

УДК 539.213.1:548.4

© 1992

## ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ВИСМУТСОДЕРЖАЮЩЕЙ СТЕКЛОКЕРАМИКИ

*В. И. Алексеенко, Т. Е. Константинова, И. К. Носолев, Г. А. Потапов*

Методом микроиндентирования исследовались процессы пластической деформации в исходной висмутсодержащей стеклокерамике  $\text{Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O}$  с содержанием в ней 60% аморфной и 40% кристаллической типа 2201 фаз, а также в закристаллизованной  $\text{Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O}$  керамике, где 80% кристаллической фазы 2201 и 20% кристаллической фазы 2212. Установлено, что пластическая деформация в исходной стеклокерамике лимитируется аморфной фазой и носит локализованный, атермический характер в области температур  $T < 170$  °С. В закристаллизованной керамике процесс пластической деформации имеет термоактивированный характер и обусловлен кристаллическими фазами 2201 и 2212. Определены энергия активации пластической деформации кристаллической фазы 2201  $U_1 = 1.5 \pm 0.05$  эВ и энергия активации процесса пластической деформации кристаллической фазы 2212  $U_2 = 0.3 \pm 0.05$  эВ.

Пластичность, в том числе и ВТСП-материалов, является одним из важнейших физико-механических свойств. Поэтому основной задачей физики прочности и пластичности сверхпроводников есть изучение механизмов пластической деформации. Большинство опубликованных результатов по этому вопросу относится к соединениям 1—2—3 [1–3]. В этих работах исследователями обнаружена ограниченная пластичность ВТСП-керамики в области низких и умеренных температур.

В последнее время большой интерес вызван к физико-механическим свойствам высокотехнологичной висмутсодержащей ВТСП-керамики. В работе [4] методом микроиндентирования изучены пластические и прочностные характеристики висмутсодержащих кристаллов и керамики при комнатной температуре. Обнаружена более высокая пластичность по сравнению с ранее изученными сверхпроводниками 1—2—3.

1. В представленной работе сделана попытка изучить процессы пластической деформации висмутсодержащей керамики  $\text{Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O}$ . Остаточная деформация стеклокерамики при комнатной температуре проявляется только при локальном нагружении, поэтому в работе использовался метод микроиндентирования.

Рентгеноструктурный анализ исходного материала показал наличие около 60% аморфной стеклофазы и 40% кристаллической — 2201 (процентное содержание кристаллической фазы 2201 определяли относительно полностью закристаллизованного образца при 700 °С 3 ч [5]). Для исследования использовались образцы стеклокерамики в виде параллелепипедов с размерами сторон  $2 \times 2 \times 5$  мм. Поверхность образцов полировали на замше с тонким (5 мкм) порошком  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , увлажненным спиртом. Измерения микротвердости по Виккерсу  $H_V$  производили на приборе ПМТ-3 с алмазной пирамидой, оснащенном нагревателем. Область температур измерения  $H_V$  от 25 до 215 °С.

2. На рис. 1 приведена опытная зависимость  $H_V$  от  $T$ . На ней наблюдаются два явно выраженных участка, свидетельствующих о работе в указанном температурном диапазоне двух механизмов пластической деформации. Первый из них является

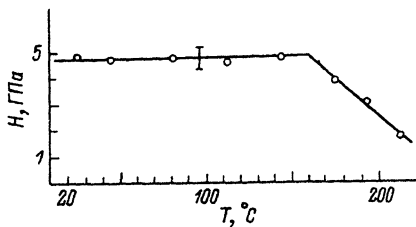


Рис. 1. Температурная зависимость микротвердости  $H_V$  Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O стеклокерамики с 60% содержанием аморфной фазы и 40% содержанием кристаллической фазы 2201.

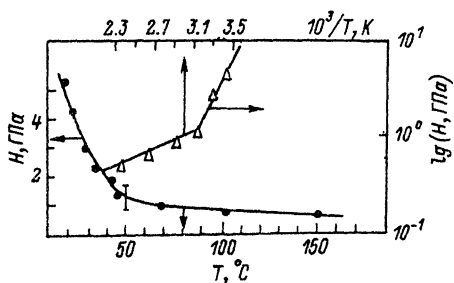


Рис. 2. Зависимость микротвердости закристаллизованной Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O керамики с 80% содержанием фазы 2201 и 20% фазы 2212 от температуры.

ся атермическим, а второй сильно зависит от  $T$ . Следует сказать, что при  $T > 170$  °C вокруг отпечатка индентора возникают трещины. Поскольку исследуемый материал представляет собой композит (аморфная и кристаллическая фазы), то возникает вопрос о том, какая фаза ответственна за тот или иной механизм пластической деформации. С этой целью исходные стеклокерамические образцы Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O отжигали при температуре 700 °C 3 ч, а затем быстро охлаждали на воздухе. Такой режим отжига приводил к кристаллизации исходной стеклокерамики преимущественно в фазу 2201 [5]. Рентгеноструктурный анализ закристаллизованных образцов показал 80% содержание кристаллической фазы 2201, а также (примерно 20%) присутствие новой кристаллической фазы, по видимому 2212 [5]. Необходимо отметить, что в исходной стеклокерамике эта фаза 2212 отсутствует.

На закристаллизованных образцах также снималась зависимость  $H_V$  от  $T$  в том же температурном диапазоне, что и выше. Из рис. 2 видно, что зависимость  $H_V$  от  $T$  представляет собой суперпозицию двух монотонных участков, на одном из которых  $H_V$  сильно зависит от  $T$ , а на другом — слабо. Исходя из предположения, что во всем температурном интервале испытания пластическая деформация обусловлена термоактивируемым движением дислокаций, для описания экспериментальной зависимости  $H_V$  от  $T$  в закристаллизованных образцах используем выражение, связывающее  $H_V$  с  $T$  [6]. Математическая обработка экспериментальной зависимости  $H_V$  от  $T$  на основании [6] показала, что эта зависимость может быть аппроксимирована суммой двух экспонент

$$H_V = H_{V_1} \exp\left(\frac{U_1}{3kT}\right) + H_{V_2} \exp\left(\frac{U_2}{3kT}\right), \quad (1)$$

где  $U_1$  — энергия активации процесса пластической деформации кристаллической фазы 2201;  $U_2$  — энергия активации процесса пластической деформации кристаллической фазы 2212, размещающейся в 2201. Найденные значения энергии активации процесса пластической деформации на основании выражения (1) соответственно равны  $U_1 \approx 1.5 \pm 0.05$  эВ,  $U_2 \approx 0.3 \pm 0.05$  эВ.

3. Из анализа полученных опытных результатов можно сделать следующие выводы. Значения микротвердости аморфной и кристаллической фазы 2201 в области комнатных температур близки друг к другу и равны 4.8 и 5.2 ГПа соответственно; что касается значения микротвердости кристаллической фазы 2212, то она вблизи комнатной температуры равна 1.5 ГПа. Эти результаты согласуются с данными работы [4]. Характер зависимостей  $H_V$  от  $T$  для исходного и закристаллизованного материала (рис. 1, 2), а также результаты рентгеноструктурного анализа позволяют высказать следующее предположение. В исходном

материале (незакристаллизованном) пластическая деформация определяется аморфной фазой и носит локализованный характер [7] в области температур  $T < 170$  °С. В области высоких температур  $T > 170$  °С характер деформации меняется, что проявляется в увеличении хрупкости, приводящем к возникновению трещин вокруг отпечатка индентора. Как результат этого,  $H_V$  с  $T$  начинает падать (рис. 1). Характер элементарных актов пластической деформации аморфной фазы остается неясным из-за отсутствия данных о природе дефектов, возникающих при пластической деформации. Однако есть основания считать, что деформация в аморфной среде не является дислокационной.<sup>1</sup> Поэтому в нашем случае процесс сдвига в аморфной среде может осуществляться за счет перевода свободного объема («точечного дефекта») из одного положения в другое [9].

Как видно из рис. 2, в закристаллизованной Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O керамике процесс пластической деформации носит термоактивированный характер и обусловлен кристаллической фазой. Первый участок зависимости  $H_V$  от  $T$  с  $U_1 \approx 1.5$  эВ (рис. 2), вероятнее всего, описывает пластическую деформацию кристаллической фазы 2201, а второй участок с  $U_2 \approx 0.3$  эВ — пластическую деформацию кристаллической фазы 2212. Термоактивируемый характер пластической деформации закристаллизованной керамики позволяет, на наш взгляд (как отмечалось ранее), предполагать возможность присутствия здесь дислокационного механизма деформации [4].

В заключение отметим, что дальнейшие наши исследования будут направлены на изучение системы дефектов в каждой из существующих фаз Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O керамики для выяснения механизмов пластической деформации, а также на выяснение роли каждой фазы в деформировании композиционного материала в целом. Эти исследования позволят ответить на один из важных вопросов сегодняшнего дня — роль предварительных внешних механических воздействий (мощный ультразвук, гидростатическое давление и др.) на процессы кристаллизации (спекания) ВТСП-материалов.

#### Список литературы

- [1] Бобров В. С. и др. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 4. С. 93—96.
- [2] Доросинский Л. А. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1989. Т. 49. № 3. С. 156—160.
- [3] Демирский В. В. и др. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 6. С. 263—267.
- [4] Лубенец С. В., Нацик В. Д. и др. // СФХТ. 1990. Т. 3. № 8. С. 1852—1857.
- [5] Yoshimura M., Nakagama T. // Jpn. J. Appl. Phys. 1988. V. 27. P. 1877.
- [6] Концевой Ю. Л., Литвинов Ю. М., Фаттахов Э. А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. М.: Радио и связь, 1982. 238 с.
- [7] Золотухин И. В., Хоник В. А., Сафонов И. А. // Физика и химия стекла. 1983. Т. 9. № 1. С. 67—73.
- [8] Дрожжин А. И., Сидельников И. В., Постников В. С. // ФТТ. 1975. Т. 17. № 8. С. 2417—2419.
- [9] Argon A. S. // Acta Met. 1979. V. 27. N 1. P. 47—58.

Донецкий физико-технический институт  
АН Украины

Поступило в Редакцию  
5 ноября 1991 г.  
В окончательной редакции  
4 января 1992 г.

<sup>1</sup> На исходной Bi—Pb—Sr—Ca—Cu—O стеклокерамике после одноосного локального деформирования снималась зависимость внутреннего трения (ВТ) от амплитуды ультразвуковой волны при комнатной температуре. До значений амплитуд порядка  $10^{-4}$  амплитудная зависимость ВТ отсутствует. Это свидетельствует об отсутствии линейных дефектов в аморфной фазе или о сильном их закреплении «точечными дефектами» [8]. Также изучалась зависимость ВТ от  $T$  в диапазоне от 77 до 473 К. Все релаксационные пики в этом интервале температур имеют частотный фактор  $\tau_0 \sim 10^{-13}$  с, соответствующий малоразмерным дефектам. Измерение полуширины дифракционных рефлексов (ширина рефлекса пропорциональна микронапряжению) после деформирования исходной керамики показало отсутствие микронапряжений, носящих остаточный характер. Все эти результаты не подтверждают факт наличия дислокаций в аморфной фазе после ее деформирования.