



Doctoral Thesis

Critical current densities of superconducting $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ thick films

Author(s):

Buhl, Daniel

Publication Date:

1996

Permanent Link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-001717231> →

Rights / License:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

**Critical Current Densities of Superconducting
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ Thick Films**

A dissertation submitted to the
SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY
ZURICH
for the degree of
Doctor of Technical Science

presented by
Daniel Buhl
Dipl. Phys. ETH

born on November 17, 1967
citizen of Wädenswil ZH

ACCEPTED ON THE RECOMMENDATION OF
Prof. Dr. L.J. Gauckler, examiner
Prof. Dr. G. Kostorz, co-examiner
Dr. W. Paul, co-examiner

Zürich 1996

1. Critical Current Density of Superconducting Bi₂Sr₂CaCu₂O_x Thick Films

1.1. Content

Bi₂Sr₂CaCu₂O_{2+δ} (Bi-2212) thick films on silver substrates and bulk samples from 20 to 1000 μm thickness were produced by partial melt processing. The transport critical current density was measured and the influence of the application temperature from 4 to 77 K and of external magnetic fields was investigated. The heat treatment was examined in order to clarify the microstructural evolution during processing and to optimize the critical current density.

Bi-2212 melts peritectically forming liquid, a Bi-free phase and a Cu-free phase as solid secondary phases above the solidus. Heating more than 10°C above the onset of melting affected the thick films by forming macroscopic spots of local distortions consisting of a porous network of large secondary phases and resulted in a more inhomogeneous microstructure. Cooling faster than 20°C/h from the maximum temperature to 850°C promoted the crystallization of the onelayer compound Bi-11905 out of the melt instead of Bi-2212. The Bi-2212 phase crystallized directly from the liquid if the oxygen uptake as well as the secondary phase dissolution during solidification was ensured. Annealing at 850°C increased the homogeneity of the Bi-2212 and the connectivity of the grains. However, the improvement was limited because the macroscopic inhomogeneities formed upon overheating persist even after long time annealing.

The critical current density of the samples was strongly depending on the sample thickness. At 77 K and 0 T, 20'000 A/cm² was reached in 20 μm thick films. The critical current density dropped to 6'200 A/cm² in 130 μm thick films and levelled out at a constant value of 3'000 A/cm² for samples thicker than 300 μm. This dependence of the critical current density on the thickness was correlated to the degree of texture within the grain arrangement. In thin samples the Bi-2212 platelet like grains are all aligned with their c-axis perpendicular to the substrate. The degree of texture got lost continuously from 5° average misalignment of the grains to the substrate in 20 μm thick films to 45° average misalignment (corresponding to randomly distributed grains) in 240 μm bulk samples.

The critical current density in 130 μm thick films was reduced to $\pm 50\%$ of its best value when increasing the maximum temperature from 880 to 885°C, at higher cooling rates than 10°C/h from 880°C to 850°C or when reducing the annealing at 850°C from 70 to 10 hours. The properties of identically processed samples scattered $\pm 25\%$ around the average critical current density in 130 μm thick films. The scatter was a function of the sample thickness, as well. Above 300 μm , it was reduced to less than $\pm 10\%$ around the average critical current density. Local inhomogeneities causing diminished current carrying cross-section and grain misalignment were found to be the reason for the narrow processing windows and the large scatter of the critical current density in thick films.

1.2. Zusammenfassung

Dickfilme auf Silber als Unterlage und massive Proben wurden über einen partiellen Schmelzprozess aus $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{2+\delta}$ (Bi-2212) hergestellt. Die Dicke der Proben variierte zwischen 20 und 1000 μm . Die kritische Stromdichte wurde gemessen und der Einfluss der Anwendungstemperatur von 4 bis 77 K sowie von äusseren Magnetfeldern ermittelt. Die Wärmebehandlung wurde untersucht um die Gefügeentwicklung während der Herstellung zu ergründen sowie die kritische Stromdichte zu optimieren.

Bi-2212 schmilzt peritektisch und bildet oberhalb der Solidustemperatur eine Flüssigphase sowie eine Bi-freie und eine Cu-freie Phase als feste Fremdphasen. Bei einer Erhöhung der Maximaltemperatur um 10°C über die Solidustemperatur bildeten sich makroskopische Löcher gefüllt mit einem lockeren Netzwerk aus Fremdphasen. Schnelleres Abkühlen als mit 20°C/h von der Maximaltemperatur auf 850°C beeinflusste die Zusammensetzung der Phase, die aus der Schmelze kristallisierte: anstelle des Zweischichters Bi-2212 bildete sich der Einschichter Bi-11905. Zweisechichter kristallisierte nur direkt aus der Schmelze, wenn diese genug Zeit hatte, um Sauerstoff aufzunehmen. Zusätzlich musste gewährleistet sein, dass sich die Fremdphasen in der Schmelze auflösen können. Glühen bei 850°C verbesserte die Homogenität sowie die Konnektivität der Zweisechichter Körner.

Die kritische Stromdichte hing stark von der Probendicke ab. Bei 77 K/0 T zeigten 20 μm dicke Filme Bestwerte von 20'000 A/cm². In 130 μm dicken Filmen sank dieser

Wert auf $6'200 \text{ A/cm}^2$ und oberhalb einer Dicke von $300 \mu\text{m}$ wurde eine konstante Stromdichte von $3'000 \text{ A/cm}^2$ gemessen. Diese Abhängigkeit der Stromdichte von der Probendicke liess sich mit der Textur des Gefüges erklären. In $20 \mu\text{m}$ dicken Filmen waren die Bi-2212 Körner entlang der Unterlage ausgerichtet. Diese Ausrichtung ging stetig verloren, wenn die Proben dicker wurden. Während in $20 \mu\text{m}$ dicken Filmen die Körner um durchschnittlich 5° bezüglich der Unterlage orientiert waren, zeigten $240 \mu\text{m}$ dicke Proben keine bevorzugte Ausrichtung mehr.

Hohe kritische Stromdichten wurden nur innerhalb enger Grenzen der Wärmebehandlung erreicht. Partielles Schmelzen bei 885°C anstelle von 880°C , Abkühlen auf 850°C mit 20 anstelle von 5°C/h oder verkürztes Glühen von nur 10 anstelle von 70 Stunden bei 850°C reduzierte die durchschnittlich erreichte Stromdichte um 50% . Die Stromdichte von identisch hergestellten $130 \mu\text{m}$ dicken Filmen streute um 25% um den Mittelwert. Oberhalb einer Dicke von $300 \mu\text{m}$ war die Streuung weniger ausgeprägt und konnte auf weniger als 10% verringert werden. Die grosse Streuung der kritischen Stromdichte sowie die engen Prozessfenster für Dickfilme waren begründet durch das Auftreten von Inhomogenitäten und quer zu allgemeinen Ausrichtung liegenden Bi-2212 Körnern.