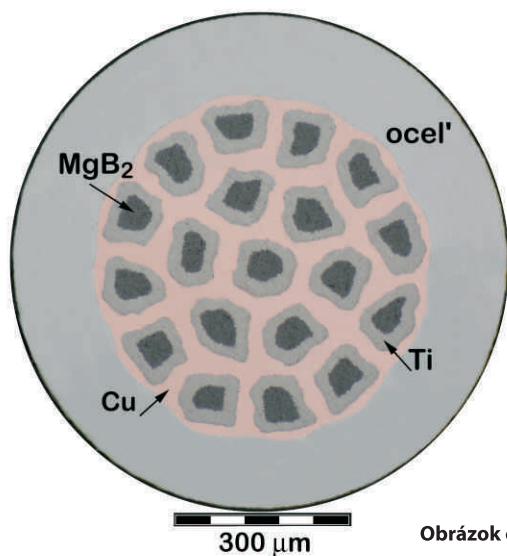


Difúzia materiálu v supravodivých kábloch analyzovaná pomocou zariadenia Quanta 3D

Vo všetkých oblastiach výskumu a výroby, ktoré sú spojené s tepelným spracovaním rôznych navzájom sa dotýkajúcich materiálov vystupuje otázka ako sa môžu tieto materiály vzájomne premiešavať pri zvýšenej teplote. V tomto roku sme spustili do užívania na Slovenskej Akadémii Vied prístroj Quanta 3D, ktorý v sebe zahŕňa súčasne viac možností kontroly a nano-technologických úkonov. Na príklade sledovania difúzie na rozhraniach kovových obalov supravodivých MgB_2 vodičov chceme ukázať jednu z možností využitia tohto na Slovensku zatiaľ unikátneho zariadenia.

Dual-beam systém Quanta 3D

Zariadenie Quanta 3D v konfigurácii, v ktorej pracuje na SAV, v sebe obsahuje dva rôzne zdroje monoenergetických lúčov: elektrónové delo a zdroj gáliových iónov. Pri použití zdroja elektrónov prístroj pracuje ako klasický odrazový rastrovací elektrónový mikroskop (REM), pomocou ktorého môžeme sledovať povrchy materiálov pri

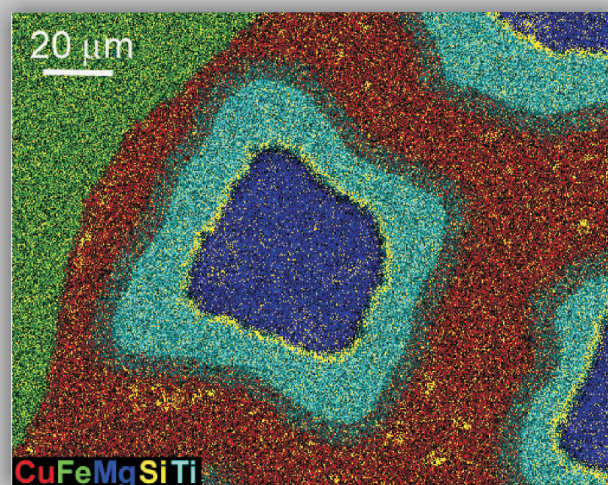


Obrázok č. 1

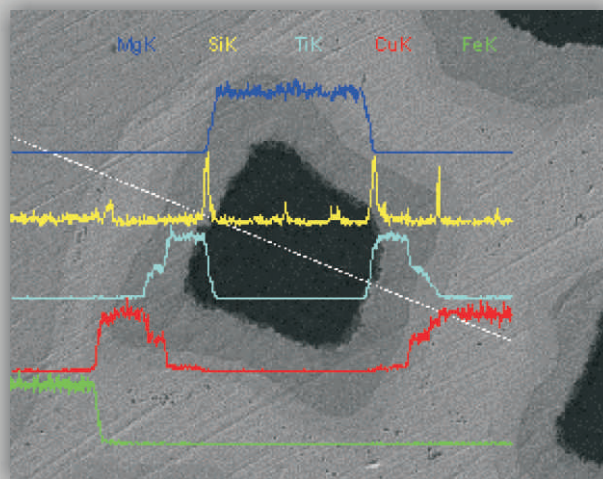
veľkých zväčšeníach, prípadne zvýrazniť materiálový kontrast detekciou odrazených elektrónov. Zobrazovanie sekundárnymi elektrónmi vybudenými iónovým lúčom dáva možnosť ešte lepšie zvýrazniť kontrast medzi rôznymi materiálmi a už tak pozorovať tvorbu nových fáz a ich lokalizáciu po tepelnom spracovaní.

Iónový zväzok môže zároveň slúžiť ako technologický nástroj. Pomocou neho možno iónovým odprašovaním materiálu vymieľať prípadne akoby „vyleptávať“ rôzne drážky, jamky alebo odstraňovať malé objemy materiálu. Alebo, napríklad, priamo vo vákuu počas analýzy a pozorovania vytvárať priečne rezy v mieste, kde ich potrebujeme vidieť.

Ďalšou technologickou pomôckou je systém, ktorý umožňuje nanášať na zvolené miesto tenkú vrstvičku platiny - napríklad ako



Obrázok č. 2



Obrázok č. 3

vodivý kontakt pri meraní elektrických vlastností nanoobjektov.

Zariadenie obsahuje aj sondu, ostrý hrot, s extrémne jemným ovládaním pohybu. Pomocou nej možno časti odrezané iónovým lúčom prenášať a kontaktovať na zvolené miesto.

Dôležitou súčasťou prístroje je aj možnosť prvkovej analýzy metódou EDX (energeticky disperzná analýza charakteristického röntgenového žiarenia vyvolaného elektrónmi), ktorá vďaka možnosti rastrovania úzkeho (nanometrového) zväzku elektrónov dopadajúcich na vzorku poskytuje aj meranie difúzných profilov tzv. čiarovým skenom (na zvolenej čiare po povrchu sledovanej vzorky) alebo získavanie dvoj- či trojrozmerných máp rozloženia chemických prvkov. Práve získavanie predstavy o difúzii prvkov v supravodivých kompozitných vodičoch pomocou takejto analýzy je téma, na ktorú sa v tomto článku sústreďíme.

„Powder-in-tube“ technológia výroby supravodivých vodičov

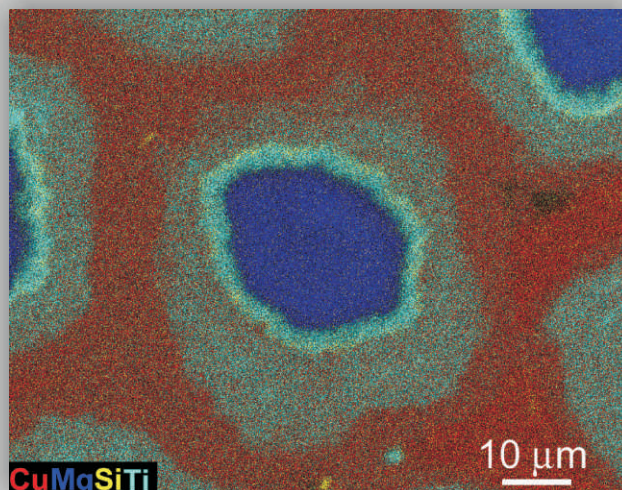
Súčasťou postupu „powder-in-tube“ výroby supravodivých vodičov a káblov s dobrými parametrami je aj konečné žihanie pri vyšších teplotách. Kompozitný MgB_2 drôt môže byť napríklad zložený z vonkajšieho oceľového obalu (mechanická výstuž), v ktorej je medená matrica (tzv. tepelná stabilizácia) a v nej systém titanových rúrok slúžiacich ako difúzna bariéra naplnených jemnozrnným práškom zmesi $Mg + B$ a prímеси, napríklad SiC . Uzavretý kompozit sa mnohonásobne mechanicky tvárni ťahaním za studena do vodiča s požadovaným prierezom. Ten sa potom žiha v argónovej atmosfére pri teplote 600–850 °C, aby sa z prášku $Mg + B$ vytvorilo supravodivé MgB_2 vlákno. Geometrické usporiadanie takehoto kompozitného vodiča je zobrazené na obrázku č. 1.

Kontrola difúzie pomocou merania obsahu chemických prvkov metódou EDX

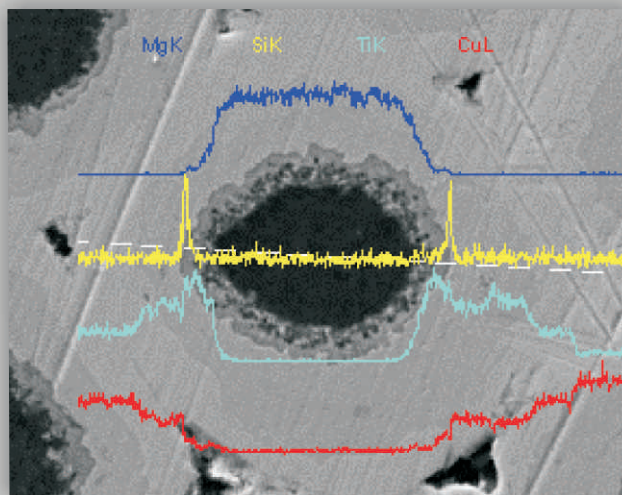
Titan ako materiál chrániaci MgB_2 vlákno pred nežiaducou difúziou nie je ideálnou difúznou bariérou, ktorá by zabránila akejkoľvek difúzii. Titán čiastočne reaguje s medenou matricou a vytvára rad intermetalických zlúčenín a fáz, prípadne zmesí fáz. Je to bariéra, ktorá pre svoju funkčnosť vyžaduje určitú hrúbku. Na obrázku č. 2 je zobrazená mapa rozloženia vybraných chemických prvkov – Mg , Ti , Cu a Si – vo vodiči s dostatočnou hrúbkou titánového obalu. Ukazuje ako sa titán a meď do určitej hĺbky navzájom premiešali.

Kým mapa prvkov ukazuje skôr kvalitatívne rozloženie prvkov po ploche, čiarový sken môže ukázať lepšie zmeny pomerov obsahu prvkov na rozhraniach jednotlivých prvkov kompozitného drôtu (Obrázok č. 3). Biela čiara križujúca prierez vlákna vodiča určuje miesto, kde sme prvkovú analýzu robili. Výber zobrazených prvkov neodráža celkové zloženie materiálu, bol urobený tak, aby čo najjasnejšie ilustroval difúziu v ochrannom obale vlákna.

V prípade, že hrúbka titánovej ochrannnej vrstvy je menšia ako kritická hodnota (v našom prípade okolo 10 μm), meď z matrice vodiča prekoná difúznú bariéru a vnikne do supravodivého MgB_2 vlákna. Na obrázku č. 4 je mapa okolia jedného vlákna tenkého vodiča s počiatočnou hrúbkou titánovej vrstvy pred žiham 9,6 μm . Mapa jasne ukazuje celkové rozdifundovanie titánu i medi, čo má za následok, že už žiaden z týchto materiálov nie je v čistom stave. Titánová ochranná vrstva sa rozplynula, zostala len tenká vrstvička zastabilizovaná kremíkom v oblasti okolo vlákna. Kremík sa dostal do tejto vrstvičky rozložením pôvodnej SiC prísady v procese žihania. Uhlík z SiC sa zabudoval do mriežky supravodiča, čím zvýšil jeho prúdovú hustotu a prebytočný Si vygetroval z jadra okolitý titán. Avšak ani táto tenká vrstvička už nebráni prenikaniu zliatiny



Obrázok č. 4



Obrázok č. 5

$Cu-Ti$ do supravodivého vlákna, kde vytvára hubovité vklúčeniny a pomáha prenikaniu medi aj do supravodivého vlákna. Tak postupne zhoršuje jeho supravodivé vlastnosti a môže dôjsť až k úplnému znehodnoteniu.

Napriek tomu, že pri tejto technológii a použitej kombinácii materiálov narážame na ohraničenie v podobe kritickej hrúbky titánovej ochrannnej vrstvy, výsledky dosiahnuté práve touto metódou sú sľubné. Aby sme celému mechanizmu rozumeli a mali ho pod kontrolou, je veľmi potrebné okrem iného aj sledovať difúziu na rozhraniach kompozitu a nastaviť optimálne parametre žihania.

„Táto štúdia/publikácia vznikla vďaka podpore v rámci operačného programu Výskum a vývoj pre projekt: Centrum excelentnosti pre nové technológie v elektrotechnike, ITMS kód 26240120011, spolufinancovaný zo zdrojov Európskeho fondu regionálneho rozvoja.“

Ing. Alica Rosová, Csc, Ing. Pavol Kováč, DrSc.,
Ing. Imrich Hušek, Tibor Melíšek, Ľubomír Kopera,
RNDr. Vasilij Šmatko, Ing. Ivo Vávra, Csc.