

NRC Publications Archive Archives des publications du CNRC

Étude systématique des interactions entre divers substrats et un supraconducteur Er-Ba-Cu-O au cours de la cristallisation. Partie 5: Substrats de SiC, RE₂BaCuO₅(RE=Y,Nd), BaMO₃(M=Ti,Zr,Sn) et SrTiO₃
Dubé, D.; Arsenault, B.; Gélinas, C.; Lambert, P.; Champagne, B.

Publisher's version / Version de l'éditeur:

Rapport technique (Institut des matériaux industriels (Series)); no. IMI92RT-23500-1354-G, 1992-06-29

NRC Publications Archive Record / Notice des Archives des publications du CNRC :
<https://nrc-publications.canada.ca/eng/view/object/?id=241bd64a-761b-44f6-8387-b25c2406fa50>
<https://publications-cnrc.canada.ca/fra/voir/objet/?id=241bd64a-761b-44f6-8387-b25c2406fa50>

Access and use of this website and the material on it are subject to the Terms and Conditions set forth at
<https://nrc-publications.canada.ca/eng/copyright>

READ THESE TERMS AND CONDITIONS CAREFULLY BEFORE USING THIS WEBSITE.

L'accès à ce site Web et l'utilisation de son contenu sont assujettis aux conditions présentées dans le site
<https://publications-cnrc.canada.ca/fra/droits>

LISEZ CES CONDITIONS ATTENTIVEMENT AVANT D'UTILISER CE SITE WEB.

Questions? Contact the NRC Publications Archive team at
PublicationsArchive-ArchivesPublications@nrc-cnrc.gc.ca. If you wish to email the authors directly, please see the first page of the publication for their contact information.

Vous avez des questions? Nous pouvons vous aider. Pour communiquer directement avec un auteur, consultez la première page de la revue dans laquelle son article a été publié afin de trouver ses coordonnées. Si vous n'arrivez pas à les repérer, communiquez avec nous à PublicationsArchive-ArchivesPublications@nrc-cnrc.gc.ca.

Rapport technique

Titre: Etude systématique des interactions entre divers substrats et un supraconducteur Er-Ba-Cu-O au cours de la cristallisation.

Partie 5: Substrats de SiC, RE_2BaCuO_5 (RE=Y,Nd), $BaMO_3$ (M=Ti,Zr,Sn) et $SrTiO_3$

Auteur: D. Dubé

Co-auteurs: B. Arsenault, C. Gélinas, P. Lambert et B. Champagne

29 juin 1992

1	Introduction.....	1
2	Méthode expérimentale.....	1
3	Description détaillée des résultats.....	1
	Substrat #10 - SrTiO ₃ -fritté.....	2
	Substrat #11 - BaTiO ₃ -fritté.....	3
	Substrat #12 - Y ₂ BaCuO ₅ -fritté.....	6
	Substrat #13 - Nd ₂ BaCuO ₅ -fritté.....	8
	Substrat #18 - SiC dense.....	10
	Substrat #35 - Ta ₂ O ₅ -fritté.....	12
	Substrat #37 - BaZrO ₃ -fritté.....	14
	Substrat #38 - BaSnO ₃ - fritté.....	16
	Substrat #40 - BaTiO ₃ - fritté.....	18
4	Synthèse des résultats et conclusion.....	20
5	Conclusion générale.....	21
	Références.....	22
	Tableau 1. Remarques relatives à l'adhérence.....	23
	Tableau 2. Températures de transition.....	24

1. Introduction

Les résultats qui sont présentés dans ce rapport se rapportent aux réactions entre le composé supraconducteur $\text{ErBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ et les substrats suivants: le titanate, le stannate et le zirconate de barium, le carbure de silicium ainsi que les oxydes de type 211 à base de néodyme ou d'yttrium.

2. Méthode expérimentale

Les méthodes de mise en forme ainsi que les cycles thermiques utilisés pour élaborer les substrats ont été décrits au tableau 1 du premier rapport (Partie1).

3. Description détaillée des résultats

Les résultats présentés dans les pages qui suivent concernent les substrats suivants: SrTiO_3 (#10), Y_2BaCuO_5 (#12), $\text{Nd}_2\text{BaCuO}_5$ (#13), SiC (#18), BaZrO_3 (#37), BaTiO_3 (#11 et 40) et BaSnO_3 (#38).

Substrat #10 - SrTiO₃-fritté

Ce composé est trop friable et n'a pas pu être examiné après le cycle thermique.

Substrat #11 - BaTiO₃-fritté

Métallographie

Il n'y a aucune adhérence entre le substrat et le comprimé. Cela tient peut-être en partie à la différence de coefficients de dilatation entre le comprimé et le substrat. Aucune contamination du comprimé par le titane n'a été mesurée. Les grains de 123, dispersés par petits domaines relativement équiaxes, sont isolés par une grande quantité de 211 (Fig. 1a).

Le substrat a été infiltré partiellement par la phase liquide Ba-Cu-O. On a observé des grains dont la composition est Ba_{0,68}Ti_{0,32}O_x, Ba_{0,51}Ti_{0,49}O_x ainsi qu'un peu de CuO.

Interface

L'infiltration par la phase liquide et la réaction avec le substrat a causé un gonflement au contact entre le comprimé et le substrat, ce qui a réduit le nombre de points de contact à l'interface (Fig. 1b et 1c). Les grains dont la composition est Ba_{0,68}Ti_{0,32}O_x sont uniquement présents à moins de 1 mm de l'interface.

Susceptibilité

Les températures T_C(100%), T_C(30%) et T_C(10%) sont respectivement de 93,5 , 92 et 91K. Elles témoignent de la propreté du matériau supraconducteur.

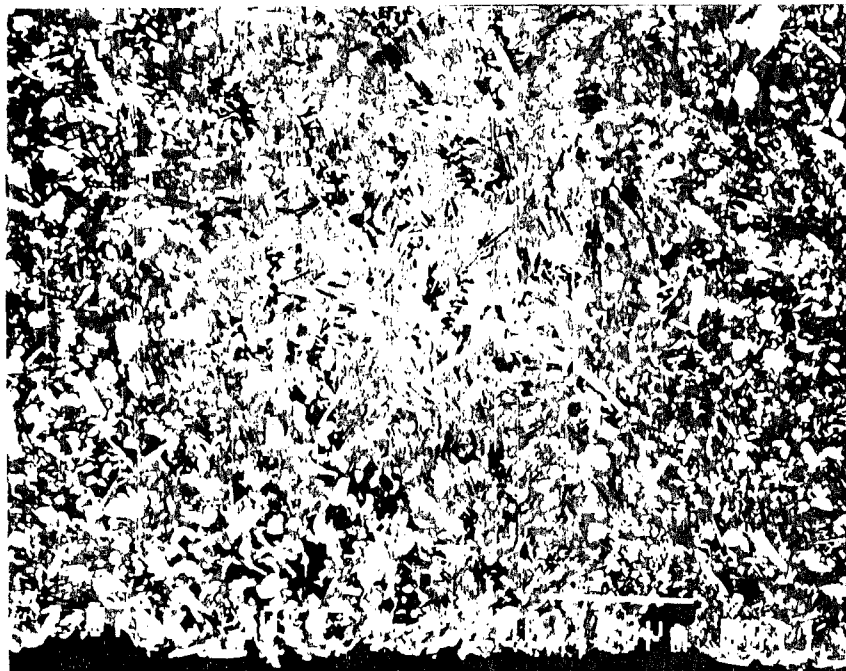


Fig. 1a. Microstructure du comprimé de 123 après cristallisation.

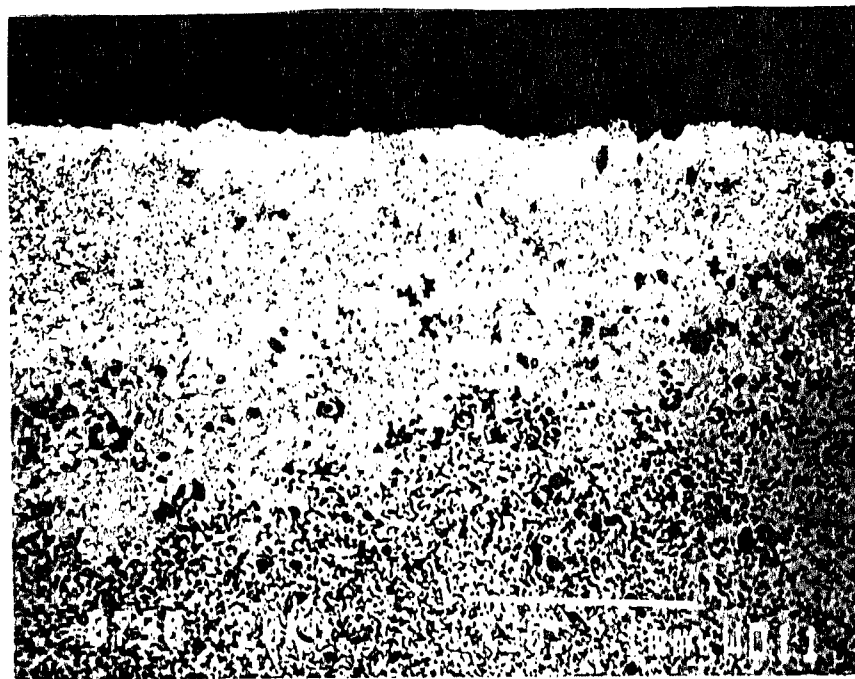


Fig. 1b. Microstructure du substrat #11 après cristallisation.

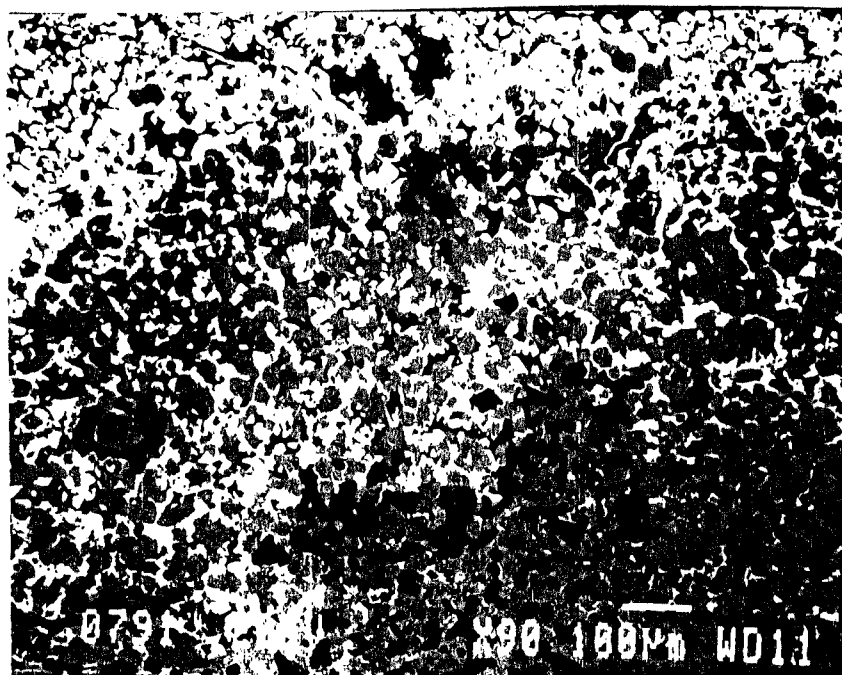


Fig. 1c. Vue détaillée de la zone gonflée dans le substrat #11.

Substrat #12 - Y_2BaCuO_5 -fritté

Métallographie

Nous avons constaté aucune adhérence du substrat au comprimé supraconducteur. La micrographie du supraconducteur révèle que la phase liquide a été perdue. On note en effet une grande porosité dans la partie supérieure du comprimé ainsi qu'une certaine quantité de Er_2BaCuO_5 ce qui explique la couleur verte du comprimé (marbrures). Il y a toutefois beaucoup de $Er_1Ba_2Cu_3O_7$ près de l'interface (Fig 2). Le substrat est de couleur noire, et il contient beaucoup de $Y_1Ba_2Cu_3O_7$, ce qui indique qu'une grande quantité de Ba-Cu-O a pénétré dans le substrat. On note cependant à l'analyse qu'aucune interdiffusion des atomes d'yttrium ou d'erbium n'est intervenue dans la phase liquide.

Interface

Il n'y a pas eu formation d'autres produits de réaction à l'interface. Une différence des coefficients de dilatation entre du substrat Y_2BaCuO_5 et du comprimé peut expliquer la faible adhérence du comprimé sur le substrat.

Susceptibilité

Les températures $T_C(100\%)$, $T_C(30\%)$ et $T_C(10\%)$ sont respectivement de 93,3 , 91,5 et 90K, ce qui montre la bonne qualité du matériau supraconducteur. Toutefois le signal est faible en raison de la faible quantité de 123 résiduel.



Fig. 2. Microstructure du 123 cristallisé sur le substrat #12.

Substrat #13 - Nd₂BaCuO₅-fritté

Métallographie

Il y a une adhérence supérieure à ce que nous avons observé avec le substrat de 211 à base d'yttrium. Toutefois il y a eu un décollement lors du sciage du spécimen pour la préparation métallographique. Le comprimé supraconducteur a aussi perdu, comme pour le composé #12, une grande partie de sa phase liquide. On note en effet une certaine porosité du comprimé et une certaine quantité de Er₂BaCuO₅ (couleur verte du comprimé) (Fig. 3). Le substrat est noir et il contient beaucoup de Nd₁Ba₂Cu₃O₇, ce qui indique (comme précédemment) qu'une grande quantité de Ba-Cu-O a pénétré dans le substrat et a réagi avec le substrat. On ne note aucune interdiffusion des atomes de néodyme et d'erbium.

Interface

Aucun produit de réaction ne s'est formé à l'interface. Il est possible d'expliquer le décollement par des contraintes de dilatation différentielle entre la comprimé et le substrat.

Susceptibilité

La température T_{C(100%)} est de 95,3. Toutefois il y a une autre transition vers 65K, et le pallier n'est pas atteint. La présence de deux types de supraconducteur Nd₁Ba₂Cu₃O₇ et Er₁Ba₂Cu₃O₇ peut expliquer la présence des deux palliers. Il est possible que ces deux types de composés supraconducteurs s'oxygènent à des vitesses différentes. Le signal est faible en raison de la faible quantité des phases 123 après le cycle thermique.

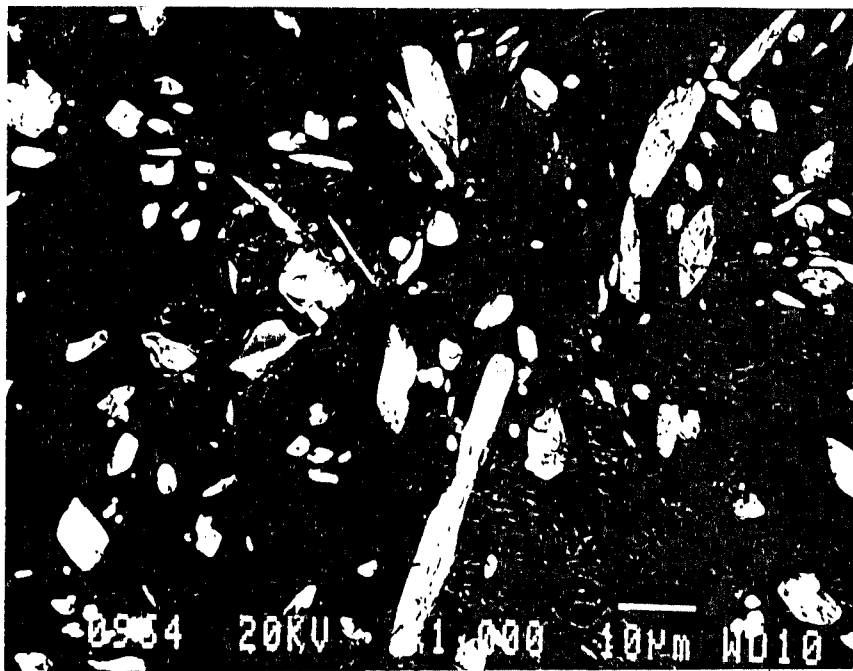


Fig. 3. Microstructure du 123 cristallisé sur le substrat #13.

Substrat #18 - SiC dense

Métallographie

Il n'existe aucune adhérence entre le substrat de SiC et le comprimé supraconducteur. Après traitement, le comprimé devient poreux. Il est alors constitué de petits grains de 123 fusiformes, disposés de façon équiaxes et qui sont entourés de gros grains de $Ba_{0,50}Cu_{0,48}Si_{0,01}O_x$ et de CuO. Beaucoup de grains de 211 ont aussi été observés dans le comprimé (Fig. 4a). Les grains de 123 contiennent moins de 1%at. Si mais la phase 211 est beaucoup plus contaminée par le silicium (3%at. Si). Le substrat de SiC est propre sous la zone d'interface.

Interface

À l'interface, il s'est formé des produits de réaction qui adhèrent avec le substrat de SiC mais qui n'adhèrent pas au comprimé supraconducteur (Fig. 4b). L'interface est constituée à la fois de grains fins de CuO et de $Ba_{0,66}Si_{0,33}O_x$ ainsi que d'une couche dense de $Ba_{0,63}Cu_{0,16}Si_{0,21}O_x$. Ce dernier composé est possiblement une forme contaminée par le cuivre du composé Ba_2SiO_x .

Susceptibilité

Les températures $T_C(100\%)$, $T_C(30\%)$ et $T_C(10\%)$ sont respectivement de 94,8, 91,5 et 91K. Elles indiquent que malgré une légère contamination des grains de 123 par le silicium, les propriétés supraconductrices sont très bien préservées.

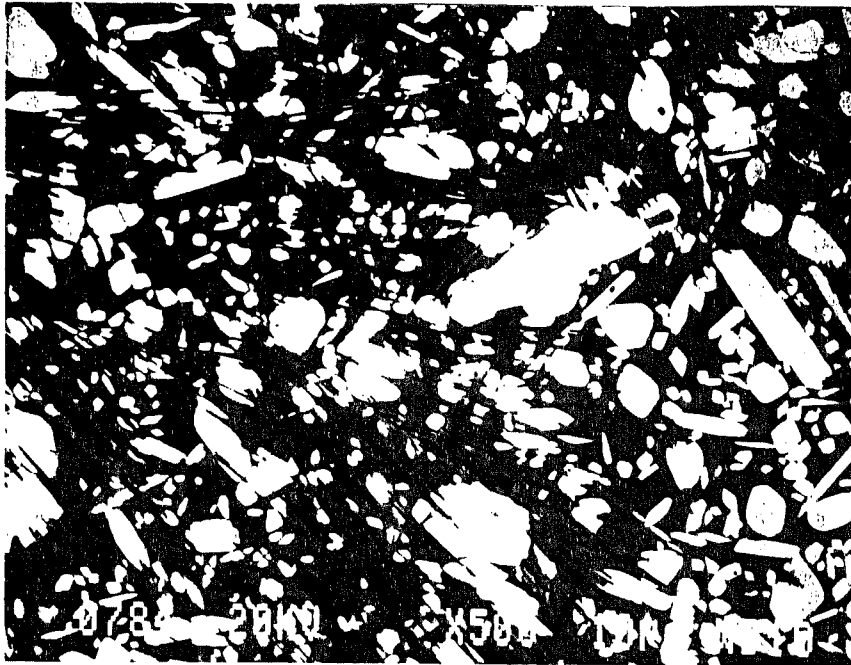


Fig. 4a. Microstructure du comprimé de 123 après cristallisation.

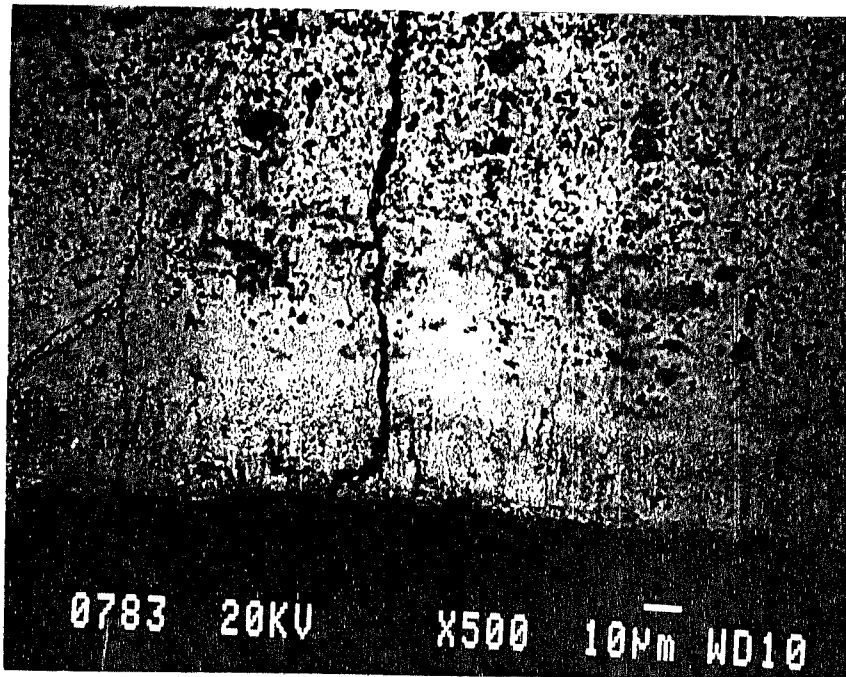


Fig. 4b. Microstructure du substrat #18 après cristallisation.

Substrat #35 - Ta₂O₅-fritté

Métallographie

Il n'y a aucune adhérence entre le comprimé supraconducteur et le substrat de Ta₂O₅-fritté qui a subi un gonflement au point de contact avec le supraconducteur. Dans le substrat, les zones gonflées qui sont de couleur noire et vertes, n'adhèrent presque pas au substrat. Le comprimé supraconducteur possède une densité assez élevée. Il est constitué de grains de 123 orientés et regroupés par domaines. Ces grains contiennent des inclusions de 211 non contaminées ainsi que q'un peu de BaCuO₂ et de CuO (Fig. 5a). Il y a une grande proportion de 211 dans le comprimé supraconducteur. Le substrat a subi une infiltration par la phase liquide lors du cycle thermique mais cette infiltration est limitée aux zones de gonflement.

Interface

À l'interface, les zones de gonflement qui prennent la forme de pointes et sont constituées de dendrites de Ba_{0,45}Ta_{0,30}Cu_{0,25}O_x dispersées dans une matrice de CuO (Fig. 5b). Une couche de CuO recouvre d'ailleurs toute la zone de gonflement. Près du substrat il y a des grains du composition Ta_{0,66}Cu_{0,33}O_x et Ta_{0,83}Cu_{0,17}O_x.

Susceptibilité

Les températures T_{C(100%)}, T_{C(30%)} et T_{C(10%)} sont respectivement de 95,0, 92,6 et 91,1 K.



Fig. 5a. Microstructure du comprimé de 123 après cristallisation.

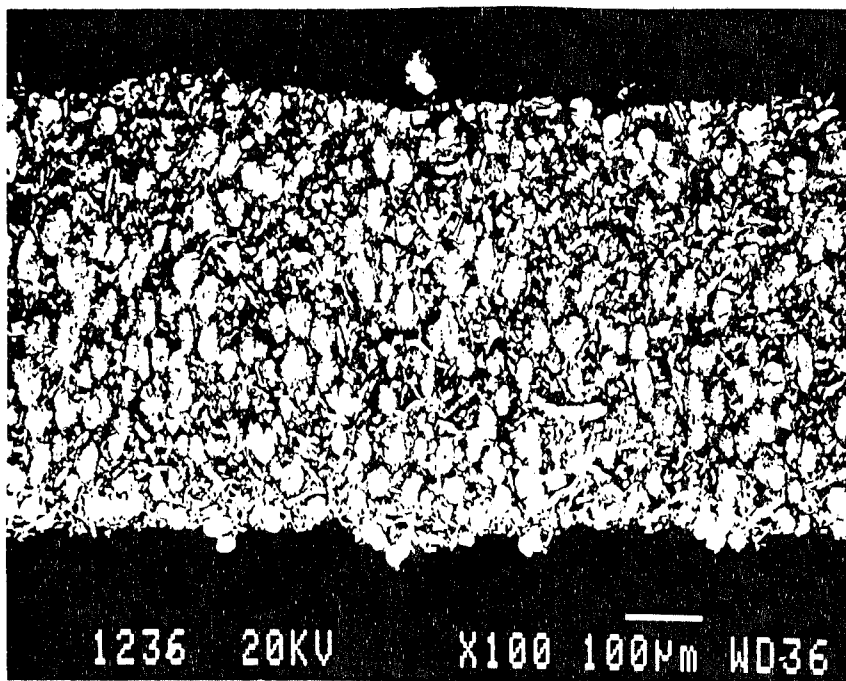


Fig. 5b. Microstructure du substrat #35 après cristallisation.

Substrat #37 - BaZrO₃-fritté

Métallographie

Il n'y a aucune adhérence entre le comprimé supraconducteur et le substrat de BaZrO₃ fritté. Le comprimé supraconducteur est très poreux et de couleur verte ce qui trahit la présence d'une quantité importante de phase 211 (Fig. 6). La micrographie révèle d'ailleurs que la pastille est essentiellement constituée de grains de 211 (non-contaminées) et de très peu de grains de 123 (non-contaminés). Il y a une grande proportion de 211 dans le comprimé supraconducteur. Le substrat a visiblement subi une importante infiltration par la phase liquide lors du cycle thermique.

Interface

Le substrat a subi un gonflement uniformément réparti dans tout son volume. À l'interface, il y a certains résidus qui adhèrent au substrat. L'adhérence pourrait être bonne mais la dilatation du substrat a peut-être provoqué la rupture du comprimé de 211. Dans le substrat, on retrouve une importante porosité fermée et des grains "amorphes" constituées de Ba_{0,47}Zr_{0,46}Cu_{0,06}O_x et entourés de CuO et de Ba_{0,36}Zr_{0,36}Cu_{0,28}O_x.

Susceptibilité

Nous ne pouvons mesurer les températures T_C(100%), T_C(30%) et T_C(10%) car le signal est trop faible.

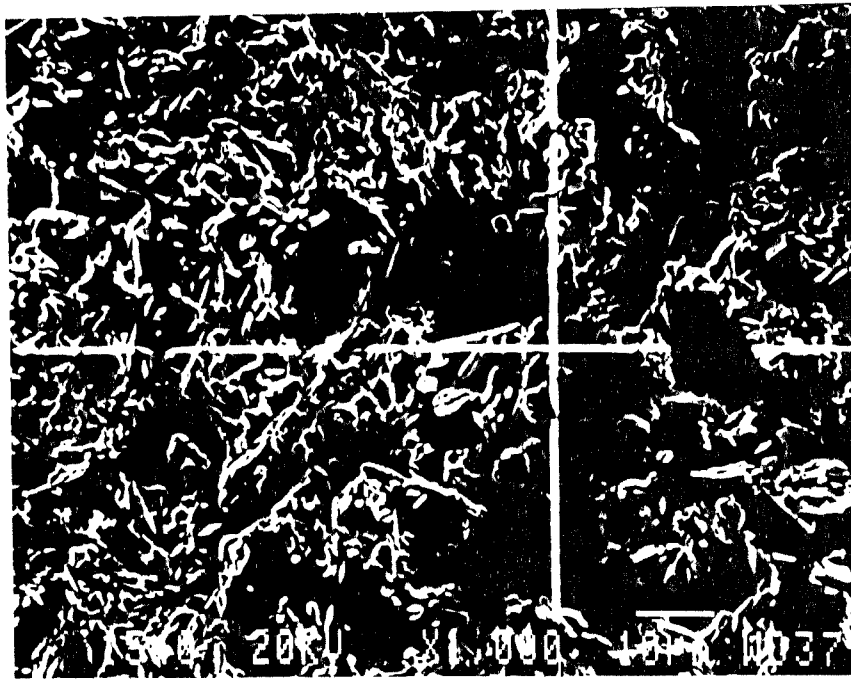


Fig. 6. Microstructure du 123 cristallisé sur le substrat #37.

Substrat #38 - BaSnO₃- fritté

Métallographie

Il n'y a aucune adhérence entre le comprimé supraconducteur et le substrat de BaSnO₃ fritté. Le comprimé supraconducteur possède une densité assez élevée malgré la présence de petits pores arrondis dans la structure. Il est constitué d'une matrice de 123 (non contaminée) et d'inclusions de 211 (non-contaminées) (Fig. 7a). Nous avons détecté du Ba_{0,47}Cu_{0,52}O_x mais pas de CuO.

Interface

L'interface entre le supraconducteur et le substrat ne présente pas de composés différents du reste du volume du substrat. Toutefois on note dans le substrat la présence de grains sphériques de Ba_{0,48}Sn_{0,52}O_x entourés de fines aiguilles de Ba_{0,66}Sn_{0,31}Er_{0,02}O_x et de Cu_{0,88}Ba_{0,07}Sn_{0,05}O_x (Fig. 7b)

Susceptibilité

Les températures T_C(100%), T_C(30%) et T_C(10%) sont respectivement de 91,5, 78,4 et 73,5 K.

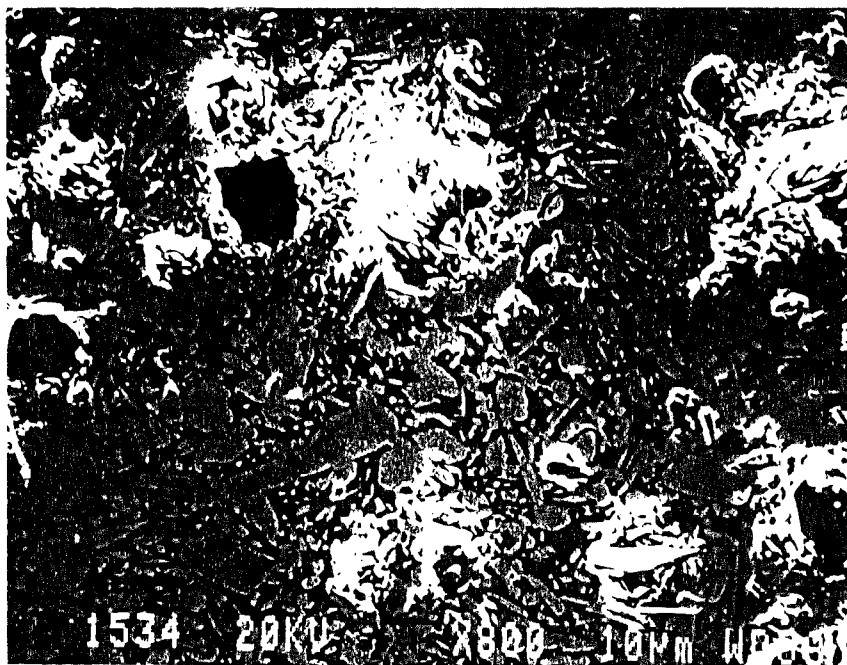


Fig. 7a. Microstructure du comprimé de 123 après cristallisation.



Fig. 7b. Microstructure du substrat #38 après cristallisation.

Substrat #40 - BaTiO₃- fritté

Métallographie

Il n'y a presque pas d'adhérence entre le comprimé supraconducteur et le substrat de BaTiO₃ fritté qui a gonflé de façon remarquable au point de contact. Il y a eu décollement au découpage à la scie à diamant. Le comprimé supraconducteur montre une porosité importante. Il contient peu de 123 (non contaminé) mais beaucoup de pores, de 211 (non contaminés) et de CuO (Fig. 8).

Interface

L'interface, au point de contact où il y a eu gonflement, montre qu'il y a eu, en quelques endroits, une adhérence partielle entre le substrat et le composé supraconducteur. Dans cette zone, nous observons des grains de Ba_{0,66}Ti_{0,33}Cu_{0,01}O_x entourés de CuO.

Susceptibilité

Les températures T_C(100%), T_C(30%) et T_C(10%) sont respectivement de 92,7, 75,0 et 65,8 K.

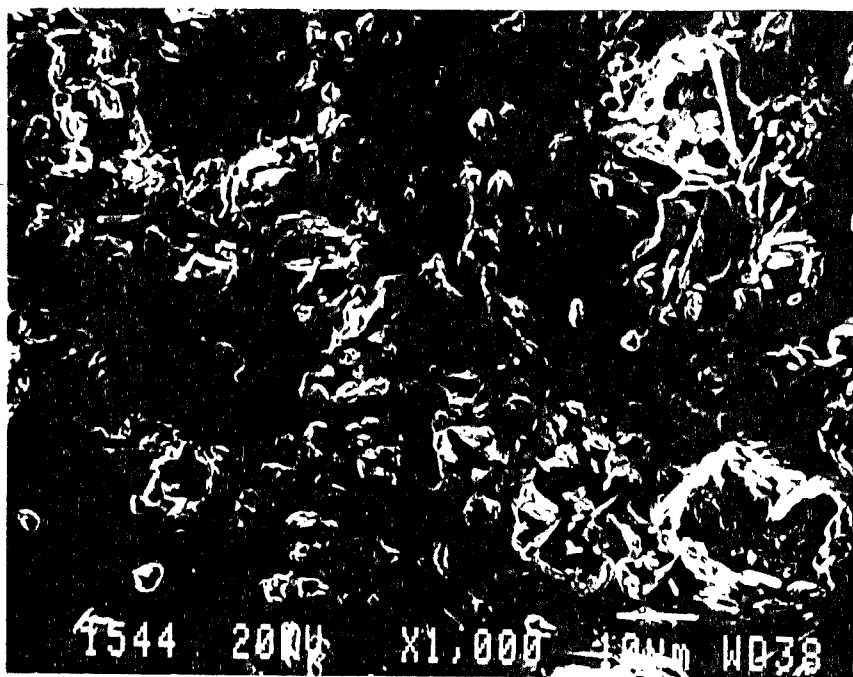


Fig. 8. Microstructure du 123 cristallisé sur le substrat #40.

4 Synthèse des résultats et conclusion

Métallographie et composition des phases

La forme des grains de 123 qui ont été cristallisés sur tous les substrats, à l'exception du Ta_2O_5 , était généralement non orientée. Par contre, les grains de 123 cristallisés sur le substrat Ta_2O_5 (#35) étaient allongés et orientés par domaines.

Beaucoup de liquide a été perdu sur certains substrats comme les substrats de 211. Cela a conduit à une transformation directe du supraconducteur en 211.

Nous avons constaté que le silicium pénètre peu dans le composé 123 au cours de la cristallisation et que la contamination produite n'abaisse pas beaucoup la température critique de transition.

Aucune contamination par le tantale n'a été mesurée. Il est toutefois possible que des traces de tantale soient en solution dans le composé 123 mais il ne semble pas affecter la température critique.

Un gonflement interfacial est typique des substrats constitués de titanate et zirconate de barium ainsi que du titanate de strontium. De plus ces composés ont tendance à prendre beaucoup d'expansion au cours du frittage dans l'air.

Interface et adhérence

Nous n'avons noté aucune adhérence entre les composés supraconducteurs et ces substrats. Les différences de coefficients de dilatation, ou les produits de réaction peuvent expliquer ce comportement.

Susceptibilité

La température de transition est généralement élevée sauf dans le cas du stannate de barium et du titanate de barium. Nous n'avons pas mesuré de contamination dans ces deux cas mais nous devons souligner que les grains de 123 sont inclus dans une matrice riche en CuO , ce qui pourrait entraver l'oxygénation.

5 Conclusion générale

Au cours de cette série d'essai, nous avons pour objectif de choisir, parmi divers matériaux céramiques, un matériau adéquat pouvant être utilisé comme couche intermédiaire entre le nickel et un supraconducteur partiellement fondu. Nous avons isolé quelques céramiques dont les propriétés globales sont les plus prometteuses. Sur le plan de l'adhérence, nous avons noté que la magnésie, l'oxyde de zirconium et les chromites de cuivre et de barium montrent beaucoup d'adhérence. Sur le plan de la propreté du supraconducteur (haute température de transition), nous avons plutôt identifié les matériaux suivants: le carbure de silicium ou de titane, l'oxyde de titane, de tantale ou de zirconium et les composés de 211.

Mentionnons que des essais supplémentaires avec la magnésie⁽¹⁾ et le titane ont montré que ces oxydes pourraient servir de couche intermédiaire entre le nickel et le supraconducteur, mais seulement pour des traitements thermiques à des températures relativement basses. En effet, des essais récents avec ces matériaux ont montré qu'il y a une infiltration du liquide riche en barium et en cuivre sous la couche de MgO, ce qui contribue à détruire la cohésion entre le substrat de nickel et le revêtement supraconducteur⁽¹⁾.

Références

1. B. Arsenault, C. Gélinas, D. Dubé, P. Lambert, B. Champagne et J.R. Cave, Proc. 4th National Thermal Spray Conf. 1991 503-508.

Tableau 1. Remarques relatives à l'adhérence.

<u>#</u>	<u>Composition</u>	<u>Adhérence</u>
10	SrTiO ₃	-
11	BaTiO ₃	aucune
12	Y ₂ BaCuO ₅	aucune
13	Nd ₂ BaCuO ₅	médiocre
18	SiC (disque)	aucune
35	Ta ₂ O ₅	aucune
37	BaZrO ₃	aucune
38	BaSnO ₃	aucune
40	BaTiO ₂	aucune

Tableau 2. Températures de transition* .

#	<u>Composition</u>	<u>T_c(100%)</u>	<u>T_c(30%)</u>	<u>T_c(10%)</u>
10	SrTiO ₃	-	non-traité	-
11	BaTiO ₃	93.5	92	91
12	Y ₂ BaCuO ₅	93.3	91.5	90
13	Nd ₂ BaCuO ₅	95.3	double transition	
18	SiC (disque)	94.8	91.5	91
35	Ta ₂ O ₅	95.0	92.6	91.1
37	BaZrO ₃	-	signal très faible	-
38	BaSnO ₃	91.5	78.4	73.5
40	BaTiO ₃	92.7	75.0	65.8

* Le T_c(100%) correspond à T_c "onset", T_c(30%) correspond à celle pour laquelle il y a 70% de signal supraconducteur et T_c(10%) à celle pour laquelle il y a 90% de signal supraconducteur.