

Саратовский государственный
университет им. Н. Г. Чернышевского
Научно-исследовательский институт
механики и физики

Поступило в Редакцию
5 марта 1989 г.

•05

Журнал технической физики, т. 60, в. 6, 1990

© 1990 г.

О ПРИРОДЕ НЕСВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА В $Y-Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

И. Г. Гусаковская, С. И. Пирумова, Н. С. Ованесян

Целью данного исследования является calorиметрическое изучение особенностей несверхпроводящего фазового перехода в керамике $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, обнаруженного как в ряде литературных работ [1, 2], так и нами.

Исследованы несколько образцов керамики: 3—6, соответствующие по дебаеграммам составу $Y=1, 2, 3$ ромбической модификации. Для образца 6 получены более подробные характеристики: критическая температура сверхпроводящего перехода (T_c СП), определенная по измерению магнитной восприимчивости χ на переменном токе ($H_{max}=10^{-5}$ Тл, $\nu=111$ с $^{-1}$), равна 91 К при ширине перехода 5°.

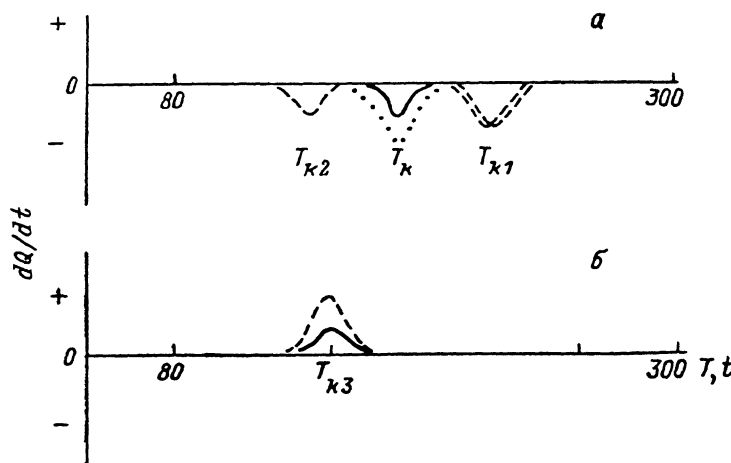
Образцы изучены на сканирующем микрокалориметре типа Кальве с чувствительностью ~ 1 мкВт, навески варьировались от 0.3 до 1 г. Каждый calorиметрический эксперимент состоит из следующих этапов, составляющих один стандартный calorиметрический цикл (СКЦ): охлаждения образца в calorиметрической системе от комнатной температуры до 77 К со средней скоростью $\sim 1-1.5$ град/мин и последующего разогрева от 77 К до комнатной температуры со средней скоростью ~ 0.1 град/мин. В СКЦ фиксируются только термограммы разогрева, приведенные для ряда образцов на рисунке.

Основной результат исследования заключается в экспериментальном доказательстве кинетической природы данного фазового перехода, т. е. зависимости параметров перехода от предыстории образцов, скоростей сканирования, от условий отжига и закалки керамики. Так, в исходных образцах, охлажденных и разогретых в СКЦ, наблюдается фазовый эндотермический переход, расположенный для образцов 3—5 в температурном интервале 240—255 К с центром T_c 249 К, а для образца 6 с $T_c=260$ К. Тепловой эффект перехода Q незначителен, варьируя от $Q_{min}=-1100$ до $Q_{max}=-3300$ Дж/моль (см. рисунок, а, сплошная кривая). Прогрев образцов до 373—423 К с быстрым охлаждением до комнатной температуры перед началом СКЦ приводит в нем к сдвигу T_c перехода в область существенно более низких температур — до $T_{k2}=180$ К (см. рисунок, а, пунктир, образец 5). Последующие СКЦ такого образца повышают T_c перехода до значений, характерных для исходных образцов. Незначительные отклонения от условий СКЦ, а также вариации скорости охлаждения до комнатной температуры прогретых до 373—420° образцов сдвигают в заметной степени T_c перехода. Чрезвычайно сильное влияние на T_c перехода оказывает проведенный в течение ~ 20 мин отжиг образцов: если в СКЦ отжиг осуществляется при температуре до начала фазового перехода с последующим повторным охлаждением до 77 К, то при разогреве со стандартной скоростью T_c перехода сдвигается в более высокотемпературную область с T_{k1} (см. рисунок, а, двойная штриховка, образец 3); отжиг, проведенный выше окончания перехода, сдвигает T_c в область низких температур T_{k2} (< 200 К, образец 4); однократный отжиг в области фазового перехода не смещает T_c , но приводит к увеличению на 30—50 % теплового эффекта фазового перехода (см. рисунок, а, кружик, образец 5).

Весьма характерным и хорошо воспроизводимым является тепловое поведение керамики, проявляемое после быстрого прогрева образцов от температуры, незначительно превышающей температуру конца перехода в условиях СКЦ, до комнатной температуры. Первый СКЦ охлаждение—разогрев такого образца приводит (в зависимости от температуры

начала быстрого охлаждения и скорости нагрева до комнатной температуры) или к резкому уменьшению эндоэффекта перехода практически до нуля, или к обращению знака теплового эффекта, т. е. появлению при разогреве экзотермического пика (см. рисунок, б, сплошная кривая, образцы 5, 6). Повторные СКЦ таким образом приготовленного образца приводят к постепенному увеличению экзотермического эффекта до некой предельной величины (пунктир на рисунке, б). Еще один СКЦ по достижении этой величины возвращает систему в исходное состояние с эндотермическим переходом (см. рисунок, а, образец 5). Возвращения в исходное состояние можно достигнуть не только за счет нескольких СКЦ, как в образце 5, но и отжигая образец в течение ~ 45 мин выше области экзотермического перехода (образец 6).

Таким образом, очевидно, что изучаемый переход нельзя характеризовать определенной температурой, ибо она является функцией предыстории керамики. Различие в T_k этого перехода, даваемое в литературе [1, 2], связано, на наш взгляд, с кинетической природой перехода, а не с величиной δ в формульной единице.



Зависимость скорости тепловых эффектов $d\theta/dt$ при разогреве образцов в СКЦ от температуры T и времени t для $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.

Известно [3], что низкотемпературная орторомбическая фаза $Y-Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, имеющая T_k СП ~ 90 К, является в основе упорядоченной по позициям кислорода $O2$ и $O2'$ при CuI-Степень этого упорядочения пока не поддается точной оценке. Можно предположить, что несверхпроводящий фазовый переход связан с возможным дополнительным к основному упорядочению кислорода. При этом переход порядок—беспорядок дополнительных кислородных позиций связан не с полным их превращением или только в упорядоченное, или только в разупорядоченное состояния. По всей видимости, конкуренция между термодинамическими и кинетическими свойствами керамики приводит к некоторым концентрационным соотношениям между этими состояниями (в принципе этими состояниями могут быть и какие-либо тонкие структурные нестабильности). Отжигая или закаливая керамику при определенных условиях, можно сдвигать концентрационное метастабильное равновесие между ними в ту или иную сторону. Однако состояния с повышенной дополнительной концентрацией упорядоченной фазы являются в условиях наших экспериментов неустойчивыми: несколько СКЦ приводят к «сбросу» избыточной энергии и возвращению системы в состояние, являющееся наиболее стабильным. Как показывают наши эксперименты, это стабильное состояние, достигаемое системой после отжигов и закалок, может отличаться от состояния исходных образцов. Так, в образце 6 эндотермический переход сдвигается к $T_k=237$ К, в то время как в исходном образце $T_k=260$ К.

Кажется естественным предположить наличие связи известных результатов [4, 5] по температурному повышению T_k СП, с увеличением концентрации упорядоченного состояния при циклировании. Для установления этой связи мы предполагаем провести в дальнейшем измерения сопротивления образцов непосредственно в калориметрической кювете с одновременным наблюдением тепловых эффектов.

Авторы выражают большую благодарность за рентгеновский анализ образцов В. И. Пономареву, за синтез образцов 4 и 6 Н. С. Сидорову, за синтез образцов 3 и 5 С. В. Лысикову, за измерения $\chi(T)$ О. В. Жарикову.

- [1] Lagreid T., Fosshelm K., Sandvold E., Julsrud S. // Nature. 1987. Vol. 330. P. 637.
 [2] Yusheng He, Zhang Baiwen, Lin Sihan et al. // J. Phys. F. 1987. Vol. 17. P. 4243.
 [3] Okamura F. P., Sueno S., Nakai J., Ono A. // Proc. Jap. Acad. B, 1987. Vol. 63. N 6. P. 165.
 [4] Bhargava R. N., Herko S. P., Osborne N. W. // Amer. Phys. Soc. 1987. Vol. 59. N 13. P. 1468.
 [5] Toulouse J., Wang X. M., Hong D. J. // Phys. Rev. B. 1988. Vol. 38. N 10. P. 7077—7079.

Отделение института химической физики
 АН СССР
 п/о Черноголовка Московской обл.

Поступило в Редакцию
 7 июля 1988 г.

06;07

Журнал технической физики, т. 60, в. 6, 1990

© 1990 г.

КОНТРОЛЬ ФАЗОВОГО МИКРОРЕЛЬЕФА ЭЛЕМЕНТОВ КОМПЬЮТЕРНОЙ ОПТИКИ

Е. Ю. Арефьев, М. А. Голуб, К. В. Овчинников, С. Б. Попов,
 И. Н. Сисакян, В. А. Сойфер, Д. Н. Тихонов, А. Г. Храмов, Г. В. Шамалова

Введение

Плоские элементы компьютерной оптики представляют собой $[1^{-3}]$ пропускающие или отражательные пластинки с многоградационным микро рельефом, нанесенным по зонам Френеля и имеющим скачки фазы на $m \cdot 2\pi$, где $m = \text{const}$ — целое число. Процесс перехода от рассчитываемых на ЭВМ проектных значений фазы в интервале $[0, m \cdot 2\pi]$ к физическому микро рельефу с максимальной оптической высотой $m \cdot \lambda$ (λ — длина волны) включает мно-

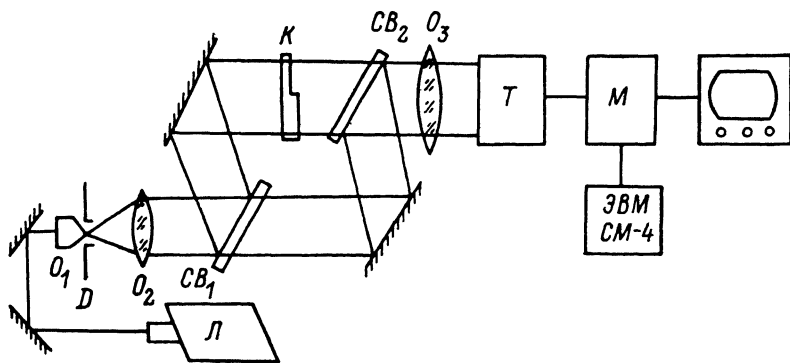


Рис. 1. Схема автоматизированного микроинтерферометра для контроля пропускающего фазового рельефа.

М — модуль ввода изображения.

жество технологических этапов изготовления фотшаблонов, контактного копирования, отбеливания, травления и т. д., вносящих нелинейные искажения фазового сдвига. Для отработки технологии формирования микро рельефа требуется контроль как условия соответствия фазы по максимальному значению $m \cdot 2\pi$, так и характера нелинейности передачи фазы в интервале $[0, m \cdot 2\pi]$. Использование механических профиллографов для измерения фазового рельефа сопряжено с частичным разрушением рабочей поверхности, серийные микроинтерферометры Линника типа МИИ-4, МИИ-10 дают большую погрешность при контроле микро рельефа для плоских элементов видимого диапазона длин волн, особенно с $m=1$. В данной работе контроль условия соответствия фазы и формы микро рельефа осуществлен в автоматизированном лазерном микроинтерферометре. Оценка сдвига интерференционных полос на микро рельефе производится по специально разработанному корреляционному алгоритму цифровой обработки интерферограмм.