

На правах рукописи



Гурьев Валентин Васильевич

ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО СОСТОЯНИЯ
ТЕКСТУРИРОВАННОГО СВЕРХПРОВОДНИКА Nb-Ti
В СИЛЬНОМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2018

Работа выполнена в Отделении сверхпроводимости Курчатовского комплекса НБИКС-природоподобных технологий Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»)

Научный руководитель: **Круглов Виталий Сергеевич**, кандидат технических наук, руководитель отделения сверхпроводимости Курчатовского комплекса НБИКС-природоподобных технологий НИЦ «Курчатовский институт».

Официальные оппоненты: **Руднев Игорь Анатольевич**, доктор физико-математических наук, профессор Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ» (НИЯУ МИФИ), г. Москва;

Михайлов Борис Петрович, доктор технических наук, старший научный сотрудник Института металлургии и металловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.


Ведущая организация: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва.

Защита состоится 20 декабря 2018 г., начало в 15:00, на заседании диссертационного совета Д 520.009.01 на базе Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» по адресу: г. Москва, пл. академика Курчатова, д.1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте www.nrcki.ru

Автореферат разослан « ____ » _____ 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 520.009.01, к.ф.-м.н.

 А.В. Мерзляков

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

В настоящее время сверхпроводящие материалы широко используются в таких областях науки и техники как ускорительные мега-установки (ЛНС, NICA и др.), установки управляемого термоядерного синтеза (Т7, ITER, EAST и др.), медицинские томографы, транспорт и др. [1]. Развитие сверхпроводниковой индустрии требует разработки аналитических инструментов для моделирования электродинамического поведения как уже применяемых, так и разрабатываемых сверхпроводников [2]. Современная электродинамика технических сверхпроводников далека от завершения и одно из белых пятен в ней это явление поля необратимости.

Поле необратимости (H^*) это величина внешнего магнитного поля, выше которого отсутствует гистерезис (необратимость) намагниченности $M(H)$, но сохраняется сверхпроводящее состояние. Этот феномен впервые наблюдался на высокотемпературном сверхпроводнике (ВТСП) La_2CuO_{4-y} [3]. Вскоре, однако, оказалось, что он является общим для всех технических сверхпроводников, включая традиционные низкотемпературные сверхпроводники (НТСП), такие как Nb_3Sn [4] и $Nb-Ti$ [4; 5; 6].

Поскольку одновременно с исчезновением гистерезиса токнесущая способность снижается на несколько порядков, температурная зависимость поля необратимости $H^*(T)$, или линия необратимости, фактически определяет техническую границу применимости материала в сверхпроводниковых устройствах.

Открытие перехода от необратимой к обратимой намагниченности привело к переосмыслению самого явления сверхпроводимости, поставив ряд фундаментальных вопросов. В частности, является ли область обратимого поведения ниже верхнего критического поля $H_{c2}(T)$ сверхпроводящим состоянием, с существованием куперовских пар и без диссипативных токов вихрей, но с ненулевым макроскопическим сопротивлением? При каких условиях осуществляется истинный фазовый переход в сверхпроводящее состояние? [7]

Таким образом, понимание природы поля необратимости является актуальной задачей как с точки зрения практического применения сверхпроводников, так и фундаментального понимания явления сверхпроводимости.

Объектом исследования в диссертационной работе была выбрана сверхпроводящая лента (толщиной 10 мкм), изготовленная из сплава Nb-50масс.%Ti. В силу ряда причин лента Nb-Ti является удобным модельным объектом для изучения электродинамики технических сверхпроводников, главные из которых:

- Хорошо развитая технология изготовления сверхпроводников Nb-Ti может гарантировать однородность ленты, что обеспечивает воспроизводимость результатов экспериментальных исследований, позволяя изучать физические закономерности, а не индивидуальные особенности конкретных образцов.
- Плоская геометрия ленты позволяет исследовать взаимосвязь векторов электродинамических величин за счет одновременной регистрации продольной и поперечной вольт-амперных характеристик (2D–ВАХ) на образцах, вырезанных под разными углами к направлению прокатки ленты, при различных ориентациях внешнего магнитного поля.

Последнее обстоятельство особенно ценно, поскольку позволяет исследовать поперечное напряжение, четное по отношению к инверсии магнитного поля, возникающее при переходе в нормальное состояние [8; 9]. Как и поле необратимости, этот эффект является общим для НТСП и ВТСП, и его природа остается дискуссионным вопросом.

Кроме упомянутых причин, ленты Nb-Ti как объекты исследования также интересны сами по себе, поскольку за почти шестидесятилетнюю историю изучения сверхпроводников Nb-Ti в фокусе внимания в основном находились провода круглого поперечного сечения. В результате, эффекты, которые могут быть характерны именно для лент, оставались не исследованными. Например, в работе [5] сообщалось о возможной анизотропии верхнего критического поля H_{c2} для поликристаллических лент Nb-Ti, чего никогда не наблюдалось для проводов круглого сечения.

Предметом исследований являлись:

- особенности перехода ленты Nb-Ti из сверхпроводящего в нормальное состояние под действием тока и магнитного поля;
- сопутствующие переходу эффекты: анизотропия верхнего критического поля, возникновение поперечного напряжения при переходе в нормальное состояние, переход от необратимого (гистерезисного) поведения намагниченности к обратимому поведению.

Цель работы состояла в поиске непротиворечивой модели электродинамики лент Nb-Ti, объясняющей явления, наблюдаемые в высоких магнитных полях, вблизи и выше поля необратимости.

Для достижения этой цели решались следующие задачи:

1. Создать стенд для исследования электродинамических характеристик сверхпроводящих лент с возможностью одновременной многоканальной регистрации их вольт-амперных и вольт-полевых характеристик.

2. Детально исследовать структурные и микроструктурные характеристики лент Nb-Ti, такие как фазовый состав, кристаллографическая текстура, распределение зерен по форме и размерам, включая их изменение после термообработки ленты.

3. Исследовать электромагнитное состояние лент Nb-Ti в высоком магнитном поле, и проверить предсказания существующих моделей с целью установления природы поля необратимости и определения состояния, в котором находится сверхпроводник выше поля необратимости.

4. Установить связь между низко- и высокополевыми состояниями, разделёнными полем необратимости.

5. На основе полученных данных предложить непротиворечивую модель для объяснения наблюдаемых явлений, согласующуюся с классическими представлениями об электродинамике сверхпроводников Nb-Ti.

Для решения этих задач использовались следующие методы.

Основным методом экспериментального исследования являлся усовершенствованный транспортный метод определения токонесущей способности, позволяющий получать двумерные вольт-амперные характеристики 2D-ВАХ в среде жидкого гелия при атмосферном давлении в

криостате с двухсекционным сверхпроводящим соленоидом в полях до 13 Тл.

Оценка полевой зависимости критического тока и определение величины поля необратимости проводились путём измерения полевой зависимости магнитного момента, с помощью датчиков Холла.

Для определения критической температуры использовался метод магнитного экранирования.

Исследование кристаллографической текстуры и количественный фазовый анализ образцов проводились методами рентгеновской дифракции на лабораторных установках и станции синхротронного излучения.

Микроструктура и морфология образцов исследовалась методом просвечивающей электронной микроскопии.

Научная новизна работы

В работе впервые:

1. Прямым транспортным методом обнаружена и систематически изучена анизотропия верхнего критического поля холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti. Предложено объяснение этого эффекта, включая наблюдаемые особенности изменения ширины сверхпроводящего перехода при изменении ориентации поля и уменьшения параметра анизотропии после термообработки ленты.
2. Экспериментально показано, что в области верхнего критического поля возникает поперечное напряжение, имеющее четный характер по отношению к знаку магнитного поля и изотропное по отношению к изменению угла между направлением поля и плоскостью ленты. Эффект, который не может быть объяснен движением вихрей.
3. Обнаружен аномальный гистерезис вольт-амперных характеристик в магнитных полях выше поля необратимости, что указывает на формирование состояния гранулированного сверхпроводящего стекла в этой области.
4. Предложен новый подход к описанию электромагнитного состояния сверхпроводящих лент в сильных магнитных полях, вблизи и выше поля необратимости, основанный на модели микронеоднородного материала с

различными величинами критического поля внутри и на границах зерен, изменяющий распространенное представление о поле необратимости как о проявлении тепловых флуктуаций и/или плавлении вихревой структуры.

Эти положения, наряду с конкретными результатами исследования, выносятся на защиту.

Достоверность результатов, полученных в работе, обеспечена обоснованностью выбора объекта исследования, адекватностью методик исследования поставленным задачам и использованием взаимодополняющих методов при исследовании наблюдаемых явлений. Эксперименты проведены на современном оборудовании в условиях полной воспроизводимости экспериментальных данных. Полученные научные результаты опубликованы в отечественных и зарубежных рецензируемых изданиях и согласуются с результатами исследований других авторов.

Теоретическая значимость и практическая ценность работы

В работе экспериментально доказано, что причиной явления поля необратимости в лентах Nb-Ti является неоднородность их сверхпроводящих свойств. Этот факт определяет границу применимости вихревой картины для описания электродинамики сверхпроводников и должен быть учтен при развитии теории.

Выводы, сделанные в работе, могут быть использованы при разработке технологий производства сверхпроводящих материалов, в частности, при создании многослойных наноструктурных композиционных сверхпроводников с улучшенными токонесущими характеристиками.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на 11 международных и всероссийских научных конференциях и семинарах: Всероссийской научно-технической конференции «Материалы ядерной техники «МАЯТ-2014»» (Звенигород, 2014 г.); XXV Российской конференции по электронной микроскопии (Черноголовка, 2014 г.); XIX Российском симпозиуме по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (Черноголовка, 2015 г.); III Национальной конференции по прикладной сверхпроводимости (НКПС-

2015, Москва, 2015 г.); II международной конференции «Плазменные, лазерные исследования и технологии» (Москва, 2016 г.); XIV Курчатовской междисциплинарной молодежной научной школе (Москва, 2016 г.); Первом Российском кристаллографическом конгрессе (Москва, 2016 г.); XVI конференции молодых ученых и специалистов «Новые материалы и технологии» (КМУС-2017, Санкт-Петербург, 2017 г.); Национальной молодежной научной школе «Синхротронные и нейронные исследования» (СИН-нано-2017, Москва, 2017 г.); Московском международном симпозиуме по магнетизму (МИСМ-2017, Москва, 2017 г.); 22-ой международной конференции молодых ученых и специалистов (AYSS-2018, Дубна, 2018 г.).

По теме диссертации опубликовано 19 работ, в том числе, 7 статей в рецензируемых научных журналах из списка ВАК (из них 3 статьи входят в перечень Scopus, 1 статья – в Web of Science) и 12 тезисов докладов в трудах конференций.

Личный вклад автора

Автор активно участвовал в постановке задач, выборе методов и разработке методик исследования. Лично разработал и создал стенд для электродинамических испытаний сверхпроводящих лент. Выполнил эксперименты и обработал экспериментальные данные по электродинамике сверхпроводников, предложил оригинальные модели для объяснения наблюдаемых явлений. Провел обработку экспериментальных данных и анализ результатов структурных и электронно-микроскопических исследований.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы из 100 наименований. Общий объем работы составляет 162 страницы, включая 87 рисунков, 10 таблиц, 35 формул.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель и поставлены конкретные задачи исследования, описана структура диссертации.

Первая глава посвящена обзору литературы. Приведена краткая справка из истории сверхпроводимости, касающаяся развития электродинамики технических сверхпроводников. До начала 1960-х внимание научной общественности было в основном приковано к сверхпроводникам, демонстрирующим обратимую зависимость магнитного момента от внешнего магнитного поля $M(H)$. В 1960-х обнаружилось, что токнесущая способность тем выше, чем выраженнее необратимость (гистерезис) зависимости $M(H)$. С этого момента сверхпроводники стали активно внедряться в технику. С открытием ВТСП оказалось, что от обратимого поведения $M(H)$ избавиться полностью не удаётся – существует поле, выше которого намагниченность обратима, но материал, тем не менее, еще не переходит в нормальное состояние. Это поле получило название «поле необратимости». Оно характерно для всех технических сверхпроводников, включая НТСП. Историческая справка завершается списком современных технических сверхпроводников.

Проведен обзор существующих моделей, предложенных для объяснения природы поля необратимости. Все они требуют либо наличия гранулярных свойств (модель гранулированного сверхпроводящего стекла), либо существенного влияния тепловых флуктуаций (модель плавления вихревой решетки и модель гигантского крипа потока). Однако известно, что гранулярность не является общим свойством технических сверхпроводников, а тепловые флуктуации не существенны для объёмных сверхпроводников при температуре кипения жидкого гелия. С другой стороны, общим для всех технических сверхпроводников свойством является структурная неоднородность [10], и, следовательно, её наличие может служить более разумной отправной точкой для объяснения поля необратимости.

Описываются микроскопические механизмы пиннинга на границах зерен в однофазных сплавах Nb-Ti и то, к каким особенностям возникновения сопутствующего электрического напряжения в высоких магнитных полях они приводят.

Приводится обзор моделей для объяснения четного поперечного напряжения (ЧПН), возникающего при резистивном переходе

сверхпроводника в нормальное состояние. Обращается внимание на то, что экспериментальная проверка, позволяющая отдать предпочтение какой-либо модели, до сих пор не проводилась.

Подробно анализируется единственная существующая на сегодняшний день работа об обнаружении анизотропии верхнего критического поля для лент Nb-Ti [5]. Сделано заключение, что наличие самой анизотропии и предложенная для объяснения наблюдаемых явлений модель представлены в ней не вполне убедительно.

Во второй главе обосновывается выбор ленты Nb-Ti в качестве объекта исследования, описывается приготовление образцов для электродинамических испытаний, методики проведения электродинамических, рентгеновских и электронно-микроскопических исследований.

В работе использовались образцы двух типов: холоднокатаные ленты Nb-Ti и прошедшие дополнительную вакуумную (при остаточном давлении 10^{-2} Па) термообработку при температуре 385 °С в течение 25 часов. Для измерения вольт-полевых характеристик (ВПХ) и вольт-амперных характеристик (ВАХ) в высоких магнитных полях, где токонесущая способность не высока, а поперечные силы малы, использовались нешунтированные образцы, приклеенные к диэлектрической подложке из поликристаллического Al_2O_3 . При испытаниях в низких магнитных полях для обеспечения тепловой стабилизации образцы припаивались к подложке из латуни.

Как ВПХ так и ВАХ регистрировались вдоль и поперек направления транспортного тока одновременно (2D-ВПХ, 2D-ВАХ). Разность потенциалов регистрировалась тремя нановольтметрами Keithley 2182A (один для продольного и два для поперечных дублирующих измерений). Во время проведения эксперимента размах уровня шумов напряжения не превышал 50 нВ. Эксперимент управлялся в программном обеспечении, разработанном автором в среде LabView.

Для определения величины поля необратимости снималась полевая зависимость магнитного момента. Магнитный момент рассчитывался по

разнице показаний двух датчиков Холла, под одним из которых располагался образец. Датчики Холла, смонтированные на специальном зонде, опускались в центр сверхпроводящего соленоида УИС и находились на одинаковом расстоянии от оси соленоида. Для усиления полезного сигнала использовались образцы в виде стопок из 10 сверхпроводящих лент Nb-Ti, вырезанных в форме квадратов 6x6 мм².

Критическая температура (T_c) и её изменения при термообработке исследовались методом магнитного экранирования. Ток задающей катушки имел амплитуду 5 мА и частоту 10 кГц. Этим методом оценена микро- (по ширине перехода) и макро- (по разбросу T_c по ширине ленты) неоднородности лент Nb-Ti.

Исследование кристаллографической текстуры и количественный фазовый анализ проводились на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover ресурсного центра «Рентген» НИЦ «Курчатовский институт» и станции «Структурное материаловедение» Курчатовского источника синхротронного излучения (СМ-КИСИ). Обработка полюсных фигур и построение функции распределения ориентаций (ФРО) проводились в программе M-tech. Полнопрофильный анализ дифракционных картин проводился с использованием программы FullProf, при этом параметры текстуры задавались согласно данным ФРО.

Характерные размеры зерен Nb-Ti и включений α -Ti определялись с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на установке Titan 80-300 ресурсного центра «Нанозонд» НИЦ «Курчатовский институт». Обработка полученных изображений проводилась в программном обеспечении JMicroVision.

Третья глава посвящена результатам рентгеновского и электронно-микроскопического исследования лент Nb-Ti до и после их термообработки.

На рисунке 1 показаны прямые полюсные фигуры для холоднокатаной ленты с ОЦК структурой β -NbTi.

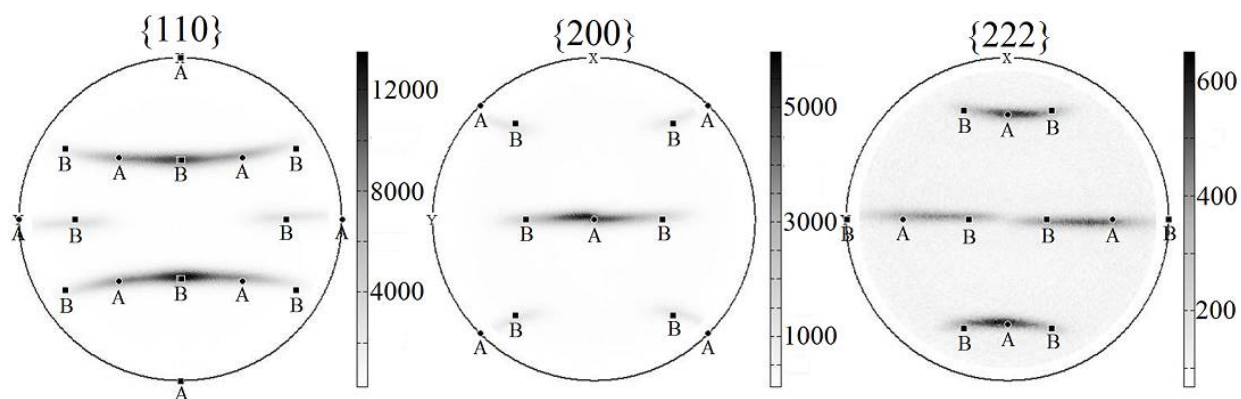


Рис. 1. Прямые полюсные фигуры холоднокатаной Nb-Ti ленты для отражений $\{110\}$, $\{200\}$, $\{222\}$. Направление прокатки вертикальное. Метками А показана компонента $\{100\}\langle 110\rangle$, метками В $\{211\}\langle 110\rangle$.

По данным анализа ФРО текстура холодной прокатки имеет две, примерно равные по объёму, основные компоненты: $\{100\}\langle 110\rangle$ и $\{211\}\langle 110\rangle$ (Рис. 1). В результате термообработки текстура β -NbTi не изменяется, и происходит фазовое расслоение β -NbTi \rightarrow β' -NbTi + α -Ti, с выделением ГПУ фазы α -Ti. Из-за малого количества выделившейся фазы α -Ti полюсную фигуру для неё удалось получить только для одного, наиболее сильного отражения $\{11\bar{2}0\}$. Так как этой информации недостаточно для построения ФРО, определение типа текстуры для фазы α -Ti проводилось путем расчёта прямых полюсных фигур для ГПУ структуры и сравнения их с экспериментальной полюсной фигурой и двумерными дифракционными картинками, полученными в геометрии на просвет (СМ-КИСИ). Расчёты показали, что фазовое расслоение β -NbTi \rightarrow β' -NbTi + α -Ti идет по мартенситному типу ОЦК \rightarrow ГПУ, и текстура фазы α -Ti наследует текстуру исходной фазы β -NbTi. Проведенный с учетом текстуры полнопрофильный анализ дифракционных картин позволил оценить объемную долю α -Ti: менее 1 об.% в холоднокатаной ленте и около 6 об.% после её термообработки [А.2].

Наиболее вероятные размеры зёрен Nb-Ti холоднокатаной ленты, оцененные на основе обработки нескольких десятков ПЭМ-изображений, составили: в направлении прокатки (НП) более 1 мкм, перпендикулярно направлению прокатки (ПП) в плоскости ленты 0.17 мкм и в направлении

нормали к плоскости ленты (НН) 37 нм. Эти результаты подтверждаются оценками, проведенными на основе дифракционных данных [А.7]. После термообработки средний размер зерен Nb-Ti не изменился, а наиболее вероятные размеры выделившихся частиц α -Ti составили в направлении НП – 75 нм, ПП – 41 нм, НН – 16 нм [А.6].

В четвертой главе приводятся результаты экспериментального исследования электродинамики сверхпроводящих лент Nb-Ti в высоких магнитных полях, выше поля необратимости.

Отмечается корреляция величины поля необратимости (H^*) с величиной магнитного поля, при котором экстраполяция полевой зависимости объёмной силы пиннинга достигает нулевого значения (H_F), что согласуется с результатами других авторов. Величина поля необратимости при 4.2 К составила 10.6 Тл и 10.7 Тл для холоднокатаной и термообработанной лент соответственно. Величина верхнего критического поля (H_{c2}) при 4.2 К, определённая по середине резистивного перехода в перпендикулярной геометрии, составила 11.6 Тл и 11.7 Тл (рис. 2).

Показано [А.3], что возникновение поля необратимости нельзя описать в рамках распространённой гипотезы о плавлении вихревой структуры, поскольку поведение вольт-амперных характеристик, построенных в двойных логарифмических координатах, не соответствует предсказаниям модели.

Для объяснения полученных данных предложено использовать модель, развитую ранее [11] для объяснения особенностей возникновения сопутствующего электрического поля в поликристаллических лентах Nb-Ti. Резкое снижение тока и возникновение обратимой зависимости $M(H)$ вблизи H^* связывается с переходом внутреннего объема зерен Nb-Ti в нормальное состояние. Повышенное верхнее критическое поле границ зерен обусловлено эффективным локальным уменьшением длины когерентности из-за уменьшения длины свободного пробега электронов. Согласно результатам электронно-микроскопического исследования (Глава 3), зерна Nb-Ti вытянуты в направлении прокатки ленты и сильно сплюснены в направлении нормали к ней. Этот факт позволяет рассматривать ленту Nb-Ti, в высоких

магнитных полях (выше H^*), как стопки тонких сверхпроводящих пленок (границ зерен) в металлической матрице (образованной внутренними объемами зерен). Такая «слоистая» структура формально аналогична анизотропной (в плане проводимости) кристаллической структуре оксидной ВТСП керамики. И, как и в случае с монокристаллами ВТСП, для неё следует ожидать анизотропии верхнего критического поля. Отметим, что до сих пор ни одна из существующих моделей поля необратимости не предсказывала анизотропии H_{c2} в лентах Nb-Ti.

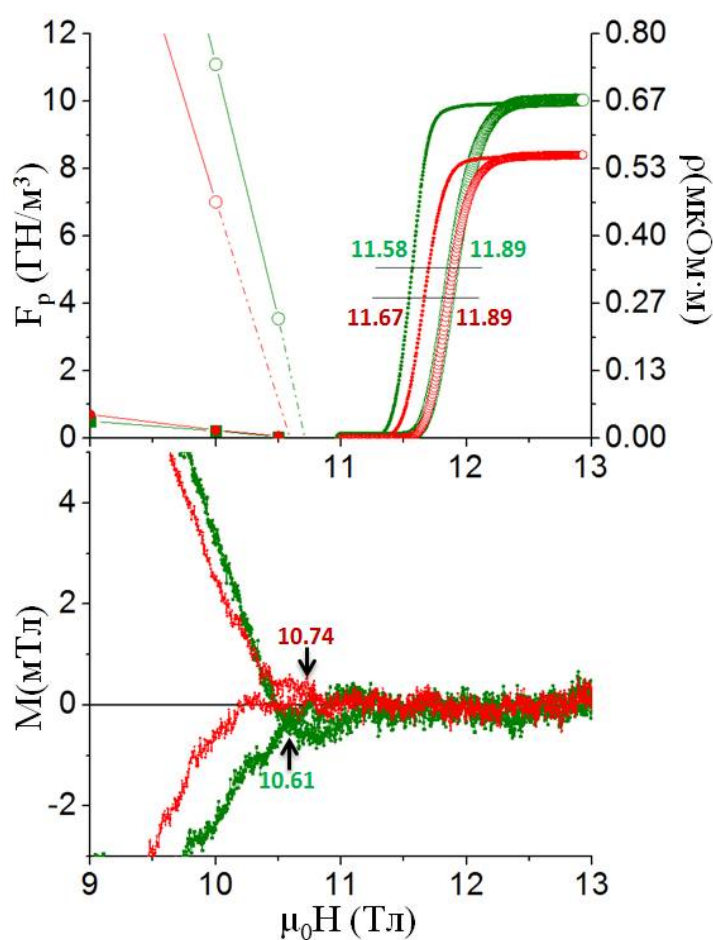


Рис. 2. Объёмная сила пиннинга (F_p), удельное сопротивление (ρ) и магнитный момент (M) в зависимости от величины внешнего магнитного поля для холоднокатаной (зелёный) и термообработанной (красный) лент. На верхнем рисунке открытые символы и толстые линии соответствуют ориентации поля в плоскости ленты, закрытые символы и тонкие линии – направлению поля по нормали к ленте. Числами указаны величины полей, соответствующие серединам переходов. На нижнем рисунке числами указаны величины полей необратимости.

Существование анизотропии H_{c2} в лентах Nb-Ti, полученных прокаткой, доказано экспериментально [А.1]. Величина H_{c2} имеет меньшее значение при ориентации поля перпендикулярно к плоскости ленты, чем при ориентации поля в её плоскости. Разница в величинах H_{c2} составляет ~ 0.3 Тл (2.6%) для холоднокатаной и ~ 0.2 Тл (1.7%) для термообработанной лент (Рис. 2).

Подробно рассмотрены и последовательно отвергнуты три возможные причины существования анизотропии H_{c2} , альтернативные предложенной модели «сверхпроводящих пленок в металлической матрице» [А.1]:

1. Наличие сильной кристаллографической текстуры. Предсказываемая существующей текстурой угловая зависимость верхнего критического поля $H_{c2}(\theta)$ (θ – угол в плоскости перпендикулярной прокатке и отсчитываемый от плоскости ленты, под которым направлено магнитное поле) не согласуется с экспериментальным поведением H_{c2} .

2. Анизотропия плотности критического тока. Показано, что изменение величины возбуждающего тока от 1 мкА до 5 мА не приводит к существенному изменению величины H_{c2} .

3. Модель, предложенная в работе [5], где похожий эффект анизотропии H_{c2} наблюдался на лентах Nb-Ti с высоким содержанием α -Ti. Ключевую роль в этой модели играют частицы α -Ti. Однако в холоднокатаной ленте Nb-Ti, исследованной в настоящей работе, содержание α -Ti пренебрежимо мало (Глава 3), в то время как именно у неё, а не у термообработанной ленты с увеличенным содержанием α -Ti, анизотропия H_{c2} выражена сильнее.

Приводятся результаты исследования четного по отношению к инверсии магнитного поля и, следовательно, не связанного с эффектом Холла, поперечного электрического поля, возникающего при переходе ленты Nb-Ti в нормальное состояние (Рис. 3). Для двух главных ориентаций внешнего поля, в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (ПП) и по нормали к ленте (НН), характер поперечной ВПХ практически не меняется. Из изотропии поперечной ВПХ по отношению к магнитному полю следует, что природа четного поперечного напряжения (ЧПН) не связана с движением вихрей в сверхпроводнике, как это часто предполагается. ЧПН существенно различается для разных поперечных сечений образца, и поперечное сопротивление (ЧПН отнесенное к возбуждающему току) уменьшается с увеличением возбуждающего тока. Все наблюдаемые особенности можно объяснить, если принять, что поперечные измерительному мостику контакты не являются поперечными токовому пути, определяемому дисперсией верхних критических полей границ зерен Nb-Ti. Для термообработанной

ленты ЧПН меняет знак несколько раз, что может быть связано с увеличением степени неоднородности ленты [9] и, как следствие, увеличением дисперсии верхних критических полей.

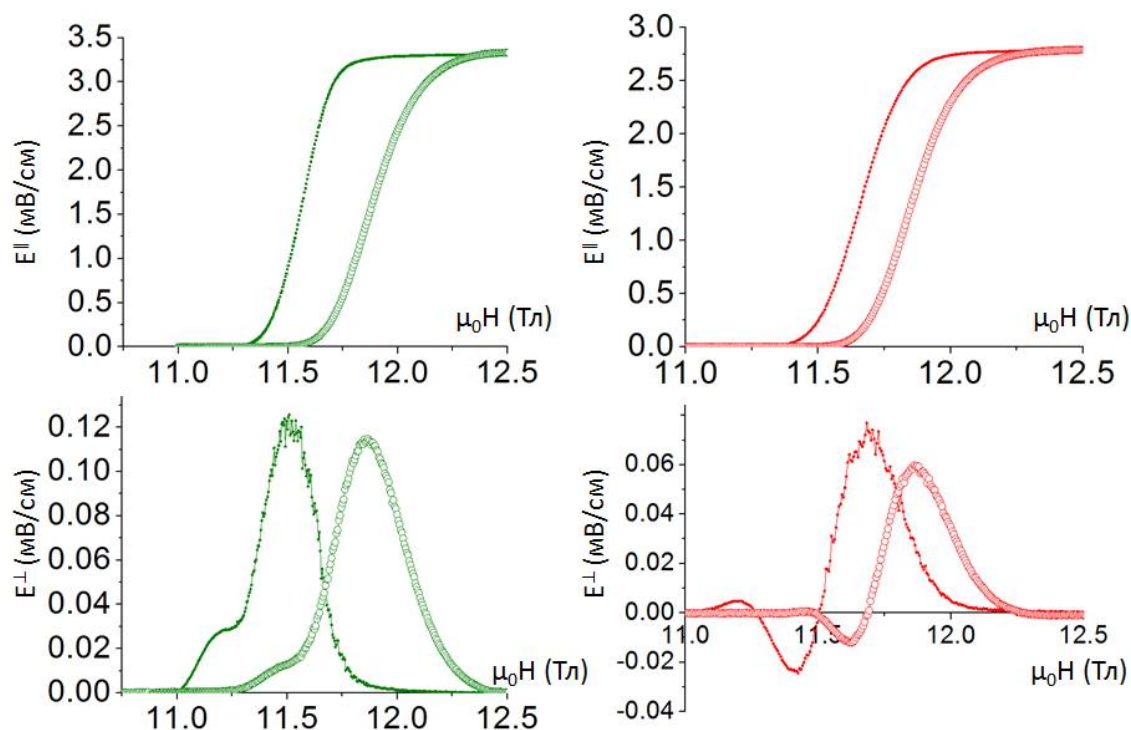


Рис. 3. Продольные (вверху) и поперечные (внизу) электрические напряжения, отнесенные к длине, возникающие при переходе холоднокатаной (слева) и термообработанной (справа) лент Nb-Ti в нормальное состояние при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (открытые символы) и перпендикулярно плоскости ленты (закрытые символы).

В полях выше поля необратимости сверхпроводящие токи значительно снижаются. Это обстоятельство позволяет исследовать переход в нормальное состояние под действием тока в изотермических условиях. На рис. 4, слева, показаны вольт-амперные характеристики образца холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки, в магнитном поле, ориентированном в направлении ПП. В диапазоне электрических полей $10^4 - 10^6$ мкВ/см наблюдается аномальный гистерезис ВАХ, обратный по отношению к тепловому гистерезису, т.е. возвратная ветвь ВАХ лежит ниже прямой ветви. При таких электрических полях сопротивление образца близко к сопротивлению в нормальном состоянии, поэтому нагляднее представить

ВАХ в виде ом-амперных характеристик (рис. 4, справа), как предложено в [12].

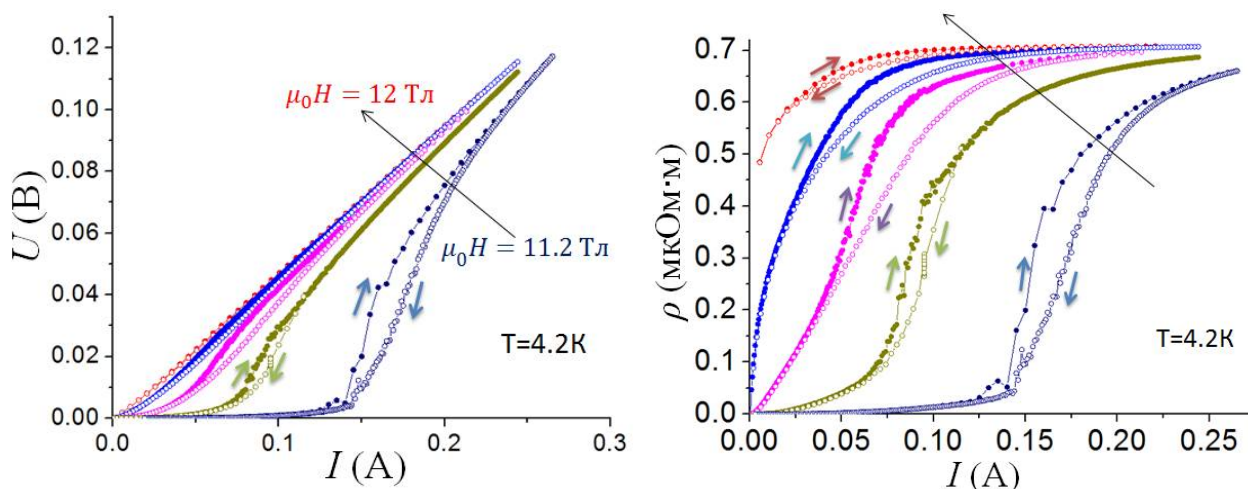


Рис. 4. Экспериментальные вольт-амперные (слева) и ом-амперные (справа) характеристики образца холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки для величин внешнего магнитного поля 11.2 Тл, 11.4 Тл, 11.6 Тл, 11.8 Тл и 12 Тл ориентированного в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (ПП).

Аналогичный, но менее выраженный аномальный гистерезис ВАХ наблюдался также при ориентации поля перпендикулярно плоскости холоднокатаной ленты Nb-Ti и на термообработанной ленте Nb-Ti для ориентации поля в направлениях НН и ПП.

Все вольт-амперные характеристики с аномальным гистерезисом имеют общие особенности, а именно:

- существует пороговое значение тока I_{th} , ниже которого ВАХ обратимы;
- при токах, превышающих пороговое значение ($I > I_{th}$), наблюдается непрерывный набор обратных ветвей ВАХ, связанных с аномальным гистерезисом;
- величина максимального гистерезиса зависит от величины внешнего магнитного поля.

Подобный аномальный гистерезис ранее наблюдался на гранулированных сверхпроводниках [13; 14], где его объяснили особенностями когерентного токового состояния, устанавливающегося

между слабосвязанными сверхпроводящими гранулами. В случае лент Nb-Ti возможно похожее объяснение: в полях выше поля необратимости связи между тонкими сверхпроводящими пленками (границами зерен) ослабляются, и фактически образуется нечто подобное гранулированному сверхпроводнику.

Представленные в этой главе результаты указывают на то, что в высоких магнитных полях, выше поля необратимости H^* , вихри и пиннинг, скорее всего, не играют существенной роли в транспорте тока. Здесь ленту Nb-Ti можно рассматривать как состоящую из стопок плоских сверхпроводящих пленок – границ зёрен. Расстояние между пленками в стопке (толщина зерна Nb-Ti) составляет 37 нм, т.е. много больше длины когерентности $\xi \sim 5.2$ нм. Таким образом, пленки в стопке не связаны через эффект близости. С другой стороны, пленки имеют слабые связи с пленками в других стопках, что проявляется в виде аномального гистерезиса на вольт-амперных характеристиках. Такая структура не совместима с существованием в ней вихрей. При параллельной к плоскости пленок ориентации внешнего поля, каждая пленка является слишком тонкой, чтобы вместить вихрь. В перпендикулярных к плоскости пленок полях, формально возникает двумерная решетка вихрей со средним расстоянием между ними $a_0 \approx \sqrt{\Phi_0/\mu_0 H}$. При 11 Тл расстояние между вихрями составляет ~ 14 нм, величину сравнимую с длиной когерентности ξ . В этих условиях сложно выделить отдельные вихри, скорее, можно говорить о слабой осцилляции сверхпроводящего параметра порядка. Подытоживая сказанное, приходим к заключению, что адекватного описания электродинамики сильно текстурированных сверхпроводящих лент в высоких магнитных полях, выше поля необратимости, стоит ожидать не от вихревой модели, а от описанной выше модели сверхпроводящих пленок (границ зерен Nb-Ti) в металлической матрице (состоящей из внутренних объемов зерен Nb-Ti).

В пятой главе приводятся результаты исследования полевой зависимости объёмной силы пиннига холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti в широком диапазоне магнитных полей, ниже поля необратимости.

При ориентации внешнего магнитного поля в плоскости ленты перпендикулярно транспортному току, полевая зависимость объёмной силы пиннинга имеет куполообразную форму, характерную для сильного пиннинга [15]. При этом для термообработанной ленты максимум силы пиннинга увеличен на ~10% и смещён в меньшие поля на ~1.5 Тл по сравнению с холоднокатаной лентой. Кроме того, в высоких полях полевая зависимость силы пиннинга $F_p(H)$ для термообработанной ленты спадает быстрее, чем для холоднокатаной ленты. Похожие эффекты наблюдались также для ниобий-титановых проводов круглого сечения [16; 17]. Предложено объяснение наблюдаемым эффектам.

При ориентации внешнего магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты Nb-Ti, зависимость силы пиннинга от поля имеет два максимума (Рис. 5). Согласно теории Ларкина-Овчинникова [15], эти максимумы соответствуют переходам от сильного пиннинга к слабому, и их положение задаётся формулами (в системе СГС):

$$b_p^{min} = \frac{g_1}{\tau} \left(1 + \frac{l}{\kappa\xi}\right) \left[1 + \frac{\tau}{g_1} \frac{\pi^2 \xi^2}{l^2} \ln\left(\frac{\pi^2 \tau \xi}{g_1 l}\right)\right]^{-1} \quad (1)$$

$$1 - b_p^{max} = \frac{g_1}{\tau} \left[1 + \left(\frac{\xi^2}{l^2} \frac{\tau}{g_1}\right)^{1/3}\right]^{-1} \quad (2)$$

где $b = H/H_F$ – приведенное магнитное поле, H_F – поле, при котором объёмная сила пиннинга равна нулю, b_p^{min} – положение низко-полевого максимума, b_p^{max} – положение высоко-полевого максимума, g_1 – безразмерный подгоночный параметр, $\tau = 1 - \frac{T}{T_c} = 0.53$ – приведенная температура, l – размер центра пиннинга, κ – параметр Гинзбурга-Ландау, ξ – длина когерентности.

В случае холоднокатаной ленты положения максимумов на полевой зависимости силы пиннинга отвечают значениям параметров $g_1 = 0.1$ и $l = 41$ нм. Размер центра пиннинга l по порядку величины совпадает с размером зерна Nb-Ti в направлении нормали к плоскости ленты, 37 нм (см. Главу 3).

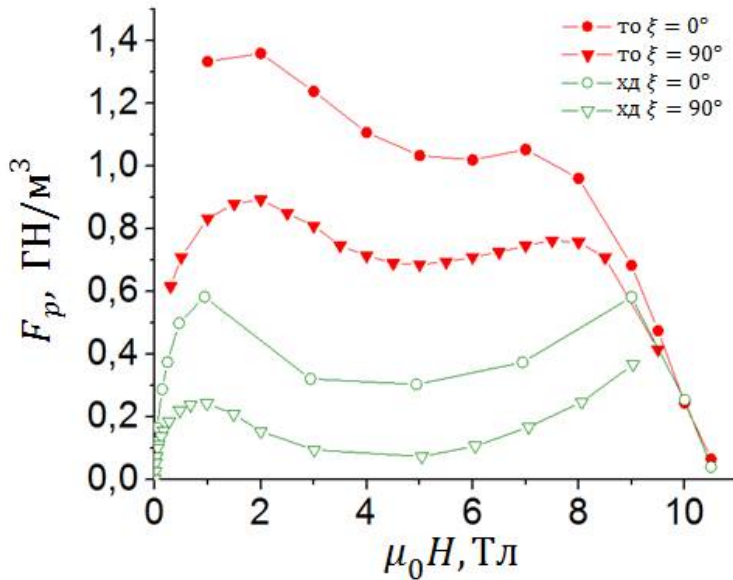


Рис. 5. Полевая зависимость силы пиннинга во внешнем магнитном поле, перпендикулярном плоскости ленты, для холоднокатаной (хд) и термообработанной (то) лент Nb-Ti. Образцы вырезаны вдоль ($\xi=0^\circ$) и перпендикулярно ($\xi=90^\circ$) прокатке.

Силу индивидуального пиннинга холоднокатаной ленты можно оценить двумя независимыми способами – в рамках теории Ларкина-Овчинникова и используя представленные в главе 4 результаты исследования лент Nb-Ti в высоких магнитных полях.

Согласно теории Ларкина-Овчинникова сила индивидуального пиннинга f , в системе СГС [15]:

$$f = \nu g_1 \Delta^2 \xi l_z \left(1 + \frac{l_{\parallel}}{a}\right) \quad (3)$$

где $\nu = 2 \times 10^{34}$ эрг⁻¹ см⁻¹ [18] – плотность состояний на поверхности Ферми, $\Delta = 1.76T_c = 2.2 \times 10^{-15}$ эрг (соотношение БКШ) – энергетическая щель, $l_z \approx l = 4 \times 10^{-6}$ см – размер центра пиннинга в направлении магнитного поля, $l_{\parallel} \approx \xi = 5.4 \times 10^{-7}$ см – размер центра пиннинга в направлении перпендикулярном полю, $a = \sqrt{\Phi_0/\mu_0 H} \approx 2.2 \times 10^{-6}$ см – расстояние между вихрями. Согласно (3), сила индивидуального пиннинга составляет $f = 2 \times 10^{-8}$ дин = 2×10^{-13} Н.

С другой стороны, пиннинг в холоднокатаной ленте можно объяснить уменьшением длины когерентности на границе зёрен Nb-Ti. Из представленных в главе 4 результатов следует, что верхние критические поля для объёма и границ зерен Nb-Ti составляют $H_{c2}^{bulk} = 10.6$ Тл и $H_{c2}^{GB} = 11.6$

Тл соответственно. Отсюда, уменьшение длины когерентности на границе зерна, в высоких магнитных полях:

$$\delta\xi = \left(\frac{\Phi_0}{2\pi H_{c2}^{bulk}}\right)^{0,5} - \left(\frac{\Phi_0}{2\pi H_{c2}^{GB}}\right)^{0,5} = 0.24 \text{ нм} \quad (4)$$

и уменьшение энергии вихря на границе зерна:

$$\delta E = \left(\frac{\mu_0 H_c^2}{2}\right) \pi \xi \delta \xi \times l \quad (5)$$

где $H_c = \frac{H_{c2}}{\sqrt{2\kappa}}$ [1] – термодинамическое критическое поле, $\kappa = 40$ – параметр Гинзбурга-Ландау, l – размер границы зерна в направлении вихря. В формуле (5) выражение в скобках соответствует плотности энергии сверхпроводящего конденсата, вне скобок – выигрыш за счет уменьшения объёма кора вихря. Силу индивидуального пиннинга можно оценить как:

$$f = \frac{\delta E}{\xi} = \frac{\pi \mu_0 H_{c2}^2}{4\kappa^2} \delta \xi l = 4.5 \times 10^{-13} \text{ Н} \quad (6)$$

Оценка (6) и оценка (3), полученная из теории Ларкина-Овчинникова, имеют один порядок величины, что, с учетом существенно разных предпосылок при их выводе, можно считать хорошим согласием. Таким образом, предложенная в настоящей работе модель «сверхпроводящих пленок в металлической матрице» в высоких магнитных полях, $H > H^*$, и модель Ларкина-Овчинникова [15] при $H < H^*$ не противоречат друг другу и являются взаимодополняющими.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработаны методики электродинамических исследований ленточных сверхпроводников в сильном магнитном поле. Создан испытательный автоматизированный стенд с возможностью многоканальной регистрации двумерных вольт-амперных и вольт-полевых характеристик и намагниченности образцов.

2. Проведены исследования структурных и микроструктурных характеристик (фазового состава, кристаллографической текстуры, распределений зерен по форме и размерам) тонких лент, изготовленных на

основе сверхпроводящего сплава Nb-Ti. Определена кристаллографическая текстура холоднокатаных лент. Установлена форма и наиболее вероятные размеры зерен в трёх основных направлениях – по нормали к ленте, перпендикулярно прокатке и вдоль прокатки. Показано, что вакуумная термообработка лент не изменяет кристаллографическую текстуру и размеры зёрен, но приводит к выделению на их границах фазы α -Ti.

3. В сильных магнитных полях, вблизи верхнего критического поля, проведены систематические экспериментальные исследования электродинамических характеристик сверхпроводящих текстурированных лент Nb-Ti:

- Определена величина поля необратимости, и показано ее совпадение с величиной магнитного поля, при котором полевая зависимость объёмной силы пиннинга достигает нулевого значения.

- Впервые доказано существование анизотропии верхнего критического поля в поликристаллических лентах, проведено её детальное изучение, и показано принципиальное отличие от анизотропии в монокристаллах ниобия.

- Показано, что поперечное электрическое поле, возникающее при переходе лент в нормальное состояние, является четным по отношению к инверсии магнитного поля и практически не зависит от угла между плоскостью ленты и направлением поля.

- Впервые обнаружен и изучен аномальный, не тепловой, гистерезис вольт-амперных характеристик лент Nb-Ti в полях выше поля необратимости.

4. Проведено сравнительное исследование полевых, вплоть до поля необратимости, зависимостей объёмной силы пиннинга в лентах Nb-Ti для двух основных направлений магнитного поля – параллельного и перпендикулярного плоскости ленты, и двух основных направлений в ленте – вдоль и поперёк прокатки. Установлено, что:

- В параллельном поле, холоднокатаная лента показывает сильный пиннинг вдоль и поперёк прокатки. После термообработки ленты сильный пиннинг сохраняется для обоих направлений: максимальное значение силы

пиннинга увеличивается незначительно при заметном смещении положения максимума к низким полям.

- В перпендикулярном поле, холоднокатаная лента показывает слабый, на порядок слабее, чем в параллельном поле, пиннинг вдоль и поперёк прокатки. После термообработки пиннинг усиливается более чем в три раза и приближается к сильному пределу.

- В результате термообработки ленты, анизотропия пиннинга снижается тотально – вдоль и поперёк прокатки во всем диапазоне полей для обоих направлений поля;

- Анизотропия пиннинга и её изменение при термообработке объяснены микроструктурой лент Nb-Ti.

5. Предложена новая модель микронеоднородного сверхпроводящего материала с различными величинами критического поля внутри и на границах зерен – модель «сверхпроводящих пленок в металлической матрице», объясняющая эффект поля необратимости, наличие анизотропии верхнего критического поля в лентах Nb-Ti и эффект четного относительно инверсии магнитного поля поперечного электрического поля, возникающего при переходе лент в нормальное состояние. В рамках расширенной модели, по типу модели гранулированного сверхпроводящего стекла, предложено объяснение аномального гистерезиса вольт-амперных характеристик лент Nb-Ti, обнаруженного выше поля необратимости.

6. Проведены расчеты сил пиннинга в лентах Nb-Ti в рамках предложенной модели микронеоднородного материала и классической модели, разработанной для вихревых структур. Показано, что модель микронеоднородного материала не противоречит классической модели, разработанной для вихревых структур, и дополняет её в области высоких магнитных полей, выше поля необратимости.

ОСНОВНЫЕ РАБОТЫ, ОПУБЛИКОВАННЫЕ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Основные результаты диссертации изложены в следующих публикациях:

A.1. V.V. Guryev, S.V. Shavkin, V.S. Kruglov, P.V. Volkov, A.L. Vasiliev, A.V. Ovcharov, I.A. Likhachev, E.M. Pashaev, R.D. Svetogorov, Y.V. Zubavichus. Apparent anisotropy effects of upper critical field in high-textured superconducting Nb-Ti tape // Journal of Physics: Conference Series, (2016), Vol. 747, art. no. 012034

A.2. В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, А.В. Иродова, В.С. Круглов. Особенности фазового расслоения сильно текстурированной ленты из сплава Ti-33ат.%Nb в результате искусственного старения // Вопросы материаловедения, (2017), № 4(92), стр. 29-36.

A.3. В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов. О поле необратимости в низкотемпературном сверхпроводнике Nb-Ti // Ядерная физика и инжиниринг, (2017) Т.8, №1, с. 83-88

A.4. V. Guryev, S. Shavkin, V. Kruglov. Inhomogeneity and irreversibility field of superconducting Nb-Ti tapes. // EPJ Web of Conference, (2018), Vol. 185, 08004

A.5. S. Shavkin, V. Guryev, V. Kruglov, A. Ovcharov, I. Likhachev, A. Vasiliev, A. Veligzhanin, Y. Zubavichus Features of microstructure and magnetic flux dynamics on superconducting Nb-Ti with strong anisotropic pinning // EPJ Web of Conference, (2018), Vol. 185, 080075.

A.6. В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, А.В. Овчаров, М.В. Поликарпова, П.А. Лукьянов, И.М. Абдюханов. Влияние структуры и фазового состава лент из сплава НТ-50 на сверхпроводящие характеристики // ВАНТ, (2018), №1(92) с.23-40

A.7. С.В. Шавкин, В.В. Гурьев, В.С. Круглов, А.В. Овчаров, И.А. Лихачев, А.Л. Васильев, Я.В. Зубавичус Особенности микроструктуры и исследование движения магнитного потока при намагничивании тонкой ниобий-титановой

сверхпроводящей ленты с сильным анизотропным пиннингом // ВАНТ, (2018), №1(92) с.102-110

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. R.G. Sharma, "Superconductivity. Basics and Applications". Springer, 2015.
2. E.Yu. Klimenko, Electrodynamics of High Pinning Superconductors. глава в книге "Superconductivity Theory and Applications" под редакцией А.М. Luiz Rijeka: InTech, 2011.
3. K.A. Muller, M. Takashige, J.G. Bednorz, Flux Trapping and Superconductive Glass State in La₂CuO_{4-y}. *Phys. Rev. Lett.* (1987), **58**, 11.
4. M. Suenaga, A.K. Ghosh, Y. Xu, D.O. Welch, Irreversibility Temperatures of Nb₃Sn and Nb-T. *Phys. rev. lett.* (1991), **66**, 13.
5. L. Cooley, A. Patel, Upper Critical Field Anisotropy in Nb-Ti Tapes. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* (2001), **11**, 1.
6. M.T. Naus, R.W. Heussner, A.A. Squitieri, D.C. Larbalestier, High Field Flux Pinning and the Upper Critical Field of Nb-Ti Superconductors. *IEEE Trans. on App. Supercond.* (1997), **7**, 2.
7. C.M. Rey, A.P. Malozemoff, Fundamentals of superconductivity. глава в книге "Superconductors in the Power Grid" под ред. C.Rey. Amsterdam: Elsevier, 2015.
8. T.L. Francavilla, E.J. Cukauskas, L.H. Allen, P.R. Broussard, Observation of a Transverse Voltage in the Mixed State of YBCO Thin Films. *IEEE Trans. on app. supercond.* (1995), **5**, 2.
9. A. Segal, M. Karpovskii, A. Gerber, Inhomogeneity and transverse voltage in superconductors. *Phys. Rev. B.* (2011), **83**, 094531.
10. N. Poccia, M. Lankhorst, A.A. Golubov, Manifestation of percolation in high temperature superconductivity. *Physica C.* (2014), **503**, 82-88.
11. Е.Ю. Клименко, С.В. Шавкин, П.В. Волков, Проявление макронеоднородности сверхпроводников с сильным пиннингом в зависимостях поперечных ВАХ от магнитного поля вблизи H_{c2}. *ФММ.* (2001), **92**, 3.
12. Е.Ю. Клименко, А.Б. Именитов, С.В. Шавкин, П.В. Волков, Ом-Амперные характеристики сверхпроводников с сильным пиннингом. *ЖЭТФ.* (2005), **127**, 1.
13. С.Г. Романов, Д.В. Шампур, Разрушение током сверхпроводящего состояния в трехмерной решетке слабосвязанных гранул индия в опале. *ФТТ* (2000), **42**, 4.

- 14 О.Г. Турутанов, Аномальный (нетепловой) гистерезис на вольт-амперных характеристиках гранулированных пленок ванадия в магнитных полях. *Вісник Запорізького національного університету*. (2015), 3.
15. A.I. Larkin, Yu.N. Ovchinnikov Pinning in type II superconductors. *Journal of Low temperature Physics*. (1979), **34**, 3/4
16. T. Matsushita, H. Kuper, Enhancement of superconducting critical current from saturation in Nb-Ti wire. I. *Journal of Applied Physics*. (1988), **65**, 5048.
17. H. Kupfer, T. Matsushita Superconducting critical current of Nb-Ti wire with anisotropic defect structure. II. *Journal of applied physics*. (1988), **60**, 5060.
18. M.L. McMillan Transition temperature of strong-coupled superconductors. *Phys Rev*. (1968), **167**, 2.