



## آستانه‌ی ابعادی تشکیل نواحی دوقلویی در میکرونانو ذرات نمونه ابررسانای $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

مهناز محمدی<sup>۱\*</sup>، بهرام خوشنویسان<sup>۲</sup>

۱- گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه صنعتی قم، قم، ایران

۲- دانشکده فیزیک، دانشگاه کاشان

(دریافت مقاله: ۹۷/۲/۱۰، نسخه نهایی: ۹۷/۵/۲۴)

**چکیده:** دوقلویی یکی از سازوکارهای اصلی تغییر شکل ناکشسان در بلورهایست که ویژگی‌های مربوط به آن از مسائل مهم در علم مواد بشمار می‌رود. ثابت شده است که مرزهای دوقلویی مراکز قوی میخکوبی شار در YBCO هستند که موجب افزایش چگالی جریان بحرانی می‌شوند. نانو ذرات و نمونه حجمی ابررسانای دمای بالا  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (YBCO) با استفاده از روش حالت جامد تهیه و ریز ساختار آن‌ها با استفاده از روش پالایش ریتولد و نمودارهای ویلیامسون-هال بررسی شدند. در این پژوهش، مقیاس طول بحرانی برای تشکیل نواحی دوقلویی حدود ۲۲۵ نانومتر برآورد شد که تا این حد سیستم هنوز انرژی لازم برای تشکیل دوقلوها را دارد و در غیر این صورت سیستم انرژی را به صورت کرنش کشسان در خود نگه می‌دارد. پودر نانوذرات به دست آمده YBCO دارای دانه‌های بسیار ریز با اندازه حدود چند ده نانومتر است. نتایج برآمده از نمودارهای ویلیامسون-هال نشان دهنده‌ی حضور نواحی دوقلویی در نمونه‌ی حجمی است، در حالی که نانوذرات سنتز شده بدلیل کوچکتر بودن اندازه‌ی دانه‌ها، فاقد نواحی دوقلویی هستند که با محاسبات انجام شده همخوانی دارد. تحلیل دقیق چگونگی تشکیل نواحی دوقلویی و کنترل ابعاد آن‌ها طی ساخت نمونه‌های YBCO می‌تواند به بهبود جریان بحرانی و در نتیجه افزایش بهره‌وری صنعتی نمونه‌ها بیانجامد.

**واژه‌های کلیدی:** مرزهای دوقلویی؛ نانو ذرات ابررسانا؛ روش پالایش ریتولد؛ نمودارهای ویلیامسون - هال.

### مقدمه

همچنین سیم‌های ابررسانا استفاده کرد [۱]. ولی یکی از مشکلات نانوذرات ابررسانا در بکارگیری آن‌ها در نوارها، پایین بودن چگالی جریان بحرانی به دلیل نداشتن بافت ساختاری است [۲].

دوقلویی از جمله برجسته ترین ریزساختارهای موثر در میخکوبی شار است که منجر به بهبود چگالی جریان بحرانی در دمای 77 K می‌شود. دوقلوها به طور کلی طی گذار فاز تولید می‌شوند [۳، ۴]. در واقع ساختار دوقلویی نتیجه دگرگونی فاز پارا کشسان (یک ساختار چارگوشی پایدار در دمای بالا و غلظت کم اکسیژن) به فاز فروکشسان (یک ساختار راستگوشی پایدار در دمای پایین و غلظت زیاد اکسیژن) است که به دلیل تغییر حجم یاخته شبکه طی تبدیل فازی و ایجاد یک تنش

در سال‌های اخیر، کاربرد مواد در مقیاس نانو از جمله نانوذرات ابررساناها توجه بسیاری را به خود جلب کرده است. با توجه به اینکه ورود به مقیاس نانو بر ویژگی‌های الکتریکی، مغناطیسی، تراپردی و... بسیاری از مواد اثر می‌گذارد، با نانویی شدن دانه‌های ابررسانا و افزایش نسبت سطح به حجم، این انتظار می‌رود که ویژگی‌های ابررسانایی از جمله دمای بحرانی، چگالی جریان بحرانی و مرز دانه‌ها نیز تغییر کنند. از طرفی، از آنجاکه طول همدوسی نیز از مرتبه‌ی نانومتر (بین ۲ نانومتر در Bi-2212 و ۶ نانومتر در YBCO در دمای صفر کلوین) است کنترل اندازه ذرات طی ساخت اثر قابل توجهی در مهندسی این مواد دارد. از نانوپودرهای ابررسانا می‌توان در ساخت نوارهای ابررسانا و

\*نویسنده مسئول، تلفن: ۰۹۳۵۶۳۴۸۰۵۸، پست الکترونیکی: mohammadi.m@qut.ac.ir

برشی در اثر تغییر فشار جزئی اکسیژن شکل می‌گیرد. در سیستم  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$ ، دوقلویی در طول صفحات (۱۱۰) برای جبران کرنش مربوط به تبدیل فاز و جهت کاهش انرژی آزاد سیستم رخ می‌دهد. در این ترکیب، تبدیل فاز چارگوشی به راستگوشی با مقدار اکسیژن کنترل می‌شود.

تنش‌های کشسان مسؤوول ایجاد دوقلوها، معمولاً پس از ایجاد دوقلوها در دماهای بالا کاهش می‌یابند. بررسی‌ها نشان می‌دهد که ساختار این نمونه‌ها به شدت دوقلو هستند و با افزایش تراکم این دوقلوها و ایجاد ساختارهایی با چگالی دوقلویی بالا، چگالی جریان بحرانی افزایش می‌یابد [۵،۶].

تعیین شرایط شکل‌گیری این ریزساختارها در بهبود ویژگی‌های الکتریکی و مغناطیسی برای بهره‌برداری تجاری از این مواد ضروری به نظر می‌رسد. در این پژوهش، نانوذرات و نمونه کپه‌ای ابررسانای YBCO تهیه شد. با توجه به اهمیت نواحی دوقلویی در ویژگی‌های ابررسانایی به‌ویژه چگالی جریان بحرانی، در اینجا برای نخستین بار آستانه اندازه مرز دانه‌ها برای تشکیل نواحی دوقلویی محاسبه شد. سپس حضور این نواحی در نمونه‌های نانویی و حجمی با استفاده از برازش الگوهای پراش پرتوی X و نمودارهای ویلیامسون-هال بررسی شد.

### روش کار

در میان انواع روش‌های شناخته شده برای تهیه مواد در مقیاس نانو، روش حالت جامد یکی از روش‌های مرسوم در تولید پودرهای ابررسانا محسوب می‌شود [۷]. مشخصه اصلی این روش استفاده از انرژی مکانیکی به جای انرژی گرمایی است؛ زیرا در واکنش‌های حالت جامد انرژی گرمایی زیادی برای شکل‌گیری ترکیب مورد نیاز است. از دیگر ویژگی‌های این روش می‌توان به هزینه پایین، انجام واکنش در دمای پایین و تولید پودرهایی در اندازه نانو اشاره کرد.

در این پژوهش، نانوذرات و نمونه‌های حجمی ابررسانای YBCO با استفاده از روش حالت جامد طی دو مرحله تولید شدند. ابتدا مقادیر مناسب از مواد اولیه براساس تناسب عنصری انتخاب و سپس در دمای  $950^\circ\text{C}$  برای ۸ ساعت کلسینه شدند. در مرحله‌ی بعد، نمونه‌ها در همان دما برای ۷ ساعت در محیط اکسیژن با فشار  $0.25$  بار قرار گرفتند و پس از آن با آهنگ  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  تا دمای  $500^\circ\text{C}$  خنک

شدند.

نمونه‌های ساخته شده به منظور فازی بوسیله پراش پرتوی X بررسی شدند. شکل ۱ نمایه برازش شده پراش پرتوی X به نمونه حجمی و نمونه نانویی در دمای اتاق را نشان می‌دهد. به منظور پالایش و برازش نمایه‌های پراش از بسته نرم افزاری "GSAS" (برمبنای روش پالایش ریتولد) استفاده شد [۸]. برای این منظور نخست نمایه پراش ناشی از پرتوی X، پراکندگی نوترون و یا تشعشع سینکروترون به صورت تعداد زیادی مقدار شدت پراکندگی برحسب زاویه‌ی پراکندگی جمع آوری می‌شود و در مرحله بعد با توجه به اطلاعات بلورشناسی نمونه، مشخصه‌های فنی پراش‌سنج و داده‌های آماری، یک نمایه مدل تهیه می‌شود. سپس با پالایش پارامترهای موجود در مدل، بهترین برازش ممکن بین داده‌های تجربی و مدل بدست می‌آید و نتیجه بصورت نموداری نمایش داده می‌شود.

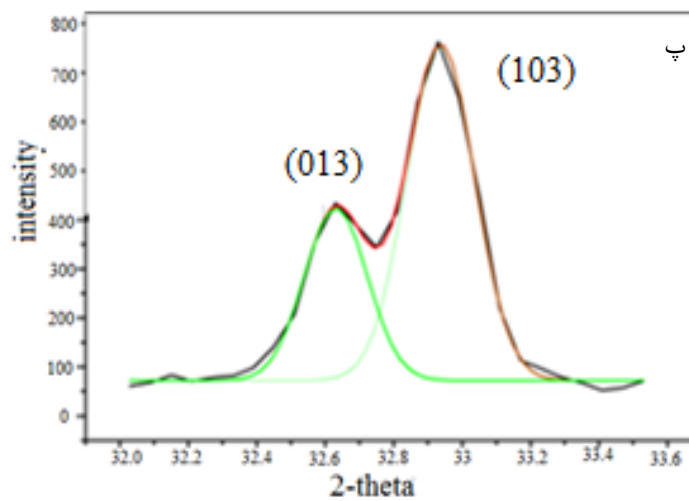
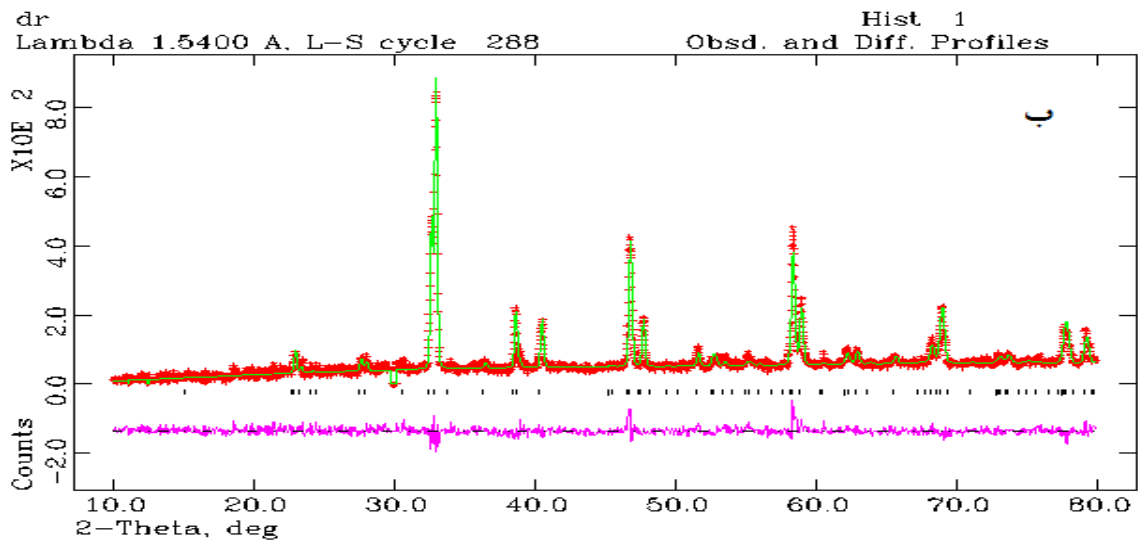
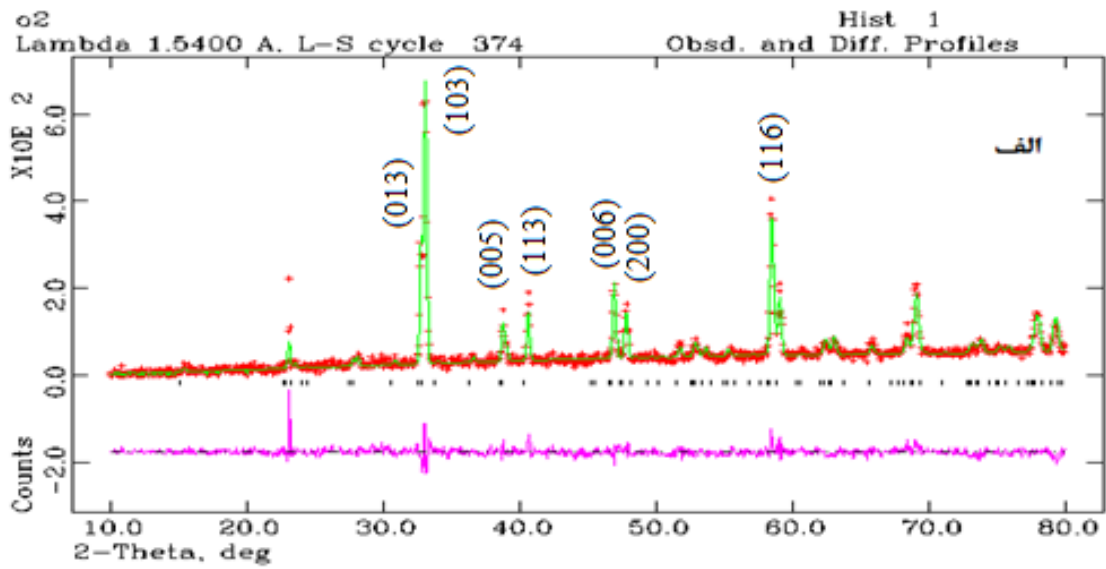
شامل نمایه پراش تجربی، نمایه محاسبه شده (نمودار مدل) که بر نمایه پراش انطباق داده می‌شود و در قسمت پایین آن، تفاوت میان نمایه تجربی و مدل در یک برازش خوب انحراف از خط زمینه کمینه است.

در اینجا، پالایش به صورت تک فازی با ساختار راستگوشی و گروه فضایی Pmmm انجام شد. بررسی نمایه‌های پراش و برازش آن‌ها در نمونه حجمی و نانویی نشان می‌دهد که نمونه‌ها کاملاً خالص هستند و ساختار ابررسانای YBCO با تک فاز راستگوشی تشکیل شده است.

پارامترهای شبکه پس از پالایش برای نمونه‌ی حجمی  $a = 3.81 \text{ \AA}$ ،  $b = 3.88 \text{ \AA}$  و  $c = 11.67 \text{ \AA}$  و برای نمونه‌ی نانویی  $a = 3.82 \text{ \AA}$ ،  $b = 3.89 \text{ \AA}$  و  $c = 11.67 \text{ \AA}$  به دست آمدند. مکان اتم‌ها پس از پالایش نیز در جدول ۱ خلاصه شده است.

در نمایه‌های پراش، قله‌های (013) و (103) در نمونه نانویی و حجمی بررسی شدند. جداسدگی این قله‌ها نیز دلیل دیگری بر تشکیل فاز ابررسانای راستگوشی است زیرا این قله‌ها در فاز غیر ابررسانای چارگوشی بر هم منطبق هستند. همچنین برای اطمینان از تشکیل فاز ابررسانا اثر مایسنر نیز بر نمونه‌ها انجام شد که نمونه‌ها این اثر را به خوبی نشان می‌دادند.

متوسط اندازه نانوذرات ابررسانا YBCO با استفاده از رابطه شرر بین ۳۲ تا ۴۰ نانومتر و همچنین اندازه ذرات در نمونه حجمی ۴۰۰ نانومتر به دست آمد.



شکل ۱ نمایه برازش شده پراش پرتو X (الف) نمونه نانویی و (ب) نمونه حجمی. (پ) قله‌های (013) و (103) در نمونه نانویی.

جدول ۱ مکان اتمها پس از پالایش. مقادیر مربوط به نمونه‌ی نانویی در مواردی که با نمونه‌ی حجمی متفاوت است در دو هلال آمده است.

عنصر	x	y	z
Y	۰٫۵	۰٫۵	۰٫۵
Ba	۰٫۵	۰٫۵	۰٫۱۸(۰٫۱۹)
Cu	۰	۰	۰
Cu	۰	۰	۰٫۳۶(۰٫۳۵)
O	۰٫۵	۰	۰٫۳۷
O	۰	۰٫۵	۰٫۳۸
O	۰	۰	۰٫۱۸(۰٫۱۷)
O	۰	۰٫۵	۰
O	۰٫۵	۰	۰

### تعیین آستانه اندازه دانه برای تشکیل دوقلوها

تعیین تنش اصطکاکی (S) در بلورها به دلیل مشکل بودن تعیین تنش خارجی که باعث ظاهر شدن دوقلوها می‌شود به نسبت پیچیده است. این کمیت را می‌توان براساس مقدار بحرانی ضخامت دوقلویی ( $h_c$ ) به دست آورد.  $h_c$  به عنوان ضخامت صفحات دوقلوی موازی تعریف می‌شود، که کار در برابر نیروهای اصطکاکی شبکه بر جابه‌جایی‌های دوقلویی طی دوقلو زدایی انجام می‌شود و برابر با انرژی سطح دو مرز دوقلو است. از این رو، هنگامی که ضخامت لایه دوقلو ( $h$ ) کمتر از  $h_c$  باشد لایه دوقلو ناپدید می‌شود در حالی که با  $h > h_c$  دوقلوها پایدار است. اندازه S را می‌توان از رابطه زیر برآورد کرد

$$S \approx \frac{2a\gamma}{bh_c}$$

که در آن b اندازه بردار برگرز، a فاصله بین صفحه‌های صفحات دوقلویی و  $\gamma$  انرژی مرز دوقلویی است [۹].

با در نظر گرفتن موانع مختلف برای دوقلویی در بلور، می‌توان گستره S در شبکه را ۲۰ تا ۵۰ مگاپاسکال برآورد کرد [۱۰]. به علاوه، مجموعه‌ای از اندازه‌گیری‌های تنش دوقلوزدا در YBCO برای مثال در مرجع [۹] جمع‌آوری شده است که در آن مقدار تنش دوقلوزدا ۱۰ تا ۱۰۰ مگاپاسکال محاسبه شده است که با مقدار S همخوانی خوبی دارد. به طور کلی، این مقدار بزرگتر از اصطکاک شبکه برای فلزات ساده است، زیرا حرکت از جابه‌جایی‌های دوقلویی در شبکه همراه با پرش از اتم‌های اکسیژن است [۱۱]. بنابراین وابستگی به دمای بسیار

تیزی برای S انتظار می‌رود. مشاهده شده است که در دمای زیر ۲۰۰ درجه سانتیگراد، دوقلوزدایی YBCO غیر ممکن است [۱۲]. در ظاهر در این دما، S بیشتر از مقاومت نهایی بلور می‌شود. طول بحرانی G برای ایجاد دوقلوهای ناپایدار را می‌توان به صورت زیر برآورد کرد [۱۳]:

$$G \approx \frac{4\mu\epsilon^2\gamma a^2}{\pi b^2 S^2}$$

و طول بحرانی G برای نداشتن دوقلویی از رابطه زیر بدست می‌آید

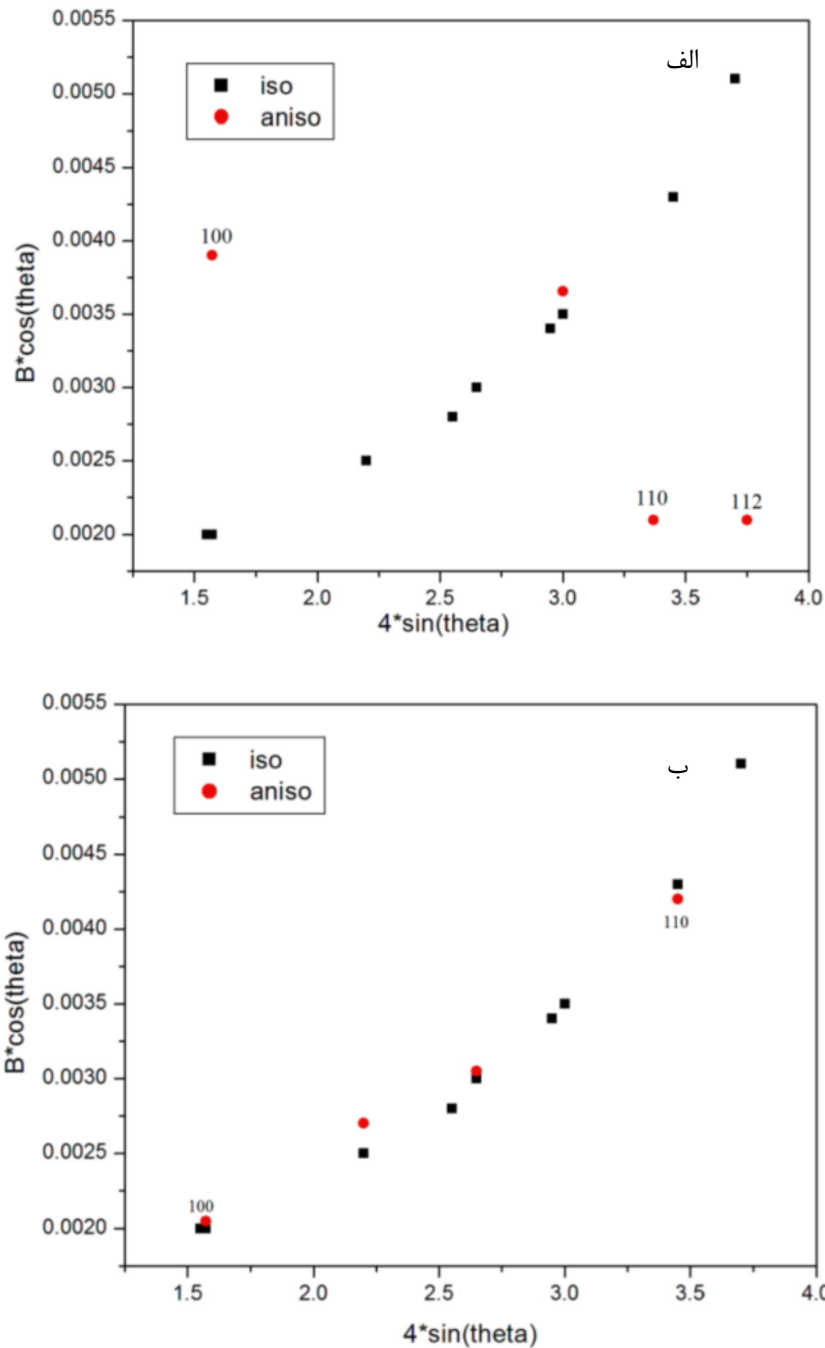
$$G \approx \frac{4\pi\gamma}{\mu\epsilon^2}$$

که در آن  $\mu$  مدول برشی و  $\epsilon$  کرنش برشی همراه با گذار فاز است.

بنابراین، هنگامی که  $\frac{\mu\epsilon^2}{S^2} < 1$  است طول بحرانی از رابطه (۲) و در غیر این صورت از رابطه (۳) به دست می‌آید. با در نظر گرفتن مقادیر استاندارد و مدول برشی ۵۹ مگاپاسکال [۱۰]، و انرژی میانگین مرز دوقلویی  $65 \text{ mJ/m}^2$ ، که بیشتر دقیق محاسبه کرده‌ایم [۱۹] طول بحرانی به ترتیب ۲۲۵ و ۳۴۵ نانومتر به دست می‌آید. بنابراین در نمونه‌های نانویی که در آنها اندازه دانه‌ها کمتر از ۲۲۵ نانومتر است نمی‌توان انتظار نواحی دوقلویی را داشت. البته گفتنی است که تاکنون مقادیر بسیار متفاوتی در گستره‌ی ۰٫۱ تا  $1000 \text{ mJ/m}^2$  برای انرژی مرز دوقلویی گزارش شده است [۱۴-۱۸] که این امر موجب مقادیر بسیار متفاوتی برای پهنای مرزهای دوقلویی شده است.

با مدل پهن‌شدگی همسانگرد رسم شد (نقاط مشکی در شکل ۲). افزون بر آن، پهنای قله‌های شاخص با استفاده از مدل غیر همسانگرد نیز محاسبه شده است (نقاط قرمز در شکل ۲).

به منظور بررسی تشکیل نواحی دوقلویی نمودارهای ویلیامسون-هال (H-W) نمونه‌ها با استفاده از داده‌های تحلیلی برآمده از پالایش و برازش نمایه پراش در دمای اتاق پس از واکنش پراش سنج برای قله‌های شاخص و مطابق



شکل ۲ نمودار H-W الف) برای نمونه حجمی ب) برای نمونه نانویی (B پهن‌شدگی و  $\theta$  زاویه پراش می‌باشد).

تشکیل نواحی دوقلویی به دلیل اندازه کوچکتر از حد بحرانی دانه‌ها در این سیستم است.

ریختار و ریز ساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نیز بررسی شد. شکل ۳ تصویر SEM نمونه‌ها را نشان می‌دهد که چنان که انتظار می‌رفت، ذرات نانومتری در تصویر قابل مشاهده‌اند. به دلیل کوچک بودن اندازه دانه‌ها نواحی دو دوقلویی تشکیل نشده‌اند، که تأییدی بر محاسبات انجام شده است.

از طرفی گفتنی است که پهنای لایه‌های دوقلویی اغلب بستگی به اندازه دانه‌ها دارد که طی ساخت نمونه با پردازش پارامترها می‌توان اندازه آن را کنترل کرد.

انرژی کرنشی تولید شده گذار فاز را می‌توان با انرژی مورد نیاز برای تشکیل مرزهای دوقلویی متعادل نمود. این تعادل انرژی منجر به ایجاد فاصله تعادلی بین دیواره‌های دوقلویی می‌شود. مهندسی مرز دانه‌های دوقلویی بر اساس این فرض که انرژی مرزی با افزایش اکسیژن نمونه کاهش می‌یابد (به دلیل آنتروپی مثبت)، ممکن است منجر به کاهش فاصله دوقلویی‌ها و افزایش چگالی جریان بحرانی و میخکوبی شدید شار شود. از این رو، کاهش اندازه دوقلویی‌ها در ابررسانای YBCO دارای اهمیت بسیاری برای تولید سیم و نوار است.

همچنین این پژوهش نشان می‌دهد که روش‌های پیشرفته در بلورشناسی مانند ریتولد و W-H در بررسی ریز ساختارها بسیار ارزشمند می‌باشند.

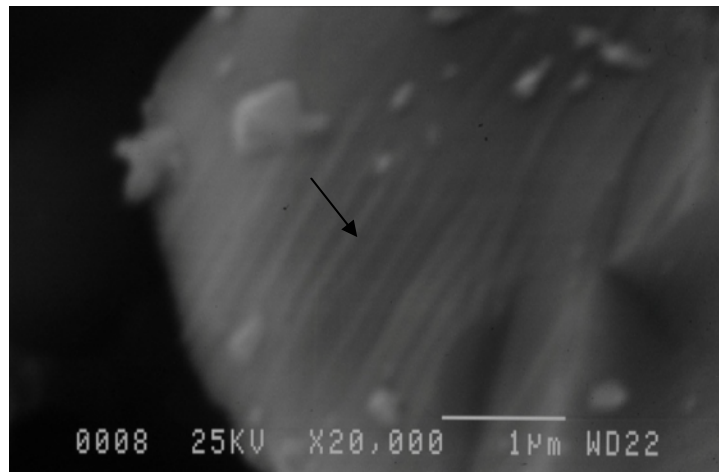
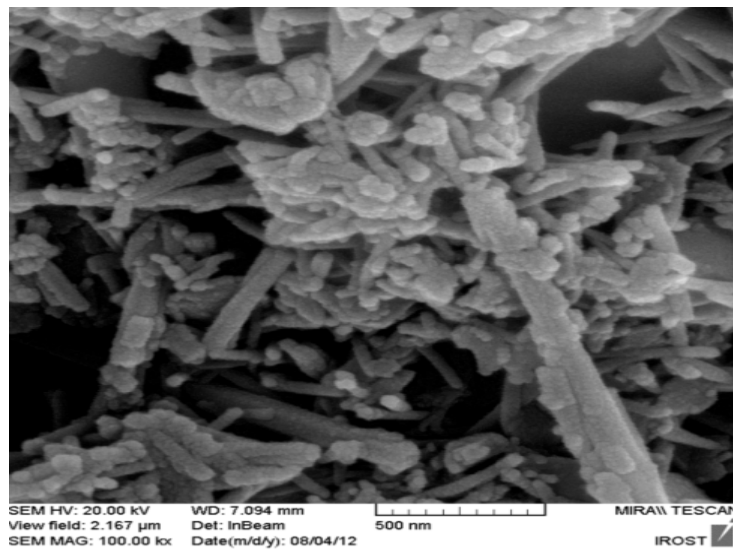
#### برداشت

نانوذرات و نمونه حجمی ابررسانای YBCO با روش حالت جامد تهیه شدند. اندازه ذرات آنها با استفاده از نمایه‌های پراش پرتوی X محاسبه گردید. به علاوه، ریزساختارهای دوقلویی با استفاده از نمودارهای ویلیامسون-هال نیز بررسی شدند. آستانه اندازه دانه‌ها برای تشکیل نواحی دوقلویی به طور متوسط ۲۲۵ نانومتر محاسبه گردید. نواحی دوقلویی در نمونه‌های نانویی بدلیل اندازه‌ی کوچک دانه‌ها دیده نشد که با برآورد انجام شده همخوانی دارد. تحلیل دقیق چگونگی تشکیل نواحی دوقلویی و کنترل ابعاد آنها طی سنتز نمونه‌های YBCO می‌تواند به بهبود جریان بحرانی و در نتیجه افزایش بهره‌وری صنعتی نمونه‌ها بیانجامد.

گفتنی است که هم خود نمونه و هم دستگاه پراش سنج موجب پهن شدگی قله‌ها در الگوی پراش می‌شوند. بطوریکه الگوهای پراش مشاهده شده ناشی از درهم تنیدگی پراش از خود نمونه و آثار دستگاه است. پهن‌شدگی قله‌های پراش ناشی از خود نمونه، نتیجه هر گونه ناکاملی در ساختار آن است. از این رو، تقسیم بلورک‌ها (در نمونه‌های پودری) به نواحی ریزساختار دوقلویی به وسیله در رفتگی‌های صفحات بلوری منجر به پهن‌شدگی افزون بر پهن‌شدگی ناشی از اندازه بلورک‌ها می‌شود. از طرفی، پهن‌شدگی ناشی از کرنش نیز به الگوی پراش اضافه می‌شود. از آنجاکه پهن‌شدگی ناشی از کرنش و پهن‌شدگی ناشی از اندازه بلورک‌ها توابع متفاوتی از زاویه پراکندگی هستند می‌توان این دو اثر را با روش ویلیامسون - هال از هم جدا کرد [۲۰]. گفتنی است که پهن‌شدگی‌های مربوط به کرنش و اندازه بلورک‌ها آثار خود را در پهنای همه قله‌های پراشی نشان می‌دهد و بنابراین به این نوع پهن‌شدگی‌ها همسانگرد گفته می‌شود. در نمودارهای خطی H-W با استفاده از شیب و عرض از مبدأ می‌توان آثار این دو نوع پهن‌شدگی را مجزا کرد. اما ریز ساختارها بسته به جهت‌گیری رشد بلوری آنها می‌توانند باعث یک پهن‌شدگی اضافی در راستاهای ویژه و یا به عبارتی در قله‌هایی با شاخص‌های میلر (hkl) ویژه شوند. این وابستگی پهن‌شدگی‌ها به نمایه‌های میلر ناهمسانگرد نامیده می‌شود.

چنان که در شکل ۲ دیده می‌شود پهنای محاسبه شده‌ی قله (۱۰۰) در نمونه حجمی از مقدار مورد انتظار مدل همسانگرد بیشتر بوده در حالی که پهنای قله‌های (۱۱۰) و (۱۱۲) کمتر از مقدار مورد انتظار ناشی از مدل همسانگرد است که این امر با مدل تشکیل ریز ساختارهای دوقلویی به موازات صفحات (۱۱۰) هماهنگ است. زیرا این ریزساختارها باعث تقسیم بلورک‌ها به نواحی کوچکتری می‌شوند که تناوب صفحات بلوری آنها در راستای [۱۰۰] کاهش می‌یابد اما از آنجا که این ریز ساختارها نسبت به صفحات (۱۱۰) تقارن آئینه‌ای دارند، تناوب صفحات بلوری در راستای [۱۱۰] در همه بلورک ادامه یافته و لذا قله‌های متناظر الگوی پراش باریک‌تر می‌شوند [۲۱].

از طرفی، نمودارهای H-W در نمونه نانومتری هیچ پهن‌شدگی غیرهمسانگردی نشان نمی‌دهند (شکل ۲) که عدم



شکل ۳ تصویر SEM الف) نمونه نانویی (بالا) و ب) نمونه حجمی. نواحی دوقلوبی در نمونه حجمی با پیکان مشخص شده‌اند.

#### مراجع

- [4] Hilgenkamp H., Mannhart J., "Grain boundaries in high- $T_c$  superconductors", Rev. Mod. Phys. 74(2) (2002) 485.
- [5] Campbell A.M., Evetts J.E., Dew-Hughes D., "Pinning of Flux Vortices in Type II Superconductors", Phil.Mag 18(1968) 313.
- [6] Rouco V., Palau A., Guzman R., Gazquez J., Coll M., Obradors X., Puig T., "Role of twin boundaries on vortex pinning of CSD YBCO nanocomposites", J. Mater. Res 4 (2006)795.
- [7] Choy J. H., Choe W. Y., Choi Q. W., "Preparation of 90K superconductor  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  via oxide precursors  $BaCuO_2$  and  $Y_2Cu_2O_5$ ", Mat. Res. Bull 24 (1989) 867-874.
- [8] Young R.A., "The Rietveld Method", Oxford Science Publications (1993)

- [1] Paturi P., Raittila J., Grivel J.-C., Huhtinen H., Seifi B., Laiho R., Andersen N.H., "Preparing superconducting nanopowder based YBCO/Ag tapes", physica C 372-376 (2002) 779-781.
- [2] Glowacki B., "Texture development of HTS powder-in-tube conductors", Superconductor Science and Technology 11(1998) 989-995.
- [3] Khoshnevisan B., Ross D. K., Broom D.P., Babaeipour M., "Observations of twinning in  $YBa_2Cu_3O_{6+x}$ ,  $0 < x < 1$ , at high temperatures", J. Phys, Condens. Matter 14 (2002) 1-16.

- [17] Chumbley L. S., Kramer M. J., Kim M. R., Laab F. C., "Estimation of twin wall energy by measurement of twin spacing", Mater. Sci. Eng. A 124(1990) L19-21.
- [18] Mohammadi M., Khoshnevisan B., "Effects of K and Ca doping on twin boundary energy of cupperate superconductors", Physica C: Superconductivity and its applications 523 (2016) 5-9.
- [19] Mohammadi M., Khoshnevisan B., Hashemfar S. J., "Twin boundary energy and characterization of charge redistribution near the twin boundaries of cupperate superconductors", Physica C 507 (2014)41-46.
- [20] Williamson G.K., Hall W.H., "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram L'elargissement des raies de rayons x obtenues des limailles d'aluminium et de tungstene Die verbreiterung der roentgeninterferenzlinien von aluminium- und wolframspaenen", Acta Metall 1(1953)22-31.
- [21] Jorgensen J.D., Shaked H., Hinks D.G., Dabrowski B., Claus H., "Oxygen vacancy ordering and superconductivity in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ", Physica C 153(1988) 578-581
- [9] Boyko V. S., Garber R. I., Kossevich A. M., "Reversible Crystal Plasticity", AIP, New York(1994)
- [10] Boyko V. S., Chan S-W, Chopra M., "Shape of a twin as related to the inelastic forces acting on twinning dislocations in  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ", PRB 63 (2001) 224521
- [11] Dorosinskii L. A., Indenbom M. V., Nikitenko V. I., Farber B. Y., "Kinetics of the changes in the twin structure in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  single crystals", JETP Letter. E 49 (1989) 182.
- [12] LaGraff J. R., Payne D. A., "Oxygen stoichiometry and mobility effects on domain wall motion in ferroelastic  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ", Ferroelectrics 130 (1992) 87-105
- [13] Arlt G., "Twinning in ferroelectric and ferroelastic ceramics: stress relief", J. Mater. Sci. 25(1990) 2655-2666.
- [14] Zhu Y., Tafto J., Suenaga M., "Defects in High  $T_c$  Cuprate Superconductors", MRS Bull. 16 (1991) 54-59.
- [15] Roy T., Mitchell T. E., "Twin boundary energies in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  and  $La_2CuO_4$ ", Philos. Mag. A 63(1991) 225-232
- [16] Boiko Y., Jaeger H., Aslan M., Schulze K., Petzow G., "Elastic twins in  $YBa_2Cu_3O_7$  crystals", Mater. Lett. 11(1991) 207-211