

углерода все время было скомпенсированным. Это означает, что при достаточно медленных изменениях внешних условий *B*-дефект непрерывно «подстраивается» к решетке.

Образование ДУ при окислении или диффузии золота на видоизмененных при ТО *B*-дефектах можно объяснить тем, что такие *B*-дефекты становятся стоками для межузельных атомов, инжектируемых в объем при окислении или диффузии золота. При этом сильное пересыщение по межузельным атомам приводит не только к залечиванию *B*-дефектов, но и к их коллапсу в дислокационные петли с дефектом упаковки. Можно предположить, что аналогично образуются *A*-дефекты и в процессе роста кристаллов при взаимодействии эмбрионов *B*-дефектов с потоком собственных межузельных атомов кремния, инжектируемых в объем кристалла, например, при оплавлении в процессе вращения в асимметричном тепловом поле.

Специально проведенный эксперимент показал, что в условиях меньшего пересыщения по межузельным атомам (диффузия золота в предварительно термообработанную пластину при нагреве до 1100 °С со скоростью 2,5°/мин) происходит лишь залечивание *B*-дефектов, а ДУ не возникают.

Таким образом, если в объем пластины кремния, содержащей *A*- и *B*-дефекты, каким-либо способом вводится высокая концентрация собственных межузельных атомов кремния (например, в процессе окисления), то в пластинах исходного материала это приводит к образованию ДУ только на *A*-дефектах, а в пластинах термообработанного материала ДУ образуются также на видоизмененных в процессе ТО *B*-дефектах.

#### Л и т е р а т у р а ]

- [1] Voronkov V. V. J. Cryst. Growth., 1982, vol. 59, N 3, p. 625—643.
- [2] Föll H., Kolbesen B. O. Appl. Phys. (Berlin), 1975, vol. 8, N 4, p. 319—331.
- [3] Petroff P. M., de Kock A. J. R. J. Cryst. Growth., 1975, vol. 30, N 1, p. 117—124.
- [4] Bernemitz L. I., Mayer K. R. Phys. St. Sol., 1973, vol. 16A, N 2, p. 579—583.
- [5] Iizuka T., Kanasaki K., Kikuchi M. Japan J. Appl. Phys., 1963, vol. 2, N 5, p. 443—445.
- [6] Зарифьянц З. А., Милевский Л. С. Кристаллография, 1971, т. 16, № 3, с. 583—586.
- [7] De Kock A. J. R. Philips Res. Rep., 1973, Suppl. N 1, p. 1—105.
- [8] Фалькевич Э. С., Веселкова А. А., Неймарк К. Н. Кремний и германий. Сб. ст. М.: Металлургия, 1970, вып. 2, с. 42—46.
- [9] Dash W. C. J. Appl. Phys., 1960, vol. 31, N 12, p. 2275—2283.
- [10] Hu S. M. J. Appl. Phys., 1974, vol. 45, N 4, p. 1567—1573.
- [11] Föll H., Gösele U., Kolbesen B. O. J. Cryst. Growth., 1977, vol. 40, N 1, p. 90—108.

Институт металлургии  
им. А. А. Байкова АН СССР  
Москва

Поступило в Редакцию  
22 сентября 1987 г.  
В окончательной редакции  
22 декабря 1987 г.

## СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ ТОКИ В МЕТАЛЛОКСИДАХ $\text{La—Sr—Cu—O}$ и $\text{Y—Ba—Cu—O}$

Ю. Ф. Ревенко, Н. А. Дорошенко, О. В. Григуть, В. М. Свиштунов,  
В. Ю. Таренков

В новом классе металлооксидов на основе купритов редкоземельных элементов высокотемпературная сверхпроводимость реализуется в структурах, имеющих слоистые перовскитоподобные решетки типа  $\text{K}_2\text{NiF}_4$  в случае  $\text{La—Sr—Cu—O}$  с критической температурой  $T_c \sim 35$  К и новый

тип так называемой кислород-дефицитной структуры «123» — для  $R\text{З—Ba—Cu—O}$  систем с  $T_k \sim 95 \text{ K}$  [1-3]. Критические токи для материалов данной структуры по оценкам должны достигать величин  $10^6 \text{ A/cm}^2$  [4]. При синтезе этих материалов по керамической технологии они представляют собой крупнозернистые композиты, в которых помимо основной сверхпроводящей могут присутствовать побочные фазы [2]. Транспортные свойства данных металлокерамик, как и любого гранулярного сверхпроводника, определяются межзеренными границами и наличием других фаз. Данная работа посвящена исследованию вольт-амперных характеристик (ВАХ), критических токов в широком интервале температур ( $T < T_k$ ) в оксидах  $Y\text{—Ba—Cu—O}$ ,  $La\text{—Sr—Cu—O}$  и установлению типа межзеренной связи в них.

Эксперименты проведены на образцах  $La_{1.8}Sr_{0.2}CuO_4$  (LSCO) и  $Y_{1.2}Ba_{0.8}CuO_4$ ,  $YBa_2Cu_3O_7$  (YBCO) керамики, приготовленной методом твердофазной высокотемпературной реакции из мелкодисперсных порошков оксалатов, оксидов и карбонатов соответствующих металлов [1-3]. Варьируя составом, величиной обжата ( $0 \div 4$  кбар), температурой, временем и атмосферой синтеза, были получены сверхпроводящие образцы с  $T_k = 23 \div 42 \text{ K}$  и шириной перехода  $\Delta T_k = 2 \div 15 \text{ K}$  (для LSCO) и  $T_k = 70 \div 97 \text{ K}$  и  $\Delta T_k = 1 \div 20 \text{ K}$  (YBCO).

Для снятия электрических характеристик из синтезированных таблеток вырезались пластины  $\sim 8 \times 1 \times 1.5 \text{ мм}$ , в которые вжигались контакты из серебряной пасты. Измерения сопротивления  $R$  и восприимчивости  $\chi$  проводились на переменном токе ( $f = 2 \text{ кГц}$ ) с использованием модуляционной методики, ВАХ записывались по 4-зондовой схеме. Температура регистрировалась медь-константановой термопарой и полупроводниковым датчиком.

Исследование большого числа образцов показало металлический ход  $R(T)$  от комнатной температуры до сверхпроводящего перехода с  $\rho_{300 \text{ K}} / \rho_{T_k} = 1.5 \div 2.1$ . Ширина перехода, по-видимому, обусловлена пространственной и фазовой неоднородностью материалов. Последующие измельчения и повторные синтезы улучшали  $R(T)$  переходы и токовые характеристики. На рис. 1 представлены типичные ВАХ крупнозернистых ( $d_z \sim 20 \text{ мкм}$ ) образцов  $YBa_2Cu_3O_7$  с  $T_k = 92 \text{ K}$ ,  $\Delta T_k = 1 \text{ K}$ ,  $\rho_{100 \text{ K}} = 2 \times 10^{-2} \text{ Ом} \cdot \text{см}$  и  $\rho_{300 \text{ K}} / \rho_{100 \text{ K}} = 1.7$ , записанных в режиме генератора тока.

В области низких температур в характеристиках наблюдается скачок напряжения на ветвь с избыточным током и динамическим сопротивлением, величина которого меньше его нормального значения для  $T > T_k$ . Подобное поведение ВАХ характерно для сверхпроводящих мостиков со структурой  $S\text{—N—S}$  [5]. В начальной области при достижении критического тока наблюдается небольшой участок плавного изменения напряжения, характерного для вязкого течения потока вихрей. У состава  $Y_{1.2}Ba_{0.8}CuO_4$  этот участок значительно шире. Затем система переходит в неустойчивую фазу с возможным образованием тепловых доменов, быстро распространяющихся по образцу. Перегрев образца, составляющий  $5\text{—}10 \text{ K}$  при рассеиваемой мощности  $\sim 2 \text{ Вт/см}^2$ , регистрировался термометром. При записи обратного хода в ВАХ наблюдался гистерезис, параметр которого  $\alpha = I_c^{op} / I_c^{np}$  достигал значений 0.6. С повышением температуры ступени напряжения и гистерезис в характеристиках исчезали, а обратный ход следовал по ветви нормального сопротивления, соответствующего  $T > T_k$ . Такое поведение отличается от характеристик системы  $Ba(Pb, Bi)O_3$  [6], у которой в окрестности  $T_k$  ход ВАХ был всегда обратимым. Нам представляется, что причина различия объясняется тепловыми эффектами, которые значительнее при высоких абсолютных температурах, и слабым теплообменом между образцом и газовой средой кристата. При  $T > T_k$  в ВАХ системы YBCO в широкой области напряжений проявляется омическая зависимость, свойственная для металлического типа проводимости. Незначительный рост сопротивления при увеличении тока через образец в этой области  $T$  связан с повышением его температуры. Это указывает на металлический тип связей, реализуемых в данной кера-

мике. Величина критической плотности тока  $j_c^{\max}$ , определенной по критерию 1 мкВ/см из ВАХ, для данного образца  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  составляла 90 А/см<sup>2</sup> при 6 К и 35 А/см<sup>2</sup> при 77 К. ВАХ системы  $\text{La}_{1.8}\text{Sr}_{0.2}\text{CuO}_4$  с  $T_c=30$  К,  $\Delta T_c=6$  К,  $\rho_{40\text{ К}}=4 \cdot 10^{-3}$  Ом·см и  $\rho_{300\text{ К}}/\rho_{40\text{ К}}=2.1$  обладают теми же характерными особенностями, что и ВАХ керамик YBCO. Величина  $j_c^{\max}=100$  А/см<sup>2</sup> при 6 К.

На рис. 2 представлены температурные зависимости критического тока исследованных керамик. Для сравнения на графике представлена известная теоретическая зависимость Амбегаокара—Баратова для систем с туннельным протеканием тока. Экспериментальные данные не укладываются на приведенную кривую. Вблизи  $T_c$  реализуется зависимость  $I_c \sim (1-t)^{3/2}$ , характерная как для грязных [7], так и перколяционных сверхпроводников [8], систем слабых связей с эффектом близости [7, 9]. Сравнительно

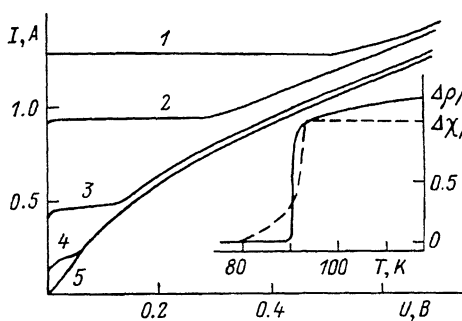


Рис. 1. Вольт-амперные характеристики керамики  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ .

$T$ , К: 1 — 5, 2 — 50, 3 — 77, 4 — 84, 5 — 92. На вставке: зависимости  $R(T)$  и  $\chi(T)$  образца.

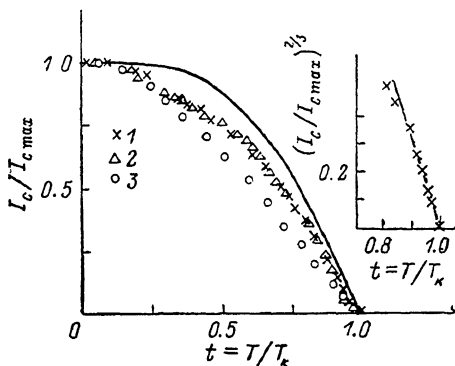


Рис. 2. Температурные зависимости критического тока  $I_c$  в приведенных координатах.

1 —  $\text{Y}_{1.2}\text{Ba}_{0.8}\text{CuO}_4$ , 2 —  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , 3 —  $\text{La}_{1.8}\text{Sr}_{0.2}\text{CuO}_4$ . Сплошная линия — теоретическая зависимость для S—I—S систем. На вставке: функциональная зависимость  $I_c(t)$  вблизи  $T_c$ .

малые экспериментальные плотности токов вместе с реализуемой в металлооксидах гранулярной структурой дают возможность рассматривать изученные объекты в целом как слабосвязанную сверхпроводящую среду, в которой связь между гранулами осуществляется через мостики из нормального металла.

У керамики LSCO поведение зависимости  $I_c(t)$  вблизи  $T_c$  указывает на более сильный эффект близости, который приводит к подавлению приведенного критического тока в этой области  $T$ . Его высокое абсолютное значение может быть связано с большой плотностью сверхпроводящих связей в мелкозернистых ( $d_3 \sim 1$  мкм) и малопористых образцах.

В целом композиты LSCO и YBCO можно представить состоящими из двух взаимно проникающих друг в друга перколяционных кластеров — сверхпроводящего и нормального. Ниже  $T_c$  основным токонесящим является кластер из сверхпроводящих гранул. Однако в него могут входить связующими звеньями участки из нормального материала, что приводит к проявлению эффектов близости в  $I_c(t)$  и избыточному току в ВАХ. Выше  $T_c$  оба кластера нормальны и проводимость образца определяется сложной суперпозицией их проводимостей.

Детализация механизмов протекания сверхпроводящих токов — предмет наших дальнейших экспериментов.

#### Л и т е р а т у р а

- [1] Шапльгин И. С., Казан Б. Е., Лазарев В. Б. Ж. неорг. химии, 1979, т. 24, № 6, с. 1478—1485.  
 [2] Bednorz T. G., Müller K. A. Z. für Physik B, 1986, vol. 64, N 2, p. 189—193.

- [3] Cava R. J., Batlogg B., van Dover R. B., Murphy D. W., Sunshine S., Siegrist T., Remeika T. P., Reitman E. A., Zahurak S., Espinosa G. P. Phys. Rev. Lett., 1987, vol. 58, N 16, p. 1676—1679.
- [4] Dinger T. R., Worthington T. K., Callager W. J., Sandstrom R. L. Phys. Rev. Lett., 1987, vol. 58, N 24, p. 2687—2689.
- [5] Лижарев К. К. Введение в динамику джозефсоновских переходов. М.: Наука, 1985. 320 с.
- [6] Свищунов В. М., Ревенко Ю. Ф., Моисеев Д. П., Постников В. М., Гаевский А. П. ФНТ, 1985, т. 11, в. 10, с. 1133—1143.
- [7] Де Жен П. Сверхпроводимость металлов и сплавов. М.: Мир, 1968. 280 с.
- [8] Karitulnik A., Alexander S. A., Deutscher G. Phys. Rev. B, 1984, vol. 30, N 5, p. 2617—2620.
- [9] Куприянов М. Ю., Лукичев В. Ф. ФНТ, 1980, т. 6, № 4, с. 445—453.

Донецкий  
физико-технический институт АН УССР  
Донецк

Поступило в Редакцию  
16 октября 1987 г.  
В окончательной редакции  
22 декабря 1987 г.

УДК 539.143.44

Физика твердого тела, том 30, в. 5, 1988  
Solid State Physics, vol. 30, № 5, 1988

## ИССЛЕДОВАНИЕ $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$ МЕТОДОМ ЯКР $^{79}, ^{81}\text{Br}$

А. А. Богуславский, Р. Ш. Лотфуллин, Е. Ю. Переш

Известно, что в кристалле  $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$  семейства  $\text{A}_2\text{BX}_4$  при охлаждении наблюдается следующая последовательность фазовых переходов [1]: при  $T \geq 252$  К существует фаза I ( $P_{\text{ма}}, Z=4$ , два атома брома находятся в частном положении на зеркальной плоскости симметрии), между  $T_{c1}=252$  и  $T_{c2}=237$  К в этом соединении наблюдается несоразмерная фаза II, в диапазоне температур  $T_{c2}$  и  $T_{c3}=158$  К возникает фаза III ( $P_{2,1/2}, Z=4$ ). При  $T_{c3}$  в  $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$  происходит фазовый переход второго рода, при  $T_{c2}$  — фазовый переход первого рода. В фазе IV ниже  $T_{c3}$  наблюдаются 8 линий ЯКР для каждого изотопа брома в диапазоне частот 55—70 мГц, в фазе III — 4 линии, в фазе I — 3 линии ЯКР. Возникновение фазовых переходов в этом соединении объясняется существованием волны вращения тетраэдров  $\text{CdBr}_4$ .

Указание в [2] на гигроскопичность  $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$  стимулировало проведение исследования влияния  $\text{H}_2\text{O}$  на структуру кристалла. В качестве метода исследования использован ЯКР  $^{79}, ^{81}\text{Br}$ . По нашим данным, гигроскопичность монокристаллов находится в прямой зависимости от чистоты и обезвоженности исходных компонентов, особенно  $\text{CdBr}_2$ , которые используются для синтеза кристалла.

Образец  $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$  был выращен методом Бриджмена. Идентификация образца проведена по спектрам ЯКР, монокристалличность проверена с помощью эффекта Зеемана в ЯКР. Эти исследования проведены при ком-

Таблица 1

Спектральные параметры ЯКР  $^{79}, ^{81}\text{Br}$  в «стабильной» фазе  $\text{Cs}_2\text{CdBr}_4$

№ п/п	$^{79}\text{Br}$ $\nu$ , мГц	$T_2^*$ , мкс	$T_3$ , мкс	$T_1$ , мс	A, отн. ед.	$\delta\nu/\delta T$ , кгЦ/град	$^{81}\text{Br}$ $\nu$ , мГц	$T_2^*$ , мкс	$T_3$ , мкс	$T_1$ , мс	A, отн. ед.
1	78.819	20	—	7	1	-9.4	65.753	20	70	6.5	1
2	74.774	25	120	1.2	10	-10	62.473	30	120	2	10
3	73.780	25	130	1.5	10	-10	61.634	30	150	2.3	10
4	53.806	25	75	13	5	-1.5	44.962	10	70	12	5
5	51.543	30	140	4	10	-3	43.148	20	100	7	8