 композиттері

Bi_2O_3–CuO–CaO–SrO күй-жай диаграммасында Bi-2223 фазасының гомогендік аясын Bi-2212 салыстырғанда жіңішке температуралық интервалмен ерекшеленеді. [97, 98]. Перитектикалық түзілу реакциясының температурасына жақын температураға дейін қыздырған соң ол ыдырауға ұшырайды. Сондықтан, Bi-2212 үшін қолданылатын жаймаланған таспаларды жоғарғы температурада өңдеу режімін және қаптау тәсілін пайдалану мүмкін емес.

Bi-2223 оксид ұнтақтарынан синтездеу эксперименті жоғары критикалық тоқ мәндеріне қол жеткізуге мүмкіндік тудыра алмайды, себебі синтез кезінде дән аралық тығыз контактілерді туындататын жеткілікті көлемде сұйықтық бөлінбейді. Тәжірибелік маңызы бар J_C $Bi_2Sr_2CaCu_3O_{8+\delta}$, Ca_2CuO_3, CuO және Pb_2CuO_3Bi-2223 фазалар қосындысынан тұратын ұнтақ-прекурсорлар пайдалану арқылы Bi-2223 негізінде алынған материалдар алынады. 830–840ºС температурасына дейін қыздыру кезінде қоспадағы Pb_2CuO_3 ериді және Bi-2212 жартылай еріген кристалдарымен сұйықтық түзеді, ол (5) реакциясына сәйкес ол арқылы Bi-2212-ге Bi-2223 фазасын түзу үшін жеткіліксіз болып тұрған кальций мен магний тасмылданады.

$$Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}+Ca_2CuO_3+CuO+Pb_2CuO_3\rightarrow Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta} \qquad (5)$$

Құрамында ұнтақ-прескурсорлар бар Bi-2223 таспаларын жоғары температурада өңдеу режімін таңдау кезінде екі ерекшелігін ескерген жөн. Біріншісі - Bi-2223 қорғасынмен қаптау қажеттілігі. Электрондық микроскоптық зерттеулермен анықталғандай [98], күйдіру кезінде бастапқы кезеңде Bi-2212 фазасының дәндерінде қорғасын қоспасы жиналады, содан кейін температураны жеткілікті түрде ұзақ уақыт ұстап тұрған кезде жаңадан

түзілген Bi-2223 фазасының дәндеріне келіп түседі. Екіншісі -күйдіру процесінде ертіндіге келіп түсетін күміс қоспасы критикалық тоқтың оптималды мәніне жауап беретін күйдіру температурасын едәуір төмендетеді. Егер күйдіру температурасы мен уақыты ұнтақтың дисперстілігі, сыртқы ортадағы оттегі құрамына, жоғарыөтімді өзектің қалыңдығы сияқты параметрлерге тәуелді екенін ескеретін болсақ бақылаулы күйдіру режімін таңдау өте күрделі міндет екенін аңғаруға болады. Бір қабатты және көп қабатты «шикі» таспаларды жоғары температурада өңдеуге жүргізілген тәжірибелердің нәтижесінде күйдірудің тиімді температурасы TO=835÷847º С деп белгіленеді. Әр жағдайда ол бір шама өзгеруі мүмкін, бірақ таңдалған мәндердің аз ғана ауытқуы (екі градус шамасында) жоғары температурада өңделген таспаларға J_C едәуір әсерін тигізуі мүмкін. Bi-2212 ұзыншамалы композиттері сияқты Bi-2223 таспа технологиясында бір өсті сығудың оң эффектісі пайда болады, жоғарыөткізгіш сымының едәуір тығыздалуына әкеледі. Оның шамасы күйдіру температурасы мен операцияның реттілігіне және сығуға тәуелді [99].

Қазіргі уақытқа дейін Bi-2223 фазасының қалыптасу механизмі анықталмаған. Bi-2223 фазасының қалыптасу кинетикасын зерттеу электрондық-микроскоптық талдау тәсілдерімен жасалған [97], одан күйдірудің әр сатысында матрицада сәйкесінше Bi-2212 және Bi-2223 типтегі аз ғана бүктеу дефектілері бар Bi-2212 және Bi-2223 дәндері болады, сонымен қатар күйдіру процессінде бүктеу ақаулары санының артуы байқалмайды. Тағы бір айта кететін жәйт, микрорентгеноспектралды талдау нәтижесі бойынша, күйдіру процесінде сынамалардың бетінде Bi-2212 кристаллдарының Bi-2223 кристалдарына ауысуы температура интервалының қысқа аралығында өтеді, ал жаңадан түзілген Bi-2223 кристалдарының өлшемдері ab жазықтығында Bi-2212 кристалдарына қарағанда ірілеу болып келеді. Мұның бәрі Bi-2223 фазасының қалыптасуы Bi-2212 қосылу торына $CaCuO_2$ модульдерін жамау жолымен емес, туындау және өсу механизімімен жүзеге асырылатынын аңғартады.

2.2 Қатты фазалық әдіспен ЖТАӨ материалдарын алу

Диссертация тақырыбы бойынша жүргізілген тәжірибелік зерттеу жұмыстарының негізгі бөлімі Малайзия ұлттық университетінің қолданбалы физика институты (Малайзия, Куала-Лумпур қаласы) зертханасында ұйымдастырылып, нәтижелері алынды. Қосымша қажет болған зерттеулер Қ.И.Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ және әл-Фараби атындағы ҚазҰУ зертханаларында ұйымдастырылды.

Қатты фазалық әдіспен ЖТАӨ материалын алу үшін Bi_2O_3-висмут оксидін, SrO-стронций оксидін, CaO-кальцийоксидін, CuO-мыс оксидін , PbO-қорғасын оксидін қолданады.

Аталаған қоспалардан $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}+(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_x$ формуласындағы 10 граммдық ЖТАӨ материалын алу үшін 4-кестедегідей

мөлшерде оксидтер әзірленді. Олар төмендегі тәртіп бойынша жүзеге асты. Мысалы CZFO наноұнтағының x=0,01 мас.% үшін мына стехиометрияны жүзеге асырамыз:

$$M(Bi_2O_3+PbO+SrO+CaO+CuO+(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_x) = 10 \text{ гр}$$

$$(Bi_{1,6}\,Pb_{0,4})_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}+(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_x$$

$$0,8Bi_2O_3+0,4PbO+2SrO+2CaO+3CuO+(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_{x=0,01}=372,8+89,2+$$
$$+208+112+240+(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_{x=0,01}$$

$$(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_{x=0,01}=(60\times0,5+65\times0,5+56\times2+16\times4)_{x=0,01}=(238,5)_{x=0,01}=2,385$$

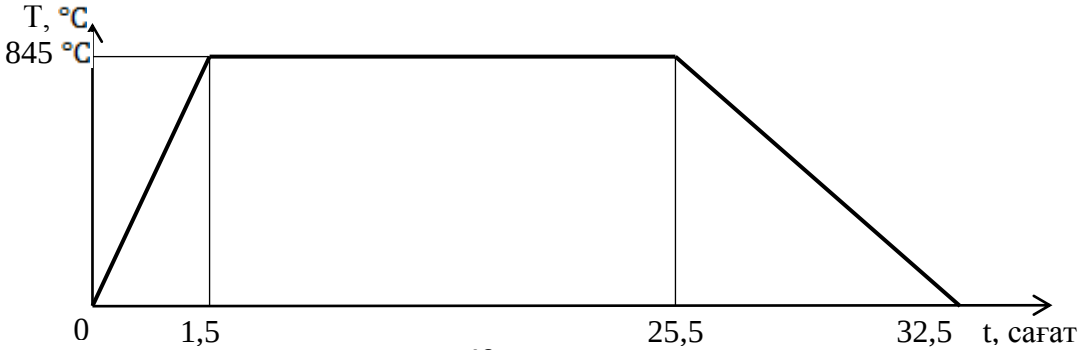
Әр оксид түрінен қаншалықты мөлшерде қосу қажеттігі мына формула арқылы анықталды:

$$Bi_2O_3 \text{ үшін} - (0,8\times466\times10\text{гр})/(1022+2,385)= 3,6392 \text{ гр}$$

Кесте 4 - Қатты фазалық әдіс бойынша 10 граммдық сынама әзірлеу үшін әр оксидтің қажетті мөлшері

№	Оксид атауы	Грамм
1	Bi_2O_3	3,6392
2	PbO	0,8707
3	SrO	2,0304
4	CaO	1,0933
5	CuO	2,3429
6	$(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_{x=0,01}$	0,0233
	Барлығы	9,9998

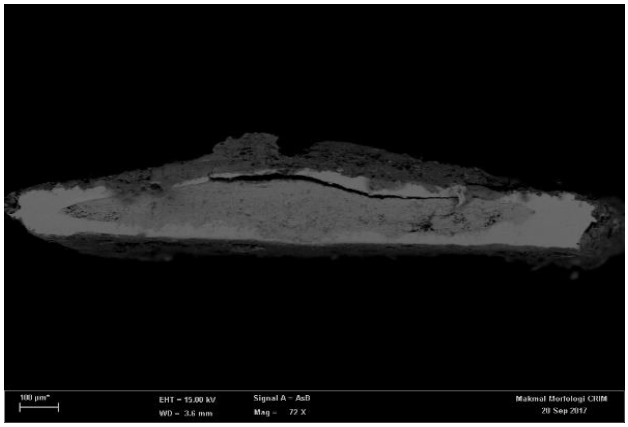
Қажетті мөлшерлерде оксидтерді бөліп алғаннан соң, 10 граммдық ұнтақты 30 минуттан кем емес уақыт бойы агат тасынан тұратын келі мен сап арқылы ұнтақталады. Келесі кезеңде 7-суреттегі тәртіп бойынша температуралық талаптарды орындау арқылы 24 сағаттық күйдіру үдерісі орындалады.



Сурет 7- Висмут қоспалы ЖТАӨ сынамасын күйдіру тәртібі

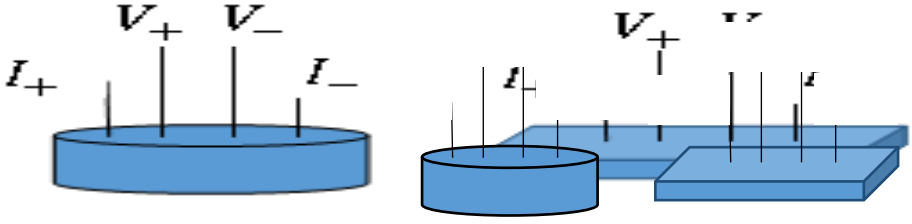
Бірінші циклдегі 24 сағаттық күйдіру нәтижесінде алынған материалдың критикалық температурасы төменгі температуралық асқын өткізгіштің сипаттамаларына сай келіп, 50 К температурасында өзіндік кедергісі нөлге айналды. Әзірленген таблетка сынаманың сипаттамаларын өлшегеннен соң, екінші циклда қайта таблетка ұнтақталып, қайта күйдіріледі. 50 сағатық күйдіруден өткен таза таблетка мен наноөлшемді ұнтақтар қосылған таблетка сипаттамаларын өлшеу кезінде наноөлшемді қоспалардан тұратын сынаманың критикалық температурасы жоғары мәнді көрсеткені тіркелді.

Кедергінің температураға тәуелділік функциясы Гелий газымен салқындатылатын «Cryo Industry REF-1808-ACS» тұйықталған криокамерасымен және температура өлшегіш «Lake Shore Model 340» құрылғыларымен қолдану арқылы 9-суретте көрсетілгендей төрт зонд әдісімен анықталып, критикалық температурасы өлшенді. Критикалық ток (6) формуласымен анықталды.



Сурет 8 - Сынама таспаның көленең қимасы

JC=IC(Vd=1)A(cm2)



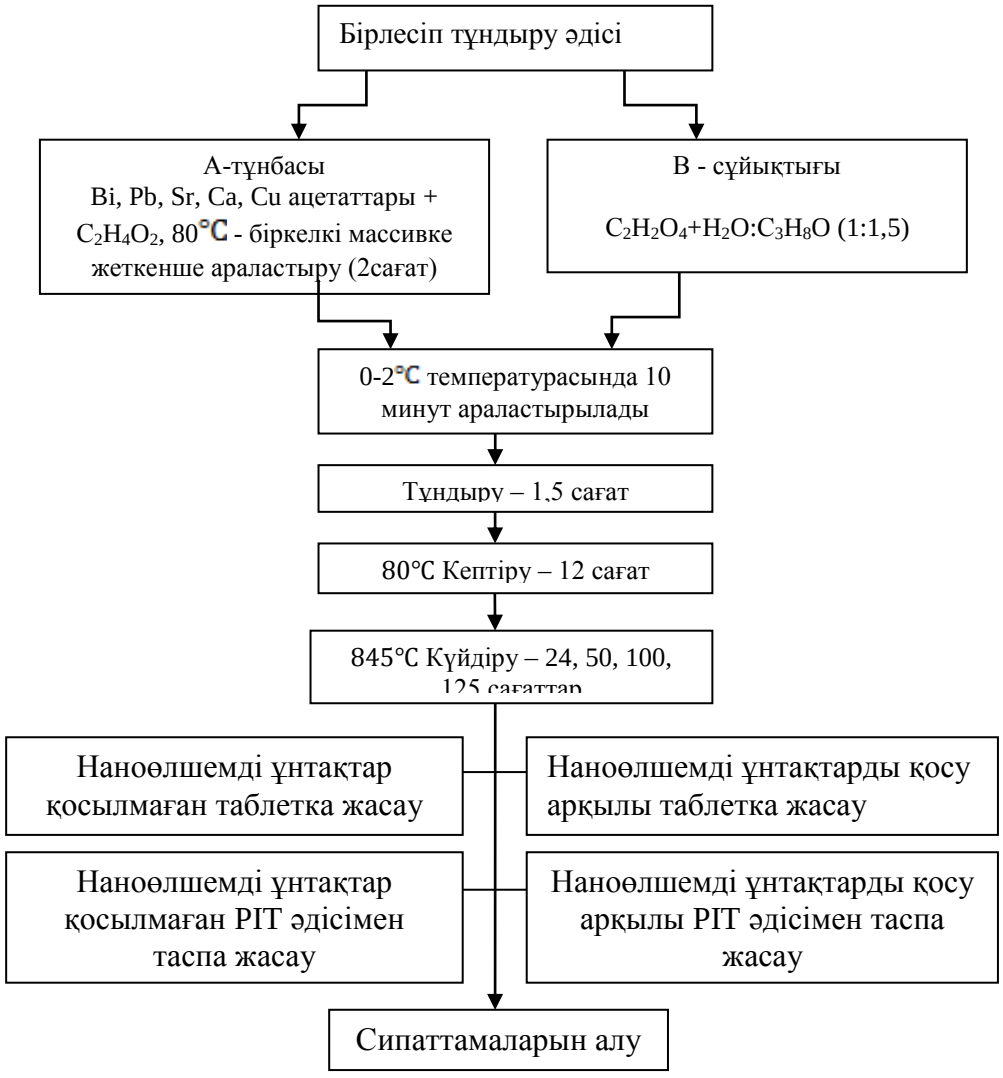
Сурет 9 - Таблетка мен таспаны төрт зонд әдісі арқылы электр кедергісін өлшеу

$$J_C = \frac{I_{C(V_{d=1})}}{A(cm^2)} \qquad (6)$$

Сынамалар таблетка және таспа түрінде әзірленді. Таблетканың өлшемі диаметрі -13 мм, қалыңдығы – 3 мм дейін болды. Таспа сынаманы әзірлеу үшін алдымен өлшемі 5 см, сыртқы диаметрі – 6 мм, ішкі қуысының диаметрі – 2,5 мм болатын күміс металдан жасалған түтікшенің ішкі қуысын сынама ұнтағымен толтырылып, екі шеткі тесігі күміс тығынмен бекітілді. Әзір болған күміс түтікшені арнайы өңдеуге арналған құрылғы арқылы (Yoshida Kinen, Japan) илеп, қалыңдығы 0,9 мм, жалпақтығы 2 мм, ұзындығы 2 метрлік таспа әзірленді. 8-суретте көрсетілген бойынша жұқа таспаның ортасында мкм қалыңдықтасынама ұнтақ орналасқан.

2.3 Бірлесіп тұндыру әдісімен ЖТАӨ материалдарын алу

Аталған әдіс арқылы висмут қоспалы BPSCCO материалы әзірленді. Бұл әдістің ерекшелігі нәтижесінде алынған бірнеше оксидтер қоспасынан құралған кристалдық тордың біркелкі орналасуы күтіледі. Бірлесіп тұндыру әдісін ұйымдастыру төмендегі 10-суреттегі блок-сұлбада көрсетілген.



10-сурет. Бірлесіп тұндыру әдісін ұйымдастыру

$Bi(CH3COO)_3$

$1{,}6 \times 386{,}12\text{гр} = 617{,}792$ $\quad \frac{1617{,}792}{2060{,}194} \times 10\text{гр} = 2{,}9987\text{гр}$

$Pb(CH3COO)2\ 3H_2O$

$0{,}4 \times 379{,}33\text{гр} = 151{,}732\text{гр}$ $\quad \frac{153{,}732}{2060{,}194} \times 10\text{гр} = 0{,}7365\text{гр}$

$Sr(CH_3COO)_2\ 0{,}5H_2O$

$2 \times 214{,}72\text{гр} = 214{,}72\text{гр}$ $\quad \frac{429{,}44}{2060.194} \times 10\text{гр} = 2{,}0845\text{гр}$

$Ca_2H_2O_4\ 2H_2O$

$2 \times 214{,}72\text{гр} = 158{,}17\text{гр}$ $\quad \frac{316{,}14}{2060{,}194} \times 10\text{гр} = 1{,}5355\text{гр}$

$Cu(CH_3COO)_2$

$3 \times 214{,}72\text{гр} = 181{,}63\text{гр}$ $\quad \frac{544{,}09}{2060{,}194} \times 10\text{гр} = 2{,}6449\text{гр}$

Кесте 5 - Бірлесіп тұндыру әдісі бойынша 10 граммдық сынама әзірлеу үшін әр оксидтен қажетті мөлшері

Зат атауы	Молекулалық массасы	Зат мөлшері	Слыстырмалық массасы	10 гр. үлесі
$Bi(CH_3COO)_3$	386,11	1,6	617,792	2,9987
$Pb(CH3COO)_2\ 3H_2O$	379,33	0,4	151,732	0,7365
$Sr(CH_3COO)_2\ 0{,}5H2O$	214,72	2,0	429,44	2,0845
$Ca_4H_5O_4$	158,17	2,0	316,34	1,5355
$Cu(CH_3COO)_2$	181,63	3,0	544,89	2,6449
			2060,194	10
$Ca_2H_2O_4\ 2H_2O$	126,07	0,2		

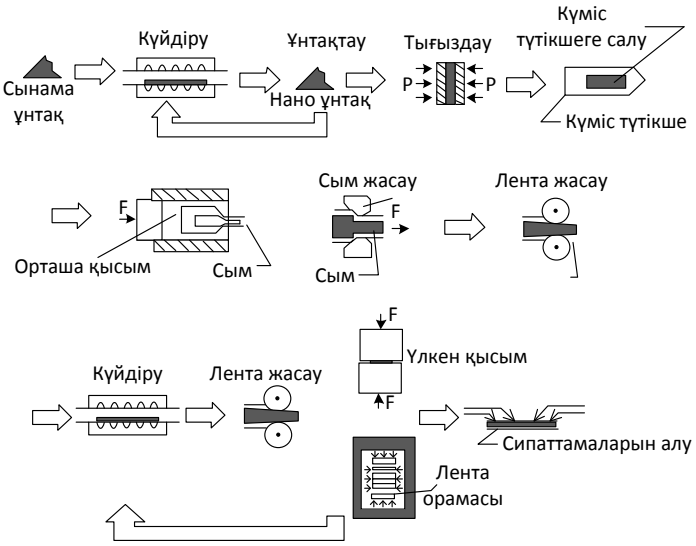
2.4 Таспа алу немесе «Powder in tube» әдісі

Техникалық пайдалануға арналған асқынөткізгіш материалдарына қойылатын негізгі талаптардың бірі ол J_C жоғары критикалық ток тығыздығының болуы шарты. T_C критикалық температурасына және H_{C2} критикалық магнит өрісіне қарағанда қатты дәрежеде материалдың критикалық тогы тығыздығы дәндердің өлшеміне, олардың дәнаралық байланысына, кристаллографикалық құрылымына, матрицада дисперсиялық бөлшектер мен

вакансия түріндегі ақаулардың болуы сияқты параметрлеріне байланысты болады.Бұдан басқа, өткізбейтін материал конструкциялық пайдалану мүмкіндігін қамтамасыз етуге қабілетті элементтермен біріктірілуі тиіс. Ві-ЖТАӨ материалдарында мұндай мүмкіндік күміс негізіндегі қорытпалардан жасалған қабықшалармен және төсеніштермен қамтамасыз етіледі. Бірқатар техникалық міндеттерді шешу үшін қабықшаларды пайдаланбай дайындалатын көлемді асқынөткізгіштер жарамды болады. Техникалық қосымшалардың көпшілігі "асқынөткізгіш қабат – қабық" композиті $J_C>5\times10^4$ А/см^2 транспорттық тогын өткізе алады. Қазіргі уақытта жоғары ток тасымалдау қабілеті бар ұзынөлшемді асқынөткізгіштерді алудың түрлі әдістері әзірленеді. Олардың арасында «powder in tube»немесе РІТ-әдісі ("түтікшедегі ұнтақ") [98-108] және күміс төсеніште асқынөткізгіш материалды түрлі әдістерге негізделген жабындар технологиясы кеңінен таралған [106].

Ұзын өлшемді асқынөткізгіш композиттері технологиясының бастапқы кезеңінде компоненттердің ұнтақтары бар таспалар алынады, одан кейін температуралық өңдеу нәтижесінде асқынөткізгіш қабаттары пайда болады.

Цилиндрлерге сығымдалған бастапқы компоненттердің ұнтақтарын немесе дайын қосылыстардың ұнтақтарын күмістен немесе оның қорытпаларынан жасалған түтік тәрізді қабықтарға желімдейді. Дайындамалар престеу және созу операцияларына ұшырайды, оларды диаметрі 2мм сымға айналдырады. Көп желілі жоғары өткізгіштерді жекелеген сымдардан тұратын бумаларды үлкен диаметрлі түтікке орналастыра отырып дайындайды, одан кейін ұқсас технологиялық операциялар жүргізеді 11-суретте көрсетілген.



Сурет 11 - Асқынөткізгіш салынған күміс түтікшенің көмегімен «түтікшедегі ұнтақ» әдісімен таспа жасау

Осы технологиялық тізбектегі илектеу кезіндегі деформация асқынөткізгіш материалды нығыздауға және текстурациялауға көмектеседі. Ол ВІ-ЖТАӨ кристалл торының ВІ-О қабаттарын бөлетін кристаллографиялық

жазықтықтар бойынша сынық арқылы өтеді, бұл пластиналы пішінді дәндердің түзілуіне және олардың тығыз қаптамасына ықпал етеді, (001) типті базистік текстураның түзілуіне ықпал етеді. Бұл дәндер асқынөткізгіш өзегін сыртқы әсерлерден сақтайтын күмістен жасалған қабықпен тығыз байланысты.

Асқынөткізгіш қабаттардың микроқұрылымдарын жетілдіру, олардың текстуралау дәрежесі және сәйкесінше, J_C критикалық тогының шамасы кернеуді алып тастау және микросаңылаулардың дамуын болдырмау мақсатында жүргізілетін жаймалааy мен күйдірудің қайталанған операциялары процесінде өседі. Бұл ретте өте қарапайым заңдылық көрінеді: асқынөткізгіш қабат неғұрлым жұқа болса, онда текстурленудің дәрежесі соғұрлым жоғары болады.

Сынамалар пішіні өзгеруінің технологиялық процесі созу және илектеу операциялары кезінде туындайтын күрделі әсерлердің қатарымен күрделенеді. Оның ішінде:

1) Ag/асқынөткізгіш интерфейсінің толқындылығы (sausaging деп аталады). Бұл әсер ұнтақ тәрізді ЖТАӨ және күміс қабықтың беріктілік сипаттамаларының айырмашылығы салдарынан пайда болады. Оны жою мақсатында деформация циклдары кернеуді алып тастау үшін аралық күйдіргіштермен кезектеседі;

2) өзекшедегі қалдық газдардың болуына және температуралық өңдеу процесінде газдардың бөлінуіне байланысты пайда болатын көпіршіктер мен кемтіктер;

3) пластикалық деформация кезінде екінші фазалардың бөлінуінің болуымен пайда болатын кернеу салдарынан пайда болатын Текстураның бөлінуінде микро кернеуліктері, микросаңылаулар және біртексіздіктер;

4) жоғары температуралы өңдеу процесінде механикалық деформациялау нәтижесінде пайда болған микросаңылауларды толық жабыстыру;

5) көлденең қимадағы асқынөткізгіш материалының деформациясының әркелкілігі, илектеу кезінде кернеулерді бөлудің әркелкілігімен анықталатын және оған байланысты конструкцияның және критикалық токтың мәндерінің әркелкілігі. Осыған байланысты стандартты технологиялық тізбекке түзетулер енгізіледі;

6) Ag (Ag_2O, $AgNO_3$) қабығы мен өзегінің беріктілік сипаттамаларындағы айырмашылықты азайту мақсатында қабық материалы ретінде пайдаланылатын күмісті қосу);

7) ұнтақтардың дисперсиясын реттеу;

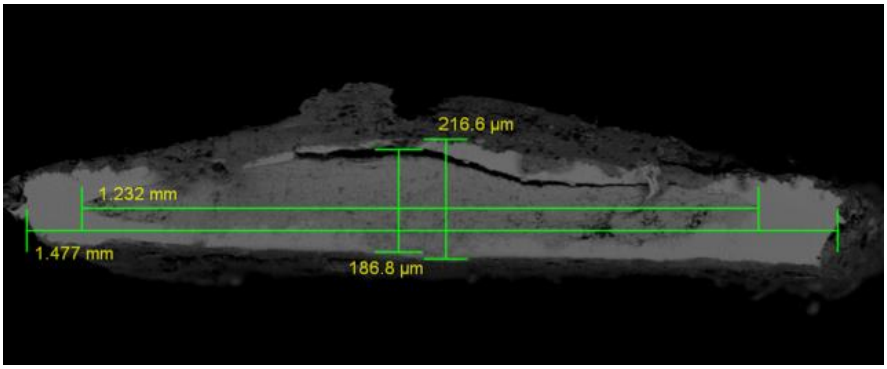
8) алдын ала сығу сатысында пішін өзгерту әдістерін вариациялау: ыстық экструзияны және ыстық изостатикалық престеуді пайдалану; жартылай үздіксіз престеу, дәйекті престеу және мерзімді сығу;

9) жоғары өткізгіш оксидтердің күміс қабығының механикалық қасиеттерінің айырмашылығын азайту мақсатында төмен температураларда сынамалардысығу;

10) таспаларды жаймалааудың стандартты емес әдістерін қолдану: екі концентриялық Катокты пайдаланатын эксцентриситетті орталықтан тыс жаймалау; төртвалкалы жаймалау; жаймаланатын таспа серіппелерге бекітілген қалың болат пластиналар арасында араласатын сэндвич жаймалау; науа жаймалау (groove rolling);

11) асқынөткізгіш фазаны қалыптастыратын, оны J_C арттыру тығыздығын арттыру үшін күйдіргеннен кейін таспаларды бір осьтік сығумен деформациялау немесе илектеу.

Критикалық токтың (J_C~10^5 А/см^2) жеткілікті жоғары мәні бар Bi-ЖТАӨ негізіндегі ұзын көлемді композиттер күміс таспаға қалың (d>1 мкм) жабындарды жағу әдістерімен алынуы мүмкін. Ең кең тараған ретінде осындай жабындылардың шликерлік технологиясы қолданылады [96]. Бұл әдіс ұнтақ пен органикалық толтырғыш қоспасы күміс таспаға жұқа қабатпен жағылады.Жабынның қалыңдығы қоспаның тұтқырлығына және оны жағу жылдамдығына байланысты. Әдетте қалыңдығы ~50 мкм күміс таспаға салынған қоспаның қалыңдығы d=50÷200 мкм құрайды.Соңғы сатыда композит қысқа мерзімді жоғары температуралық қыздыруды қамтитын температуралық өңдеуден өтеді. 12-суретте көрсетілген бойынша температуралық өңдеуден кейін Bi-ЖТАӨ қабатының қалыңдығы d=100÷150 мкм құрайды.



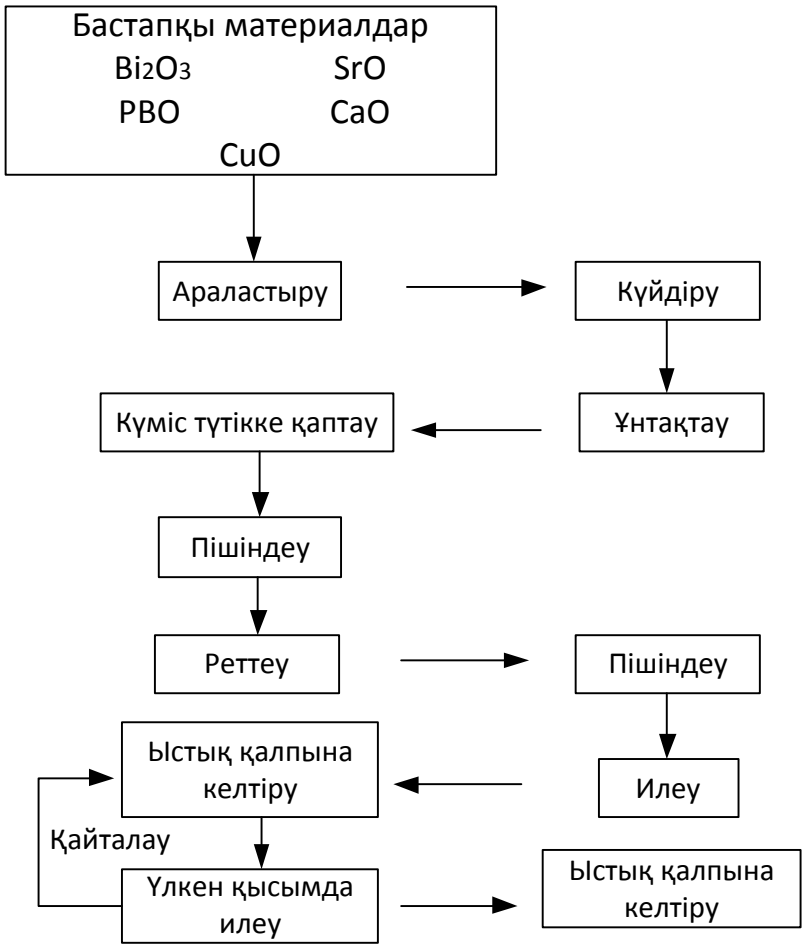
Сурет 12 - Таспадағы асқынөткізгіш құрамының қалыңдығы

Алынған композит бастапқыда T~500º C температурада бірнеше сағат бойы органикалық байланыстарды жою үшін қыздырылады. Осыдан кейін жабын тығыздығын арттыру және одан әрі температуралық өңдеу кезінде жарылуын болдырмау үшін оны илектеу ұсынылады.

2.5 Көлемді Bi-ЖТАӨ материалдары

ЖТАӨ материалдары нарығында жоғары ПӘК және шулылығы төмен магнитті подшипниктер, қозғалтқыштар және генераторлар жасауда, электр тізбегіндегі токтың қысқа тұйықталуын шектейтін кешендер үшін көлемді асқынөткізгіштерге деген сұраныс өте жоғары. Қазіргі кезде осындай материалдар ретінде Y-123 ЖТАӨ ($YBa_2Cu_3O_7$-δ қосылымы) нәтижелі түрде қолданылып жүр, сонымен қатар осы мақсаттарда Bi-ЖТАӨ қолдану әрекеттері

жасалып жатыр [95-97]. Әдетте көлемді Bi-ЖТАӨ материалдарын консолидациялау және формасын өзгерту мақсатында суық немесе ыстық біросты және изостатикалық сығу қолданылады. Алдын ала өңдеуден кейін Bi_2O_3, $CaCO_3$, $SrCO_3$ және CuO бастапқы компанеттердің ұнтақтары сығылады және синтездік күйдіруге жатады, бастапқы кезде 20 сағат ішінде 780-820º С температурада, ұнтақталу және қайта сығудан кейін 840-855º С температуда бірнеше жүздеген сағаттар бойына синтездік күйдіріледі. Бұндай материалдарды синтездеудің басты проблемасы күйдіру процессі барысында түзілетін Bi-ЖТАӨ жіңішке пластина түріндегі кристаллдар жан жаққа әртүрлі бағытта өсуі болып табылады. Тұнған кезде олардың арасында бос кеңістіктер немесе бүдірлер пайда болады және бұл кристалдардың өсу процессі асқынөткізгіш материалдың тығыздығын төмендетеді және 13-суретте көрсетілген бойынша әзірленеді.



Сурет 13 - Көлемді ЖТАӨ материалын әзірлеу сұлбасы

Материал тығыздығының төмендеу эффектісін басу мақсатында қайта ұсату және пресстеу операциялары жүргізіледі. Мұндай операцияларды көп рет жүргізген жөн. Bi-2223 синтезі кезінде үш-төрт реттік ұсату, пресстеу, күйдіру операцияларынан кейін барып қажетті дәрежеде тығыз, бір фазалы үлгілер

алуға болады. Осы күйдірудің бастапқы фазасында Bi-2212 және Bi-2223 фазаларының қоспасы қалыптасады, кейін материалда кеңейтілген немесе екіге айырылған рефлекті Bi-2223 фазасы бекітіледі, бұл Bi-2223 фазаларының әр периодтты торларын аңғартады, содан кейін әрі қарай күйдіру арқылы бір фазалы сынамаларға қол жеткізіледі [40, С.115]. Висмутты жартылай қорғасынмен алмастыру, мұның өзінде Bi-2223, және Bi-2212 фазаларының синтезделуі жеделдетіледі.

Сипатталған технология арқылы ~10^4 А/$см^2$ критикалық ток шамасына ие Bi-ЖТАӨ асқынөткізгіштікке ие массивті материалдар алуға болады. Бірақ бұл технология (100 сағаттан астам) ұзақ уақытты ~850º С темпеартурада күйдіруді және бір неше рет қайта ұсақтау мен прессteуді талап етеді, сондықтан өндірістік қолдануда шектеулі мүмкіндіктерге ие.

[109, 110] жұмыстарына сәйкес асқынөткізгіштік қасиетке ие көлемді Bi-ЖТАӨ материалдарын алудың перспективті технологияларының бірі ретінде микроқұрылымдық және текстуралық жақсы көрсеткіштерге ие интенсивті пластикалық деформация тәсіліне негізделген айналдырып қозғауды атауға болады. Бұл тәсілдің шешуші сәті Bi-ЖТАӨ тығыз, текстуралық керамика алуда оптималды температуралық интервалды таңдау болып табылады. Бірінші жақындауда екі температуралық интервал болады деп айтуға болады, олар бір бірінен микроқұрылым сипатына қарай ерекшеленеді, қысымды өңдеу кезінде қалыптасады, олардың ара жігі болып бірінші жауапты температура табылады.

Ара жіктің төмен деформациялануы кезінде динамикалық рекристализация дами бастайды, оның нәтижесінде тең өсті ұсақ дәнді микроқұрылым қалыптасады. Нәтижесінде жоғары температуралы интервалда деформациялану егер материалда сұйықтық болған кезде пластиналы микроқұрылым түзілуіне әкеледі. Бұл температура интервалдарындағы деформация механизмі әртүрлі болады. Егер бірінші жағдайда деформация дислокацияның ішкі қозғалысы және дәндердің «қатты» шектерінен жартылай сырғу есебінен жүзеге асырылса, екінші жағдайда деформацияның негізгі механизмі болып материалда бар сұйық фазаның пленкаларында дәндердің сырғуы табылады. Оптималды параметрлерді (сәйкес температура, айналдыру жүктемесі, айналдыру бұрышы) таңдау арқылы базисті текстурасының жақсы даму көрсеткіштерімен және тоқтың критикалық тығыздығының жоғары мәнімен тығыз Bi-ЖТАӨ керамика үлгілерін алуға болатыны көрсетілді.

2.6 Bi-ЖТАӨ материалдарының критикалық токтары

Тасымалдаушы токтың критикалық тығыздығы J_C 1 мкВ/см 40 К нен 77 К критериясын пайдалану арқылы өлшенді. Тсχ өту температурасы кезінде күрделі магниттік сезімталдықты (χ=χ«+iχ») және Тр шекті температурасы кезінде сезімталдықтың жалған (χ ») бөлігінде өлшеуді айнымалы токтағы «CryoIndustry Модель нөмірі REF-1808-ACS» құрылғысында жүзеге асырылды. Пайдаланылатын жиілік 295Гц, ал магниттік өріс мәні 5Э құрады. Jcs экрандалған критикалық ток тығыздығы χ жалған бөлігіндегі Тр шекті

температуасында Бин моделін қолдану арқылы мына формула бойынша есептелді:

$$Jcs\ (Tp) = H_a / (lw)^{1/2} \qquad (7)$$

мұндағы H_a – магниттік өріс, ал l және w – өзек пішінді (~ 2мм × 2мм) сынаманың көлденең қимасының ауданы.

Сыртқы алаңдағы сұйық гелий температурасы H~10 Тл болған кезде бұл композиттердің критикалық тоқ тығыздығы Jc~$2 \cdot 10^5$А/см^2 жетеді. 10 Тл жоғары магнитті өрістерінде критикалық тоқтың температуға тәуелділігі аумаққа H>20Тл таратын жазықтықтың болуымен сипатталады. Міне сондықтан олар кернеулілігі 20 Тл жоғары магнитті өрісі магниттік жүйелерде пайдаланудың перспективті жоғары өтімді материалдары ретінде қарастырылып отыр, олардың Nb_3Sn негізіндегі композиттерді алмастыру мүмкіншіліктері бар. Bi-2223 таспалары [118] (Jc~2×10^5 А/см^2) сұйық азот температурасында критикалық тоқтың жоғары сипаттамасын айқындайды, коммерциялық пайдалану талаптарына сай (Jc~5×10^4 А/см^2) келеді.

2.7 Критикалық температураны өлшеу

Әзірленген сынамалар «Cryodyne refrigeration system Model 22» криогенді камерасының көмегімен гелий газының тұйықталған жүйесінде температурасын «Lake Shore (Model 330)» құрылғысының көмегімен бақылап, «Keithley 2000»электр контурының вольт-амперлік сипаттамалары өлшенді. Таблеткалар мен таспаның 3см қиындысын әрбір күйдіру (24, 50, 100, 125 сағаттық) кезеңінен өткен соң, жоғарыда аталған құрылғылар жүйесі арқылы критикалық температурасы анықталып отырды. Кез-келген сынама үшін, бірінші күйдіру үдерісінен кейін – 24 сағаттық, сынаманың критикалық температурасы ЖТАӨ қатарына жатпаса да (Тс<77 К), оның критикалық температурасы өлшенуі тиіс. Себебі өте ұзақ уақытты талап ететін сынамаларды әзірлеу үдерісі кезінде болуы мүмкін кейбір қателіктерден соң, сынама мүлде асқынөткізгіштік қасиетіне ие болмауы мүмкін. Сынаманың асқынөткізгіш қасиетіне ие екендігін алғашқы өлшеу кезіндеанықтауға болады. Ол әдетте 50-70 К төңірегінде болуы мүмкін. Әрбір критикалық температураны өлшеу уақыты 5-6 сағаттық уақытты талап ететіндігін ескере отырып, бірінші күйдіру кезінде Тс өлшеу үдерісін орындау қажет. Сынаманың вольт-амперлік сипаттамалары криокамера ішінде жүргізілетіндіктен, арнайы өте төменгі температураға шыдамды сым зондтар қолданылып, керамикалық сынама бетімен қышқылда ерітілген күміс бояу арқылы байланыстырылады. «Cryodyne refrigeration system Model 22» криогенді камерасы вакуумдық кеңістікке гелий газын тотыру арқылы қажетті температураны қамтамасыз ететіндіктен, өлшенетін критикалық температура теріс қысым жағдайында алынады. Қысымның өте төменгі жағдайы (вакуум) өз кезегінде, критикалық температура мәніне әсер етуі мүмкін. Себебі соңғы екі үш жылдың ішінде жарияланған

ғылыми еңбектердің нәтижелеріне назар аударатын болсақ аса үлкен 150-170 ГПа - қысымдарында 203-250 К болатын критикалық температураны тіркеген. Сондықтан аталған жұмыстағы зерттеулер нәтижелеріне қысымның әсері қандай болатындығы келесі ғылыми жұмыстардың еншісінде.

Сынамалардың фазалары «Bruker D8 Advance» (XRD) дифрактометрдің көмегімен ұнтақтаудифракциясының рентгенографиясы арқылы зерттелді. Таспалар мен таблеткалардың микроқұрылымдары «Philips XL 30» сканерлеуші электронды микроскоп (SEM) және энергодисперсиялық Рентгендік спектроскопия (EDX) арқылы зерттелді. Сонымен қатар, наноұнтақтардың орташа өлшемдерін анықтау «Philips модели CM12» сәулені өткізу (трансмиссиялық) электронды микроскоп (TEM) арқылы жүзеге асырылды.

Тәжірибелік бөлім бойынша тұжырым

Екінші тарауда қойылған мақсаттарға қол жеткізу үшін қажетті зертханалық құрылғылар, олармен жұмыс жасау принциптері және зерттеу әдістері туралы мәліметтер келтірілді. Атап айтқанда автордың жеке қатысуымен қатты фазалық әдісі және бірлесіп тұндыру әдістері игеріліп, осы әдістердің көмегімен ЖТАӨ материалдары жасалды. Сынамалардың әзірлеудің екі түрі игерілді. Біріншісінде сынаманы таблетка пішінінде, екіншісінде «Powder in tube»әдісімен таспа пішінді сынамалар алынды. Таспа түрінде жасалған сынаманың таблетка түріндегі сынамадан сипаттамалары жағынан ерекшеленеді.Себебі таспа түрінде жасалған сынамаға сыртқы қысым әсері төмен болғандықтан, дәнаралық байланыс төмен болып, кристалдық құрылымы ерекше түрде түзілуі мүмкін. Сонымен қатар, Төрт зонд әдісі арқылы сынамлардың электр кедергісінің температураға тәуелділігін анықтап, алынған тәуелділік графигі арқылы критикалық температураны анықтауға болады. Айнымалы токтың магнит сезімталдығының температураға тәуелділігі арқылы критикалық температура мен критикалық ток тығыздығы мәндерін анықтау әдістері игерілді. Сондай-ақ рентгендік дифрактометрия мен сканерлеуші электронды микросокптың көмегімен алынған нәтижелерді талдау жұмыстары ұйымдастырылды.

3 ТӘЖІРИБЕ НӘТИЖЕЛЕРІН ТАЛҚЫЛАУ

ЖТАӨ материалдары құрамына түрлі қоспаларды ендіру арқылы негізгі параметрлеріне өзгерістер жасау әдістерінің ішінде наноөлшемді қоспаларының әсері ерекшеленеді. Егер қоспа мөлшерін негізгі құрам мөлшеріне шамалас көлемде енгізетін болсақ, онда ЖТАӨ материалының негізгі кристалдық торына өзгерістер жасалып, метал-оксид жазықтығының параметрлері өзгереді. Аталған жұмыста наноөлшемді қоспалардың мөлшері өте аз болады. Ондағы негізіг мақсат-ЖТАӨ материалының кристалдыққұрылымына өзгеріс жасамай, тек магниттік құйындарының қозғалысын тоқтатуға арналған пиннингтік күштерді жасайтын нүктелік ақаулар жүйесін құрастыру. Бұл жұмыста таңдалған наноөлшемді CZFO және NZFO қоспаларын таңдаудағы негізгі себепті жоғарыдағы тарауларда атап көрсетілгендей, бұрынғы жұмыстарда наноөлшемді Co-Fe-O, Ni-F, Co-Ni-Fe-O, Zn-O, Fe-O қоспаларының әсерлеріне сүйене отырып таңдалды. Мұндағы антиферромагнитті $Co\text{-}Fe_2O_3$, ферромагнитті - Fe_3O_4 және диамагнитті ZnO қоспа ретінде қолданудың нәтижесінде BPSCCO критикалық температура мен критикалық ток тығыздығының артуына әкелді. Күрделі магниттік оксидтер пиинигтік орталықтың діңгегі ретінде тиімді материал ретінде қолдануға болады. Олар күшті құрылымдық, электрондық, және магниттік, тіпті иондық еркіндік дәрежелерінің күшті әсерлесуіне негізделген қасиеттердің көптеген түрлеріне ие. Осыған дейінгі жұмыстарда $Cu_{0,5}Tl_{0,5}Ba_2Ca_2Cu_3O_9$ құрамына жалпы массасының 0,08% етіп CZFO қоспасын ендіргенде критикалық температура мәні 3,35% және тиімді ақаулар концентрациясының артуы анықталған еді. Сондықтан осы жұмыста CZFO және NZFO таңдалды, себебі ол наноөлшемдгі ең тиімді суперпарамагнит, сонымен қатар, ол ферриттік және ферромагниттік нұсқа ретінде қолданылады. Егер нано қоспаның өлшемі - d магниттік өрістің ЖТАӨ материалы бойына λ-ену тереңдігінен кіші және ξ- когеренттік ұзындығынан үлкен болған жағдайда критикалық ток тығыздығы - J_C жоғарылайды деген тұжырымды пайдаланамыз. Сонымен қатар, d-ақаудың өлшемі ξ- когеренттік ұзындығы мәніне жақындаған сайын ағынның пиннигтік күші жоғарылай түседі деген тұжырымды да қолдануға болады. Бұл жұмыста наноөлшемдері 5 нм, 20-50 нм болатын ұнтақтары BPSCCO және YBCO ЖТАӨ материалдарына қолданылады. Бұл өлшем ($\xi < d < \lambda$) шартын орындайды.

Қатты фазалық әдіс бойынша әзірленген сынамалардың сипаттамаларын бірлесіп тұндыру бойынша әзірленген сынамалардың сипаттамаларымен салыстыру нәтижесінде олардың, фазалық құрылымы бойынша өзгешелігін рентгендік дифрактометрияның көмегімен анықтауға мүмкіндік берді. Қатты фазалық әдіспен әзірленген таблетка мен таспа арасындағы фазалық құрылымы мен кристалдық құрылымдары да өзгешелік беретіндігі анықталды.

3.1 $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары

Берілген жұмыста мөлшері 20-50 нм болатын $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (CZFO) нанобөлшегінің $YBa_2Cu_3O_{7-}$(YBCO) материалы сипаттамаларына әсері қарастырылады. Бастапқы $YBa_2Cu_3O_7$ материалына ($Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$) массаның x= (0,00; 0,1; 0,2; 0,3 және 0,4)мас.% мөлшерінде қосып, қатты фазалық әдісі көмегімен таблетка пішініндегі сынамалар әзірленді [140]. Рентгендік дифрактометрия сынамалардың барлық үлгілерінде YBCO фазасына жататын шыңдарды көрсетті. Кедергінің температураға тәуелділігін анықтай отырып, критикалық температурасы Тс 90 К (x = 0 мас.%) -ден 91 К (x = 0,1 мас.%) дейін шамалы жоғарылады, содан $_{кейін}$ x≥0,2 мас.% кезінде төмендеді. Магниттік сезімталдықтың χ” жалған бөлігінің Тр ең жоғарғы температурасы x=0-0,3 мас.% сынамаларда шамамен 79- 76 К құрады. Алайда, x=0,4 мас.% сынамасында 60 К дейін күрт төмендеуі байқалды, бұл бөлшектер арасындағы байланыстың әлсіздігін көрсетеді, нәтижесінде CZFO қосылған кезде ілеспе шығындарға әкелді. x = 0,1мас.% сынамасы барлық зерттелген сынамалардың ішіндегі ең жоғары Тс және Jc көрсетті. Бұл нәтижелер $YBa_2Cu_3O_7$ басқа материалдардың қосындыларымен салыстырылды.

Магниттік наноматериалдың магнит өрісі және ЖТАӨ материалындағы магнит құрылымымен өзара әрекеттесуі арқылы асқынөткізгіштің критикалық ток тығыздығын арттыра алады [112, 113]. BPSCCO-ға антиферромагниттік Co-Fe_2O_3, ферромагниттік Fe_3O_4 және диагнетикалық ZnO қосуарқылы токтың критикалық тығыздығын арттырды [114]. $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) құрамына наномөлшерлі PbO-ны қосу ток тығыздығы мен критикалық температураның жоғарлағанын көрсетті [115]. Жоғарғы Тс өткізгіштерге наномөлшерлі бөлшектерді қосу Jc-тің жоғарылауына, сонымен қатар Тс критикалық температураның жоғарылауына әкелуі мүмкін [116-120]. Сондай ақ, ферромагнитті нанобөлшектер, мысалы, Co_3O_4 және $CoFe_2O_4$ [121], YBCO критикалық температурасын төмендетеді.

Күрделі магниттік оксидтер магнит ағынының пиннингтік нүктелерін жасау үшін перспективті материалдар болып табылады. Олар құрылымдық, электрондық, магниттік және тіпті иондық еркіндік деңгейлері арасында күшті өзара әрекеттесуден туындаған көптеген қасиеттерге ие [122]. 0,08 мас.% $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (CZFO) қосылған $Cu_{0,5}Tl_{0,5}Ba_2Ca_2Cu_3O_9$ критикалық температурасының 3,35 % жақсарғанын және ақаулар концентрациясының жоғарылауын көрсетті [77, P.145]. CZFO наномөлшерде суперпарамагнит болып табылады және сынама ретінде күйдрігеннен соң ферромагниттік қасиеті пайда болуы мүмкін [123].

Магниттік бөлшектердің *d* сипаттамалық өлшемі ξ-когеренттік ұзындығынан үлкен, бірақ *λ* ену тереңдігінен кіші болса, критикалық ток тығыздығының артатындығы анықталды. Келесі бір жұмыста ақаулардың мөлшері d таяғанда ағынның пининғтік күші жақсаруы ұсынылған [124]. YBCO

үшін ξ- когеренттік ұзындығы шамамен 1,65 нм, ал ену тереңдігі λ- шамамен 156нм [125].

Бұл жұмыста орташа мөлшері d=20-50 нм болатын $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ішіне қосылды. Мұнда d өлшемі таңдалған себебі, ол YBCO-дің когеренттілік ұзындығы мен ену тереңдігі арасында болып табылады: $\xi<d<\lambda$. Бұл жұмыстың мақсаты осы нанобөлшектердің YBCO асқынөткізгіштің қасиеттеріне әсерін зерттеу болды. Құрылымдық қасиеттерімен қатар электрлік кедергі де өлшенді.

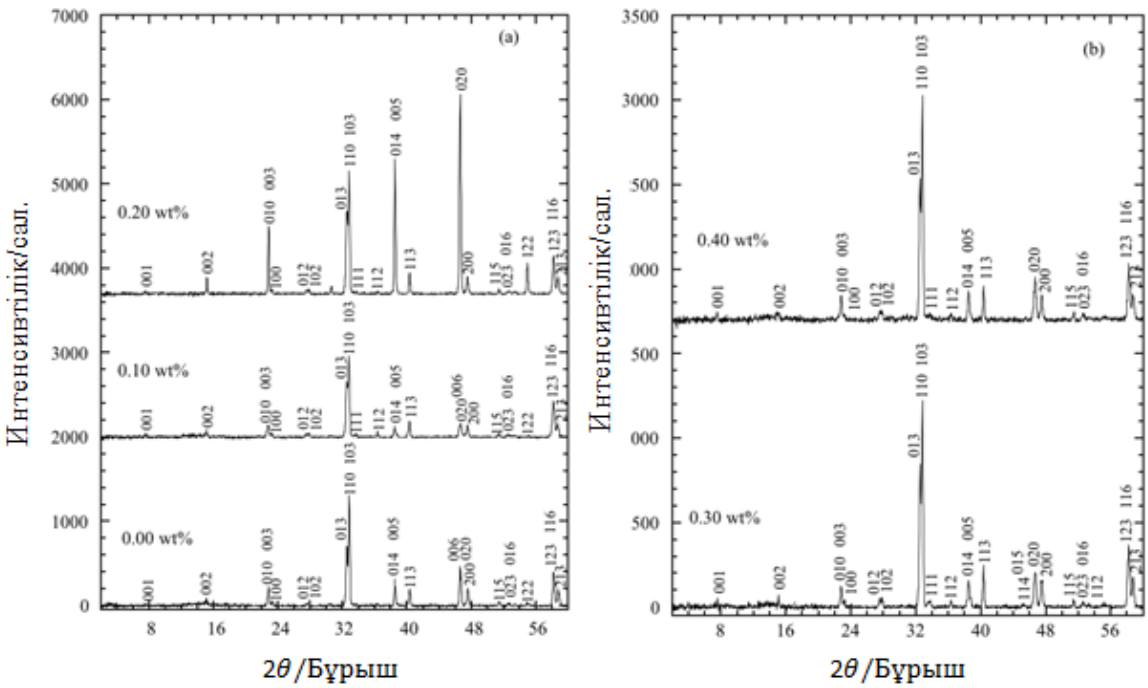
Материал жоғары сапалы (>99,9 %) Y_2O_3, $BaCO_3$ және CuO қолдана отырып, $YBa_2Cu_3O_7$- химиялық формуласымен дайындалған. Ұнтақтар 900° С температурада 24 сағат бойы үзіліссіз ұнтақталды және күйдіру үдерісі қайталанып отырды. Наноөлшемді $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ кейіннен бастапқы формуласы $YBa_2Cu_3O_7(Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4)_x$ болып табылатын нәтижелі ұнтақтарға қосылды, мұндағы x = 0; 0,1; 0,2; 0,3 және 0,4 мас. % құрайды. Наноөлшемді ұнтақтардан диаметрі 12мм және қалыңдығы 2мм таблеткалар жасалып, 900° С температурада 24 сағат бойы күйдірілді.

Нәтижесінде пайда болған фазалар Bruker D8 Advanced диффрактометрі көмегімен рентгендік дифракция әдісімен анықталды. Сынаманың кристалдық торының параметрлері кемінде 10 дифракциялық шыңды пайдаланып есептелді. Өріс эмиссиясын сканерлеуші электронды микросуреттер (FESEM) Merlin Gemini сканерлеуші электронды микроскоптың көмегімен жазылды. Philips CM12 моделді трансмиссиялық электронды микроскоп (TEM) $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ бастапқы нанобөлшектердің мөлшерін анықтау үшін пайдаланылды.

Тұрақты токтың электрлік кедергісінің температураға тәуелдігін өлшеу төрт нүктелі зонд әдісі арқылы жүзеге асырылды, мұнда CTI Cryogenics жабық циклды тоңазытқышпен (22 модель) және Lake Shore (Model 330) температура реттегішін және күміс паста контактілерін қолданып жасалды. Айнымалы токтың магнит сезімталдығын өлшеу үшін жиілігі 295Гц және магнит өрісі 400А/м болатын модель нөмірі REF-1808-ACS-тен болатын Cryo Industry сульфометрі қолданылды. Үлгі көлденең қимасы шамамен 2×2 мм^2 болатын талшық пішінде болды. Бин моделі (7) формуласымен T_p максимум температурасындағы χ” критикалық ток тығыздығын есептеу үшін пайдаланылды, мұндағы H - қолданылатын өріс, l және w – талшық пішінді сынаманың көлденең қимасының өлшемдері [126].

$$J_c(T_p) = H/(lw)^{1/2} \qquad (7)$$

Барлық сынамалар $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ бір фазаны көрсетті. 14. a -суретте x = 0, 0,1 және 0,2 үшін сынамалардың рентгендік дифрактометрия нәтижесі көрсетілген. 14. b -суретте x = 0,3 және 0,4 үшін сынамалар көрсетілген.

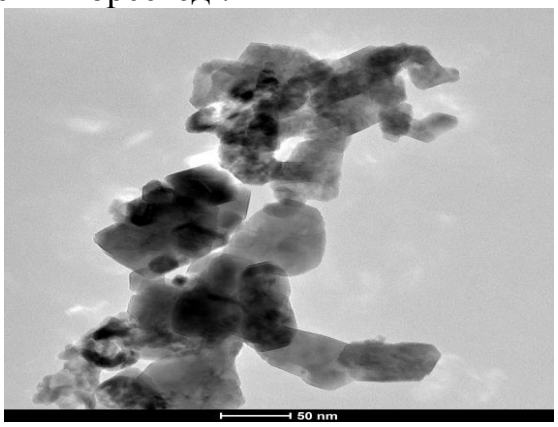


(a) x = 0, 0,1 және 0,2% және (b) x = 0,3 және 0,4%

Сурет 14 - CZFO қосылған $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ сынамаларының рентгендік дифрактометрия нәтижесі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [140]

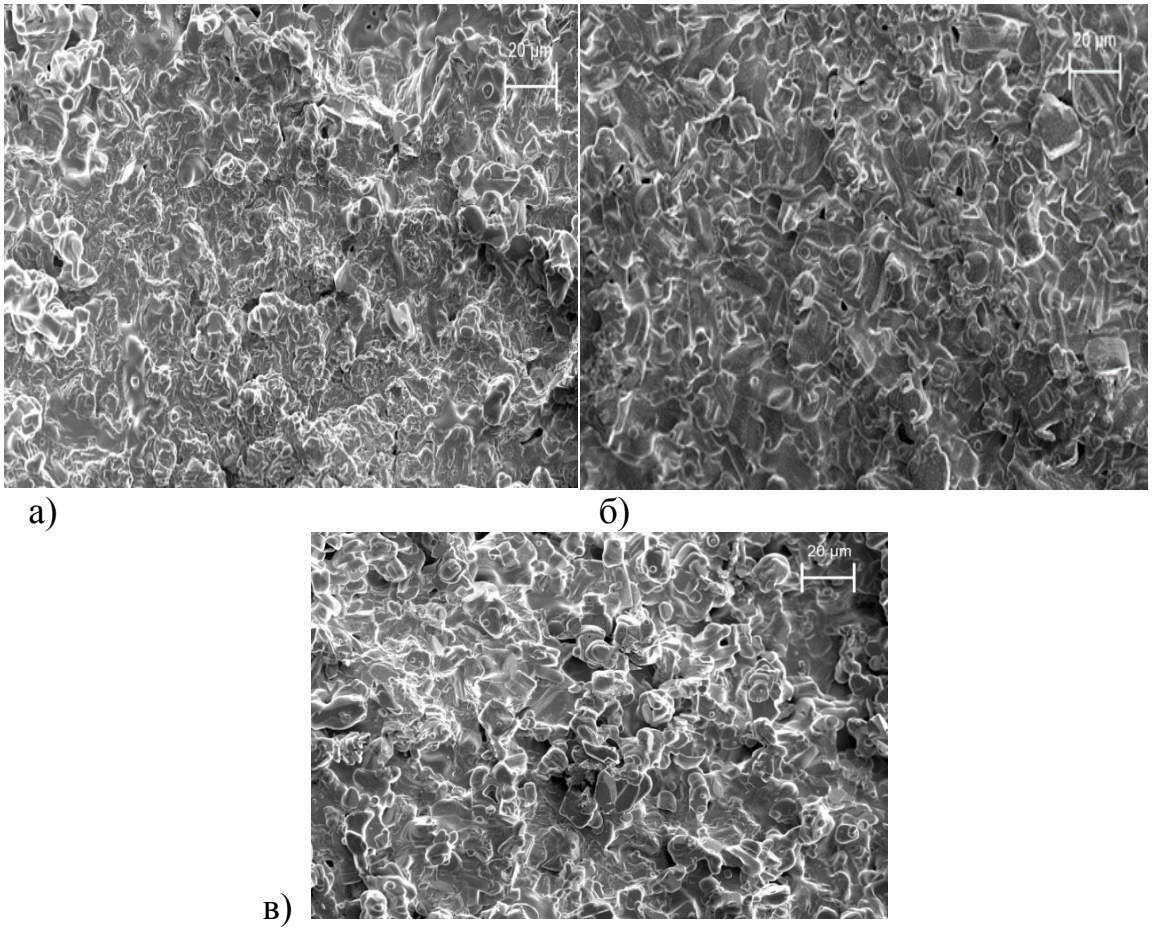
Қоспасыз $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ торының параметрлері a=3,826 Å, b = 3,893 Å және c=11,702 Å болады. Тордың c/a және c/b параметрлерінің қатынасы тордың ішкі кернеуін көрсетеді. Барлық сынамалар үшін c/a ~ 3,06 және c/b ~ 3 арақатынасы осы сынамаларда тордың ішкі кернеуінде ешқандай өзгеріс болмайтындығын болжайды. 15-суретте CZFO-дің TEM микросуреттері бөлшектердің мөлшері 20 мен 50 нм аралығында екенін көрсетеді.



Сурет 15 - CZFO-ның TEM микросуреті

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [140]

16-суретте x =(0, 0,1 және 0,4) мас.% үшін SEM микросуреттері CZFO қосылғаннан кейін бөлшек мөлшері ұлғайды, яғни сәйкесінше 3,5 және 10 мкм құрағанын көрсетеді.



а) б)

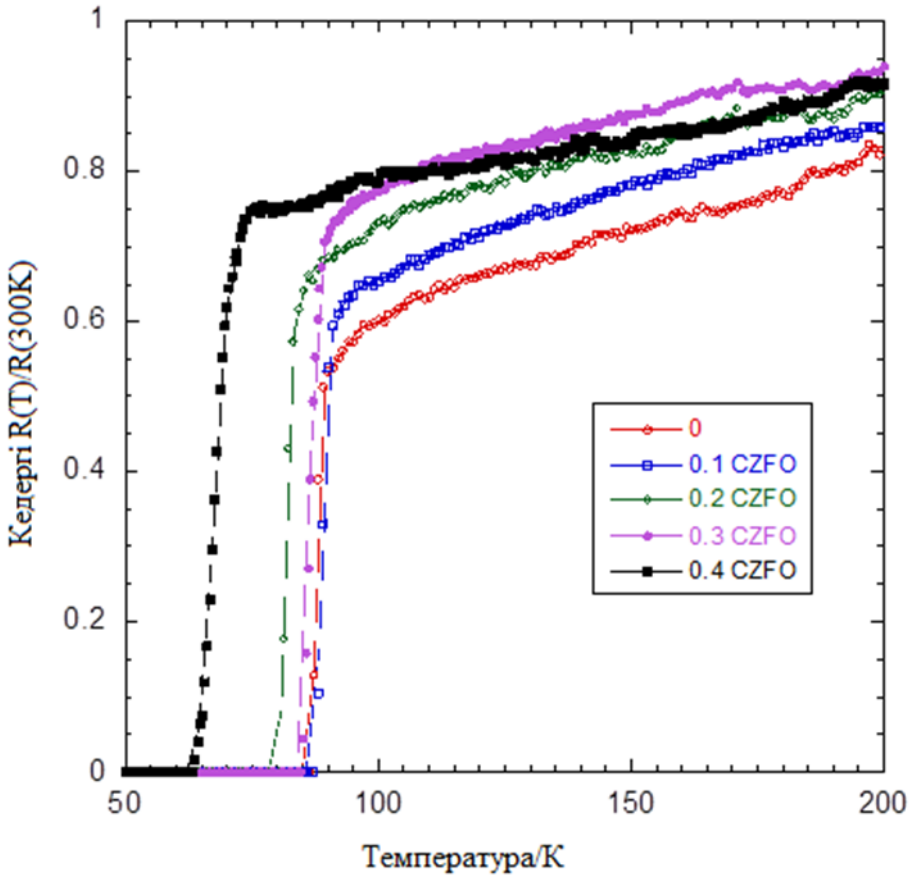
в)

а- x =0, б-0,1 және в-0,4 мас.%

Сурет 16 - Массалық сынамалардың SEM микросуреттері

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [140]

17-суретте көрсетілген бойынша электрлік кедергінің температураға тәуелдігінен келесі жағдайларды байқауға болады: CZFO ауысу температурасына шамалы әсерін тигізді, мұнда $T_{c\text{-}onset}$ асқынөткізгіштікке өту температурасы x = 0,1мас.% үшін көбейіп, содан кейін тағы қаоспалар қосқан кезде азайды.

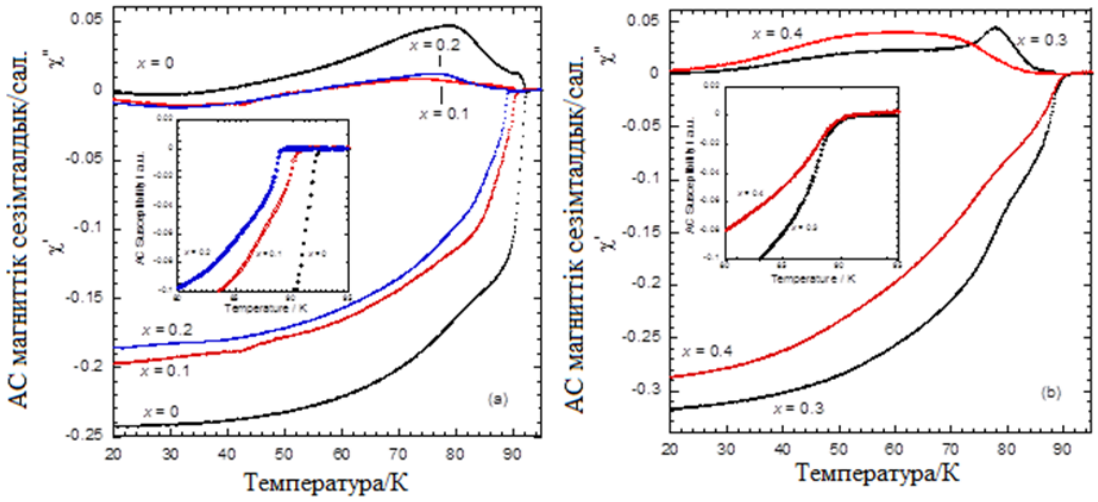


Сурет 17-CZFO нанобөлшектері қосылған $YBa_2Cu_3O_7$ сынамалардың электр кедергісінің температурадан тәуелдігі [140]

x = (0,2 және 0,3)мас.% сынамаларында өту температурасының аздап төмендегенін көрсетті. Алайда, x = 04 мас.% сынамада $T_{c\text{-onset}}$ (73 K) және $T_{c\text{-нөл}}$ (63K) күрт төмендеді. Барлық сынамалар өтпелі температурадан асқан соң металл тәрізді қалыпты күйді көрсетті. x = (0, 0,1, 0,2 және 0.3)мас.% үшін өткізу ені, T_c шамамен 5 K және x = 0,4мас.% үшін 10 K құрайды. Бұл жеке асқынөткізгіш дәндерінің ауысу температурасының өзгеруіне байланысты болуы мүмкін, өйткені CZFO мөлшері x = 0,4мас% болған.

18-суретте CZFO нанобөлшектері қосылған $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ сынамаларының($\chi=\chi'+\chi''$) айнымалы ток магниттік сезімталдығының температурадан тәуелдігі (a) x = (0,00, 0,1)мас.% және 0,2мас.% және (b) x=(0,3 және 0,4) мас.%. Қосымша ауысу температурасының жанындағы χ' мәндерін көрсетеді. Анықалған мәндер бойынша айнымалы токтың магниттік сезімталдық өлшеуімен өлшенген өту температурасы (T_{cx}') осы күрделі оксидтердің қосылуымен аздап төмендеді. Қоспасыз үлгі T_{cx}' = 92 K көрсетті, ал басқа сынамаларда 90 мен 91 К арасындағы ауысу байқалды. Ауысу температурасынан төмендегенде ($\chi=\chi'+\chi''$) күрделі магниттік сезімталдықтың χ' нақты бөлігінің күрт төмендеуіне диамагниттік қалқандау себеп болады, ал

χ” магниттік сезімталдықтың жалған бөлігіндегі шың айнымалы токтың шығындарын білдіреді.



Сурет 18 - Айнымалы ток магниттік сезімталдығының температурадан тәуелдігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [140]

Айнымалы токтың магниттік сезімталдығын өлшеу екі шығындар шыңын айқындады: қосылу шығындарына байланысты (Тр) төмен температурадағы жалпақ шыңды және ішкі шығындардың әсерінен жоғары температурада жіңішке шыңды болады. Барлық сынамалар жоғары температурадағы шыңды көрсетті, бұл χ’ магнит сезімталдықтың нақты бөлігінің күрт төмендеуімен сәйкес келеді. Бұл үлкен дәнаралық потенциал мен сынамадәндеріне ағынның еніп жатқандығын көрсетті. Асқынөткізгіштік фазаның дәнаралық байланысы төмен болудың нәтижесінде CZFO қосылған кезде Тр төмендеді. x = 0,4 мас.% сынамасының Тр төмен температураға (60 К) ығысуы пиннинг күшінің әлсіздігінен болуы мүмкін, мұнда пиннинг неғұрлым әлсіз болса, соғұрлым Трығысуы үлкен болады. Тр кезінде айнымалы ток өрістің амплитудасы ағынның толық ену өрісіне тең болады.

Егер қолданылған Н өрісі бірінші толық ену өрісіне тең болса, онда ағын сызығы асқынөткізгішке толығымен енеді, ал шығындар максималды болады. критикалық ток тығыздығының температураға тәуелдігін осыдан, яғни критикалық күй сынамасын қолдану арқылы анықтауға болады. Температура шыңындағы тасымалдағыш критикалық ток тығыздығы Jc (Тр) = 16 – 18 Асм$^{-2}$. X = 0,1% сынамасы үшін ең жоғары Jc (76 К) = 18Асм$^{-2}$ көрсетті. Бұл жұмыс осы сынама ауысу температурасы мен критикалық ток тығыздығы бойынша ең жақсы нәтиже көрсеткені тіркелді. 5-кестеде $T_{c\text{-zero}}$, $T_{c\text{-onset}}$, ауыспалы ток арқылы магнит сезімталдығының ауысу температурасы, χ”ең жоғары температурасы, T_c және Тр, Jc (Тр) үшін дәнаралық критикалық ток тығыздығы көрсетілген.

Сонымен қатар, кристалдық торлар параметрлерінде жүйелі өзгеріс байқалмады және оны 6-кестеден байқауға болады [140].

Кесте 6 - CZFO нанобөлшектері қосылған YBa2Cu3O7-δ сынамалары үшін кристалдық тор параметрлері, Tc-zero, Tc-onset, Tcx'Tp, Jc(Tp)

x / Вт %	a / Å	b / Å	c / Å	$T_{c\text{-onset}}$ / K	$T_{c\text{-zero}}$ / K	T_{cx}' / K	T_p / K	$J_c(T_p)$ / A cm^{-2}
0,00	3,826	3,893	11,707	90	85	92	79	16
0,10	3,830	3,893	11,716	91	86	91	76	18
0,20	3,828	3,896	11,693	86	78	90	77	17
0,30	3,827	3,895	11,716	89	84	90	77	16
0,40	3,834	3,895	11,713	73	63	90	60	16

YBCO-ға әртүрлі қоспалар мен нанобөлшектердің әсері 6-кестеде көрсетілген. Суперпарамагнитті CZFO J_c және $T_{c\text{-zero}}$да біршама жақсарды. FeF_2 [7, P.958] сияқты антиферромагнитті материал, Cr_2S_3 [126, P.3] сияқты фермагниттік материалдар, және диамагниттік CdTe [127, P.3364] $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$-тың T_C күшейтті, ал Co_3O_4 [128, P.2] пен $CoFe_2O_4$ [122, P.737] сияқты ферромагниттік материалдар ауысу температурасын басады.

Кесте 7 - Берілген жұмыстағы критикалық температураның басқа жұмыстармен салыстыру

Қоспа	*x* / wt.%	$T_{c\text{-onset}}$/ K	Деректер
Non-Added $YBa_2Cu_3O_{7-d}$	0	90	Осы жұмыс
$Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (суперпарамагнит)	0,1	91	Осы жұмыс
Cr_2S_3 (феромагнит)	0,05	93	[91]
Co_3O_4(феромагнит)	0	92	[110]
FeF_2(антиферомагнит)	0,03	92	[7]
CdTe (диамагнит)	0,07	93	[116]
$CoFe_2O_4$ (феромагнит)	0	92	[63]

Қорытындылай келе, CZFO-нің $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$-ға әсері зерттелді. CZFO қоспалардың төмен деңгейіне (x=0,1)% ауысу температурасын және критикалық ток тығыздығын жақсартты. Одан жоғары мөлшерде CZFO қосылған кезде χ" (T_p) ең жоғары температурасы және критикалық ток тығыздығы Jc (Tp) төмендеді, өйткені ағын пиннингі және түйіршік аралық байланыс әлсірейді. Бұрынғы жұмыстармен салыстыра отырып, жалпы ферромагниттік материалдар T_C төмендейді, ал суперпарамагниттік,

фермагниттік, антиферромагниттік және диамагниттік бөлшектер сияқты басқа материалдар қоспа деңгейі азайғанда кезде Tc және Jc күшейтеді. Бұл нәтижелер $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ асқынөткізгіш сипаттамаларын жақсарту үшін тиісті қоспаны анықтауда пайдалы болуы мүмкін. Басқа материалдардағы кейінгі жұмыстар магниттік нанобөлшектердің жалпы осы өткізгіштерге әсерін анықтауда пайдалы болуы мүмкін.

3.2 $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары

Берілген жұмыста CZFO және NZFO наноұнтақтары BPSCCO материалына пиннингтік нүктелер алу мақсатында ендірілді [138]. Аталған наноұнтақтардың таңдалу себебі осыған дейінгі жұмыстарда осы магниттік ұнтақтарға ұқсас келетін ұнтақтарды қосу нәтижесінде ЖТАӨ материалының құрамына ендіріп, оның критикалық ток тығыздығы мен критикалық температурасына оң әсерін алғандығы баяндалды [129, 130]. Fe_3O_4 және Co_3O_4 секілді наноұнтақтары Jc жоғарылату мақсатында қолданылған [7, P.960, 75, P.1075]. d – наноөлшемдері ξ- когеренттік ұзындығынан үлкен болған наноұнтақтары Jc жоғарылатуға мүмкіндік беруі мүмкін [131].

ЖТАӨ-материалдарындағы пиннингті ынталандыратын ең көп таралған ақаулар нүктелік ақаулар болып табылады, олар көбінесе оттегінің вакансиялары қарастырылады. Олардың статистикалық таралуы жағдайында когеренттілік ұзындығын өлшемінің бұл ақаулары критикалық температураның (δT_C-пиннинг) жергілікті вариацияларымен негізделген пиннинг орталықтары ретінде жұмыс істейді. Нүктелік ақау жағдайында δα-пиннингті сипаттайтын параметр

$$\delta\alpha \sim f(nh \times T_C)/\xi 3h, \qquad (8)$$

мұндағы *nh* –ақаулар саны, ξ–когеренттік ұзындығы.

Bi-ЖТАӨ құрылымдарын нақтылау нәтижелерінде, олардың кристалдық торларында оттекті вакансиялардан басқа, Ca қабаттарында ауыр катиондарға Ca алмастыру типіндегі нүктелік ақаулар болуы мүмкін. CuO_2 торларының сегіз оттегімен үйлестірілген кальцийді алмастыру кезінде, осы кристалдық торларда потенциал рельефінің бұзылуын, реті бойынша екі-үш кезеңге тең тор шамасының, тасушылардың шоғырлануының жергілікті флуктуацияларының пайда болуын, тиісінше оларда T_C төмендеуін күту керек, бұл оларды пиннинг нүктелік орталықтары ретінде қарауға мүмкіндік береді. Сондықтан ол төменгі температурадағы құйынның қозғалысын бақылайды; температураның жоғарылауы кезінде оның әрекеті тез әлсірейді. Температураға әлсіз тәуелді жоғары энергияға екілік шекаралар түріндегі ұзын ақаулар, планарлы және колумнарлы ақаулары, дәндердің жоғары бұрыштық шекарасы, немесе ұжымдық пиннингтік ие. Ол азот температурасында да тиімді, яғни криоген

ретінде азот пайдаланылатын құрылғыларда пайдаланылатын материалдар үшін өзекті болады.

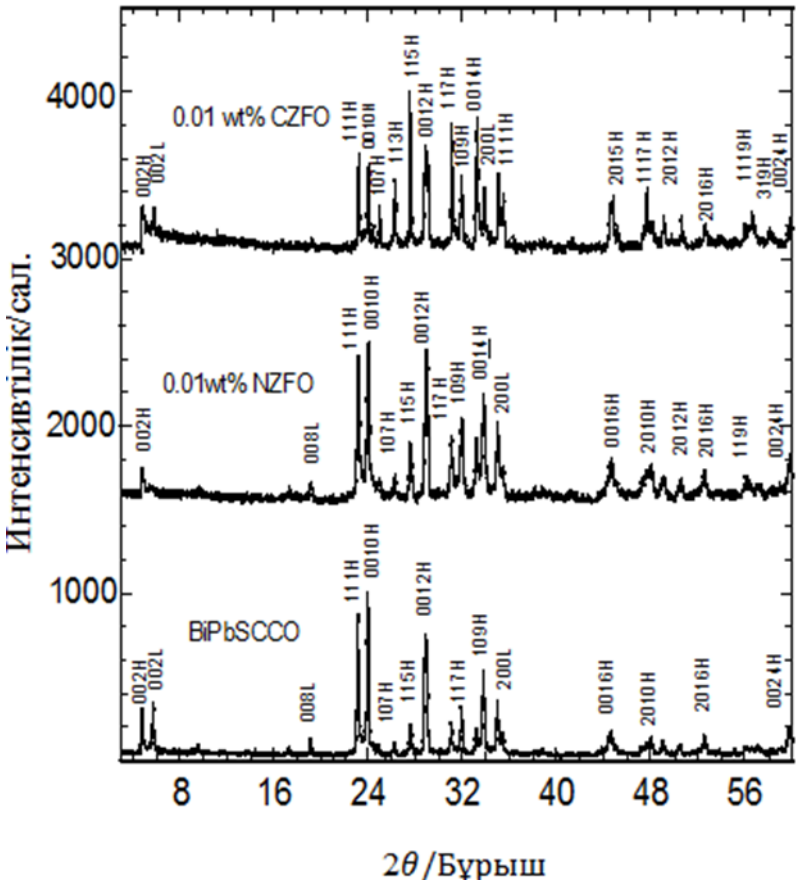
Ұзындығы ақаулардың айырмалық ерекшелігі құйынды жүйенің тиісті бағдарларында пиннингтің энергиясы құйынды осінің бойымен сызықтық өседі. Күшті анизотропты пиннинг, ұзын ақауға тән, нүктелі ақауға тән әлсіз изотропты пиннингпен үйлеседі. пиннинг материалдардың жоғары энергетикалық сәулеленулермен сәулеленуі нәтижесінде пайда болатын колумнарлық сияқты созылмалы ақауларда және қосындылардың шектерінде егжей-тегжейлі зерттелген. Екілік жазықтығы бар қосындылардағы пиннинг әдетте Y-ЖТАӨ негізіндегі материалдарға қосымшада қарастырылады; Bi-ЖТАӨ-да мұндай қосарлық жоқ. Жоғары энергетикалық бөлшектер материалы арқылы өту жолы бойынша түзілетін, тәртібі бұзылған созылмалы цилиндрлер болып табылатын колумбнарлық ақаулар, олардағы кристаллографиялық тәртіп көп дәрежеде бұзылғандықтан, қосарлы жазықтықтармен салыстырғанда, пиннингтің неғұрлым тиімді орталықтары болуы мүмкін. Ұзын ақауларды қарастырған кезде шекаралары жеткілікті дәрежеде қатты, бағыттары өзгерген, дән аралық шкаралары бұзылғандығы анықталды. Bi-ЖТАӨ пиннинг мүмкін болатын ұзын ақаулар ретінде Bi-ЖТАӨ-да модуляцияланған құрылымдардың пайда болуы нәтижесінде пайда болатын атомдық ығысу толқындарын қарастыру керек. Бұл жағдайда пайда болатын химиялық құрамның жергілікті градиенттері (флуктуациялар) және "экстракышқылды" енуі δТС-типті ұзын ақаулар жолақтарының пайда болуына әкеп соқтыратыны анық. Пиннинг энергия көлемін бағалау үшін тұрақты және айнымалы токтағы электр қарсылығын, сыртқы магнит өрісін әртүрлі бағдарлауда магниттік қабылдағыштықты, критикалық токтың релаксациясын және т. б. өлшеу сияқты әртүрлі әдістер қолданылады. Алайда, бұл эксперименттерді түсіндіру өте қиын, себебі материалда, әдетте, бір уақытта түрлі ақаулар бар және тек олардың біреуінің қатысуымен ғана байқалатын әсерлерді түсіндіру өте қиын.

Ұзын пластиналар болып келетін ақаулар сынаманы таспа ретінде әзірлеген жағдайда көбірек кездеседі. Алайда берілген тәжірибеде сынаманы таблетка ретінде жасағандықтан, критикалық ток тығыздығы мен критикалық температураға әсер етуші параметрлер тек наноұнтақтың өлшемі ғана болуы мүмкін. Бұл жағдайда d – наноұнтақтың өлшемі ξ - когеренттік ұзынды пен λ ену тереңдігі арасында болса критикалық ток тығыздығ артуы мүмкін [132].

Сонымен қатар, $\xi \leq d < \lambda$, яғни наноұнтақтың мәні когеренттік ұзындыққа жақын келсе, критикалық ток одан да жоғары мәнге ие болуы мүмкін [133]. Күшті магниттік ұнтақтар магниттік ағынның қозғалысын тоқтатып, күшті пиннигтік нүктелер жүйесі болуына мүмкіндігі бар. Себебі олар дәнаралық байланысқа әсері, электрондар мен ииондарға әсері көбірек болы мүмкін [122].

Берілген жұмыста CZFO және NZFO наноұнтақтарының орташа өлшемі d = 20 - 50нм, және бұл өлшем $\xi<d<\lambda$ шартын орындап, Bi-2223 фазасына тиімді пиннинг жасауы мүмкін. Бірлесіп тұндыру әдісі арқылы жасалған сынамаларда

Bi-2223 фазасының көп болуы күтілгендіктен, осы әдіс қолданды. Рентгендік дифрактометрияның нәтижеінде күтілген нәтижесі анықталып, Bi-2223 фазасы Bi-2212 фазасыан көп болған. Жоғарғы және төменгі T_C бар көлемдік фазалары рентгендік сәулелендірудің суммалық интесивтілігін есептеу арқылы анықталды Мұны мына әдебиеттегі есептеу тәсілдері арқылы анықталды [134]



Сурет 19 - 0,01% мөлшеріндегі CZFO және NZFO наноұнтақтары қосылған және таза BPSCCO рентгендік дифрактометриясы

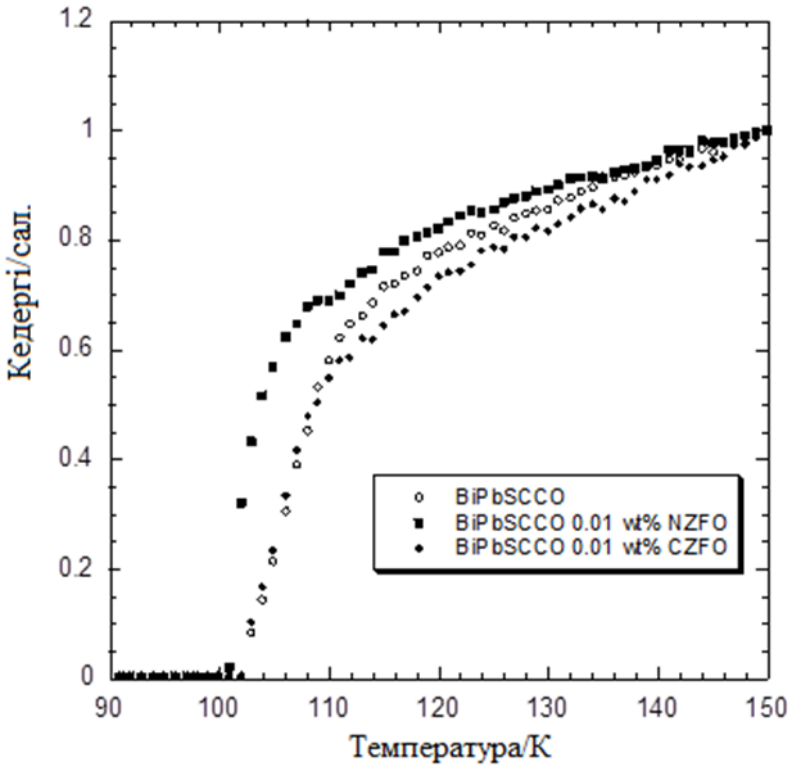
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [138]

$$Bi-2212\% = \frac{\sum I_{2212}}{\sum I_{2223}+\sum I_{2212}} \times 100\% \quad (9)$$

$$Bi-2223\% = \frac{\sum I_{2223}}{\sum I_{2223}+\sum I_{2212}} \times 100\% \quad (10)$$

(9, 10) формулалар арқылы H белгісімен Bi-2223 фазасын, L белгісімен Bi-2212 фазасын анықтап, Bi-2223 фазасының жоғары екендігі анықталды. Бұл фазаның көп болуы критикалық сипаттамаларының жоғары болуына мүмкіндік береді. NZFO наноұнтағы қосылған сынамада Bi-2223 фазасы көбірек болды. 20-суретте $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалына 0,01 % NZFO және CZFO

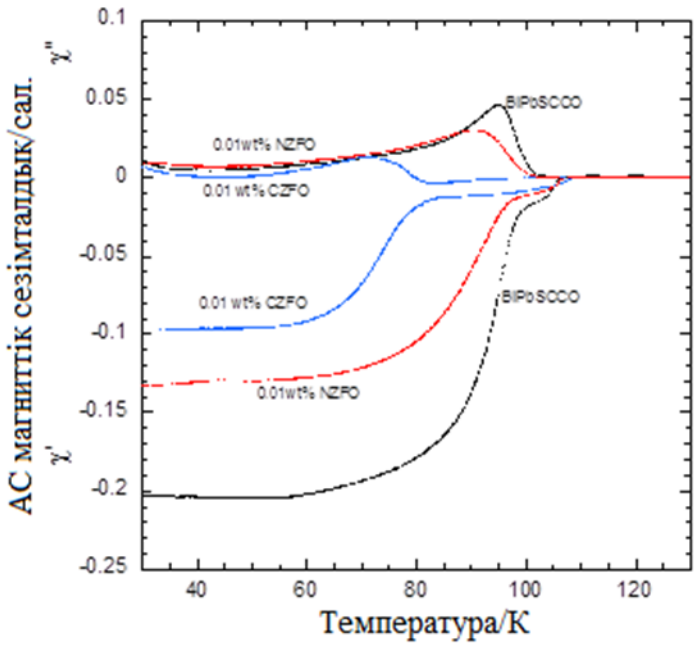
нанұнтақтары қосылған және таза сынамалары электр кедергісінің температураға тәуелділігі көрсетілген. Наноұнтақтарды қосудың салдарынан критикалық температурасы төмендемегендігі анықталды. Бұл суретте критикалық температураның басталуы барлық сынамлар үшін 110К болды, рентгендік дифрактометрияның көрсетілуімен сәйкес келіп, Bi-2223 фазасының көптігін айқындады.



Сурет 20 - Электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [138]

Барлық сынамалардың сипаттамалары қалыпты жағдайдағы металлдардың сипаттмаларына сәйкес келді. Айымалы токтағы магниттік сезімталдығыы есептеу кезінде күрделі оксидтердің қосылысы төмендегендігі 21-суретте байқалды. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалына 0,01 % NZFO және CZFO нанұнтақтары қосылған және таза сынамалары үшін айнымалы токтың магнит сезімталдығы $\chi = \chi' + \chi''$температураға тәуелділігі.



Сурет 21 - Айнымалы токтың магнит сезімталдығының температураға тәуелділі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [138]

Алайда барлық сынамалар екі χ’ облысына өтуі байқалды, біріншісі жоғары температурада Bi-2223 фазасына және төменгі температурада Bi-2212 фазасына өтуі көрінді. Төменгі температурада (χ=χ’+χ”) комплексті сезімталдың χ’нақты бөлігінің лездік төмендеуі диамагниттік экраданудың болуымен, ал χ” жалған бөлігіндегі жоғарғы мәні айнымалы токтың жоғалтуымен түсіндіріледі.

8-кестеде $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалына 0,01 % NZFO және CZFO нанұнтақтары қосылған және таза сынамалары үшін χ” сезімталдықтың нақты бөлігіндегі $T_{c\ zero}$, $T_{c\text{-}onset}$, $T_{c\chi}$, T_p, J_c мәндері, мұндағы сынамлара 24 сағаттық күйдіруден өткен [138].

Кесте 8 - Қоспалы және таза сынамалары үшін сезімтелдықтың мәндері

x/ Вт. %	$T_{c(R=0)}$/ K	$T_{c\text{-}onset}$ / K	$T_{c\chi}$/ K	T_p/ K	J_c (T_p) / A cm^{-2}
0	106	110	104,102	96	22
0,01 NZFO	104	109	102,98	90	20
0,01 CZFO	104	109	102,65	62	17

Критикалық температураның басталуы - $T_{c\text{-}onset}$, криткалық температураның орындалуы - $T_{c\ zero}$, айнымалы токтың магниттік сезімталдығынадғы критикалық температура - Tcχ, χ” магнит сезімталдығының

нақты бөлігінде орындалған ең жоғарғы өту температурасы – Тр және магниттік өрістің мәні Ха = 400А/м болып, Тр кезіндегі дәнаралық Jc ток тығыздығы көрсетілген. χ” магнит сезімталдығының нақты бөлігінде орындалған ең жоғарғы өту температурасы – Тр кезіндеі критикалық ток тығыздығы Бин моделімен есептелді:

$$J_C = \frac{H_a}{\sqrt{ab}}, \quad (11)$$

мұндағы a және b таяқша пішіндегі сынаманың көлденең қимасның ұзындығы мен ені. Асқынөткізгіш материалдың дәнаралық байланысының әлісіздігі себебінен CZFO және NZFO наноұнтақтарын көбірек қосылған жағдайда Тр төмендейді. Күрдлеі магниттік оксидтерді қосудың нәтижесінде χ” нақты бөлігінде Тр төменгі температураға ығысады, себебі пиннинг күші әлсізболған сайын Тр төмен болады. Тр кезіндегі айнымалы токтың магнит өрісінң мәні өрістің материал бойына толықтай ену тереңдігіне тең болады. Токты жоғалтудың екі жоғарғы мәндері айнымалы токтың үлкен мәндерінде байқалуы тиіс - ені үлкен жоғарғы мәні төменгі температуада және ені кіші жоғарғы мәні өздік ток жоғалтудың себебінен болады. Алайда аталған есептеулерде ені кіші болатын жоғарғы мәнді және дәнге ену арқылы ағынды жоғалтулары байқалмады.

3.3 $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ нанобөлшектері қосылған $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ асқынөткізгіштің сипаттамалары

Бұл жұмыста наноөлшемді (~5 нм) $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (NZFO) никель-цинк ферритінің $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (Bi-2223) жоғарғы температуралық асқынөткізгіштің (ЖТАӨ) қасиеттеріне әсері қарастырылды. Bi-2223 ұнтақтары бірлесіп тұндыру әдісі арқылы жасалды. Сынама мынадай $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ ($Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$) х қоспада алынды, мұндағы х =0,1% жалпы массаның бөлігіндей наноұнтақ қосылды. Алынған сынаманың құрылымы, электрлік кедергісі, және айнымалы ток үшін магниттік сезімталдығы анықталды. Тасмалдаушы критикилық J_{ct} ток тығыздығы 1 мкВ/см шартын қолдану арқылы өлшенді. 48 сағат күйдіруден өткен, наноқоспасыз алынған таза сынама ең жоғарғы критикалық температура көрсетті - $T_{с\text{-}нөл}$ (105 К) және 40 К температурада ток тығыздығы J_{ct}=1,83 А/см^2 мәнін көрсетті. 48 сағат күйдірілген х = 0,02 мас.% қоспасы бар сынама 40 К температурада ең жоғарғы ток тығыздығын көрсетті - J_{ct} 5,30 А/см^2. Комплексті магниттік сезімталдығының жалған бөлігіндегі температураның ең жоғарғы мәні магнит ағыны пиннингтік дәндердің арасындағы байланыстың жоғарылағандығы және магнит ағынының толық сынама бойына енгендігі байқалды. NZFO наноқоспасы ауысу температурасын (критикалық температурасы) жоғарылатпаса да, тасымал токтың тығыздығын бес есеге арттырды және Bi-2223 фазасындағы пиннингтік нүктелердің арасындағы байланысты ұлғайтты.

Магнитті нанобөлшектерді асқынөткізгіштің құрамына қосу асқынөткізгіштің ауысу температурасын төмендететіні белгілі. Когеренттілік ұзындығы мен ену тереңдігіне қатысты магнитті нанобөлшектің мөлшері сияқты белгілі бір параметрлерді назарға алса, өту температурасы бәсеңдесе де, токтың критикалық тығыздығы Jc сияқты басқа жоғары асқынөткізгіш қасиеттері жақсаруы мүмкін. Егер критикалық ток тығыздығы жақсарса, купрат негізінде жоғары температуралы асқынөткізгішті тиімді пайдалану және кеңінен қолдану мүмкін. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (Bi-2223) асқынөткізгіш Jc арттыру бойынша бірнеше зерттеулер бар. $NiFe_2O_4$, NiF_2, Fe_2O_3, NiO и Cr_2O_3 сияқты нанобөлшектер асқынөткізгіш қасиеттерді жақсарту үшін Bi-2223-ке қосылды. $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағын 0,08 % мөлшерде $Cu_{0,5}Tl_{0,5}Ba_2Ca_2Cu_3O_9$ материалына қосып критикалық температураның мәні 3,35 % өскендігі байқалды [135]. Диамагниттік CdTe бар $T_{l2}Ba_2CaCu_2O_8$-да асқынөткізгіш қасиеттерінің жақсаруы байқалды.

Магнит нанобөлшектерінің мөлшері d когеренттілік ұзындығынан ξ артық, бірақ ену тереңдігінен λ кем болғанда критикалық токтың тығыздығы жоғарылайды деп болжам жасалды. Ақаулар мөлшері асқынөткізгіштің когеренттік ұзындығына жақындағанда пиннинг ағыны жақсаруы мүмкін [136]. Bi-2223 үшін когеренттік ұзындығы ξ шамамен 2,9 нм, ал тереңдігі λ 60-ден 1000 нм құрайды. Магнитті оксидтер магнитті ағынын бекіту орталығы үшін жақсы үміткерлер болып табылады, өйткені олар құрылымдық, электрондық, магниттік және иондық еркіндік дәрежелерінің күшті өзара әрекеттесуімен байланысты қасиеттердің кең спектріне ие [138]. Бұл жұмыста Bi-2223-ға орташа d ~ 5 нм өлшемді $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (NZFO) нанобөлшектер қосылды. Берілне өлшем d Bi-2223-нің когеренттілік ұзындығы және ену тереңдігі арасында орналасқаны үшін таңдалды. $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (NZFO) ферримагнитті, бірақ ол наноөлшем кезінде суперпарамагнитті болып табылады [125, P.10]. Бұл жұмыста негізгі элемент феррит болып табылады. NZFO наноұнтағының магниттілігі көп болғандықтан, энергияны жоғалтпай бағытты оңай өзгерте алады. Бұл жұмыста $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ никель, мырыш және ферриттің нанобөлшектерінің $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ -ға фундаментальді және қолданбалы тұрғыдан әсері зерттелді. Физикалық қасиеттері, оның ішінде электр кедергісі және айнымалы токқа қабылдағыштығы құрылымдық және микроқұрылымдық қасиеттермен қатар өлшенген. Сонымен қатар, 40 -77 К аралықтарындағы J_C критикалық ток тығыздығының күйдіру уақытына тәуелділігі (24 және 48 сағат) анықталды. Нәтижелер BI-2223 фазасында нанобөлшектерді қосу туралы алдыңғы зерттеу нәтижелерімен салыстырылды.

Тәжірибелік сынамалар таблетка және таспа түрінде жасалған. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ дайындау кезінде сынамалар висмут, стронций, қорғасын, кальций және мыс (тазалығы=99,99 %), щавель қышқылы, деиондалған су және 2-пропанол металл ацетаттарын қолдану арқылы бірлесіп тұндыру әдісімен дайындалды. Металдың әрбір қосылысының стехиометриялық санын өлшеп, сірке қышқылының оңтайлысанында (А ерітіндісі) бөлек ерітіп отырды.

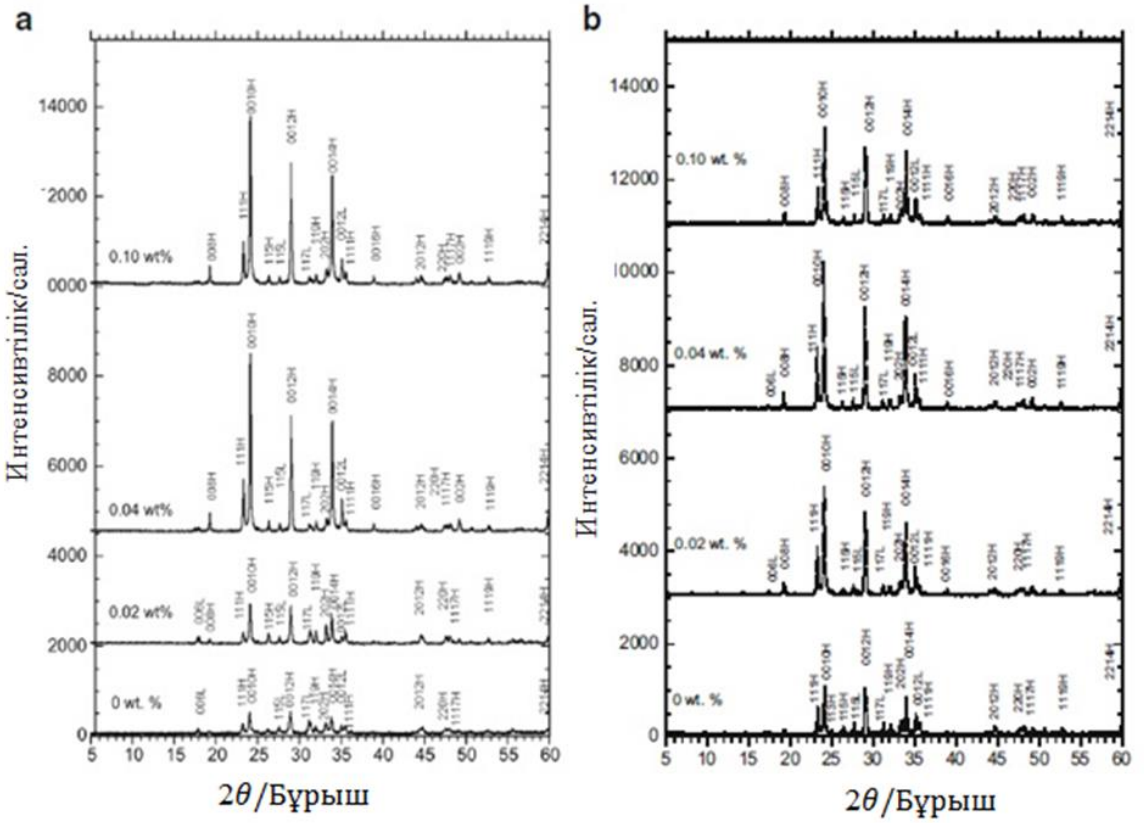
Шавель қышқылы суда еріді: 0-2 °C (Б ерітіндісі) кезінде изопропанол (1: 1,5) 0,5 концентрациясына жүзеге асырылды. Ерітіндіні ұзақ уақыт араластырып, біртекті тұрақты көгілдір суспензия алынған. Суспензияны 5 минут реакциядан кейін сүзді. Кептіру кезеңі 8-12 сағатішінде 100°C кезінде жүргізілді. Сонан соң, кептірілген көгілдір ұнтағы 730°C температурада 12 сағат бойы күйдірілді. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (NZFO) (x=0-0,10 мас.%) бастапқы формуламен $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ (Inframat Advanced Materials) наноұнтағы қосылып, олар жарты сағат бойы ұнтақталды. Содан кейін диаметрі 12,5 мм және қалыңдығы 3 мм таблеткаға сығы, 2°C/мин жылдамдықпен бөлме температурасына дейін суытылған.

Сынамалар алынған фазаны сәйкестендіру үшін Bruker D8 Advance дифрактометрін пайдалана отырып рентген сәулелерінің ұнтақ дифракциясы әдісімен талдады. Кристалдық тор параметрлері кем дегенде он дифракциялық шыңдарды пайдаланумен есептелген. Bi-2223 фазасының көлемдік үлесі формуласын пайдалана отырып есептелген,

$$V = \frac{\Sigma I_{2223}}{\Sigma I_{2212}}$$

мұндағы ΣI_{2223} және ΣI_{2212}, сәйкесінше Bi-2223 және $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2CaCu_2O_8$ (Bi-2212) фазаларының интенсивтіліктерінің қосындысы болып табылады [149-151].

24 және 48 сағат бойы күйдірілген сынамалардың рентгенограммасы 22-суретте көрсетілген. Сынамалардың екеуі де Bi-2223 (90%) негізгі фазасы және Bi-2212 (10%) аз мөлшерде құрылғандығы анықталды. H белгісімен бегіленгендер - Bi-2223 фазасының шыңдары болса, L белгісімен Bi-2212 фазасы белгіленген.

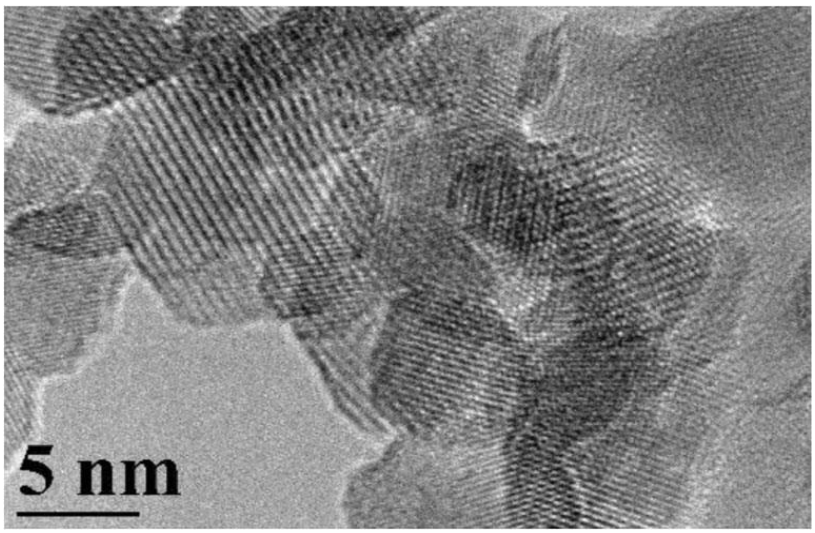


a -24 және b - 48 сағаттық

Сурет 22 - Сынамалардың рентгенограммасы

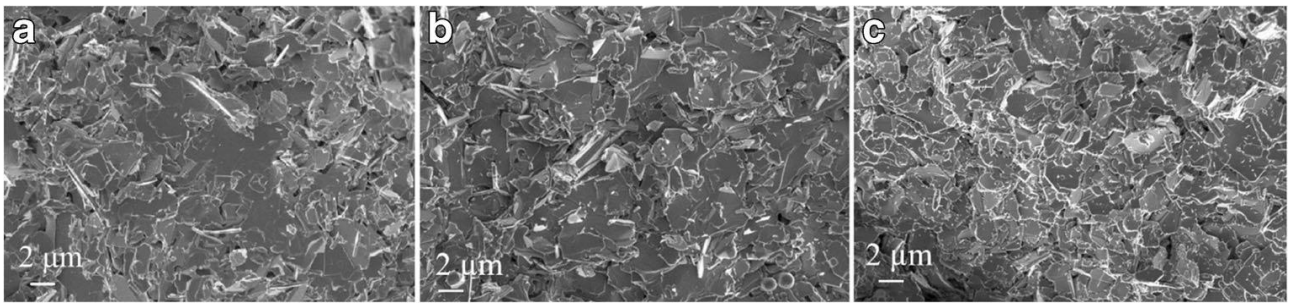
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [141]

23-суретте трансмиссиялық электронды микроскоптың көмегімен NZFO наноұнтығының орташа өлшемі 5нм құрайтындығын дәлелдеді.



Сурет 23 - NZFO наноұнтағының микросуреті

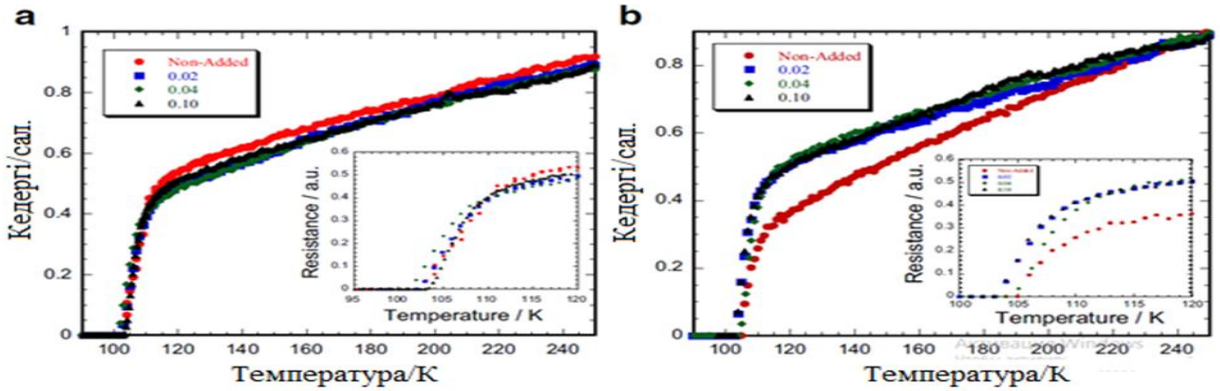
24-суретте а) 48 сағаттық таза сынаманың, б) x = 0,02 % мөлшерінде наноұнтағы қосылған 48 сағаттық сынама және с) x = 0,04 % мөлшерінде наноұнтағы қосылған 48 сағаттық сынамалардың сканерлеуші электронды микроскоптағы бейнелері берілген. 24 сағаттық күйдіру нәтижесіндегі сынамаларға қарағанда 48 сағаттық сынамалардың дәнаралық шекаралары кіші екендігі байқалды. 48 сағаттан жоғары уақытта күйдірілген сынамада Bi-2223 фазасының артуына әсер етпеді.



а) 48 сағаттық таза, б) 48 сағаттық 0,02% қоспа, с) 48 сағаттық 0,04% қоспа

Сурет 24 - NZFO наноұнтағының микросуреті

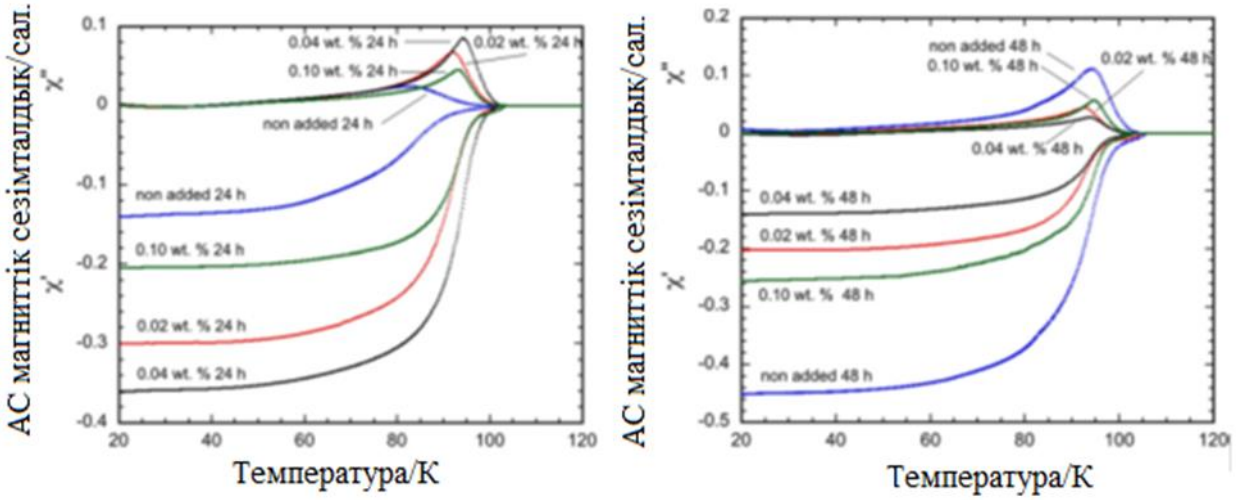
25-суретте 24 және 48 сағат бойы күйдірілген сынамалар үшін электрлік кедергісінің температураға тәуелділігі көрсетілген.Барлық сынамалар қалыпты металлдық күйді көрсетілді. 24 және 48 сағат ішінде күйдірілген қоспасыз сынама ауысудың бастапқы температурасына, сәйкесінше Tc-басталуы = 111 K және 113 K тең болды. NZFO енгізу x = 0,04 мас.%-пен өту температурасын біраз арттырды. Аталған сынамада Tc-onset= 114 K және Tc= 105 K, көрсетті. Демек, магнитті NZFO енгізу BI-2223 фазасының көлемді үлесінғана емес, сондай-ақ ауысу температурасында арттырды.



Сурет 25 - BPSCCO материалына NZFO наноұнтақтарын қосқандағы электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [141]

26- суретте сәйкесінше a) 24 және b) 48 сағат бойы қыздырылған сынамалардың айнымалы токтағы магнит сезімталдығы көрсетілген (χ = χ’+ χ’’). Материалдың асқынөткізгіштігі басталуы Tcχ магнит сезімталдығы χ’ нақты бөлігінің парамагниттіктен диамагниттік экрандауға өзгеруімен түсіндіруге болады, сонымен қатар, көлемдік асқынөткізгіштік ретінде тануға болады. χ’’ магниттік сезімталдықтың жалған бөлігіндегі Tp температурасының жоғарғы мәні айнымалы токтың жоғалтуын көрсетті.



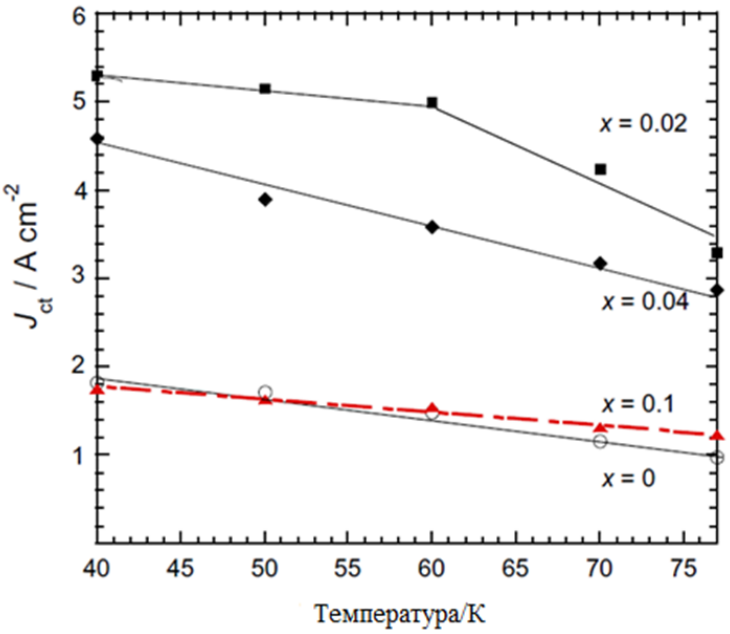
Сурет 26 - Айнымалы тотың магниттік сезімталдығы

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [141]

Пиннинг әлсіз болған сайын, Tp төмен температураға ауысуы соғұрлым көп. 24 сағат және 48 сағат бойы қыздырылған,таза сынамалар тиісінше Tc χ=102 К және 105 К көрсетті. Екі сынама үшін NZFO наноұнтағын қосу нәтижесінде 102-104 К аралықтарында Tcχ мәнін төмендетпейді. Сезімталдықтың жалған бөлігіндегі Tp жоғарғы температурасы пиннинг нүктелеріндегі магнит өрісінің толық материалға енуін білдіреді. 24 сағат ішінде күйдірілген қоспасыз сынама Tp = 83 К екенін көрсетті.NZFO қосылған сынамалары Tp 92 К және 95 К арасында өсті. Tp ұлғаюын NZFO қосу кезінде дәнаралық байланыстың күшті болуымен түсіндіруге болады. 24 сағат бойы күйдірілген сынамада экрандау тогының критикалық тығыздығы, Jcs (Tp), x = 0 үшін Tp = 83 К кезінде 23 А/см^2 тең болды.

Токтың көліктік критикалық тығыздығы 1мкВ/см критерийін пайдалана отырып, төрт зондты әдіспен өлшенді. 48 сағат бойы қыздырылған қоспасыз үлгі 40 К кезінде Jct = 1,83 Асм^2 көрсетті. NZFO қосылуына қарай 24 сағаттық күйдірілген сынамаларда Jct 0,04 мас.% дейін өсті, алкейін x = 0,1 мас.% кезінде азайды. 48-сағаттық күйдірілген сынамаларда x = 0,02 мас.% (40К кезінде 5,30 А/см^2) үшін Jct максималды болды. Бұдан әрі NZFO қосу Jct-ті азайтты. 48 сағат ішінде күйдірілген сынамалар үшін Jct қисық тәуелділігінің

температураға тәуелділігі 27-суретте көрсетілген. 60К кезінде өзгерісін көрсеткен x = 0,02 мас.% сынаманы қоспағанда, температураның ұлғаюы кезіндегі сызықтық төмендеуі байқалады. 40-77 К аралығында критикалық ток тығыздығы мен температура арасында сызықтық байланыстың бар екендігі байқалады.



Сурет 27 - BPSCCO сынамасына NZFO наноұнтағын қосқандағы Jc-ның температураға тәуелділігі

40 К және 77 К кезіндегі әртүрлі өлшемдегі түрлі наноөлшемдермен қосылған Bi-2223 критикалық тогының тығыздығы және өту температурасы 9-кестеде көрсетілген.

Кесте 9 - Әртүрлі өлшемдегі түрлі наноұнтақтар қосылған Bi-2223 критикалық тогының тығыздығы және өту температурасы

Наноұнтақтар	Tc-0 (K)	Jct (A cm^{-2}) -77 K	Jct (A cm^{-2}) - 40 K
Non-added Bi-2223	102	0,98	1,83
NZFO 5 nm (0,02 wt%)	103	3,30	5,30
Cr2O3 6,5 nm (0,1 wt%)	101	3,98	5,34
NiFe2O4 15 nm (0,01 wt%)	99	1,83	2,80
MgO 20 nm (0,1 wt%)	96	1,73	3,90
ZnO 6 nm (0,02 wt%)	103	0,967	1,84
Co3O4 30 nm (0.02 wt%)	95	0,878	1,40

Әртүрлі қоспалар Cr_2O_3 (6,5 нм), $NiFe_2O_4$ (15 нм), MgO (20 нм), ZnO (6 нм) және Co_3O_4 (30нм) қамтиды.Осы NZFO және Cr_2O_3 қоспалараралығында 40 К және 77 К кезінде ең жоғары Jc көрсетті. NZFO қоспасында критикалық температурасының басталуы ең жоғары болды (103 К). Cr_2O_3 қосылған кезде Bi-2223 фазасының ең үлкен көлем діүлесі 71 %-ды құрайды, ал осы сынамаларда Bi-2223 фазасы NZFO қосылған 90 % - ды құрайды. Демек, NZFO Bi-2223 көлемді үлесі және басталу температурасы Tc тұрғысынан Cr_2O_3 қарағанда жақсы болғаны анықталды.

NZFO қосылған сынамалар Tp 83 К жоғары экрандау тогының критикалық тығыздығының аз төмендеуін көрсетті.Tp дәнаралық токтар айнымалы өріске сынаманың ортасына дәнаралық кеңістік арқылы кіруге мүмкіндік беретін мәндерге жеткенде қол жеткізіледі.Сынамалардағы JCS (Tp) экрандау тогының критикалық тығыздығы ауыспалы критикалық ток тығыздығынан жоғары.Jcs (Tp) Tp кезінде ағынның өтуі үшін ток тығыздығын білдіреді, ал Jcs сынамаларда дәнаралық тасымал токты білдіреді [128].

3.4 Негізгі сипаттамалардың күйдіру уақытына тәуелділігі

Наноұнтақтарды қосудан бөлек ЖТАӨ материалдарының күйдіру уақытына тәуелділігін анықтау арқылы әсердің динамикасын зерттеу қажеттілігі туындады. Ол үшін $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})$ $Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалына 0,01мас.% мөлшерінде $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағын қосып, оларды 24, 50, 50, 100, 125 және 150 сағат бойы күйдіріп, нәтижелерінде алынған сынамалардың критикалық сипаттамаларын өлшеу мақсаты қойылды.

Сынамалар жалпы салмағы 10 граммдық оксидтердің ұнтақтарынан 4-5 таблетка және таспа түрінде әзірленді. Әзірленген сынамалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігі гелий газымен салқындатылатын CTI-22 криокамерасымен өлшенді. Фазалық құрамы мен кристалдық құрылымын анықтау үшін Брукер D8 рентгендік дифрактометрі қолданылды.

Таспалардан электрлік сипаттамаларын алу үшін сыртқы күміс қабаты сүртіліп алынды.



Сурет 28– 24 сағаттық таза таблетканың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]



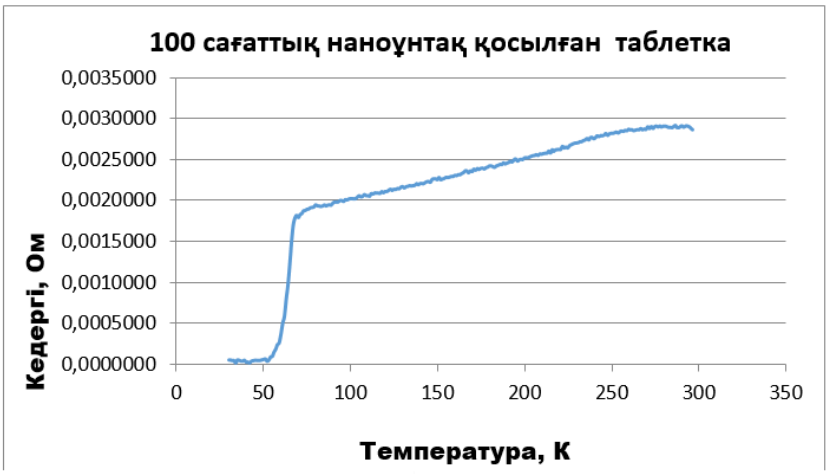
Сурет 29 - 50 сағат күйдірілген $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған таблетканың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



Сурет 30 - 50 сағат күйдірілген таза таблетканың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



Сурет 31 - 100 сағат күйдірілген $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған таблетканың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



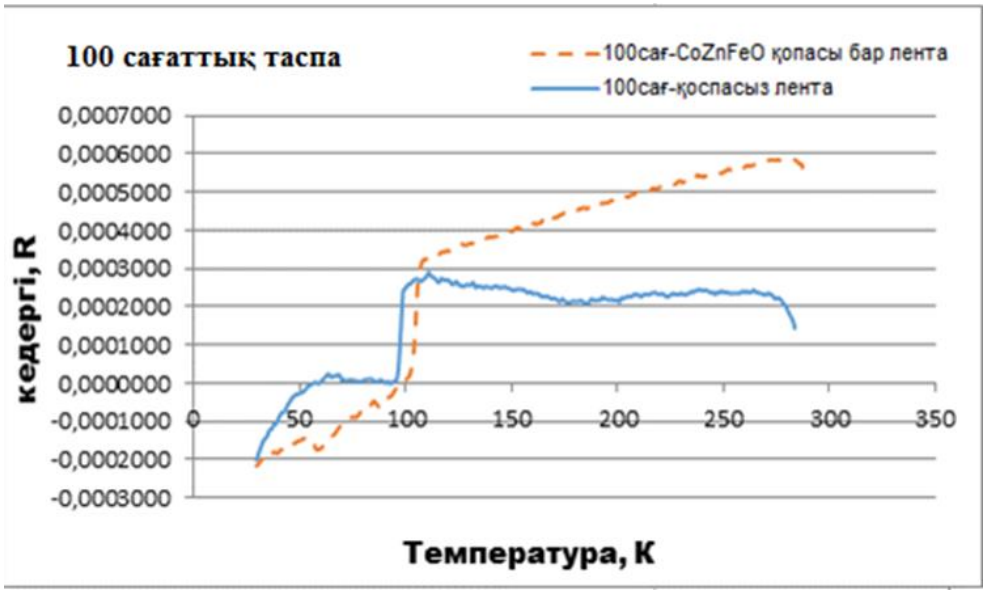
Сурет 32 - 50 сағат күйдірілген таза таспаның электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



Сурет 33 - 50 сағат күйдірілген $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған таспаның электр кедергісінің температураға тәуелділігі

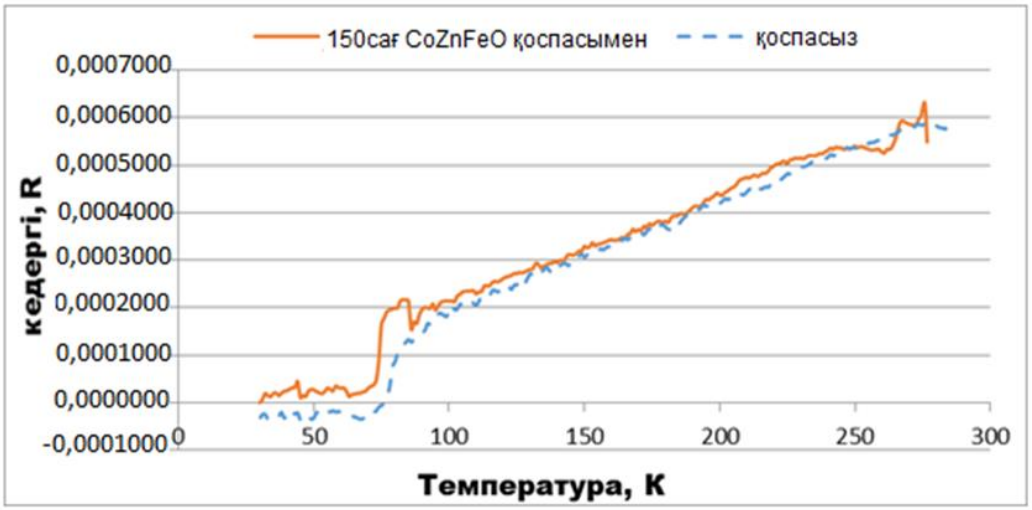
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



Сурет 34 - 100 сағат күйдірілген $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған және таза таспалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

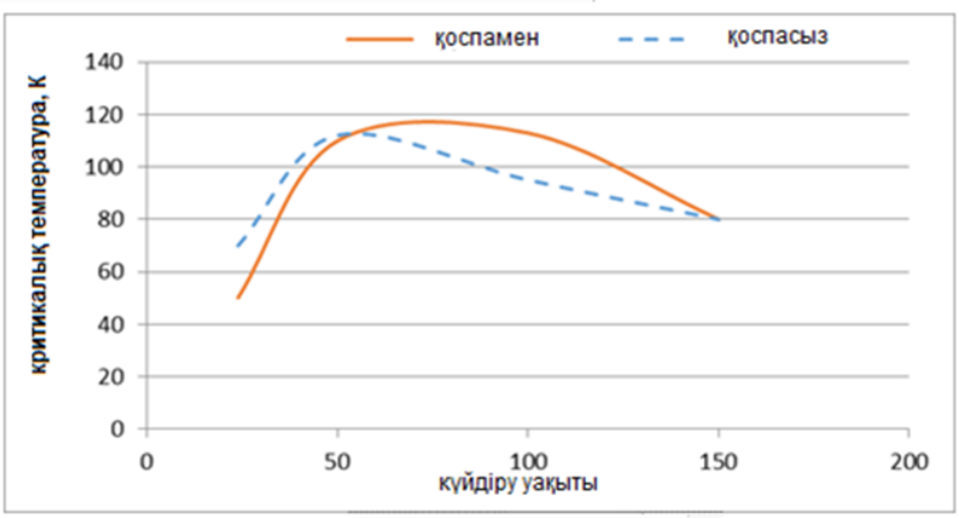
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]

Сынамаларды 150 сағаттық күйдіруден өткізгенде криткалық температурасының төмендеуібайқалып, CZFO наноұнтағының қоспасы бар сынамада электр кедергісінің температураға тәуелділігінде күрт өзгеріс тіркелді (35-сурет). Бұл өзгерістен сынамада фазалық ауысудың болжамы байқалады.



Сурет 35 - 150 сағат күйдірілген $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған және таза таспалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]



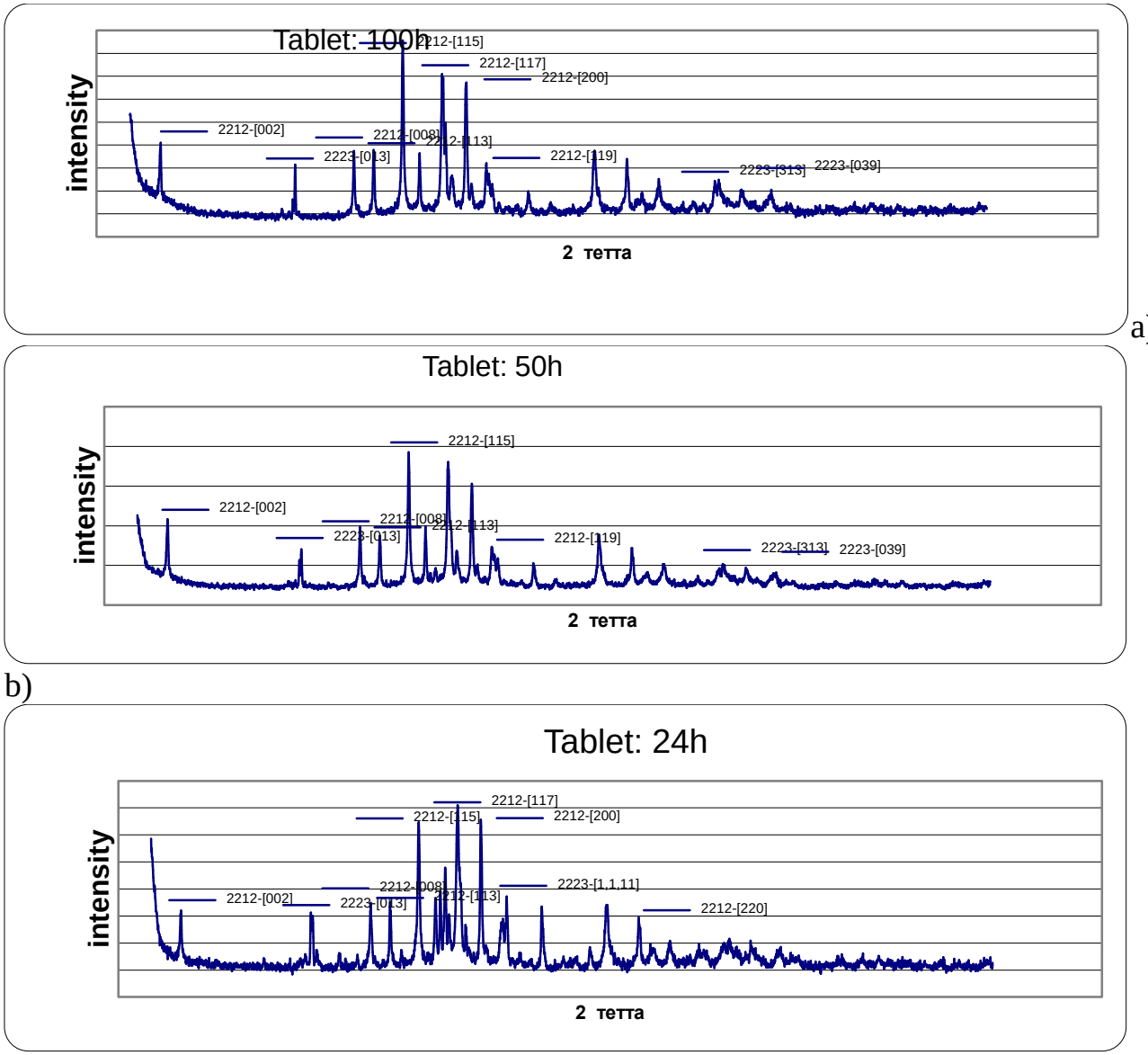
Сурет 36 - Критикалық температураның күйдіру уақытына тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143-144]

Таблетка мен таспалардың күйдіру уақытына тәуелділігі суреттерінен байқалғаны (28-36 суреттер) барлық сынамалар үшін күйдіру уақыты жоғарылаған сайын критикалық температура мәні белгілі максимум мәніне дейін жоғарылауына мүмкіндік пайда болады [138-145]. Сонымен қатар, жұмыстың негізгі мақсаттарының бірі болған наноұнтақтарды қосудың нәтижсінде критикалық температураның жоғарғы мәнін сақтап қалуға

мүмкіндік туады. Алынған нәтижелер болашақтағы жұмыстар үшін тиімді қолдануға болады.

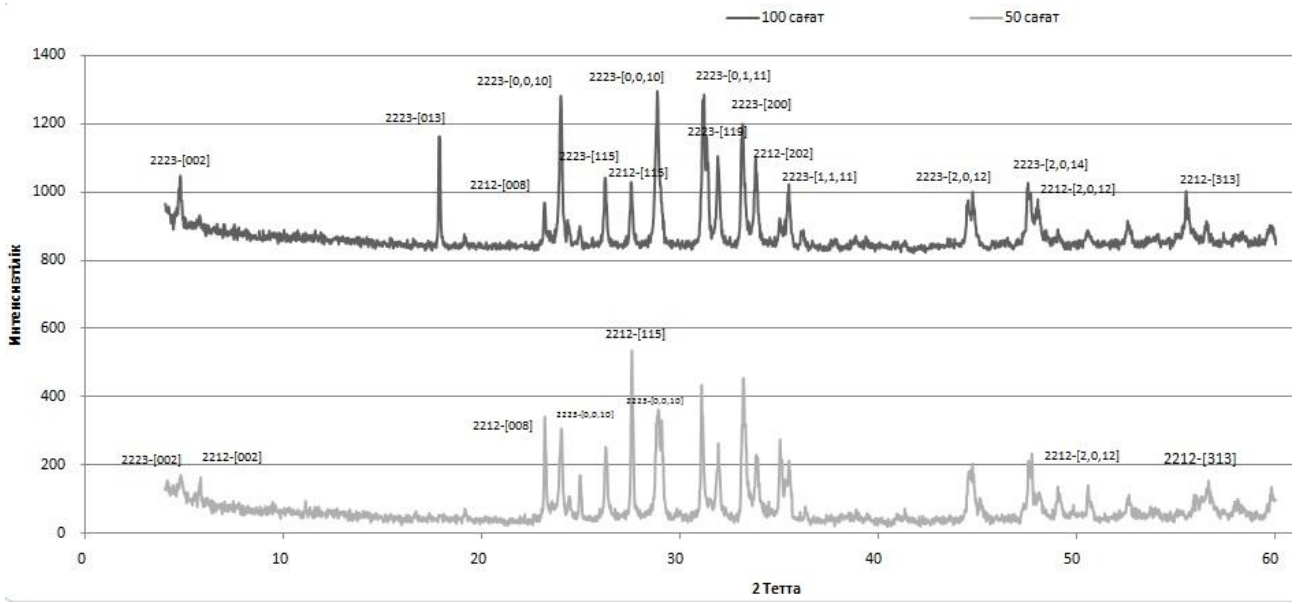
Күйдіру уақыты жоғарылаған сайын Bi-2223 фазасының жоғарылайтындығы 37-суретте анықталды. Алайда қатты фазалық синтез әдісі арқылы алынған ЖТАӨ материалында Bi-2212 фазасының көптігі рентгенограммадан байқалады.



a-100сағат, b -50 сағат және c-24сағаты

Сурет 37 - BPSCCO сынамасына CZFO наноұнтағын қосқандағы рентгенограммалары

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [143]



Сурет 38 - Бірлесіп тұндыру әдісі арқылы алынған BPSCCO сынамасының рентгенограммалары

38 – суреттегі рентгендік дифрактометрдің нәтижелерінде бірлесіп тұндыру әдісі арқылы алынған BPSCCO сынамасында 2223-фазасының 37-суреттегі қатты фаза әдісі арқылы алынған сынаманың нәтижелерімен салыстырғанда едәуір жоғары екендігі анықталды.

Қатты фазалық синтез арқылы 24 сағаттық күйдіру нәтижесінде алынған ЖТАӨ материалының критикалық сипаттамаларын зерттеу нәтижесінде, наноұнтақтарды қосу нәтижесінде критикалық ток тығыздығының төмендеуі байқалды 10-кестеде көрсетілген [140].

10-кесте. Наноұнтақтарды қосудың нәтижесінде критикалық ток тығыздығының жоғарылауы байқалмады

x/ wt. %	$T_{c(R=0)}$ / K	$T_{c\text{-onset}}$ / K	$T_{c\chi}$ / K	T_p / K	J_c (T_p) / A cm^{-2}
0	106	110	104, 102	96	22
0,01 NZFO	104	109	102, 98	90	20
0,01 CZFO	104	109	102, 65	62	17

Бұл нәтижені сынамалардағы дәнаралық байланыстың нашарлығымен түсіндіруге болады. Алайда тәжірибе нәтижесінде күйдіру уақытының тиімді интервалы анықталғандығын айтуға болады. 100-125 сағат аралығында тиімді критикалық сипаттамаларды алуға болады.

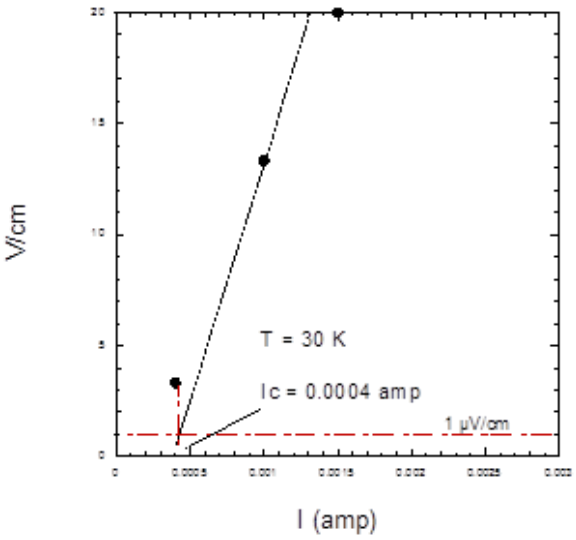
3.5 Наноқоспалардың концентрациясына ЖТАӨ материалдары сипаттамаларының тәуелділігі

Берілген тәжірибелік жұмыста наноөлшемді магниттік материал CZFO және NZFO қоспа ретінде пайдаланылды. Магниттік наноматериал магниттік тор мен магниттік текстура арасындағы өзара әсерлесу арқылы асқынөткізгіштің критикалық ток тығыздығының артуына ықпал етуі мүмкін. Антиферромагнитті Ca-Fe_2O_3, ферромагнитті - Fe_3O_4 және диамагнитті ZnO қоспа ретінде қолданудың нәтижесінде BPSCCO критикалық температура мен критикалық ток тығыздығының артуына әкелді. Күрделі магниттік оксидтер пиинигтік орталықтың діңгегі ретінде тиімді материал етінде қолдануға болады. Олар күшті құрылымдық, электрондық, және магниттік, тіпті иондық еркіндік дәрежелерінің күшті әсерлесуіне негізделген қасиеттердің көптеген түрлеріне ие болады [11]. Осыған дейінгі жұмыстарда $Cu_{0,5}Tl_{0,5}Ba_2Ca_2Cu_3O_9$ құрамына жалпы массасының 0,08% етіп CZFO қоспасын ендіргенде критикалық температура мәні 3,35% және тиімді ақаулардың концентрациясының артуы анықталған еді. Сондықтан осы жұмыста CZFO таңдалды, себебі ол нанолешемдгі ең тиімді суперпарамагнит, сонымен қатар, ол ферриттік және ферромагниттік нұсқа ретінде қолданылады. Егер нано қоспаның өлшемі - d магниттік өрістің ЖТАӨ материалы бойына λ – ену тереңдігінен кіші және ξ- когеренттік ұзындығынан үлкен болған жағдайда критикалық ток тығыздығы - J_C жоғарылайды деген тұжырымды пайдаланамыз [9]. Сонымен қатар, d – дефектінің өлшемі ξ- когеренттік ұзындығы мәніне жақындаған сайын ағынның пиннигтік күші жоғарылай түседі деген тұжырымды да қолдануға болады [10]. BPSCCO үшін ξ - когеренттік ұзындығы 2,9 нм, λ - ену тереңдігі 60-1000 нм құрайды. Бұл жұмыста наноөлшемдері 5нм болатын Bi-2223 ЖТАӨ материалы қолданылады. Бұл өлшем (ξ<d <λ) шартын орындайды. ЖТАӨ материалдары қатты фазалық және бірлесіп тұндыру әдістері арқылы алынды. Сынамалар таблетка және таспа пішіндерінде әзірленді. Сынамалар 24, 50, 100 және 125 сағаттық уақыттарында 850°C температурасында күйдіру арқылы әзірленді. Төрт зондты әдісі арқылы электрлік кедергісі анықталса, критикалық ток тығыздығы мәндері (12) формула мен 34-суретте көрсетілген әдіс арқылы анықталды. Кедергінің температураға тәуелділік функциясы Гелий газымен салқындатылатын «Cryo Industry REF-1808-ACS» тұйықталған криокамерасымен және температура өлшегіш «Lake Shore Model 340» құрылғыларымен анықталып, критикалық температурасы өлшенді (26-сурет). Сынамалардың фазалық қасиеттері энергия дисперсиялық спектроскопияның көмегімен зерттелді (27-30-суреттер). 24 сағатта әзірленген сынаманың критикалық температурасы ЖТАӨ материалына жақын температурадан төмен болды.

$$J_C = \frac{I_C}{A} \tag{12}$$

мұндағы $I_C - \frac{V}{d} = 1, \left[\frac{\text{мкВ}}{cm}\right]$ жағдайы орындалғандағы критикалық ток, A – [cm^2] сынаманың көлденең қимасының ауданы

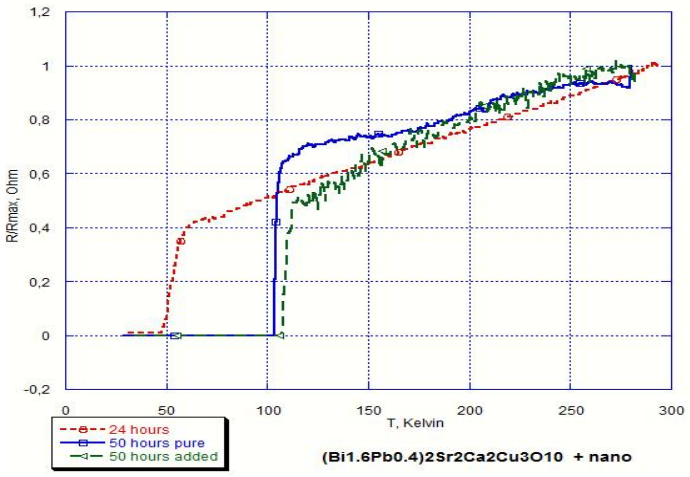
Сынамалардың 30, 40, 50, 60, 70 және 77 К температураларында вольт-амперлік сипаттамаларын анықтау арқылы, сонымен қатар, 39-суретте көрсетілген тәртіпті қолдана отырып, критикалық ток тығыздығын анықтауға болады.



Сурет 39 - Сынамалардың 30-77 К температураларындағы вольт-амперлік сипаттамасы арқылы критикалық ток тығыздығын анықтау

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]

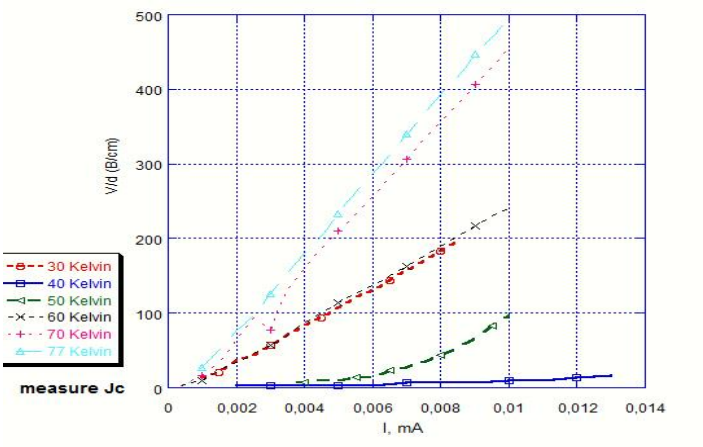
BPSCCO материалына CZFO наноұнтағының 0,01мас.% мөлшерінде қосып, әртүрлі уақыттарда күйдірілген сынамалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігін анықтай отырып, критикалық температурасы анықталды. 50 сағаттық күйдіру нәтижесінде критикалық температурасының жоғарылағандығы анықталатынын 40-суретте көрсетілген.



Сурет 40 - BPSCCO материалына CZFO наноөлшемді қоспаны ендірілген және таза сынамалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]

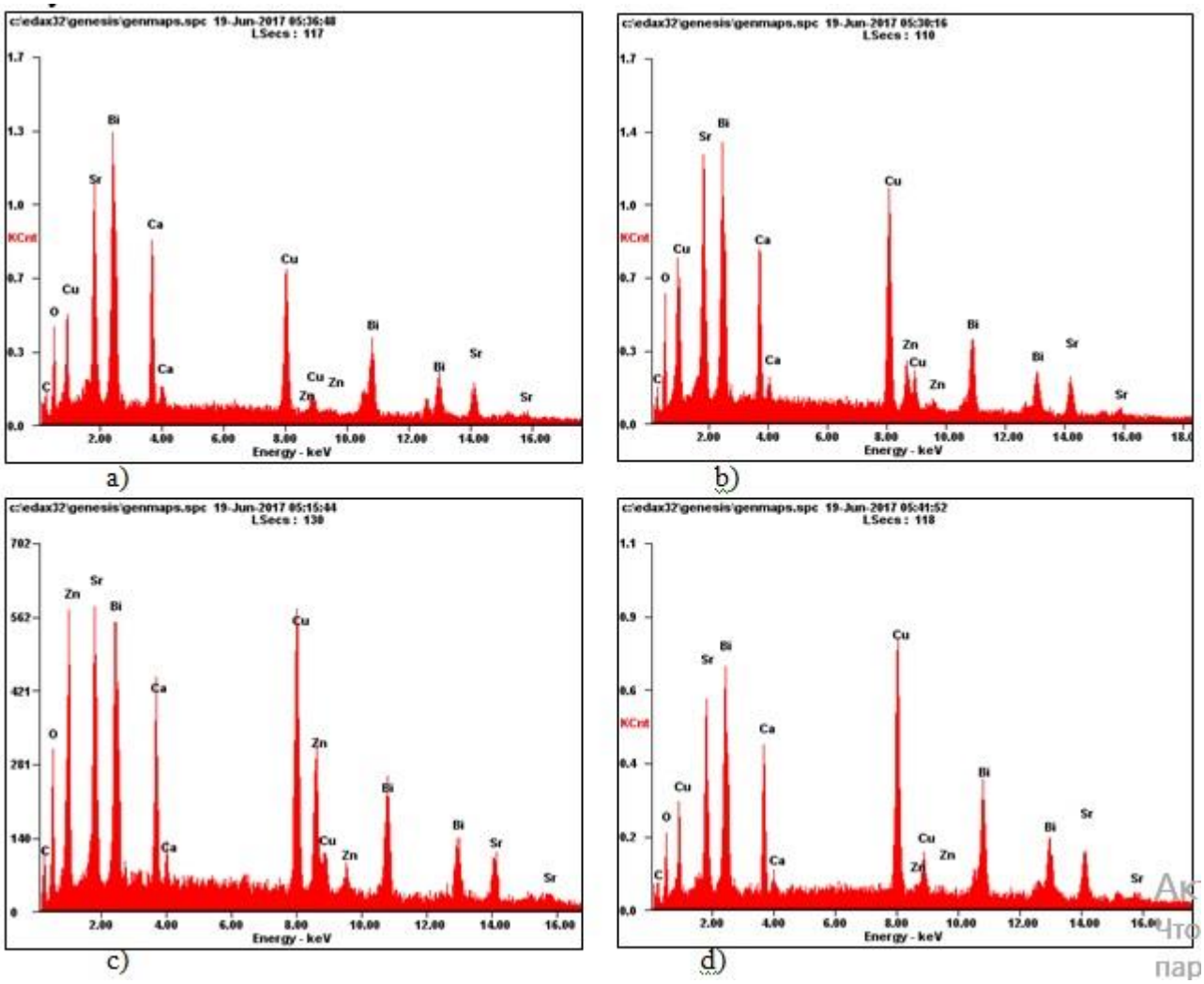
38-суреттегі сұлбалық әдіс бойынша 30-77 К температураларында сынамалардың вольт-амперлік сипаттамалары алынды (40-сурет). Есептеу нәтижелерін қолдану арқылы критикалық ток тығыздығының мәндері анықталды.



Сурет 40 - Төменгі температурада BPSCCO материалының вольт-амперлік сипаттамалары

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [144]

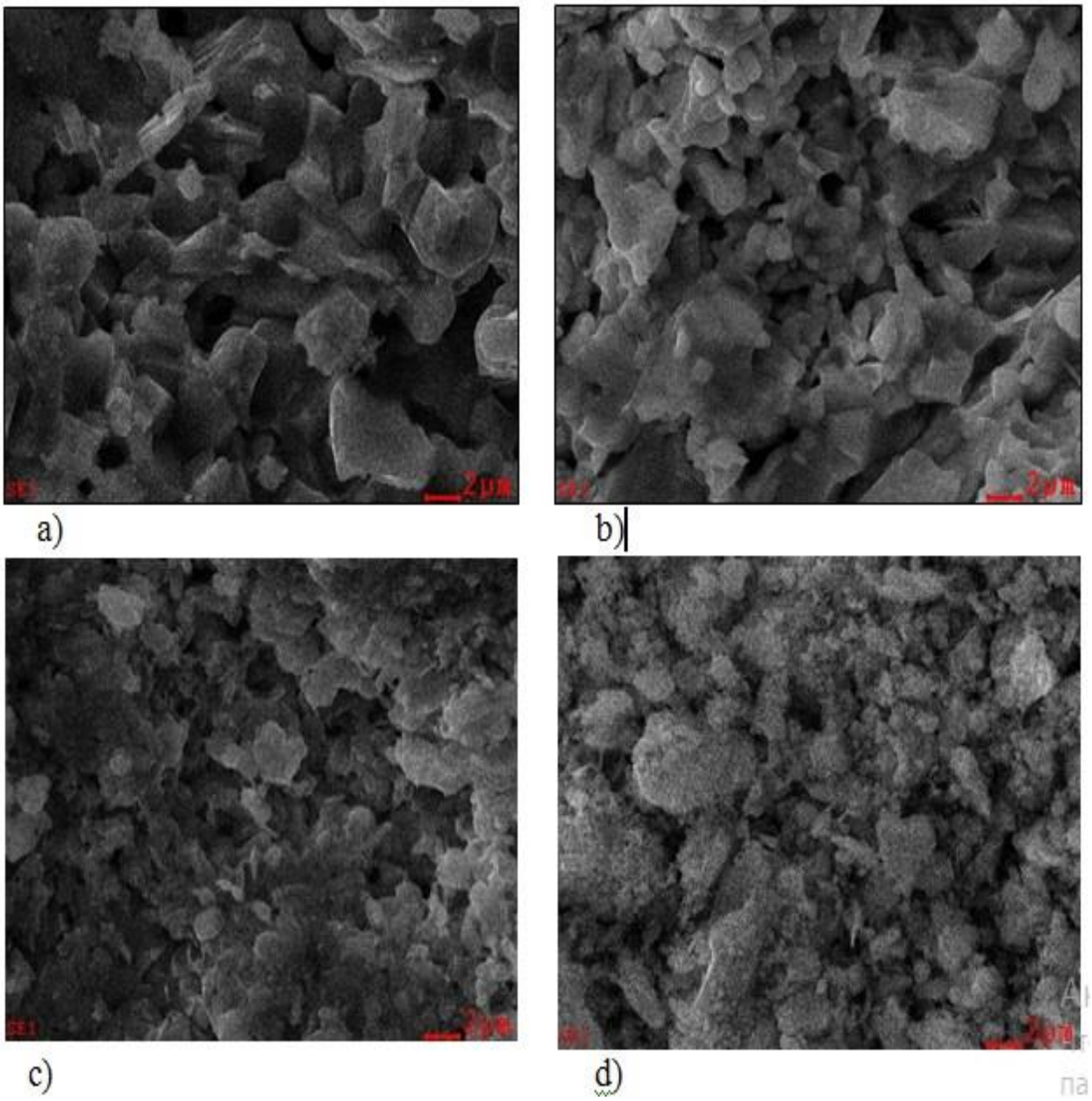
Бірлесіп тұндыру әдісімен әзірленген BPSCCO материалына CZFO наноұнтағын қосып әртүрлі уақыттарда күйдіру арқылы сынамалардың сипттамаларына зерттеулер жүргізілді. Негізгі мақсат ЖТАӨ материалындағы негізгі кристалдық торларына наноұнтақтардың әсерін бақылау болды. Сонымен қатар, күйдіру уақытына байланысты фазалардың қозғалу үдерісіні анықтау болды. 42-суретте алынған энергия дисперсиялық спектрометрдің көмегімен алынған рентгендік суреттердің нәтижесінде a – 24 сағ., b – 50 сағ. наноұнтақ, c – 100 сағ. наноұнтақ d – 125 сағ. таза сынамаларында күйдіру уақытын жоғарылатқан сайын Cu-O жазықтығының айқын байқалатындығы көрінеді.



a – 24 сағ. наноұнтақ, b – 50 сағ. наноұнтақ, c – 100 сағ. наноұнтақ d – 125 сағ. таза сынамалары

Сурет 42 - BPSCCO материалына CZFO наноұнтағын қосқандағы рентгенограмалары

Әртүрлі уақыттарда күйдірілген сынамалардың SEM –сканерлеуші электронды микоскоптың көмегімен жасалған микросуреттерін талдау нәтижесінде 24 сағаттық сынаманың критикалық температурасының төмендігі дәндердің үлкендігімен түсіндіруге болады. 43-суреттегі сынамалардың микросуреттерінен байқалатыны күйдіру уақытын жоғарлатқан сайын дәндердің өлшемдері кішірейетіндігі анықталды. 48 сағаттық сынамадағы критикалық ток тығыздығының жоғары болуы осы жағдайда наноұнтақтардың пиннингтік нүктелер жүйесі тиімді орналасып, дәнаралық байланыстың жоғары болып түзілуімен түсіндіріледі.

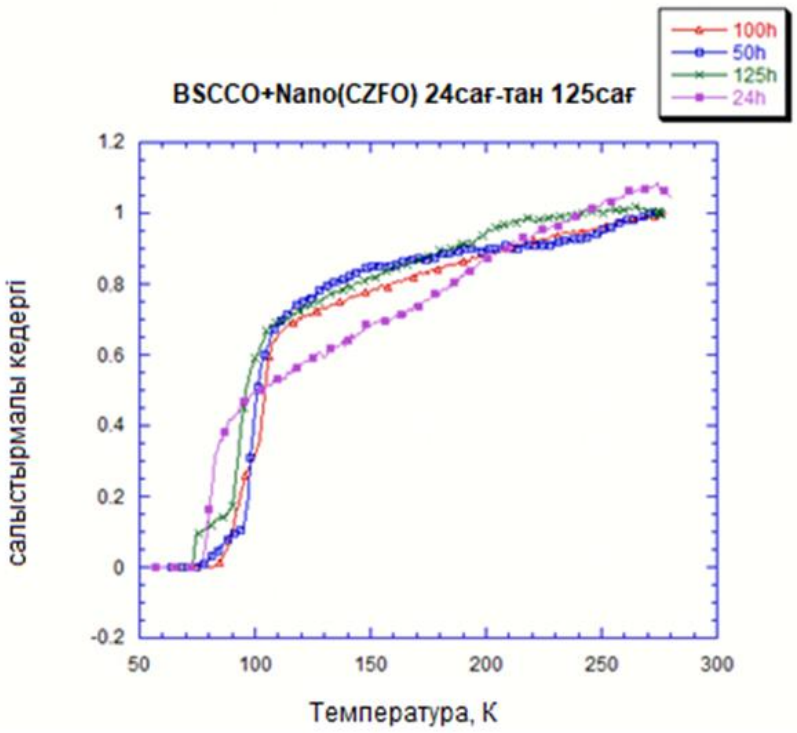


a– 24 сағ., b – 50 сағ., c – 100 сағ. және d – 125 сағ.ж

Сурет 43 - Күйдірілген сынамалардың микросуреттері

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [142]

Алайда 125 сағаттық күйдіруден алынған сынаманың дәндері өлшемінің төмендігі критикалық температураны 105К шамасынан жоғарылаталмағандығы тіркелді (44-сурет).



Сурет 44 - 24, 50, 100 және 125-сағаттық сынамалардың электр кедергісінің температураға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [142]

Жоғарыда келтірілен мәліметтерді қолдана отырып, CZFO және NZFO наноұнтақтарын ендіре отырып, критикалық сипаттамаларына әсері зерттелді. Күйдіру уақытын тиімді қолдана отырып, сонымен қатар, наноұнтақтың концентрациясын дұрыс таңдау арқылы критикалық температурның мәнін сақтап қалуға (44-сурет) және критикалық ток тығыздығын арттыруға мүмкіндік береді.

BPSCCO материалын бірлесіп тұндыру әдісін қолдану арқылы әртүрлі уақыттарда күйдіріліп әзірленген сынамалардында Bi-2223 және Bi-2212 фазаларының ара қатынасын анықтау мақсатында Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУдың зертханасындағы «Pananlytical Empyrian» ренгтендік дифрактометрінің көмегімен фазалық сипаттамалары анықталды. Алынан нәтижелер 11-14-кестелерде берілген. Талдау нәтижесінде Бірлесіп тұндыру әдісі арқылы Bi-2223 фазасының қатты фазалық әдіспен алыстырғанда екі есе жоғары болатындығы тіркелді. Алынған нәтижелердің критикалық сипаттмаларының жоғары болуы да Bi-2223 фазасының көп болуымен түсіндіріледі.

Кесте 11 - 100 сағат күйдірілген CZFO наоұнтағы қосылған таблетка сынамасының рентгендік дифрактометрия нәтижесінде Bi-2212-18 % және Bi-2223-82% фазаларының үлес салмағы анықталды

Visible	Ref. Code	CompoundName	ChemicalFormula	Score	ScaleFactor	SemiQuant [%]
True	01-079-1083	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi.8 Pb.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O10	35	1,863	Bi-2223-39%
True	01-080-2029	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi1,6 Pb0.4) Sr1.81 Ca Cu2 O8.716	34	0,707	Bi-2212-18%
True	01-081-1542	Bismuth Lead Calcium Strontium Copper Oxide	(Bi1.598 Pb0.282) Ca1.96 Sr1.56 Cu2.92 O9.14	28	0,858	Bi-2223-35%
True	01-080-1335	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi0.8 Pb0.2) 2 Sr2 Ca2 Cu3 O9.98	17	0,328	Bi-2223-8%

Кесте 12 - 125 сағат күйдірілген таза таблетка сынамасының рентгендік дифрактометрия нәтижесінде Bi-2212-12 % және Bi-2223-88 % фазаларының үлес салмағы анықталды

Visible	Ref. Code	CompoundName	ChemicalFormula	Score	ScaleFactor	SemiQuant [%]
True	01-080-1410	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	Bi1.36 Pb0.18 Sr1,4 Ca2 Cu2.94 O8.7	59	0,499	Bi-2223-1%
True	01-081-0848	Bismuth Lead Strontium Yttrium Calcium Copper Oxide	BiPb Sr2 Y0,5 Ca0,5 Cu2 O8	35	0,281	Bi-2212-12%
True	01-081-1542	Bismuth Lead Calcium Strontium Copper Oxide	(Bi1.598 Pb0.282) Ca1.96 Sr1.56 Cu2.92 O9.14	24	0,471	Bi-2223-33%
True	01-079-1083	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi.8 Pb.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O10	48	1,525	Bi-2223-54%

Кесте 13 - 100 сағат күйдірілген таза таблетка сынамасының рентгендік дифрактометрия нәтижесінде Bi-2212-49% және Bi-2223-51% фазаларының үлес салмағы анықталды

Visible	Ref. Code	CompoundName	ChemicalFormula	Score	ScaleFactor	SemiQuant [%]
True	01-070-6527	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi1.7 Pb0.3) Sr2 (Ca1.7 Bi0.3) Cu3 O10	50	0,799	Bi-2223-23%
True	01-079-1083	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi.8 Pb.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O10	56	1,968	Bi-2223-28%
True	01-080-2029	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi1,6 Pb0.4) Sr1.81 Ca Cu2 O8.716	50	0,827	Bi-2212-14%
True	01-081-0848	Bismuth Lead Strontium Yttrium Calcium Copper Oxide	BiPb Sr2 Y0,5 Ca0,5 Cu2 O8	47	0,822	Bi-2212-14%
True	01-081-0847	Bismuth Lead Strontium Yttrium Calcium Copper Oxide	BiPb Sr2 Y0,5 Ca0,5 Cu2 O8	59	0,536	Bi-2212-21%

Кесте 14 - 100 сағат күйдірілген CZFO наоұнтағы қосылған таспа сынамасының рентгендік дифрактометрия нәтижесінде Bi-2212-6% және Bi-2223-21% фазаларының үлес салмағы анықталды

Visible	Ref. Code	CompoundName	ChemicalFormula	Score	ScaleFactor	SemiQuant [%]
True	01-087-1373	Bismuth Indium Lead Strontium Gadolinium Calcium Copper Oxide	(Bi0.21 In0.30 Pb0.25 Cu0.24) Sr2 (Gd0.887 Ca0.113) (Cu0.97 In0.03)2 O7	22	0,017	4
True	01-080-1335	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi0.8 Pb0.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O9.98	7	0,026	Bi-2223-6%
True	01-079-1083	Bismuth Lead Strontium Calcium Copper Oxide	(Bi.8 Pb.2)2 Sr2 Ca2 Cu3 O10	5	0,114	Bi-2223-21%
True	00-004-0783	Silver-3C, syn	Ag	32	0,262	Ag-69%

Тәжірибелік бөлімге тұжырым

CZFO және NZFO наноұнтақтарын пиннингтік орталықтарды жасау мақсатында BPSCCO және YBCO асқынөткізішетріне 0,01, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 және 0,5% мөлшерінде қосу арқылы негізгі сипаттамаларға әсері зерттелді. Аталған наноұнтақтарды қолдана отырып, критикалық ток тығыздығының артуына ықпал жасауға болады. Сонымен қатар, критикалық температура мәнін сақтап қалуға мүкіндік туады. Наноұнтақтардың концентрация көлемі 0,5% аспау себебі алдыңғы зерттеулердің нәтижелеріне сүйене отырып, ең тиімді жоғарғы шек мәніне тоқтау жасалды. Негізгі мақсаттардың бірі асқынөткізгіш материалдардың кристалдық құрылымына өзгерістер енгізбей нанодеңгейде біртекті пиннингтік нүктелер жүйесін құру болатын. NZFO. Аталған наноұнтақтарды қосу сондай-ақ MgO, ZnO, Co_3O_4және $NiFe_2O_4$ қоса алғанда, нанобөлшектердің басқа қоспалары арасында ең жоғары Jc және Tc көрсетті.

Бұл сондай-ақ магнит ағынын бекіту қабілетін және Bi-2223 сынамалардың түйіршіктілігін жақсартты. NZFO қосу арқылы жалған сезімталдық шыңының температурасы өсті. Демек, NZFO наноұнтағы Bi-2223 асқынөткізгішінің жалпы сипаттамаларын жақсартты. Бұл нәтижелер Bi-2223 асқынөткізгіш қасиеттерін жақсарту үшін қолайлы қосымшаны анықтау кезінде пайдалы болуы мүмкін.

Алынған нәтижелердің теориялық маңыздылығы CZFO және NZFO наноөлшемді ұнтақтарын қосу кезінде құрамында висмут бар және иттрий-барий купратты ЖТАӨ материалдарының ток тығыздығының артуына мүмкіндік берді. Сондай – ақ, наноөлшемді қоспалар бұрынғы деңгейде (YBCO үшін– 91 K, BPSCCO үшін -113 K) критикалық температураны сақтауға мүмкіндік берді. Наноөлшемді ұнтақтардың бұл түрі алдыңғы зерттеулердің нәтижелерін талдау негізінде бірінші рет қарастырылды.

ҚОРЫТЫНДЫ

Диссертациялық жұмыста қойылған мақсаттарға қолжеткізу үшін келесі мәселелер шешілді:

1. Бірлесіп тұндыру әдісі арқылы $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноұнтағы қосылған висмут құрамды $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ ЖТАӨ материалын алғанда қатты фазалық әдіспен салыстырғанда Bi-2223 фазасының екі есе жоғары болатындығы анықталды.

2. Висмут құрамды $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалдарына $Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноөлшемді ұнтақтарын 0,01-0,1 мас.% мөлшерінде қосқанда критикалық ток тығыздығы 12 % жоғарылайды және критикалық температура мәнін кемінде 100К шамасында сақтайды.

3. Иттрий-барий құрамды $YBa_2Cu_3O_7$ материалдарына $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ наноөлшемді ұнтақтарын 0,02-0,1мас.% мөлшерінде қосқанда критикалық ток тығыздығы үш есе жоғарылайды және критикалық температура мәнін кемінде 90К шамасында сақтайды.

4. $(Bi_{1,6}Pb_{0.4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ және $YBa_2Cu_3O_7$ ЖТАӨ материалдарына суперпарамагнитті ($Co_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ және $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$), ферримагнитті, антиферромагнитті ($CoFe_2O_3$, Cr_2S_3) және диамагнитті (ZnO, CdTe) наноқлшемді ұнтақтарының аз мөлшеріндегі (0,01 – 0,5 мас%) концентрациясы ферромагнитті (Fe_3O_4, Co_3O_4, $CoFe_2O_4$) наноұнтақтарымен салыстырғанда T_C жән J_C мәндерін тиәімді әсер етіп жоғарылататындығы анықталды.

5. ЖТАӨ матеиалдарының критикалық сипаттамаларының күйдіру уақытына тәуелділігі анықталды. Висмут құрамды $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ материалдары үшін 100-125 сағаттық күйдіру уақыты тиімді болып, осы интервалда критикалық температураның мәні ең жоғары болды. Иттрий-барий құрамды $YBa_2Cu_3O_7$ материалдары үшін 48-75 сағаттық күйдіру уақыты тиімді болып, осы интервалда ең жоғарғы критикалық температура мәні тіркелді.

6. ЖТАӨ материалдарына ақау ретінде наноөлшемді ұнтақтарды ендіру радиациялық әдіспен салыстырғанда, оларда асқынөткізгіштікті жоймай магниттік құйындардың материалға енуін бекіту үшін пиннингтік орталықтардың біртекті орналасуына едәуір тиімді әсер етіп, Jc мәнінің жоғары болуына ықпал етеді.

ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

1 Жетписбаев К.У. Обзор о механизмах высокотемпературных сверхпроводников // 3-Халықаралық Фараби оқулары: тез. жинағы - «Фараби әлемі» атты халықаралық ғылым конф.- Алматы, 2016.- Б. 211.

2 Антипов Е.В., Абакумов А.М. Структурный дизайн сверхпроводников на основе сложных оксидов меди // УФН.- 2008. -Т. 178. - С. 190–202.

3 Blatter G., Fogelman M.V., Geshkenbein V.B. Vortices in hightemperature superconductors // Rev. Mod. Phys. -1994. -Vol. 66, №4. -P. 1125–1380.

4 Ma X., Hao Q., Liu G., Zheng H. Influences of Pb content on the critical current of Bi-2223 multi-filamentary tapes// Materials Letters.- 2016. -P. 5-8.

5 Rush J.P., May-Miller C.J., Palmer K.G.B., Rutter N.A., Dennis A.R. Transport in Bulk Superconductors: A Practical Approach// IEEE Transactions on Applied Superconductivity.- 2016.- P. 1-4.

6 Agail A., Abd-Shukor R. Effect of Different NanosizedNiO Addition on Ag-Sheathed (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10 Superconductor Tapes// Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. -2013. -Vol. 27, №5. –P.1273-1277.

7. Abd-Shukor R., Kong I., Lim E.L., Mizan N.A., Alwi H.A., Jumali M.H., Kong W. Enhanced Critical Current Density of FeF2 Added YBa2Cu3O7−δ // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.-2012.- P.957-960.

8. Abd-Shukor R., Kong W. Magnetic field dependent critical current density of Bi–Sr–Ca–Cu–O superconductor in bulk and tape form with addition of Fe3O4 magnetic nanoparticles// Journal of Applied Physics.- 2009.-Vol. 25, №4. -P.311-316.

9. Zelati A., Amirabadizadeh A., Kompany A., Salamati H., Sonier J. Effect of Eu2O3 Nanoparticles Addition on Structural and Superconducting Properties of BSCCO// Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.-2014.-Vol. 27, №6. -P.1369-1379.

10. Mubeen M., Anis-ur-Rehman M. Study of Superconducting Properties in Bismuth-Based Cerium Doped High-Tc Superconductors// Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.-2012.-Vol. 26, №4. -P.1123-1127.

11. Roumié M., Marhaba S., Awad R., Kork M., Hassan I., Mawassi R. Effect of Fe2O3 NanoOxide Addition on the Superconducting Properties of the (Bi,Pb)-2223 Phase// Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. -2013. - P.143-153.

12. Yahya N.A.A., Al-Sharabi A., Suib N.R.M., Chiu W.S., Abd-Shukor R., Enhanced transport critical current density of (Bi, Pb)-2223/Ag superconductor tapes added with nano-sized Bi2O3// Ceramics International. -2016. -Vol. 28, №6 - P.18347-18351.

13 Shimakava Y., Kubo Y. Chemical and structural study of tetragonal and orthorhombic Tl2Ba2CuO6 // Physica C. -1993. -Vol .204. P. 247-261.

14 Hewat A.V., Hewat E.A., Brynested J. et al. Structure and superstructure of the superconductor Tl2CaBa2Cu2O8 by neutron and electron diffraction // Physica C. - 1988. -Vol. 152. -P. 438-444.

15 Kotany T., Nishikawa T., Takey H. Structural study of Tl2Ca3Ba2Cu4Ox// Jpn. J. Appl. Phys. -1990. -Vol. 29, No. 6. P. L902-L905.

16 Ogborne D.M., Weller M.T., Lanchester P.C. A new intergrowth phase in the Tl-Ba-Ca-Cu-O system // Supercond. Sci. Technol. -1992. -Vol. 5. -P.78-81.

17 Bellingery F., Flukiger R. High temperature superconductors. TlBCCO// Handbook of Superconducting Materials. Ed. Cardwell D.A. and Ginley D.S. Bristol and Philadelphia. IoP. -2003.- P. 993-1028.

18 Aksenov V.L., Balagurov A.M., Savenko B.N. Investigation of the HgBa2CuO4+δ structure under external pressure up to 5 GPa // Physica C. -1997. - Vol. 275. -P. 87-95.

19 Bertinotii A., Colson D., Hammann J. X-ray single crystal of HgBa2Ca2Cu3O8+δ and influence of oxygen stoichiometry on the superconducting properties // Physica C. - 1995. - Vol. 250. -P. 213-219.

20 Loureiro S.M., Antipov E.V., Kopnin E.M. Structure and superconducting properties of HgBa2Ca3Cu4O10+δ phase // Physica C. - 1996. -Vol. 257. -P. 117-123.

21 Karpinski J., Shower H., Kopnin E. Single crystals of Hg Ba2Can-1CunO2n+2+δ (n = 1–5) and layers of HgBa2CuO4+δ grown at gas pressure 10 kbar // Journal of Superconductivity. -1997. -Vol. 10. -P. 4-11.

22 Fornasini M.L., Costa G.A., Fereti M. et al. On the single crystal structure determination of the YBa2Cu3O7 high TC superconductor // Solid State Commun. - 1988. -Vol. 65, No.10. -P. 1121-1123.

23 Шамрай В.Ф., Лейтус Г.М., Карпинский О.Г. Кристаллическая структура YBa2Cu3O6.6 при 91 и 298 К // Доклады АН СССР. - 1991. - Т. 316, № 1. - С. 120-125.

24 Koblischka-Veneva A., Sakai N., Tajima S. High temperature superconductors. YBCCO. // Handbook of Superconducting Materials. Ed. Cardwell D.A. and Ginley D.S. Bristol and Philadelphia. IoP. -2003. -P. 893-946.

25 Harald W. Weber. Radiation effects on high temperature superconductors// HTS 4Fusion Conductor Workshop, KIT. -2011.-Vol.20, № 06.- P. 1325-1378.

26 Kanai M., Kawai T., Kawai S. Atomic layer control SrCuOx and layer-by-layer growth of Bi2Sr2Can-1CunO2n+4 (n=1 to 5) on SrTiO3 (100) by laser molecular-beam-epitaxy // Jpn. J. Appl. Phys. -1992. -Vol. 31, No.3. -P. L331-L333.

27 Miles P.A., Kennedy S.J., McIntyre T.G. Refinement of incommensurate structure of high quality Bi-2212 single crystals from a neutron diffraction study // Physica C. -1998. -Vol. 294. -P. 275–288.

28 Yamamoto A., Onoda M., Takayama E. et al. Rietveld analysis of the modulated structure in the superconducting oxide Bi2Sr2CaCu2O8+x // Phys. Rev. - 1990. -Vol. 42B, No.7. -P. 4228-4239.

29 Petricek V., GaoY., Lee P. X-ray analysis of the incommensurate modulation in the 2:2:1:2 Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor including the oxygen atoms // Phys. Rev. 2000. -Vol. 42B, No. 1. -P. 387-392.

30 Beskorov-nyi A.I. Neutron diffraction study of the modulated structure of Bi2Sr2CaCu2O8+x // Physica C. - 1990. - Vol. 166. -P. 79-86.

31 Hirsch J.E. Bond-charge repulsion and hole superconductivity // Physica C. - 1989. -Vol. 158. -P. 326-336.

32 Zhang W., Benneman K.H. Antiferromagnetism in electron and hole-doped high TC superconductors // Phys. Rev. – 1992 - Vol. 45, №21. -P. 12487-12491.

33 Sinha K.P., Singh M. Correlated pair transfer mechanism for high temperature superconductivity // Phys. stat.sol. -1990. -Vol. 159b. -P. 787-795.

34 Schwarz K. High temperature superconductors: theory, developments, perspectives // Microchim. Acta [Wien]. -1990. -Vol. II. -P. 149-160.

35 Chakraverty B.K., Avignon M., Feinberg D. Understanding high temperature superconducting oxides // J. Less-Common Metals. -1989. -P. 11–31.

36 Kivelson S.A., Bindloss I.P. How to detect fluctuating stripes in the high-temperature superconductors // Reviews of modern physics. -2003. - Vol. 75. - P. 1201–1241.

37 Bianconi A. Superstripes // International journal of modern physics. - 2000. Vol. 14B. - P. 3289–3297.

38 Engelbrecht J.R., Nazarenko A., Randeria M. Pseudogap above TC in a model with dx2-y2 pairing // Phys. Rev. - 1998. -Vol. B57, №3. -P. 13406-13415.

39 Митин А.В. Формирование протяженных когерентных состояний в псевдощелевой области купратов при T≤1200 К // Инженерная физика. - 2003. - №1. - С. 37-49.

40 Михайлова А.Б. Структурные состояния Bi-ВТСП в связи с оптимизацией их сверхпроводящих свойств: диссер. канд. тех.наук. -М., 2009. - 177 с.

41 Sieburger R., Muller P., Schilling T.S. The influence of the superconducting transition temperature in Bi2Sr2CaCu2O8+δ as function of oxygen content // Physica C. - 1991. -Vol. 181. -P. 335-343.

42 Mikheenko P.N., Uperty K.K., Dou S.X. High temperature superconductors. BSCCO // Handbook of Superconducting Materials. Ed. Cardwell D.A. and Ginley D.S. Bristol and Philadelphia. IoP.- 2003. -P.947-992.

43 Groen W.A., Leeuw D.M., Feiner F. Hole concentration and TC in Bi2Sr2CaCu2O8+δ. Physica C. -1990. -Vol. 165. -P. 55-63.

44 Физическое материаловедение / Под общ. ред. Б.А. Калина. -М.: МИФИ, 2007. -Т. 1. - 635 с.

45 Schilling A., Jin R., Gao T.D. et al. Critical field and characteristic length of monocrystalline superconducting Bi2Sr2CaCu2O8 derived from magnetization measurements // Physica B. - 1994. -Vol. 194-196. -P. 2185-2192.

46 Palstra T.M., Batlogg B., Shneemeyer L.L. et al. Angular dependence of the upper critical field of Bi2.2Sr2Ca0.8Cu2O8+δ // Phys. Rev. -1998. -Vol. B38. -P. 5102–5109.

47 Li T.W., Menovsky A.A., France J.J. et al. Flux pinning Bi-2212 single crystal with various oxygen contents // Physica C. -1996. Vol. 257. - P. 179-187.

48 Hayashy S., Shibatani K., Shigaki I. et al. Anisotropy of the magnetic properties in Bi2Sr2CaCu2Ox // Physica C. -1991. -Vol. 174. -P. 329-334.

49 Zheng D.N., Yan Y.F., Ni Y.M. The anisotropic resistivity of Pbdoped Bi-Sr-Ca-Cu-O single crystal // Modern Physics Letters B. -1990. -Vol. 4, No.2. - P. 145–151.

50 Koshelev A.E., Vinokur V.M. Pinning induced transition to disordered vortex phase in layered superconductors // Phys. Rev. -1998. -Vol. B57. -P. 8026-8032.

51 Khaykovich B., Konczykowski M., Zeldov E. et al. Vortex-matter phase transition in Bi2Sr2CaCu2O8+δ; effect of weak disorder // Phys. Rev. - 1997. - P. 517-523.

52 Имаев М.Ф. Структура и свойства высокотемпературных сверхпроводящих керамик, подвергнутых деформационным и термическим воздействиям: автореф. физ- мат. наук. –Уфа, 2010. -40 с.

53 Михайлов Б.П., Руднев И.А., Михайлова А.Б., Кадырбаев А.Р., Шамрай В.Ф.// Структура тонких Bi-2223 покрытий, полученных прокаткой на металлических подложках с различным модулем упругости. Перспективные Материалы. Специальный выпуск: матер. IX Российско-Китайского симпозиума «Новые материалы и технологии». (19-22 сентября - 2007г.) – Астрахань, 2007. - Т. 2. - С. 407-411.

54 Dubson M.A., Herbert S.T., Calabrese J.J. et. al. Non-Ohmic dissipative regime in superconducting transition of polycrystalline YBa2Cu3O7 // Phys. Rev. Lett. -1988. -Vol. 60, No.11. -P. 1061-1064.

55 Dimos D., Chaudhari P., Mannhart J. Orietantion dependence of grain boundary critical current // Phys. Rev. Lett. -1988. Vol. 61, No.2. -P. 219-222.

56 Hilgenkamp H. and Mannhart J. Grain boundaries in High-TC supercoductors // Rev.Mod.Phys. -2002. -Vol. 74. -P. 485-549.

57 De Genness P.G. Boundary effects in superconductors // Rev. Mod. Phys. - 1964. - Vol. 36. - P. 225-237.

58 Михайлов Б.П., Ичкитидзе Л. П., Григорашвили Ю. Е. и др. Синтез, структура и свойства композиционной ВТСП керамики: (Bi,Pb)2Sr2Ca2Cu3O10+x+Si3N4 // Неорганические материалы. -2003. -Т. 39, № 7. -С. 15-20.

59 Hamid N. A., Abd-Shukor R. Effects of TiO2 addition on the superconducting properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O system // J. of materials science. -2000. -Vol. 35. -P. 2325-2329.

60 Christova K., Manov A., Nyhus J. et al. Bi2Sr2CaCu2Ox bulk superconductor with MgO particles embedded // J. Alloys and Compounds. -2002. -Vol. 340. -P. 1-5.

61 Михайлов Б.П., Руднев А.И., Бобин П.В. и др. Функциональные характеристики композита Bi2Sr2Ca2Cu3O10+δ/ZrN / Письма в ЖЭТФ. -2006. -Т. 32, Вып. 20. -С. 70-76.

62 Шамрай В.Ф., Михайлова А.Б., Михайлов Б.П. Кристаллическая структура и сверхпроводимость порошковых композитов на основе Bi-2223+ZrN // Перспективные материалы. -2007. -Т. 4. -С. 59-64.

63 Kazin P.V., Jansen M., Tretyakov Yu.D. Flux pinning improvement in Bi-2212 silver sheated tapes with submicron SrZrO3 inclusion // Physica C. -1995. -Vol. 253. -P. 391-400.

64 Grivel J.C. and Flukiger R. Effects of Au and Ag additions on the formation of the Bi (2223) phase // Physica C. -1994. -Vol. 229. - P. 177-182.

65 Reissner M., Daminov R.R., Imayev M.F., Steiner W., Makarova M.V., Kazin P.E. Investigation of pinning in hot plastic deformed Bi2212/MgO composites // Proc. of the 6th European Conference on Applied Superconductivity (EUCAS-2003). – Italy, 2003.- P. 2195-2201.

66 Abd-Shukor R., Kong W. Nanoparticles as flux pinning centre in bulk and Ag sheathed Bi1,6Pb0.4Sr2Ca2Cu3O10 high temperature superconductor tapes// Materials Research Innovations.- 2009.- Vol. 13, № 3. -P. 403-405.

67 Kong W., Abd-Shukor R. Enhanced electrical transport properties of nano NiFe2O4-added (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10 superconductor// J Supercond Nov Magn.- 2010. -Vol. 23. - P. 257-263.

68. Kilic A., Kilic K., Senoussi S. Grain size dependence of the current–voltage characteristics and critical current density in the self-field approximation// J. Appl. Phys. -1998. -Vol.84, №6. - P. 3254-3259. 1.5.-3. Hafiz M., Abd-Shukor

69. Hafiz M., Abd-Shukor R. Transport critical current density of (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10/Ag superconductor tapes with addition of nanosized CoFe2O4// Applied Physics.- 2015. -Vol. 120, № 4.- P.1573-1578

70. Yahya N.A.A., R. Abd-Shukor. Effect of nano-sized PbO on the transport critical current density of (Bi1. 6Pb0. 4Sr2Ca2Cu3O10)/Ag // Ceram Int. -2014. -Vol. 40, № 4. - P. 5197-5200.

71 Funaki K., Iwakuma M., Kajikawa K., Hara M. Development of a 22 kV/6.9 kV single-phase model for a 3 MVA HTS powertransformer// IEEE Transactions on Appiled Superconductivity.-2001.-Vol. 11, № 1. -P. 1578-1581.

72 Lau K.T., Yahya S.Y., Abd-Shukor R., Appl J. Enhanced flux pinning in Ag-sheathed Bi(Pb)–Sr–Ca–Cu–O superconductors tapes with addition of magnetic nanorod γ-Fe2O3 // Journal of Applied Physics. - 2006. -Vol. 99, №12.- P.123904-123909.

73 Abd-Shukor R., Kong W. Magnetic field dependent critical current density of Bi–Sr–Ca–Cu–O superconductor in bulk and tape form with addition of

Fe3O4Fe3O4magnetic nanoparticles //Journal of Applied Physics. - 2009. - P.105-110.

74 Kong W., Abd-Shukor R., Supercond J. Enhanced Electrical Transport Properties of Nano NiFe2O4-added (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10 Superconductor //Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. - 2010. -Vol.23. P.25-28.

75 Yahya N.A.A., Abd-Shukor R. Electrical Transport Properties of (Bi1,6Pb0.4Sr2Ca2Cu3O10)/Ag Tapes with Different Nanosized MgO // Advances in Condensed Matter Physics. -2013. -Vol. 2013, Article ID 821073.- 5 p.

76 Annab A., M'chirgu M., Azzouz F.B., Salem M.B. Addition of nanometer Al2O3 during the final processing of (Bi, Pb)-2223 superconductors // Physica C: Superconductivity. - 2004. -Vol. 405. -P. 25-29.

77 Gul I.H., Amin F., Abbasi A.Z., Anis-ur-Rehman M., Maqsood A.. Effect of Ag 2CO 3 addition on the morphology and physical properties of Bi-based (2223) high- Tc superconductors //Physica C: Superconductivity and its applications. - 2006. -Vol. 449. -P. 139-148.

78 Ghazanfari N., Kılıc A., Gencer A., Ozkan H.. Effects of Nb2O5 addition on superconducting properties of BSCCO //Solid State Commun.-2007. -Vol. 144. -P. 210-214.

79 Nurhidayah M.H., Abdul H.S., Mohd M.K., Tan K. B. Effect of heat treatment condition on the phase formation of YBa2Cu3O7-δ superconductor//School of Applied Physics Studies29th Regional Conference of Solid State Science and Technology, RCSSST.- 2016. -Vol. 268. -P. 305-310

80 ObradorsX., PuigT., LiZ., PopC., MundetB., ChamorroN., VallésF. Epitaxial YBa2Cu3O7−x nanocomposite films and coated conductors from BaMO3 (M = Zr, Hf) colloidal solutions //Superconductor Science and Technology. -2018. -Vol. 31, № 4. -P.1-16.

81 Rijckaert H., Hannes R.,OrcidG., al.et. Optimizing Nanocomposites through Nanocrystal Surface Chemistry: Superconducting YBa2Cu3O7 Thin Films via Low-Fluorine Metal Organic Deposition and Preformed Metal Oxide Nanocrystals // Chemistry of Materials.-2017. -Vol. 29, №14. -P. 6104-6113.

82 Li Z., Coll M., Mundet B., Palau A., Puig T. Accelerated growth by flash heating of high critical current trifluoroacetate solution derived epitaxial superconducting YBa2Cu3O7 films // Journal of Materials Chemistry C.- 2019, -№16. -P. 4748-4759.

83 Willa R., Koshelev A., Sadovskyy I.A., Glatz A. Strong-pinning regimes by spherical inclusions in anisotropic type-II superconductors //Superconductor Science and Technology. - 2018. -Vol. 31. - P.014001-014025.

84 Ziliang Li, Mundet B., PalauA., PuigT., Gazquez J.. Control of nanostructure and pinning properties in solution deposited YBa2Cu3O7-x nanocomposites with preformed perovskite nanoparticles. // Sci Rep. Published online -2019 -Vol. 9, №1. -P. 5828-5834.

85 Nur Nabilah M.Y., Mohd Mustafa A.K., Hussein B., Chen S. K., Lim K.P., Abdul H.S. Structural and Superconducting Properties of Thermal Treatment-

Synthesised Bulk YBa2Cu3O7-δ Superconductor: Effect of Addition of SnO2 Nanoparticles// Materials. - 2019. - P. 92-105.

86 Руднев И.А., Эффекты влияния нанодобавок и радиационных воздействий на транспортные и магнитные характеристики перспективных сверхпроводящих материалов: диссер. докт. физ. – мат. наук.- М., 2013.- 258с.

87 Антонова Л.Х., Михайлова Г.Н., Троицкий А.В., Дидык А.Ю., Мальгинов В.А., Мальгинов А.В., Изменение критических параметров ВТСП лент, облученных электронами и ионами высоких энергий // Междунар. конф. «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости-11». – М., 2011.- С. 309-310.

88 Демихов Т. Е. Влияние радиационного облучения и магнитного поля на критические параметры композитных сверхпроводящих лент на основе ВТСП: диссер. канд. физ.-мат. наук: 01.04.07.-М., 2016.-148с.

89 Антонова Л. Х., Боровицкая И. В., Горшков П. В., Демихов Е. И., Иванов Л. И., Крохин О. Н., Михайлова Г. Н., Михайлов Б. П., Никулин В. Я., Покровский С. В., Руднев И. А., Троицкий А. В. Применение ударных волн для улучшения токонесущих свойств втсп_лент YBCO(123) и BI(2223) в магнитных полях// Физика металлов и металловедение.- 2011.- Т. 111, № 2.- С. 162-168.

90 Краснюк И.Б., Таранец Р.М., Влияние давления и пиннинга вихревой решетки на проникновение магнитного потока в высокотемпературные верхпроводники второго рода// Физика и техника высоких давлений.- 2011.- Т. 21, № 4. -С. 29-42.

91 Kong W., Kong I., Hamdan M.S., Radiman S., Abd-Shukor R.A., Susceptibility and Superconducting Properties of Graphene Added YBa2Cu3O7−d // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. -2018. -Vol.31, №9. -P.2699–2703.

92 Nurul R., Nur-Akasyah J., Muhammad K., A., Abd-Shukor R. Electrical Properties of Nano Bi2O3 Added (Bi,Pb)Sr-Ca-Cu-O Superconductor //The Journal of Physics: Conf. Series. -2018. . -Vol.1083, №1. P.1083-1088.

93 Polonka J., Xu M., Li C., et al. In situ x-ray investigation of the melting of Bi-Sr-Ca-Cu-O phases // Appl. Phys. Lett. -1991. -Vol. 59. -P. 3640-3642.

94 Misture S.T., Mathheis D.P., Snyder R.L. et al. High-temperature X-ray diffraction study of the peritectic reactions of Bi-2212 with and without Ag additions // Physica C. -1995. -Vol. 250. - P. 175–183.

95 Duperay G., Hellgstrom F. Processing of high TC conductors: the compound Bi(2212) //Handbook of Superconducting Materials. Ed. Cardwell D.A. and Ginley D.S. Bristol and Philadelphia. IoP.- 2003. -P. 449-478.

96 Drozdov A. P. et al. Superconductivity at 250 K in lanthanum hydride under high pressures // Nature. - 2019. -P. 528-531.

97 Grasso G. Processing of high TC conductors: the compound Bi, Pb (2223). Handbook of Superconducting Materials // Ed. Cardwell D.A. and Ginley D.S. Bristol and Philadelphia. IoP. 2003. P. 479-537.

98 Majewski P. Phase Equilibria and crystal chemistry of the hightemperature superconducting compounds of the system Bi2O3-SrOCaO-CuO// Bismuth-Based High-Temperature Superconductors, ed. H. Maeda and K. Togano (New York: Dekker). -1996. -P. 129-138.

99 Fujii H., Garnier V., Giannini E. Effect of hot uniaxial pressing on the microstructure and critical current density of (Bi,Pb)-2223 tapes // Supercond. Sci. Technol. -2004. -Vol. 17. -P. 263-268.

100 Кнотько А.В. Химические методы управления процессами твердофазного распада в объеме оксидных матриц: автореф. диссер. док. хим. наук. -М., 2010. - 46 с.

101 Sato J., Ohata K., Okada M. et al. Two kilometer long Bi-2212 ROSAT wires // Physica C. -2001. -Vol. 357–360, №2. -P.1111-1114.

102 Yuan D.W., Francavilla T.L. Development of laminated Bi-2212 powder-in-tube conductors // Physica C: Superconductivity and its Applications. -2000. -Vol. 341-348. -P. 2595-2596.

103 Glowacki B.A., Gilewsky A., Rogacki K. et al. Characterisation of an optimised high current MgO/ Bi2Sr2CaCu2O8.21 composite conductor // Physica C. -2003. -Vol. 384. -P. 205-210.

104 Zhou R., Hults W.L., Bingert J.F. Coulter J.Y et al. Ag ribbons in Bi-2212 powder-in-tube tape // Physica C.: Superconductivity and its Applications. -1995. -Vol. 1-2. -P.166-170.

105 Комаров А.О., Сазонов А.И., Круглов В.С., Михайлов Б.П., Шамрай В.Ф. Физико-химические основы создания токонесущей структуры из Bi2Sr2CaCu2O8-x в моно- и многожильных проводниках // Перспективные материалы. -2002. -№ 1. -С. 11-19.

106 Paracchini C., Romano L. The resistance of superconducting BSCCO-2223 Ag-sheathed tape as a function of temperature, current, and magnetic field // J. Supercond. -1999. -Vol. 12, No.5. -P. 631–639.

107 Marti F., Grasso G., Huang Y. et al. High critical current densities in long length of mono and multifilamentary Ag-sheated Bi(2223) tapes. IEEE Trans. Appl. Supercond. -1997. -Vol. 7, №2. -P. 2215-2221.

108 Sneary A.V., Friend C.M., Vallier J.C. et al. Critical current density of Bi-2223/Ag multifilamentary tapes from 4,2 K up to 90 K in magnetic fields up 23 T. IEEE Trans. Appl. Supercond. -1999. -Vol. 9, №2. -P. 2585-2592.

109 Imaev M.F., Daminov R.R., Reissner M. et al. Microstructure, textureand superconducting properties of Bi2212 ceramics, deformed bytorsion under pressure // Physica C. -2007. -Vol. 467. -P. 458-461.

110 Имаев М.Ф., Заболотный С.В., Хазгалиев Р.Г. Формирование субмикрокристаллической структуры в сверхпроводнике Bi2Sr2CaCu2O8-x при деформации кручением под давлением // Деформация и разрушение материалов. -2010. -№4. -С. 11–14.

111 Pavard S., Vallard C., Bourgault D et al. Effect of adding MgO to bulk Bi-2212 melt textured in high magnetic field // Supercond. Sci.Technol. -1998. -Vol. 11, №12. -P. 1359-1366.

112 Lyuksyutov I.F., Naugle D.G. Frozen flux superconductors //Modern Physics Letters B.- 1999. -Vol.13, №15. - P.491-497.

113 Lyuksyutov I.F., Naugle D.G. This interaction is active even when the magnetic field from the magnetic subsystem. // Proceeding of SPIE. -2000. -P. 376-380.

114 Agail A., Abd-Shukor R. Transport current density of (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10 superconductor added with different nano-sized ZnO Applied Physics A. -2013. -Vol. 112, № 2. -P.501-506

115 Al-Sharabi A., Tajuddin S. Y., Fatihah A. D., Jasman S., Alwi H.A., Jumali M.H., Abd-Shukor R. Analisis kekonduksian lebihan superkonduktor YBa2Cu3O7-δditambah nanozarah PbO //Sains Malaysiana. -2016. -Vol. 45, №12.- P.1959-1969

116 Abbasi H., Taghipour J., Sedghi H. The effect of MgCO3 addition on the superconducting properties of Bi2223 superconductors // Journal of Alloys and Compounds. -2009. -Vol. 482. -P. 552-555.

117 Mousavi Ghahfarokhi S. E., Zargar Shoushtari M. Structural and physical properties of Cd-doped Bi 1,64Pb 0,36Sr 2Ca 2- xCd xCu 3O y superconductor //Physica B: Condensed Matter. -2010. -Vol.405, №10. - P.4643-4648.

118 Dadras S., Dehghani S., Davoudiniya M., Falahati S. Improving superconducting properties of YBCO high temperature superconductor by Graphene Oxide doping //Materials Chemistry and Physics. -2017. -Vol.193. - P.496-501.

119 Bagiah H., Halim S. A., Chen S. K., Lim K. P. and Kechik M.M.A. Effects of Rare Earth Nanoparticles (M= Sm2O3, Ho2O3, Nd2O3) Addition on the Microstructure and Superconducting Transition of Bi1. 6Pb0. 4Sr2Ca2Cu3O10 Ceramics //Sains Malaysiana. -2016. -Vol. 45, № 4.-P. 643-649.

120 Salama A. H., El-Hofy M., Rammah Y.S. Elkhatib M. The influence of magnetic nano metal oxides doping on structure and electrical properties of YBCO superconductor //Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology. - 2016. -Vol. 7, №1. –P. 015011- 015019.

121 Sahoo M., Behera D. Effect of Ferromagnetic Induced Inhomogeneity in Excess Conductivity of YBa2Cu3O7-δ+ x CoFe2O4 Composite //J. Material Sci. Eng. -2012. -Vol. 1.- P.115-121.

122 Zhang W., Ramesh R., MacManus-Driscoll J.L., Wang H. Composite epitaxial thin films: A new platform for tuning, probing, and exploiting mesoscale oxides //MRS Bulletin. -2015. -Vol. 40, № 9.-P.736-741.

123 He H.Y. Magnetic Properties of Co0,5Zn0,5Fe2O4 Nanoparticles Synthesized by a Template-Assisted Hydrothermal Method //Journal of Nanotechnology. - 2011. -Article ID 182543.- 5 p.

124 Hampshire P. A. Barrier to increasing the critical current density of bulk untextured polycrystalline superconductors in high magnetic fields //Physica C. - 1998. -Vol. 296. - P.153-159.

125 Bean C.P. Magnetization of High-Field Superconductors //REVIEWS OF MODERN PHYSICS. -1964. -Vol. 36, №1. –P.31-39.

126 Nur-Syazwani A.C.A., Abd-Shukor R. Effect of Ferrimagnetic Cr2S3 on AC Susceptibility and Superconducting Properties of YBa2Cu3O7−δ //Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. - 2019. -Vol. 32, №4. -P.863–868.

127 Nur-Akasyah J., Nur-Shamimie N.H., Abd-Shukor R. Effect of CdTe addition on the electrical properties and AC susceptibility of YBa2Cu3O7-δ superconductor // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. - 2017. -Vol. 30, №12. - P.3361-3367.

128 Begam M.R., Rao N.M., Joshi G.M., Kaleemulla S., Shobana M., Krishna N.S., Kuppan M. Structural, optical, and magnetic properties of Co doped CdTe alloy powders prepared by solid-state reaction method //Adv. Condens. Matter Phys.Art.- 2013.- Vol. 2013, Article ID 218659.- 5 p.

129 Ghattas A., Annabi M., Zouaoui M., Ben Azzouz F., Ben Salem M. Flux pinning by Al-based nano particles embedded in polycrystalline (Bi,Pb)-2223 superconductors //Physica C: Superconductivity and its Applications.-2008. - Vol. 468, № 1.- P.31-38.

130 Weinstein R.,Persad Sawh R., Gandini A.,Mayes B., Parks D. Production run of 2cm diameter YBCO trapped field magnets with surface field of 2T at 77K //Superconductor Science and Technology. -2007.- Vol. 20, № 9. – P.167-172.

131 Khawaja U., Benkraouda M., Obaidat I.M., Alneaim S. i.Numerical simulations on the role of the defect size on the critical current in high-temperature superconductors //Physica C: Superconductivity and its Applications.-2006. - Vol.44.- P.1-8.

132 Mousavi S.E., Zargar S.M. Structural and physical properties of Cd-doped Bi1,64Pb0.36Sr2Ca2-xCdxCu3Oy superconductor //Physica B Condensed Matter. - 2010. - Vol.405, № 22. - P. 4643-4649.

133 Gul I. H., Amin F., Abbasi A. Z., Anis-ur-Rehman M., Maqsood A. Effect of Ag2CO3 addition on the morphology and physical properties of Bi-based (2223) high-Tc superconductors //Physica C: Superconductivity and its Applications. -2006.- Vol. 449, № 2. - P. 139-147.

134 I. Karaca, Uzun O., Kölemen U., Yilmaz F., Sahin O. Effects of ZnO addition on mechanical properties of Bi1.84Pb0.34Sr1.91Ca2.03Cu3.06O10 prepared by a wet technique // Journal of Alloys and Compounds.- 2009. - Vol. 476, № 1-2. -P. 486-491.

135 Rush J.P., May-Miller C.J., Palmer K.G.B., Rutter N.A., Dennis A.R., Shi Y.H., Cardwell D.A. and Durrell J.H. Transport in Bulk Superconductors: A Practical Approach// IEEE Transactions on Applied Superconductivity.-2016. -P.26-30.

136 Abd-Shukor R. and Kong W. Magnetic field dependent critical current density of Bi–Sr–Ca–Cu–O superconductor in bulk and tape form with addition of Fe3O4 magnetic nanoparticles// Journal of Applied Physics.-2009.- P.301-308.

137 Nabil A.A., Abd-Shukor R. Effect of Different Nano-Sized MgO on the transport critical current density of Bi1,6Pb0.4Sr2Ca2Cu3O10 Superconductor // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. -2014. -Vol. 27, №2. -P. 329-335.

138 Zhetpisbaev K., Kumekov S., Nurul RaihanMohdSuib and R. Abd-Shukor. Effect of complex magnetic oxides nanoparticle on (Bi1,6Pb0.4)Sr2Ca2Cu3O10 // Superconductor prepared by co-precipitation method. Journal American institute of Physics/Conference Proceedings.- 2017, -Vol.1838, №1.- P. 020009-020014.

139 Жетписбаев К.У., Кудайберген К.Б., Байгисова К.Б., Алджамбекова Г.Т., Сарсембаев Б.Д. Влияние наноструктуры на свойства ВТСП. //Известия Национальной академии наук Республики Казахстан/ Серия физика.- 2017. - № 4.- С.223-230.

140 Zhetpisbaev K., Kumekov S., Nurul Raihan Mohd Suib and R. Abd-Shukor. Effect of Co0,5Zn0,5Fe2O4 Nanoparticle on AC Susceptibility and Electrical Properties of YBa2Cu3O7 Superconductor //. Int. J. Electrochem. Sci.-2019.- С. 279 - 286.

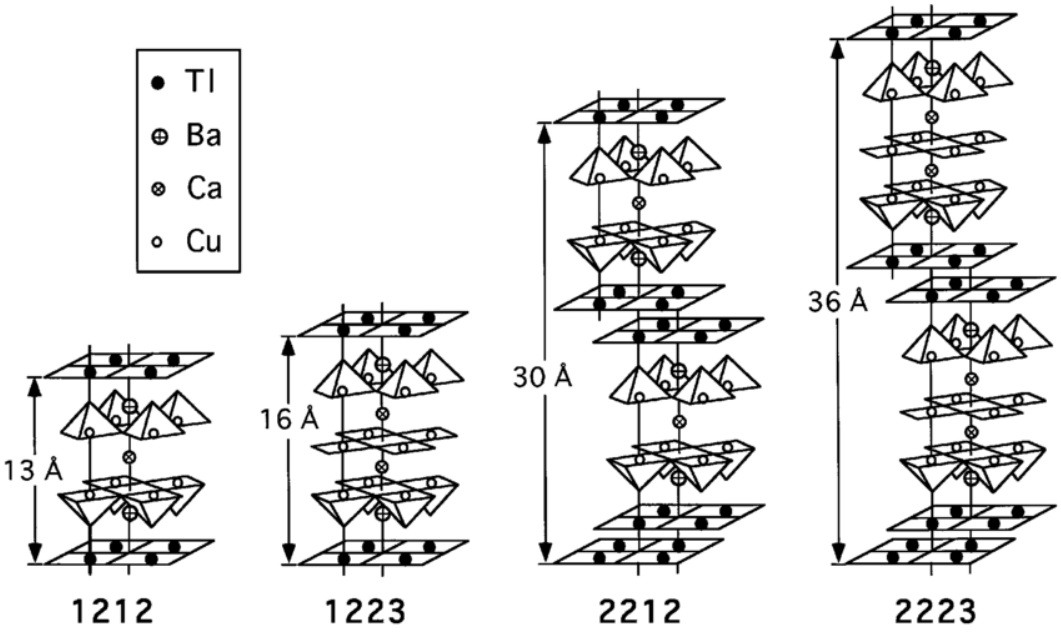
141 Жетписбаев К. У., Кумеков С. Е., Нурул Р., М. Плотность критического тока и восприимчивость к переменному току сверхпроводника $BI_{1,6}PB_{0.4}SR_2CA_2CU_3O_{10}$ с наноматериалом $NI_{0,5}ZN_{0,5}FE_2O_4$// Вестник КазНИТУ. -2019. - С. 493-499.

142 Жетписбаев К.У., Кумеков С. Е. Получение втсп материалов с нанодобавками CO0,5ZN0,5FE2O4 // Вестник КазНИТУ. -2019. - С.690-693.

143 Жетписбаев К. У., Кумеков С. Е., Abd Shukor R., Нурул Райхан М. Исследование критической температуры висмут - содержащих втсп с добавкой наночастиц CO0,5ZN0,5FE2O4 // Междунар. научное период. издание по итогам Междунар. науч.-прак. Конфер. «Новая наука: современное состояние и пути развития».- г.Оренбург, 2016. -С.68-72.

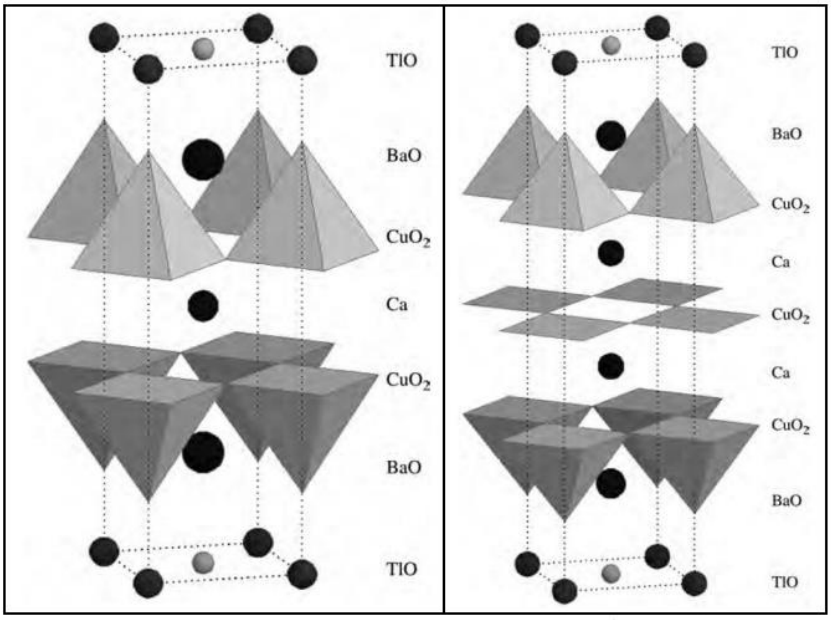
144 Жетписбаев К.У., Искаков Б.М., Байгисова К.Б., Кудайберген А.Д., Жумагалиева М.Е. Измерение критической температуры висмут содержащего сверхпроводника (BI1,6PB0.4)SR2CA2CU3O10 С 0.01% нано размерной добавкой CO0,5ZN0,5FE2O4 // Труды «Роль и место молодых ученых в реализации новой экономической политики Казахстана» Международных Сатпаевских чтений.- г. Алматы, 2016. - Т. 2. - С.591-595.

ҚОСЫМША А



Сурет А.1- Tl -1212, Tl 1223, Tl-2212 және Tl-2223 кристалдық құрылымдары

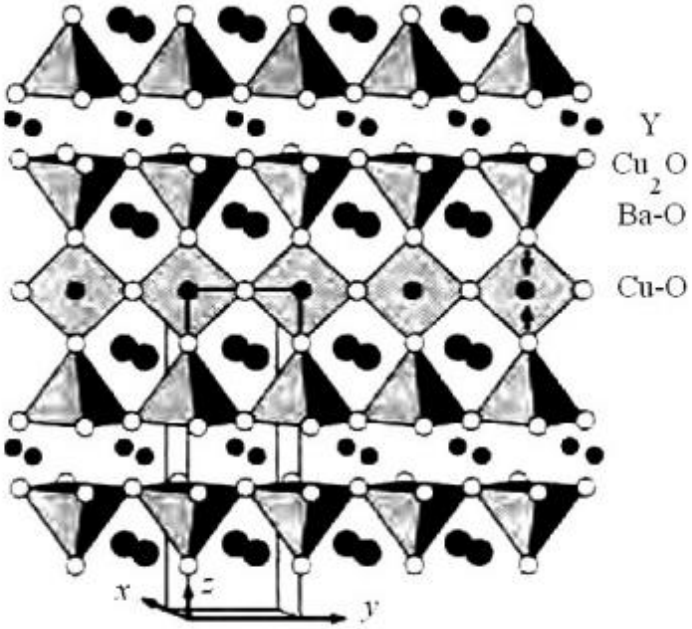
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [17]



Сурет А.2- (а) $TlBa_2Ca_1Cu_2O_\delta$ және (б) $TlBa_2Ca_2Cu_3O_\delta$ кристалдық құрылымдары

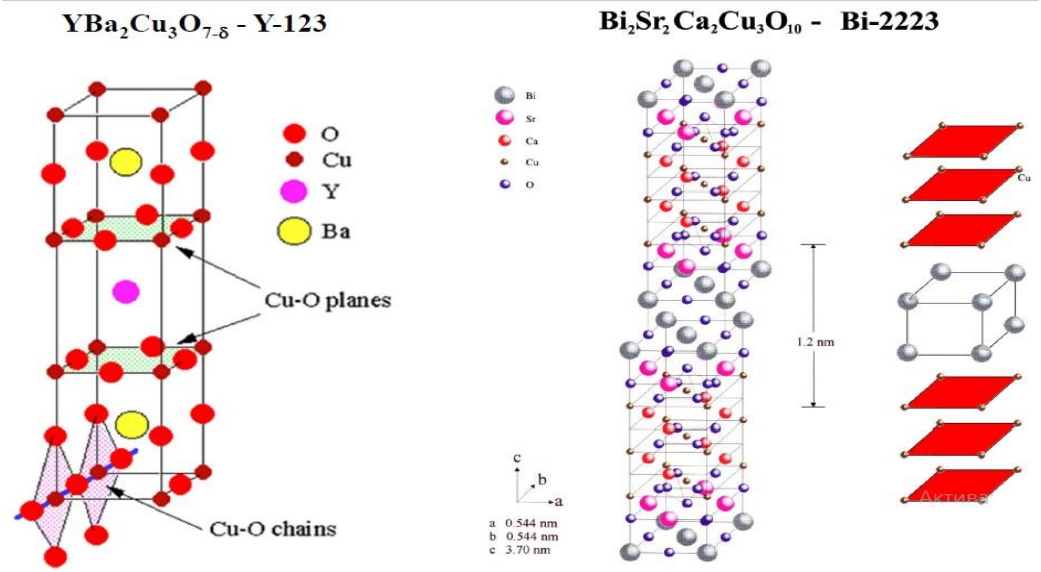
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [17]

ҚОСЫМША Б



Сурет В.3- $YBa_2Cu_3O_7$ Кристалдық құрылымдары

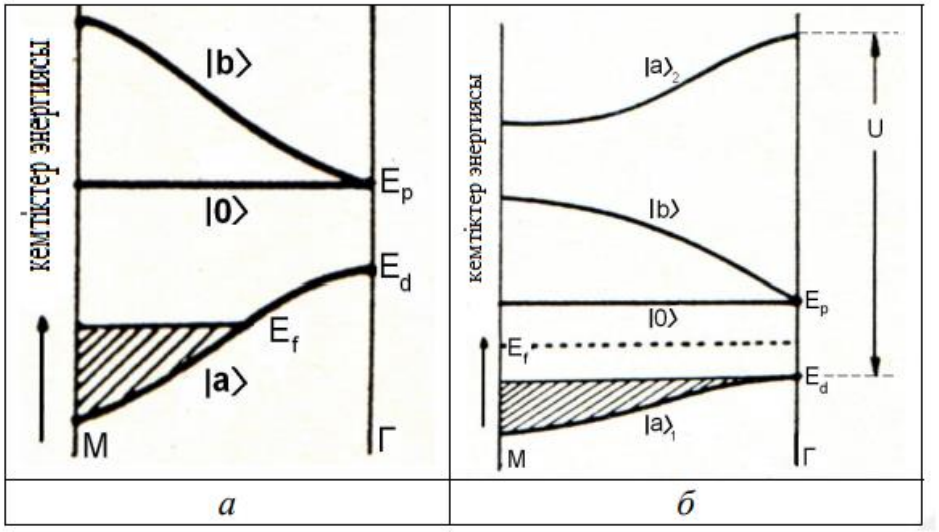
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [24]



Сурет В.4- BSCCO және YBCO ЖТАӨ кристалдық торлары

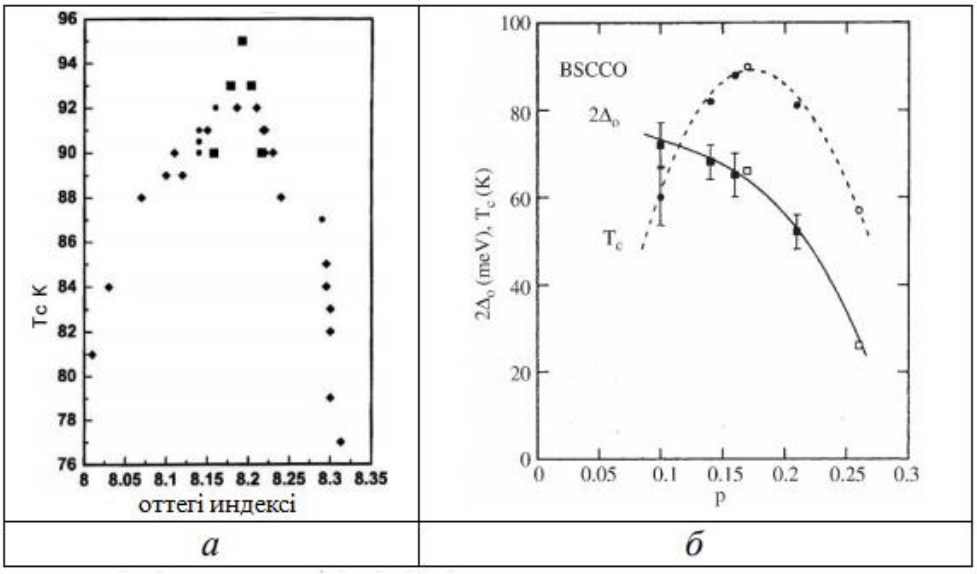
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [25]

ҚОСЫМША Г



Сурет Г.5- CuO_2 кристалдық торындағы зоналық құрылым сұлбасы(а) және (б) мыс атомдарында кулондық тебу есебімен

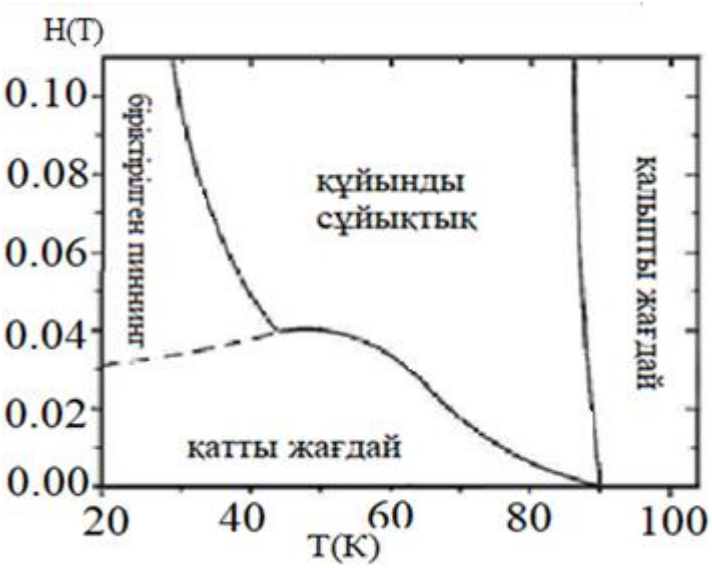
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [35]



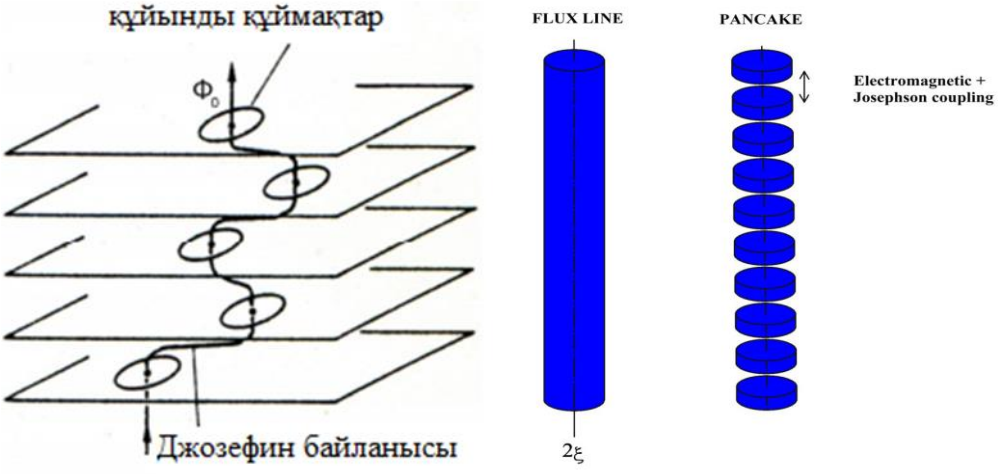
Сурет Г.6- $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ қосындысы: *а*-T_C критикалық температурасының δ оттегі индексіне тәуелділігі; *б* – Δ және T_C аса өткізгіш саңылаулар шамаларының p- кемтіктік тасымалдаушылар (акцепторлар) санына тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [42, 43]

ҚОСЫМША Д



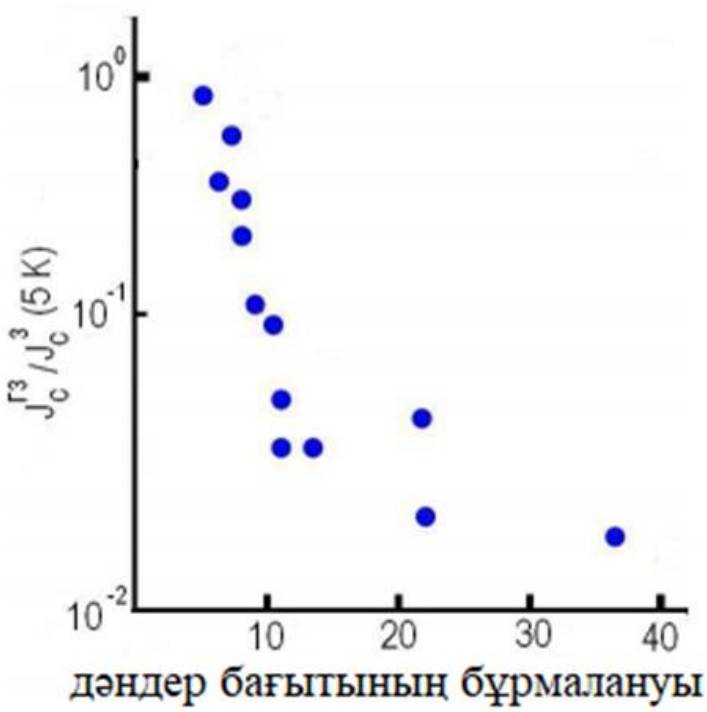
Сурет Д.7- Құйынды фазалық диаграмма



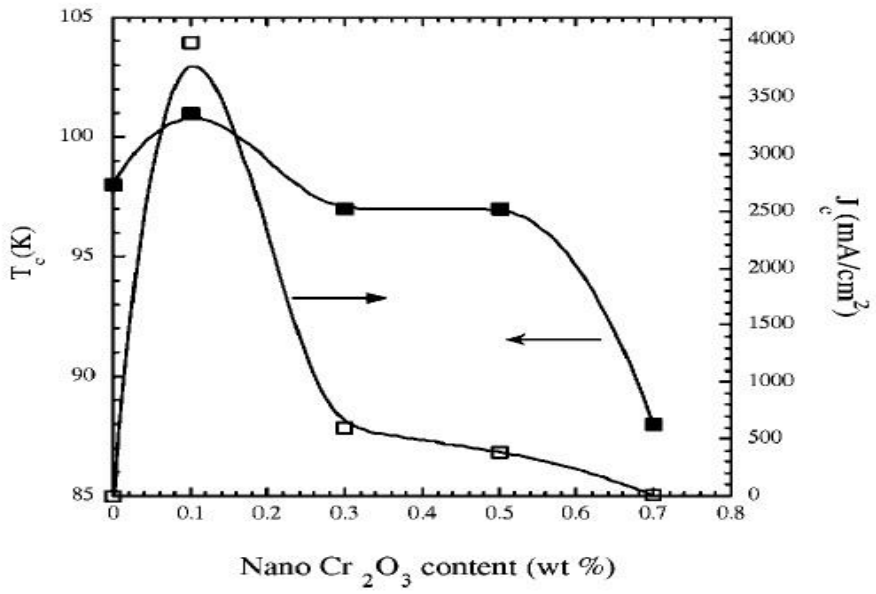
Сурет Д.8- Bi-2212 үшін күрт анизотропты өткізгіштегі бір құйындылықтың құрылымы

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [2]

ҚОСЫМША Ж



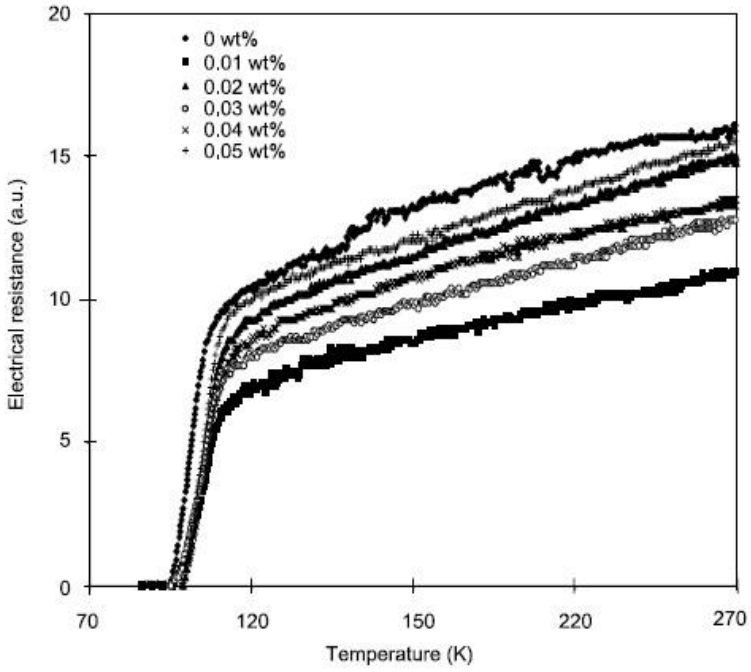
Сурет Е.9- Критикалық токтың дәндер бағытынң бұрамалануына тәуелділігі



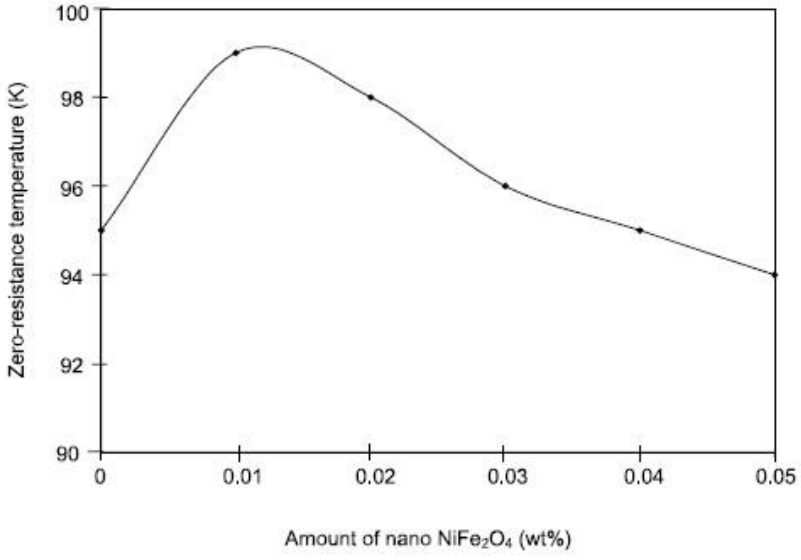
Сурет Е.10- Cr_2O_3 наноұнтағы Bi-ЖТАӨ материалының критикалық сипатамаларының концентрацияға тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [67]

ҚОСЫМША Ж



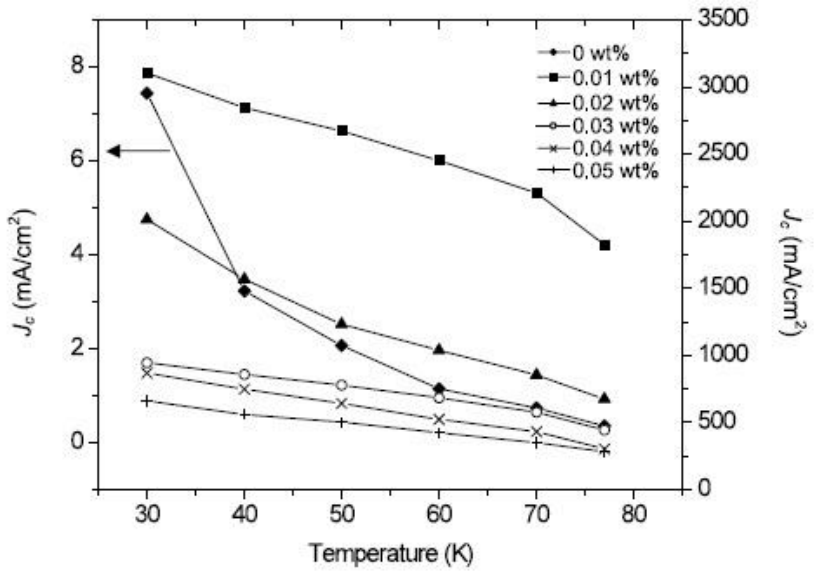
Сурет Ж.11- $NiFe_2O_4$ барлық сынамалары үшін электр кедергісінің температураға тәуелділігі графигінен критикалық температурасының мәні анықталған



Сурет Ж.12- Критикалық температурасының наноұнтақтардың коцентрациясына тәуелділігі

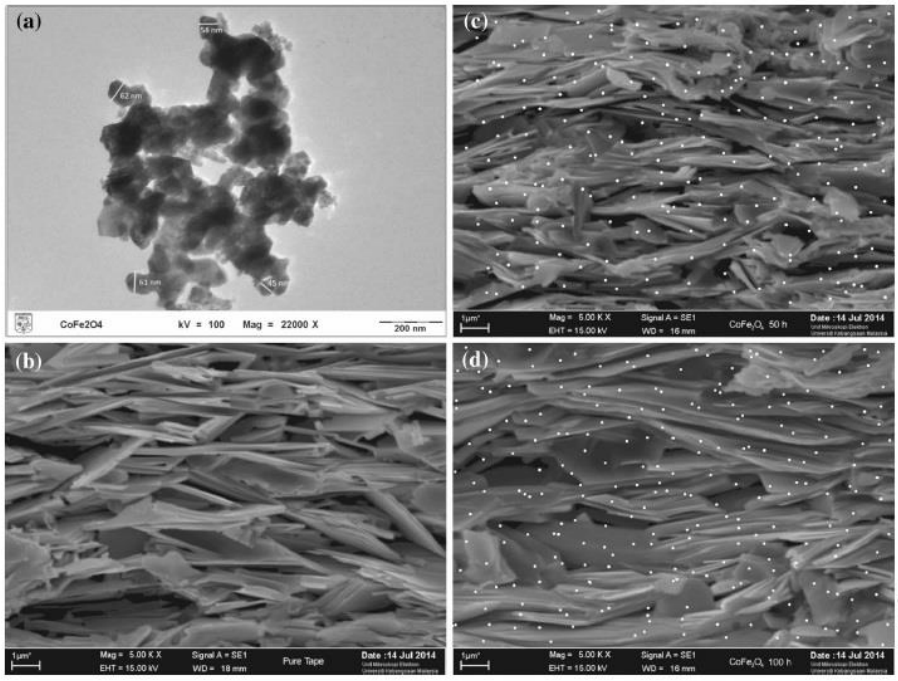
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [67]

ҚОСЫМША З



Сурет 3.13- Критикалық мәндердің тәуелділгі

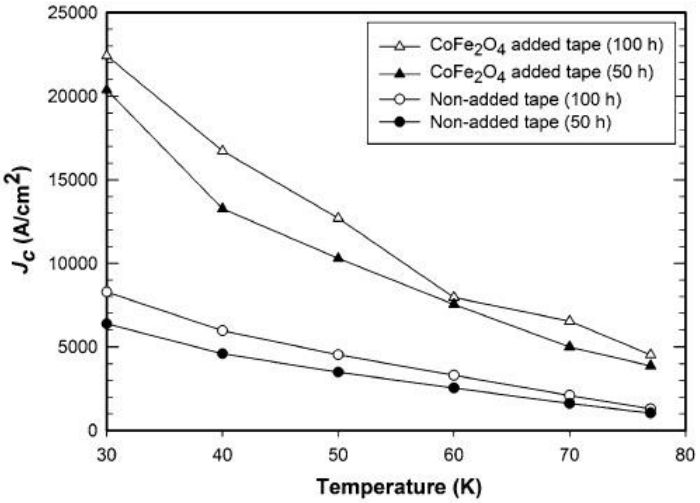
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [67]



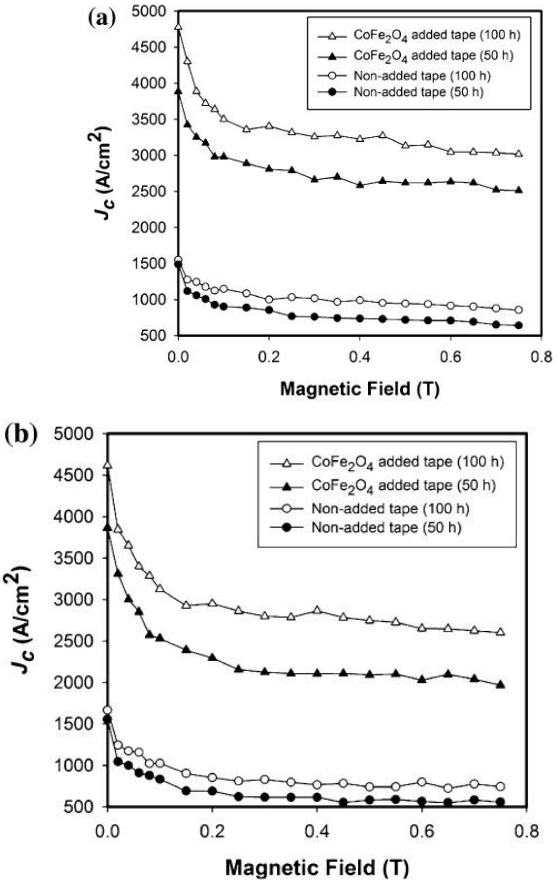
Сурет 3.14- Сканерлеуші электронды микросокппен жасалған микрофотография

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [70]

ҚОСЫМША И



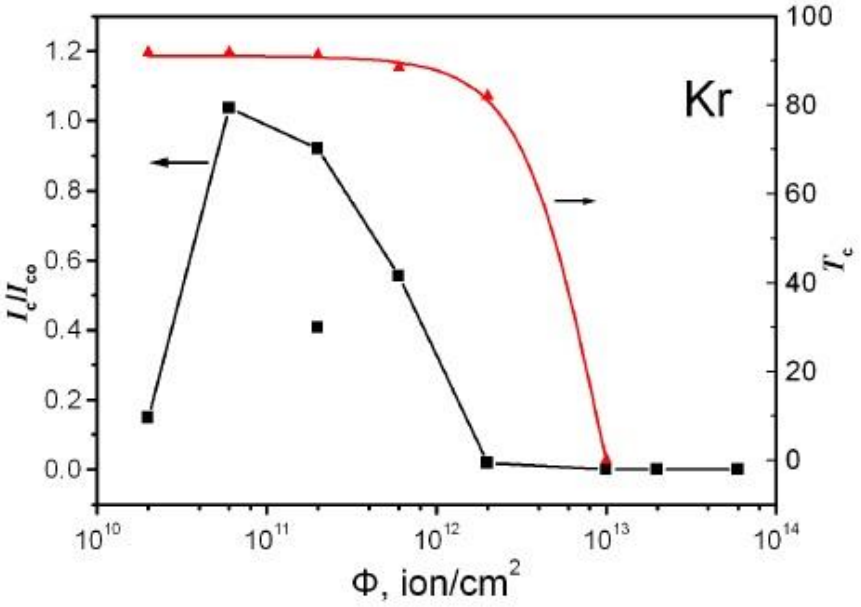
Сурет И.15- 50 және 100 сағаттық сынамалары критикалық сипаттамаларының тәуелділігі



а) параллель және б) перпендикуляр

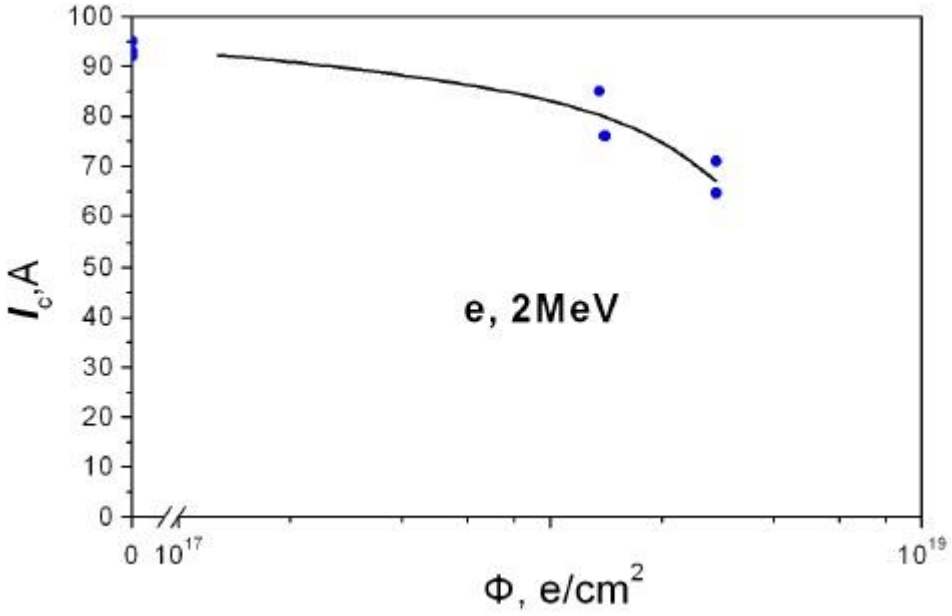
Сурет И.16- 77 Кельвин температурада 50, 100 сағаттық сынамаларды таспа бетіне магнит өрісінде критикалық ток тығыздығының тәуелділігі

ҚОСЫМША К



Сурет К.17- Критикалық токтың иондардың флюенсіне тәуелділігі

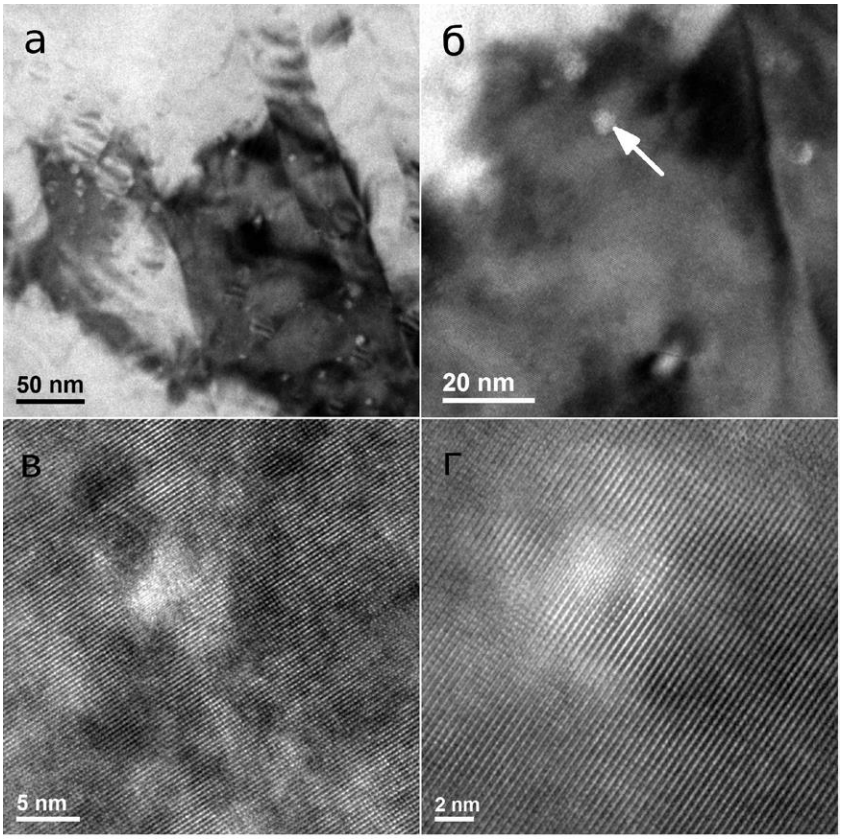
Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [80]



Сурет К.18- Критикалық токтың электрондардың флюенсіне тәуелділігі

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [80]

ҚОСЫМША Л



Сурет Л.19- 2-5 нм ақаулардың пйда болғаны байқалады

Ескертпе – Дереккөздері негізінде автормен құрастырылған [81]

ҚОСЫМША М

Кесте М.1-

x координаттары					
Bi	0,2258(1)	0,2273(14)	0,2333(4)	0,2270(30)	0,2256(2)
Sr	0,2500(1)	0,2500(30)	0,2527(50	0,2440(20)	0,253(1)
Ca	0,2500	0,2500	0,2500	0,2500	0,2500
Cu	0,2506(4)	0,2477(29)	0,2502(6)	0,2430(30)	0,250(1)
O_1	0,0012(1)	0,0000	0,0000	0,0000	0,00(3)
O_2	0,4993(1)	0,5000	0,5000	0,5000	0,48(2)
O_3	0,2750(1)	0,2131(60)	0,2770(30)	0,2170(30)	0,29(1)
O_4	0,1560(1)	0,161(14)	0,1510(20)	0,1420(50)	0,20(1)
y координаттары					
Bi	0,5000	0,5000	0,5040(20)	0,0000	0,508(2)
Sr	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,000(6)
Ca	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,009(6)
Cu	0,5000	0,5000	0,5000	0,5000	0,499(5)
O_1	0,2500	0,2500	0,7500	0,2500	0,76(2)
O_2	0,2500	0,2500	0,2500	0,2500	0,26(1)
O_3	0,5000	0,5000	0,510(10)	0,0000	0,54(2)
O_4	0,0000	0,0000	0,030(10)	0,0000	0,01(2)
z координаттары					
Bi	0,0525(1)	0,0520(1)	0,0523(1)	0,0518(2)	0,0520(2)
Sr	0,1405(1)	0,1401(2)	0,1408(1)	0,1416(4)	0,1400(3)
Ca	0,2500	0,2500	0,2500	0,2500	0,2500
Cu	0,1978(1)	0,1955(3)	0,1968(1)	0,1974(2)	0,1971(3)
O_1	0,1976(1)	0,1964(9)	0,1983(5)	0,1988(4)	0,194(2)
O_2	0,1994(1)	0,1986(4)	0,1980(5)	0,1986(4)	0,202(2)
O_3	0,1189(1)	0,1168(3)	0,1163(6)	0,1168(3)	0.111(2)
O_4	0,0500(1)	0,0597(7)	0,0571(6)	0,0597(7)	0,055(4)
позицияның бос еместігі					
Bi/Bi	100	100	95(2)	100	100
Bi/Sr	4(2)	15(10)	5(1)	0	0
Bi/Ca	2(2)	0	5(1)	0	0
Sr/Sr	92(2)	50(20)	86(2)	93(3)	80
Sr/Ca	0	40(4)	7(7)	28	20
Ca/Sr	0	35(15)	0	0	15
Ca/Ca	93(5)	60(4)	88(8)	100	80

ҚОСЫМША Н

Кесте Н.1-

Атом	x/a	y/b	z/c	$U_{экв}$ $10^2(A^2)$	P
Bi(1)	-0,005(7)	0,2733(8)	0,0422(4)	1,02(8)	0,94(1)
Sr(1)	0,516(7)	0,240(2)	0,1154(9)	1,4(2)	0,97(5)
Cu(1)	0,014(8)	0.243(2)	0,1608(1)	0,3(3)	1
Ca(1)	0,5	0,25	0,2059(11)	0,49(1)	0,90(6)
Cu(2)	0,0	0,25	0,25	0,85(4)	1
Bi(2)	0,5	0,25	0,2059(11)	0,49(1)	0,09(4)
O(1)	0,456(5)	0,328(6)	0,0435(9)	0,67(9)	1
O(2)	0,0	0,25	0,1015(8)	2,11(1)	1
O(3)	0,25	0,5	0,1609(1)	0,81(8)	1
O(4)	0,25	0,0	0,1693(2)	0,60(3)	1
O(2)	0,25	0,0	0,25	0,66(3)	1

ҚОСЫМША О

УТВЕРЖДАЮ
НАО «Казахский агротехнический университет имени С. Сейфуллина»
Декан энергетического факультета

Исенов С.С.
«20» 12 2019 г.

АКТ

использования в учебном процессе материалов диссертации Жетписбаева Кайратбека Уристинбековича на соискание степени доктора PhD «Влияние нанопорошковых добавок $Co_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ и $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ на характеристики высокотемпературных сверхпроводников»

Результаты исследований соискателя Жетписбаева К.У. изложенные в его диссертационной работе, используются на кафедре «Радиотехника, электроника и телекоммуникации» при обучении студентов специальности 5В071900 – «Радиотехника, электроника и телекоммуникации» в лекционных курсах, практических и лабораторных занятиях по дисциплинам: «Электрорадиоматериаловедение», «Специальные вопросы микро-, нано- и оптоэлектроники», при выполнении курсовых работ и проектов по этим дисциплинам, учебно-исследовательской работе студентов, а также в дипломном проектировании.

Материалы диссертационной работы Жетписбаева К.У. использованы в учебном пособии «Основы электронной и измерительной техники» (Мендыбаев С.А., Исенов С.С., Сулейменова Г.О., Жетписбаев К.У. Основы электронной и измерительной техники. / Издательство КазАТУ. Нур-Султан, 2019. 153 с.).

Заведующий кафедрой
«Радиотехника, электроника
и телекоммуникации», канд. техн. наук Толегенова А.С.

Председатель учебно-методического
совета, доктор PhD Жантлесова А.Б.