

Действительно, в этом температурном интервале, согласно [8], происходит незначительное изменение поверхностного натяжения твердой подложки ($dg/dT \approx 0$).

Таким образом, выявленный характер влияния легирования титаном расплавов олова и индия позволяет прогнозировать получение более качественных упрочняющих металлических покрытий на поверхности оптического кварца из расплавов, а необратимость процесса при кристаллизации контролировать толщину покрытия при удалении избытка расплава над межфазным слоем.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Богатырев В.А. и др. // Письма в ЖТФ. 1988. Т. 14. В. 9. С. 769-773.
- [2] Зимон А.Д. В кн.: Адгезия жидкости и смачивание, М.: Химия, 1974. 416 с.
- [3] Губенко А.Я. // ДАН СССР. 1980. Т. 254. № 1. С. 145-148.
- [4] Павлов В.В., Попель С.И. Сб.: Адгезия расплавов и пайка материалов. Киев.: Наукова Думка. 1978. В. 3. С. 47-52.
- [5] Сорокин Ю.В., Хлынов В.В., Есин О.А. Сб.: Поверхностные явления в расплавах. Киев. Наукова Думка, 1968. С. 350-354.
- [6] Элиот Р.П. Структура двойных сплавов. М.: Металлургия, 1970. Т. 2. С. 129-130.
- [7] Ниженко В.И., Флока Л.И. Поверхностное натяжение жидких металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1981. 208 с.
- [8] Самсонов Г.В. Физико-химические свойства окислов. М.: Металлургия, 1978. 471 с.

Уральский государственный
университет им. А.М. Горького

Поступило в Редакцию
20 февраля 1989 г.

Письма в ЖТФ, том 15, вып. 13

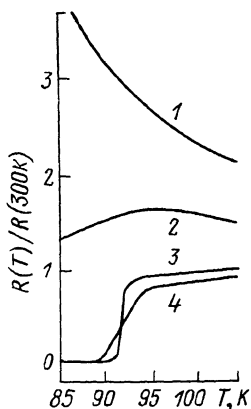
12 июля 1989 г.

05.4

ОБРАЗОВАНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ ФАЗЫ (123)
В МЕТАСТАБИЛЬНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ
 $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ ГАММА-ОБЛУЧЕНИЯ

А.О. Комаров, Н.М. Котов,
А.С. Нигматулин, Ф.Н. Склокин

Воздействие реакторного облучения исследовалось в [1], где были получены данные о довольно низкой радиационной стойкости керамических материалов $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ по сравнению с традиционными сверхпроводниками. Однако вопрос о влиянии гамма-облучения



Температурная зависимость сопротивления метастабильных образцов $\gamma\text{-}2\text{Ba}\text{-}3\text{Cu}\text{-}z\text{O}$; 1, 2 – холоднопрессованные образцы с $z \sim 7$; 3, 4 – аморфные образцы; 2, 3 – отжиг при гамма-облучении; 1, 4 – обычный отжиг.

на рекристаллизацию метастабильных фаз иттрий-бариевого куприта в литературе не освещен.

Аморфные образцы $\gamma\text{-}2\text{Ba}\text{-}3\text{Cu}\text{-}z\text{O}$ получались путем плазменного плавления металлокерамических образцов оптимального состава с последующей быстрой закалкой в комнатной температуре. Исследуемые образцы после рекристаллизационного отжига по данным рентгеноструктурного анализа являлись однофазными, состава $\gamma\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Воздействию облучения подверглись также холоднопрессованные метастабильные образцы иттри-бариевого куприта с содержанием кислорода $z \sim 6$ и 7 и образцы, полученные закалкой расплава с одновременной деформацией между медными наковальнями (последние образцы закалялись из предварительно синтезированной фазы (123)).

Было обнаружено, что воздействие гамма-облучения от источника ^{137}Cs (с удельным потоком $\sim 4 \text{ P/c}$) и от источника ^{60}Co (с удельным потоком $\sim 500 \text{ P/c}$) приводило к усилению процессов рекристаллизации в аморфных образцах. Например, кристаллизационный отжиг при температуре 920°C в течение двух часов приводил к появлению сверхпроводимости при температуре $T_c = 94,5 \text{ K}$ и отношении сопротивлений $R(300 \text{ K})/R(100 \text{ K}) = 1,25$. Такой же отжиг (в той же печи), но в поле гамма-облучения от источника ^{137}Cs приводил к появлению сверхпроводимости при температуре $T_c = 95 \text{ K}$ с величиной отношения сопротивлений $R(300 \text{ K})/R(100 \text{ K}) = 1,9$. Ширина сверхпроводящего перехода ΔT_c , определяемая как разность температур, соответствующих 0,9 и 0,1 значения до начала сверхпроводимости, при облучении уменьшалась в два раза (после облучения ширина перехода $\Delta T_c = 5,5 \text{ K}$).

Отжиг без и в поле гамма-облучения по вышеуказанному режиму образцов с $z \sim 6$, а также закаленных образцов, не выявил различия в критических параметрах этих материалов. Однако в образцах с $z \sim 7$ было отмечено их улучшение. Например, величина соотношения $\rho = R(300 \text{ K})/R(100 \text{ K}) = 1,3$ для облученных образцов оказалась большей, чем для необлученных: $\rho_{от} = 0,9$. Температура начала сверхпроводящего перехода в этих образцах была порядка 94 K , ширина перехода ΔT_c при облучении была $\Delta T_c^* = 10 \text{ K}$, а в необлученных образцах наблюдалось лишь 30%-е падение сопротивление при 77 K .

По нашим термографическим и рентгеноструктурным данным при температуре около 820°C в исследованных нами метастабильных и закаленных образцах происходят фазовые превращения, приводящие к рекристаллизации материала с образованием фазы (123). Роль гамма-облучения при этих дозах порядка 10^5 Рад не всегда значительна, но существует вполне определенная тенденция к усилению рекристаллизации при облучении, которая явно проявилась на всех образцах при использовании мощного источника гамма-квантов от ^{60}Co (~ 500 Р/с). На рисунке показаны сверхпроводящие переходы в аморфных образцах после отжига без облучения (кривая 4) и при гамма-облучении (кривая 3); видно, что в облученных образцах уже при температуре 850°C в течение 1,5 часов наблюдалось улучшение критических параметров: $\Delta T_c^r = 3.5$ К, $\Delta T_{c0}^r = 5.5$ К; плотность критического тока в облученных образцах была в два раза выше, чем в необлученных. Рентгеновские данные также подтвердили более эффективное образование фазы (123) при гамма-облучении. Однако величина отношения сопротивлений не отвечала общеизвестной тенденции для образцов ВТСП [2], где образцам с резким сверхпроводящим переходом ΔT_c соответствуют более высокие значения величины отношения сопротивлений $\rho = R(300\text{ K})/R(100\text{ K})$. Причиной тому, по-видимому, служит гамма-облучение. В нашем случае в облученных образцах с более узким переходом соответствовала $\rho^r = 1.1$, а для $\rho^{or} = 1.6$. По всей вероятности, наряду с рекристаллизацией с образованием сверхпроводящей фазы (123) происходит и накопление радиационных дефектов в виде комплексов. В противном случае радиационные точечные дефекты должны были отжечься в процессе медленного охлаждения от высокой температуры (скорость охлаждения была $3^{\circ}\text{C}/\text{мин}$). Как и в [2], так и в наших экспериментах было обнаружено, что в образцах ВТСП наиболее чувствительной к ядерному излучению является величина $R(300\text{ K})/R(100\text{ K})$.

Отжиг остальных серий образцов (кроме рассмотренных выше аморфных) при температурах около 850°C в течение 1,5 часов с последующим медленным охлаждением ($3^{\circ}\text{C}/\text{мин}$) не приводил к заметной их рекристаллизации и проявлению сверхпроводимости. Однако в тех же образцах и при тех же условиях отжига, но в поле гамма-облучения от мощного источника ^{60}Co , было обнаружено начало сверхпроводящего перехода при температурах в интервале $88-92$ К, что указывало на рекристаллизацию фазы (123). На рисунке показан сверхпроводящий переход (кривая 2) и полупроводниковая зависимость сопротивления (кривая 1) для закаленного образца соответственно после отжига при облучении и без него.

Важным фактором, который может влиять на кинетику рекристаллизации при гамма-облучении, является наличие ионизированной воздушной среды с повышенной концентрацией озона, окислов азота, в которой находятся образцы при отжиге. Очевидно, что влияние среды облучения через поверхность более эффективно будет проявляться в пленочных образцах ВТСП по сравнению с объемными.

Это и было обнаружено нами при гамма-облучении при комнатной температуре в пленочных образцах двух серий. Образцы набрали дозу до 10^9 Рад от мощного источника ^{60}Co . Первая серия помещалась в герметическую, заполненную гелием, ампулу. Вторая находилась в среде облучения. Облучались пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, полученные по двум технологиям: с помощью лазерного распыления на холодную подложку (ЛР) и с помощью магнетронного распыления с последующим высокотемпературным отжигом (МР). Пленки ЛР и МР имели ширину сверхпроводящего перехода порядка $2\div 4$ К, а температуру конца сверхпроводящего перехода около 85 К. Наилучшей поверхностью обладали пленки ЛР. Они имели микроструктуру, состоящую из крупных блоков, близкую к монокристаллической с гладкой поверхностью. Пленки МР имели ярковыраженную зернистую микроструктуру с развитыми межзеренными границами и имели довольно рыхлый рельеф поверхности. Было обнаружено, что облучение образцов в герметизированной ампуле существенно не изменило критических свойств пленок, а в образцах, облучавшихся в среде, наблюдалась полная деградация пленок МР, в то время как в пленках ЛР — лишь ухудшение критических свойств. Данный эксперимент подтвердил значительную роль среды облучения. Следовательно, и при высокотемпературном отжиге метастабильных образцов в поле гамма-облучения происходило активное воздействие среды облучения. Тогда становится понятным значительное воздействие на рекристаллизационные процессы метастабильных образцов сравнительно небольших доз облучения $10^5\text{--}10^7$ Рад.

Таким образом, нами было показано, что высокотемпературное гамма-облучение приводит к радиационно-стимулированной кристаллизации в аморфных и к рекристаллизации в метастабильных керамических образцах $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] M u l l e r P., G e r s t e n b e r g H., F i s c h e r M. et al. // Solid St. Comm. 1988. V. 65. N 25. P. 2161–2183.
- [2] А н т о н е н к о С.В., Г о л о в а ш к и н А.И., Е л е с и н В.Ф. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1988. Т. 47. В. 5. С. 260–263.

Московский институт
стали и сплавов

Поступило в Редакцию
24 марта 1989 г.