

С 393

Г-657

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
ЛАБОРАТОРИЯ ВЫСОКИХ ЭНЕРГИЙ

3265

И.Н. Гончаров

ИССЛЕДОВАНИЕ КРИТИЧЕСКИХ ТОКОВ  
В СПЛАВАХ № С 65-80% Zr И СВЕРХПРОВОДЯЩИХ  
МАГНИТНЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ ЭТИХ СПЛАВОВ

Автореферат диссертации на соискание ученой  
степени кандидата физико-математических наук

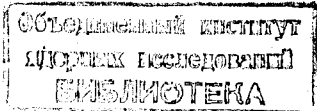
Дубна 1987

3265

И.Н. Гончаров

ИССЛЕДОВАНИЕ КРИТИЧЕСКИХ ТОКОВ  
В СПЛАВАХ № С 65-80% Zr И СВЕРХПРОВОДЯЩИХ  
МАГНИТНЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ ЭТИХ СПЛАВОВ

Автореферат диссертации на соискание ученой  
степени кандидата физико-математических наук



В последние годы широкую известность получили так называемые "жесткие" сверхпроводники в связи с использованием их для получения сильных магнитных полей. Отличительной чертой этих сверхпроводников является способность пропускать без появления сопротивления токи  $10^4 - 10^5$  а/см<sup>2</sup> в магнитных полях напряженностью несколько десятков килогаусс. Это явление было открыто в 1961 году, после чего началось интенсивное изучение сверхпроводящих свойств разных систем сплавов и интерметаллических соединений, относящихся к жестким сверхпроводникам. Предстояло выяснить причины существования устойчивых сильных токов, чтобы сделать выбор между различными моделями; изучить влияние множества факторов, влияющих на критические токи; найти наилучшие материалы для сверхпроводящих магнитов. О сложности задач говорит тот факт, что вплоть до настоящего времени не создано количественной теории критических токов.

Весьма интересным объектом для всесторонних исследований оказались практически никем не изучавшиеся сплавы ниобия с большим содержанием циркония. В них можно получить большое разнообразие структурных состояний, сильно влияющих на величину критических токов. Кроме того, эти сплавы, как выяснилось, обладают рядом преимуществ, делающих их перспективными для создания сверхпроводящих магнитных систем.

Реферируемая диссертация посвящена исследованию сплавов ниобия с большим содержанием с целью выяснения причин, влияющих на критическую плотность тока, а также исследованию некоторых магнитных систем, созданных на основе этих сплавов.

Диссертация написана на основании результатов работ, выполненных в 1961-1966 г.г. и доложенных на IX, X, XI всесоюзных совещаниях по физике низких температур, на I, II, III всесоюзных совещаниях по металлосведению

и металлофизике сверхпроводящих материалов, на III и V международных конференциях по физике и технике низких температур и опубликованных в /11,12,14-19/

Диссертация состоит из четырех глав.

## 1.

В первой главе проводится анализ современных представлений о магнитных и токовых свойствах сверхпроводящих сплавов, которые относятся к сверхпроводникам второго рода (C2). Магнитные свойства однородных сверхпроводников второго рода (C2a) хорошо описываются теорией В.Л. Гинзбурга, Л.Д. Ландау, А.А. Абрикосова и Л.П. Горькова (ГЛАГ), получившей всеобщее признание. По этой теории в сверхпроводниках с отрицательной поверхностной энергией на границе между нормальной и сверхпроводящей фазами магнитное поле, большее нижнего критического  $H_{c1}$ , проникает в виде квантованных линий магнитного потока (флюксоидов). Возникает так называемое смешанное состояние. Есть основания полагать, что керн флюксоида с радиусом порядка корреляционной длины  $\xi$  является почти нормальным металлом (энергетическая щель в этой области близка к нулю). Магнитное поле в центре флюксоида максимально и спадает к периферии по экспоненциальному закону на расстояниях  $\sim 10^{-5}$  см. В концентрированных сплавах  $\xi$  во много раз меньше этой величины. При увеличении поля плотность флюксоидов возрастает, пока при некотором верхнем критическом поле  $H_{c2}$  расстояние между их центрами не станет порядка  $2\xi$ . При этом впервые появляется электросопротивление (в предположении малого измерительного тока).

Однако, как показали прямые измерения /7/, смешанное состояние в бездефектных сверхпроводниках II рода нестабильно по отношению к внешнему току, имеющему перпендикулярную составляющую относительно направления флюксоидов. Под действием сил Лоренца последние приходят в движение, генерируется тепло, пока не наступает переход в нормальное состояние за счет перегрева выше  $T_c$ .

В недавно открытых жестких сверхпроводниках (C2b) даже при наличии поперечного магнитного поля могут протекать большие токи без появления сопротивления. В первое время для объяснения этого явления были привлечены идеи,

развитые ранее Мендельсоном в модели губки /1/. Мендельсон предположил, что при наложении достаточно сильного магнитного поля в сплаве образуется много-связанная система тонких сверхпроводящих нитей в матрице металла с низким критическим полем. Возникновение нитей связывалось с физическими и химическими неоднородностями в сплаве, а высокие критические поля — с их малыми размерами по сравнению с глубиной проникновения. Эта модель качественно объясняла некоторые необычные свойства сплавов (например, гистерезис, захваченный магнитный поток). По-видимому, в согласии с этой моделью находятся результаты экспериментов с материалами, в которых искусственно создана "нитяная" структура (например, ртуть в пористом стекле).

Однако применение модели губки к обычным сверхпроводящим сплавам встречает ряд возражений, подробно изложенных в диссертации. В 1962 г. была выдвинута альтернативная модель Андерсона /2,3/ для объяснения существования устойчивых сильных токов в C2b. Эта модель целиком базируется на теории ГЛАГ. В основу ее положено предположение, что силы Лоренца, действующие на флюксоиды при протекании в жестком сверхпроводнике транспортного тока, перпендикулярного внешнему полю, компенсируются за счет сил взаимодействия между флюксоидами и различными дефектами решетки (сил пиннинга). Вследствие этого флюксоиды могут начать двигаться лишь при достаточно сильных токах. Наступает так называемое "резистивное" состояние. Дальнейшее увеличение тока приводит к линейному росту напряжения  $V$ , причем дифференциальное сопротивление  $\rho_f = \left( \frac{\partial V}{\partial I} \right)_H$  для данного материала не зависит от количества дефектов (и, следовательно, от  $j_c$ ) и в точности равно этой величине для однородного материала /4/. Бардин и Стефен показали /5/, что  $\rho_f$  зависит только от параметров теории ГЛАГ, внешнего поля и остаточного сопротивления в полном соответствии с экспериментом. Тем самым подтверждается применимость теории ГЛАГ к C2b, что само по себе не очевидно, так как эта теория была создана для однородных сверхпроводников второго рода<sup>х)</sup>.

х) Применимость ГЛАГ к C2b подтверждается и тем фактом, что верхнее критическое поле в случае концентрированных сплавов, в которых холодная деформация не меняет заметно  $\rho_n$ , не зависит от того, находится ли металл в литом состоянии ( $c j_c \rightarrow 0$ ) или в сильнодеформированном состоянии ( $c j_c = 10^4 - 10^5$  а/см<sup>2</sup>) /6-8/, а также хорошим совпадением экспериментально найденных значений верхнего критического поля /6/ с вычисленными по теории ГЛАГ (без применения подгоночных параметров).

В диссертации подробно рассматриваются положения модели Андерсона. В частности, показано, что простая зависимость критического тока от поля вида 
$$j_c = \frac{a_c}{H_a + H_0}$$
 (где  $a_c$  и  $H_0$  - константы) подтверждается лишь в отдельных частных случаях. Однако эта зависимость получена в предположении, что энергия взаимодействия между флюксонами и центрами пиннинга не зависит от поля. В действительности это не так, о чем говорят результаты прямых измерений сил пиннинга при отсутствии транспортного тока [8-10]. В конце первой главы анализируются попытки расчета сил взаимодействия между флюксонами и различными дефектами решетки (дислокациями, порами, микронеоднородностями). Проблема расчета зависимости критической плотности тока от поля и температуры по измеряемым характеристикам сплавов является весьма сложной, и количественная теория еще не построена. Более того, для объяснения экспериментальных фактов все еще используются две совершенно различные модели критических токов, указанные выше. Вследствие этого по-прежнему представляется важным определение общих тенденций в поведении  $j_c$  и постановка экспериментов для однозначного выбора модели критических токов в применении к тем или иным сверхпроводящим материалам.

## 2.

Во второй главе диссертации описана аппаратура, которая была разработана и изготовлена специально для исследования критических токов в жестких сверхпроводниках. Металлический гелиевый криостат с необходимым оборудованием (рис. 1) предназначен для размещения сверхпроводящих магнитов, с помощью которых создавались требуемые магнитные поля. Криостат имеет измеритель уровня жидкого гелия с датчиком из сверхпроводящего сплава Nb-75%Zr, отличающийся рядом преимуществ по сравнению с датчиками других типов. Для работы с ним изготовлен прибор, с помощью которого также производятся измерения температуры и управление нагревателем внутри криостата. Электропроводы в криостат осуществляются через герметичные штексельные разъемы.

Для питания многосекционных сверхпроводящих соленоидов разработан комплекс устройств, включающий следующие элементы: транзисторный регулятор тока, состоящий из трех независимых групп, которые могут работать в

любой комбинации друг с другом (максимальный ток 170 а); группу контактов; пульт управления, позволяющий вводить токи с заданными скоростями одновременно в три секции и имеющий автоматические устройства для отключения тока при разрушении сверхпроводимости, а также различные блокировки.

Для создания магнитных полей напряженностью несколько десятков килогаусс, которые необходимы при исследовании  $j_c(H)$  образцов, был изготовлен и испытан ряд сверхпроводящих магнитов, которые, как правило, могли работать в режиме "замороженного поля". При этом использовался опыт, полученный нами при работе с магнитами, обмотка которых изготавливалась из свинца [11] (в то время жесткие сверхпроводники еще не были открыты). В конце главы описаны устройства для измерения критических токов образцов, а также для измерения магнитных полей и температур.

## 3.

С помощью этой аппаратуры были проведены обширные исследования сверхпроводящих свойств сплавов Nb-Zr, результаты которых в систематическом виде изложены в третьей главе, состоящей из пяти разделов. Основное внимание уделено изучению сплавов ниобия с большим содержанием циркония, подвергнутым различным термомеханическим обработкам. Одна из главных задач состояла в исследовании влияния на критическую плотность тока ( $j_c$ ) различных видов дефектов кристаллической решетки (дислокаций, зародышей рекристаллизации, внедренных инородных частиц, зерен окислов, выделений новых фаз). При этом были выявлены общие тенденции в поведении изучаемых сплавов, для чего сравнивались результаты, полученные на большом числе образцов, так как в противном случае всегда имелся риск неверно оценить то или иное явление из-за случайного влияния одного из многочисленных металлургических факторов, меняющих свойства сплавов (всего было проведено около 800 измерений различных образцов). Необходимость выявления тенденций в немалой степени диктовалась отсутствием количественной теории критических токов.

Чтобы понять и объяснить влияние термообработки на критическую плотность тока, необходимо проанализировать, что именно происходит при этом в исследуемых сплавах. С этой целью в первом разделе третьей главы рассмотрена диаграмма состояния системы Nb - Zr и влияние на нее примесей кислорода, а также описаны некоторые известные физические свойства сплавов ниобия с цирконием. Наиболее подробно изложены процессы, происходящие при низкотемпературном ( $< 600^\circ\text{C}$ ) отжиге, когда наблюдается распад с выделением  $\alpha$ -фазы и образование субмикроскопических частиц  $\omega$ -фазы, обладающих плохими сверхпроводящими свойствами.

Во втором разделе описаны способ приготовления и характеристика исследованных в работе образцов, которые представляли собой ленточки толщиной 0,03-0,06 мм и шириной 0,5 мм, либо проволоки диаметром 0,2-0,3 мм. Образцы подвергались либо промежуточному (с последующей холодной деформацией), либо конечному отжигу. При измерении  $j_c$  ленточные образцы, как правило, располагались так, что плоскость прокатки была параллельна полю, кроме тех случаев, когда измерялась анизотропия критического тока.

В следующих двух разделах третьей главы рассматриваются результаты исследования Nb - Zr сплавов. Прежде всего нами были изучены холоднодеформированные сплавы разных составов, так как вскоре после открытия в 1861 г. необычно высоких критических токов в жестких сверхпроводниках мало что было известно о зависимости свойств сплавов этой системы от состава. Оказалось, что с увеличением содержания циркония с 25 до 80%  $T_c$  уменьшается с 11,2 до  $8,3^\circ\text{K}$ ,  $j_c$  в области средних полей падает более, чем на порядок, а  $\rho_n / \rho_{293^\circ\text{K}}$  возрастает почти до единицы. Эти результаты согласуются с данными других исследователей (см., например, <sup>13/</sup>). Столь сильное уменьшение  $j_c$  может быть объяснено, по-видимому, значительным снижением максимальной возможной плотности дислокаций в сплавах, богатых цирконием, по сравне-

нию со сплавами Nb - (10-30)% Zr, имеющими гораздо более высокий модуль нормальной упругости.

Неожиданными оказались результаты измерений  $j_c$  в сплаве Nb - 75% Zr, закаленном после 20-минутной выдержки при температурах  $900-1400^\circ\text{C}$ <sup>14/</sup>. При таких температурах сплавы ниобия с цирконием полностью рекристаллизуются (рис. 2), и, следовательно, можно было ожидать очень низких плотностей тока. Однако эксперимент показал, что с увеличением температуры от  $1000$  до  $1400^\circ\text{C}$   $j_c$  (27 кгс) увеличилась от  $4 \cdot 10^2$  а/см<sup>2</sup> до  $10^4$  а/см<sup>2</sup> (рис. 3). При этом резко возросла и твердость сплава. Рентгенографические исследования показали, что в однородном твердом растворе появились внедрения карбида циркония. На рентгенограммах линии ZrC непрерывны, из чего можно заключить, что размер частиц порядка  $10^{-5}$  см. Образование карбида циркония обусловлено взаимодействием с парами диффузионного масла. Таким образом, удалось показать, что  $j_c$  действительно может сильно возрастать в сплавах, которые вообще не подвергались деформации, если увеличивается плотность мелкодисперсных включений с "плохими" сверхпроводящими свойствами. Кроме того, найден удобный способ менять плотность таких включений, варьируя время и температуру отжига.

В другой серии экспериментов<sup>14/</sup> удалось обнаружить трехкратное возрастание  $j_c$  (в поле 6 кгс при  $T=4,2^\circ\text{K}$ ) после отжига при  $600-750^\circ\text{C}$  загрязненного кислородом ниобия. Рентгенографические исследования на этот раз обнаружили наличие окислов ниобия, дисперсные частицы которых, по-видимому, и способствуют повышению  $j_c$  по сравнению с холоднодеформированными образцами. С другой стороны, отжиг чистого ниобия при температурах  $500-700^\circ\text{C}$  (меньших температуры рекристаллизации) неизменно приводил к снижению критической плотности тока. Отсюда можно сделать важный вывод, что зародыши рекристаллизации не повышают  $j_c$ , так как они обладают теми же сверхпроводящими свойствами, что и матрица.

До сих пор рассматривались свойства сплавов в состоянии бета-твердого раствора. В четвертом разделе третьей главы приведены результаты изучения влияния на сверхпроводящие свойства выпадения зерен новых фаз, образующихся



в результате распада однородного твердого раствора при отжиге сплавов ниобия с 65-80% циркония.

Наиболее полно в реферируемой диссертации исследовано влияние низкотемпературного отжига ( $\leq 550^\circ\text{C}$ ), так как именно такой отжиг приводит к максимальному росту  $j_c$  в сплавах ниобия с большим содержанием циркония /12,14-17/.

В первых параграфах раздела рассмотрены общие тенденции зависимости  $j_c$  от времени и температуры отжига. На рис. 4 приведены некоторые кривые  $j_c(H)$  для сплавов разного состава (67-75% Zr), подвергнутых промежуточному одночасовому отжигу, а на рис. 5 - для сплавов Nb - 75% Zr, подвергнутых окончательному отжигу разной продолжительности при разных температурах. Из рассмотрения обобщенных кривых зависимости  $j_c$  от времени и температуры отжига (типа приведенных на рис. 6 и 7) можно сделать следующие выводы:

1) Оптимальный отжиг приводит к значительному (иногда в 30 раз) росту критической плотности тока, измеренной в средних полях, по сравнению с  $j_c$  холоднодеформированных образцов. При увеличении поля свыше 40-50 кгс/см<sup>2</sup> относительный рост  $j_c$  постепенно уменьшается.

2) Чем выше содержание циркония в сплаве, тем ниже оптимальная температура и тем короче время отжига, приводящего к достижению максимально возможных  $j_c$  (особенно в области высоких полей). Так, например, для Nb - 80%Zr максимальные  $j_c$  достигаются при 450-500<sup>o</sup>C уже через 0,5 час, а для Nb - 65% Zr при оптимальной температуре ~ 600<sup>o</sup>C для достижения максимальных  $j_c$  требуется более двух часов.

3) Критическая плотность тока гораздо сильнее зависит от температуры, чем от времени отжига (при условии, что время больше некоторого минимального, которое необходимо для достижения высоких  $j_c$ ).

4) Вышеописанный рост  $j_c$  в исследованных сплавах происходит при таких условиях отжига, при которых одновременно наблюдаются выпадения мелкодисперсных частиц  $\omega$  - и  $\alpha$ -фаз, о чем свидетельствуют рентгенографические исследования, а также измерения таких свойств, как ТЭДС, удельное сопротивление, микротвердость и т.д.

5) Наиболее высокие  $j_c$  получаются на таких стадиях распада, когда выделяющиеся частицы новых фаз еще не слишком велики.

6) Рост  $j_c$  сопровождается, как правило, уменьшением электросопротивления (особенно остаточного) и внутреннего трения (т.е. уменьшением плотности линейных дефектов).

Кроме выявления таких общих тенденций был проведен ряд исследований, позволивших выяснить отдельные важные детали и обнаружить дополнительно некоторые неизвестные факты.

Так, при исследовании зависимости критической плотности тока от угла между плоскостью прокатки ленты и направлением внешнего магнитного поля было найдено, что в случае Nb - 80% Zr анизотропия почти исчезает, если промежуточный отжиг проводится при 400<sup>o</sup>C /16/. При более низких и более высоких температурах отжига (с последующей холодной прокаткой от 1 до ~ 0,05 мм) анизотропия оказывается значительной (см. рис. 7а). Для сплава с 75% Zr были получены аналогичные результаты, только максимум  $j_{c\perp}/j_{c\parallel}$  сместился к 450<sup>o</sup>C. Таким образом, обнаружено, что в случае промежуточного отжига с последующей холодной деформацией анизотропия отсутствует только тогда, когда в сплаве выделяется метастабильная омега-фаза, частицы которой равномерно распределены в объеме сплава.

Изучена зависимость  $j_c$  от степени холодной деформации после промежуточного отжига /17/. Установлено, что даже относительно небольшая степень деформации (уменьшение диаметра проволоки в 1,5-2 раза) приводит к гораздо более высоким  $j_c$  в области высоких полей по сравнению с конечным отжигом (рис. 8).

Показано, в каких случаях повторный отжиг может приводить к дополнительному росту  $j_c$ , а в каких оставляет эту величину неизменной или даже уменьшает ее.

Описанные выше результаты относились к сплавам, которые перед термообработкой подвергались холодной деформации. Последняя сильно ускоряет процесс распада, вследствие чего высокие  $j_c$  достигаются при сравнительно коротком времени отжига. Однако при этом в сплавах создается характерная

текстура вдоль направления прокатки ленты или протяжки проволоки. Возникал вопрос, не является ли наличие непрерывной нитевидной текстуры необходимым условием повышения критической плотности тока в сплавах. Для ответа на этот вопрос было исследовано влияние отжига на свойства закаленных (недеформированных) сплавов <sup>/14/</sup>. Результаты приведены на рис. 9. Легко видеть, что с увеличением времени отжига при 450°С до 20 часов  $j_c$  в сплаве Nb - 80% Zr увеличилась в 25 раз за счет выделения мелкодисперсных частиц омега-фазы и отчасти альфа-фазы. Аналогичные результаты получены для сплавов Nb - 75% Zr. Таким образом, экспериментально доказано, что для повышения  $j_c$  не обязательно наличие непрерывной "нитяной" структуры в сплавах.

В последних параграфах четвертого раздела приведены результаты исследования изменений  $T_c$  при отжиге <sup>/15,16/</sup>, а также влияние примесей кислорода на сверхпроводящие свойства сплавов ниобия с большим содержанием циркония <sup>/18/</sup>. Необходимость проведения этого исследования диктовалась тем, что кислород влияет на вид диаграммы состояния, а небольшие количества его неизбежно поглощаются при изготовлении и отжиге сплавов. Оказалось, что с повышением содержания кислорода в сплаве увеличивается скорость распада однородного твердого раствора при отжиге. При этом в области оптимальных температур отжига достигаются те же предельные значения  $j_c$ , что и без кислорода, но за более короткое время.

В пятом разделе третьей главы обсуждаются экспериментальные факты, полученные в работе и приведенные в двух предыдущих разделах.

Прежде всего рассматривается применимость той или иной модели критических токов для объяснения результатов, полученных в настоящей работе. Увеличение  $j_c$  в 10-25 раз при повышении плотности мелкодисперсных включений (ZrC,  $\omega$ -фаза) в предварительно полностью рекристаллизованном сплаве (т.е. не имеющем "нитяной" текстуры) убедительно свидетельствует о применимости модели Андерсона, по которой критическая плотность тока зависит от количества центров пиннинга.

Далее делаются оценки размеров частиц, наличие которых в исследованных сплавах приводит к эффективному пиннингу и дается объяснение некоторых результатов на основании модели Андерсона.

Так, оптимальные температура и время отжига, приводящего к максимальным для данного сплава критическим плотностям тока, определяются образованием достаточно мелкодисперсных выделений новых фаз в нужном количестве, служащих центрами пиннинга. Уменьшение оптимальных температуры и времени отжига при увеличении содержания циркония в сплаве связано с более легким выделением частиц альфа-фазы в богатых цирконием сплавах, а также с возможностью выделения омега-фазы, которая образуется лишь в сплавах, близких по составу к Nb - 80% Zr.

Отсутствие анизотропии критического тока после промежуточного отжига ленточек в области выделения метастабильной омега-фазы объясняется равномерным распределением частиц, не меняющимся заметным образом при последующей деформации. Вследствие этого расстояния между центрами пиннинга оказываются одного порядка во всех направлениях.

Более высокие плотности тока, получающиеся в результате промежуточного отжига по сравнению с конечным, можно объяснить следующим образом. Как показали электронно-оптические исследования <sup>/17/</sup>, непосредственно после одночасового отжига при 500°С образуются сравнительно равноосные частицы  $\alpha$ -фазы размером  $\approx 10^{-5}$  см с расстоянием между ними  $\approx 10^{-4}$  см. При последующем волочении мягкие выделения несверхпроводящей альфа-фазы вытягиваются вдоль направления протяжки и их поперечный размер уменьшается до  $\approx 10^{-6}$  см, длина возрастает до  $\approx 5 \cdot 10^{-4}$  см, а расстояние между частицами в поперечном направлении  $\approx 2 \cdot 10^{-5}$  см. Таким образом, в любом поперечном сечении проволоки, холоднодеформированной после отжига, количество несверхпроводящих включений на  $1 \text{ см}^2$  во много раз выше, чем у проволоки, подвергнутой окончательному отжигу и содержащей лишь отдельные, редко расположенные зерна. Отсюда ясно, что на единицу длины одного флюксоида, направленного, как и поле, поперек проволоки, приходится большее число центров пиннинга, вследствие чего и  $j_c$  становится выше, особенно в области больших полей, где плотность флюксоеидов велика.



Таким образом, практически все полученные результаты находят непротиворечивое объяснение на основе модели Андерсона.

Однако для количественных сравнений с ней требуется усовершенствование модели, теоретический вывод зависимости сил пиннинга от поля и температуры в случае разных дефектов решетки. На рис. 10 приведены такие зависимости, полученные на основании экспериментальных результатов. Как видно из рисунка, простая зависимость типа  $j_c = \frac{a_c(T)}{H}$  наблюдается лишь в случае сплавов с низкими  $j_c$ , да и то в ограниченном интервале полей. В случае сплавов с высокими  $j_c$  имеет место гораздо более сложная зависимость объемной силы пиннинга от поля (с максимумом в области средних полей). К настоящему времени накопилось достаточное количество экспериментальных данных, анализ которых, возможно, приведет к созданию количественной теории критических токов в жестких сверхпроводниках.

#### 4.

В последней главе диссертации приводятся результаты исследования сверхпроводящих магнитных систем, созданных на основе сплавов ниобия с большим содержанием циркония.

Изучение эффектов деградации критического тока (т.е. уменьшение  $I_c$  соленоида по сравнению с  $I_c$  короткого образца, помещенного во внешнее поле, равное полю соленоида) в сплавах ниобия с различным содержанием циркония позволило найти связь между этим явлением и эффектами "тренировок" (т.е. увеличением  $I_c$  короткого образца при каждом последующем вводе тока). Чем сильнее проявляются в данном материале эффекты тренировки, тем более выраженными оказываются эффекты деградации. В диссертации проводится обсуждение этого факта.

С целью проверки эффективности сплавов ниобия с большим содержанием циркония в качестве материала обмотки сверхпроводящих соленоидов было решено создать магнит с высокой напряженностью поля. Для этой цели на основании предварительных исследований был выбран сплав Nb-75% Zr, отличающийся рядом преимуществ. Его верхнее критическое магнитное поле превышает 90 кГс при 4,2°K и 120 кГс при 1,2°K<sup>/8/</sup>; критические токи после соответствующего

низкотемпературного отжига оказываются неизменно высокими, причем отсутствуют эффекты тренировок; пластичность его гораздо выше, чем у сплавов с меньшим содержанием циркония. Последнее обстоятельство позволило получить медное покрытие толщиной 0,05-0,07 мм методом плакирования (протяжки проволоки в медном "чулке"), который является наиболее эффективным. В результате подробных исследований<sup>/17/</sup> были определены оптимальные условия термомеханической обработки проволоки из сплава Nb-75% Zr, приводящие к высокому  $j_c$  без потери прочности и пластичности (промежуточный отжиг на диаметре, в 2-3 раза превышающем конечный, при температуре порядка 500°С в течение 0,5-1 час).

В процессе работы возникла необходимость определения однородности проволоки по длине. Для этой цели была разработана оригинальная методика, позволяющая быстро получать данные о критических токах отдельных участков проволоки с целью набора статистики и выявления "плохих" мест. Эта методика подробно описана в диссертации.

В конце четвертой главы изложены результаты испытания магнитной системы, состоящей из комбинации сверхпроводящего соленоида и пары полюсов-вставок из пермендюра<sup>/19/</sup>. Оказалось, что размещение таких вставок из ферромагнетика внутри сверхпроводящего соленоида повышает его критический ток за счет обратного магнитного потока, уменьшающего поле в области внутренних витков. Увеличение  $I_c$  зависит от формы и размеров полюсов, а также от  $\partial j_c / \partial H$  для данного материала в поле, близком к максимальному полю соленоида. Конструкция магнита приведена на рис. 11, а характеристики материала соленоида - на рис. 12. Из этого рисунка видно, что коэффициент деградации плакированной медью проволоки из Nb-75% Zr при 4,2°K почти не отличается от единицы даже в области малых полей. Это свидетельствует о высокой токовой стабильности материала. При понижении температуры до 1,7°K и оптимальном распределении токов в трех секциях соленоида в зазоре между полюсами - вставками было получено магнитное поле 103 кГс (при диаметре полюса 8 мм, диаметре наконечников 1 мм, зазоре 0,6 мм).

Таким образом, проверка свойств термообработанного сплава Nb-75% Zr в качестве материала обмотки соленоида подтвердила его высокую токовую стабильность и эффективность.

## Основные результаты диссертации

1. Создан комплекс аппаратуры для исследования критических токов в жестких сверхпроводниках (включая гелиевый криостат с необходимым оборудованием; систему электронного управления сильными токами и автоматического контроля; ряд исследовательских сверхпроводящих магнитов; устройства для измерения магнитного поля при низких температурах).

2. Измерена зависимость  $T_c$ ,  $\rho_n / \rho_{293^{\circ}\text{K}}$  и критической плотности тока от состава холоднодеформированных сплавов. С увеличением содержания циркония от 20 до 80%  $T_c$  уменьшается от 11,2 до 8,3<sup>o</sup>K;  $j_c$  (27 кгс) падает более, чем на порядок, а  $\rho_n / \rho_{293^{\circ}\text{K}}$  увеличивается от 0,55 почти до единицы.

3. Проведены подробные исследования зависимости критической плотности тока в сплавах Nb с 65–80% Zr от времени и температуры отжига. Обнаружено, что в предварительно холоднодеформированных сплавах критическая плотность тока в полях  $\approx 30$  кгс при  $T = 4,2^{\circ}\text{K}$  увеличивается в 5–30 раз (в зависимости от состава) после кратковременного (0,5–3 час) отжига при температурах 400–550<sup>o</sup>C, достигая  $(1-2) \cdot 10^5$  а/см<sup>2</sup>. При этом чем выше содержание циркония в сплаве, тем ниже оптимальная температура отжига и тем короче время отжига, приводящего к достижению максимально возможных  $j_c$ . Эта тенденция особенно заметна при измерениях  $j_c$  в области высоких полей.

4. Сравнение зависимости от времени и температуры отжига критической плотности тока, с одной стороны, и физических свойств, реагирующих на фазовый состав исследованных сплавов, с другой, показывает, что вышеописанный рост  $j_c$  связан с выделением мелкодисперсных частиц  $\omega$ - и  $\alpha$ -фазы, обладающих плохими сверхпроводящими свойствами, и, как правило, сопровождается уменьшением плотности линейных дефектов. Установлено, что наиболее высокие  $j_c$  получаются на начальных стадиях распада с выделением равновесных фаз, когда частицы еще достаточно мелкодисперсны. Появление зародышей рекристаллизации не приводит к повышению  $j_c$ .

5. Впервые обнаружено, что если после термообработки проводится холодная деформация, то анизотропия критического тока относительно угла между направлением поля и плоскостью прокатки практически отсутствует только в случае выделения в сплаве метастабильной омега-фазы (400–450<sup>o</sup>C). При более высоких и более низких температурах отжига анизотропия оказывается значительной.

6. Экспериментально доказано, что промежуточный отжиг с последующей холодной деформацией приводит к гораздо более высоким по сравнению с конечным отжигом критическим плотностям тока в области полей, превышающих 40–50 кгс.

7. Исследовано влияние примесей кислорода на сверхпроводящие свойства сплавов. Установлено, что с увеличением содержания кислорода распад однородного твердого раствора при отжиге происходит с более высокой скоростью. При этом достигаются практически те же предельные значения  $j_c$ , что и без кислорода, но за более короткое время отжига.

8. На целом ряде примеров показано, что критический ток в сплавах, вообще не подвергавшихся деформации, может быть увеличен во много раз, если тем или иным способом повысить плотность мелкодисперсных включений, обладающих плохими сверхпроводящими свойствами (например, частиц ZrC или  $\omega$ -фазы). Эти результаты подтверждают неприменимость "нитяной" модели критических токов к обычным сплавам и согласуются с полуфеноменологической моделью Андерсона.

9. В результате исследования ряда сверхпроводящих соленоидов показано, что между эффектами тренировок при измерениях  $I_c$  в коротких образцах и деградацией  $I_c$  в соленоидах существует прямая зависимость.

10. Впервые обнаружено, что размещение ферромагнитных полюсов-вставок внутри сверхпроводящего соленоида приводит к некоторому росту его критического тока, одновременно значительно увеличивая магнитное поле в центре системы (на 20–30 кгс). Рост  $I_c$  связан с наличием обратного потока вблизи намагниченных полюсов-вставок.

11. Определены оптимальные условия термомеханической обработки проволоки из сплава Nb – 75% Zr (промежуточный отжиг при температурах  $\approx 500^{\circ}\text{C}$  в течение 0,5–1 час).

Из такой проволоки изготовлена и исследована сверхпроводящая магнитная система, в которой получено поле 103 кгс. Показано, что плакированная медью проволока из Nb – 75% Zr, подвергнутая оптимальной термообработке, отличается высокой токовой стабильностью и почти полным отсутствием эффектов деградации тока.

## Л и т е р а т у р а

1. K. Mendelssohn, J. R. Moore, *Nature*, **135**, 826 (1935); K. Mendelssohn, *Proc. Roy. Soc.*, **A152**, 34 (1935).
2. P. W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.*, **9**, 309 (1962).
3. P. W. Anderson, Y. B. Kim, *Rev. Mod. Phys.*, **36**, 39 (1964).
4. A. R. Strnad, C. F. Hempstead, Y. B. Kim, *Phys. Rev. Lett.*, **13**, 794 (1964); *Phys. Rev.*, **139**, A.1163 (1965).
5. M. J. Stephen, J. Bardeen, *Phys. Rev. Lett.*, **14**, 112 (1965).
6. T. G. Berlincourt, R. R. Hake, *Phys. Rev. Lett.*, **9**, 293 (1962); *Phys. Rev.*, **131**, 140 (1963).
7. J. W. Heaton, A. C. Rose-Innes, *Appl. Phys. Lett.*, **2**, 196 (1963); *Cryogen*, **4**, 85 (1964).
8. J. E. Kuzler, *Rev. Mod. Phys.*, **33**, 501 (1961).
9. B. H. Heise, *Rev. Mod. Phys.*, **36**, 64 (1964).
10. R. W. Meyerhoff, B. H. Heise, *J. Appl. Phys.*, **36**, 137 (1965).
11. И.Н. Гончаров и др. ПТЭ, № 6, 142 (1961).
12. Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, М. Литомиский, В.И. Кузьмин, И.С. Хухарева. Препринт ОИЯИ № 1304, Дубна 1963.  
J. F. Bychkov, I. N. Goncharov, V. I. Kuzmin, M. Litomisky, I. S. Khukhareva, *Proceedings of the 3-rd Regional Conference on low temperature physics*, Publishing House of CSAS, Prague (1964).
13. В.Д. Бородич, А.П. Голубь, А.К. Комбаров, М.Г. Кремлев, Н.К. Мороз, Б.Н. Самойлов, В.Я. Филькин. ЖЭТФ, **44**, 110 (1963).
14. Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, В.А. Мальцев, Л.В. Петрова, М.Н. Токарев, И.С. Хухарева. Препринт ОИЯИ 2782, Дубна 1966.
15. Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, В.И. Кузьмин, И.С. Хухарева. ПТЭ, № 3, 170 (1964).
16. Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, И.С. Хухарева. ЖЭТФ, **48**, 818 (1965).
17. И.А. Баранов, Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, М. Т. Зуев, М. Литомиский, Л.В. Петрова, И. Ружичка, В.Я. Филькин, Р.С. Шмудевич. Препринт ОИЯИ 2612, Дубна 1966. Ф.М.М. **23**, вып. 1, 145 (1967).
18. Ю.Ф. Бычков, И.Н. Гончаров, И.С. Хухарева. *Металлургия и металлургические чистых металлов*, выпуск V, стр. 44, Атомиздат, Москва 1966.
19. И.Н. Гончаров. Препринт ОИЯИ Р-2533, Дубна 1965; ПТЭ, № 2, 236 (1967).

Рукопись поступила в издательский отдел  
10 апреля 1967 г.

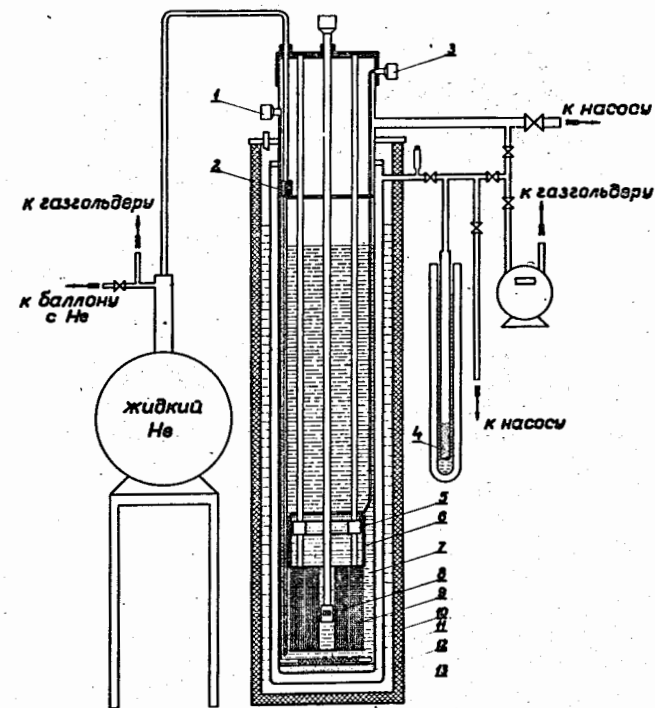


Рис. 1. Гелиевый криостат.

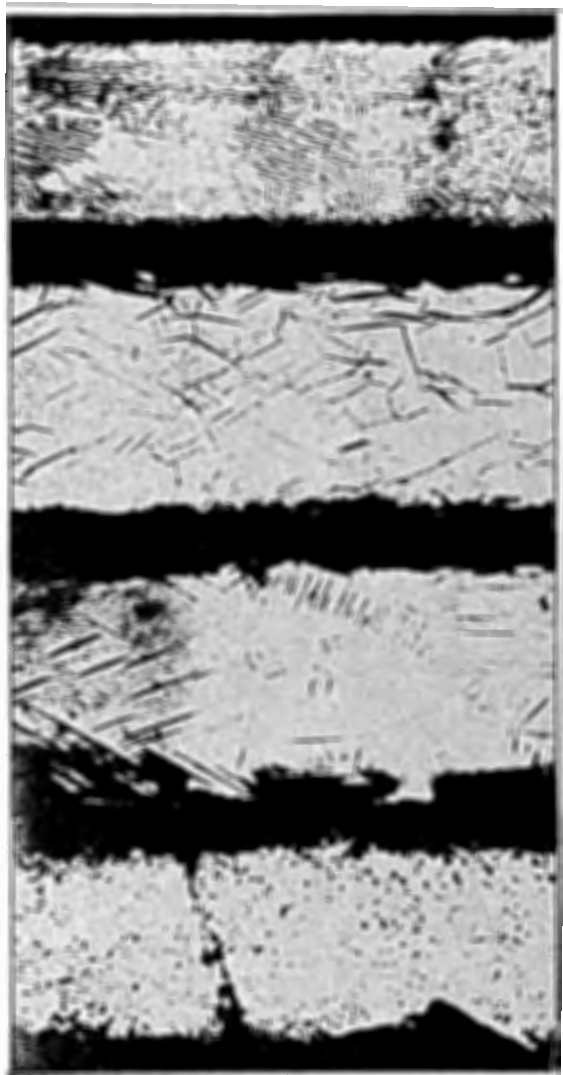


Рис. 2. Микроструктура проволок из Nb - 75% Zr после 20-минутной выдержки при температурах: (1) - 900°; (2) - 1000°; (3) - 1200°; (4) - 1400°С с последующей закалкой.

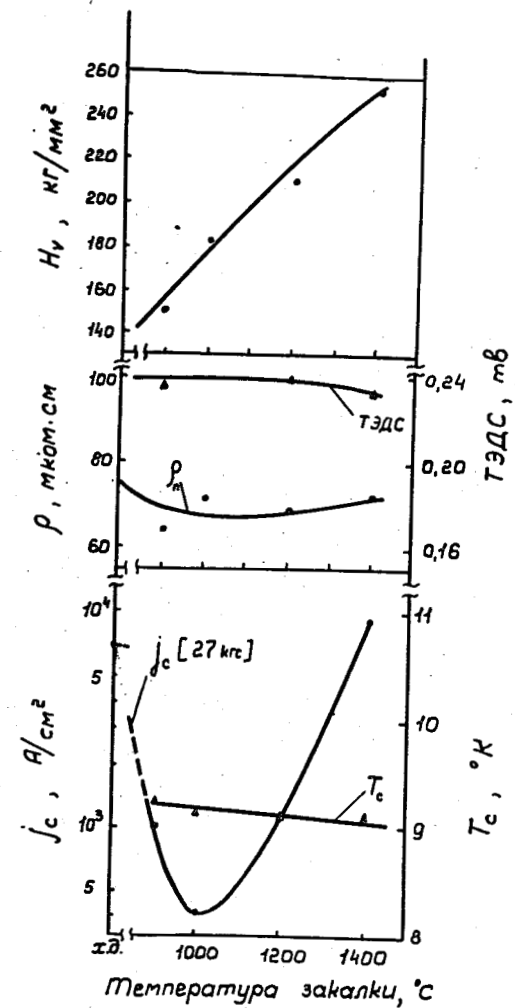


Рис. 3. Влияние закалки от высоких температур на  $T_c$ ,  $J_c$  (27 кгс), твердость  $H_v$ , ТЭДС, остаточное электросопротивление  $\rho_n$  (Nb - 75% Zr)

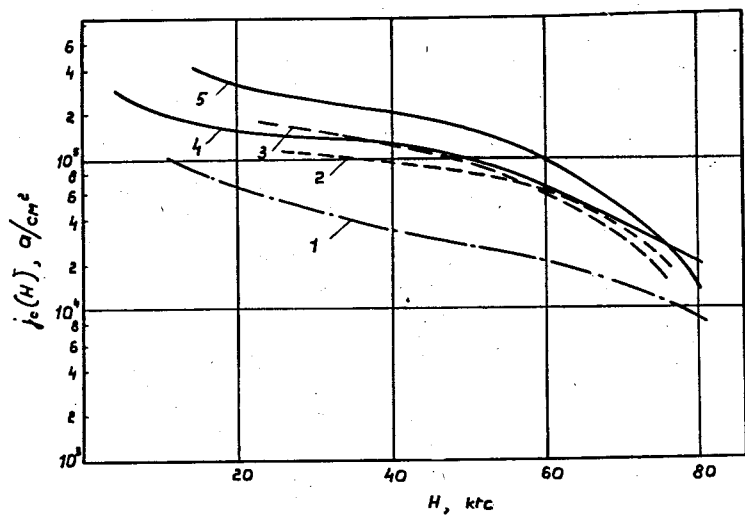


Рис. 4. Зависимость  $j_c(H)$  при  $T=4,2^\circ\text{K}$  проволок из Nb-Zr, подвергнутых промежуточному одночасовому отжигу.

Nb - 75% Zr : (1) -  $570^\circ$ ; (2) - 400 (3)  $500^\circ\text{C}$

Nb - 67% Zr : (4) -  $500^\circ\text{C}$

Nb - 70% Zr : (5) -  $500^\circ\text{C}$

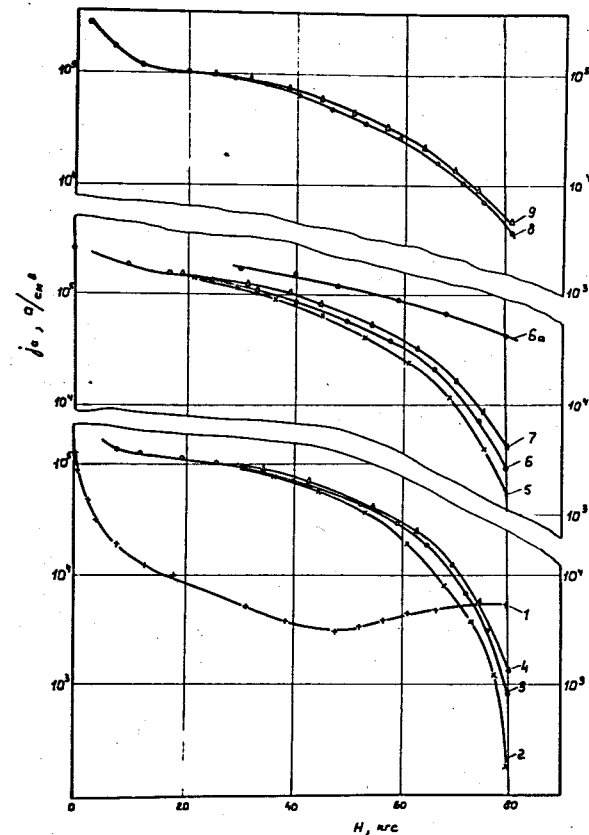


Рис. 5. Зависимость  $j_c(H)$  проволок из Nb-75% Zr, подвергнутых окончательному отжигу при разных температурах и разной продолжительности.  $T=4,2^\circ\text{K}$ : (1) - х.д.; (2) -  $450^\circ$ , 3 ч., (3) -  $450^\circ$ , 1 ч.; (4) -  $450^\circ$ , 0,5 ч.; (5) -  $500^\circ$ , 3 ч.; (6) -  $500^\circ$ , 1 ч.; (7) -  $500^\circ$ , 0,5 ч.; (8) -  $550^\circ$ , 1 ч.; (9) -  $550^\circ$ , 0,5 ч.  $T=1,5^\circ\text{K}$ : (6а) -  $500^\circ$ , 1 ч.

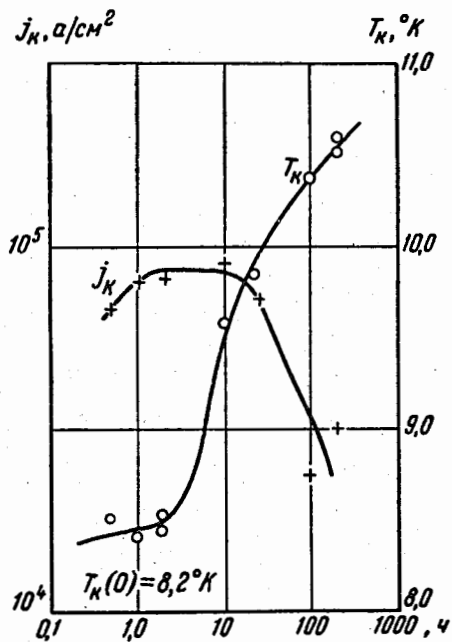


Рис. 6. Зависимость  $j_K$  (27 кгс) и  $T_K$  для сплава Nb-80% Zr от длительности отжига при  $570^\circ\text{C}$ .

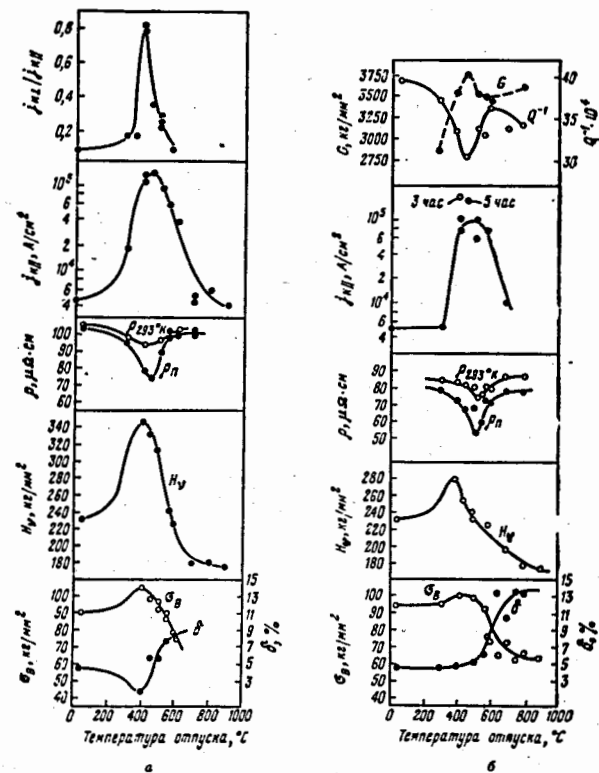


Рис. 7. Зависимость от температуры одночасового отжига физических свойств сплавов: а) Nb-80% Zr ; б) Nb-75% Zr . Анизотропия критической плотности тока  $j_{\parallel}/j_{\perp}$  в поле 17 кгс;  $j_{\perp}$  в поле 27 кгс и удельное электросопротивление  $\rho$  - после промежуточного отжига ленточек толщиной 1 мм с последующей прокаткой до 0,05 мм. Модуль свига  $G$  и внутреннее трение  $Q^{-1}$  измерялись на проволоках  $\phi$  0,25 мм.



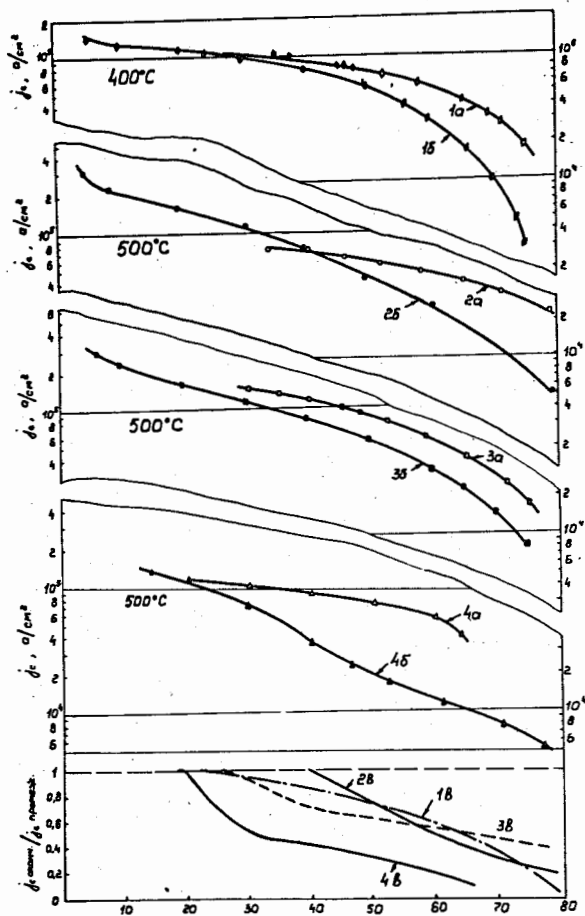


Рис. 8 Зависимость  $j_c$  (H) при  $T = 4,2^{\circ}$  K для образцов из Nb - 75% Zr , подвергнутых одностороннему промежуточному (кривые с индексом "а") и окончательному (кривые с индексом "б") отжигам, Внизу - отношения  $j_{c\text{оконч.}} / j_{c\text{пром.}}$  для соответствующих пар кривых.

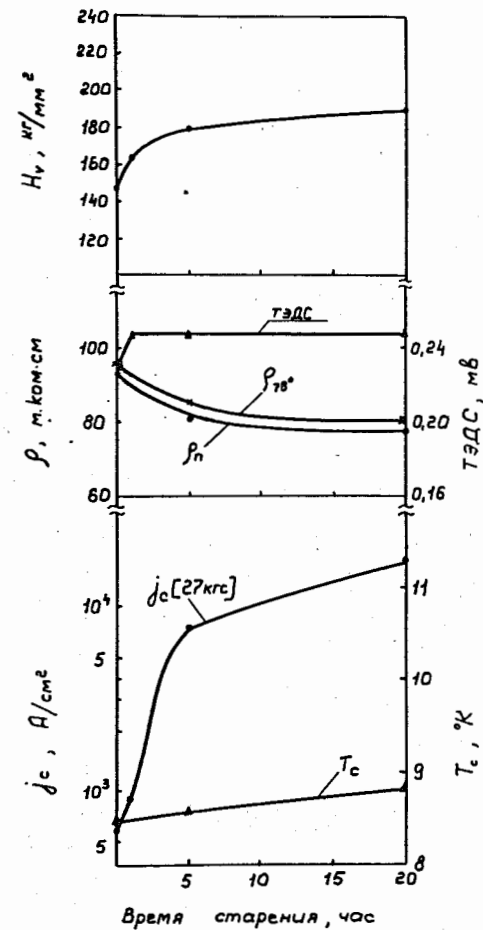


Рис. 9. Измерение физических свойств закаленного от  $900^{\circ}$ C сплава Nb - 80% Zr в зависимости от времени отпуска при  $450^{\circ}$ C ( $\rho_n$  - остаточное электросопротивление,  $H_V$  - твердость).

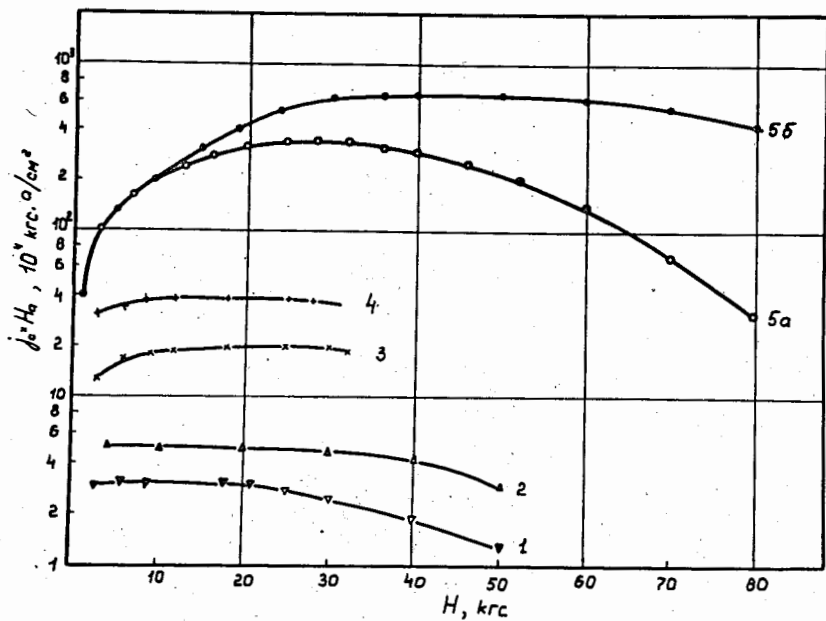


Рис. 10. Зависимость объемной силы пиннинга от напряженности магнитного поля для Nb-75%Zr, подвергнутого разным термообработкам после закалки от 900°C (кривые 1-4) и после холодной деформации (кривые 5). (1) - без дополнительного отжига; (2) - 450°, 1 ч.; (3) - 450°, 5 ч.; (4) - 450°, 20 час; (5) - 500°, 1 час - (5а) при T = 4,2°K, (5б) при T = 1,5°K.

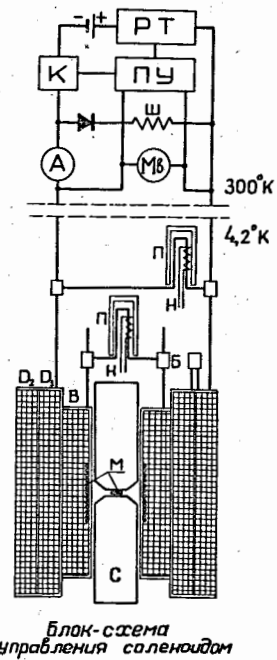


Рис. 11. Блок-схема управления и конструкция сверхпроводящего магнита из Nb - 75% Zr

# Зависимость $j_c(H)$ для проволоки из Nb-75% Zr

- 1a - образец N510
  - 1b - соленид D N510
  - 1b - коэф. деградации N510
  - 2a - образец N520
  - 2b - соленид B N520
  - 2b - коэф. деградации N520
  - 2г - соленид A N520
  - 2г - коэф. деградации соленида A
  - 2e - образец N520
  - 2ж - соленид A N520
- } T=4,2°K  
} T=1,7°K

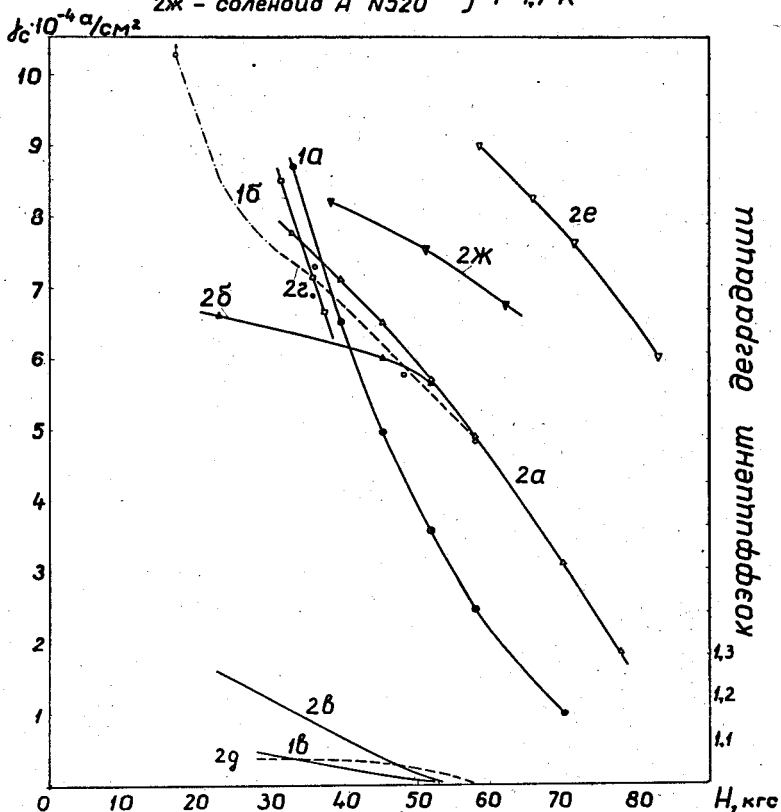


Рис. 12. Зависимость  $j_c(H)$  и коэффициента деградации для проволок из Nb - 75% Zr , подвергнутых окончательному (1) или промежуточному (2) отжигам.