

08;12
©1995

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИИ КИСЛОРОДА КЕРАМИКОЙ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ МЕТОДОМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Е.А. Дулькин

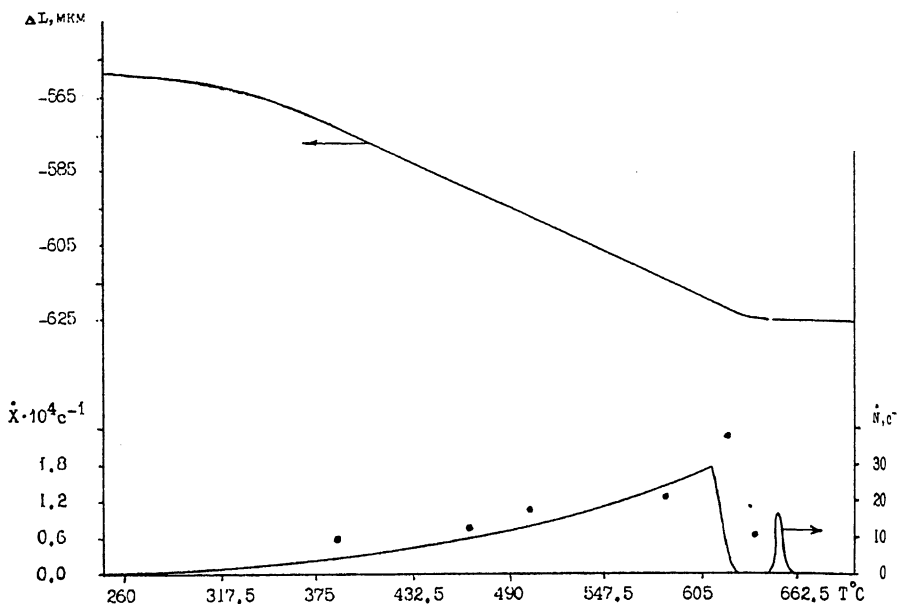
В [1] проведено исследование процесса спекания керамики $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ методом акустической эмиссии (АЭ). Было установлено, что активность \dot{N} АЭ прямо пропорциональна средним размерам формирующихся зерен в зависимости от температуры спекания керамики. На основании полученной зависимости был сделан вывод, что АЭ является эффективным методом неразрушающего контроля процесса спекания ВТСП керамик. Однако процесс охлаждения керамики в токе кислорода исследован не был.

Тем не менее общеизвестно, что именно на стадии охлаждения керамика подвергается насыщению кислородом, что и определяет ее сверхпроводящие свойства. Стехиометрический индекс X определяется, как правило, термогравиметрическим методом [2], но дилатометрических измерений не проводилось. Кроме того, кислород, внедряясь в кристаллическую решетку материала, вызывает упругое двойникование орторомбической фазы [3], которое может быть зарегистрировано методом АЭ [4].

Цель настоящей работы — исследовать методами АЭ и дилатометрии сорбцию кислорода керамикой $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ непосредственно после ее спекания.

Исследовались образцы в виде таблеток диаметром 10 мм и высотой 3 мм, спрессованные из порошка, синтезированного в ИСМ РАН (п. Черноголовка), по методике [5]. Скорость нагрева и охлаждения образцов равнялась 2–3°С/мин, время спекания — 1 ч при температуре 950°С. Измерялись активность \dot{N} АЭ и величина дилатации ΔL в процессе охлаждения спеченной керамики в токе кислорода, подаваемого в печь, ниже температуры 700°С.

Результаты измерений представлены на рисунке. Величина усадки керамики за время ее спекания составила 625 мкм. Эта величина оставалась постоянной до температуры 650°С, при которой было зарегистрировано резкое возрастание \dot{N} , соответствующее фазовому переходу в орторомбическую фазу [6]. После завершения перехода началось расширение керамики. Дилатационная кривая име-



Графики зависимостей дилатации $\Delta L(T)$ и АЭ $\dot{N}(T)$, полученные в процессе охлаждения керамики $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ в токе кислорода.

Величины \dot{N} взяты из работы [7].

ет три характерных участка. Первый, наиболее крутой участок начинается после температуры орторомбического перехода при $t = 650^\circ\text{C}$ и заканчивается при $T = 605^\circ\text{C}$. Второй, линейный участок продолжается до $T = 385^\circ\text{C}$. Третий участок монотонно завершает процесс расширения керамики.

\dot{N} начинает возрастать при $T = 630^\circ\text{C}$ и при $T = 605^\circ\text{C}$ достигает максимума, коррелирующего с наиболее крутым первым участком дилатационной кривой. При дальнейшем понижении температуры зависимость $\dot{N}(T)$ подчиняется экспоненциальному закону:

$$\dot{N}(T) = \dot{N}(T_0) \exp[-a(1 - T/T_0)],$$

где $\dot{N}(T_0) = 37,5$ — величина, полученная экстраполяцией \dot{N} к температуре $T_0 = 650^\circ\text{C}$ орторомбического фазового перехода, T — текущая температура, коэффициент $a = 3,16$.

Таким образом, сорбция кислорода имеет место в интервале температур $385\text{--}605^\circ\text{C}$ на линейном участке дилатации, сопровождаемой АЭ. Очевидно, что

дилатация является интегральной характеристикой, а АЭ — дифференциальной, т. е. величина \dot{N} пропорциональна скорости сорбции кислорода.

Необходимо отметить, что полученная зависимость $\dot{N}(T)$ согласуется с данными измерений степени окисления керамики $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ [7]. Величины скоростей индекса X , определенные в ряде температур, после подбора соответствующего масштаба удовлетворительно укладываются в окрестности кривой $\dot{N}(C)$. Следовательно, установленная однозначная связь между величинами \dot{X} и \dot{N} , имеющими к тому же одинаковую размерность, делает удобным контроль сорбции кислорода ВТСП керамики методом АЭ.

Список литературы

- [1] Дулькин Е.А. // СФХТ. 1994. Т. 47. № 1. С. 105–108.
- [2] Фетисов А.В., Фетисов В.Б., Фотиев А.А. Физико-химические основы синтеза и свойства ВТСП-материалов. Свердловск: УрО АН СССР. 1990. С. 109–118.
- [3] Zandbergen H.W., van Tendeloo G., Okabe T. et al. // Phys. Stat. Sol. (a). 1987. V. 103. P. 45–72.
- [4] Бойко В.С., Гарбер Р.И., Косевич А.М. Обратная пластичность кристаллов. М: Наука. 1991. 280 с.
- [5] Дулькин Е.А. // СФХТ. 1992. Т. 5. № 1. С. 103–104.
- [6] Шейкин Г.П., Губанов В.А., Фотиев А.А. и др. Электронная структура и физико-химические свойства высокотемпературных сверхпроводников. М.: Наука. 1990. 240 с.
- [7] Фетисов А.В., Фотиев А.А., Варшавский М.Т. и др. Физико-химические основы синтеза и свойства ВТСП-материалов. Свердловск: УрО АН СССР. 1990. С. 119–128.

НИИ механики
и прикладной математики
Ростовского государственного
университета

Поступило в Редакцию
10 апреля 1995 г.