

05

© 1991

КИНЕТИКА ВЫДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА ИЗ КЕРАМИКИ  
 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , ОБЛУЧЕННОЙ ИОНАМИ  $Cu^+$ И.Н. Николаева, А.Л. Суворов,  
Т.В. Аладжиков, А.С. Алпеев,  
Н.В. Гейман

Как известно [1], свойства высокотемпературной сверхпроводящей (ВТСП) керамики в существенной степени зависят от концентрации и положения в ней атомов кислорода. Анализ этой проблемы для иттриевой керамики со структурой типа 1-2-3 содержится, например, в [2].

В настоящей работе изучалась кинетика газовой выделения (в первую очередь, кислорода) из керамики  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . Использовался серийный масс-спектрометр М<sup>14</sup>-1201. Детали экспериментальной процедуры и некоторые предварительные результаты были даны в [3].

На рис. 1 приведены спектры выделения кислорода для образцов, полученных в Институте радиоэлектроники АН СССР [3] (кривая 1), и образцов, переданных авторам японскими коллегами (кривая 2). Как видно, они весьма подобны, достаточно четко проявляют два температурных пика - при  $T_1=475$  °С и  $T_2=800-850$  °С. Относительные единицы, указанные на оси ординат, соответствуют единичной массе.

Постепенное увеличение выхода кислорода можно объяснить освобождением позиций (0, 1/2, 0) и заполнением позиций (1/2, 0, 0), идущим медленнее [4]. Первый пик ( $T_1$ ) соответствует, по-видимому, переходу орторомбической модификации в тетрагональную, который на воздухе имеет место при температуре около 650 °С (это установлено путем рентгеноструктурного анализа). Второй пик ( $T_2$ ) соответствует, по нашему мнению, переходу одной тетрагональной фазы (Т2) в другую (Т3); по данным рентгеноструктурного анализа на воздухе такой переход происходит при температуре 930 °С и связан с изменением характера упорядочения вакансий кислорода в тетрагональной фазе. Дальнейшее выделение кислорода связано с разложением фазы 1-2-3.

Отметим, что для двух указанных образцов было зафиксировано весьма удовлетворительное воспроизведение спектров, соответствующих анализу микропроб с различных участков поверхности и объема исходных керамических таблеток. Иная ситуация имела место для микропроб, извлеченных из разных мест образцов, изготовленных в НПК „Цель“ (Московский институт стали и сплавов) по методу, описанному в [5] (рис. 2). Лишь проба из центральной

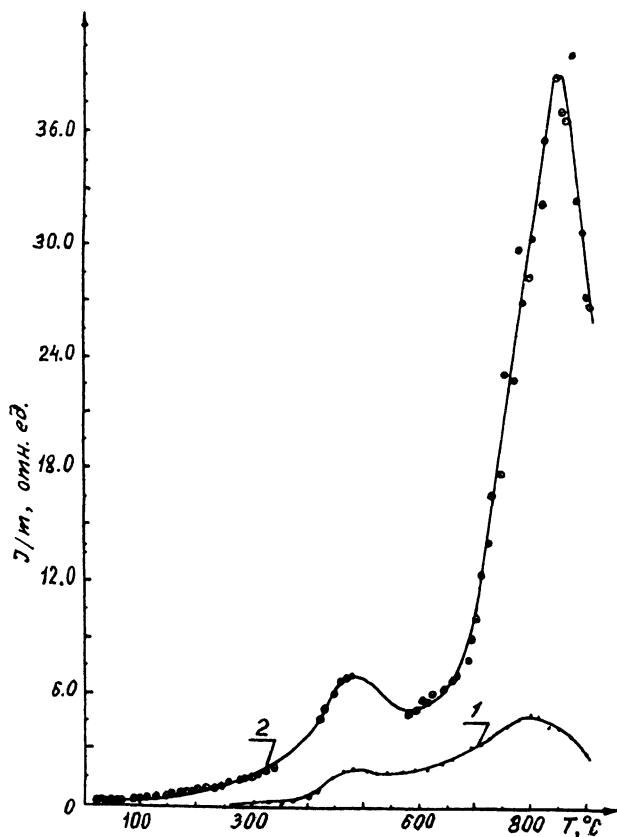


Рис. 1. Спектры выделения атомарного кислорода из ВТСП-керамик  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , изготовленных по различным технологиям; 1 - образец изготовлен в ИРЭ АН СССР; 2 - образец предоставлен японской фирмой.

части исходной таблетки качественно воспроизводит спектры рис. 1. Места на периферии и в объеме таблеток температурных пиков выделения практически не обнаруживают.

Нужно сказать, что подобный эффект не явился для авторов неожиданным: заметные вариации локального состава иттриевой ВТСП керамики были обнаружены и обсуждались в ряде работ, в том числе выполненных с использованием масс-спектрометрии вторичных ионов [6]. Ясно, что это свидетельствует о неоднородном распределении в ВТСП материале областей с оптимальным составом и может служить одной из причин неудовлетворительных рабочих параметров соответствующих изделий.

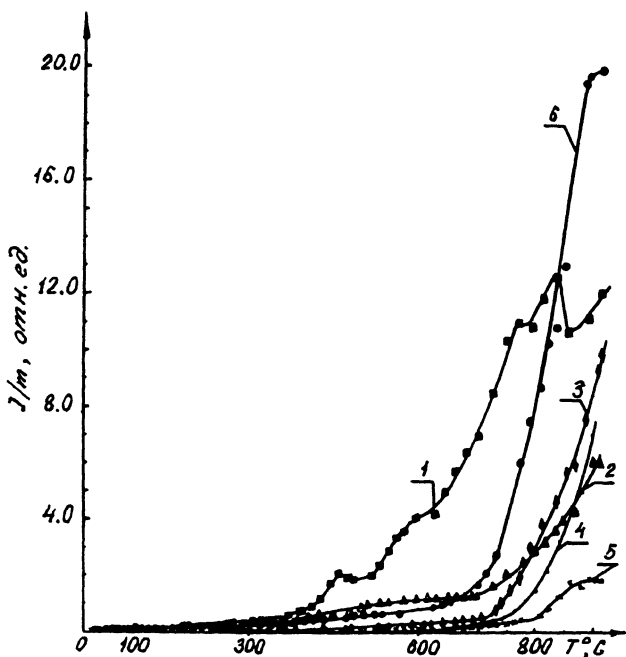


Рис. 2. То же, что и на рис. 1 для материала, соответствующего кривой 1 на рис. 1 (образец предоставлен НПК „Цель“, изготовлен по технологии [5]): 1, 2 – пробы взяты с внешних поверхностей центральной части дискообразного образца; 3, 4 – пробы взяты с краев образца; 5, 6 – пробы взяты из объема центральной части образца.

Облучению подвергались образцы, проявляющие указанную неоднородность по объему и поверхности. Облучение проводилось при комнатной температуре до флюенсов порядка  $5 \cdot 10^{20}$  ион/м<sup>2</sup>. Энергия ионов  $\text{Cu}^+$  составляла 175 кэВ.

Спектры выделения атомарного кислорода разных микропроб облученного образца приведены на рис. 3. Достаточно хорошо видно, что они приобрели подобие – на всех имеется один пик выделения при температуре 700–750 °С. Это весьма примечательный результат, свидетельствующий о выравнивании свойств локальных участков образца за счет облучения.

Укажем также, что облучение ионами  $\text{Cu}^+$  не нарушало сверхпроводящего состояния исходных таблеток; соответствующая им критическая температура после облучения была не ниже 78 К (температура жидкого азота).

Подавление облучением в спектрах выделения кислорода двух исходных пиков и появление нового, относительно менее выраженного

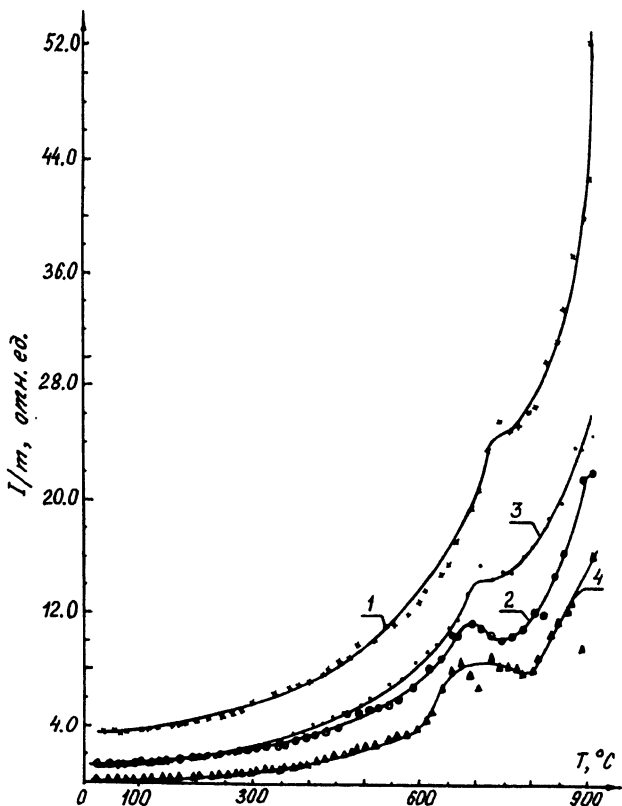


Рис. 3. То же, что и на рис. 2, но после облучения образца ионами  $\text{Cu}^+$  с энергией  $175 \text{ кэВ}$  до флюенса  $5 \cdot 10^{20} \text{ ион/м}^2$ . 1, 2 – пробы взяты с внешней поверхности центральной части дискообразного образца; 3, 4 – пробы взяты с краев образца.

пика в температурном интервале  $700\text{--}750^\circ\text{C}$ , может свидетельствовать об изменениях в кристаллической структуре ВТСП материала – перераспределении в ней кислорода.

Отметим, что подобное „выравнивание” спектров газовыделения за счет облучения установлено в настоящей работе и для углерода (масса 12). Укажем также на качественное подобие (приблизненное совпадение положений пиков на температурный шкале) спектров газовыделения в эталонных и облученных ВТСП керамиках  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  для атомарного кислорода и углерода.

Авторы благодарят Н.М. Котова за конструктивное обсуждение работы и полезные советы, а также В.Н. Мельникова и А.В. Пивеня за облучение образцов.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] О у а н а г и Н., И н а в а Н., М а т с у -  
б а р а I. et al. // Jap. J. Appl. Phys. 1987.  
V. 26. P. L1233-1235; PL 1561-1562.
- [2] Г р а б о й И.Э., П у г л я е в В.И. // Ж. Всесоюз. хим. об-  
щества им. Д.И. Менделеева. 1989. № 5. С. 473-480.
- [3] Н и к о л а е в а И.Н., С у х а н о в А.Л. // Препринт  
ИТЭФ № 2. М.: ЦНИИАтоминформ. 1989.
- [4] J o r g e n s e n J.D., V e a l B.W.,  
К w o ' k W.K. et. al. // Phys. Rev. B. 1987.  
V. 36. N 10. P. 5731-5734.
- [5] К о г о в Н.М., Л ы х и н В.А., М у к о в с к и й Я.М.,  
А р т е м ь е в а В.Н. Авторское свидетельство на изобре-  
тение № 1513839, Приоритет 25.01.88.
- [6] П и в о в а р о в А.Л., Ч е н а к и н С.П., Ч е р е -  
п и н В.Т. и др. // Поверхность. 1989. № 11. С. 31-  
33.

П о с т у п и л о в Р е д а к ц и ю  
13 июня 1990 г.  
В о к о н ч а т е л ь н о й р е д а к ц и и  
7 марта 1991 г.