

КИНЕТИКА ИЗМЕНЕНИЯ ДВОЙНИКОВОЙ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

*Л.А.Доросинский, М.В.Инденбом, В.И.Никитенко,
Б.Я.Фарбер*

Изучена температурная зависимость времени монодоменизации монокристаллов $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ в поле сосредоточенной нагрузки. Определена энергия активации движения двойниковых границ ($Q = 0,59 \pm 0,05$ эВ), лимитируемого переориентацией CuO -цепочек за счет миграции кислорода.

Кристаллы высокотемпературного сверхпроводника $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBaCuO), как правило, разбиты на двойники, отличающиеся ориентацией CuO -цепочек в плоскостях между ионами бария (оси b)¹, границы которых служат сильными центрами пиннинга абрикосовых вихрей² и могут приводить к заметному изменению температуры сверхпроводящего перехода³. Часто некоторые особенности на температурных зависимостях электрических свойств YBaCuO приписывают влиянию изменений двойниковой структуры. Однако, до настоящего времени систематические исследования движения двойниковых границ не проводились.

В данной работе изучено изменение двойниковой структуры в поле остаточных напряжений от отпечатка индентора из базисной поверхности (001) монокристаллов YBaCuO . Двойниковая структура контролировалась при помощи поляризационного микроскопа в отраженном свете⁴.

Выращенные по обычной методике монокристаллы YBaCuO предварительно отжигались в кислороде (1,0 атм) при температуре 450° С 10 часов. Измеренная после этого по магнитной восприимчивости температура сверхпроводящего перехода была ~ 90 К. Уколы в выбранное место кристалла, приклеенного на сапфировую пластинку, наносились при комнатной температуре при помощи приставки для измерения микротвердости mhp-100 к микроскопу Neophot, снабженному поляроидами для создания контраста на двойниках. Нагрузка на индентор составляла 10 г. Пластинка с образцом затем переносилась на прогреваемый столик поляризационного микроскопа. Температура контролировалась по хромель-алиумелевой термопаре, постоянно на протяжении всех измерений приклеенной к этой пластинке.

Было установлено, что после нагрева кристалла в окрестности отпечатка индентора одни двойники постепенно сжимались и вытеснялись соседними (рис. 1а). При этом распределение остаточных напряжений определяло формирование четырех секторов с границами вдоль $\langle 110 \rangle$, в которых сжимающиеся и расширяющиеся домены менялись местами в соответствии с ориентацией орторомбических осей a и b в них (рис. 1б). Направление оси b определялось при помощи компенсатора Берека как направление поляризации света, испытывающего дополнительную задержку фазы при отражении⁴. Следует отметить, что аналогичные изменения двойниковой структуры наблюдались ранее на кристаллах сегнетовой соли под действием сосредоточенной нагрузки⁵. Особенностью изученного в настоящей работе процесса является его явно выраженный релаксационный характер (в первый момент после укола смешение двойниковых границ отсутствовало и возникало только после выдержки при комнатной температуре или отжиге при повышенных температурах). Время, требующееся для полного вытеснения сокращающегося двойника, увеличивалось с его шириной, а домены, ширина которых порядка 1 мкм и более, вообще не разрывались в области сжимающих их напряжений.

Более устойчиво процесс монодоменизации происходил, когда ширина **двойников** была меньше оптического разрешения. В этом случае при скрещенных поляризаторах на од-

нородном темном фоне оптически изотропного кристалла с узкими двойниками в месте укола постепенно появлялась розетка просветления ~ 10 мкм в поперечнике (вставка на рис. 2). Ее форма примерно соответствовала линиям равных величин касательных напряжений, действующих в плоскости двойникования. Интенсивность просветления пропорциональна квадрату разности объемных долей доменов с различным направлением осей a и b . По скорости нарастания яркости розетки в месте укола можно было судить о скорости движения двойниковых границ, учитывая, что чем больше плотность границ, тем быстрее происходит процесс монодоменизации. Для достижения наибольшей воспроизводимости измерений индентирование проводилось на участках с однородной плотной двойниковой структурой вдали от краев образца и видимых дефектов.

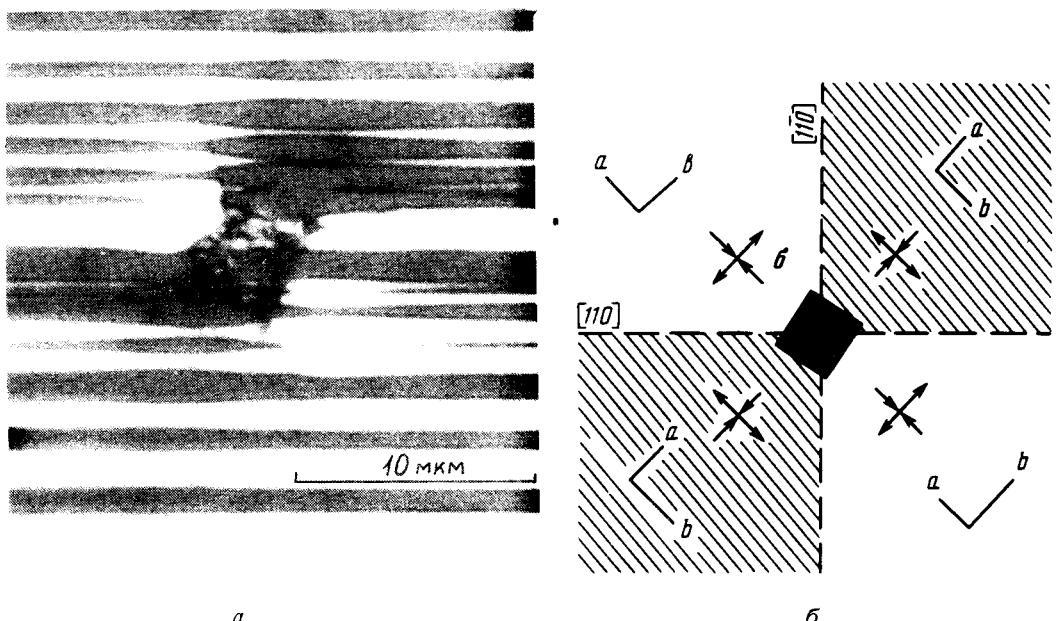


Рис. 1. а – Изменение двойниковой структуры на базисной поверхности монокристалла $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\chi}$ в поле остаточных напряжений от отпечатка индентора. Поляризационно-оптический контраст между доменами специально создан введением в микроскоп дополнительного двупреломления; б – схема распределения напряжений σ и направления осей a и b в доминирующих доменах

Регистрация временных изменений двойниковой структуры проводилась двумя способами. При температурах меньших 100°C , когда процесс формирования розеток на отпечатках индентора завершался за часы, кристалл фотографировался с интервалами от 2 мин. до 1 часа. На полученной последовательности негативов при помощи микрофотометра снимались профили плотности почернения вдоль диагоналей розеток. Амплитуда профилей почернения росла со временем практически без изменения их формы, что свидетельствовало о слабой зависимости характерного времени раздвойникования от напряжений. Измерялись разности фонового и максимального почернения и строилась зависимость нарастания яркости розеток I от времени t . Зависимость $I(t)$ при высоких температурах, когда I достигало насыщения за десятки секунд-минуты, получалась непосредственно по засигнализированному сигналу с ФЭУ, на который попадал ограниченный диафрагмой свет от розеток на компактной группе свежих уков (рис. 2).

В качестве характеристики скорости исследуемого процесса было выбрано время, за которое яркость изображения розеток достигала $2/3$ от максимальной величины, что примерно соответствовало концу кругого участка на зависимости $I(t)$. При этом временной

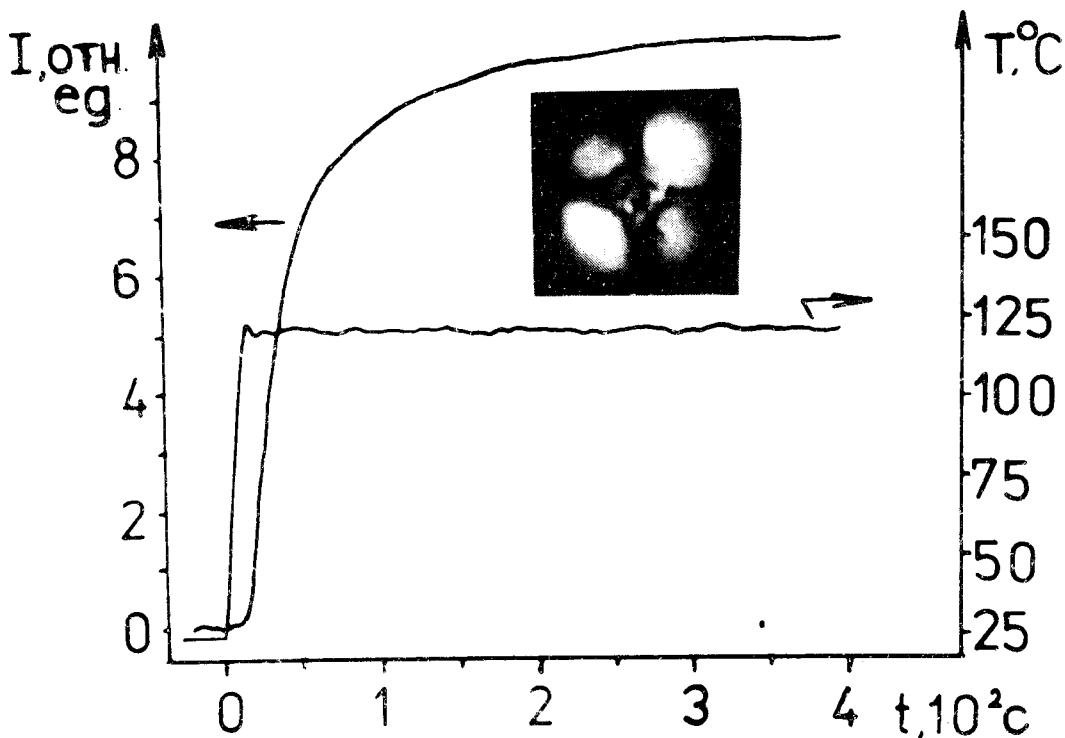


Рис. 2. Изменение интенсивности света I от участка кристалла с неразрешенными оптически двойниками, содержащего группу уков, при скрещенных поляроидах после быстрого увеличения температуры T до 124°C . На вставке показана розетка просветления, образовавшаяся на одном из уков после нагрева (контраст между доменами не создавался)

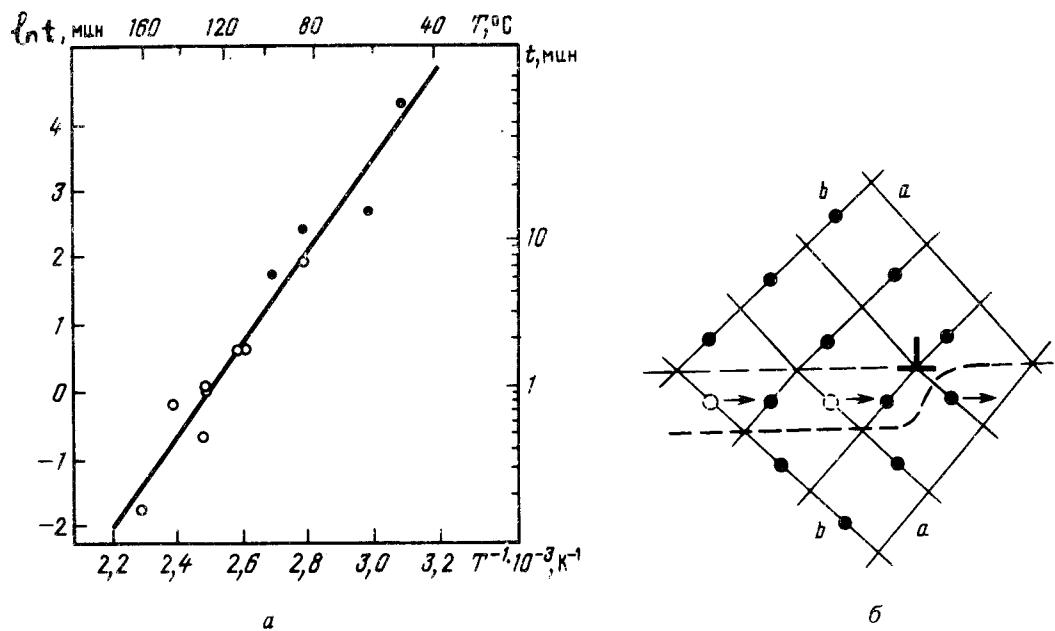


Рис. 3. а -- Зависимость от температуры времени достижения $2/3$ от максимальной яркости раздвойниковых областей, возникающих вокруг отпечатков индентора при нагреве кристалла; б -- простейшая схема перемещения двойниковой границы в $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, сопровождающегося миграцией атомов кислорода в кристалле (обозначены кружками) в плоскости с CuO -цепочками

интервал измерения был достаточно велик, а связанные с относительно редкими широкими доменами особенности приближения I к насыщению, которые отличались при разных реализациях, исключались из рассмотрения. Кроме того, для того, чтобы средняя ширина доменов при разных измерениях не очень менялась уклоны наносились по возможности ближе друг к другу. Полученные на одном кристалле значения логарифма времени достижения уровня яркости $2/3$ в зависимости от обратной температуры измерения представлены на рис. 3а. Здесь закрашенные кружки соответствуют измерениям при помощи фотографирования, а пустые — прямым измерениям при помощи ФЭУ. Наклон прямой, проведенной через экспериментальные точки по методу наименьших квадратов, определяет энергию активации движения двойниковых границ $Q = 0,59 \pm 0,05$ эВ.

Хорошо известно, что двойниковые границы перемещаются за счет движения на них кинков (двойникующих дислокаций)⁶. Особенностью кристаллической структуры YBaCuO является то, что при этом происходит последовательное перемещение атомов кислорода в плоскости с цепочками Cu—O (рис. 3б). Аналогичный микромеханизм лежит в основе самодиффузии кислорода в этих кристаллах, что подтверждается достаточно хорошим соответствием определенного нами значения Q и энергии активации миграции кислородных вакансий в YBaCuO^{7, 8}. Это дает возможность по изменению двойниковой структуры исследовать кинетику перераспределения кислорода при низкотемпературных отжигах YBaCuO и родственных соединений. Преимуществом этого метода является возможность проведения измерений при неизменной концентрации кислорода.

Литература

- 1. Zandbergen H.W. et al. Phys. Stat. Sol. (a), 1987, 103, 45.
- 2. Винников Л.Я., Гуревич Л.А., Емельченко Г.А., Осипьян Ю.А. Письма в ЖЭТФ, 1988, 47, 109.
- 3. Абрикосов А.А., Буздин А.И. Письма в ЖЭТФ, 1988, 47, 204.
- 4. Батова Д.Е. и др. ЖЭТФ, 1988, 94, вып. 11, 356.
- 5. Чернышева М.А. ДАН СССР, 1950, 74, 247.
- 6. Фридель Ж. Дислокации. М.: Мир, 1967, с. 170, 210.
- 7. Tu K.N. et al. Phys. Rev. B, 1988, 38, 772.
- 8. Zhang H., Wang X., Fu Y. Phys. Stat. Sol. (a), 1988, 109, 135.

Институт физики твердого тела
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
20 декабря 1988 г.