

# La méthode d'analyse combinée appliquée à l'étude de texture de matériaux massifs supraconducteurs de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$

Dellicour Aline<sup>1,2</sup>, Chateigner Daniel<sup>1</sup>, Vertruyen Bénédicte<sup>2</sup>, Rikel Mark<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Université de Caen-Basse Normandie-CRISMAT

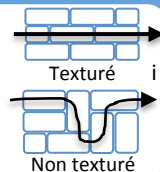
<sup>2</sup> Université de Liège-LCIS

<sup>3</sup> Nexans SuperConductors (Hürth, Germany)

## 1-Introduction

L'entreprise Nexans SuperConductors (Hürth, Germany) synthétise des matériaux massifs supraconducteurs à haute température critique de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  (Bi-2212).

Ils sont utilisés dans différentes applications industrielles (câbles pour le transport de courant, limiteurs de courant de défaut [1]). Ces matériaux sont capables de véhiculer des courants supraconducteurs étonnamment élevés ( $J_{c(77K)}=1200\text{A}/\text{cm}^2$ ) malgré leur faible texturation [2].



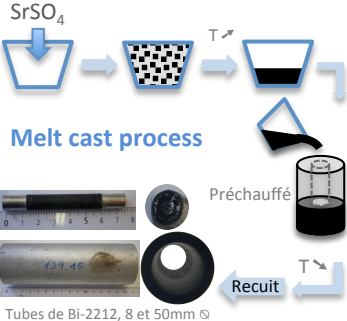
## 2-Objectifs et conclusions

La relation entre la texturation des matériaux massifs de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  et leurs propriétés de transport est étudiée afin de comprendre le mécanisme de transfert du courant à travers ces matériaux. Pour ce faire, nous utilisons plusieurs techniques de caractérisation regroupées sous l'appellation d'analyse combinée [3]. Nous cherchons à obtenir des informations sur la matière à différentes échelles. Ces techniques sont la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD, microscopique), la diffraction par rayons X (surface) et la diffraction neutronique (macroscopique).

Les données obtenues par diffraction sont traitées à l'aide de Maud, programme d'affinement Rietveld. Des échantillons ayant des tailles et des paramètres de synthèse différents ont été caractérisés à l'ILL (ligne D19) et par diffraction des rayons X classique. Cette première étude nous a permis d'une part de déterminer le caractère multiphasique des échantillons et d'autre part, d'y observer une variation de texture. Cette différence de texture selon l'épaisseur de l'échantillon est une conséquence de la technique de synthèse (melt cast process).

## 3-Matériel

Oxydes métalliques  
 $\text{SrSO}_4$

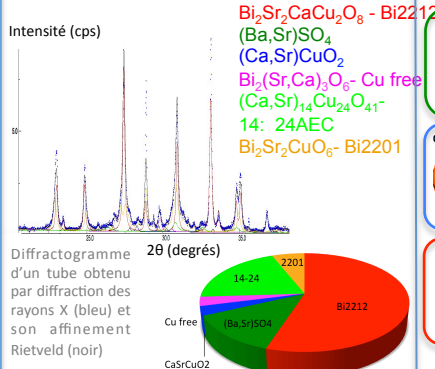


Tubes de Bi-2212, 8 et 50mm  $\varnothing$

## 5-Résultats

### DRX

#### Détermination des phases

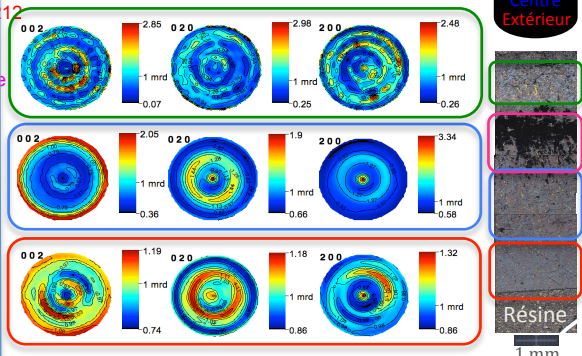


Diffractogramme d'un tube obtenu par diffraction des rayons X (bleu) et son affinement Rietveld (noir)

Proportion des phases présentes dans l'échantillon (données extraites de l'affinement Rietveld)

### Neutrons

#### Etude de la texture



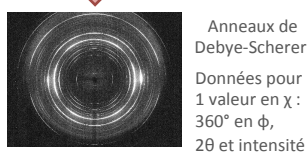
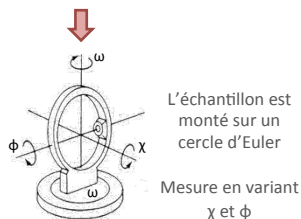
Figures de pôle normalisées reconstruites pour la phase Bi2212 et photographie en lumière polarisée d'une section d'un tube, de sa face interne à sa face externe (grains de Bi2212 en rose et bleu et phases secondaires en jaune)

Les figures de pôles reconstruites montrent qu'il y a une variation de texture entre les différentes parties analysées du tube. Plusieurs zones peuvent être distinguées dans l'épaisseur du tube :

1. La **région externe** où se trouvent de petits grains résultant d'un refroidissement rapide des parois du moule
2. Une **zone partiellement texturée** par des réseaux de grains de Bi2212 et qui présente la valeur la plus élevée de densité de courant
3. Une **zone noire** qui correspond à une partie poreuse de l'échantillon
4. Une zone fine dans la **partie interne** du tube qui est moins dense en raison d'un rétrécissement de la matière dû à un refroidissement durant le procédé [4]

## 4-Méthode

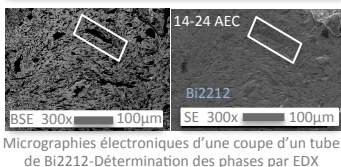
Rayonnement (Neutrons ou Rayons X)



Anneaux de Debye-Scherrer  
Données pour 1 valeur en  $\chi$  :  $360^\circ$  en  $\phi$ ,  $2\theta$  et intensité

Affinement Rietveld avec Maud

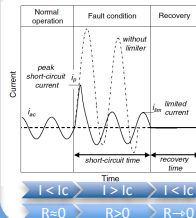
### Microscopie électronique



Micrographies électroniques d'une coupe d'un tube de Bi2212-Détermination des phases par EDX

## 5-Applications

### Limiteur de courant de défaut [1]



### Câbles



## 6-Références

- [1] J. Bock, M. Bludau, R. Dommerque, A. Hohl, S. Kraemer, M. O. Rikel and S. Elschner, ASC2010 (4LB-01)
- [2] J. Bock, R. Dommerque, S. Elschner, A. Hohl, M. O. Rikel. Melt-cast Bi-HTS for fault current limiting devices, presented at PARSEG' 10 (Washington 2010)
- [3] D. Chateigner Ed. : Combined analysis, 2010, Wiley-ISTE, 496p.
- [4] S. Elshner, J.Bock, and H. Bestgen. Supercond. Sci. Technol., 6:413, 1993
- [5] J-F Fagnard et al., Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 095012