

РАДИАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ РАСТВОРЕНИЯ ПАРАЗИТНЫХ ФАЗ В КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

*А.П.Суржиков, А.П.Воронин, А.М.Притулов,
В.А.Кожемякин, Б.Б.Мойзес*

Томский политехнический университет,
634004, Томск, Россия
(Поступило в Редакцию 27 марта 1994 г.)

В [1] описан эффект радиационной интенсификации уплотнения прессовок порошковых материалов при радиационно-термическом (РТ) спекании. Здесь же предложен механизм реализации эффекта, основанный на известном факте о более высоких концентрациях точечных дефектов в поверхностных слоях порошинок прессовки и о преимущественной релаксации с выделением тепла на таких дефектах электронных возбуждений, созданных облучением. Повышение эффективности диффузионных процессов за счет локального радиационного перегрева поверхности контактирующих порошинок как раз и обеспечивает реализацию наблюдаемого эффекта.

В случае уже спеченных керамических материалов такими местами рекомбинации электронных возбуждений будут межзеренные границы, обогащенные паразитными фазами промежуточных продуктов синтеза. Поэтому следует ожидать, что РТ обработка спеченных керамических материалов будет способствовать эффективному растворению паразитных фаз и преобразованию их в основную фазу. С целью проверки данной гипотезы проведены исследования фазовых превращений при РТ обработке спеченных литиевых феррита и высокотемпературной сверхпроводящей (ВТСП) керамики.

Объектами исследования служили образцы состава (по шихте, вес.%) Li_2CO_3 11.2, TiO_2 18.65, ZnO 7.6, MnCO_3 2.74, Fe_2O_3 59.81, Y_2O_3 17.15, CuO 36.24, BaCO_3 46.61, синтезированные и спеченные по традиционной керамической технологии.

Фазовая гомогенность ферритов оценивалась по параметрам петли гистерезиса, измеряемой на кольцевых сердечниках при амплитудном значении намагничивающего поля 560 А/м и частоте 50 Гц. Рентгенофазовый анализ образцов ВТСП керамики производился на установке ДРОН-3 Института химии твердого тела и минерального сырья СО РАН. Измерение плотности критического тока осуществлялось четырехзондовым методом.

Радиационно-термическая обработка производилась на импульсном линейном ускорителе электронов ИЛУ-6 в Институте ядерной физики СО РАН: энергия электронов в пучке 2 МэВ, плотность тока пучка 5 мА/см², длительность импульса облучения 500 мкс, частота следования импульсов облучения 2–50 Гц.

Температура обрабатываемого материала контролировалась платино-платинородиевой термопарой, измерительный спай которой за-

Значения параметров петли гистерезиса (индукция насыщения B_m , остаточная индукция B_r , коэрцитивная сила H_c , коэффициент прямоугольности петли гистерезиса K) литиевых ферритов после термического спекания при 1100°C в течение 5 (столбец 1) и 10 ч (столбец 2) и после РТ обработки при 1100°C в течение 0, 5, 1 и 3 ч (столбцы 3-5 соответственно).

	1	2	3	4	5
B_m , Тл	0.146	0.142	0.156	0.156	0.160
B_r , Тл	0.112	0.112	0.140	0.135	0.140
H_c , А/м	108.0	95.5	99.5	97.0	89.1
K	0.77	0.79	0.90	0.87	0.88

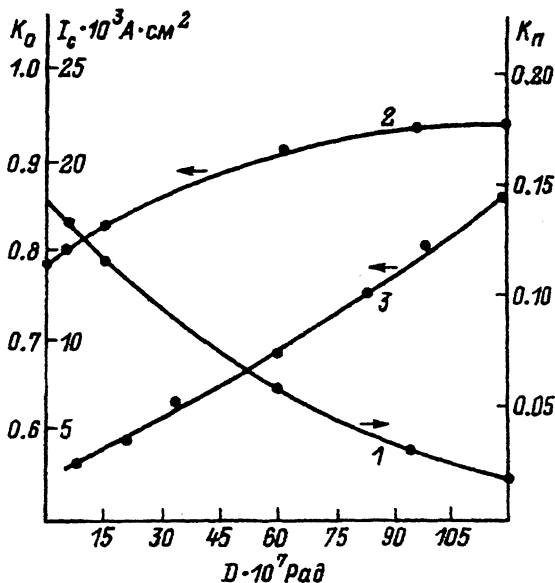
прессовывался в геометрический центр контрольного образца. Толщина образцов 2 мм.

В таблице приведены значения параметров петли гистерезиса Li-Ti ферритов, измеренные непосредственно после термического спекания, а также после дополнительных РТ воздействий при $T = 1100^\circ\text{C}$.

Сравнивая параметры петли для образцов, спеченных в термическом (Т) режиме в течение 5 и 10 ч, можно видеть, что их значения практически совпадают. Это свидетельствует о стабилизации магнитных характеристик после термического спекания в течение 5 ч. Дополнительное РТ воздействие улучшает все параметры петли гистерезиса. Поскольку при этом плотность образцов и средний размер зерен остались практически неизменными, то наблюдаемые изменения в магнитных характеристиках следует связать с повышением уровня химической гомогенности образцов после РТ обработки материалов.

Об общности обнаруженного эффекта свидетельствуют экспериментальные данные по рентгенофазовому анализу ВТСП керамики.

Значение плотности критического тока исходной керамики составляет 2500 А/см^2 . В ее дифрактограммах проявляются все рефлексы



Зависимость изменения относительного содержания примесных фаз K_p (1), ортофазы K_o (2) и плотности критического тока I_c (3) ВТСП керамики от дозы облучения электронами при 400°C .

орторомбической фазы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Однако кроме основной сверхпроводящей фазы в дифрактограммах присутствуют отклики от CuO , $BaCuO_2$ и Y_2BaCuO_5 . Общее содержание паразитных фаз составляет около 15%.

Радиационно-термическая обработка керамики, начиная с температур $320-360^\circ C$, приводит к увеличению плотности критического тока, величина которого после облучения при $400^\circ C$ до поглощенной дозы $1.2 \cdot 10^9$ Рад превышает исходное значение более чем в 5 раз (см. рисунок). При этом растет интенсивность базовой линии орторомбической фазы, рефлексy от примесных фаз уменьшаются и при максимальной дозе (рис.) наблюдаются только в виде следов, что свидетельствует о радиационной гомогенизации ВТСП керамики. Антисимбатный ход зависимостей изменения содержания орторомбической и паразитных фаз с дозой облучения подтверждает наше предположение о радиационно-термическом преобразовании паразитных фаз в сверхпроводящую.

Повышение температуры обработки ВТСП керамики приводит к повышению эффективности наблюдаемого эффекта. Так, обработка при $600^\circ C$ обеспечивает достижение значений плотности критического тока и содержания паразитных фаз, соответствующих аналогичным значениям для обработанных при $400^\circ C$ образцов уже при поглощенной дозе $2 \cdot 10^8$ Рад.

Таким образом, приведенные результаты свидетельствуют о радиационно-термическом растворении паразитных фаз в керамических материалах и преобразовании продуктов радиолиты в основную фазу.

Список литературы

- [1] Воронин А.П., Неронов В.А., Мелехова Т.Ф. и др. // ДАН СССР. 1981. Т. 258. № 6. С. 1393-1396.
