

ЛИТЕРАТУРА

1. Епанчинцев О. Г., Колесников Д. П., Корнеев А. Е. и др. Изменение структуры сверхпроводящей керамики состава $\text{Bi}-1112$ при взрывном компактировании и последующей термообработке // ФГВ.— 1990.— 26, № 3.— С. 128—130.
2. Yoshimoto M., Yamamoto H., Koinuma H. et al. // Dynamic compaction processing of $\text{Bi}-\text{Sr}-\text{Ca}-\text{Cu}-\text{O}$ and related systems/Proc. 2nd Workshop on Industrial Application Feasibility of Dynamic Compaction Technology, Dec. 1—2, 1988.

г. Новосибирск

Поступила в редакцию 17/VII 1990

УДК 621.7.044.2: 621.762.4.01

*В. А. Батырев, В. К. Бушueva, О. Г. Епанчинцев,
А. Е. Корнеев, В. Ф. Нестеренко, И. А. Орлова,
С. А. Першин*

СТРУКТУРА СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ КЕРАМИКИ ($\text{Bi}-\text{Pb}$) — 4457 ПОСЛЕ ВЗРЫВНОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ

Методами металлографического и микрорентгеноспектрального анализа взрывных компактов ($\text{Bi}-\text{Pb}$)—4457 выявлен их фазовый состав. При этом наличие свинца зафиксировано только в фазе $\text{Bi}-2223$.

В [1] в прессовках исходного состава $\text{Bi}_1\text{Sr}_1\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{6-x}$ ($\text{Bi}-1112$) из порошка, содержащего две сверхпроводящие фазы ($\text{Bi}-2223$ и $\text{Bi}-2212$) с температурами начала перехода $T_{\text{к}0} \approx 106$ и 85 К в состоянии после взрывного компактирования (ВК) при давлениях детонации $p = 1,0 \div 4,7$ ГПа, методом измерения магнитной восприимчивости установлено отсутствие сверхпроводящих переходов при охлаждении до 65 К. По данным рентгеноструктурного анализа наблюдалось разупорядочение или частичная аморфизация кристаллической структуры исследованных прессовок.

По данным [2], в структуре этих прессовок наряду с фазами типа $\text{Bi}-2223$ и $\text{Bi}-2212$ присутствовали небольшие количества примесей, обогащенных медью, стронцием или кальцием ($< 2\%$ каждой фазы), а также мелкодисперсная эвтектика, образованная матрицей и примесной фазой, обогащенной медью. Обнаруженные в [1, 2] особенности структуры $\text{Bi}-1112$ во многом определяют их сверхпроводящие характеристики, в частности обуславливают отсутствие в прессовках после ВК сверхпроводящего перехода при охлаждении до 65 К, несмотря на то, что на рентгеновских дифрактограммах присутствуют пики, соответствующие $\text{Bi}-2223$ и $\text{Bi}-2212$.

Отметим, что сверхпроводящий порошок $\text{Bi}-1112$, который компактировался в [1, 2], состоял преимущественно из более низкотемпературной сверхпроводящей фазы $\text{Bi}-2212$ [1]. В свете изложенного представляется несомненным интерес получения методом ВК прессовок из сверхпроводящего порошка с повышенным содержанием высокотемпературной сверхпроводящей фазы $\text{Bi}-2223$, что достигается введением Pb в исходный состав.

Цель данной работы — изучение методами металлографического и микрорентгеноспектрального анализа структуры материалов, полученных путем ВК порошка исходного состава $\text{Bi}_{3,2}\text{Pb}_{0,8}\text{Sr}_4\text{Ca}_5\text{Cu}_7\text{O}_{6-x}$ ($(\text{Bi}-\text{Pb})-4457$). Фаза $\text{Bi}-2223$, по данным рентгеноструктурного фазового анализа, присутствовала в исходном порошке в сопоставимых количествах с $\text{Bi}-2212$. На кривой температурной зависимости магнитной восприимчивости $\chi(T)$, построенной для исходного порошка $(\text{Bi}-\text{Pb})-4457$, наблюдали сверхпроводящие переходы с $T_{\text{к}0} = 85$ К (фаза $\text{Bi}-2212$) и 110 К ($\text{Bi}-2223$).

Взрывное компактирование ($\text{Bi}-\text{Pb}$)—4457 проводили в цилиндрических медных ампулах диаметром 12 и толщиной стенки 1 мм при

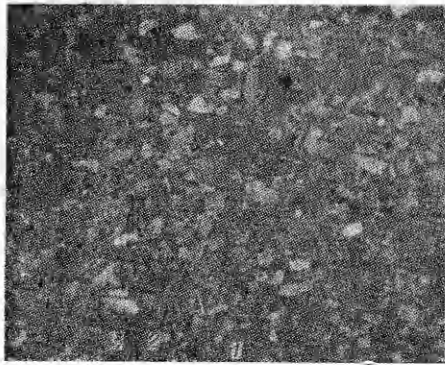


Рис. 1. Микроструктура прессовки (Bi — Pb) — 4457 после ВК при $P = 2,3$ ГПа. Светополюсное изображение, $\times 500$.

диаметре слоя ВВ 35 мм и $p = 2,3$ ГПа. На кривой $\chi(T)$ для прессовки (Bi — Pb) — 4457 в состоянии после ВК наблюдали сверхпроводящие переходы с теми же значениями $T_{\text{ю}}$, что и для исходного порошка (85 и 110 К). На рентгеновской дифрактограмме присутствовали, как и для прессовки Bi — 1112, пики, соответствующие Bi — 2212 и Bi — 2223 с периодами $c = 30,6$ и $37,0$ Å соответственно, а также слабые пики фазы, близкой по составу к Ca_2PbO_4 , происхождение которой не установлено. Пики сверхпроводящих фаз на дифрактограммах для (Bi — Pb) — 4457 отличались пониженной интенсивностью и значительным уширением по сравнению с таковыми для исходного материала.

Учитывая существенное различие химических составов Bi — 1112 и (Bi — Pb) — 4457 и принципиальное различие их сверхпроводящих свойств (отсутствие или наличие сверхпроводящих переходов) в состоянии после ВК, проведено сравнительное исследование их структуры с использованием данных [2]. Для проведения металлографического анализа (Bi — Pb) — 4457 готовили поперечные шлифы по методике [3].

Основа структурной составляющей прессовок — это гетерогенная матрица 1 (рис. 1), окрашенная на светлополюсных изображениях в серый цвет. На растровых изображениях в обратно рассеянных электронах матрица состоит из серых и светло-серых участков (рис. 2, а). Это обусловлено более высоким средним атомным номером материала последних, которые, по данным микрорентгеноспектрального анализа, содержат свинец, стабилизирующий фазу Bi — 2223, и характеризуются пониженным содержанием Си и Са. Серые участки на рис. 2, а, по-видимому, соответствуют Bi — 2212, светло-серые — Bi — 2223. Последние имеют вид включений неправильной формы размерами не более нескольких микрон, разделенных более протяженными участками фазы Bi — 2212. Обе присутствуют в структуре шлифа в сопоставимых количествах при некотором преобладании Bi — 2212, что согласуется с рентгеновскими данными и служит прямым подтверждением стабилизирующего эффекта Pb в отношении Bi — 2223. По результатам измерений на приборе ПМТ-3 микротвердость матрицы при нагрузке 20 г (H_{20}) = 2,8 ГПа.

Наряду с матрицей структура прессовок содержит равномерно распределенные в ней включения примесных фаз 2 и 3 соответственно желтого и белого цвета (см. рис. 1).

Первая из них (2) присутствует в виде отдельных округлых включений размерами 5—15 мкм. Как видно из рентгеноспектрального анализа, она обогащена кальцием (рис. 2, в), в несколько меньшей степени — медью (рис. 2, е) и кислородом (рис. 2, д) при отсутствии висмута и стронция (рис. 2, г, ж). По данным рентгеноструктурного фазового анализа ее состав Ca_2CuO_3 ; микротвердость $H_{10} = 5,2$ ГПа.

Фаза 3 присутствует в виде включений неправильной формы размерами 5—15 мкм, $H_{10} = 5,4$ ГПа. При соответствующем подборе контраста на растровом изображении в обратно рассеянных электронах (см. рис. 2, б) фазы 2 и 3 легко различаются: первая имеет черную, а вторая — серую окраску. Последняя обогащена медью (см. рис. 2, е) и в несколько меньшей степени кальцием и кислородом (см. рис. 2, в, д), содержит стронций на уровне его содержания в матрице (см. рис. 2, ж) и не содержит висмута (см. рис. 2, г).

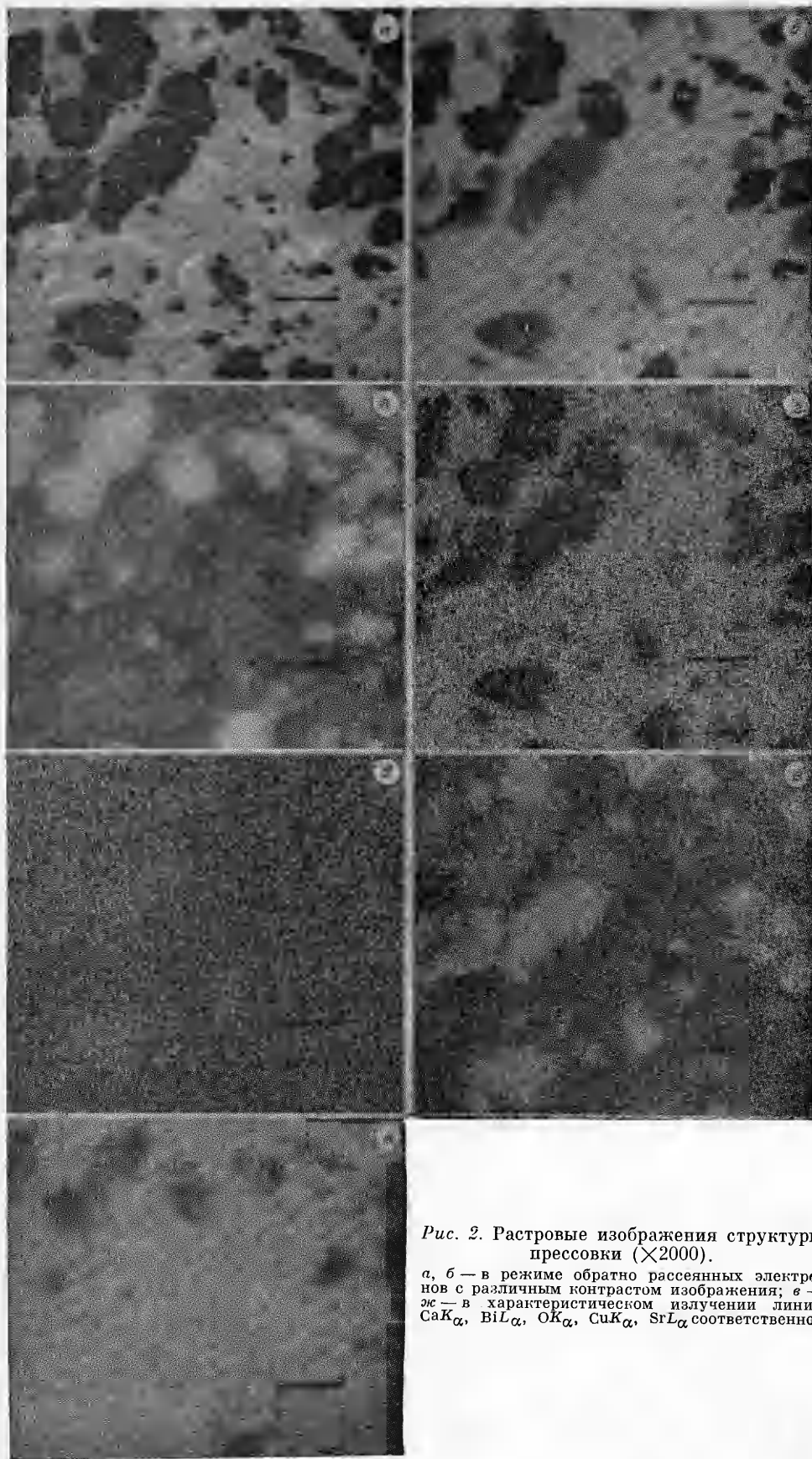


Рис. 2. Растровые изображения структуры прессовки ($\times 2000$).

а, б — в режиме обратно рассеянных электронов с различным контрастом изображения; *в* — *ж* — в характеристическом излучении линий $\text{CaK}\alpha$, $\text{BiL}\alpha$, $\text{OK}\alpha$, $\text{CuK}\alpha$, $\text{SrL}\alpha$ соответственно,

В результате проведенного исследования впервые удалось непосредственно наблюдать у взрывных компактов на растровом изображении в обратно рассеянных электронах распределение высокотемпературной $\text{Bi} - 2223$ и низкотемпературной фаз $\text{Bi} - 2212$ в составе сверхпроводящей матрицы ВТСП-керамики ($\text{Bi} - \text{Pb}$)—4457. Методом рентгеноспектрального анализа установлено наличие свинца только в составе $\text{Bi} - 2223$. Показано присутствие в прессовках ($\text{Bi} - \text{Pb}$)—4457 после ВК обеих сверхпроводящих фаз в сопоставимых количествах, что подтверждает стабилизирующий эффект добавок цинка в отношении $\text{Bi} - 2223$, в том числе после ВК с $p = 2,3$ ГПа. Выявлено существенное различие примесных фаз в полученных методом ВК прессовках исходных составов $\text{Bi} - 1112$ и ($\text{Bi} - \text{Pb}$)—4457.

ЛИТЕРАТУРА

1. Епанчинцев О. Г., Колесников Д. П., Корнеев А. Е. и др. Изменение структуры сверхпроводящей керамики состава $\text{Bi} - 1112$ при взрывном компактировании и последующей термообработке // ФГВ.—1990.—26, № 3.—С. 128—130.
2. Бушуева В. К., Епанчинцев О. Г., Пестеренко В. Ф. и др. Структура сверхпроводящей керамики $\text{Bi} - 1112$ после взрывного компактирования // ФГВ.—1991.—27, № 1.
3. Бушуева В. К., Епанчинцев О. Г., Филатов В. М. и др. Металлографический анализ прессовок из оксидной ВТСП-керамики $\text{Y} - \text{Ba} - \text{C} - \text{O}$ // Сверхпроводимость.—1990.—№ 9.

г. Новосибирск

Поступила в редакцию 17/VII 1990

ВНИМАНИЮ ЧИТАТЕЛЕЙ!

В Сибирском отделении издательства «Наука» выходит сборник «Структура пламени» (2 тома, 562 с., цена 20 руб.) (Труды 3-го Международного семинара по структуре пламени, Алма-Ата, 1989).

В сборник включено более 100 статей широко известных специалистов из США, ФРГ, Англии, Франции, Италии, Канады, Японии, Бельгии, Испании, Индии, Китая, Польши, Болгарии, Румынии, Венгрии и СССР, занимающихся исследованием структуры пламени.

Сборник предназначен для научных работников, аспирантов и студентов, занимающихся исследованием пламени и процессов горения, и может представлять интерес для специалистов, работающих в таких областях техники как энергетика, двигателестроение, пожаро- и взрывобезопасность и др.

Заказы направлять по адресу: 630090 г. Новосибирск, ул. Институтская, 3, Институт химической кинетики и горения СО АН СССР, «Структура пламени». К заказу приложить квитанцию о переводе 20 руб. (с пометкой «книга») на расчетный счет 000608459 Коммерческого «Сибирского банка» Советского филиала г. Новосибирска.