

туннельный процесс эмиттер-база-коллектор имел метастабильный характер и восстанавливался только через десятки минут. Этот эффект обусловлен обеднением базы дырками вследствие ее двумерности. Восстановление туннелирования через базу определяется временем ухода электронов с отрицательно заряженных акцепторов в коллектор.

Таким образом, реализация условий фрактальной диффузии позволяет получать двумерные р-п-переходы и транзисторные структуры, демонстрирующие туннельные процессы как при прямом, так и при обратном включении.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Frank W., Gösele U., Mehrer H., Seeger A. - Diffusion in Silicon and Germanium. - Diffusion in Crystalline Solids. Academic Press Inc., 1984. P. 63-142.
- [2] Kolb M., Gauyet J.F., Saapov Val B. // Europhys. Lett. 1987. V. 3. N 1. P. 33-38.

Поступило в Редакцию
20 ноября 1990 г.

Письма в ЖТФ, том 17, вып. 2

26 января 1991 г.

05.4

© 1991

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СТАДИИ ОТЖИГА НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ФАЗЫ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

А.Ю. Мусатенко, Р.Б. Туровский,
Н.А. Дрожко, Е.В. Благоев

Процесс изготовления изделий из ВТСП включает в себя стадию высокотемпературного отжига, в течение которой формируется микроструктура сверхпроводящих керамических образцов, обеспечивающая их прочностные и сверхпроводящие характеристики.

В данном сообщении приводятся данные о влиянии температуры отжига на процесс спекания образцов, спрессованных из порошка $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ в кислородной и инертной атмосферах.

Процессы спекания изучались на образцах, спрессованных из порошка $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ТУ 48-0531-375-87. Высокотемпературный отжиг образцов проводился в печи СУОЛ-2 в протоке кислорода на керамических подложках $\text{ZrO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3$. После выдержки при высокой температуре образцы охлаждались вместе с печью.

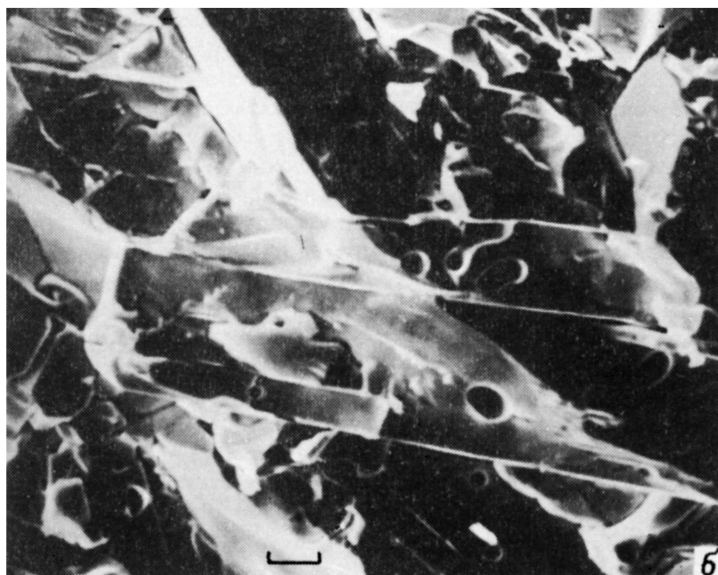
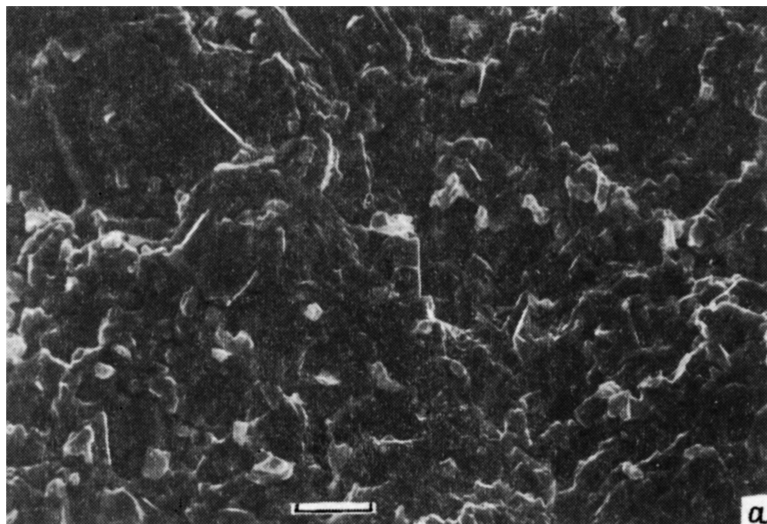
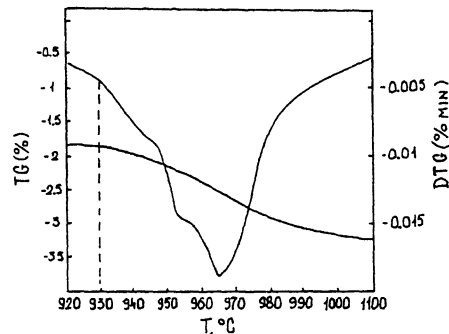


Рис. 1. а - скол образца $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, отжигавшегося в кислородной атмосфере при $960^\circ C$ 30 час., б - скол образца $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, отжигавшегося в кислородной атмосфере при $970^\circ C$ 20 час. + $950^\circ C$ 10 час.

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ в азотной атмосфере при скорости нагрева $0.5^\circ/\text{мин}$.



По данным рентгенофазового анализа (РФА-ДРОН-3) спеченные образцы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ были однофазны. Рельеф поверхности излома образцов изучался на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEOL -

35. Термогравиметрический анализ в инертной атмосфере был проведен на дериватографе SETARAM.

Температурная зависимость электросопротивления образцов и критический ток в нулевом магнитном поле измерялись по стандартной потенциометрической четырехконтактной методике. Критический ток определялся по критерию 3 мкВ/см .

При отжиге образцов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ в интервале температур $930-990^\circ\text{C}$ наблюдалось, что до 970°C сохраняется исходный размер зерна, спекание частиц происходит в местах точечного контакта зерен (рис. 1, а). Отжиг при температуре $970-990^\circ\text{C}$ приводил к резкому изменению микроструктуры образцов (рис. 1, б): резко увеличился размер зерен фазы, образовались закрытые поры округлой формы. Эти данные указывают на смену механизма спекания частиц $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при превышении температуры примерно 965°C . Наличие пор округлой формы указывает на то, что при этих условиях твердофазная диффузия компонентов фазы в процессе спекания сменяется диффузией через жидкую составляющую, возникающую в межзеренном пространстве.

Аналогичный процесс увеличения размера зерна фазы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ во время отжига может быть реализован также понижением парциального давления кислорода при фиксированной температуре [1]. По литературным данным $T_{пр}$ (температура превращения) понижается с 1030°C в кислородной атмосфере до 998°C на воздухе [2]. Для изучения термического предела устойчивости $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ были проведены термогравиметрические измерения порошка фазы в бескислородной атмосфере. Перитектическое превращение в протоке азота происходит при 930°C , рис. 2. Отжиг образца $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ в азотной атмосфере при 910°C в течение 20 часов не приводил к появлению посторонних фаз.

Полученные данные указывают на возможность проводить процесс спекания керамики $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ через частичное плавление материала при фиксированной температуре 950°C . В таблице приведены параметры образцов, проходивших через частичный отжиг в азотной атмосфере.

Отжиг прессованных образцов при 950°C , проведенный с промежуточной продувкой азотом, повышал плотность критического

№ образца	Термообработка, °С/час	R_{300} , МОМ-СМ	R_{300}/R_{100}	$J_K, B=O_2$ А/СМ ²	$\Delta T_K, K$
1	950/6.0 O_2	1.58	2.5	160	2.0
2	950/1.0 950/5.0 N_2/O_2	1.58	3.0	200	1.1
3	950/2.5 950/3.5 N_2/O_2	1.86	3.0	350	0.6
4	1030/2.0 860/4.0 N_2O_2	1.05	3.3	680	0.6

тока образцов до 400 А/см², $T = 91 K$, повышение температуры до 1030 °С (образец № 4) также способствовало повышению J_K .

Было обнаружено, что скорость впуска кислорода в реакционный объем в процессе смены атмосферы также является фактором, существенно определяющим характер формирования микроструктуры. Приведенные в таблице данные получены при смене атмосферы в течение нескольких секунд. При медленном впуске кислорода (10 мл/мин) кристаллы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ растут параллельно поверхности образца, формируя аксиальную текстуру. Плотность критического тока таких образцов: $J_K(B=0) = 10^2$ А/см².

Таким образом, было обнаружено, что отжиг при температурах выше 970 °С в кислородной атмосфере приводит к перекристаллизации материала и к формированию закрытой пористости. Понижение парциального давления кислорода до нуля уменьшает температуру стабильности $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ до 930 °С. Процесс разложения фазы, вызываемый уменьшением давления кислорода, обратим. Микроструктура восстановленных образцов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ существенным образом зависит от скорости впуска в реакционный объем кислорода.

Полученные данные могут быть использованы при целенаправленном формировании микроструктуры керамических образцов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.

В заключение благодарим Н.А. Козловскую и Д.М. Крюкову за проведение РФА и РЭМ исследований.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Mukherjee P.S., Simon A. et. al. // Sol. St. Comm. 1989. V. 72. P. 93-95.
 [2] Licci F., Tissot P., Scheel H.J. // J. Less.-Comm. 1989. V. 150, P. 201-206.

Поступило в Редакцию
3 октября 1990 г.