

учитываемой же в уравнениях движения механической энергии закон сохранения не выполняется.

ЛИТЕРАТУРА

1. Садовский М.А., Адушкин В.В., Родионов В.Н. Моделирование крупных взрывов на выброс // Докл. АН СССР. — 1966. — 167, 6. — С. 1253—1255.
2. Садовский М.А., Адушкин В.В., Родионов В.Н., Старцев Г.Н. Об одном способе моделирования крупных взрывов на выброс // ФГВ. — 1967. — 3, № 1. — С. 119—127.
3. Вахрамеев Ю.С., Михальков Н.Г. О подобии взрывов в грунте и возможностях приближенного моделирования выброса // Науч.-исслед. сб. "Вопросы атомной науки и техники", серия: Теоретическая и прикладная физика. — 1988. — Вып. 1. — С. 63—72.
4. Вахрамеев Ю.С. Некоторые соотношения подобия для движения сыпучей уплотняющейся среды // ПММ. — 1970. — 34, № 5. — С. 930—934.
5. Вахрамеев Ю.С., Демьяновский С.В. Расширение газовой полости в рыхлящейся среде с сухим трением // ФТПРПИ. — 1974. — № 1. — С. 38—42.
6. Glosmann P.J. On the prediction of cavity radius produced by an underground nuclear explosion // J. Geophysical Research. — 1969. — 74, N 15. — P. 3935—3939.

454070, г. Челябинск,
ВНИИТФ

Поступила в редакцию
14/III 1994

УДК 621.7.044.2:621.762.4:666.33.7

О.Г. Епанчинцев, В.Ф. Нестеренко, Е.Д. Табачникова

СВОЙСТВА МАССИВНЫХ КОНТАКТОВ Ag/YBCO, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВЗРЫВНОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ С ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ТЕРМООБРАБОТКОЙ

Методом взрывного компактирования по осесимметричной схеме при давлении ударной волны 2 ГПа получены низкоомные массивные контактные соединения Ag/YBCO ($YBa_2Cu_3O_{7-x}$). Измерены прочность на сжатие при 300 К, микротвердость и электросопротивление при температурах в интервале 300—77 К отожженных образцов Ag/YBCO. Предел прочности на сжатие составил 0,12 ГПа, микротвердость керамики YBCO вблизи поверхности раздела Ag/YBCO составила 3,1 ГПа, удельное контактное сопротивление при температуре жидкого азота $< 1 \cdot 10^{-8}$ Ом · см² (площадь контакта $\sim 1,0$ см²).

При проведении фундаментальных и прикладных исследований высоко-температурных сверхпроводящих (ВТСП) материалов сохраняет актуальность задача получения омических контактов с низким удельным переходным (контактным) сопротивлением ρ_v , особенно низкоомных контактов с массивным керамическим ВТСП-образцом [1—4]. Контакты должны обладать не только низким электрическим сопротивлением, но и высокой механической прочностью связи с поверхностью ВТСП-керамики.

Созданию омических контактов с низким удельным контактным сопротивлением, препятствует находящийся на поверхности ВТСП-материалов деградированный плохопроводящий слой [4, 5]. Он возникает из-за нарушения стехиометрии ВТСП-материала как при синтезе, так и за счет деградации поверхности под действием окружающей атмосферы. Кроме того, при осаждении металла контакта на образец возможно их химическое взаимодействие с образованием окисных непроводящих слоев. Сравнительный анализ стандартных свободных энергий образования окислов различных металлов показывает, что только для окислов Ag, Au, Hg, Ir, Os, Pd, Pt, Rh, Ru эта энергия меньше, чем для CuO [6]. Все остальные металлы вступают с оксидными сверхпроводниками в химические реакции, сопровождающиеся разрушением сверхпроводящих свойств приповерхностных слоев ВТСП-материала и окислением контактирующего с ним металла. Поэтому используемые в настоящее время методы изготовления низкоомных металлических

© О.Г. Епанчинцев, В.Ф. Нестеренко, Е.Д. Табачникова, 1995.

контактов ($\rho_k = 10^{-6} - 10^{-10} \text{ Ом} \cdot \text{см}^2$) достаточно трудоемки и не всегда дают надежные результаты [4, 6]. Несмотря на разнообразие способов изготовления низкоомных контактов [3] продолжают поиски альтернативных способов, один из которых основан на применении взрывного компактирования [7—9].

Авторами разработан способ изготовления низкоомных массивных контактов к ВТСП-керамике [9], реализуемый следующим образом. Металлический контейнер заполняют порошком ВТСП-керамики, механически уплотняют порошок по мере заполнения контейнера. Затем в порошок запрессовывают короткие стержни или проволоки из благородного металла (например, серебра), контейнер герметизируют и проводят взрывное компактирование порошка, извлекают из контейнера компакт с серебряными имплантатами и подвергают окислительному отжигу для восстановления сверхпроводящих характеристик ВТСП-керамики, заметно ухудшающихся после взрывного компактирования [9]. Высокая эффективность данного способа может быть проиллюстрирована следующим примером.

ВТСП-керамику YBCO ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$) получали по стандартной технологии, основанной на твердофазном синтезе исходных предварительно прокаленных порошков Y_2O_3 , CuO и BaCO_3 , смешанных в пропорциях, необходимых для получения сверхпроводящей фазы [10]. Твердофазный синтез осуществляли путем отжига прессовок в атмосфере кислорода при $p = 1 \text{ атм}$ и $T = 1253 \text{ К}$. Для насыщения кислородом прессовки отжигали в атмосфере кислорода при 698 К . После дробления и помола полученных прессовок проводили гранулометрический анализ порошка, результаты которого показали, что $\sim 90\%$ частиц по массе имели размеры менее 50 мкм [10].

Измерения температурной зависимости электросопротивления полученных стандартным методом исходных прессовок, из которых приготавливали ВТСП-порошок, выявили существование перехода в сверхпроводящее состояние с температурами начала и конца перехода 93 и 84 К соответственно при ширине перехода $\approx 5 \text{ К}$. Фазовый состав порошка определяли методом рентгеноструктурного анализа на нефльтрованном Cg -излучении, что позволило сопоставить наиболее интенсивную дифракционную линию единственной обнаруженной рентгеновским методом примесной фазы CuO — $(002)_\alpha$ с линией $(005)_\beta$ ВТСП-фазы $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Кристаллическую структуру исходных прессовок и полученного из них ВТСП-порошка исследовали дифрактометрическим и фотометрическим методами рентгеноструктурного анализа. Измеренные параметры ромбической модификации фазы $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ заполнителя контейнеров составили: $a = 3,82 \text{ \AA}$, $b = 3,89 \text{ \AA}$, $c = 11,66 \text{ \AA}$.

Порошком YBCO заполняли прямолинейную стальную трубку длиной 100 , диаметром 8 и толщиной стенки 1 мм . После заполнения трубки ВТСП-порошком в него с обоих концов трубки запрессовывали стержни из чистого ($99,99\%$) серебра длиной 10 и диаметром 2 мм . После герметизации трубки стальными заглушками проводили взрывное компактирование в камере, снабженной электродетонатором для подрыва заряда ВВ (аммонит, аммиачная селитра или их смеси).

Взрывное компактирование проходило при пиковом давлении ударной волны $p_{yв} < 6 \text{ ГПа}$. Подбирался такой режим компактирования, при котором в материале компакта не образуются трещины и поры и не плавится металл имплантата и фаз, образующих структуры ВТСП-керамики. Следует отметить, что взрывное компактирование способствует повышению сверхпроводящих характеристик ВТСП-материала за счет интенсивного генерирования в нем дефектов кристаллической структуры, особенно дислокаций, способствующих увеличению сил пиннинга и, соответственно, повышению критических характеристик сверхпроводимости [11]. Значительного деформационного нагрева компакта при взрывном компактировании не происходит, его средняя температура обычно не превышает 400 К [12]. Это имеет существенное значение для ВТСП-керамики YBCO , сверхпроводящие

характеристики которой заметно ухудшаются при нагреве до 700 К. Однако при этом уменьшается содержание кислорода в кристаллической решетке YBCO [10], что неблагоприятно влияет на характеристики сверхпроводимости [13]. Для восстановления содержания кислорода после взрывного компактирования до исходного уровня компакты YBCO подвергают дополнительному окислительному отжигу [10].

Взрывное компактирование проводили по осесимметричной схеме аналогично [7]. Заряд ВВ размещали вокруг стальной трубки с ВТСП-порошком. Заряд подрывали сверху, и фронт детонации распространялся вдоль оси цилиндра со скоростью детонации, характерной для используемого ВВ [14]. Высокое давление ударной волны приводит к сжатию трубки и тем самым к уплотнению ВТСП-порошка. Расчетная величина ударного давления в данном случае составила 2 ГПа. Полученные в таких условиях контактные соединения представляли собой цилиндрические компакты в виде стержня диаметром 4 мм с серебряными проволочными контактами, заглубленными в ВТСП-керамику с обоих торцов стержня вдоль его длинной оси. Контактные соединения извлекали из стального контейнера и при 1190 К отжигали 24 ч в атмосфере проточного кислорода (расход кислорода 2 л/мин), обеспечивая таким образом насыщение компактов кислородом до исходного уровня.

В настоящей работе исследованы удельное контактное сопротивление, прочность на сжатие, микротвердость контактных соединений Ag/YBCO. Из отожженных компактов алмазной пилой вырезали образцы с размерами $2 \times 2 \times 6$ мм для испытаний на сжатие так, чтобы ось сжатия была перпендикулярна направлению распространения фронта ударной волны. Для измерений электросопротивления вырезали образцы с размерами $2 \times 2,5 \times 10$ мм.

Прочность образцов на сжатие определяли при 300 К на деформационной машине МРК-1. Образцы деформировали с постоянной скоростью $\dot{\epsilon} = 0,04$ мм/мин до разрушения. Силу, действующую на образец, регистрировали трубчатым динамометром [7]. Величину предела прочности на сжатие σ_j определяли как отношение силы, действующей на образец в момент его разрушения, к площади поперечного сечения.

Микротвердость измеряли при комнатной температуре на приборе ПТМ-3 со стандартным алмазным индентором под нагрузкой 1 Н для YBCO-керамики и 0,5 Н для серебра. Измерения проводили на боковой поверхности компакта вблизи границы раздела Ag/YBCO, для чего на этой поверхности готовили плоский шлиф по методике [15].

Электросопротивление на образцах, содержащих границу раздела Ag/YBCO, проводили стандартным четырехзондовым методом, аналогичным описанному в [16], в интервале температур 300—77 К. Согласно данному методу, амперметром и регулировочным сопротивлением измеряют силу тока через образец, последовательно соединенный с источником тока, а также падение напряжения на образце, параллельно соединенном с вольтметром (схема вольтметр — амперметр). Искомую величину определяют по формуле

$$R = \frac{\Delta U_R}{I} = \frac{U_F - U_B}{I},$$

где R — сопротивление образца на длине FB ; I — сила тока через образец, измеряемая амперметром; $U_F - U_B$ — падение напряжения на участке FB образца, измеряемое вольтметром. Плотность измерительного тока не превышала $2 \cdot 10^{-2}$ А/см². По результатам испытаний серии из пяти однотипных образцов $\sigma_j = 0,12 \pm 0,02$ ГПа. Средние значения микротвердости, измеренные вблизи границы раздела Ag/YBCO со стороны ВТСП-керамики $H_{YBCO} = 3,1 \pm 0,3$ ГПа, со стороны серебра $H_{Ag} = 0,7 \pm 0,1$ ГПа ($p_{yb} = 2$ ГПа, температура отжига 1190 К).

Сравнение приведенных данных с результатами [8] для контактных соединений Cu/YBCO и Al/YBCO после взрывного компактирования при $p_{\text{ув}} = 2$ ГПа показало хорошее совпадение значений σ_f для всех трех типов контактных соединений, в том числе для соединения Ag/YBCO после окислительного отжига. Обращает на себя внимание заметно повышенная для отожженного контактного соединения Ag/YBCO микротвердость H_{YBCO} , по сравнению с таковой для неотожженных контактных соединений Cu/YBCO и Al/YBCO ($H_{\text{YBCO}} = 1,5$ и $2,2$ ГПа соответственно [8]). Для выяснения причин этого эффекта необходимы дополнительные исследования.

Контактное сопротивление измеряли на образцах контактных соединений Ag/YBCO, выполненных двумя разными способами: 1) с плоской поверхностью раздела Ag/YBCO, 2) с такой же поверхностью раздела и дополнительным связующим Ag-стержнем диаметром 2 мм, заглубленным своими концами в YBCO- и Ag-составляющие контактного соединения. При температуре жидкого азота для указанных выше способов $\rho_k < 8 \cdot 10^{-6}$ и $< 1 \cdot 10^{-8}$ Ом \cdot см² соответственно, площадь контактной поверхности образцов составляла 0,2 и 1,0 см².

Таким образом, применение взрывного компактирования в сочетании с последующим окислительным отжигом позволяет получать массивные низкоомные контакты к ВТСП-керамике с удельным контактным сопротивлением при температуре жидкого азота $\rho_k < 1 \cdot 10^{-8}$ Ом \cdot см².

Авторы благодарят С.А. Першина за изготовление и Н.В. Ильина за измерения электросопротивления контактных соединений Ag/YBCO. Работа поддерживается Министерством науки и технической политики РФ и Научным советом по проблеме ВТСП России и финансируется в рамках проекта № 91132 Российской научно-технической программы "Высокотемпературная сверхпроводимость".

ЛИТЕРАТУРА

- Hollin C.A., Abell J.C., Gilbert P.W. Low resistance contacts to YBa₂Cu₃O_{7- δ} ceramics. — J. Less — Common Met., 1990. — Vol. 164—165. — P. 1571—1578.
- Мацакова А.А. Об анализе резистивных кривых сверхпроводящего перехода ВТСП // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Ядерно-физические исследования (теория и эксперимент). — 1992. — Вып. 2 (23). — С. 5—10.
- Ока К., Три Т. Contact resistance of several metals on YBa₂Cu₃O_{7- δ} // Jap. Appl. Phys., 1992. — Vol. 31. — P. 2689—2691.
- Алиферцев О.Н., Снесаревский В.П. Омические контакты к оксидному сверхпроводнику Y₁Ba₂Cu₃O_{7- δ} , полученные методом электровзрыва серебряной фольги // СФХТ. — 1993. — 6, № 1. — С. 128—134.
- Золкин Ф.С., Кожин А.В., Шухов Ю.Г. Низкоомные контакты к Y—Ba—Cu—O пленкам, полученные осаждением высокоэнергетических частиц серебра // СФХТ. — 1992. — 5, № 2. — С. 340—343.
- Куприянов М.Ю., Лихарев К.К. Эффект Джозефсона в высокотемпературных сверхпроводниках и структурах на их основе // УФН. — 1990. — 160, вып. 5. — С. 49—87.
- Вертман А.А., Епанчинцев О.Г., Звездин Ю.И. и др. Свойства массивных контактов металл / ВТСП-керамика, полученных методом взрывного компактирования // ДАН. — 1991. — 317, № 5. — С. 1154—1157.
- Вертман А.А., Епанчинцев О.Г., Нацык В.Д. и др. Исследование массивных контактов металл / Y123, полученных методом взрывного компактирования // Физика и техника высоких давлений. — 1991. — № 4. — С. 71—75.
- Епанчинцев О.Г., Нестеренко В.Ф., Першин С.А. Способ изготовления контактов к сверхпроводящей керамике. Заявка на изобретение № 5061013 от 3.07.92. Положительное решение на выдачу патента РФ от 10.03.93.
- Батырев В.А., Епанчинцев О.Г., Нестеренко В.Ф. и др. Исследование структуры и свойств ВТСП керамики системы Y—Ba—Cu—O после взрывного компактирования // ФГВ. — 1991. — 27, № 1. — С. 103—112.
- Murr L.E., Hare A.W., Eror N.G. Shock-compression fabrication of high-temperature superconductor / metal composite monoliths. — Nature, 1987. — 329, N 6—134. — P. 37—39.
- Murr L.E., Hare A.W., Eror N.G. Introducing: the metal-matrix high-temperature superconductor. — Adv. Materials and Processes, 1987. — 132, N 4. — P. 36—39, 42—44.

13. Pande C.S., Singh A.K., DasGupta A. Materials science of high-temperature superconductors. — J. Metals, 1988. — 40, N 1. — P. 10—13.
14. Прюммер Р. Обработка порошковых материалов взрывом / Пер. с нем. — М.: Мир, 1990.
15. Бушуева В.К., Епанчинцев О.Г. К измерению твердости контактных соединений металл / ВТСП-керамика // Заводская лаборатория. — 1993. — 59, № 5. — С. 43—44.
16. Епанчинцев О.Г., Колесников Д.П. Способ определения электросопротивления высокотемпературной сверхпроводящей керамики / Патент Российской Федерации № 2003129. Опубл. 15.11.93. Бюл. № 41—42.

630090, г. Новосибирск
ИГиЛ СО РАН

Поступила в редакцию
3/Х 1993,
после доработки — 19/V 1994

УДК 621.762 + 539.26

Р.П. Дидык, К.И. Козорезов

УСЛОВИЕ ОБРАЗОВАНИЯ СУБМИКРОТРЕЩИН ПРИ УДАРНО-ВОЛНОВОЙ ОБРАБОТКЕ МЕТАЛЛОВ

Методом электронной микроскопии выявлено и исследовано образование субмикротрещин, залегающих на достаточно большом расстоянии от источников возмущения, в условиях действия сильных ударных волн. Определены теоретически и подтверждены экспериментально предельные параметры ударных волн (давление, степень деформации), при которых исключается образование субмикротрещин.

В настоящее время использование ударных волн (УВ) для упрочнения металлических изделий получило широкое распространение. Значительные успехи, достигнутые в этой области, связаны с освоением экстремальных физических параметров. Однако наряду с положительным влиянием УВ на свойства металлов в ряде случаев наблюдаются отрицательные эффекты, в частности, раскрытие существующих микродефектов, а также образование новых. Это снижает долговечность и эксплуатационную стойкость упрочненных взрывом деталей. Сам факт нарушения сплошности материала тесно связан с природой распространения и взаимодействия УВ. В этой связи исследование условий возникновения микротрещин, а при ударно-волновой обработке металлов и разработке эффективных мер, предотвращающих их образование, вызывают научный и практический интерес.

Взрывное воздействие на металлы носит волновой, кратковременный характер распространения нагрузки, приводящей к локализации напряжений, повышению плотности дислокации, росту прочностных характеристик. Вследствие большого разнообразия металлов и сплавов по физико-механическим свойствам, структуре, химическому составу не существует единого механизма, объясняющего природу упрочнения металлов в УВ. Тем не менее, как отмечается в [1, 2], степень упрочнения металлов во многих случаях определяется амплитудой давления УВ, а в некоторых — оценку ведут по величине деформации за фронтом ударной волны, форме и длительности прилагаемого импульса сжатия. Однако, несмотря на различие в подходах, во всех случаях степень упрочнения определяется количеством искажений кристаллической решетки, вызываемых прохождением УВ. В результате происходит рост параметров прочности металлов с одновременным снижением характеристик пластичности.

Цель упрочнения металлов — увеличение их прочности, которая достигается взрывом при высоких давлениях ударных волн. Сопутствующее этому изменение пластичности и возможность нарушения сплошности металла часто не учитывается, особенно на уровне субмикротрещин, что для условий эксплуатации недоступно.

© Р.П. Дидык, К.И. Козорезов, 1995.