

**ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ КЕРАМИКИ
 $YBa_2Cu_3O_7$**

А.Л. Васильев*, А.И. Головашкин, О.М. Иваненко, Н.А. Киселев*,
К.В. Мицен, В.В. Родин, Г.В. Романчикова*

На однофазных образцах сверхпроводящей керамики $YBa_2Cu_3O_7$ с $T_c = 93$ К и почти идеальным диамагнетизмом при 80 К методом электронной микроскопии высокого разрешения исследована структура кристаллической решетки. Выявлены два типа изображений структуры – слоистая (с периодом 1,2 нм) и решетчатая (с периодом 0,38 нм).

Получены однофазные образцы сверхпроводящей керамики $YBa_2Cu_3O_7$ с температурой перехода $T_c = 93$ К и величиной диамагнитного сигнала, достигающей при температуре жидкого азота почти 100% от отклика идеального диамагнетика. На рис. 1 показана дифрактограмма образца № 2 состава $YBa_2Cu_3O_7$. Параметры решетки: $a = 3,818$ Å, $b = 3,882$ Å, $c = 11,687$ Å. На рис. 2 приведены температурные зависимости сопротивления R и объемной восприимчивости в малых полях χ_V для этого же образца в области перехода в сверхпроводящее состояние.

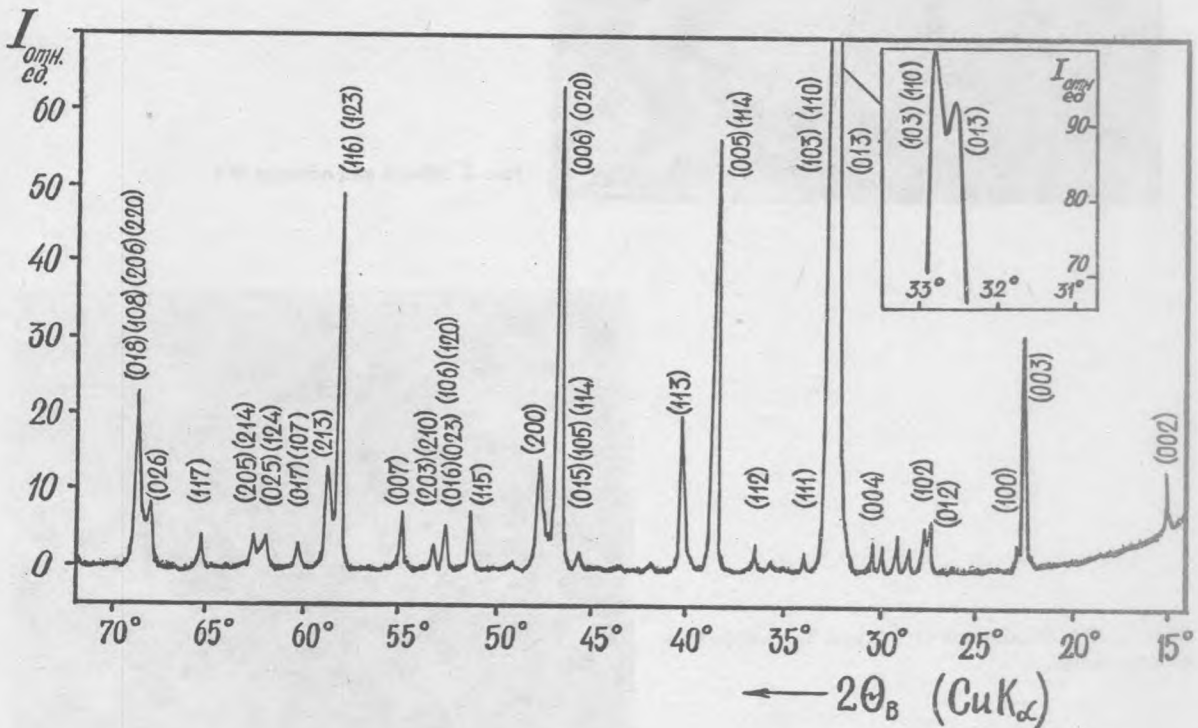


Рис. 1. Рентгенограмма образца состава $YBa_2Cu_3O_7$ (образец № 2).

* Институт кристаллографии АН СССР, Москва.

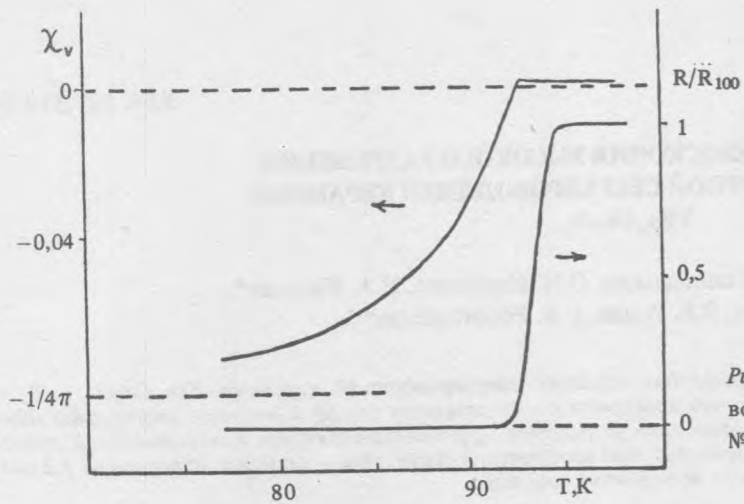


Рис. 2. Температурные зависимости магнитной восприимчивости χ_v и сопротивления R образца № 2 (R_{100} - сопротивление образца при 100 К).

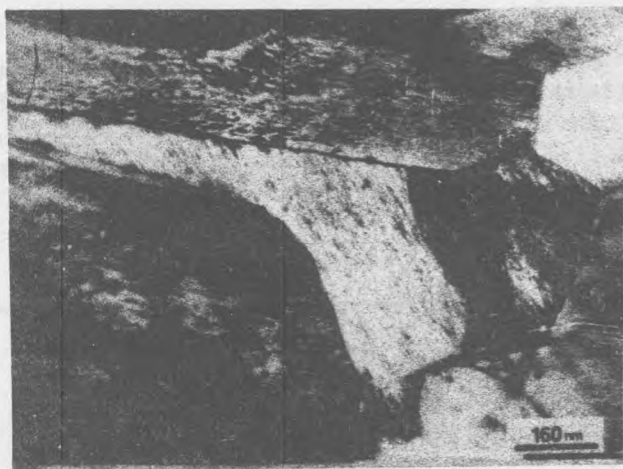


Рис. 3. Общий вид образца № 1.



Рис. 4. Образец № 1. Полосчатая структура. Часть дефектов показаны стрелками.

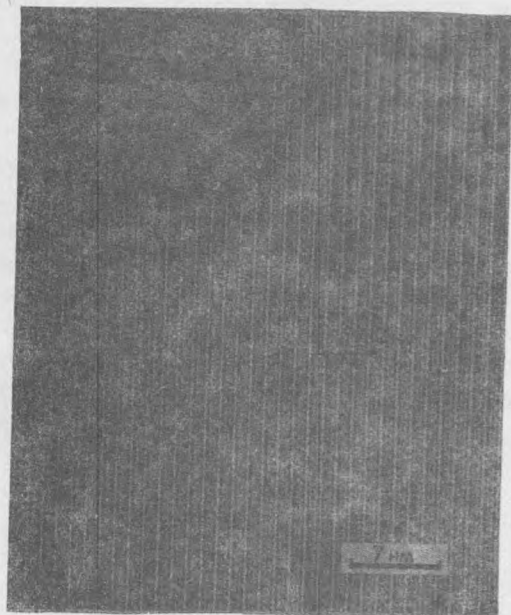


Рис. 5. Образец № 2. Полосчатая структура. На вставке показана электрограмма.

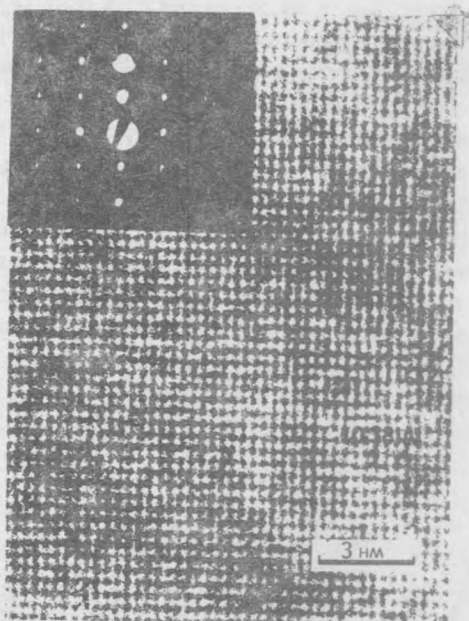


Рис. 6. Образец № 2. Изображение кристаллической решетки отдельного зерна.

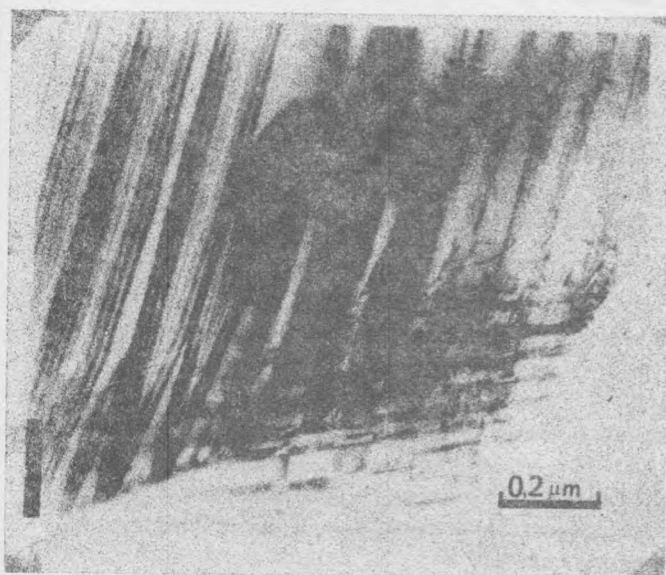


Рис. 7. Изображение доменной структуры образца № 2.

Электронно-микроскопические исследования проводились на образцах керамики состава $Y_{1,5}Ba_{0,5}CuO_4$ (образец № 1) и $YBa_2Cu_3O_7$ (образец № 2). При изготовлении образцов для исследования исходные таблетки утонялись механически абразивными порошками до толщины 70 мкм. Шайбы диаметром 3 мм вырезались ультразвуковой резкой. Затем образцы утоняли бомбардировкой Ag^+ под углом 12° при охлаждении вращающегося столика жидким азотом. Утонение производилось до появления сквозного отверстия. В электронном микроскопе исследовались участки, прилегающие к отверстиям. Толщина участков изменялась клинообразно и составляла 3,0 – 15,0 нм. Исследования проводились в микроскопе Филипс EM-400 со столиком высокого разрешения при ускоряющем напряжении 100 кВ. Микрофотографии с высоким разрешением получены при осевом освещении, дефокусировке около 70 нм и использовании от 9 до 13

пучков (в зависимости от проекции кристалла). Так как образец поликристаллический, осуществлялась одно-временная съемка изображений кристаллической решетки и характерной дифракционной картины.

Общий вид микроструктуры, характерный для образца № 1, показан на рис. 3. Наблюдаются удлиненные зерна размером 0,05 – 0,2 мкм. В отдельных зернах заметен полосчатый контраст. При более сильном увеличении выявляется полосчатая структура с периодом ~ 1,2 нм и многочисленные дефекты (рис. 4). Наряду с этим имеются участки, где наблюдаются зерна размером 5 – 6 нм с ромбической и квадратной сетками. Между кристаллитами имеются аморфные зоны.

При исследовании образца № 2 оказалось, что размер зерен микрокристаллов составляет более 1 мкм. В тех случаях, когда на образцах наблюдалась полосчатая тонкая структура (рис. 5), периодичность составляла 1,17 нм, однако дефектность, отмеченная при исследовании первого образца, проявлялась в существенно меньшей степени. На рис. 6 приведена микрофотография кристаллической решетки с параметрами 0,32 × 0,38 нм. В микрокристаллах образца № 2 наблюдается доменная структура с характерным размером 100 нм (рис. 7). Природа этих доменов требует дальнейшего выяснения. В этом образце аморфные участки не наблюдались.

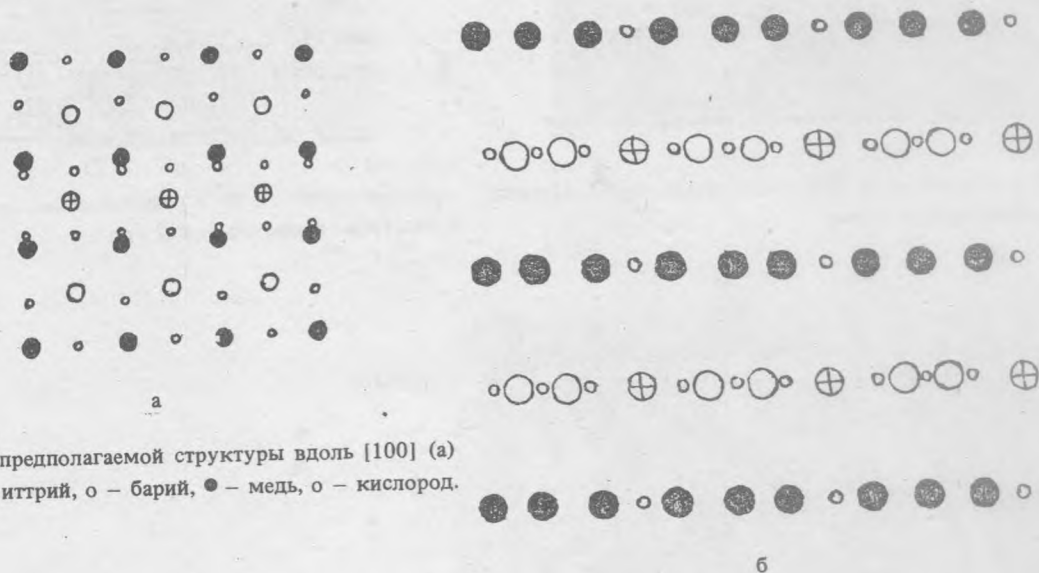


Рис. 8. Проекция предполагаемой структуры вдоль [100] (а) и [021] (б): ⊕ – иттрий, o – барий, ● – медь, ○ – кислород.

В работе /1/ предложена модель исследуемой структуры – орторомбическая решетка типа перовскита с пространственной группой P_{mmm} . Проекция (100) предполагаемой структуры показана на рис. 8а. Параметры решетки и координаты атомов взяты из работы /2/. Представляется, что боковой проекции модели может соответствовать изображение решетки, показанное на рис. 5. Окончательное заключение может быть сделано на основе моделирования изображения на ЭВМ, но предварительно можно предположить, что отчетливо выраженным светлым полосам на электронно-микроскопическом изображении соответствует слой Y. Симметрично расположенным темным полосам соответствует слой Cu – O, далее следуют слои: светлый, соответствующий Ba – O, темный Cu – O и снова светлый Ba – O. Второй часто встречаемой проекцией структуры является проекция, показанная на рис. 6, где видна прямоугольная сетка. Это может быть проекцией (021) структуры рис. 8б. Однако и в этом случае для окончательного заключения необходимо моделирование на ЭВМ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Siegrist T. et al. Preprint, Bell Laboratories, USA, 1987.
2. Capponi J. J. et al. Preprint, Laboratoire de Cristallographie, CNRS, France, 1987.

Поступила в редакцию 28 мая 1987 г.