

УДК 539.3; 539.5; 537.312.62

© 1990

ДЕФОРМАЦИЯ И СТРУКТУРА КЕРАМИКИ $Y-Ba-Cu-O$ В ДИАПАЗОНЕ 300—1200 К

*В. С. Бобров, И. И. Зверькова, А. П. Иванов, А. Н. Изотов,
Л. А. Новомлинский, Р. К. Николаев, Ю. А. Осипьян,
Н. С. Сидоров, В. Ш. Шехтман*

Исследовались механические свойства керамики $Y-Ba-Cu-O$ в диапазоне температур 300—1200 К. Обнаружен переход от хрупкого разрушения к пластической деформации в области температуры фазового превращения орторомб—тетрагон. Пластическая деформация сопровождается изменениями структуры и фазового состава керамики. Ниже температуры хрупкопластического перехода наблюдается пластификация образцов при увеличении дефицита кислорода.

При низких и умеренных температурах монокристаллы и керамика систем 1—2—3 обладают низким ресурсом пластичности (см., например, [1⁻⁵]). Представляют интерес исследования механических свойств этих объектов в широком диапазоне температур, их зависимости от особенностей структуры и, в частности, от состояния образцов по кислороду. Не менее важным является изучение изменений структуры и свойств при деформации этих материалов.

Были проведены исследования деформации керамики $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ в диапазоне температур 300—1200 К. Образцы в виде параллелепипедов ($3 \times 3 \times 8$ мм³) изготавливались по стандартной технологии: прессование, спекание, отжиг в кислороде, механическая шлифовка и полировка. Дефицит кислорода в исходных образцах не превышал $x \approx 0.1$. В отдельных опытах осуществлялось уменьшение концентрации кислорода путем отжига образцов в инертной среде или вакууме при $T \approx 700-950$ К. Образцы деформировались сжатием в инертной атмосфере (гелий) с постоянной скоростью нагружающего устройства (100 мкм/мин). Структура исходных и деформированных образцов контролировалась с помощью рентгеновской дифрактометрии.

До определенной температуры исследованные образцы имели низкий уровень пластичности и их деформация до хрупкого разрушения протекала квазиупруго (рис. 1, 1). При дальнейшем повышении температуры характер деформации изменялся и происходил переход к пластическому течению. Значения температур, при которых происходил переход от хрупкого разрушения к пластическому течению, для большинства исследованных образцов лежали в области температуры фазового превращения орторомб—тетрагон [6]. При приближении к этой температуре на кривой деформации перед разрушением возникало заметное отклонение от квазиупругого наклона (рис. 1, 2), а при более высоких температурах пластичность образцов резко возрастала и деформационные кривые обычно принимали характерный вид с зубом текучести (рис. 1, 3). Уровень напряжений σ , при которых происходило хрупкое разрушение или возникало заметное пластическое течение, зависел от условий приготовления и исходной структуры образцов. Наблюдалось также влияние этих факторов на значения температуры, при которой происходил хрупкопластический переход. На рис. 2 представлены зависимости σ от T для одной из серий

деформированных образцов. Видно, что пластификация образцов сопровождается резким уменьшением напряжения деформирования.

Деформация образцов сопровождалась структурными перестройками, но при хрупком разрушении и слабо выраженном пластическом течении, а также при нагреве образцов без деформации основной фазовый состав

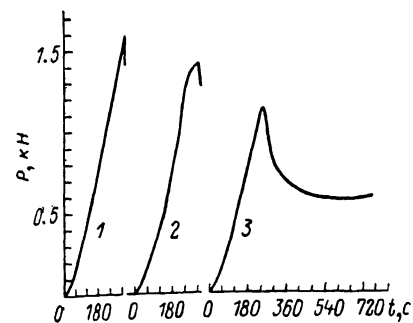


Рис. 1. Примеры кривых деформации керамики $Y-Ba-Cu-O$.

$T \approx 990$ (1), 1030 (2) и 1090 К (3). P — нагрузка, t — время.

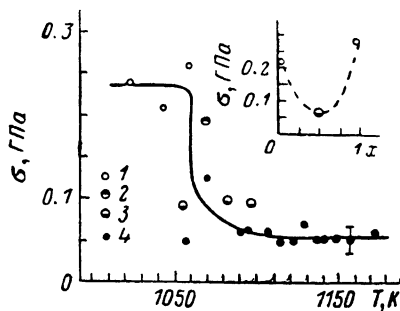


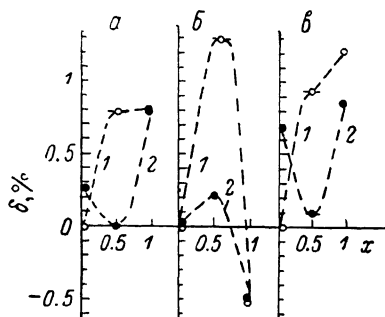
Рис. 2. Температурная зависимость напряжения σ хрупкого разрушения или заметного пластического течения для одной из серий образцов керамики $Y-Ba-Cu-O$.

1 — хрупкое разрушение; 2, 3 — разная степень пластичности; 4 — выраженное пластическое течение. На вставке — зависимость σ от дефицита кислорода x в условиях деформирования при $T \approx 960$ К.

1—2—3 сохранялся. Более радикальные изменения структуры происходили при выраженном пластическом течении. Существовали, в частности, образцы, в которых после заметной пластической деформации происходил практически полный распад соединения 1—2—3 в основном на CuO и $BaCuO_2$. При этом происходило уменьшение объема сверхпроводящей фазы и критической температуры сверхпроводящих переходов. Отметим, что фазовые превращения при пластической деформации образцов кера-

Рис. 3. Относительное изменение δ кристаллографических параметров a (а), b (б) и c (в) керамики $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ при увеличении дефицита кислорода x .

1, 2 — измерения до деформации (светлые точки) и после деформирования при $T \approx 960$ К (темные точки).



мики 1—2—3 могут быть связаны с процессами в области межзеренных границ при перемещении кристаллитов. Эти процессы могут оказывать влияние на характер деформации и вид деформационных кривых.¹

Были проведены контрольные опыты по изучению зависимости механических свойств керамики $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ от содержания кислорода. В области температур ниже хрупкопластического перехода уменьшение концентрации кислорода приводило к пластификации образцов. Например, при дефиците кислорода $x \approx 0.5$ деформационные кривые принимали вид, аналогичный кривой 2 на рис. 1, а при дальнейшем удалении кислорода ($x \approx 0.9-1$, тетрагональная фаза) образцы вновь становились хрупкими. Результаты измерений деформирующего напряжения σ при трех

¹ В контрольных опытах не было обнаружено заметной пластичности монокристаллов $Y-Ba-Cu-O$ при деформировании изгибом в диапазоне $T \geq 1000$ К, что также может свидетельствовать об особой роли межзеренных границ в пластичности керамики.

значениях x и $T \approx 960$ К приведены на вставке рис. 2. Влияние состояния исследованных образцов по кислороду на характер их деформации качественно согласуется с результатами исследований микротвердости монокристаллов $Y-Ba-Cu-O$ [2].

Наблюдается определенная корреляция между характером деформации и изменением параметров кристаллической решетки исследованных образцов при удалении кислорода. Параметры решетки исходных образцов: $a \approx 3.83$, $b \approx 3.88$ и $c \approx 11.67$ Å. На рис. 3 приведено относительное изменение этих параметров при увеличении дефицита кислорода ($x \approx 0.5 \pm 0.1$ и $x \approx 0.95 \pm 0.05$) и при деформировании. Кривые отражают тенденцию изменения параметров a , b и c при удалении кислорода. Обратим внимание на уменьшение параметров решетки и, особенно, параметра b при пластической деформации образцов с дефицитом $x \approx 0.5$. Анализ этих данных позволяет полагать, что пластификация керамики 1—2—3 при промежуточных значениях дефицита x связана с перестройкой кислорода (его вакансий) при деформировании образцов. Для уточнения роли кислорода в процессах деформации необходимы дальнейшие исследования.

В заключение отметим, что наряду с деформированием образцов при однородном нагреве в инертной атмосфере осуществлялись также опыты по деформированию керамики $Y-Ba-Cu-O$ в условиях нагрева на воздухе и, в частности, по локальной деформации в нагретой зоне температурно-электрических доменов, возникающих при пропускании электрического тока через образцы керамики состава 1—2—3 [7]. Как и при однородном нагреве образцов, заметная пластичность в локальной зоне доменов возникала после нагрева этой зоны выше температуры фазового перехода орторомб—тетрагон. Деформация в этом случае сопровождалась локальным изменением структуры образцов.

Авторы благодарят А. Н. Туранова за контрольные измерения концентрации кислорода, В. И. Кулакова и С. С. Шевага за помощь при подготовке образцов и проведении исследований.

Список литературы

- [1] Cook Robert F., Dinger Timothy R., Clarke David R. // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. N 6. P. 454—459.
- [2] Бобров В. С., Власко-Власов В. К., Емельченко Г. А., Индейбом М. В., Лебедин М. А., Осипьян Ю. А., Татарченко В. А., Фарбер Б. Я. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 4. С. 93—99.
- [3] Демирский В. В., Кауфман Х.-И., Лубенец С. В., Нацик В. Д., Фоменко Л. С. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 6. С. 263—266.
- [4] Песчанская Н. Н., Смирнов Б. И., Степанов Ю. П., Шпейзман В. В. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 11. С. 3503—3505; 1989. Т. 31. № 4. С. 271—273.
- [5] Доценко В. И., Кисляк И. Ф., Нацик В. Д. // ФНТ. 1989. Т. 15. № 1. С. 82—86.
- [6] Eatough M. O., Gintley D. S., Morosin B., Venturini E. L. // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. N 5. P. 367—370.
- [7] Осипьян Ю. А., Николаев Р. К., Сидоров Н. С., Бобров В. С., Цой В. С. // Письма в ЖЭТФ. 1988. Т. 47. № 5. С. 257—260.

Институт физики твердого тела АН СССР
Черноголовка
Московская область

Поступило в Редакцию
11 сентября 1989 г.