

УДК 538.945

О ВОЗМОЖНОМ ВЫДЕЛЕНИИ ФАЗЫ, ОБОГАЩЁННОЙ Nb, В СВЕРХПРОВОДЯЩЕМ ИНТЕРМЕТАЛЛИДЕ Nb₃Sn ПРИ ОБЛУЧЕНИИ БЫСТРЫМИ ПРОТОНАМИ

А. Л. Васильев¹, А. Балларино⁵, Л. Боттура⁵, С. Ю. Гаврилкин², П. Н. Дегтяренко^{1,4}, И. А. Каратеев¹, В. С. Круглов^{1,3}, С. Т. Латушкин¹, А. В. Лунев¹, А. И. Рязанов^{1,3}, Е. В. Семенов¹, В. Н. Унежев¹, Р. Флюкегер^{5,6}, С. В. Шавкин¹

Сопоставлены результаты исследования намагниченности и динамической магнитной восприимчивости с изменением микроструктуры пластин сверхпроводящего интерметаллида Nb₃Sn различной толщины, облученных на циклотроне НИЦ КИ быстрыми протонами с энергией 12.8 МэВ до флюенса $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. Определена зависимость температуры сверхпроводящего перехода от суммарной дозы облучения. Для одного из образцов на графике динамической магнитной восприимчивости наблюдается несколько ступенек, соответствующих сверхпроводящим переходам при различных температурах. Выдвинуто предположение о выделении в области максимальных радиационных повреждений образца фазы, обогащённой Nb. Проведенный микроструктурный анализ продемонстрировал появление беспорядочно ориентированных областей, обогащенных Nb, с размерами от 0.1 до 0.5 мкм.

Ключевые слова: низкотемпературные сверхпроводники, Nb₃Sn, радиационные повреждения, магнитная восприимчивость, дифракционная картина, критическая температура, микроструктура, быстрые протоны, флюенс.

¹ НИЦ “Курчатовский институт”, 123182 Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1; e-mail: degtyarenkopn@gmail.com.

² ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр., д. 53.

³ НИЯУ МИФИ, 115409 Россия, Москва, Каширское ш., д. 31.

⁴ ОИВТ РАН, 125412 Россия, Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 2.

⁵ ЦЕРН, ЦШ-1211 Женева 23, Швейцария.

⁶ Университет Женевы, Лаборатория кристаллографии, 1211 Женева 4, Швейцария.

Введение. Хорошо известно, что облучение сверхпроводящего интерметаллида Nb_3Sn быстрыми частицами приводит к изменению его основных критических параметров [1–6]. Природа таких изменений зависит как от начального состояния материала, так и от параметров облучения [7]. В предшествующих работах по исследованию облученных быстрыми протонами с энергиями 32 МэВ, 65 МэВ, и 24 ГэВ образцов Nb_3Sn было продемонстрировано, что облучение быстрыми частицами вначале приводит к увеличению критической плотности тока и верхнего критического поля, а при дальнейшем увеличении флюенса протонов – к их снижению [3, 8, 9]. При этом критическая температура монотонно уменьшается с ростом флюенса.

Изменение морфологии Nb_3Sn , влияющей, в основном, на критическую плотность тока, исследовано, на наш взгляд, недостаточно подробно. Именно по этой причине в настоящей работе представлены результаты исследований изменения критических параметров и микроструктуры высококачественных образцов пластин сверхпроводящего интерметаллида Nb_3Sn до и после облучения быстрыми протонами.

Образцы и экспериментальная методика. Для экспериментов были отобраны образцы пластин сверхпроводящего интерметаллида Nb_3Sn с размерами приблизительно 3×3 мм² с толщинами 0.19 мм (контрольный необлученный образец массой 0.00822 г); 0.22 мм и 0.16 мм (образцы “№ 1” массой 0.0034 г и “№ 2” массой 0.00286 г соответственно). Пластины были вырезаны из объемного цилиндрического слитка Nb_3Sn [9] и для облучения собирались в пакеты, состоящие из двух расположенных друг за другом образцов (рис. 1).

Облучение проводилось в НИЦ “Курчатовский институт” на изохронном циклотроне протонами с энергией 12.8 МэВ и флюенсом $1 \cdot 10^{18}$ см⁻². Ток ионного пучка – единицы мкА, температура образцов при облучении не превышала 100 °С. Согласно проведенным расчетам с использованием программы SRIM-2013, длина пробега в Nb_3Sn для протонов с энергией 12.8 МэВ превышает 300 мкм (рис. 2), поэтому предполагается, что в пакете из двух образцов протоны могут полностью остановиться во второй пластине (образец “№ 2”), образуя в ней пик радиационных повреждений.

Магнитные измерения выполнялись на установке PPMS производства компании Quantum Design. Исследования микроструктуры образцов проводилось при помощи просвечивающего растрового электронного микроскопа TITAN 80-300 (FEI, США).

Результаты и обсуждение. На рис. 3 представлены результаты измерения температурных зависимостей остаточного магнитного момента образцов Nb_3Sn в нулевом внешнем магнитном поле после проведения измерений кривых намагничивания с амплиту-

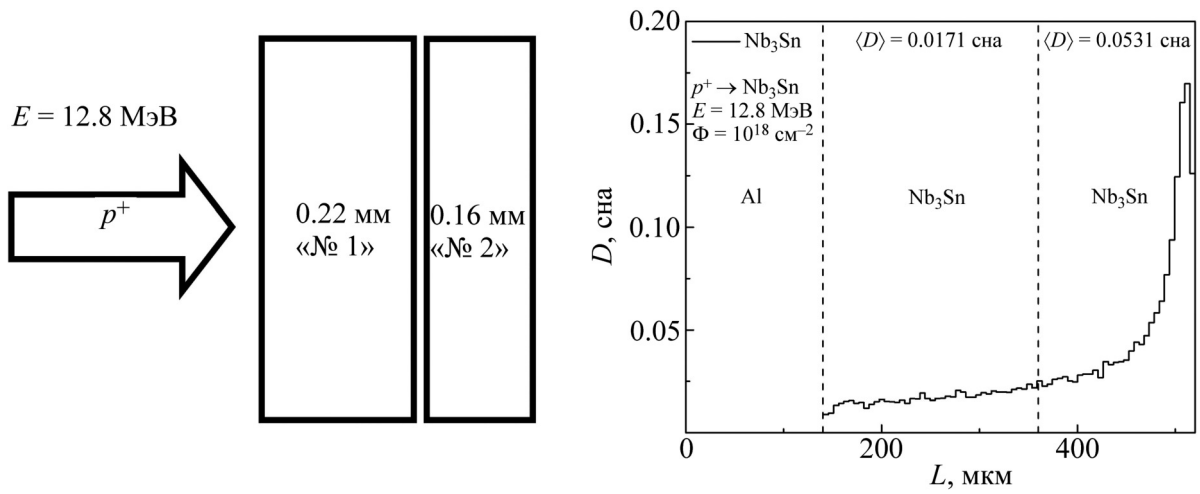


Рис. 1: Схема облучения протонами пары пластин Nb_3Sn .

Рис. 2: Профиль радиационных повреждений в образцах Nb_3Sn , облученных до флюенса 10^{18} см^{-2} . Доза повреждений указана в смещениях на атом (сна). Средние значения дозы радиационных повреждений в образцах толщинами 0.22 и 0.16 мм – 0.017 и 0.053 сна соответственно.

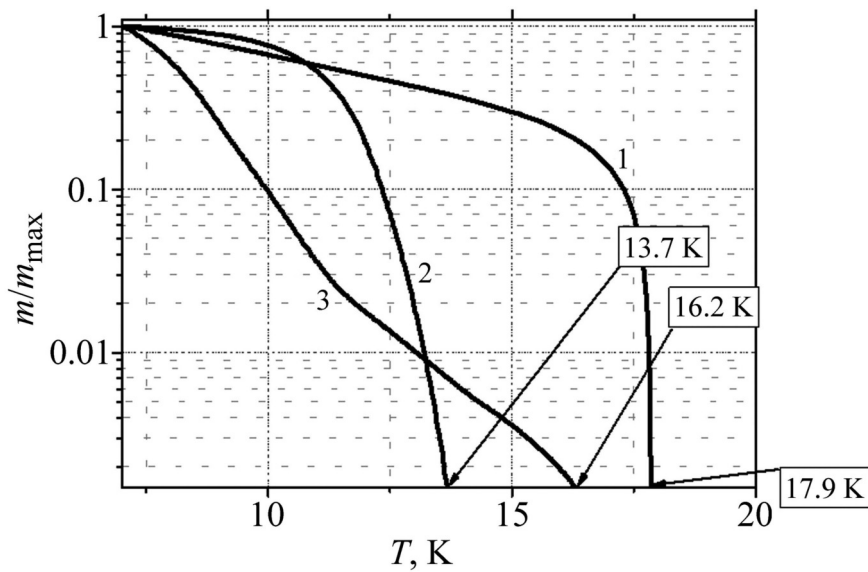


Рис. 3: Температурная зависимость приведенного остаточного магнитного момента образцов. (Кривая № 1 – контрольный необлученный образец; кривые № 2 и № 3 – облученные образцы “№ 1” и “№ 2” соответственно.)

дой 6 Тл при 7 К. Видно, что характер поведения нормированных на максимальное значение (приведенных) кривых для необлученного образца и образцов после облучения существенно отличается. Для необлученного образца температурная кривая резко спадает и магнитный момент обращается в ноль при температуре 17.9 К, что соответствует температуре сверхпроводящего перехода массивного Nb_3Sn [10]. Температурные зависимости остаточного магнитного момента образцов после облучения ведут себя по-другому. Для образца “№ 1” толщиной 0.22 мм на начальном температурном участке кривая проходит выше кривой необлученного образца и только затем резко снижается вплоть до критической температуры. Для образца “№ 2” толщиной 0.16 мм кривая проходит ниже кривой необлученного образца и имеет перегиб при температуре около 12 К.

На основании этих фактов было выдвинуто предположение, что в результате облучения в образце “№ 2” образуется неоднородная структура с различной концентрацией радиационных дефектов по толщине. Для подтверждения этого предположения были проведены измерения кривых температурной зависимости динамической магнитной восприимчивости при амплитуде измерительного переменного магнитного поля 5 Э частотой 37 Гц в диапазоне температур от 2 до 20 К. Эти измерения позволяют выявить неоднородности критической температуры в отдельных областях образца.

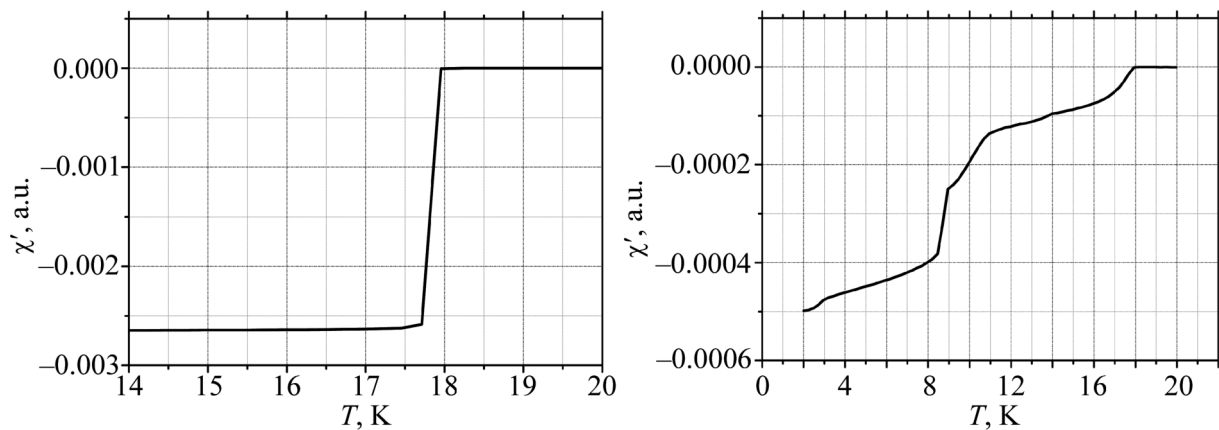


Рис. 4: Температурная зависимость динамической магнитной восприимчивости контрольного необлученного образца. (Критическая температура сверхпроводящего перехода $T = 17.9$ К.)

Рис. 5: Температурная зависимость динамической магнитной восприимчивости облученного образца “№ 2”.

Обнаружено, что переход для необлученного образца резкий и соответствует температуре сверхпроводящего перехода чистого Nb_3Sn 17.9 К (см. рис. 4). На кривой для облученного образца “№ 2” (см. рис. 5) отчетливо видно размытие основного перехода при температуре 17.9 К, и возникновение дополнительных переходов с температурами около 11 и 9 К (что близко к температуре сверхпроводящего перехода чистого ниобия 9.25 К) и переход около 3 К (вблизи критической температуры чистого олова 3.72 К).

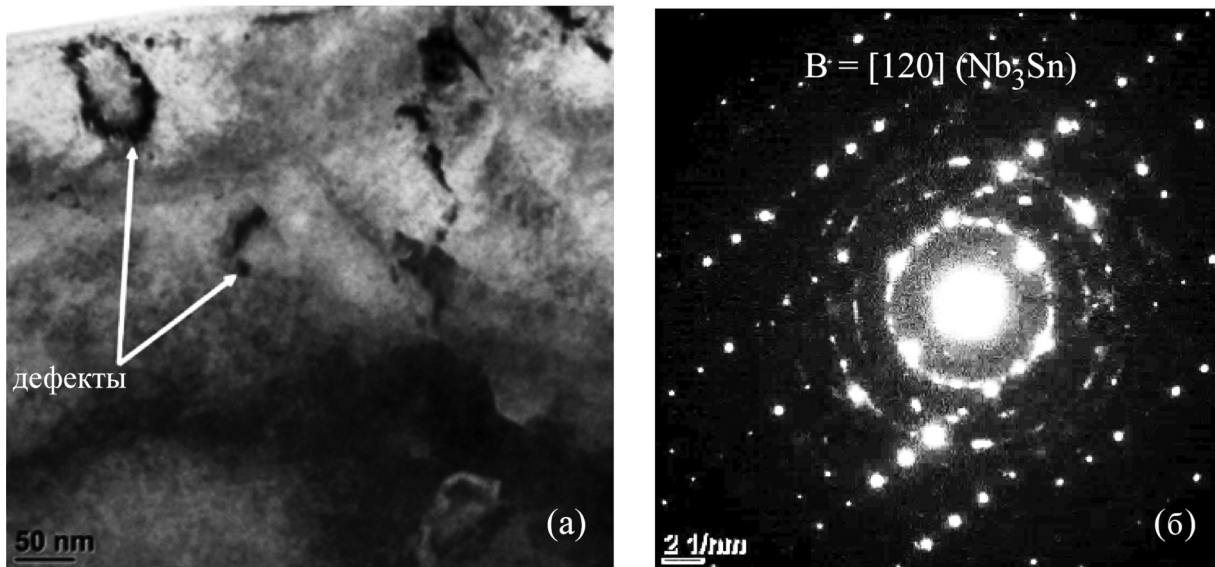


Рис. 6: Темнопольное изображение микроструктуры облученного образца пластины Nb_3Sn толщиной 0.16 мм “№ 2” (а) и дифракционная картина от области с дефектами в данном образце (б).

На рисунке 6 представлены темнопольное изображение микроструктуры и дифракционная картина от области с дефектами. В образце “№ 2” (рис. 6(а)) отчетливо наблюдается появление беспорядочно ориентированных частиц, обогащенных Nb, размером от 0.1 до 0.5 мкм. На дифракционной картине от области с дефектами (рис. 6(б)) основная сетка рефлексов соответствует Nb_3Sn (ось зоны [120]). Также хорошо видны дополнительные рефлексы, образующие концентрические кольца с межплоскостными расстояниями, характерными для металлического ниобия (в скобках показаны табличные значения для соответствующих рефлексов раствора на основе Nb) 2.355 Å (2.336 Å), 1.654 Å (1.646 Å), 1.358 Å (1.347 Å), 1.185 Å (1.167 Å).

Заключение. Проведены экспериментальные исследования магнитных характеристик, а также микроструктурный анализ образцов Nb_3Sn в виде пластин различной толщины до и после облучения быстрыми протонами с флюенсом 10^{18} см^{-2} и энергией

12.8 МэВ. По результатам измерения температурной зависимости остаточного магнитного момента образца “№ 2” обнаружено, что кривая проходит ниже кривой необлученного образца и имеет перегиб при температуре около 12 К. На основании этого выдвинуто предположение о неоднородности образца, которое подтверждается данными измерений динамической магнитной восприимчивости: кривая сверхпроводящего перехода уширяется, при этом отчетливо наблюдаются ступеньки, соответствующие дополнительным температурам сверхпроводящих переходов в областях 9–11 и 3 К, которые лежат вблизи критических температур чистого Nb (9.25 К) и Sn (3.72 К). По результатам микроструктурного анализа отмечено появление в облученном образце беспорядочно ориентированных областей, насыщенных частицами Nb размером от 0.1 до 0.5 мкм. При этом стоит отметить, что наблюдаемая самая низкая температура сверхпроводящего перехода может свидетельствовать о выделении областей, насыщенных “грязным” Sn. Полученные экспериментальные результаты будут использованы при дальнейших исследованиях образцов Nb₃Sn в виде пластин различной толщины и будут учитываться при разработке сверхпроводящих магнитных систем для термоядерных реакторов и ускорительной техники.

Выражаем глубокую признательность сотрудникам ФИАН П.И. Безотосному и А.Ю. Цветкову и сотруднику НИЯУ МИФИ Н.Н. Дегтяренко за полезные обсуждения, а также руководству НИЦ “Курчатовский институт” за всестороннюю поддержку. Магнитные измерения были выполнены в Центре коллективного пользования ФИАН.

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] G. Ischenko, H. Mayer, H. Voit, et al., *Z. Physik* **256**, 176 (1972).
- [2] T. Baumgartner, M. Eisterer, H. W. Weber, et al., *Supercond. Sci. Technol.* **27**(1), (2014).
- [3] T. Spina, C. Sheurlein, D. Richter, et al., *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **25**, 6000505 (2015).
- [4] I. V. Voronova, N. N. Mihailov, G. V. Sotnikov, and V. J. Zaikin, *J. Nucl. Mater.* **72**(1/2), 129 (1978).
- [5] H. J. Bode and K. Wohleben, *Phys. Lett. A* **24**(1), 25 (1967).
- [6] А. С. Александров, В. Е. Архипов, Б. Н. Гоцицкий, В. Ф. Елесин, *Влияние облучения на физические свойства перспективных упорядоченных сверхпроводников* (М.: Энергоатомиздат, 1989).

- [7] T. Otto et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. **23**(3), 6000504 (2013).
- [8] P. N. Degtyarenko, A. Ballarino, L. Bottura, et al., in *Abstract book of ASC-2014* (Charlotte, North Carolina, 2014).
- [9] И. А. Есин, И. А. Руднев, Физика металлов и металловедение **66**(3), 486 (1988).
- [10] T. Spina, PhD Thesis (Technical University, Vienna, Austria, 2013).
- [11] D. Dew Hughes, Cryogenics **15**(8), 435 (1975).

Поступила в редакцию 25 декабря 2015 г.