

© 1991

ВЛИЯНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ПЕРЕХОДА НА МИКРОПОЛЗУЧЕСТЬ ВТСП КЕРАМИКИ

В. П. Солдатов, В. Д. Нацик, Н. М. Чайковская

Изучено влияние $N-S$ и $S-N$ перехода на кинетику микропластической деформации керамических образцов $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ при деформировании их в жидком азоте в режиме микроползучести. Разрушение сверхпроводимости в образце осуществлялось токами критической величины. Показано, что $N-S$ переход увеличивает скорость ползучести, а $S-N$ переход — замедляет ее. Скорость микропластической деформации при смене состояния образца может изменяться в 2—8 раз. Проанализировано влияние теплового расширения на кинетику ползучести как возможного сопутствующего эффекта. Высказано предположение, что стимулирующее воздействие перехода на микропластическую деформацию керамических образцов связано с изменением их электронного состояния в области джозефсоновских контактов между зернами.

Сверхпроводящий переход ($N-S$ переход) не только кардинально изменяет электрофизические и магнитные свойства металлов, но и в ряде случаев оказывает значительное влияние на их механические характеристики. В 1967—1968 гг. сначала на чистых свинце и ниобии, а потом и на многих других сверхпроводящих металлах и сплавах, имеющих температуру перехода $T_c \leq 10$ К и сохраняющих пластичность в области гелиевых температур, был обнаружен эффект разупрочнения (пластификации) при $N-S$ переходе, детально описанный в монографиях [1, 2]. $N-S$ переход может понижать предел упругости (критическое напряжение сдвига) на величину порядка 10 % и на несколько процентов — деформирующее напряжение, обеспечивающее заданную скорость пластического течения. Особенно большой эффект наблюдается в опытах по изучению ползучести: переход как на стадии нестационарной, так и на стадии установившейся ползучести сопровождается резким увеличением скорости ползучести в десятки или даже сотни раз. Имеются данные о сильном влиянии $N-S$ перехода на релаксацию напряжений, подвижность полос скольжения и индивидуальных дислокаций, дислокационный вклад во внутреннее трение.

Систематизация экспериментальных результатов выявила следующие характерные особенности эффекта: в пределах точности измерений макроскопических механических характеристик эффект отсутствует на стадии упругой деформации и хорошо выражен на стадии развитой пластичности, когда в металле появляется большое число движущихся дислокаций; во всех без исключения случаях пластичность и подвижность дислокаций в сверхпроводящем состоянии выше, чем в нормальном; наблюдается корреляция температурной зависимости величины эффекта с температурной зависимостью энергетической щели сверхпроводника. Указанные особенности вместе с выводами, полученными при теоретическом анализе электронного торможения дислокаций в сверхпроводниках [3], однозначно выделяют в качестве основной физической причины эффекта увеличение подвижности дислокаций при $N-S$ переходе — вследствие появления щели в энергетическом спектре электронов проводимости ослабляется их способность диссипировать кинетическую энергию дислокаций.

Естественно, сразу же после открытия сверхпроводников с высокими критическими температурами $T_c \sim 100$ К возник вопрос: насколько эффект разупрочнения универсален, можно ли его наблюдать на новом классе сверхпроводников? Однако оказалось, что ответ на этот вопрос априори далеко не очевиден. Сложность задачи обусловлена значительным отличием как электронных, так и механических свойств ВТСП от обычных низкотемпературных сверхпроводников. Первые эксперименты в этом направлении описаны в работах [4-6]. В этих работах использован лазерный интерферометр для регистрации микропластической деформации в режиме ползучести керамических образцов сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ и обнаружены аномалии микропластичности, качественно аналогичные эффекту разупорядочения. В работах [4, 5] изучалась микроползучесть керамики при фиксированной температуре $T=78$ К ($T_c \sim 90$ К); сверхпроводящий переход осуществлялся включением и выключением транспортного тока критической величины. Было зарегистрировано заметное увеличение и уменьшение скорости ползучести соответственно при $N-S$ и $S-N$ переходах. В работе [6] осуществлялось плавное изменение температуры в интервале 78—300 К; отмечено повышение скорости микроползучести в области T_c . Однако полученных в этих работах экспериментальных данных недостаточно для однозначного заключения о существовании эффекта разупрочнения. В экспериментах первого типа авторы не оценивали тепловые эффекты, связанные с разогревом образцов транспортным током. В экспериментах второго типа аномальное повышение скорости микроползучести наблюдалось на сверхпроводящей орторомбической керамике и в температурных областях, далеких от T_c , и сохранялось при переводе керамики в тетрагональную несверхпроводящую фазу.

Учитывая принципиальную важность обсуждаемого вопроса для физики и материаловедения сверхпроводников и обнадеживающие результаты работ [4-6], мы считаем оправданным дальнейшее изучение микропластичности ВТСП в области сверхпроводящего перехода. В данной работе также изучалась микропластичность керамики орторомбической сверхпроводящей фазы соединения $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ в среде жидкого азота при многократном переводе образцов из сверхпроводящего в нормальное состояние транспортным током. В отличие от работ [4-6] нами была использована стандартная для физики пластичности методика механических испытаний и регистрации эффекта разупрочнения, применявшаяся ранее при изучении обычных сверхпроводников, а также были проведены эксперименты и анализ, позволившие учесть маскирующую роль эффектов омического разогрева образца и токоподводящих контактов.

1. Методика эксперимента

Керамические образцы были получены стандартным способом путем холодного прессования и последующего спекания синтезированного порошка. Они имели плотность 4.2 г/см³ и температуру перехода в сверхпроводящее состояние $T_c \sim 92 \div 95$ К. Деформация сжатия в режиме ползучести изучалась на прямоугольных призмах сечением 4×5 мм и высотой 10—12 мм. Изменение длины образца δl вдоль оси сжатия измеряли при помощи индуктивного датчика с точностью 0.1 мкм, что соответствовало относительной деформации 10^{-5} , и записывали автоматически на электронном самописце ЭПП-09. Технические характеристики датчика, измерительных блоков и их совмещение с элементами деформационной машины описаны в работе [7]. В отличие от [4-6], где кривые ползучести восстанавливались по интерференнограммам с последующим пересчетом их параметров на деформацию, в настоящей работе запись аналогичных кривых проводилась непосредственно в координатах деформация—время, что позволяло более наглядно фиксировать картину всех изменений в характере ползучести. Для повышения надежности регистрации временных процессов в использованном нами деформационном устройстве, расчи-

танном на работу в азотном интервале температур, были исключены все элементы, способные внести погрешность за счет трения. Опыты были проведены в среде жидкого азота, что в отсутствие транспортного тока соответствовало сверхпроводящему состоянию нагруженного образца. Разрушение сверхпроводимости осуществляли пропусканием через образец тока критической величины по стандартной четырехконтактной схеме. Токвые и потенциальные контакты из индия наносили на одну из боковых граней образца, а на противоположной грани, вблизи нижнего торца, в него вживляли термопару (медь—константан), с помощью которой контролировали температуру при всех манипуляциях с образцом. При 77 К критический ток в исследованной нами керамики имел величину около 20 А/см^2 (абсолютное значение $\approx 4 \text{ А}$).

Были проведены три серии экспериментов различных типов. В первой серии нагрузку на образец, находившемся в нормальном состоянии под током 26 А/см^2 (абсолютное значение $\sim 5 \text{ А}$), увеличивали небольшими ступенями $\delta\sigma \sim 50 \div 250 \text{ г/мм}^2$ до предела микротекучести σ_0 , т. е. до появления кривой ползучести с отличной от нуля скоростью деформации (обычно $10^{-7} \div 10^{-6} \text{ с}^{-1}$). После этого приращением напряжения на величину $\delta\sigma \ll \sigma_0$ вызывали дополнительную ползучесть, и по истечении некоторого времени образец переводили в сверхпроводящее состояние (выключением тока). В дальнейшем $N-S$ и $S-N$ переходы чередовали между собой по мере необходимости. Эти опыты давали возможность оценить характер влияния смены состояния образца на кинетику процесса ползучести при постоянном уровне деформирующего напряжения.

Во второй серии экспериментов после достижения некоторого фиксированного уровня напряжения $\sigma > \sigma_0$ одинаковыми приращениями нагрузки вызывали ползучесть образца либо в нормальном, либо в сверхпроводящем состоянии. Как правило, кривые ползучести в этом цикле измерений записывали при чередовании $N-S-N-S$ состояний. Полученные кривые сравнивали между собой.

Наконец, в третьей серии опытов осуществляли замкнутые циклы нагружения и разгрузки предварительно нагруженных в N или S состоянии образцов. В каждом цикле определяли приросты деформации, накапливаемой за определенный промежуток времени (в течение 2 мин) при изменении деформирующей нагрузки на заданную величину $\delta\sigma$. Эти данные использовали для построения и сопоставления друг с другом кривых нагружения и разгрузки в нормальном и сверхпроводящем состояниях.

2. Основные особенности ползучести керамики

Отметим вначале некоторые характерные особенности развития неупругой деформации керамики, которые наблюдались как в сверхпроводящем (в отсутствие тока), так и в нормальном (при пропускании тока) состояниях.

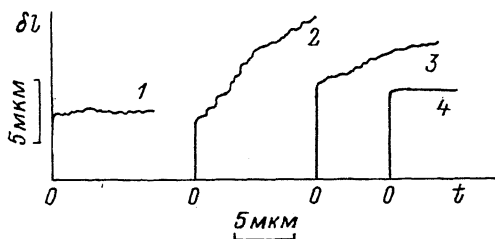


Рис. 1. Кривые ползучести образцов керамики при различных уровнях деформирующего напряжения: 1.1 (1), 3 (2), 4 (3) и 4.5 кг/мм^2 (4).

Во всех случаях прирост деформации даже при больших приращениях нагрузки не превышал нескольких десятых долей процента, что соответствовало изменениям длины образца порядка 10 мкм , — имеет место по существу только микропластическое течение. При постепенном нагру-

жении образца до которого напряжения (предел микротекучести) $\sigma \sim 2.6 \text{ кг/мм}^2$ керамика деформируется чисто упруго (кривая 1 на рис. 1); при более высоких напряжениях очередная догрузка вызывала микроползучесть (кривые 2, 3), за исключением отдельных случаев, когда микроползучесть не наблюдалась и при больших нагрузках (кривая 4).

В сверхпроводящем состоянии предел микротекучести и число случаев (4) значительно меньше, чем в нормальном.

Ползучесть всегда имела прерывистый характер — внезапно возникали всплески пластического течения и также внезапно прекращались. Такие всплески вдоль кривой ползучести многократно повторяются, постепенно уменьшаясь по величине (кривые 2, 3 на рис. 1). Продолжительность отдельной кривой ползучести варьировалась от нескольких до десятков минут. На кривых ползучести имели место все стадии, наблюдаемые на обычных металлах: мгновенная, нестационарная, стационарная. Чаще всего наблюдалось кратковременное нарастание неупругой деформации; эта особенность отмечена и в работе [4].

3. Эффекты теплового расширения

Как отмечалось в начале статьи, разрушение сверхпроводящего состояния образца током должно сопровождаться некоторым разогревом образца. Легко видеть, что при деформации сжатия обусловленное нагревом при включении тока (переход в N состояние) и охлаждением при

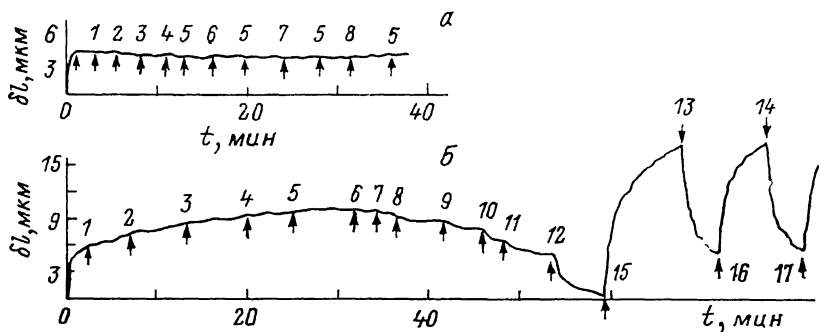


Рис. 2. Влияние скачков тока на характер кривой ползучести керамического образца. a — деформирование в жидком азоте, $\sigma = 3 \text{ кг/мм}^2$; b — в парах азота, $\sigma = 2 \text{ кг/мм}^2$. Стрелки указывают моменты включения или выключения тока, пропускаемого через образец. a : 1 — 2, 2 — 3, 3 — 4, 4 — 4.5, 5 — 0, 6 — 4.7, 7 — 4.75, 8 — 4.9 А; b : 1 — 10, 2 — 50 мА (183 К); 3 — 0.2 А (185 К), 4 — 0.3 (186.4), 5 — 0.6 (189.6), 6 — 1 (194.5), 7 — 1.3 (195), 8 — 1.6 (202), 9 — 1.9 (204), 10 — 2.5 (219), 11 — 2.9 (219), 12 — 4 (229.5), 13 — 4 (204), 14 — 4 (207), 15 — 0 (250), 16 — 0 (256), 17 — 0 (256.7).

выключении (переход в S состояние) тепловое расширение образца будет давать деформационные эффекты, внешне подобные эффекту разупрочнения. Очевидно, что такие тепловые эффекты не позволяют однозначно регистрировать эффект разупрочнения, если тепло не будет отводиться от образца за время порядка продолжительности «мгновенной» стадии ползучести.

Чтобы оценить роль разогрева, нами были проведены следующие эксперименты: при температурах $T < T_c$ и $T > T_c$ через образец, находившийся под нагрузкой, в различных точках кривой ползучести пропускали ток, величину которого дискретным образом увеличивали вплоть до критического значения. Одновременно измерялась температура образца вблизи нижнего токового контакта. Это позволяло следить за реакцией ползучести на изменение токовой нагрузки и за вызываемым ею нагревом образца.

Сначала образец деформировали в жидком азоте достаточно слабой нагрузкой, вызывавшей только упругую деформацию (кривая 1 на рис. 1). В этом случае изменение характера кривой ползучести могло быть вызвано только нагревом или охлаждением образца при включении или вы-

ключении тока. Типичный для этой серии опытов результат показан на рис. 2, а. Видно, что в пределах точности измерения деформации ее величина остается неизменной при увеличении тока вплоть до 5 А, который даже несколько превышал (в пересчете на сечение) критическую плотность тока в исследованных образцах. Последнее свидетельствует о том, что тепло, выделявшееся при пропускании через образец тока, полностью отводилось в охлаждающую среду. Это подтверждается и показаниями термопары, фиксировавшей в подобных случаях перегрев образца по отношению к температуре жидкого азота не более чем на 0.03—0.05 К.

Дополнительное подтверждение этому заключению было получено во втором эксперименте с использованием менее теплопроводной среды. Кривая ползучести (рис. 2, б) была получена при деформировании образца в парах азота при начальной температуре 183 К. Видно, что в условиях затрудненного теплоотвода от образца влияние теплового расширения на кинетику ползучести начинает проявляться уже при токах 1—1.3 А, а при токе 4 А становится доминирующим.

Можно иначе сформулировать вопрос о возможном влиянии разогрева при включении тока. Пользуясь известными данными о коэффициенте теплового расширения изучаемой керамики $\alpha \sim 10^{-5}$ см/град [8], оценим приращение температуры, способное вызвать изменение длины образца δl , соответствующее отдельной кривой ползучести ($\delta l \sim 10^{-3}$ см): $\delta T = \delta l / \alpha \sim 10^2$ К. Ясно, что такой разогрев был бы легко зарегистрирован в наших экспериментах как термопарой, так и визуально по кипению азота. Ничего подобного мы не наблюдали.

Таким образом, можно заключить, что использованный в настоящей работе способ разрушения сверхпроводимости при деформировании керамических образцов в жидком азоте не приводит к сколько-нибудь заметным осложнениям с точки зрения влияния термических эффектов.

4. Изменение ползучести керамики при сверхпроводящем переходе

На рис. 3 приведены типичные примеры влияния смены состояния образца ($N \rightarrow S$ и $S \rightarrow N$ переходов) на характер кривых ползучести. Видно, что переход из нормального в сверхпроводящее состояние ускоряет ползучесть, а обратный переход — замедляет. Переход в N состояние может

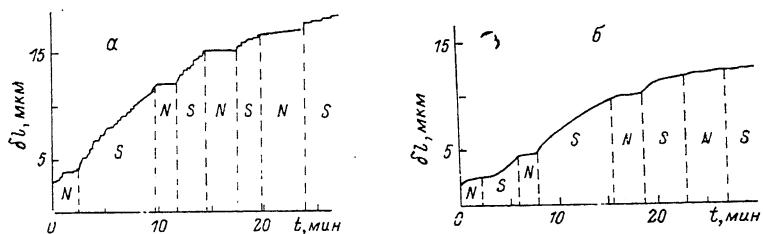


Рис. 3. Кривые ползучести керамических образцов при многократных $N \rightarrow S$ и $S \rightarrow N$ переходах в среде жидкого азота.

а — незатухающая ползучесть, $\sigma = 2.3$ кг/мм²; б — ползучесть в режиме истощения носителей деформации, $\sigma = 3$ кг/мм².

привести к полному затуханию ползучести либо продолжению ее, но с меньшей скоростью, чем в S состоянии. Оценки показывают, что отношение скоростей деформации в S и N состояниях колеблется в пределах $\dot{\epsilon}_S / \dot{\epsilon}_N \approx 2 \div 8$, что значительно меньше, чем в обычных металлических сверхпроводниках, где она может составлять несколько порядков. По мере затухания ползучести, т. е. по мере приближения ее скорости к нулю, влияние $N \rightarrow S$ переходов на кинетику ослабевает и при полном истощении исчезает совсем. Это хорошо видно из рис. 3, б, где такая ситуация реализуется примерно через 25 мин выдержки образца под нагрузкой.

Следовательно, необходимым условием для проявления описанного эффекта является наличие в керамике разблокированных носителей пластической деформации. Это свойство качественно соответствует эффекту разупрочнения в обычных сверхпроводящих металлах, где в роли элементарных носителей пластической деформации выступают дислокации.

На рис. 4 представлены результаты второй серии опытов: следующие друг за другом кривые ползучести с чередованием S и N состояний.

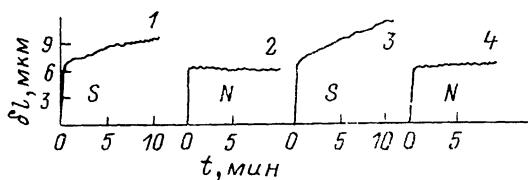


Рис. 4. Кривые ползучести, полученные на одном и том же образце керамики $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ при ступенчатом увеличении напряжения на $\delta\sigma = 0.2 \text{ кг/мм}^2$ и чередовании S и N состояний.

1 — $\sigma_1 = 3.9$, 2 — $\sigma_2 = 4.1$, 3 — $\sigma_3 = 4.3$, 4 — $\sigma_4 = 4.5 \text{ кг/мм}^2$.

Видно, что кривые ползучести в S и N состояниях резко отличаются — одна и та же догрузка в N состоянии вызывает только упругую деформацию, тогда как в S состоянии имеет место хорошо выраженная микроползучесть с заметным приращением неупругой деформации. Следовательно, и в этих опытах довольно четко проявляется стимулирующее воздействие $N \rightarrow S$ перехода на микропластическую деформацию керамических образцов.

Яркой иллюстрацией пластифицирующего влияния сверхпроводящего перехода могут служить и результаты третьей серии опытов (рис. 5).

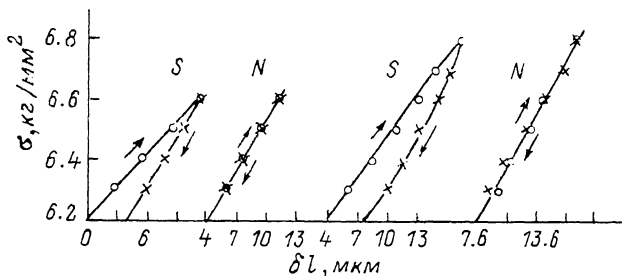


Рис. 5. Кривые нагружения и разгрузки, полученные на одном и том же образце, при последовательном чередовании S и N состояний.

Показанные на рис. 5 кривые нагружения и разгрузки в N и S состояниях резко отличаются друг от друга. В S состоянии они имеют вид незамкнутых гистерезисных петель, свидетельствующих о протекании в образце необратимой деформации. В N состоянии те же напряжения вызывают только упругую деформацию, вследствие чего кривые нагружения и разгрузки являются полностью обратимыми.

Таким образом, описанные в данной работе эксперименты подтверждают вывод работ [4, 5] о пластификации сверхпроводящей керамики $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ в области температур $T < T_c$ при переводе ее в сверхпроводящее состояние выключением транспортного тока критической величины. Дополнительными экспериментами показано, что наблюдаемые при $N \rightarrow S$ переходе явления не сводятся к эффектам теплового расширения, связанным с нагревом и охлаждением образца соответственно при включении и выключении тока. Вопрос о микропластической природе наблюдаемого эффекта остается открытым. Ответ на него можно надеяться получить только после установления механизма сверхпроводящего перехода и физической природы носителей микропластической деформации керамик.

Как пластичность керамики, так и величина эффекта ее пластификации при $N-S$ переходе во много раз меньше, чем для обычных металлических сверхпроводников.

Важно отметить, что и в работах [4, 5], и в наших экспериментах осуществлялось разрушение током сверхпроводящего состояния на системе сверхпроводящих зерен (гранул), связанных между собой джозефсоновскими контактами [9, 10]. Сами гранулы при таких токах остаются сверхпроводящими, существенное изменение электронного состояния происходит только в окрестности контактов между ними. Поэтому наблюдение эффекта разупрочнения при таком $N-S$ переходе можно рассматривать как свидетельство повышенной роли межзеренных границ в процессах микропластической деформации керамики.

Отметим также, что, поскольку возникающее в данных экспериментах состояние сверхпроводника после включения тока не является, строго говоря, полностью нормальным, точнее было бы говорить о сложном резистивном состоянии. Это же состояние можно реализовать и включением магнитного поля умеренной величины, что позволило бы провести эксперимент по традиционной методике [1]. Указанные обстоятельства предполагается учесть в дальнейших исследованиях.

Авторы выражают благодарность В. А. Москаленко, В. И. Еремину и И. Ф. Кисляку за полезные советы при проведении экспериментов, а также А. М. Долгину и В. И. Доценко — за полезные замечания при обсуждении результатов.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Старцев В. И., Ильичев В. Я., Пустовалов В. В. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. М.: Metallurgy, 1975. 328 с.
- [2] Nabarro F. R. N. Dislocation in Solids New York—Oxford: North Holland, 1983. V. 6. Chapter 28. 350 p.
- [3] Коганов И. М., Кравченко В. Я., Нацик В. Д. // УФН. 1973. Т. 111. № 4. С. 656—672.
- [4] Песчанская Н. Н., Смирнов Б. И., Шпейзман В. В., Якушев П. П. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 11. С. 3503—3506.
- [5] Песчанская Н. Н., Смирнов Б. И., Шпейзман В. В. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 8. С. 292—294.
- [6] Песчанская Н. Н., Смирнов Б. И., Шпейзман В. В., Якушев П. П. // ФТТ. 1989. Т. 30. № 4. С. 271—273.
- [7] Даниленко Л. И., Зиновьев Н. В., Коваль В. А., Солдатов В. П. // Сб. «Физика конденсированного состояния». Харьков, 1971. В. 12. 4 с.
- [8] Стрежеменный М. А., Исакина А. П., Барыльник А. С., Демирский В. В. // ФНТ. 1987. Т. 13. № 10. С. 1098—1101.
- [9] Мелихов Е. Е. // СФХТ. 1989. Т. 2. № 9. С. 5—29.
- [10] Долгин А. М., Нацик В. Д., Смирнов С. Н. // ФНТ. 1990. Т. 16. № 10. С. 1326—1327.

Физико-технический институт
низких температур АН УССР
Харьков

Поступило в Редакцию
31 октября 1990 г.
В окончательной редакции
17 декабря 1990 г.