

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах рукописи



Гурьев Валентин Васильевич
**ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО СОСТОЯНИЯ
ТЕКСТУРИРОВАННОГО СВЕРХПРОВОДНИКА Nb-Ti В
СИЛЬНОМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель
к.т.н. Круглов В.С.

Москва 2018

Содержание

Введение	5
Глава 1 Обзор литературы	12
1.1 Развитие технической сверхпроводимости.....	12
1.1.1. Чистое сверхпроводящее состояние.....	12
1.1.2. Начало технической сверхпроводимости	16
1.1.3. Открытие высокотемпературной сверхпроводимости и поля необратимости	19
1.1.4. Современные технические сверхпроводники	21
1.2 Теоретические модели для объяснения поля необратимости в технических сверхпроводниках	23
1.2.1. Гранулированное сверхпроводящее стекло.....	23
1.2.2. Плавление вихревой структуры.....	26
1.2.3. Гигантский крип потока.....	29
1.3 Неоднородность технических сверхпроводников.....	31
1.3.1. Неоднородность однофазных сплавов Nb-Ti	32
1.3.2. Многофазные сплавы Nb-Ti	39
1.4 Чётное поперечное напряжение при переходе технических сверхпроводников в нормальное состояние	40
1.5 Анизотропия верхнего критического поля лент Nb-Ti.....	43
1.6 Задачи диссертационного исследования	45
Глава 2 Методическая часть	47
2.1 Объект исследования и образцы	47
2.2 Транспортные исследования	49
2.2.1. Приготовление образцов.....	49
2.2.2. Испытательный стенд	51
2.2.3. Измерение переходных характеристик	54
2.3 Измерение магнитного момента	57
2.4 Определение критической температуры.....	58
2.5 Рентгеновские исследования.....	61

2.5.1.	Кристаллографическая текстура.....	61
2.5.2.	Количественный фазовый анализ.....	63
2.6	Электронная микроскопия.....	63
2.6.1.	Подготовка образцов.....	63
2.6.2.	Исследование микроструктуры.....	67
Глава 3	Текстура и микроструктура лент Nb-Ti.....	68
3.1	Текстура холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti.....	68
3.2	Фазовое расслоение при искусственном старении лент Nb-Ti.....	72
3.2.1.	Рентгеновское исследование лент Nb-Ti «на отражение».....	72
3.2.2.	Рентгеновское исследование лент Nb-Ti «на просвет».....	74
3.2.3.	Текстура фазы α -Ti, выделяющейся при искусственном старении лент Nb-Ti.....	79
3.2.4.	Содержание α -Ti в лентах Nb-Ti.....	82
3.3	Результаты микроструктурного исследования лент Nb-Ti.....	82
3.3.1.	Морфология холоднокатаной ленты Nb-Ti.....	83
3.3.2.	Морфология термообработанной ленты Nb-Ti.....	88
3.4	Макро- и микро(не)однородность сверхпроводящих свойств лент Nb-Ti.....	92
Глава 4	Электромагнитное состояние лент Nb-Ti в высоком магнитном поле, выше поля необратимости.....	95
4.1	Поле необратимости лент Nb-Ti.....	95
4.1.1.	Факты, не согласующиеся с предлагаемыми в литературе моделями для объяснения поля необратимости.....	97
4.1.2.	Модель для объяснения поля необратимости в лентах Nb-Ti... ..	100
4.2	Анизотропия верхнего критического поля в лентах Nb-Ti.....	101
4.3	Четное поперечное электронапряжение при переходе в нормальное состояние.....	106
4.4	Аномальный гистерезис ВАХ в лентах Nb-Ti.....	112
Глава 5	Электромагнитное поведение лент Nb-Ti в магнитных полях ниже поля необратимости.....	122

5.1 Пиннинг в поле параллельном плоскости ленты Nb-Ti	122
5.2 Пиннинг в поле перпендикулярном плоскости ленты Nb-Ti.....	131
5.3 Анизотропия силы пиннинга в лентах Nb-Ti.....	140
Заключение	144
Список работ автора	147
Благодарности	151
Список литературы	152

Введение

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. Развитие сверхпроводниковой индустрии требует разработки аналитических инструментов для моделирования электродинамического поведения как уже применяемых, так и разрабатываемых сверхпроводников. 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) $\text{La}_2\text{CuO}_{4-y}\cdot\text{Ba}$ [1]. Вскоре, однако, оказалось, что он является общим для всех технических сверхпроводников, включая традиционные низкотемпературные сверхпроводники (НТСП), такие как Nb_3Sn и Nb-Ti [2].

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 [3]. 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?

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 [4]. Как и поле необратимости, этот эффект является общим для НТСП и ВТСП, и его природа остается дискуссионным вопросом [4].

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 об анизотропии верхнего критического поля для поликристаллических лент Nb-Ti, чего никогда не наблюдалось для проводов круглого сечения.

Предметом настоящего исследования 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 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, 2014г.); XXV Российской конференции по электронной микроскопии (Черноголовка, 2014г.); XIX Российском симпозиуме по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (Черноголовка, 2015г.); 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, 2016г.); XVI конференции молодых ученых и специалистов «Новые материалы и технологии» (КМУС-2017, Санкт-Петербург, 2017г.); Национальной молодежной научной школе «Синхротронные и нейронные исследования» (СИН-нано-2017, Москва, 2017г.); Московском международном симпозиуме по магнетизму (МИСМ-2017, Москва, 2017г.); 22-ой международной конференции молодых ученых и специалистов (AYSS-2018, Дубна, 2018).

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.

Глава 1 Обзор литературы

1.1 Развитие технической¹ сверхпроводимости

1.1.1. Чистое сверхпроводящее состояние

В 1935 году Г. Лондоном и Ф. Лондоном была предложена модель электродинамики сверхпроводников, обобщающая некоторые экспериментальные наблюдения [6]. В частности, им удалось описать исчезновение электрического сопротивления, открытое К. Онессом [7], и эффект Мейснера-Оксенфельда (идеальный диамагнетизм) [8] с помощью ввода нового соотношения между магнитным полем и электрическим током. Это соотношение, принимаемое для сверхпроводников, заменяло собой закон Ома, который в обычных проводниках связывает ток с электрическим полем.

При этом Фриц Лондон подчеркивал, что *идеальный* диамагнетизм экспериментально никогда не наблюдался, и данная модель является некоторой идеализацией, называемой «чистое сверхпроводящее состояние» [9]. Модель Лондонов постулирует фундаментальное отличие сверхпроводника от гиперпроводника (т.е. идеального проводника, проводника с нулевым сопротивлением), проиллюстрированное на рисунке .1.1.1.

В отличие от токов в гиперпроводнике, распределение сверхпроводящих токов не зависит от того, сначала сверхпроводник охладили, а затем включили магнитное поле, или наоборот [9] (Рис. 1.1.1). Чистое сверхпроводящее состояние является термодинамически равновесным, и, как следствие, зависимость намагниченности от магнитного поля $M(H)$ идеально обратима (Рис. 1.1.2а).

¹ Термины «технические сверхпроводники», «сверхпроводники с сильным пиннингом» и «сильноточные сверхпроводники» используются как синонимы. В литературе (особенно 1960х-1990х) также можно встретить термины «жесткие сверхпроводники» и «сверхпроводники III-го рода». В англоязычной литературе «practical superconductors».

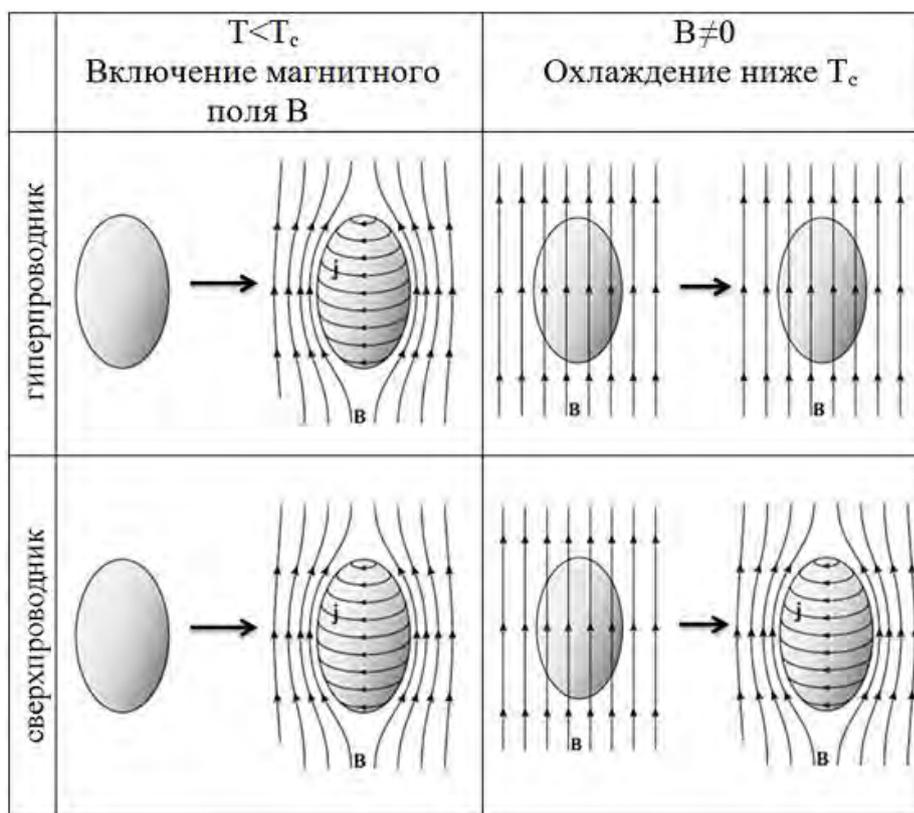


Рис. 1.1.1 Разница в поведении гиперпроводника и сверхпроводника при уменьшении температуры ниже критической (T_c) и, затем, включении внешнего магнитного поля с индукцией B (слева), и включении внешнего магнитного поля B , а затем уменьшении температуры ниже критической (справа). Рисунок взят из [10].

Отклонение экспериментальной зависимости $M(H)$ от предсказанной теорией Лондонов объяснялось не идеальными условиями экспериментов: примесями и неоднородностями образцов [9]. В 1935 году К. Мендельсон высказал предположение, что основная масса сверхпроводника пронизана хаотичной сетью взаимно пересекающихся тонких сверхпроводящих нитей, имеющих критическое поле, много больше критического поля основной массы образца [11]. При увеличении внешнего магнитного поля до некоторого порогового значения, при котором основная масса переходит в нормальное состояние, в сверхпроводящем состоянии остаются лишь нити образующие губку. Повышенное критическое поле нитей обусловлено малостью их размеров. Гистерезисное поведение намагниченности, наблюдаемое на эксперименте, обусловлено тем, что сверхпроводящие нити образуют многосвязную систему [12].

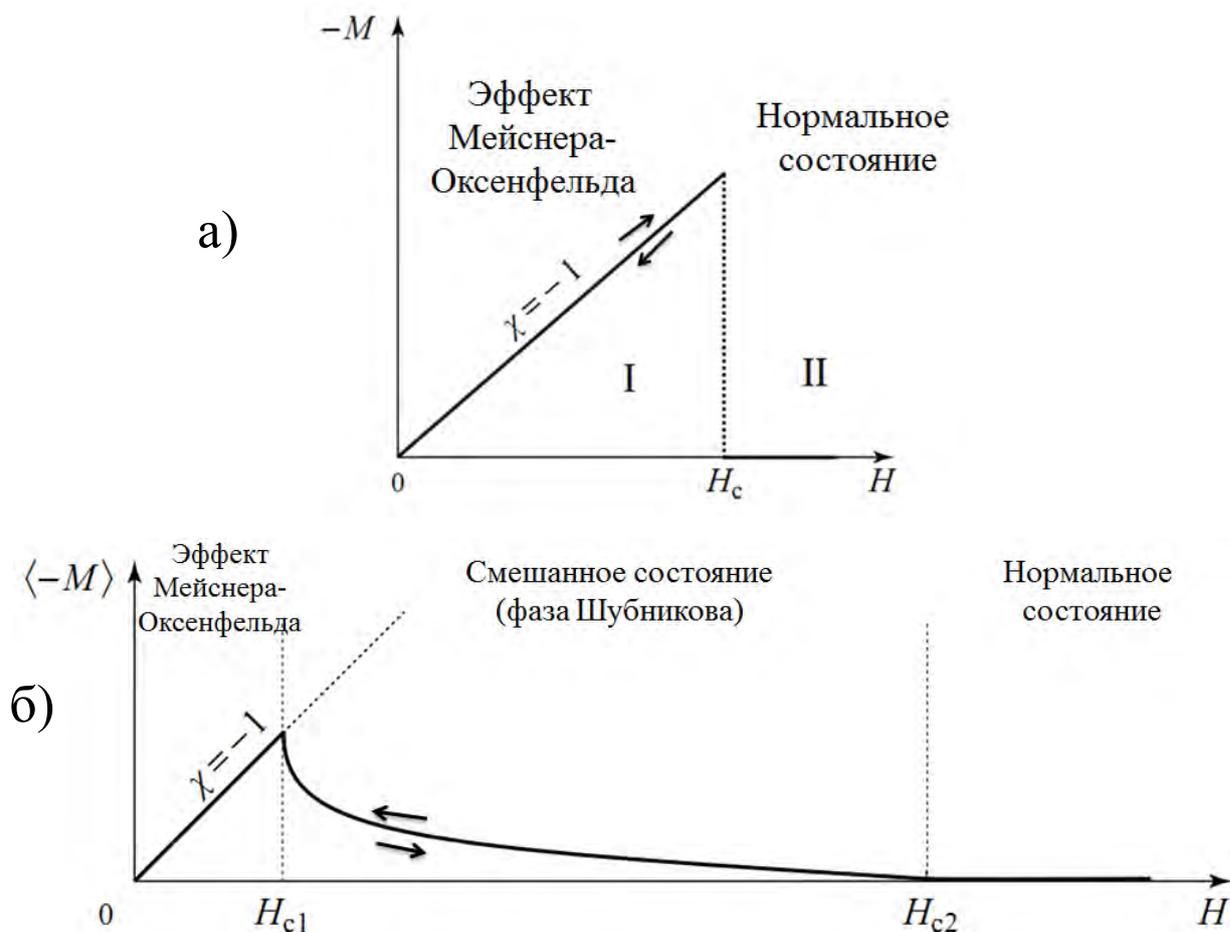


Рис. 1.1.2 Обратимая намагниченность сверхпроводников

- а) Полевая зависимость магнитного момента сверхпроводников в теории Лодонов и (она же) магнитного момента сверхпроводников I-го рода.
- б) Полевая зависимость магнитного момента сверхпроводников II-го рода.

В 1950 году В.Л. Гинзбург и Л.Д. Ландау предложили более общую феноменологическую теорию (Г-Л), включающую элементы квантовой механики [13]. В 1952 году А.А. Абрикосов, развивая идеи теории Г-Л для описания экспериментальных результатов Н.В. Заварицкого, разделил сверхпроводники на две группы, кардинально различающиеся по своей электродинамике [14]. Сверхпроводники I рода могут находиться в двух состояниях: идеальный диамагнетизм и нормальное состояние (Рис. 1.1.2а). Сверхпроводники II-го рода, кроме того, имеют смешанное состояние в диапазоне внешних полей $H_{c1} < H < H_{c2}$ (Рис. 1.1.2б), где H_{c1} и H_{c2} – нижнее и верхнее критические поля, являющиеся термодинамическими

характеристиками сверхпроводника. В смешанном состоянии в массив сверхпроводника магнитное поле проникает в виде квантов магнитного потока², каждый из которых несёт магнитный поток величиной $\Phi_0 = \frac{h}{2e} \approx 2.068 \times 10^{-15}$ Вб [15]. Схематическое изображение структуры кванта магнитного потока приведено на рисунке .1.1.3. Проникая в сверхпроводник, вихри испытывают взаимное отталкивание, образуя двумерную решётку.

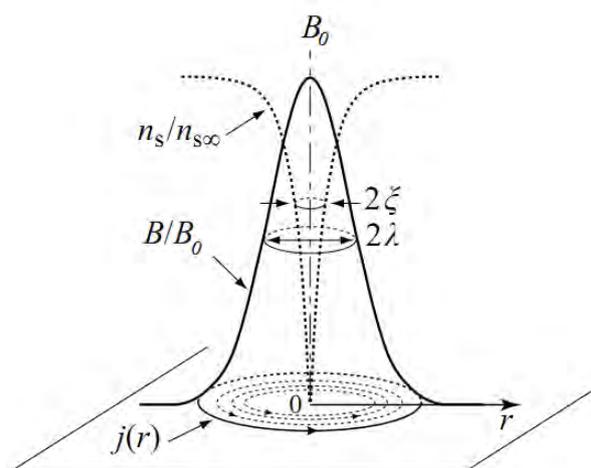


Рис. 1.1.3 Квант магнитного потока. На центральной оси, магнитное поле B принимает максимальное значение B_0 . Вихревые сверхпроводящие токи уменьшаются на характерном расстоянии λ . Плотность сверхпроводящих электронов возрастает от нуля до ее объемного значения $n_{s\infty}$ на длине когерентности $\xi < \lambda$. Центр вихря с характерным диаметром 2ξ называют кором.

В смешанном состоянии сверхпроводник остается диамагнетиком (магнитная восприимчивость $\chi < 0$), но по модулю восприимчивость меньше единицы ($|\chi| < 1$) (Рис. 1.1.2б). При этом, как и в случае сверхпроводников I-го рода, в чистом сверхпроводящем состоянии (без учета не идеальных условий эксперимента) зависимость намагниченности от поля $M(H)$ сверхпроводников II-го рода абсолютно обратима.

Необратимость, наблюдаемая на эксперименте, являлась, по-видимому, основным затруднением для распознавания свехпроводников II-го рода. Впервые достаточно обратимые сверхпроводники II-го рода экспериментально наблюдались в научной группе под руководством Л.В. Шубникова в 1937 [16], однако этот результат утонул в информационном

² Их также называют вихрями Абрикосова, флюксоидами и (в англоязычно литературе) flux lines – линии потока. Последнее подчеркивает аналогию с линиями напряженности магнитного поля – абстракцией введенной в XIX веке для описания магнитных полей.

шуме, создаваемом многочисленными данными о неидеальных материалах, интерпретированными в рамках модели губки Мендельсона.

1.1.2. Начало технической сверхпроводимости

Точкой отсчета технической сверхпроводимости считают 1961 год, в котором авторы работы [17] сообщили о достижении высоких плотностей сверхпроводящих токов (более 10^5 А/см²) в больших магнитных полях (свыше 1 Тл). Было обнаружено, что для достижения высокой токонесущей способности³ необходимо использовать сверхпроводники II-го рода. При этом ключевую роль в достижении высоких токов играют так называемые металлургические факторы – внутреннее строение, чистота, макро- и микроструктура, дефекты и т.п. [18]. Кроме того, достигаемые сверхпроводящие токи тем выше, чем более выражено отклонение зависимости $M(H)$ от обратимого поведения.

Для объяснения гистерезиса $M(H)$ и высокой токонесущей способности, в 1960х годах была предложена концепция пиннинга [12]. Возникновение электрического напряжения при протекании тока в этой модели является результатом движения вихрей. Микронеоднородности и дефекты в кристаллической структуре материала сверхпроводника, называемые центрами пиннинга (ЦП), препятствуют движению вихрей, приводя к бездиссипативному состоянию при протекании транспортного тока, а также к необратимому поведению намагниченности.

Гистерезис намагниченности описывается следующим образом. При увеличении магнитного поля от нулевого значения возникают экранирующие (мейснеровские) токи, распределённые в узком слое вблизи поверхности сверхпроводника. Характерную толщину этого слоя обозначают λ . Когда поле достигает значения H_{c1} , в сверхпроводник начинают проникать вихри,

³ Используется термин «токонесущая способность», подразумевающий тензорный и нелинейный характер связи вектора плотности тока и векторов электрического и магнитного полей, а также температурной зависимости $\vec{j}(T, \vec{B}, \vec{E})$. Таким образом, этот термин более общий, чем критическая плотность тока $j_c(\vec{B})$.

зарождающееся у поверхности образца. Для большинства технических сверхпроводников оценка величины $\mu_0 H_{c1}$ при 0 К составляет несколько единиц мТл [10], и как правило можно считать что вихри начинают зарождаться на поверхности образца сразу. Внешнее магнитное поле создает давление на флюксоиды, заставляя их проникать внутрь, а пиннинг препятствует этому движению. В результате создается градиент плотности вихрей: у поверхности плотность вихрей выше. В соответствии с уравнениями Максвелла, градиент плотности магнитного потока эквивалентен макроскопическому экранирующему току. При дальнейшем увеличении магнитного поля до величины H^p вихри достигают центра сверхпроводника, и модуль магнитного момента начинает уменьшаться. На зависимости $M(H)$ (Рис. 1.1.4) это проявляется в виде экстремума. Следует отметить, что поле H^p не является термодинамической характеристикой материала (как H_{c1} и H_{c2}), а зависит от формы, размеров и силы пиннинга образца. При дальнейшем увеличении внешнего магнитного поля, давление на вихри увеличивается, градиент плотности флюксоидов в центре образца и у его поверхности начинает выравниваться, приводя к уменьшению экранирующей плотности тока. При достижении верхнего критического поля H_{c2} плотность вихрей выравнивается полностью, расстояние между вихрями становится порядка размера кора вихря, и сверхпроводник переходит в нормальное состояние. При уменьшении поля от H_{c2} внешнее давление на вихри уменьшается и им становится энергетически выгодно выйти из сверхпроводника, однако, как и прежде их движению препятствует пиннинг. В результате создаётся такой градиент плотности вихрей, что в центре образца плотность выше. Это приводит к возникновению макроскопического тока обратного знака, и парамагнитному магнитному моменту с восприимчивостью $\chi > 0$ (Рис. 1.1.4).

Аналогичная ситуация реализуется при охлаждении сверхпроводника ниже критической температуры в магнитном поле – пиннинг препятствует выходу флюксоидов, приводя к парамагнетизму сверхпроводника. В итоге,

по своему электромагнитному поведению сверхпроводники с сильным пиннингом больше похожи на гиперпроводник, чем на сверхпроводник в «чистом сверхпроводящем состоянии» (ср. с Рис. 1.1.1) [19].

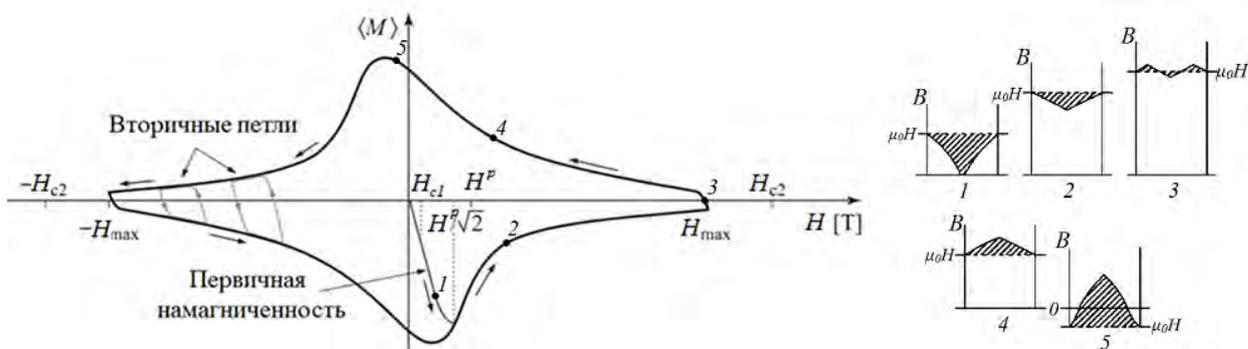


Рис. 1.1.4 Гистерезисная зависимость намагниченности M сверхпроводника II-го рода с сильным пиннингом от магнитного поля (слева) и схематическое распределение плотности магнитного потока (справа) в различных точках зависимости $M(H)$. Заштрихованная область соответствует величине намагниченности. Пояснения смотри в тексте.

Поскольку электродинамическое поведение технических сверхпроводников резко отличается от чистого сверхпроводящего состояния, необходима иная макроскопическая электродинамическая модель, отличающаяся от модели Лондонов.

В макроэлектродинамике сверхпроводник рассматривают как однородную сплошную среду, абстрагируясь от квантовой природы потока. Электродинамические величины (\vec{B} , \vec{j} , \vec{E} и др.) аппроксимируются их средними локальными значениями.

Первые шаги в построении электродинамики технических сверхпроводников были предприняты Ч. Бином в 1962 году в работе [20], в которой он ввел понятие критического состояния. Интересно, что в оригинальной работе, в качестве микроскопического объяснения гистерезиса $M(H)$, Ч. Бин использовал нитяную модель Мендельсона. При этом с 1960х годов гипотетические сверхпроводящие нити в модели губки ассоциировали со скоплениями дислокаций в пластически деформированном металле [12]. Позднее вихри Абрикосова и явление пиннинга неоднократно наблюдались экспериментально, и модель критического состояния была

соответствующим образом адаптирована [21]. Однако это не привело к полному забвению нитяной модели. В 1957 году независимо от модели губки появилась теория перколяции [22], которая по своей идее близка нитяной модели Мендельсона и послужила её развитием.

В современной интерпретации модель критического состояния характеризуется равенством сил, действующих на вихревую систему со стороны макроскопического тока и со стороны пиннинга. Критическая плотность тока j_c , определяемая пиннингом, является функцией магнитной индукции \vec{B} , и задача теории состоит в нахождении распределений магнитных полей и токов по заданной зависимости $j_c(\vec{B})$. В этой модели предполагается, что в равновесном состоянии плотность сверхпроводящего тока равна либо критической j_c , либо нулевой. В случае протекания тока меньше критического значения, ток перераспределяется по меньшему сечению так, чтобы в этом сечении плотность была критической. В случае, если плотность тока превышает критическую и вся площадь поперечного сечения охвачена током, сверхпроводник скачком переходит в нормальное состояние.

1.1.3. Открытие высокотемпературной сверхпроводимости и поля необратимости

Открытие квантования магнитного потока, явления пиннинга и понимание того, что электродинамика сверхпроводников II-го рода во многом определяется движением вихрей, привело к тому, что вихревую систему начали рассматривать как новый вид материи (vortex matter) [23]. Постулируется, что при переходе от сверхпроводника к сверхпроводнику меняются характерные размеры вихрей (ξ, λ), но физические закономерности остаются теми же. При этом вопрос возникновения сверхпроводимости как явления оставляется за скобками, и обращаются к электродинамическим свойствам системы вихрей. Ценность подобных феноменологий, не только для практических расчетов, но и как инструмента теоретического

исследования, многократно возросла с открытием в 1986 году Г. Беднорцем и А. Мюллером высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) [24], микроскопические механизмы возникновения сверхпроводимости в которых до сих пор до конца не выяснены [25]. Выраженная анизотропия ВТСП, предположительно существенное влияние тепловых флуктуаций и меньшая длина когерентности, по сравнению с традиционными низкотемпературными сверхпроводниками (НТСП), обогатили набор наблюдаемых явлений [23]. Одним из эффектов, впервые открытым на ВТСП, является поле необратимости [1].

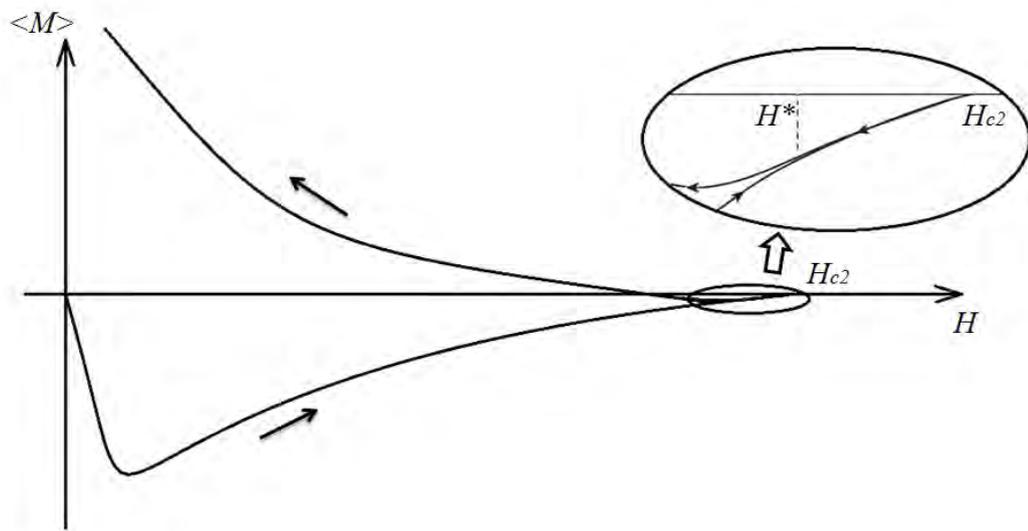


Рис. 1.1.5 Схематическая иллюстрация поля необратимости H^* , выше которого поведение намагниченности обратимо.

Поле необратимости (H^*) это величина внешнего магнитного поля, выше которого отсутствует гистерезис (необратимость) петли намагниченности $M(H)$, однако сохраняется сверхпроводящее состояние (Рис. 1.1.5). Для ВТСП и MgB_2 линия необратимости $H^*(T)$ существенно отличается от линии $H_{c2}(T)$, разделяющей сверхпроводящее и нормальное состояния (Рис. 1.1.6). Поскольку одновременно с исчезновением магнитного гистерезиса резко падает токонесущая способность, поле необратимости (и его температурная зависимость — линия необратимости) является важнейшим практическим

параметром. Механизмы возникновения поля необратимости в полной мере не установлены. Обзор существующих моделей представлен в разделе 1.2.

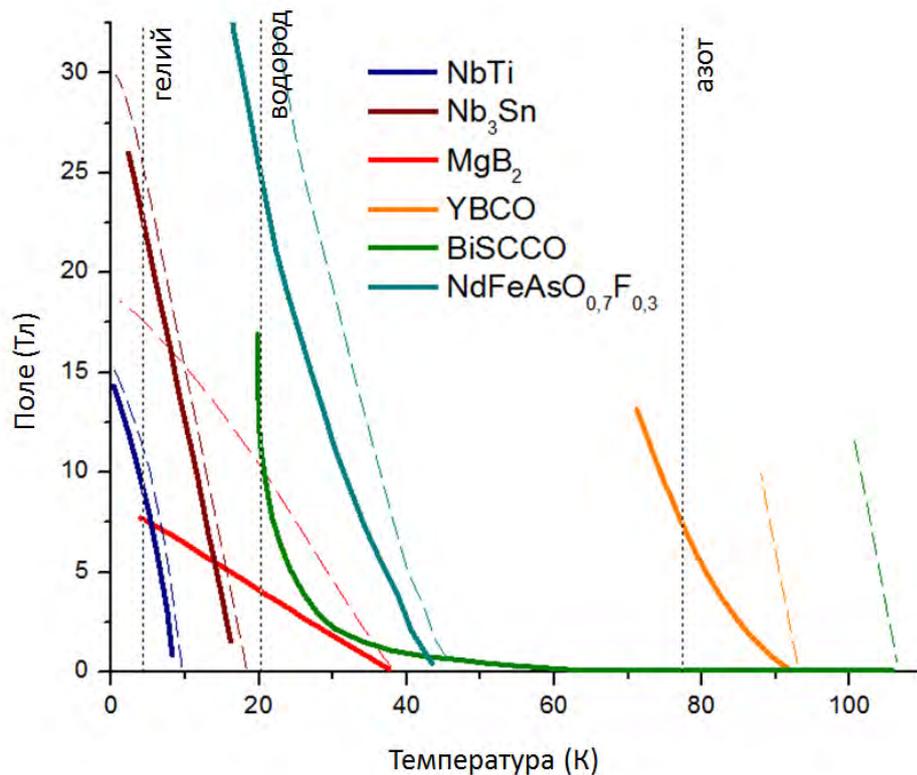


Рис. 1.1.6 Температурные зависимости верхнего критического поля $H_{c2}(T)$ (пунктир) и поля необратимости $H^*(T)$ (сплошная линия) некоторых сверхпроводников. Температуры кипения хладагентов при атмосферном давлении показаны черными вертикальными пунктирными линиями. Данные взяты из работ [26] и [27]

После открытия поля необратимости в ВТСП начали появляться сообщения о наблюдении этого явления в других сверхпроводниках, таких как Nb [28], Nb-Ti [2; 29; 30], Nb₃Sn [2]. Таким образом, оказалось, что поле необратимости не является уникальным свойством ВТСП материалов, а присуще всем техническим сверхпроводникам.

1.1.4. Современные технические сверхпроводники⁴

В природе сверхпроводимость — довольно распространенное явление. Установлено, что при достаточно низкой температуре и достаточно высоком

⁴ Этот раздел написан, следуя обзору [3]

давлении этим свойством обладают, по крайней мере, 27 элементов периодической таблицы Менделеева. За более чем вековую историю развития сверхпроводимости были обнаружены тысячи сверхпроводящих материалов. Тем не менее, в настоящее время в технике используется порядка десяти (Таблица 1.1). Ответ на вопрос, почему практическое применение нашли лишь несколько сверхпроводников, в основном сводится к тому, что для изготовления рентабельного сверхпроводящего устройства необходимо удовлетворять многим технико-экономическим параметрам.

Прежде всего, сверхпроводник должен обладать достаточно высокой критической температурой T_c . Многие сверхпроводящие устройства работают в ванне с кипящим или переохлажденным жидким хладагентом, таким как жидкий азот ($\sim 65 \rightarrow 77$ К) или жидкий гелий ($\sim 1.2 \rightarrow 4.2$ К). И выбранный сверхпроводник должен иметь T_c выше температуры кипения хладагента для компенсации любых возможных тепловых флуктуаций. Кроме того, сверхпроводник должен иметь достаточно высокую токонесущую способность при рабочих температуре и магнитном поле. Не менее важно, чтобы технология и стоимость изготовления сверхпроводящего элемента для рассматриваемого устройства были реалистичными. Механические свойства также играют существенную роль при выборе сверхпроводящих проводов, поскольку провода при эксплуатации подвергаются значительным воздействиям со стороны пндеромоторных сил и термоциклирования.

Таким образом, для практического использования сверхпроводящий материал должен обладать целым комплексом свойств, включая высокую критическую температуру T_c , токонесущую способность $\vec{j}(T, \vec{B}, \vec{E})$, поле необратимости $H^*(T)$, механическую устойчивость к деформации (ϵ), химическую стабильность, возможность масштабного производства и доступную цену для конкуренции с любой несверхпроводящей альтернативой.

Таблица 1.1 *Сверхпроводники, используемые в технике [3]*

Технический сверхпроводник	Критическая температура, К
Nb*	9.5
Nb-Ti	9
Nb ₃ Sn	18.3
Nb ₃ Al	18.8
MgB ₂	39
BiSCCO – ВТСП I-го поколения	85-110
YBCO (ReBCO) – ВТСП II-го поколения	92
Пниктиды и халькогениды**	до 55

*используется в основном в высокочастотных резонаторах

**открыты в 2006 году и считаются перспективными, однако целесообразность их изучения, разработки и внедрения в промышленное производство до сих пор под вопросом

1.2 Теоретические модели для объяснения поля необратимости в технических сверхпроводниках

1.2.1. Гранулированное сверхпроводящее стекло

Исторически первой моделью для объяснения поля необратимости является модель гранулированного сверхпроводящего стекла (superconducting glass), выдвинутая первооткрывателями ВТСП [1]. В ней сверхпроводники рассматриваются как гранулированные, состоящие из слабо связанных сверхпроводящих гранул с характерными размерами порядка длины проникновения магнитного поля λ . Поведение такой системы в магнитном поле объясняется предложенной в работе [31] моделью, в которой для всех гранул модуль комплексного сверхпроводящего параметра порядка предполагается одинаковым, и изменяется только фаза θ . В этом случае, гамильтониан для описания системы сверхпроводящих гранул задаётся формулой:

$$H = - \sum_{i,j} J_{i,j} \cos(\theta_i - \theta_j - A_{i,j}) \quad (1.1)$$

где $J_{i,j}$ – энергия связи между соседними гранулами, θ_i, θ_j фазы сверхпроводящего параметра порядка Гинзбурга-Ландау, $A_{i,j}$ – фазовая переменная, вводящая случайность в присутствии поля H

$$A_{ij} = \frac{2\pi}{\Phi_0} \int_i^j \vec{A} d\vec{l} \quad (1.2)$$

где Φ_0 – квант магнитного потока, \vec{A} – векторный потенциал, линейный интеграл вычисляется между центрами гранул i и j . В высоких магнитных полях величина A_{ij} меняется во всем диапазоне $[0, 2\pi]$, приводя к случайному знаку энергии взаимодействия соседних гранул. Для большого массива гранул это означает одновременное сосуществование множества конфигураций с близкими энергиями (в которых фазы некоторых соседних гранул не соответствуют минимуму энергии) или, другими словами, фрустрированное состояние (когда выбор какой-то одной определенной конфигурации гранул невозможен). По аналогии со спиновыми стеклами [32], такое состояние гранулированного сверхпроводника получило не вполне удачное название⁵ «сверхпроводящее стекло». В рамках данной модели линия необратимости $H^*(T)$ интерпретируется как фазовый переход от низкотемпературной фазы сверхпроводящего стекла, в которой гранулы, пусть и несовершенным образом, но связаны, к высокотемпературной фазе несвязанных между собой гранул [33].

Аномальный гистерезис ВАХ гранулированного сверхпроводящего стекла

С помощью модели гранулированного сверхпроводящего стекла можно качественно описать особенности электродинамики гранулированных сверхпроводников и, в частности, аномальный гистерезис их вольт-амперных характеристик (ВАХ) [34; 35]. Аномальным гистерезис ВАХ называют потому, что он обратен по знаку гистерезису, вызываемому саморазогревом.

⁵ Такое название способствует путанице между состоянием сверхпроводящего стекла (superconducting glass) и стеклянным состоянием вихревой системы (vortex glass), описываемым ниже.

А именно, токонесущая способность выше при уменьшении транспортного тока (возвратная ветвь ВАХ), чем при его увеличении (Рис. 1.2.1). При этом для аномального гистерезиса отмечается ряд особенностей [35]:

(1) Гистерезис ВАХ наблюдается выше некоторого порогового значения тока. Ниже этого значения ВАХ обратимы.

(2) При превышении порогового значения тока наблюдается квазинепрерывный набор обратных ветвей, связанных с неполным аномальным гистерезисом.

(3) Величина гистерезиса ВАХ немонотонно зависит от величины внешнего магнитного поля, достигая максимума при некотором значении.

(4) На прямой ветви ВАХ наблюдается избыточный электромагнитный шум в области гистерезиса.

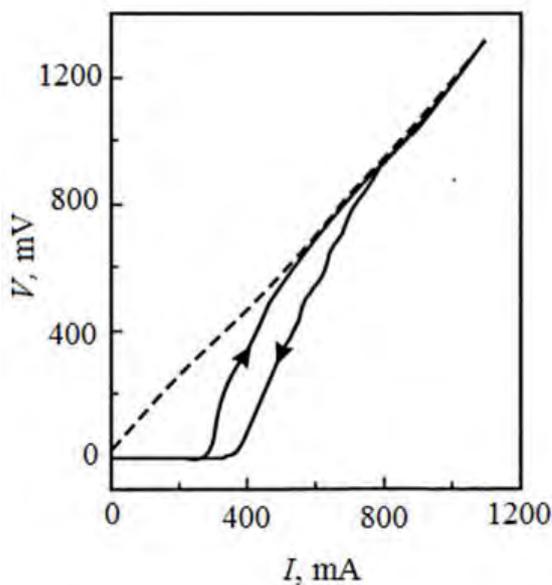


Рис. 1.2.1 Пример аномального гистерезиса сверхпроводящих гранул индия в опале [34]. Пунктир – нормальное сопротивление.

В модели сверхпроводящего стекла такое поведение качественно объясняется следующим образом [35]. Токовое состояние описывается некой перколяционной моделью, предполагающей наличие сверхпроводящих кластеров различного размера. Протекание сверхпроводящего тока представляет собой попеременное разветвление и слияние токов в узлах гранул. Магнитное поле влияет на интерференцию параметра порядка отдельных гранул при обходе токового контура. В силу квантования

магнитного потока возникают ограничения на заполнение сверхпроводящим током возможных путей протекания и величину контурных токов, поскольку при обходе контура параметр порядка должен сохранять фазу. В результате возникает самосогласованное состояние, в котором распределение тока по сечению неоднородно из-за взаимодействия контуров между собой.

Условием обратимого поведения ВАХ предполагается сохранение сверхпроводимости слабых связей в сверхпроводящих кластерах, поскольку резистивная связь сбивает интерференцию [34]. При локальном исчезновении интерференции возникает фрустрация, и система контурных токов становится неустойчивой к укрупнению и смещению относительно гранул [35].

При изменении знака производной тока по времени dl/dt вместо укрупнения происходит дробление токовых контуров. Поскольку мелкоячеистая система контуров способна перенести больший ток, чем крупноячеистая, на ВАХ возникает гистерезис [34].

1.2.2. Плавление вихревой структуры

Наиболее распространенной моделью для описания поля необратимости является модель плавления вихревой структуры [36]. Ключевую роль в ней играют тепловые флуктуации. Когда внешнее поле достигает значения поля необратимости $H^*(T)$, межвихревое расстояние становится сравнимо с амплитудой тепловых флуктуаций, что приводит к фазовому переходу [37]. При этом в технических сверхпроводниках низкотемпературная (низкополевая) фаза это фаза вихревого стекла (vortex glass), а высокотемпературная (высокополевая) – фаза вихревой жидкости (vortex liquid).

Вихревое стекло

В случае, когда энергия пиннинга превосходит энергию взаимодействия вихрей (случай сильного пиннинга), вихревая решетка Абрикосова сильно деформируется, что приводит к исчезновению трансляционного порядка.

Таким образом решетка вихрей переходит в стеклянную фазу. Отметим, что до сих пор не прояснён вопрос об идентичности фаз вихревого стекла и гранулированного сверхпроводящего стекла (раздел 1.2.1) как альтернативных языков описания электродинамики [23]. Исходя из общих соображений, представляется, что эти состояния имеют качественные различия. Вихри это одномерные объекты вытянутые преимущественно вдоль внешнего поля. От такой системы можно ожидать проявления анизотропных свойств, в то время как в модели сверхпроводящего стекла проявление анизотропии не столь очевидно (если не брать во внимание анизотропию эффективной массы электронов в ВТСП) [23].

Различают фазы вихревого стекла (vortex glass) для случайно расположенных «сильных» центров пиннинга, фазу брегговского стекла (Bragg glass) с частичным сохранением дальнего порядка для случая «слабого» (коллективного) пиннинга [38] и фазу Бозе-стекла (Bose glass) для скоррелированных центров пиннинга, таких как границы зерен, столбчатые дефекты и т.д. [39].

Скейлинг вольт-амперных характеристик

Динамически, фаза вихревого стекла характеризуется нулевым сопротивлением при достаточно малом транспортном токе, $\rho_{VG}(j \rightarrow 0) \rightarrow 0$. Поэтому фазу вихревого стекла иногда называют «истинным сверхпроводящим состоянием» в смысле полного исчезновения сопротивления. Фаза вихревой жидкости, напротив, имеет конечное сопротивление при сколь угодно малом токе, $\rho_{VL}(j \rightarrow 0) \neq 0$ [23].

В соответствии с моделью плавления вихревого стекла, вольт-амперные характеристики в двойных логарифмических координатах $\log(U)$ vs $\log(I)$ имеют положительный изгиб в фазе вихревой жидкости и отрицательный в стеклянной фазе (Рис. 1.2.2a). Более того, удельное сопротивление E/J и плотность тока J , перестроенные в координатах $\log[(E/J)/|T - T_g|^{v(z+2-D)}]$ vs $\log[J/|T - T_g|^{v(D-1)}]$ сходятся к универсальным скейлинговым кривым (Рис. 1.2.2б). Здесь D – размерность вихревой системы, T_g температура плавления

вихревой системы, ν и z – подгоночные коэффициенты, называемые статическим и динамическим критическими индексами.

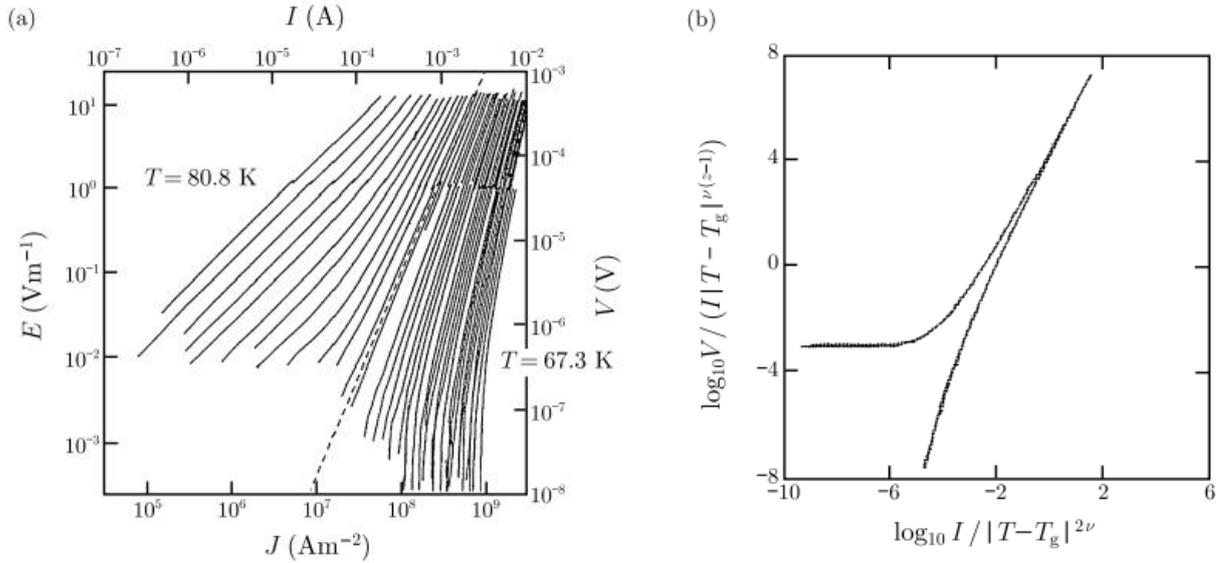


Рис. 1.2.2 а) Вольт-амперные характеристики тонкой пленки YBCO в магнитном поле 4 Тл, направленном вдоль оси c . б) Скейлинг ВАХ с параметрами $\nu=1.7$, $z=4.8$ [40; 41].

Аналогично температуре плавления вихревой структуры, можно определить поле плавления. Для этого вольт-амперные характеристики должны быть перестроены в координатах $\log[(E/J)/|H - H_g|^{\nu(z+2-D)}]$ vs $\log[J/|H - H_g|^{\nu(D-1)}]$, где H_g – поле плавления вихревой структуры [37].

Очевидно, что наблюдение описанного скейлинга ВАХ не является достаточным условием наблюдения фазового перехода вихревой структуры, поскольку существенное влияние имеют достижимые экспериментально уровни измеряемого напряжения. На примере сверхпроводника Bi-2223 было показано, что, даже если кривые $\log E$ vs $\log J$ имеет отрицательный изгиб в некотором диапазоне электрических полей (что указывает на состояние вихревого стекла), то при уменьшении электрического поля на несколько порядков изгиб меняется на положительный (Рис. 1.2.3). В результате, поле плавления вихревой материи и критические индексы при 70 К изменяются от $\mu_0 H_g=310$ мТл, $\nu=0.68$, $z=9.5$ в области высоких электрических полей, до $\mu_0 H_g=56$ мТл, $\nu=0.80$, $z=14.5$ в области низких электрических полей [37].

Такое поведение резко противоречит изначальным предпосылкам модели плавления вихревой структуры.

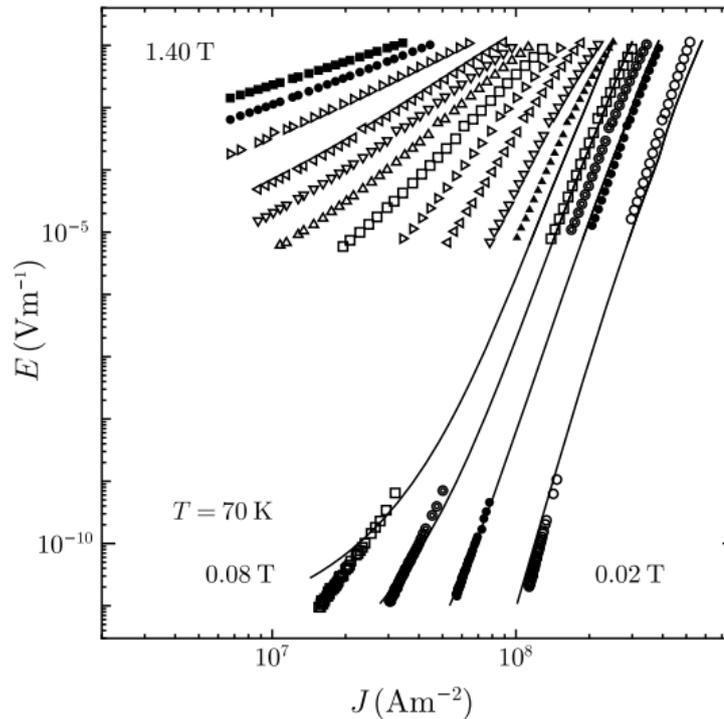


Рис. 1.2.3 ВАХ ленты BiSCOO (Bi-2223) при 70 К. При высоких электрических полях ВАХ получены прямым транспортным методом, при низких – магнитометрическим [37].

1.2.3. Гигантский крип потока

Данная модель является развитием модели крипа, впервые предложенной Андерсоном в 1962 году [42]. Предполагается, что при любой отличной от нуля температуре существует конечная вероятность отрывания вихря от центра пиннинга вследствие тепловых флуктуаций. Такое случайное блуждание вихрей называют крипом потока. Крип не является макроскопическим согласованным движением вихрей, однако его наличие приводит к конечному сопротивлению при сколь угодно малом транспортном токе при отличной от нуля температуре: $\rho(j \rightarrow 0)_{T \neq 0} \neq 0$. Таким образом, в этой модели поле необратимости не является точкой фазового перехода, а нулевое сопротивление не достигается ни при каких условиях.

Пусть U_0 – глубина потенциальной ямы одного (индивидуального) центра пиннинга, α_j – объёмная плотность сил, действующих на вихрь со стороны тока, r_p – среднее расстояние между центрами пиннинга, V_c – объем связки вихрей, способной двигаться как целое. Тогда вероятность перескока в направлении градиента плотности вихрей пропорциональна $\exp(-\frac{U_0 - \alpha_j r_p V_c}{k_B T})$, а частоты перескоков в направлении градиента и обратном ему [43]

$$\begin{aligned}\omega_+ &= \omega_0 \exp\left(-\frac{U_0 - \alpha_j r_p V_c}{k_B T}\right) \\ \omega_- &= \omega_0 \exp\left(-\frac{U_0 + \alpha_j r_p V_c}{k_B T}\right)\end{aligned}\quad (1.3)$$

где ω_0 – постоянная, определяемая частотой попыток перескока. Скорость движения связки вихрей

$$v = L(\omega_+ - \omega_-) = v_0 \exp\left(-\frac{U_0}{k_B T}\right) \text{sh}\left(\frac{\alpha_j r_p V_c}{k_B T}\right)\quad (1.4)$$

Таким образом, при наличии сколь угодно малого транспортного тока, существует конечная средняя скорость v вихрей, приводящая к диссипации энергии, т.е. сопротивлению. Для достаточно плотно расположенных центров пиннинга формула (1.4) принимает вид

$$v = v_0 \exp\left(-\frac{U_0 - \alpha_0 r_p V_c}{k_B T}\right)\quad (1.5)$$

При $\alpha_j < U_0/r_p V_c$ влияние крипа мало, однако при $\alpha_j \gg U_0/r_p V_c$ крип становится гигантским, приводя к явлению поля необратимости.

В работах [37; 44] показано, что изменения знака кривизны ВАХ в двойных логарифмических координатах, как и скейлинг ВАХ, удаётся объяснить с позиций гигантского крипа магнитного потока.

Для хорошего совпадения с экспериментальными результатами параметру U_0 разрешено нелинейно меняться в зависимости от поля, температуры и транспортного тока. Параметры r_p , V_c могут также зависеть от температуры и поля, что по существу делает количество подгоночных параметров этой модели чрезвычайно большим [45].

Но даже с большим количеством допущений модель гиганского крипа потока не способна правильно описать поле необратимости в наиболее распространенных низкотемпературных технических сверхпроводниках на основе сплавов ниобия [30].

1.3 Неоднородность технических сверхпроводников

При том, что моделирование динамики вихрей Абрикосова в почти однородной среде с наложением эффекта тепловых флуктуаций является на сегодняшний день парадигмой, возможно, *неоднородность* сверхпроводников является более реалистичной стартовой точкой для построения электродинамических моделей [46]. Хорошо известно, что все технические сверхпроводники неоднородны [47; 48; 49], причем неоднородности имеют существенно разный масштаб. Относительно мелкие выступают в качестве центров пиннинга, препятствуя движению вихрей. Более крупные, такие как зерна, неоднородности химического состава, изменения концентрации центров пиннинга и др., приводят к размытости сверхпроводящего перехода [50]. Условно, первый тип неоднородностей можно назвать микро-неоднородностями, второй – макро-неоднородностями.

Совокупность микро- и макро-неоднородностей можно рассматривать как сложный потенциальный рельеф, в котором находятся вихри. Так в работе [51] показано, что поле необратимости и скейлинг ВАХ может быть интерпретирован как перколяционный переход в вихревой материи. Начиная с поля необратимости, образуется незапиннигованный перколяционный канал через весь образец, что приводит к возникновению сопротивления.

С другой стороны, неоднородность можно рассматривать как пространственное распределение критических токов в разных частях образца. В обзоре [52] показано, что при применении статистических подходов, для определенных функций распределения критических токов, можно получить скейлинг ВАХ и поле необратимости.

1.3.1. Неоднородность однофазных сплавов Nb-Ti

Ниобий (Nb) – 41-ый элемент Периодической системы, металл с объёмно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой и параметром $a=3.29 \text{ \AA}$ [53].

Титан (Ti) – 22-ой элемент Периодической системы, имеет две структурные модификации: (β -Ti) – высокотемпературная ОЦК, $a=3.27 \text{ \AA}$, и (α -Ti) – низкотемпературная гексагональная плотноупакованная (ГПУ), $a=2.95 \text{ \AA}$, $c=4.69 \text{ \AA}$ [53].

Несмотря на то, что, исходя из атомарного соотношения элементов сплавов Nb-Ti, используемых в сверхпроводниковой индустрии (Nb:Ti \approx 1:2), их правильнее считать сплавами на основе титана, тем не менее, их принято обозначать как сплавы на основе ниобия. Это связано с тем, что сверхпроводящие свойства сплавов определяются в большей степени ниобием, и рыночная стоимость Nb на порядок выше, чем стоимость Ti [54].

В сплавах Nb-Ti ниобий выступает в качестве β стабилизатора, занижая температуру перехода $\beta \rightarrow (\alpha+\beta')$ по сравнению с чистым Ti ($c \sim 1160 \text{ K}$ до $\sim 870 \text{ K}$) [55]. Близость параметров ОЦК решётки для Nb и β -Ti приводит к тому, что в сплавах Nb-Ti параметр ОЦК структуры практически не зависит от химического состава.

Достаточно низкая температура перехода $\beta \rightarrow (\alpha+\beta')$, порядка $0.4 \cdot T_{\text{плавл}}$, позволяет добиться практически однофазного β сплава Nb-Ti при медленном охлаждении до комнатной температуры [54]. Однофазный β сплав предпочтителен для холодной механической обработки, т.к. сохраняет пластичность даже при высоких степенях деформации [54].

В результате холодной прокатки у β сплавов титана развивается выраженная текстура $\{hkl\}\langle 110 \rangle$, где индексы Миллера hkl описывают поворот плоскости $\{100\}$ вокруг направления $\langle 110 \rangle$ [56]. При увеличении степени деформации прокатки отчетливее проявляется основная компонента $\{100\}\langle 110 \rangle$, которая, как правило, сопровождается менее интенсивными $\{211\}\langle 110 \rangle$ и/или $\{111\}\langle 112 \rangle$ [56].

Еще вначале 1960х было замечено, что при уменьшении поперечного размера зерен и субзерен металлических однофазных сверхпроводящих сплавов, таких как Nb-Ti, критическая плотность тока увеличивается. На основании этого был сделан вывод о том, что границы зёрен являются эффективными центрами пиннинга.

На микроскопическом уровне, пиннинг на границах зерен в основном осуществляется за счет механизма электронного рассеяния [37]. В результате длина свободного пробега электронов локально уменьшается, что в свою очередь приводит к уменьшению длины когерентности [43]:

$$\xi = \sqrt{l\xi_0} \quad (1.6)$$

где ξ_0 – длина когерентности в «чистом» пределе, когда длина свободного пробега электрона много больше длины когерентности, l – длина свободного пробега на границе зерна, ξ – длина когерентности в «грязном» пределе.

Когда нормальный кор вихря оказывается вблизи границы зерна, диаметр кора становится меньше, чем когда кор находится внутри зерна. Уменьшение объёма кора приводит к уменьшению объёма нормальной области, и, следовательно, пропорциональному уменьшению энергии вихря. Так возникает эффективная сила, с которой центры пиннинга притягивают к себе вихри [37]. На величину силы пиннинга существенное влияние оказывают свойства сверхпроводника вдали от границы зерна: изменение длины когерентности ξ , вызванное рассеянием, сильно зависит от величины уменьшения длин свободного пробега вблизи границы. Большее изменение ξ приводит к усилению пиннинга (Рис. 1.3.1) [37].

С другой стороны, локальное уменьшение длины когерентности ξ приводит к локальному увеличению верхнего критического поля H_{c2} , поскольку в соответствии с результатами теории Гинзбурга-Ландау-Абрикосова эти величины связаны как [43]

$$H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi^2} \quad (1.7)$$

где Φ_0 – квант магнитного потока.

Второй по силе микроскопической причиной пиннинга на границе зерен однофазных поликристаллических образцов Nb-Ti является анизотропия верхнего критического поля H_{c2} двух соседних зерен. Сверхпроводящая фаза β -NbTi имеет ОЦК структуру. Известно, что в монокристаллах Nb со структурой ОЦК верхнее критическое поле возрастает в ряду кристаллографических направлений $\langle 100 \rangle \rightarrow \langle 110 \rangle \rightarrow \langle 111 \rangle$ [57]. В соответствии с формулой (1.7) это означает, что при различных ориентациях внешнего магнитного поля длина когерентности будет разной. Таким образом, даже если термодинамическое критическое поле H_c одинаково для всех зерен поликристаллического образца, энергия кода отличается от зерна к зерну из-за разной длины когерентности ξ . В результате вихрь ощущает изменение энергии, когда он проходит через границу, и это является причиной пиннинга (Рис. 1.3.1). При уменьшении анизотропии H_{c2} в различных кристаллографических направлениях монокристалла, объёмная сила пиннинга поликристаллического образца за счет рассматриваемого механизма снижается [37].

Таким образом, первый механизм пиннинга обусловлен микронеоднородностями, второй, в зависимости от размера зерна можно связать как с микро- так и с макронеоднородностями.

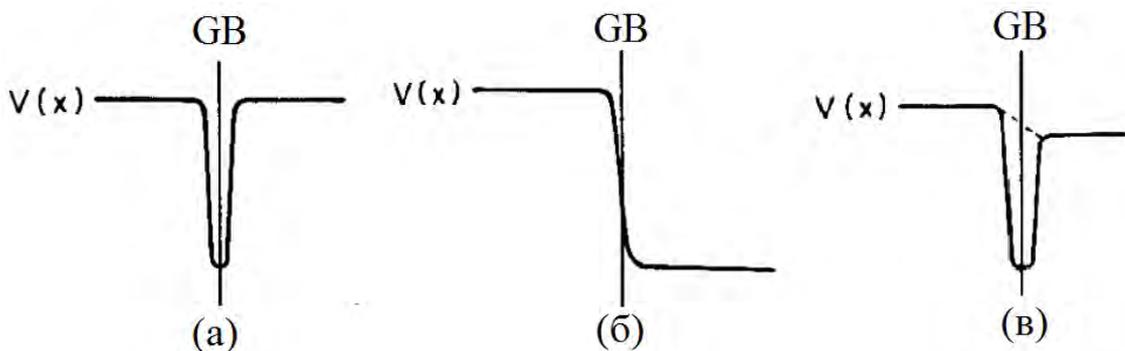


Рис. 1.3.1 Схематическое изображение потенциала пиннинга на границе зерна: а) за счет механизма рассеяния электрона, б) за счет анизотропии H_{c2} , в) в результате объединения двух механизмов.

Рассмотрим некоторые экспериментальные результаты, на основе которых были установлены описанные механизмы. На Рис. 1.3.2а показана зависимость критического тока в двойниковом бикристаллическом образце ниобия в зависимости от угла наклона магнитного поля. Большой критический ток достигается, когда магнитное поле параллельно границе двойника.

На Рис. 1.3.2б показана зависимость силы пиннинга F_p , определенная по произведению критического тока на магнитное поле $I_c \times \mu_0 H$, от магнитного поля H для образца бикристаллического ниобия, оси кристаллов которого не симметричны. Внешнее поле параллельно границе и перпендикулярно току. Сила пиннинга различна при инверсии направления тока (инверсии направления силы Лоренца) при неизменном направлении внешнего магнитного поля. Усреднённое значение силы пиннинга для двух направлений тока определяется вкладом от механизма рассеяния электронов (наиболее сильный вклад), а половина разницы между двумя силами пиннинга определяется вкладом анизотропии H_{c2} в монокристаллах Nb (второй по силе).

Отметим, что произведение $I_c \times \mu_0 H$ имеет конечное значение даже при магнитных полях выше объёмного значения H_{c2} (внутри объёма зёрен). Это показывает, что длина когерентности вблизи границы уменьшается из-за рассеяния электронов на границе, что приводит к локальному увеличению верхнего критического поля по сравнению с объёмным значением.

Рассмотренные особенности пиннинга на границах зерен однофазных ниобиевых сплавов проявляются на промышленно выпускаемых технических сверхпроводниках Nb-Ti в виде особенностей возникновения в них электрического поля в высоких магнитных полях.

При протекании транспортного тока, на единицу объёма вихревой системы действует сила [42]:

$$\vec{F}_L = [\vec{j} \times \vec{B}] \quad (1.8)$$

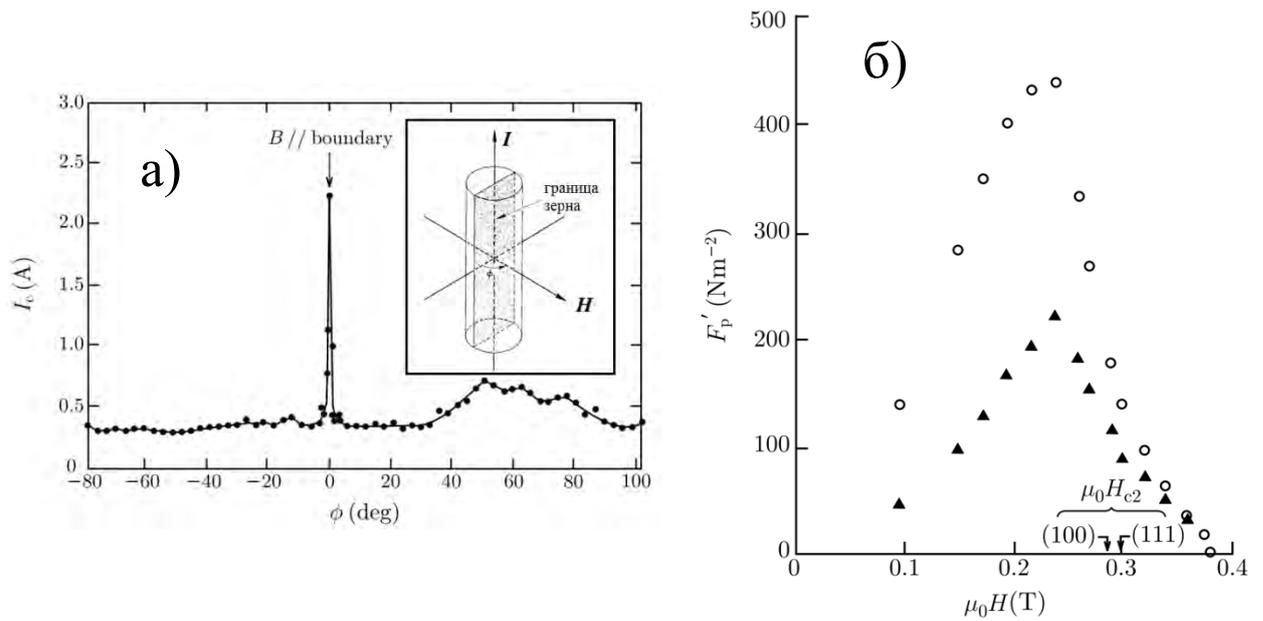


Рис. 1.3.2 Результаты экспериментов на бикристаллическом ниобии. а) Зависимость критического тока в двойниковом бикристалле ниобия в зависимости от угла наклона магнитного поля по отношению к плоскости раздела зерен [58]. б) Сила пиннинга в бикристалле ниобия. Оси двух кристаллов не симметричны относительно магнитного поля, параллельного границе и перпендикулярного току. Различные символы соответствуют разным направлениям тока [37].

где \vec{j} – плотность транспортного тока, \vec{B} – магнитная индукция. Сила (1.8) приводит вихревую систему в движение. Движению вихрей противодействует вязкая сила трения. В результате устанавливается некая усредненная скорость движения вихрей \vec{v} , которой соответствует электрическое поле [59]:

$$\vec{E} = -[\vec{v} \times \vec{B}] \quad (1.9)$$

В случае анизотропного пиннинга эффект направленного движения потока может привести к тому, что среднее направление движения вихрей не совпадает с направлением силы (1.8) [60]. В случае, когда эффект направленного движения потока пренебрежимо мал, можно считать, что $\vec{v} \parallel \vec{F}_L$. Тогда комбинация формул (1.8) и (1.9) дает

$$\vec{E} = [\vec{B} \times \vec{v}] \sim [\vec{B} \times [\vec{j} \times \vec{B}]] = \vec{j}B^2 - \vec{B}(\vec{j} \cdot \vec{B}) \quad (1.10)$$

То есть, даже при отсутствии эффекта направленного движения потока, электрическое поле определяется разностью двух векторов, один из которых направлен вдоль вектора плотности транспортного тока, а другой вдоль вектора индукции магнитного поля. Последняя компонента исчезает, только если направление тока и магнитного поля перпендикулярны, так что скалярное произведение $(\vec{j} \cdot \vec{B}) = 0$. В общем случае, когда магнитное поле \vec{B} и плотность тока \vec{j} имеют произвольный угол, наряду с компонентой электрического поля, направленной вдоль тока \vec{E}_{\parallel} возникает компонента перпендикулярная транспортному току \vec{E}_{\perp} . Последняя получила название сопутствующее электрическое поле [50].

Явление сопутствующего электрического поля является следствием квантования магнитного потока в сверхпроводниках II-го рода. В работе [50] исследовались эффекты возникновения сопутствующего электрического поля при полевом переходе образцов холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанных под различными углами к прокатке. Плоская геометрия ленты позволила исследовать одновременно обе компоненты электрического поля E_{\parallel} и E_{\perp} (Рис. 1.3.3).

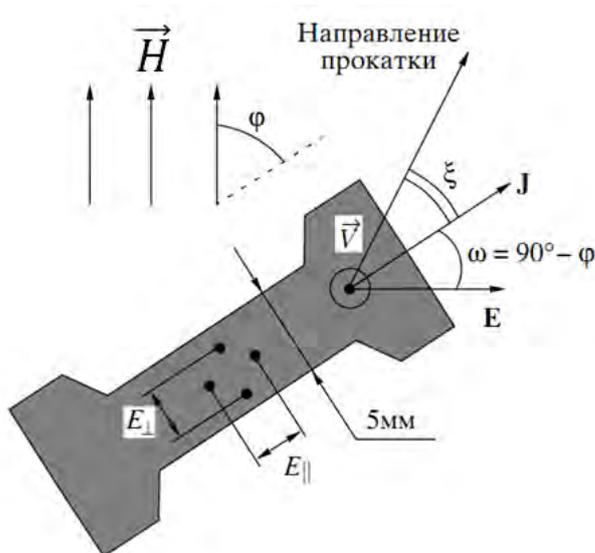


Рис. 1.3.3 Схема эксперимента в работе [50]. ξ – угол к направлению прокатки, под которым вырезан образец; φ – угол, под которым направлено внешнее магнитное поле \vec{H} к транспортному току \vec{j} ; ω – угол под которым направлен вектор электрического поля \vec{E} по отношению к транспортному току \vec{j} , в соответствии с формулой (1.10).

Оказалось что формула (1.10) правильно описывает направление электрического поля лишь в достаточно низких полях <10.5 Тл (Рис. 1.3.4а),

в то время как верхнее критическое поле, определенное по достижении половины нормального сопротивления ($R_{0.5}$), составляло ~ 11.7 Тл, с шириной перехода меньше 0.5 Тл (Рис. 1.3.4б). Ширина перехода традиционно определяется по разности полей, при которых достигается 90% и 10% от нормального сопротивления, и, как считается, характеризует однородность сверхпроводящих свойств материала. Особенности, представленные на рисунке 1.3.4, можно объяснить тем, что в холоднокатаной ленте Nb-Ti существует две сверхпроводящие компоненты, различающиеся средним значением верхнего критического поля H_{c2} : границы зерен Nb-Ti и внутренние объёмы зерен Nb-Ti. Границы зерен вытянуты вдоль направления прокатки и образуют сеть путей с повышенным верхним критическим полем. В высоких магнитных полях, в которых внутренний объём зерен Nb-Ti находится уже в нормальном состоянии, а их границы остаются в сверхпроводящем состоянии, эта сеть образует в сверхпроводнике эквипотенциальные поверхности, параллельные направлению прокатки. В нормальной матрице ток течет перпендикулярно эквипотенциальным поверхностям, создавая поперечную компоненту электрического поля [50]. Этим объясняются особенности на зависимости угла между электрическим полем и током от внешнего магнитного поля $\omega(B)$ в районе 11.5 Тл, проявляющиеся у образцов, вырезанных под ненулевым углом к прокатке (Рис. 1.3.4а).

В результате, степень размытости полевого перехода однофазных Nb-Ti сплавов характеризует однородность не всего материала, а лишь одной сверхпроводящей компоненты – системы границ зерен.

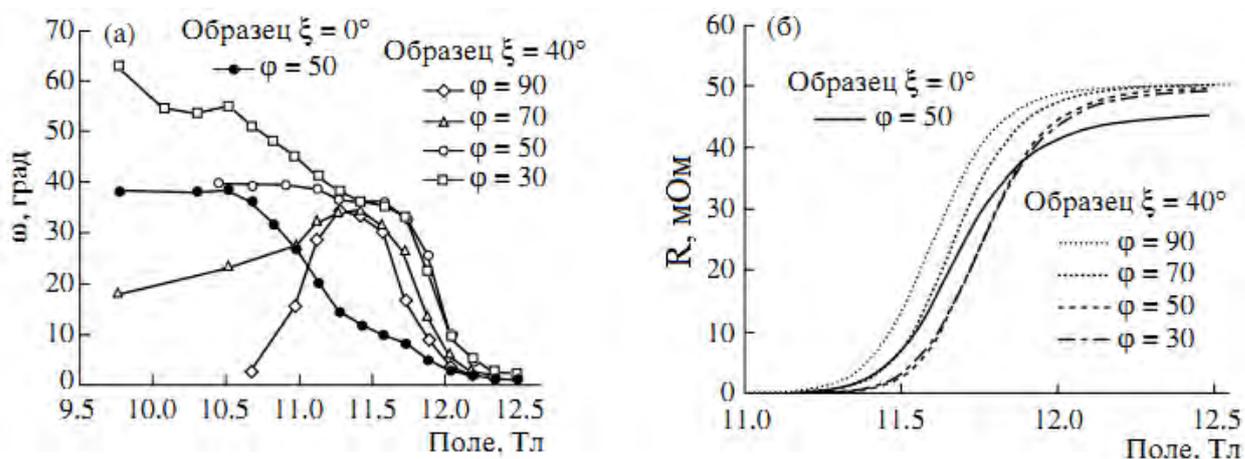


Рис. 1.3.4 а) Зависимость угла между электрическим полем и током от внешнего магнитного поля в образцах холоднокатаной ленты, вырезанной под углами $\xi=0^\circ$ и $\xi=40^\circ$ к прокатке. б) Продольное электрическое сопротивление при измерении переходной характеристики по магнитному полю с малым возбуждающим током [50].

Эффект разделения на две сверхпроводящие компоненты (границы и внутренний объём зерен Nb-Ti) в работе [50] получил название «макроскопическая неоднородность», однако в терминологии используемой в настоящей работе он представляет собой макроскопическое проявление микроскопической неоднородности.

1.3.2. Многофазные сплавы Nb-Ti

Ключевую роль в достижении высокой токонесущей способности коммерческих сверхпроводящих сплавов Nb-Ti играют выделения несверхпроводящей фазы [54]. Несверхпроводящая фаза α -Ti выделяется при искусственном старении сплавов Nb-Ti, в результате их длительной термообработки при температуре ниже температуры превращения $\beta \rightarrow (\alpha+\beta')$. Такая термообработка обычно проводится на конечном или близком к конечному этапам получения сверхпроводника [55]. В равновесной фазе α -Ti растворяется не более 3.5 ат.% Nb [61]. Кроме равновесной α -фазы, для сплавов Nb-Ti известно о существовании трёх неравновесных фаз [61]: (α') – α -фаза, перенасыщенная ниобием, 3.5 ат.% < Nb < 6 ат.%; (α'') – орторомбическая фаза (искаженная α -фаза) с содержанием ниобия от 6 ат.%

до 25 ат.%; (ω) – гексагональная фаза с $c/a=0.613$ (искаженная β -фаза), с высоким содержанием ниобия, до 60 ат.%. Две последние фазы (α'' и ω) являются переходными мартенситными структурами между равновесными фазами ГПУ (α) и ОЦК (β) [62].

1.4 Чётное поперечное напряжение при переходе технических сверхпроводников в нормальное состояние

Так же как и поле необратимости, возникновение поперечной транспортному току разности потенциалов при переходе в нормальное состояние является общим феноменом для всех технических сверхпроводников. Это поперечное напряжение не имеет отношения ни к сопущующему электрическому полю, поскольку возникает в случае, когда магнитное поле ортогонально току, ни к эффекту Холла, так как не меняет знака при инверсии магнитного поля [63], то есть является чётным эффектом, и при температурном переходе сохраняется в отсутствие внешнего магнитного поля. Сообщалось об экспериментальном наблюдении этого явления на Nb [64; 65], MgB_2 [66], $BiSCO$ [67] и $YBCO$ [4; 68; 69], а также других, в том числе, не используемых в технике сверхпроводниках [70].

Существующие модели для объяснения чётного поперечного напряжения (ЧПН) можно разделить на две группы. Модели первой группы используют предположение об особенности движения вихрей при переходе в нормальное состояние. Модели второй группы – предположение о пространственной неоднородности сверхпроводящих свойств.

Особенности движения вихрей при переходе в нормальное состояние

В работах [65; 71] ЧПН в нулевом магнитном поле объяснялось притяжением между разнонаправленными вихрями, возникающими на двух противоположных краях образца. Притягиваясь, разнонаправленные вихри изменяют свою траекторию, в результате чего возникает параллельная и перпендикулярная току компоненты электрического напряжения (Рис.

1.4.1а). Однако формирование *макроскопического* ненулевого поперечного напряжения может происходить только в том случае, если симметрия взаимодействия нарушается [70; 72]. Нарушение симметрии возможно в случае анизотропного пиннинга. Это явление известно как направленное движение потока [60] (Рис. 1.4.1б). В то же время, четное поперечное напряжение при переходе в нормальное состояние неоднократно наблюдалось на сверхпроводниках, направленное движение потока в которых нельзя считать значительным (Рис. 1.4.2) [65; 64; 4].

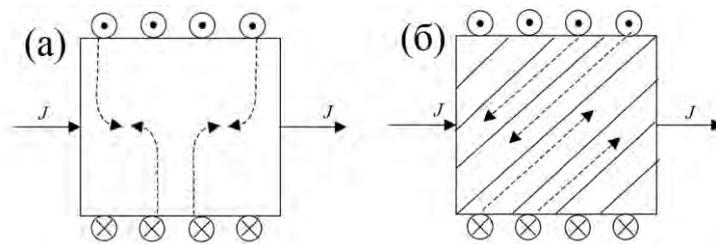


Рис. 1.4.1 Возникновение поперечного напряжения в результате движения вихрей (а) в модели Глазмана [71] и (б) в модели направленного движения вихрей [60].

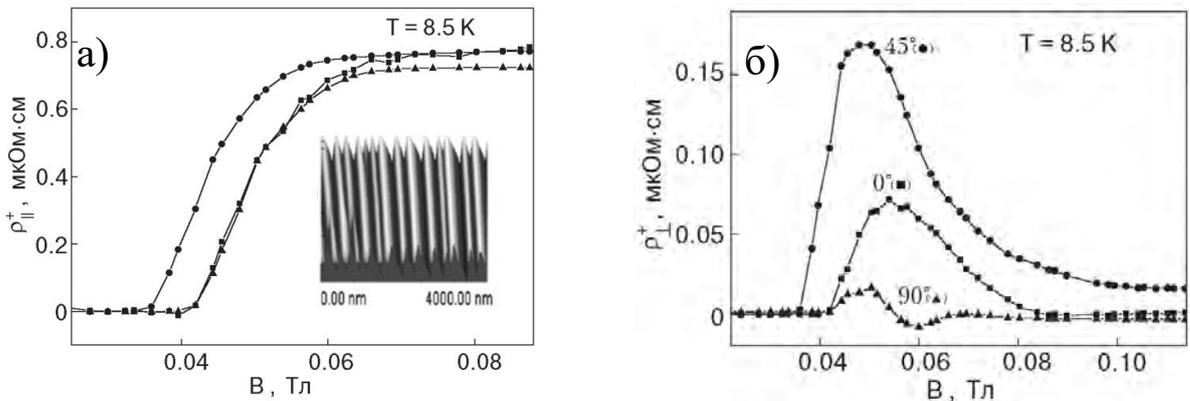


Рис. 1.4.2 Продольная (а) и поперечная (б) полевые зависимости сопротивления при переходе в нормальное состояние фасетированных ниобиевых пленок для различных направлений транспортного тока относительно фасет (0° , 45° и 90°) при температуре $T=8.5$ К и плотности возбуждающего тока $j=5.1$ кА/см² (изображение фасет, полученное на атомном силовом микроскопе, приведено на вставке к рисунку слева). Существенное влияние направленного движения потока ожидается только в случае протекания тока под углом 45° к фасетам, однако значительное четное поперечное напряжение наблюдается для всех ориентаций, а в случае протекания тока под нулевым углом к фасетам четное поперечное сопротивление того же порядка величины что и в случае 45° [64].

Неоднородность сверхпроводящих свойств

Величина и особенности ЧПН не воспроизводятся на образцах, полученных по аналогичной технологии [68; 70], что может свидетельствовать о ключевой роли неоднородностей в возникновении этого эффекта.

В качестве аргумента против этого предположения приводился тот факт, что ЧПН наблюдалось как на неоднородных образцах, так и на монокристаллах, обладающих максимальной однородностью и узким сверхпроводящим переходом [66]. Кроме того, в нескольких работах отмечалась корреляция между формой зависимости ЧПН $\rho_{\perp}(T)$ и производной от температурной зависимости продольного сопротивления $(\partial\rho_{\parallel}/\partial T)$ в случае температурного перехода, или между $\rho_{\perp}(H)$ и $\partial\rho_{\parallel}/\partial H$ в случае полевого перехода [66; 69; 70].

В работе [70] показано, что для возникновения существенного ЧПН достаточно малой пространственной неоднородности сверхпроводящих свойств которая может возникнуть даже на монокристаллическом образце. Наблюдаемые корреляции $\rho_{\perp}(T)$ ($\rho_{\perp}(H)$) и $\partial\rho_{\parallel}/\partial T$ ($\partial\rho_{\parallel}/\partial H$) также удаётся объяснить малой пространственной неоднородностью [70].

В работе [68] отмечено, что в случае, если при переходе неоднородного образца образуется система замкнутых сверхпроводящих токовых петель, то необходимо учитывать квантовые ограничения, накладываемые на фазу сверхпроводящего параметра порядка. Модель, предложенная в [68], по существу является моделью гранулированного сверхпроводящего стекла (раздел 1.2.1). При этом, однако, очевидно её противоречие с оригинальной моделью, которая призвана объяснить явление поля необратимости и в полях выше поля необратимости H^* предполагает отсутствие связей между гранулами, в то время как для существования указанных квантовых ограничений вблизи $H_{c2} > H^*$ необходимо их наличие.

Отметим, что до сих пор исследования четного поперечного напряжения проводились в холловской геометрии, когда векторы магнитного поля,

транспортного тока и поперечного транспортному току электрического напряжения были взаимно ортогональными. И это обстоятельство не позволяет отдать предпочтение какой-либо из описанных моделей.

1.5 Анизотропия верхнего критического поля лент Nb-Ti

В отличие от явления поля необратимости и эффекта ЧПН, надежная информация об анизотропии верхнего критического поля в ленточных низкотемпературных сверхпроводниках к началу диссертационной работы практически отсутствовала.

Единственная известная автору в этой области работа, с неоднозначными результатами, касается обнаружения анизотропии верхнего критического поля для поликристаллических лент Nb-Ti с разной степенью деформации [5]. Ленты были получены прокаткой из заготовок для проводов Nb-Ti, изготовленных по промышленной технологии. Содержание включений фазы α -Ti составляло около 15 об.%. Общая деформация лент складывалась из деформации протяжки на стадии изготовления провода и деформации прокатки при изготовлении ленты. Верхнее критическое поле H_{c2} и поле необратимости H^* определялись по магнитному моменту, измеряемому с помощью СКВИД- и вибромагнитометров (Рис. 1.5.1). В среднем, поле необратимости H^* было на 0.5-1.0 Тл ниже H_{c2} [5].

Авторы [5] сообщали об увеличении анизотропии H_{c2} с увеличением деформация прокатки, и независимости анизотропии от деформации протяжки. На основании этого факта, а также высокого объёмного содержания фазы α -Ti, ими была выдвинута гипотеза, о том, что причиной анизотропии H_{c2} является многослойная структура, образованная частицами α -Ti в матрице Nb-Ti в результате прокатки. Действительно, модель [73] предсказывает, что такая структура может проявлять анизотропию H_{c2} , она же предсказывает исчезновение анизотропии, если степень прокатки достигнет величины, при которой частицы α -Ti станут меньше длины когерентности. Однако авторы [5] не приводят в своей работе ни результатов

для образцов с предельно высокой деформацией прокатки, ни результатов для образцов с малым содержанием включений α -Ti, играющих по их мнению определяющую роль в возникновении анизотропии.

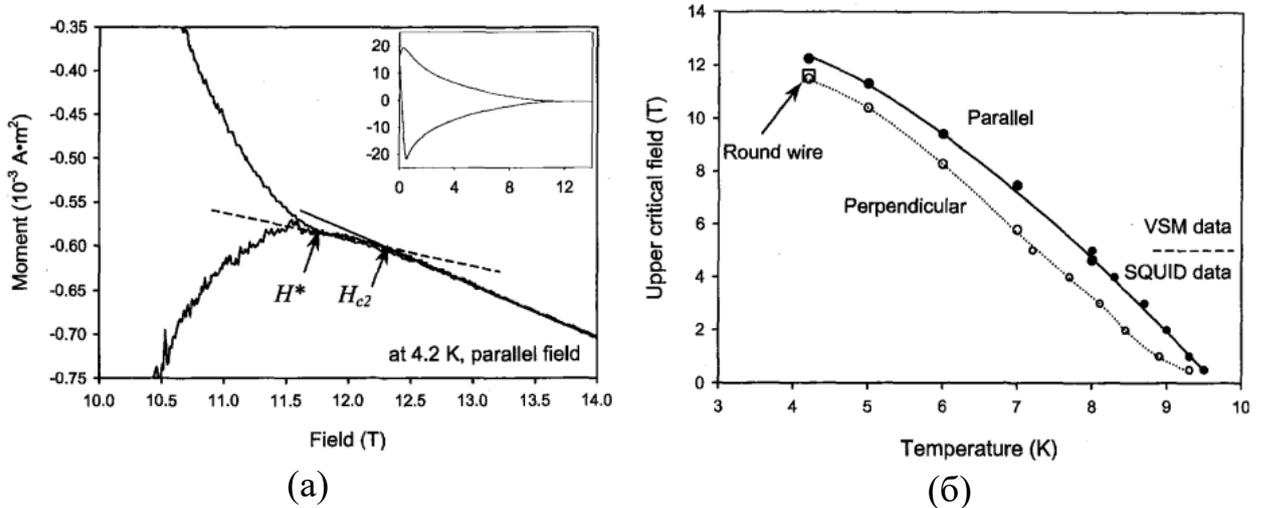


Рис. 1.5.1 а) определение поля необратимости H^* и верхнего критического поля H_{c2} в работе [5]. б) температурная зависимость верхнего критического поля для ориентации поля в плоскости и перпендикулярно ленте.

Не приводятся также данные о кристаллографической текстуре лент Nb-Ti, с которой, в принципе, при высокой степени деформации, могла бы быть связана анизотропия H_{c2} .

Наконец, возможна методическая ошибка. При оценке верхнего критического поля с помощью магнитометра чувствительность методики зависит от размера образца в направлении перпендикулярном магнитному полю. При повороте образца в магнитном поле чувствительность метода изменяется, что эквивалентно определению верхнего критического поля на разных уровнях сопротивления при транспортных измерениях. При размытой переходной характеристике, каковая имеет место в данном случае, эта чисто методическая особенность может послужить причиной «наблюдения» анизотропии H_{c2} .

1.6 Задачи диссертационного исследования

Поле необратимости есть общее явление для всех технических сверхпроводников, имеющее первостепенное значение для их практического применения. Понимание его природы и механизмов возникновения крайне актуально.

Существующие модели не дают адекватного объяснения этому явлению для технических сверхпроводников, в том числе, самых распространенных – на основе сплавов Nb-Ti. Предпосылки этих моделей требуют наличия гранулированности, что кажется невероятным для Nb-Ti, или предполагают существенную роль тепловых флуктуаций, что не согласуется с теоретическими оценками, проведенными для рабочих температур низкотемпературных сверхпроводников.

В то же время, общей особенностью всех технических сверхпроводников, включая сплавы Nb-Ti, является их неоднородность.

Основной идеей диссертационного исследования является обоснование, на примере текстурированных сверхпроводящих лент Nb-Ti, гипотезы о том, что явление поля необратимости есть следствие неоднородности сверхпроводящих свойств технических сверхпроводников. В рамках этой гипотезы предполагается также объяснить явления, наблюдаемые вблизи и выше поля необратимости, как то анизотропию верхнего критического поля и возникновение четного поперечного напряжения при переходе сверхпроводника в нормальное состояние.

В работе поставлены 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 высоких магнитных полях 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 описания наблюдаемых явлений, согласующуюся с классическими представлениями об электродинамике сверхпроводников Nb-Ti.

Глава 2 Методическая часть

2.1 Объект исследования и образцы

В качестве объекта исследования была выбрана лента Nb-Ti по следующим причинам:

- Сверхпроводники на основе Nb-Ti являются сегодня едва ли не самыми востребованными в сверхпроводниковой индустрии при создании самых разнообразных технических устройств. Они используются в уже действующих и строящихся ускорительных мегаустановках (XFEL, LHC, NICA и др.) и установках управляемого термоядерного синтеза (Т7, ITER, EAST, Wendelstein 7-X и др.), в высокоскоростном транспорте на электродинамической подвеске, медицинских томографах и ЯМР спектрометрах различного назначения, магнитных сепараторах, лабораторных магнитах и др. [74]
- Хорошо отработанная технология получения сплавов Nb-Ti и стандартные способы механической обработки способны обеспечить однородность и воспроизводимость характеристик лент, что позволяет исследовать физические закономерности, а не индивидуальные особенности конкретных образцов.
- Кристаллографическая структура Nb-Ti является одной из простейших, при этом система центров пиннинга не является тривиальной и воспроизводит фундаментальное свойство технических сверхпроводников – анизотропию токнесущей способности относительно направления магнитного поля и силы Лоренца [60].
- Nb-Ti является идеальным модельным материалом для изучения пиннинга [5] ввиду того, что часто используемое [23] для оценки силы пиннинга отношение j_c/j_0 (критической плотности тока j_c к току распаривания Гинзбурга-Ландау j_0 , при котором кинетическая энергия куперовской пары сравнивается с энергией взаимодействия электронов в

паре) имеет одно из максимальных на сегодняшний день значений для технических сверхпроводников [75].

- Плоская геометрия ленты имеет серьёзное преимущество перед проводами круглого сечения (обычно используемыми в сверхпроводниковой индустрии), позволяя напрямую исследовать анизотропию токонесущей способности в сильно деформированном в результате механической обработки материале, а именно,
 - тензорную зависимость векторов электрического поля \vec{E} и плотности тока \vec{j} , с помощью одновременной регистрации продольной и поперечной вольт-амперных характеристик,
 - зависимость токонесущей способности от направления тока, используя нарезку ленты под разными углами к направлению прокатки [60; 50].
- Микроструктурой ленты Nb-Ti и, следовательно, её токонесущей способностью относительно легко управлять с помощью термообработки [76].
- Тонкая (см. ниже) лента удобна для структурных рентгеновских исследований как в геометрии на отражение на лабораторных установках, так и в геометрии на просвет с применением синхротронного излучения.
- Относительно низкое верхнее критическое поле для Nb-Ti (~12 Тл при 4.2 К) позволяет проводить исследования токонесущей способности в диапазоне полей, где лента сохраняет сверхпроводимость, а также за его пределами на стандартном исследовательском оборудовании УИС (универсальный испытательный стенд).
- Сверхпроводящие свойства лент Nb-Ti малочувствительны к слабым деформациям, что облегчает подготовку образцов для экспериментов и анализ результатов.

Образцы для исследований изготавливали из длинной (несколько десятков метров) холоднокатаной ленты Nb-Ti, толщиной 10 мкм и шириной 80 мм, полученной из сверхпроводящего сплава HT-50 (Nb-50масс.%Ti или,

иначе, Ti-34ат.%Nb) [60]. Изначально лента была покрыта с обеих сторон слоем меди толщиной 1 мкм, прочно соединенным со сверхпроводящей основой в процессе прокатки. При изготовлении образцов для транспортных исследований этот слой удалялся частично (см. ниже). В остальных случаях, в том числе, при проведении рентгеновских и электронно-микроскопических исследований, использовались образцы, полностью очищенные от меди. Для удаления слоя меди использовалось хлорное железо. Изменение микроструктуры ленты проводилось путем вакуумной (при остаточном давлении 10^{-2} Па) термообработки при температуре 385°C в течение 25 часов. Такая термообработка, называемая искусственным старением, обычно применяется для выделения фазы α -Ti при производстве проводов Nb-Ti [76; 54].

2.2 Транспортные исследования

2.2.1. Приготовление образцов

Чтобы обеспечить достаточную чувствительность в высоких магнитных полях, где критические токи малы, эксперименты проводились на образцах со стравленным на измерительном участке медным покрытием. Образцы для исследований готовились следующим способом. Лента Nb-Ti, вырезанная под нужным углом к прокатке и со стравленным с одной стороны медным слоем, приклеивалась клеем БФ-2 к корундовой подложке так, чтобы покрытая медью сторона оставалась снаружи. Корунд в качестве подложки был выбран по той причине, что это немагнитный и непроводящий материал, обладающий в жидком гелии высокой теплопроводностью, что обеспечивало дополнительную термостабилизацию. Затем образец помещался под пресс (5 кг) и вместе с прессом размещался в печи. Печь разогревалась до 140°C, и при этой температуре образец выдерживался в течение 2 часов на воздухе для полимеризации клея. После остывания, на образец наносилась маска, чтобы стравить медь в центральной его части, и проводилось травление. Далее, на лазерной установке ИЛИ-1-20 (энергия в импульсе 1мДж, частота

20 кГц, длительность импульса 100 нс, длина волны 1068 нм, плотность мощности в импульсе 5 МВт/мм²) за три прохода вырезался контур, показанный на рисунке .2.2.1. После этого периферийная часть ленты удалялась, и на подложке оставался образец с медным покрытием на токовых и потенциальных контактах и без медной стабилизации на измерительном мостике.

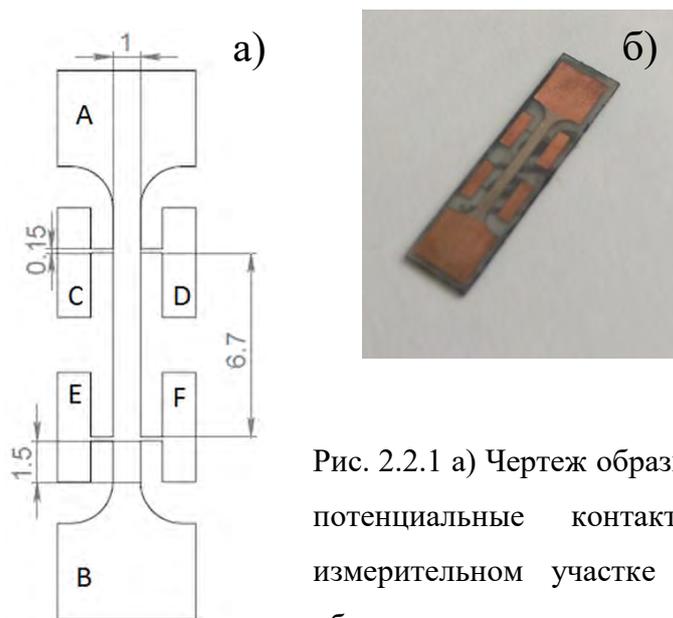


Рис. 2.2.1 а) Чертеж образца. А, В – токовые контакты. С, D, Е, F – потенциальные контакты. б) Фотография образца. На измерительном участке (между потенциальными контактами) образец не шунтирован медью.

В диапазоне полей от 0 Тл до 9 Тл, где токонесущая способность намного выше, и необходима стабилизация, лента Nb-Ti с медным покрытием припаивалась с помощью ПОС-60 к подложке из латуни. Размеры подложки 4 мм x 20 мм. Потенциальные контакты также припаивались. Паразитный сигнал на поперечных контактах, вызванный несоответствием в расположении контактов, учитывался по измерению ВАХ при комнатной температуре и/или в полях выше перехода в нормальное состояние.

В интервале полей от 8.5 Тл до 10 Тл измерения удавалось провести как в стабилизированных (припаянных к латуни), так и на нестабилизированных (приклеенных к коруду) образцах.

2.2.2. Испытательный стенд

Регистрация вольт-амперных характеристик (ВАХ) и вольт-полевых характеристик (ВПХ) осуществлялась с помощью измерительного стенда, схема которого приведена на рисунке 2.2.2. Эксперименты проводились в среде жидкого гелия при атмосферном давлении в криостате УИС-1 (Рис. 2.2.3) со сверхпроводящим соленоидом до 13 Тл (на Рис. 2.2.2 не показан). В качестве источника питания соленоида использовался Oxford Magnet Power Supply PS126 со стабильностью по нагрузке не хуже 0.01% и пульсациями, не превышающими 0.3% от установленного значения. Источниками питания образца являлись:

- Keithley 6621, способный выдавать ток в диапазоне от 0 до 100 мА с точностью не хуже 0.1% и шумами, не превышающими 10 мкА при использовании максимального диапазона.
- Tektronix для токов в диапазоне 0.1 – 5 А (точность 0.05%, шумы 0.1 мА).
- Ametek Sorensen SGI 30/167 для токов 5 – 167 А (точность 0.05%, шумы 0.5 А).

Напряжение на образце регистрировалось тремя (два поперечных и один продольный) нановольтметрами Keithley 2182А (точность измерения ~ 1 нВ при диапазоне измерений ± 10 мВ). Для уменьшения наводок потенциальные пары скручивались и прижимались к образцу. В ходе эксперимента удавалось достичь размаха уровня шумов напряжения, не превышающего 30 нВ. Возможный перегрев образца на токовых контактах контролировался вольтметром Keithley 2001 (напряжение защиты, которое включает в себя напряжение на токовых контактах и падение напряжения на образце, см. Рис. 2.2.2). В случае регистрации предельно допустимого напряжения на защитном вольтметре, питание образца экстренно прерывалось с помощью реле PXI 6521 за время, не превышающее 70 мс. Управление испытаниями проводилось на специально разработанном автором в среде LabView программном обеспечении (Рис. 2.2.4).

Для исследования токонесущей способности образца при различных ориентациях магнитного поля, образец размещался на поворотном зонде, обеспечивающем вращение вокруг двух взаимно перпендикулярных осей (Рис. 2.2.5). Вокруг одной оси образец поворачивался и фиксировался при комнатной температуре. Вращение вокруг другой оси зонд позволял осуществлять *in situ*, во время проведения эксперимента. Положение образца в магнитном поле контролировалось двумя взаимно ортогональными датчиками Холла.

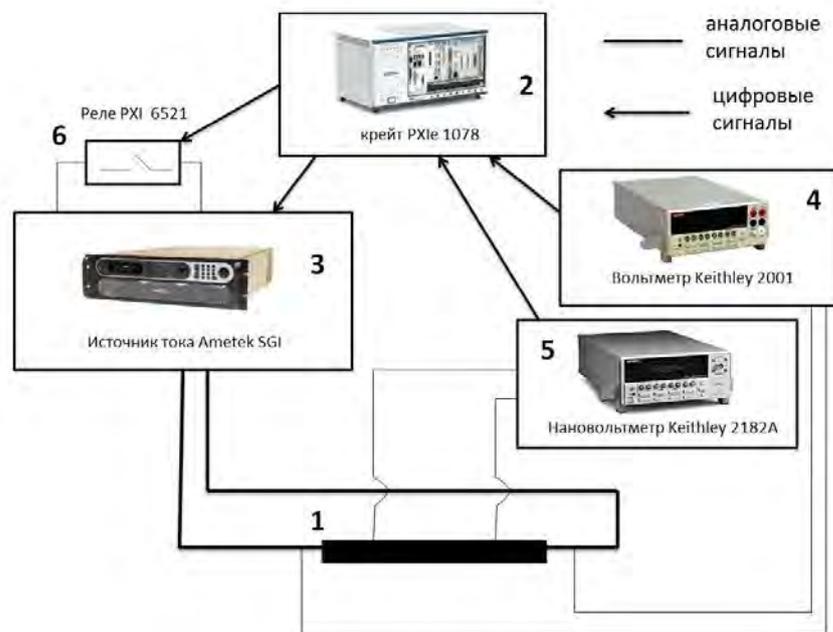


Рис. 2.2.2 Блок-схема стенда испытаний технических сверхпроводниковых материалов: 1 – образец; 2 – управляющий крейт; 3 - источник транспортного тока; 4 – защитный вольтметр; 5 – нановольтметр, регистрирующий падение напряжения на образце; 6 – блок реле экстренного отключения питания образца.

а

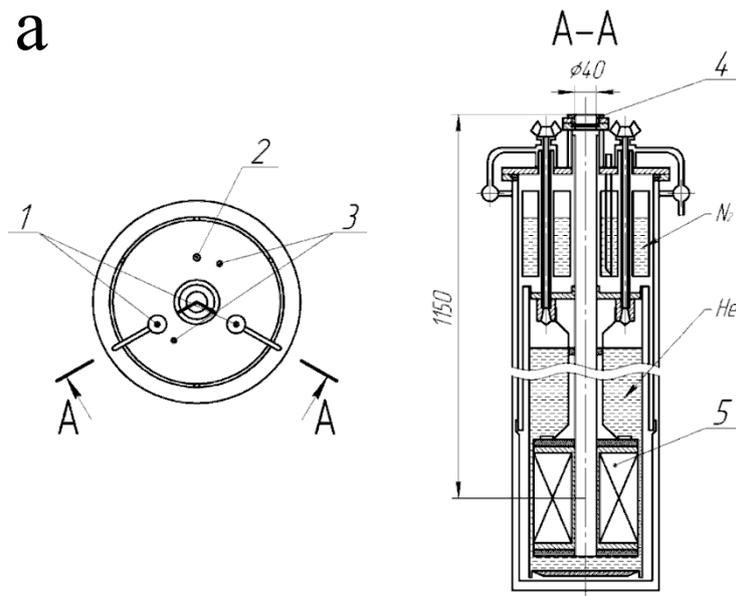


Рис. 2.2.3 а) Схематическое изображение криостата со сверхпроводящим соленоидом: 1 – токовводы питания соленоида, 2 – отверстие для трубки с датчиком измерителя уровня жидкого гелия, 3 – отверстия для заливки жидкого азота в азотную банку, 4 – горловина криостата, 5 – сверхпроводящий соленоид. б) Фотография криостата.

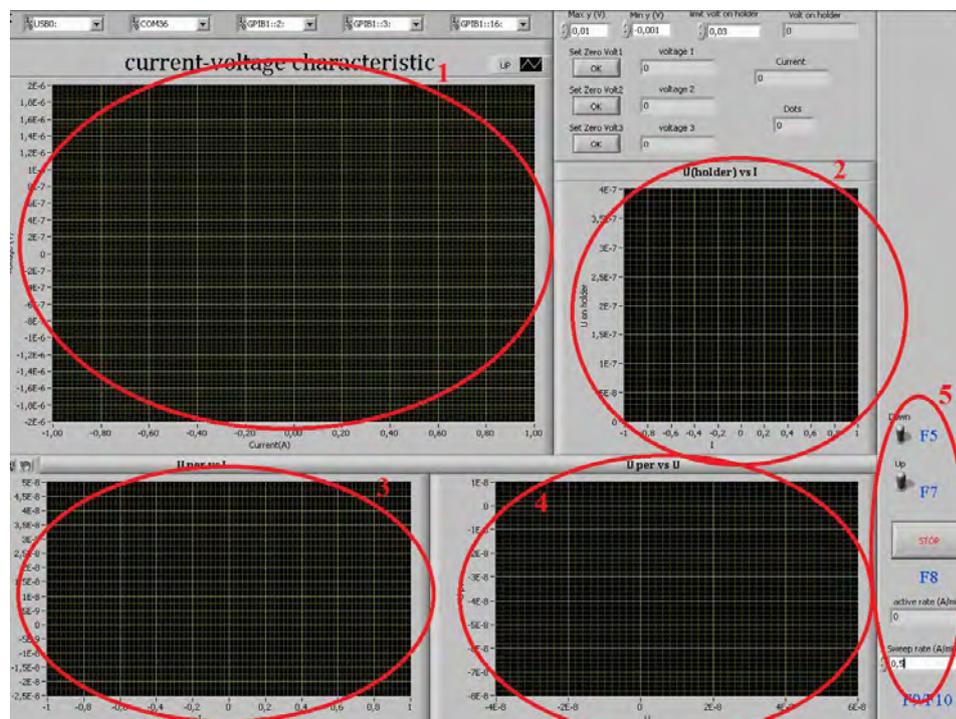


Рис. 2.2.4 Окна программы управления экспериментом: 1) отображение продольной вольт-амперной характеристики (ВАХ) 2) отображение зависимости напряжения защиты от тока 3) отображение поперечной ВАХ 4) отображение зависимости поперечного напряжения от продольного 5) блок управления записью ВАХ.

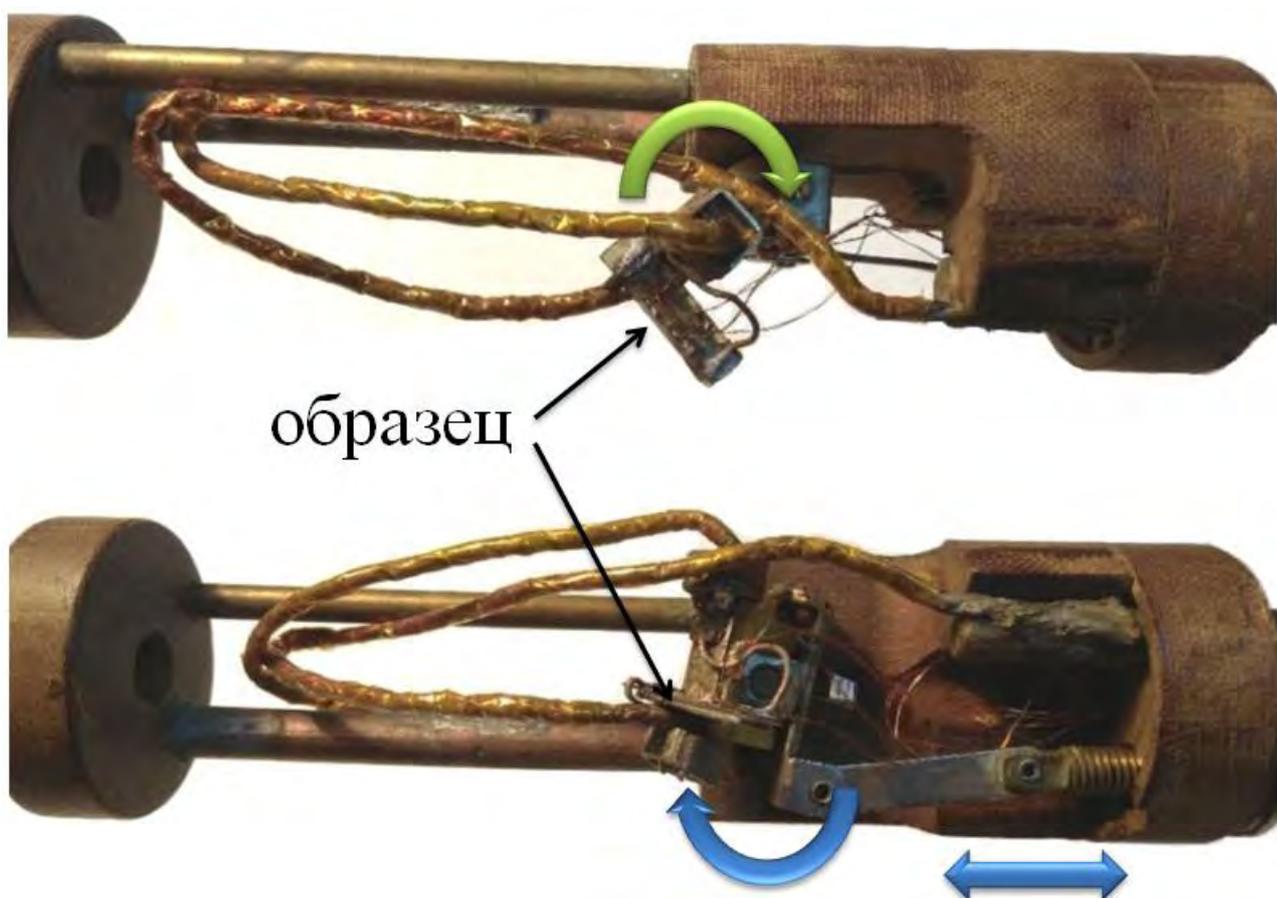


Рис. 2.2.5 Измерительный зонд с двух ракурсов. Зеленой стрелкой показана ось вращения, которая фиксируется при комнатной температуре. Синей стрелкой показана ось вращения, вокруг которой образец можно поворачивать при опущенном в жидкий гелий зонде.

2.2.3. Измерение переходных характеристик

Измерение вольт-амперных характеристик (ВАХ).

Регистрация ВАХ проводилась при фиксированном магнитном поле и заданной ориентации образца. Развёртка тока осуществлялась ступенчато: источнику тока отдавалась команда установить необходимое значение тока, затем следовало ожидание 350 мс, в течение которого источник тока обрабатывал команду, и завершались релаксационные процессы. После установления тока, нановольтметрам отдавалась команда об измерении напряжения. Время интегрирования вольтметров составляло 40 мс (2 периода колебаний сетевого напряжения) в режиме синхронизации с внешним питанием [77]. Таким образом, время измерения одной точки на ВАХ,

включающее установление тока, измерение напряжения и передачу информации от управляющего компьютера к приборам и обратно, составляло в среднем 450 мс. Затем процесс повторялся с новым значением транспортного тока через образец. Программа управления экспериментом позволяла изменять величину шага в процессе регистрации ВАХ. Типичный диапазон изменения шага – от 0.1 мА до 1 А. Для ускорения процесса измерений шаг по току на начальном участке ВАХ мог быть большим и затем, по мере приближения к критическому току, уменьшаться.

Для контроля перегрева образца и индуктивных наводок регистрация ВАХ проводилась как при увеличении, так и при уменьшении тока через образец (прямая и возвратная ветви ВАХ).

Критический ток определялся по критерию достижения продольным электрическим полем величины 1 мкВ/см, как показано на рисунке .2.2.6.

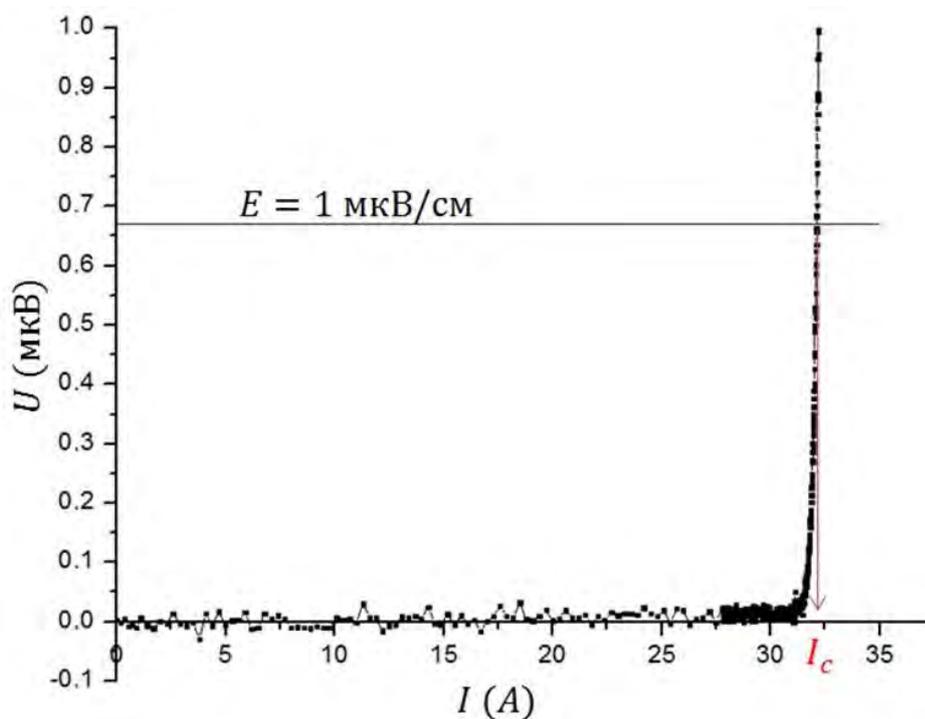


Рис. 2.2.6 Вольт-амперная характеристика и правило определения критического тока

Измерение вольт-полевых характеристик (ВПХ).

Регистрация ВПХ проводилась при фиксированной ориентации образца к внешнему полю и постоянном возбуждающем транспортном токе через

образец (от 1 мкА до 100 мА). Развёртка поля осуществлялась с помощью непрерывной развёртки тока соленоида так, чтобы напряжение на соленоиде не превышало 1 В (защита от перехода соленоида в нормальное состояние). В случае превышения 1 В скорость развёртки тока снижалась. Типичные скорости развёртки тока соленоида составляли от 0.5 А/мин до 8 А/мин. Величина магнитного поля определялась по показаниям датчика Холла, расположенного вблизи образца и предварительно откалиброванного по известной постоянной соленоида 0.07472 Тл/А.

Верхнее критическое поле (H_{c2}) определялось по критерию достижения сопротивлением половины величины в нормальном состоянии (ρ_n), а ширина перехода определялась разницей значений поля при 0.9 и 0.1 от ρ_n (Рис. 2.2.7).

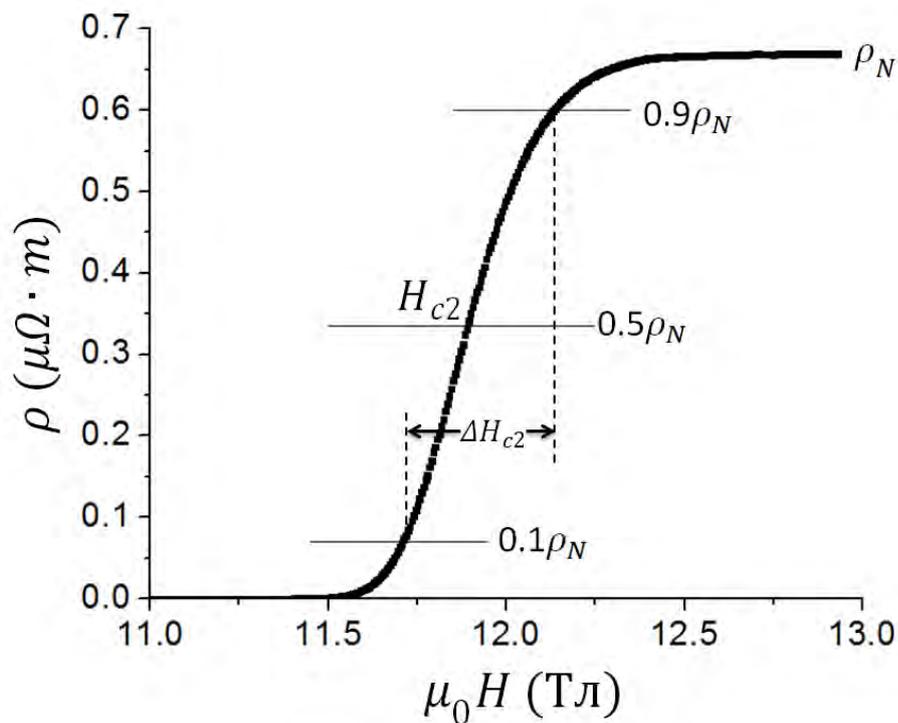


Рис. 2.2.7 Определение верхнего критического поля и ширины перехода

2.3 Измерение магнитного момента

Для определения величины поля необратимости и оценки полевой зависимости токонесущей способности были проведены записи кривых намагничивания лент Nb-Ti в перпендикулярном магнитном поле. С целью усиления полезного сигнала, образцы представляли собой стопку из десяти уложенных друг на друга кусков ленты, вырезанных в форме квадратов размером 6×6 мм². Измерения проводили с помощью зонда, разработанного для работы в криостате УИС при температуре жидкого гелия (Рис. 2.3.1). В центре сверхпроводящего соленоида на одинаковом расстоянии от оси располагались два датчика Холла, каждый из которых запитывался отдельным источником тока Tektronix. Расстояние между датчиками составляло 20 мм. Вблизи одного из датчиков располагался образец. Внешнее магнитное поле вводилось в соленоид с помощью источника постоянного тока Oxford Magnet Power Supply PS126 со скоростью 0.5-5 Тл/мин так, чтобы напряжение на соленоиде не превышало 0.7 В. Магнитный момент образца определялся по разнице показаний датчиков Холла.

Коэффициенты пропорциональности между сигналами с датчиков Холла и величиной магнитного поля определялись во время калибровки измерительной системы без образца, по току сверхпроводящего соленоида и известной постоянной $k=0.07472$ Тл/А.

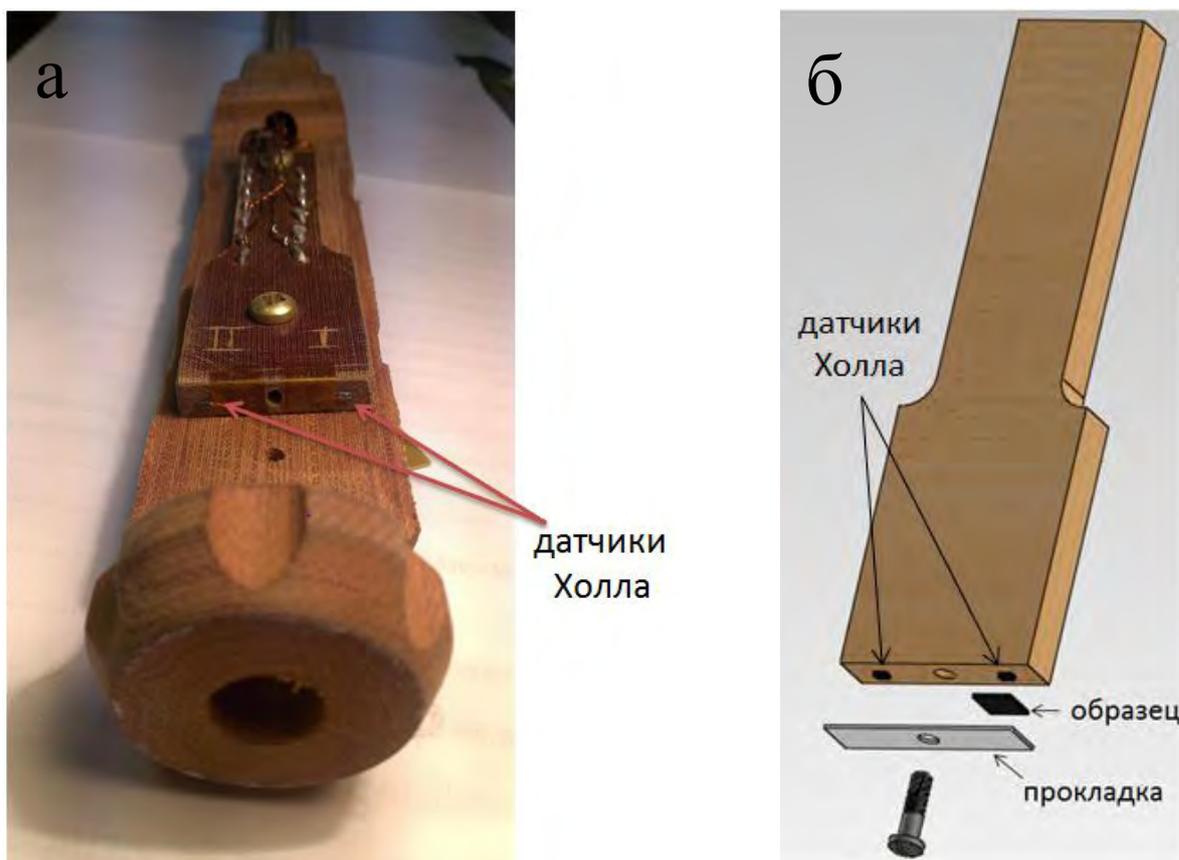


Рис. 2.3.1 а) Фотография зонда для измерения зависимости магнитного момента от внешнего магнитного поля. б) Схема взаимного расположения образца и держателя с датчиками холла.

2.4 Определение критической температуры

Критическая температура ленты Nb-Ti определялась методом магнитного экранирования [78], на установке SR-SC-05 в АО «ВНИИНМ» [79].

Принципиальная схема измерения приведена на рисунке .2.4.1. Квадратный образец ($10 \times 10 \text{ мм}^2$) помещается между двумя плоскими катушками, задающей и принимающей. Катушки с образцом помещаются в стальной стакан, который вакуумируется и заполняется газообразным гелием для лучшего теплообмена, затем стакан помещается в криостат с жидким гелием. Управляемое компьютером напряжение с генератора подаётся через усилитель мощности на задающую плоскую катушку. При этом по задающей катушке протекает ток с амплитудой 5 мА и частотой 10 кГц. Такой режим позволяет избежать нежелательного нагревания образца током задающей катушки. В переменном поле задающей катушки находится образец и

приёмная катушка. Сигнал с приёмной катушки усиливается и регистрируется синхронным детектором. Параллельно считывается температура с термометра T . Сигнал на задающей катушке описывается законом $U_0 \cos(\omega t)$, где $\omega = 2\pi/\tau$, τ – период колебаний. На принимающей катушке сигнал тоже имеет период τ , поэтому его удобно представить в виде ряда

$$U_1(t) = \sum_{n=1}^{\infty} [U'_n \cos(n\omega t) + U''_n \sin(n\omega t)] \quad (2.1)$$

где

$$U'_n = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T U_1(t) \cos(n\omega t) dt \quad (2.2)$$

$$U''_n = \frac{\omega}{\pi} \int_0^T U_1(t) \sin(n\omega t) dt \quad (2.3)$$

Отклик образца измеряется только на основной частоте $n = 1$, так что $U' = U'_1$ и $U'' = U''_1$. Таким образом,

$$\tilde{U}_1(t) = U' \cos(\omega t) + U'' \sin(\omega t) = U \cos(\omega t - \varphi) \quad (2.4)$$

где $U = \sqrt{U'^2 + U''^2}$, $\text{tg}(\varphi) = U''/U'$.

По двум сигналам U' (синфазному) и U'' (квадратурному) можно определить амплитуду U и сдвиг фазы φ на принимающей катушке.

При измерениях в качестве датчика температуры использовался угольный термометр сопротивления ТСУ, расположенный вблизи образца. Ошибка определения температуры в абсолютных единицах составляла 0.01 К. Регулировка температуры осуществлялась с помощью нагревателя с бифилярной обмоткой.

За критическую температуру (T_c) принималась середина синфазной кривой перехода (Рис. 2.4.2). Ширина перехода (ΔT), по аналогии с транспортными измерениями, определялась по разнице температур, при которых напряжение на принимающей катушке составляло 90% и 10% от напряжения, достигаемого после перехода образца в нормальное состояние.

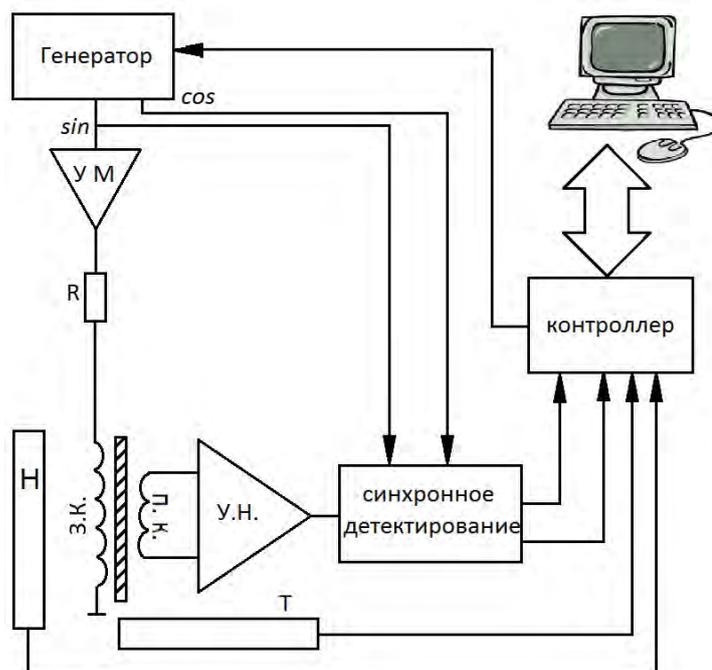


Рис. 2.4.1 Принципиальная схема установки для измерения критической температуры методом магнитного экранирования. УМ – усилитель мощности, У.Н. – усилитель напряжения, з.к. – задающая катушка, п.к. – принимающая катушка, Т – термометр, Н – нагреватель

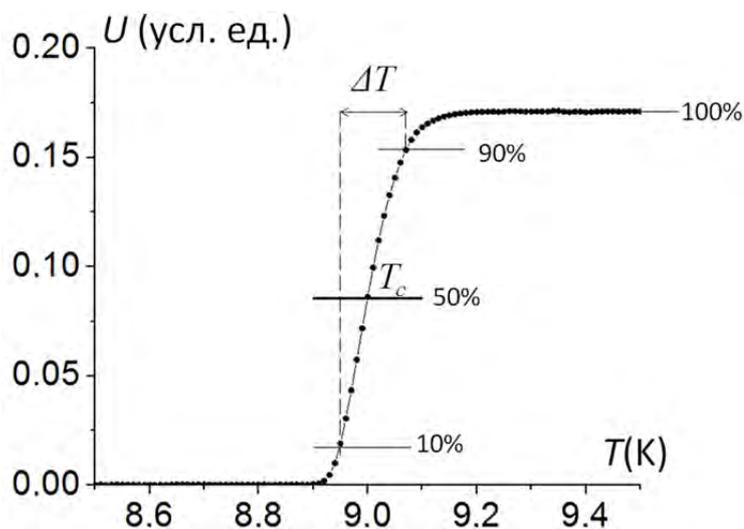


Рис. 2.4.2 Пример индуктивной кривой перехода (синфазной составляющей) для термообработанной ленты Nb-Ti. Критическая температура T_c определяется при достижении сигналом 50% от величины в нормальном состоянии. Ширина перехода ΔT определяется по разнице температур при достижении сигналом 90% и 10% от величины в нормальном состоянии.

2.5 Рентгеновские исследования

2.5.1. Кристаллографическая текстура

Для определения кристаллографической текстуры лент Nb-Ti использовалась рентгеновская съемка внутренней части полюсных фигур в диапазоне зенитного угла от 0° до 80° с шагом 1° , на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover, ресурсного центра «Рентген» [80]. По экспериментальным полюсным фигурам строилась функция распределения ориентаций (ФРО) в программе M-tex [81]. ФРО $f(\mathbf{g})$ описывается объёмной долей зёрен с ориентацией \mathbf{g} как

$$f(\mathbf{g}) = \frac{1}{V} \frac{dV(\mathbf{g})}{d\mathbf{g}} \quad (2.5)$$

где ориентация \mathbf{g} задаётся тремя углами Эйлера $\varphi_1, \theta, \varphi_2$, V – общий объём образца, $dV(\mathbf{g})$ – суммарная часть объёма образца с ориентацией \mathbf{g} в пределах элемента объёма $d\mathbf{g}$. В работе использовалось определение углов Эйлера по Бунге [82].

Анализ ФРО в программе M-tex позволил определить объёмные доли и углы Эйлера основных текстурных компонент. А также рассчитать полюсные фигуры, в том числе, с целью наглядной оценки точности метода расчета.

Верификация текстуры проводилась на станции «Структурное материаловедение» Курчатовского источника синхротронного излучения (СМ КИСИ) в геометрии на просвет. В качестве двумерного детектора использовали Fujifilm Imaging Plate, расстояние образец-детектор ~ 200 мм, длина волны 0.6889\AA , размер пучка 200×200 мкм, время экспозиции 30 мин. Расположение первичного пучка на краю детектора и наличие текстуры в ленте Nb-Ti приводило к тому, что 2D дифракционные картины различались при повороте образца на 90° (Рис. 2.5.1). Для наглядного представления экспериментальных данных обе 2D картины, различающиеся поворотом образца на 90° , совмещались таким образом, чтобы они отображались одновременно (см. Рис. 3.1.5).

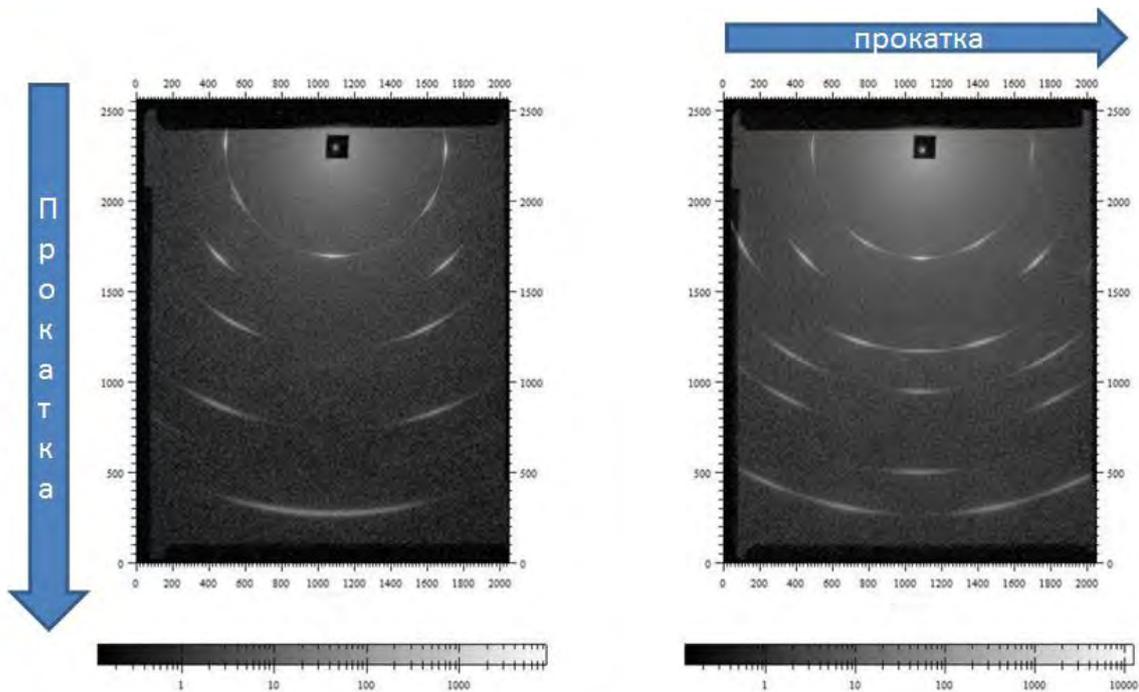


Рис. 2.5.1 Необработанные 2D дифракционные картины холоднокатаной ленты Nb-Ti, различающиеся поворотом образца на 90° . Длина рентгеновского излучения $\lambda=0.6889\text{\AA}$.

Способ верификации текстуры по двумерной дифракционной картине пояснён на рисунке .2.5.2 [83] и в подписи к нему.

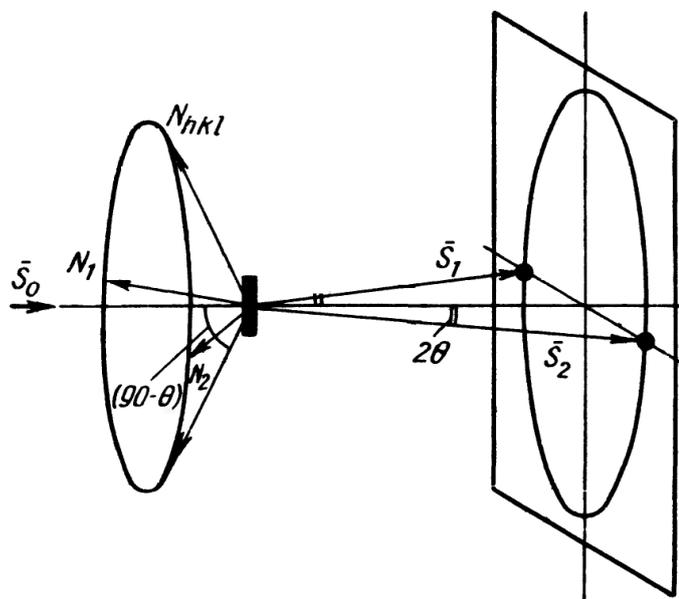


Рис. 2.5.2 Пояснения к способу верификации текстуры по синхротронным 2D дифракционным картинам. S_0 – первичный пучок. Лучи $[S_1, S_2, \dots]$, отражённые от семейства плоскостей $\{hkl\}$, идут по образующим конуса с углом полураствора 2θ , где θ – брэгговский угол для плоскостей $\{hkl\}$. При этом нормали N_{hkl} к плоскостям $\{hkl\}$

образуют «конус нормалей» с углом полураствора ($90^\circ - \theta$) вокруг оси S_0 . Направления нормалей N_{hkl} описываются прямыми полюсными фигурами, поэтому для определения положения пиков интенсивности на 2D дифракционных картинах необходимо на прямой полюсной фигуре провести окружность, соответствующую постоянному зенитному углу $\chi = 90 - \theta$. Места пересечения областей интенсивности на прямой полюсной фигуре с этой окружностью будут определять азимутальные углы пиков интенсивности на двумерных дифракционных картинах.

2.5.2. Количественный фазовый анализ

Для проведения количественного фазового анализа, синхротронные 2D дифракционные картины интегрировали по азимутальному углу и приводили к стандартному виду зависимости интенсивности от двойного угла рассеяния (см. Рис. 3.2.3). При этом, учитывая наличие слепых зон на составных 2D картинах, в анализе не участвовали пики с возможно искаженными интенсивностями, следующие за отражениями от семейства плоскостей $\{220\}$ (Рис. 3.1.5). Дополнительно, количественный фазовый анализ проводили по данным, полученным в геометрии на отражение на лабораторной установке Bruker D8 Advanced ресурсного центра «Рентген».

Полнопрофильный анализ дифракционных картин обоих типов, на просвет и на отражение, проводился с использованием программы FullProf [84], позволяющей учитывать наличие сильной текстуры в фазах. При этом информация о текстуре вводилась согласно данным, полученным при исследовании полюсных фигур.

2.6 Электронная микроскопия

2.6.1. Подготовка образцов

Подготовка образцов для микроструктурных исследований проводилась на растровом электронно-ионном микроскопе (РЭИМ) Helios NanoLab 600i (FEI Company, США) ресурсного центра «Нанозонд» (Рис. 2.6.5a) [85], имеющем разрешение электронной колонны 0.9 нм при ускоряющем напряжении 15 кВ (1.4 нм при 1 кВ) и разрешение ионной колонны 5 нм при

напряжении 30 кВ. На этом микроскопе изготавливались (микро)образцы для исследований на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ), при постоянном контроле качества их поверхности. Процесс изготовления заключался в следующем.

Исходный макроскопический образец ленты Nb-Ti закреплялся на предметном столике двусторонним углеродным скотчем, после чего столик помещался в камеру микроскопа. На поверхность ленты с помощью газовой инжекционной системы (ГИС) наносился слой платины (Pt) толщиной ~1.5 мкм в форме прямоугольника $14 \times 1.5 \text{ мкм}^2$ (Рис. 2.6.1а), для защиты поверхности от последующего ионного травления. Затем, с обеих сторон от Pt-слоя ионным пучком (Ga^+ , ускоряющее напряжение 30 кВ, ионный ток 6.5 нА) вытравливались прямоугольные области размером $17 \times 8 \text{ мкм}^2$ и глубиной ~7 мкм. Таким образом, между двумя прямоугольными «канавками» создавалась мембрана Nb-Ti толщиной ~1 мкм, длиной ~17 мкм и высотой ~7 мкм (Рис. 2.6.1б).

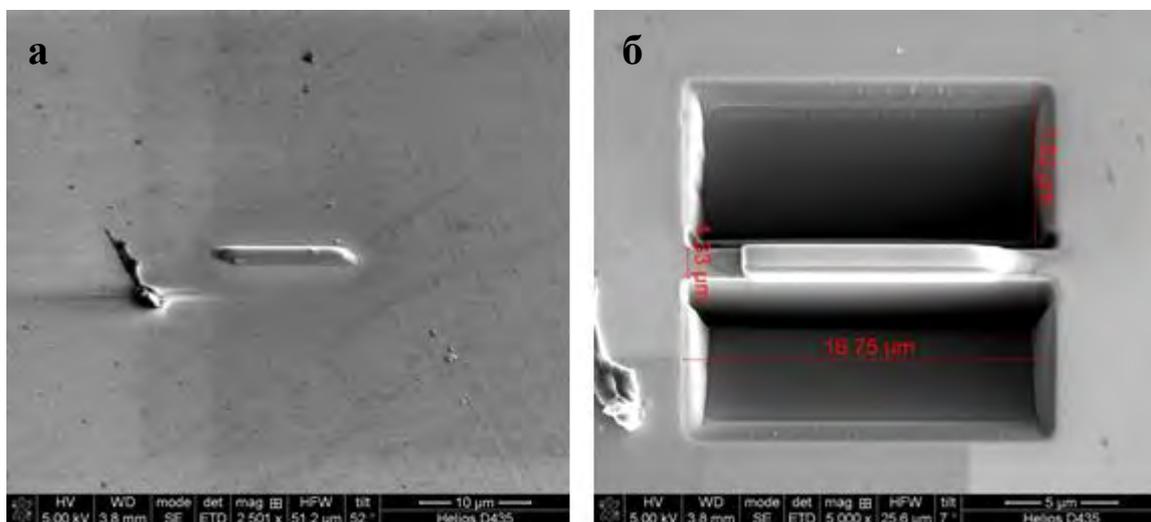


Рис. 2.6.1 (а) область образца с нанесенным защитным слоем Pt; (б) мембрана Nb-Ti толщиной около 1-1.3 мкм.

Для отсоединения мембраны от ленты, столик с образцом наклонялся относительно ионного пучка на угол 70° , и мембрана подрезалась с трех сторон ионным пучком так, чтобы оставался небольшой мостик,

выполняющий поддерживающую функцию (см. Рис. 2.6.2). После этого к поверхности образца подводили иглу микроманипулятора (OmniProbe 200) и, используя ГИС (W) и ионный пучок (Ga^+ , напряжение 30 кВ, ток 93 пА), приваривали иглу к поверхности или верхней части бокового среза мембраны (Рис. 2.6.2).

На следующем этапе, с помощью сфокусированного ионного пучка (ФИП) поддерживающий мостик окончательно обрезался, мембрана отделялась от ленты, и полученную ламель перемещали с помощью микроманипулятора к одному из выступов специального кольца OmniProbe до соприкосновения с ним (см. Рис. 2.6.3). Затем, используя ГИС (W) и ионный пучок (Ga^+ , 30 кВ, 93 пА), мембрану приваривали к выступу (Рис. 2.6.3), после чего игла отделялась от приваренной к кольцу мембраны.

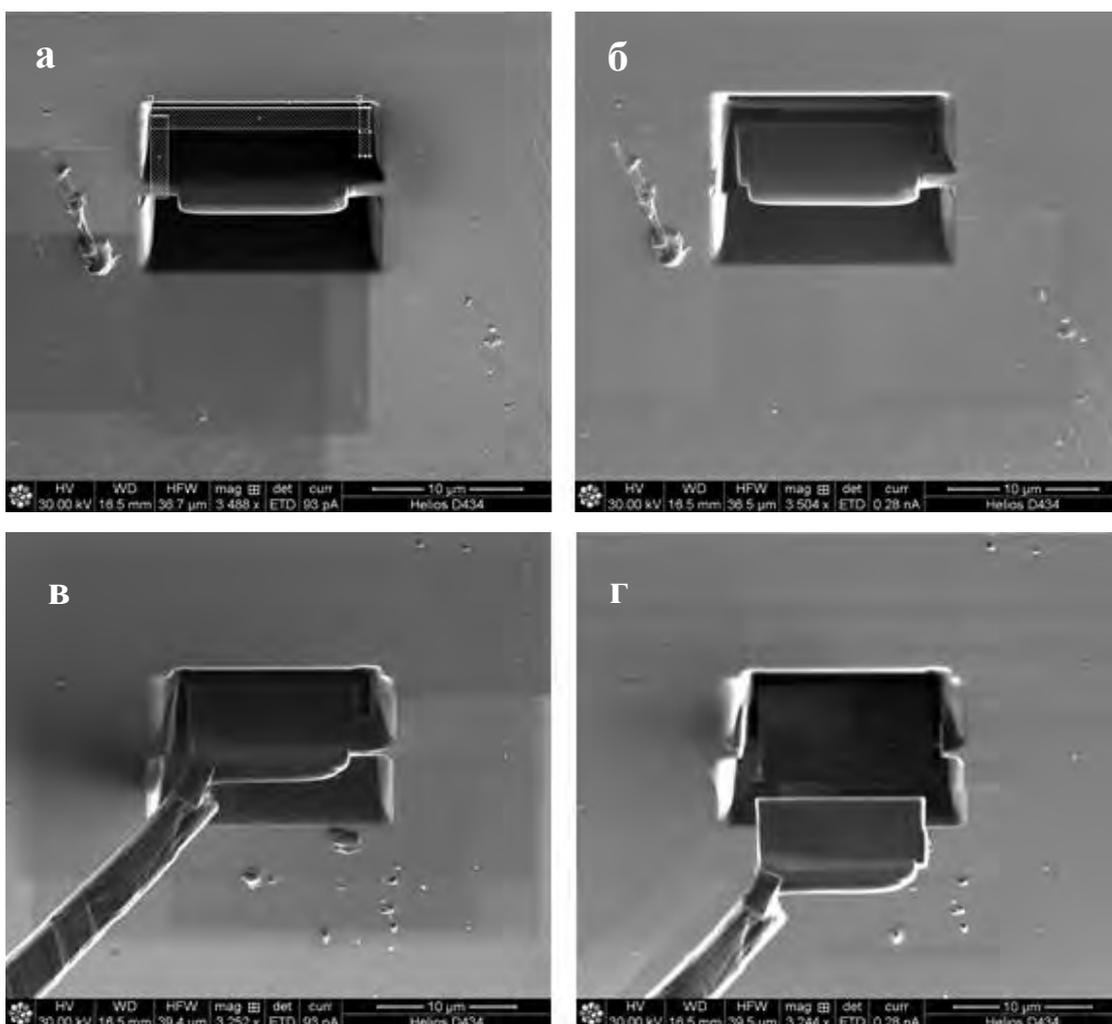


Рис. 2.6.2 (а), (б) Процесс подготовки отсоединения мембраны от ленты Nb-Ti, (в) приваренная к мембране игла, (г) окончательно отрезанная мембрана

Для получения качественных изображений на ПЭМ толщина (микро)образца не должна превышать 14 нм. Поэтому дальнейшее утончение мембраны и очистку её поверхности, поврежденную высокоэнергетическими ионами Ga⁺, проводили с помощью ФИП, постепенно снижая ускоряющее напряжение и ионный ток – (30 кВ, 0.92 нА), (5 кВ, 0.28 нА), (2 кВ, 48 пА) и (2 кВ, 28 пА). После этой процедуры толщина мембраны составляла ~10 нм.

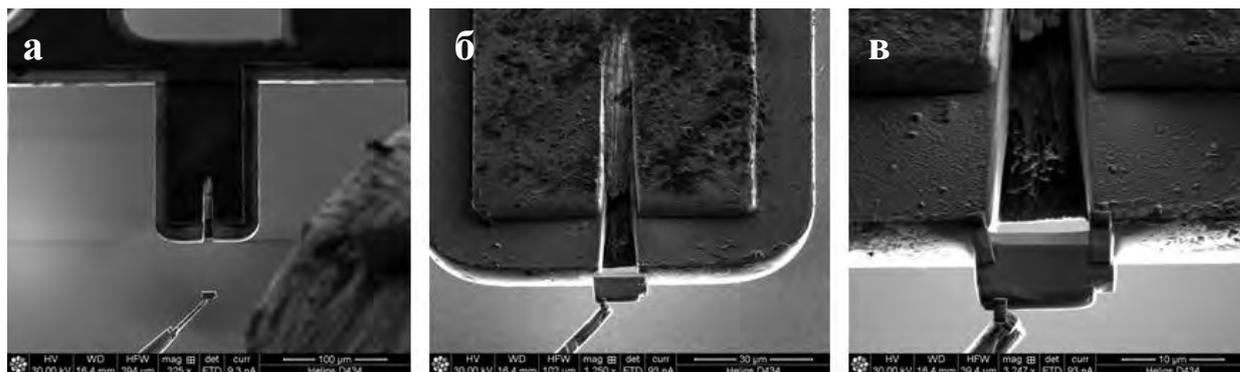


Рис. 2.6.3 (а) Мембрана с помощью специального манипулятора подносится к одному из выступов специального кольца Omniprobe. (б) Мембрана соприкасается с выступом. (в) С помощью ГИС мембрана приваривается к выступу кольца Omniprobe.

По описанной технологии были изготовлены (микро)образцы для ПЭМ, вырезанные как вдоль, так и поперек прокатки ленты Nb-Ti (Рис. 2.6.4).

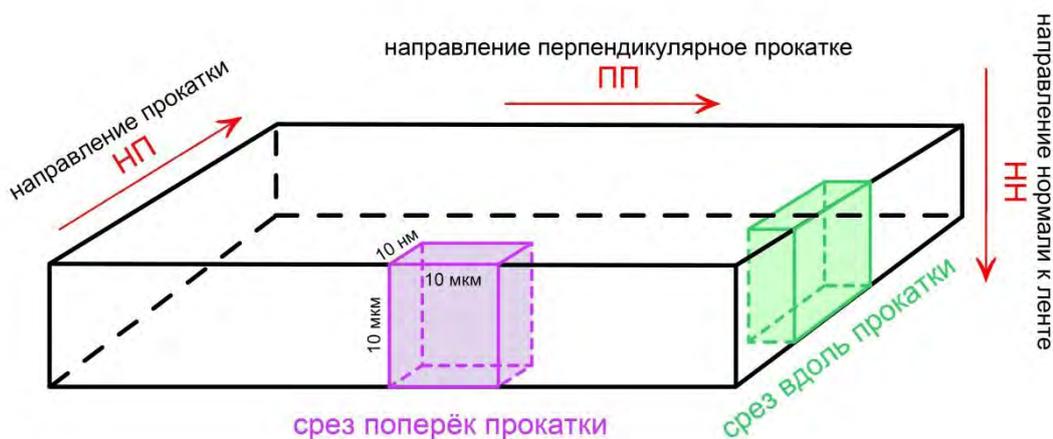


Рис. 2.6.4 Схема вырезки (микро)образцов для ПЭМ из ленты Nb-Ti. Главные направления ленты обозначены красным цветом.

2.6.2. Исследование микроструктуры

Микроструктура приготовленных (микро)образцов исследовалась на просвечивающем электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, Hillsboro, OR, США) ресурсного центра «Нанозонд» (Рис. 2.6.5б) [85]. Исследования проводились при ускоряющем напряжении 300 кВ, с использованием корректора сферической аберрации, высокоуглового кольцевого детектора (Fischione) и энергодисперсионного рентгеновского спектрометра (EDAX) с бездрейфовым твердотельным детектором.

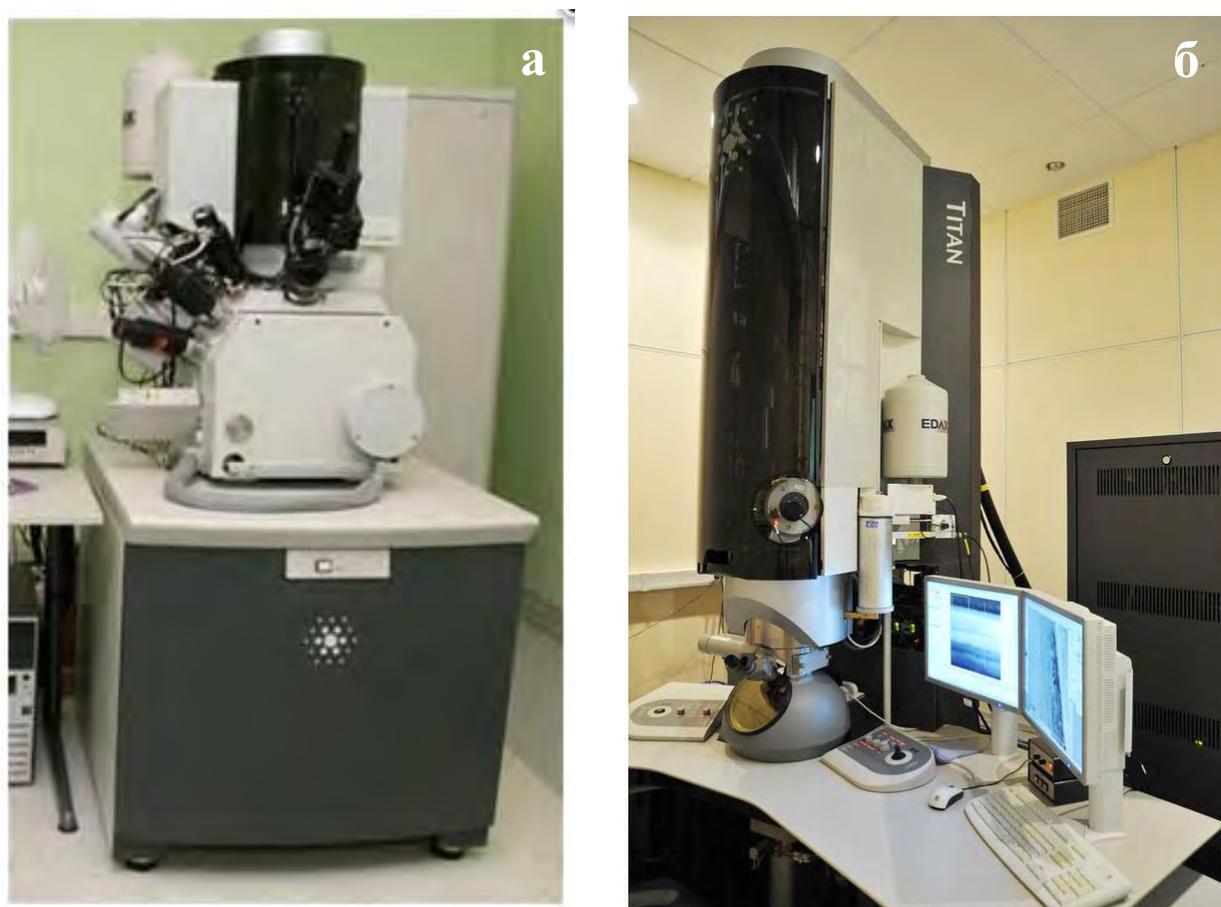


Рис. 2.6.5 а) Сканирующий электронный микроскоп Helios, использованный для подготовки образцов. б) Просвечивающий электронный микроскоп Titan 80-300, на котором проводились исследования микроструктуры лент Nb-Ti. Оба прибора установлены на развязанных фундаментах.

Глава 3 Текстура и микроструктура лент Nb-Ti

3.1 Текстура холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti [A.2]

Здесь представлены результаты исследования текстуры β -фазы лент Nb-Ti. Текстура α -фазы, выделяющейся при искусственном старении лент, рассмотрена в следующем разделе.

Согласно прямым полюсным фигурам (Рис. 3.1.1), в холоднокатаной ленте Nb-Ti в результате прокатки реализуется текстура с идеальной ориентацией $\{hkl\}\langle 110\rangle$, где индексы hkl описывают поворот плоскости $\{100\}$ вокруг направления $\langle 110\rangle$ примерно на $\pm 40^\circ$, что соответствует известным из литературы данным для сплавов β -Ti [56].

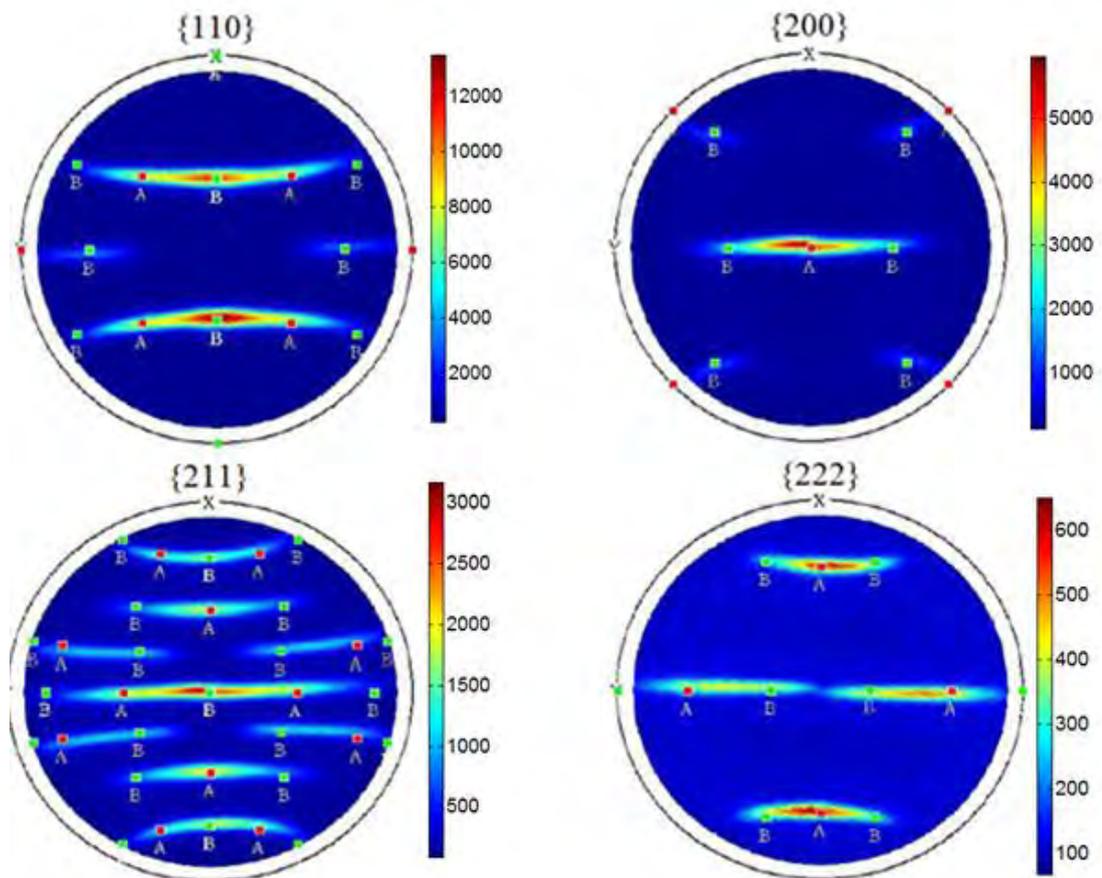


Рис. 3.1.1 Прямые полюсные фигуры для отражений $\{110\}$, $\{200\}$, $\{211\}$, $\{222\}$ ОЦК β -NbTi в диапазоне от 0 до 80 градусов по зенитному углу. Направление прокатки вертикальное. Метками А показаны направления отражений для идеальной ориентации $\{100\}\langle 110\rangle$, метками В для $\{112\}\langle 110\rangle$. Рассеяние текстуры в основном за счет поворота зерен вокруг оси, совпадающей с направлением прокатки.

Анализ ФРО показал, что текстура имеет следующие компоненты:

- ~ 45 об.% $\{100\}\langle 110\rangle$;
- ~ 40 об.% $\{211\}\langle 110\rangle$;
- менее 15 об.% приходится на некую третью компоненту, определяемую углами Эйлера $\varphi_1=34\pm 3^\circ$, $\theta=58\pm 3^\circ$, $\varphi_2=38\pm 3^\circ$; эта компонента наиболее близка к идеальной ориентации $\{332\}\langle 110\rangle$ ($\varphi_1=36^\circ$, $\theta=61^\circ$, $\varphi_2=34^\circ$).

О достоверности расчета ФРО, с представленными объёмными долями компонент, можно судить по удовлетворительному количественному согласию между экспериментальными и рассчитанными из ФРО прямыми полюсными фигурами (Рис. 3.1.2).

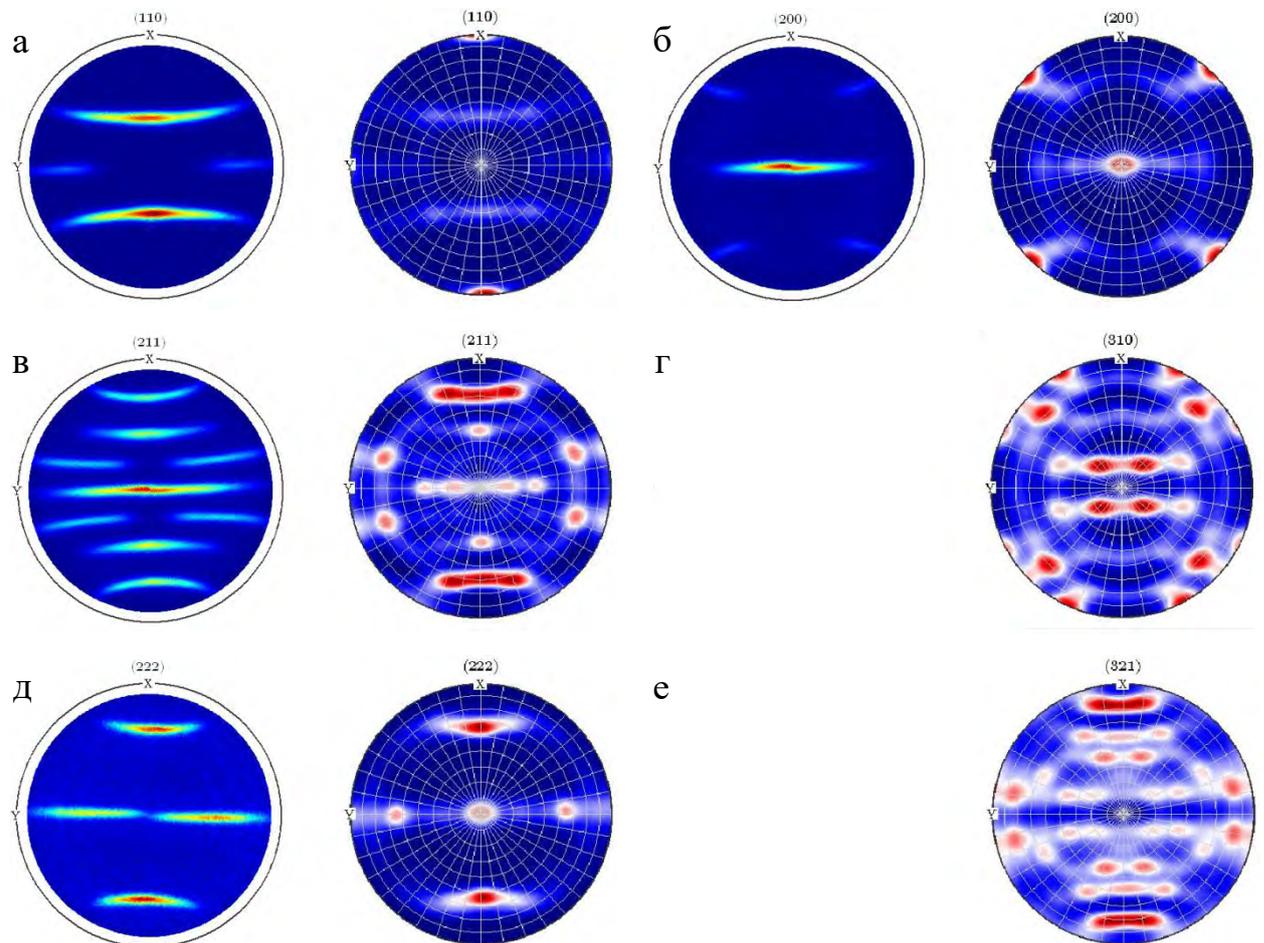


Рис. 3.1.2 Сравнение экспериментальных (слева) и рассчитанных из ФРО (справа) прямых полюсных фигур для отражений а) $\{110\}$, б) $\{200\}$, в) $\{211\}$, д) $\{222\}$. Экспериментальные полюсные фигуры для отражений г) $\{310\}$ и е) $\{321\}$ не снимались.

В целом, основная текстура хорошо описывается двумя компонентами $\{100\}\langle 110\rangle$ и $\{211\}\langle 110\rangle$ (Рис. 3.1.1).

Как можно заключить из экспериментальной полюсной фигуры для отражения $\{222\}$ (см. Рис. 3.1.3), в плоскости перпендикулярной направлению прокатки (след от неё совпадает с осью Y на полюсной фигуре) наибольшая интенсивность достигается в диапазоне зенитных углов $35^\circ\text{--}50^\circ$. Это означает, что наибольшая объёмная доля зерен Nb-Ti ориентирована таким образом, что кристаллографические направления $\langle 111\rangle$ в них (одновременно являющиеся нормальными к отражающим плоскостям $\{222\}$) расположены под углом $\sim 43^\circ$ в плоскости перпендикулярной направлению прокатки (угол отсчитывается от направления перпендикулярного направлению прокатки). Этот результат будет использован в следующей главе при рассмотрении анизотропии верхнего критического поля лент Nb-Ti.

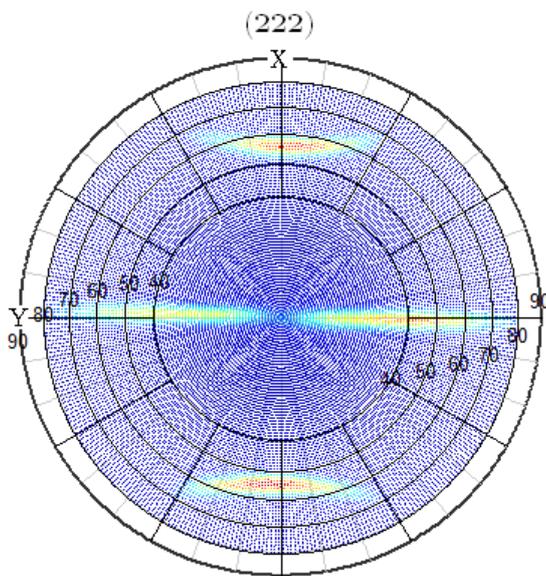


Рис. 3.1.3 Экспериментальная полюсная фигура для отражения $\{222\}$ с сеткой углов по зенитному и азимутальному углам. Направление прокатки вертикальное.

После термообработки ленты Nb-Ti при температуре 385°C в течение 25 часов её текстура не изменяется (Рис. 3.1.4).

Установленная на основании прямых полюсных фигур двухкомпонентная модель текстуры $\{100\}\langle 110\rangle + \{211\}\langle 110\rangle$ подтверждена синхротронными

данными (Рис. 3.1.5). Положения отражений на 2D дифракционных картинах полностью соответствуют рассчитанным в рамках этой модели.

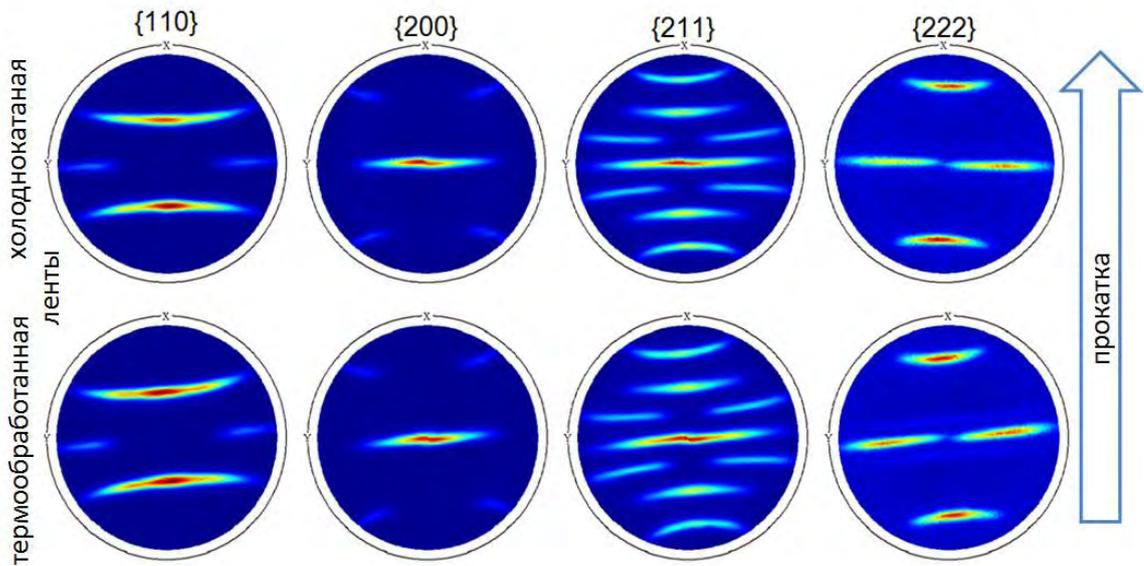


Рис. 3.1.4 Сравнение полюсных фигур исходной холоднокатаной ленты Nb-Ti (сверху) и ленты Nb-Ti, прошедшей термообработку (снизу). Текстура фазы β -NbTi не изменяется.

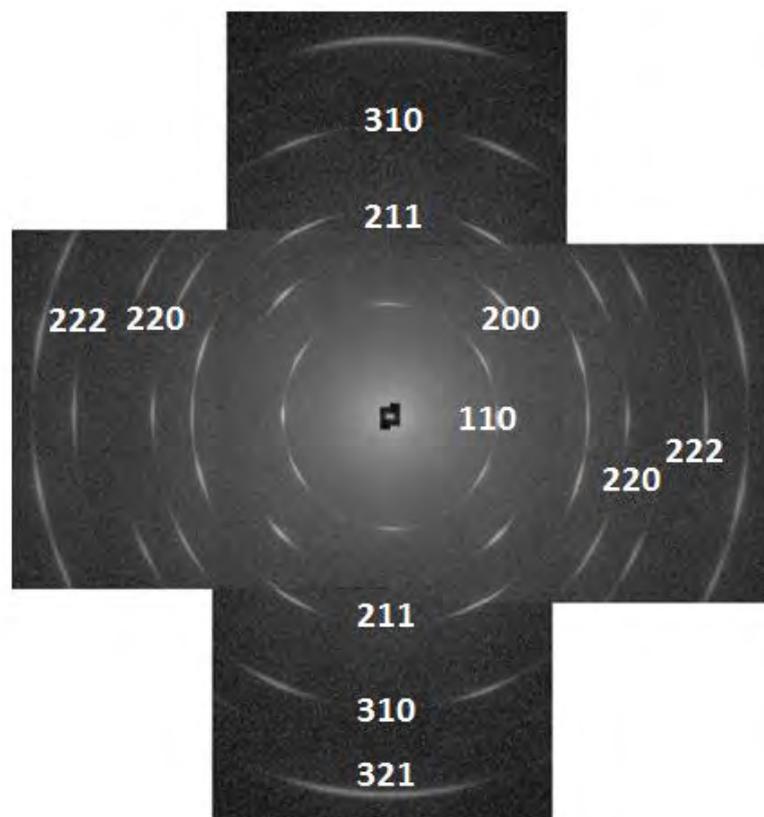


Рис. 3.1.5 2D дифракционная картина холоднокатаной ленты Nb-Ti. Направление прокатки вертикальное. Белыми цифрами обозначены индексы отражений.

3.2 Фазовое расслоение при искусственном старении лент Nb-Ti

3.2.1. Рентгеновское исследование лент Nb-Ti «на отражение» [A.2]

Наличие сильной текстуры в β -фазе приводит к тому, что на дифракционных картинах лент Nb-Ti, снятых в геометрии на отражение, интенсивности пиков от этой фазы сильно искажены, по сравнению со стандартными порошковыми образцами. В частности, на них полностью отсутствует пик от семейства плоскостей $\{110\}$ (см. Рис. 3.2.1), являющийся наиболее интенсивным в случае порошковых образцов. Это факт, равно как наличие пиков $\{200\}$, $\{211\}$, $\{400\}$, хорошо согласуется с двухкомпонентной текстурой $\{100\}\langle 110 \rangle + \{211\}\langle 110 \rangle$. В то же время, наличие очень слабого пика от семейства плоскостей $\{222\}$ в рамки этой модели не укладывается, но удовлетворительно объясняется рассеянием от третьей, слабо развитой, текстурной компоненты $\{332\}\langle 110 \rangle$, упомянутой в предыдущем разделе.

Параметр ОЦК структуры β -NbTi, определенный по дифракционной картине (Рис. 3.2.1) составил: $a=3.283 \text{ \AA}$.

После термообработки ленты относительные интенсивности отражений от β -фазы практически не меняются (что согласуется с неизменностью её текстуры), и на дифракционной картине появляется несколько новых пиков, которые, как показано ниже, соответствуют ГПУ фазе α -Ti (на Рис. 3.2.1 обозначены два сильнейших из них). При этом, как и в случае β -фазы, их интенсивности сильно отличаются от стандартных «порошковых», что указывает на наличие текстуры в α -фазе. Здесь также отсутствует часть отражений, а те, что присутствуют, относятся к типу $\{hk0\}$. Этот факт означает, что ось c ГПУ ячейки α -фазы, выделяющейся при термообработке ленты, лежит в плоскости ленты. По этой причине из данных «на отражение» можно определить только один параметр ГПУ структуры $a=2.958 \text{ \AA}$.

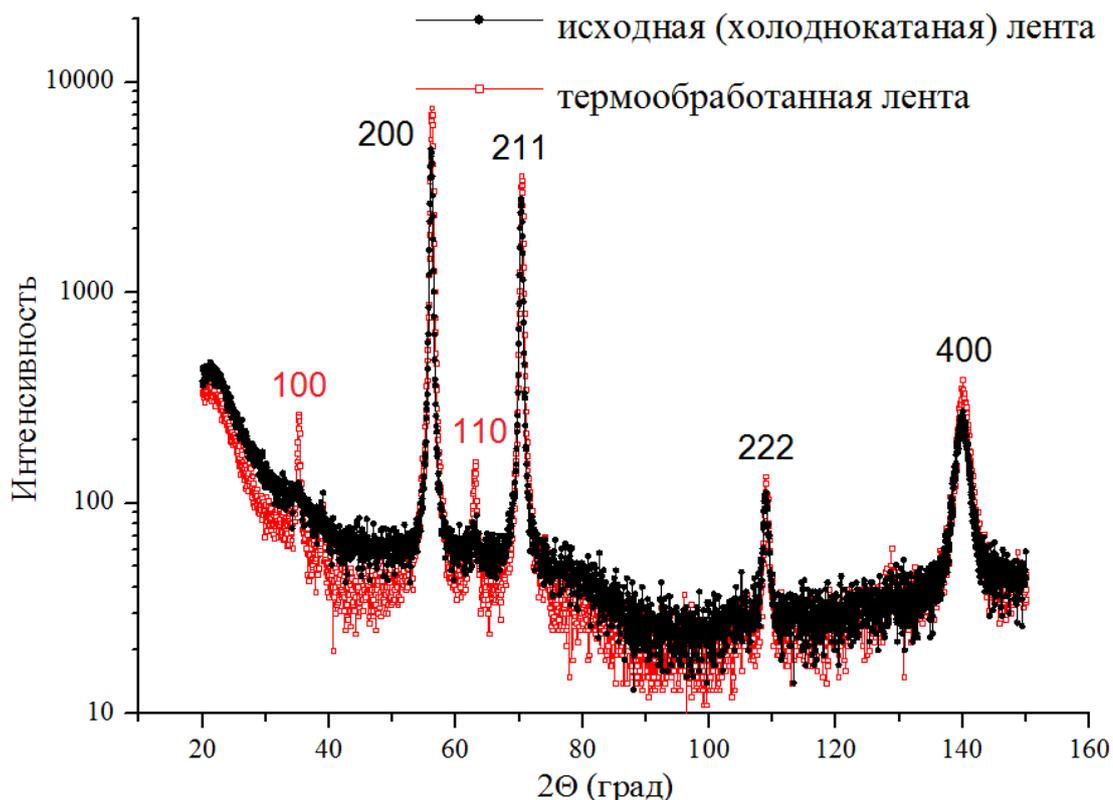


Рис. 3.2.1 Дифракционные картины холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti в полулогарифмическом масштабе, полученные в геометрии на отражение, CuK_α -излучение. Над пиками указаны индексы отражений от плоскостей для ОЦК β -фазы (черный) и ГПУ α -фазы (красный).

По представленным на рисунке 3.2.1 дифракционным картинам, используя метод Вильямсона-Холла [86], можно оценить области когерентного рассеяния (ОКР) и микронапряжения для β -фазы. С этой целью, на рисунке 3.2.2 построена зависимость ширины дифракционных пиков на полувысоте (B) от угла отражения (θ) в координатах $B \cos \theta / \lambda$ vs $\sin \theta / \lambda$, где $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$ – длина волны излучения. В соответствии с моделью [86], зависимость в таких координатах следует аппроксимировать линейной функцией, тогда пересечение линейной экстраполяции с осью ординат даст величину, обратно пропорциональную размеру ОКР, а наклон прямой будет прямо пропорционален микронапряжениям.

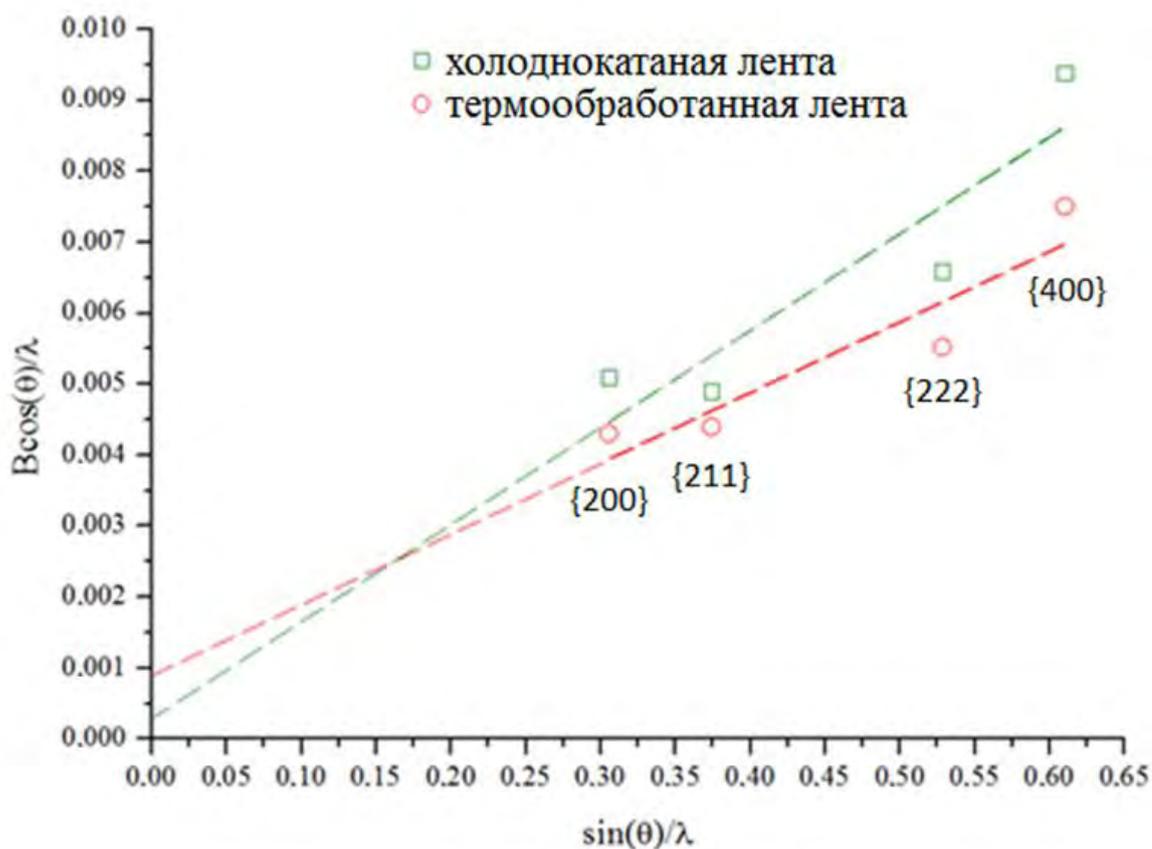


Рис. 3.2.2 Зависимость ширины пиков для β -фазы от угла отражения в координатах Вильямсона-Холла [86] для холоднойкатаной и термообработанной лент, снятых «на отражение». Уменьшение угла наклона после термообработки в полтора раза указывает на уменьшение микронапряжений в ленте.

Малая статистика и большой разброс точек (см. Рис. 3.2.2) позволяют оценить размеры ОКР в β -фазе лишь очень приблизительно (Таблица 3.1 на стр. 78). По порядку величины они составляют несколько сотен нанометров.

3.2.2. Рентгеновское исследование лент Nb-Ti «на просвет» [A.2, A.5, A.7]

На двумерной дифракционной картине термообработанной ленты Nb-Ti, снятой в геометрии на просвет (Рис. 3.2.3, вставка), вблизи отражений от β -фазы отчетливо видны слабые дополнительные отражения от фазы, выделившейся в процессе термообработки (ср. с Рис. 3.1.5). Из того факта, что отражения от выделившейся фазы не образуют сплошных колец, а расположены избирательно, в том числе, вблизи строго определенных отражений от β -фазы, можно заключить, что выделившаяся фаза наследует

текстуру β -фазы вполне определенным образом. После интегрирования 2D картины по азимутальному углу и приведения её к стандартному виду, пригодному для полнопрофильного анализа (Рис. 3.2.3), выделившаяся фаза была однозначно идентифицирована как фаза с ГПУ структурой. При этом изменение геометрии съёмки ленты позволило получить от ГПУ фазы значительно больше отражений (хотя и не все возможные, из-за наличия текстуры) по сравнению с геометрией «на отражение» (раздел 3.2.1). Определенные в геометрии «на просвет», дополнительно к параметру $a=2.958 \text{ \AA}$, параметр $c=4.698 \text{ \AA}$ и отношение $c/a=1.59$ позволили заключить, что фаза с ГПУ структурой это α -Ti.

При съёмке «на просвет» холоднокатаной ленты, в ней также были замечены слабые следы фазы α -Ti (Рис. 3.2.4), причем, насколько можно судить по размытости отражений, плохо сформированной.

Проведенная по методу Вильмсона-Холла [86] оценка размеров ОКР и микронапряжений в β -фазе по данным съёмки «на просвет» (Рис. 3.2.3 и Рис. 3.2.4) показала (Рис. 3.2.5), что при термообработке ленты размеры ОКР не изменяются и составляют около 40 нм, микронапряжения, как и в случае данных «на отражение», уменьшаются в полтора раза (Таблица 3.1).

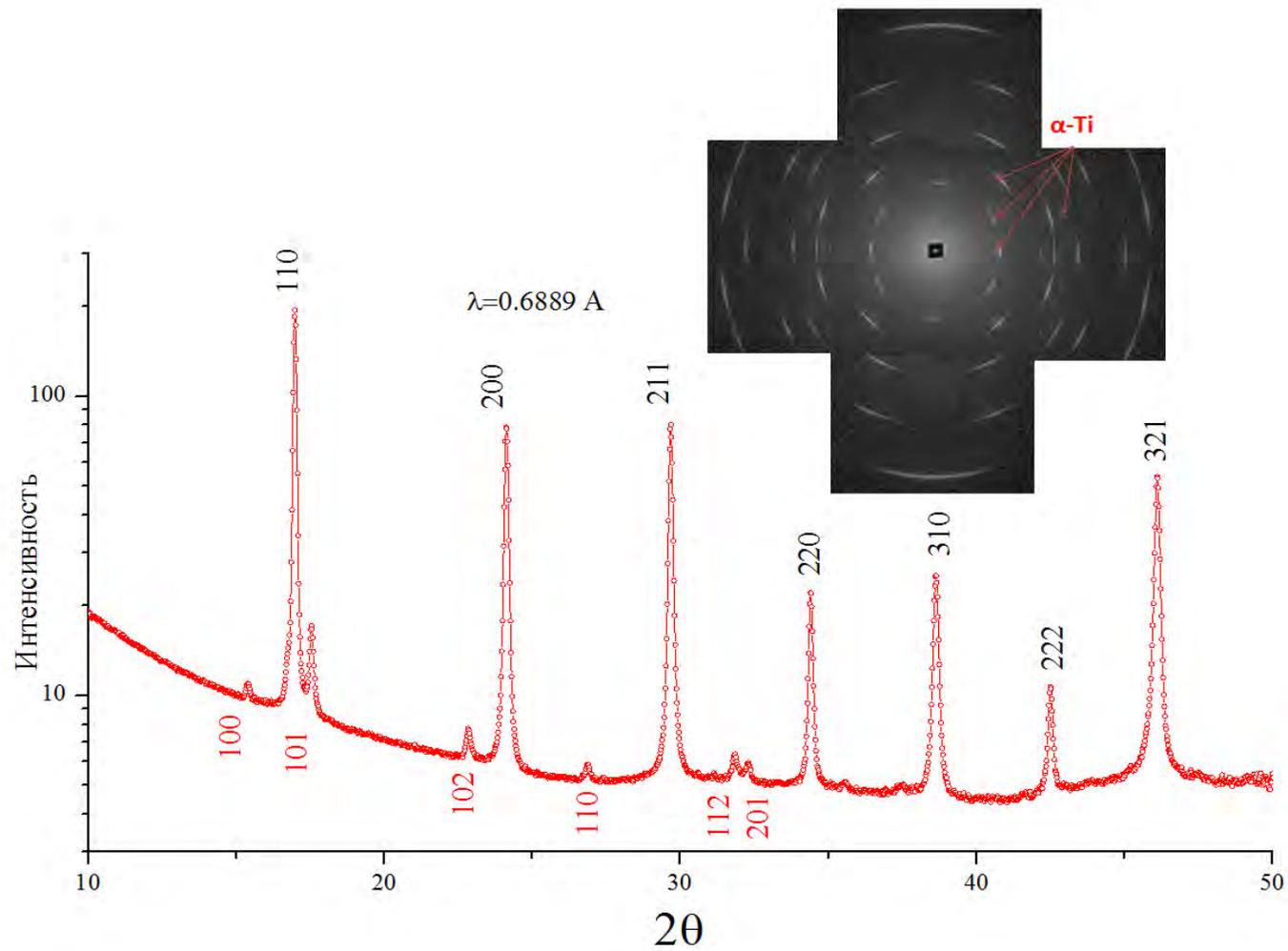


Рис. 3.2.3 Проинтегрированная, по азимутальному углу, 2D дифракционная картина для термообработанной ленты Nb-Ti, масштаб полулогарифмический, $\lambda=0.6889$. Сверху указаны индексы отражений для β -NbTi, снизу – для α -Ti. На вставке, исходная 2D картина, стрелками показаны отражения, соответствующие α -Ti. Направление прокатки вертикальное.

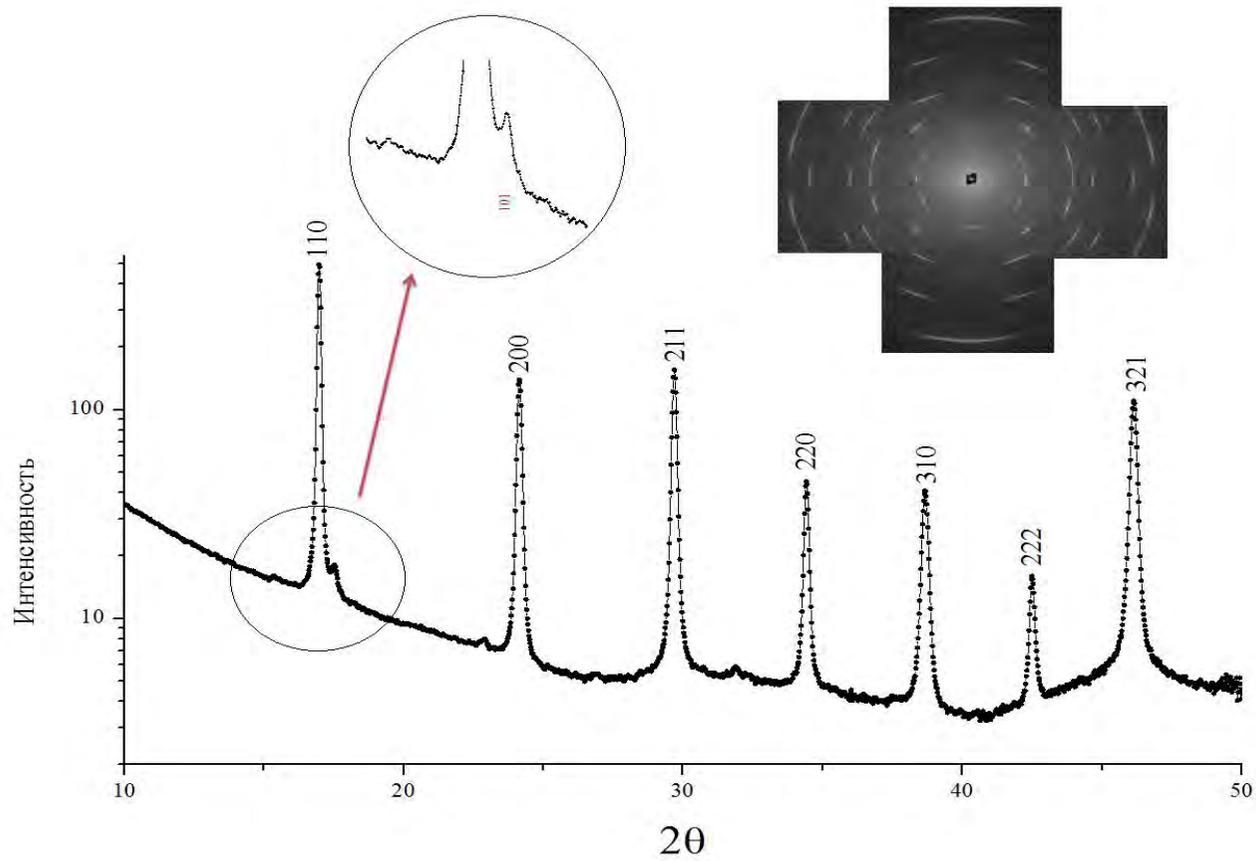


Рис. 3.2.4 Проинтегрированная, по азимутальному углу, 2D дифракционная картина для холоднокатаной ленты Nb-Ti, масштаб полулогарифмический, $\lambda=0.6889$. В увеличенном масштабе показан дифракционный пик от фазы α -Ti. На вставке справа вверху, исходная 2D картина. Направление прокатки вертикальное.

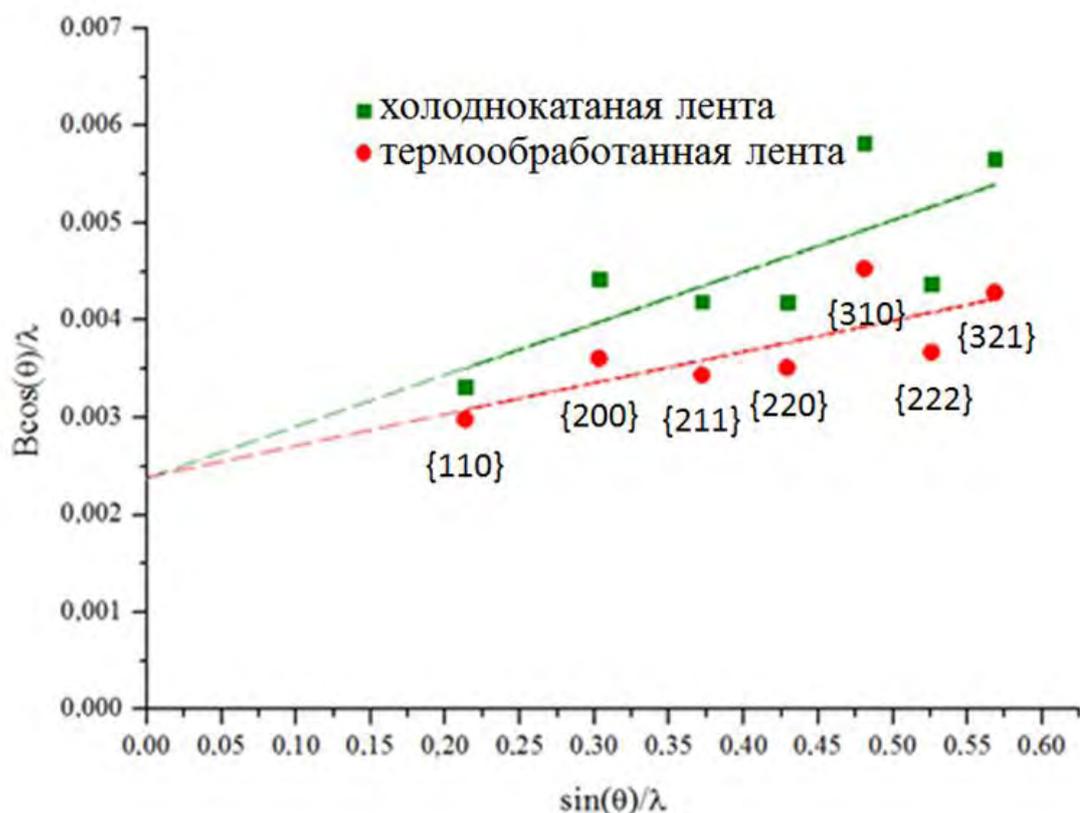


Рис. 3.2.5 Зависимость ширины пиков для β -фазы от угла отражения в координатах Вильямсона-Холла [86] для холоднойкатаной и термообработанной лент, снятых «на просвет». В результате термообработки размеры ОКР не изменились, а микронапряжения уменьшились в полтора раза, согласно изменению угла наклона прямой.

Таблица 3.1 Размеры ОКР и микронапряжения в β -фазе лент Nb-Ti по данным рентгеновской дифракции

геометрия	параметр	холоднокатаная лента	термообработанная лента
на отражение	ОКР, нм	~ 300	~ 200
	Микронапряжения	0.016±0.004	0.010±0.003
на просвет	ОКР, нм	42±16	42±9
	Микронапряжения	0.005±0.002	0.003±0.001

Из Таблица 3.1 можно заключить, что при термообработке ленты Nb-Ti микронапряжения в ней уменьшаются в полтора раза, что подтверждается съёмками в обеих геометриях – «на отражение» и «на просвет». Что касается ОКР, то термообработка, если и влияет на них, то незначительно, а вот их размеры при съёмке «на отражение» и «на просвет» различаются почти на

порядок, что указывает на существенно различные размеры зерен β -фазы в плоскости ленты (съёмка «на отражение») и в направлении нормали к ней (съёмка «на просвет»).

3.2.3. Текстура фазы α -Ti, выделяющейся при искусственном старении лент Nb-Ti [A.2]

Из-за малого количества фазы α -Ti (см. Рис. 3.2.1 и Рис. 3.2.3) полюсную фигуру для неё удалось получить только для одного, наиболее интенсивного и достаточно изолированного от β -фазы, отражения $\{110\}$ или, с учетом третьего индекса, $\{11\bar{2}0\}$ (Рис. 3.2.6).

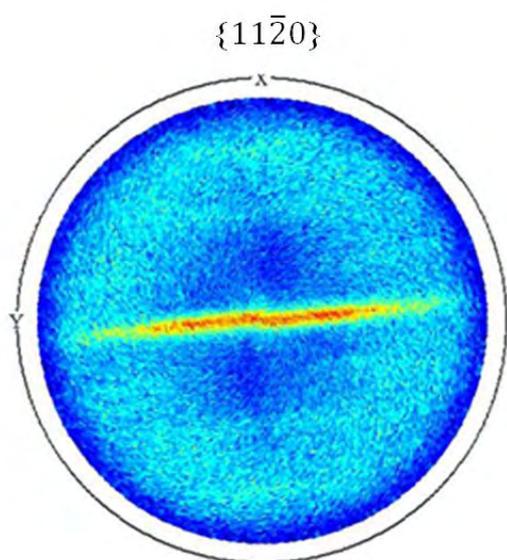


Рис. 3.2.6 Экспериментальная полюсная фигура для отражения $\{110\}$ от фазы α -Ti с ГПУ структурой. Направление прокатки вертикальное.

Поскольку этой информации не достаточно для построения ФРО, определение текстуры фазы α -Ti проводилось путем расчёта прямых полюсных фигур с последующей их верификацией по 2D дифракционным картинам для термообработанной ленты.

Расчет прямых полюсных фигур для фазы α -Ti основывался на трёх положениях: (1) экспериментально определённой текстуре β -фазы $\{100\}\langle 110\rangle + \{211\}\langle 110\rangle$ (см. раздел 3.1), (2) экспериментально установленном факте, что ось c ГПУ ячейки α -фазы лежит в плоскости ленты (см. раздел 3.2.1) и (3) предположении о том, что текстура α -фазы

наследуется из текстуры β -фазы в результате мартенситного превращения ОЦК(β -фаза) \rightarrow ГПУ(α -фаза).

Как известно [87], мартенситное превращение ОЦК \rightarrow ГПУ описывается правилом Бюргерса: $\{011\} \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle \rightarrow (0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$. В соответствии с ним, кристаллографические плоскости ОЦК структуры $\{100\}$ (дающие отражения $\{200\}$) и $\{211\}$, определяющие текстуру β -фазы, переходят в плоскости ГПУ структуры α -фазы, потенциально определяющие её текстуру

$$\begin{aligned} \{200\} \text{ ОЦК}(\beta) &\rightarrow \{11\bar{2}0\} \text{ ГПУ}(\alpha) \\ &\{10\bar{1}2\} (\alpha) \\ \{211\} \text{ ОЦК}(\beta) &\rightarrow \{20\bar{2}0\} \text{ ГПУ}(\alpha) \\ &\{10\bar{1}3\} (\alpha) \\ &\{11\bar{2}2\} (\alpha) \end{aligned}$$

Поскольку в реальной текстуре α -фазы в плоскости ленты лежат только те плоскости α -фазы, нормали к которым перпендикулярны (лежащей в плоскости ленты) оси c , из представленных возможностей остаются только две: $\{200\} \text{ ОЦК}(\beta) \rightarrow \{11\bar{2}0\} \text{ ГПУ}(\alpha)$ и $\{211\} \text{ ОЦК}(\beta) \rightarrow \{20\bar{2}0\} \text{ ГПУ}(\alpha)$. Далее, из экспериментальной полюсной фигуры для отражений $\{11\bar{2}0\}$ (Рис. 3.2.6) следует, что направление прокатки ленты и направление оси c ГПУ структуры $[0001]$ совпадают. Отсюда можно заключить, что текстура α -фазы – двухкомпонентная $\{11\bar{2}0\}[0001] + \{20\bar{2}0\}[0001]$, с таким же рассеянием как у порождающей текстуры β -фазы. Поскольку рассеяние родительской β -фазы в плоскости перпендикулярной направлению прокатки превышает 30° , а направление $[0001]$ α -фазы является осью симметрии 6 порядка, то текстуру α -фазы можно считать осесимметричной (аксиальной) с осью симметрии $[0001]$. Рассчитанные прямые полюсные фигуры для этой текстуры представлены на рисунке 3.2.7.

Рассчитанная полюсная фигура для отражения $\{11\bar{2}0\}$ (Рис. 3.2.7) хорошо согласуется с экспериментальной (Рис. 3.2.6). Положения отражений от α -фазы на 2D дифракционной картине (см. вставку на Рис. 3.2.3) также

соответствует рассчитанным полюсным фигурам. Таким образом, сделанное предположение о мартенситном характере фазового расслоения в холоднокатаной ленте Nb-Ti при её термообработке можно считать доказанным.

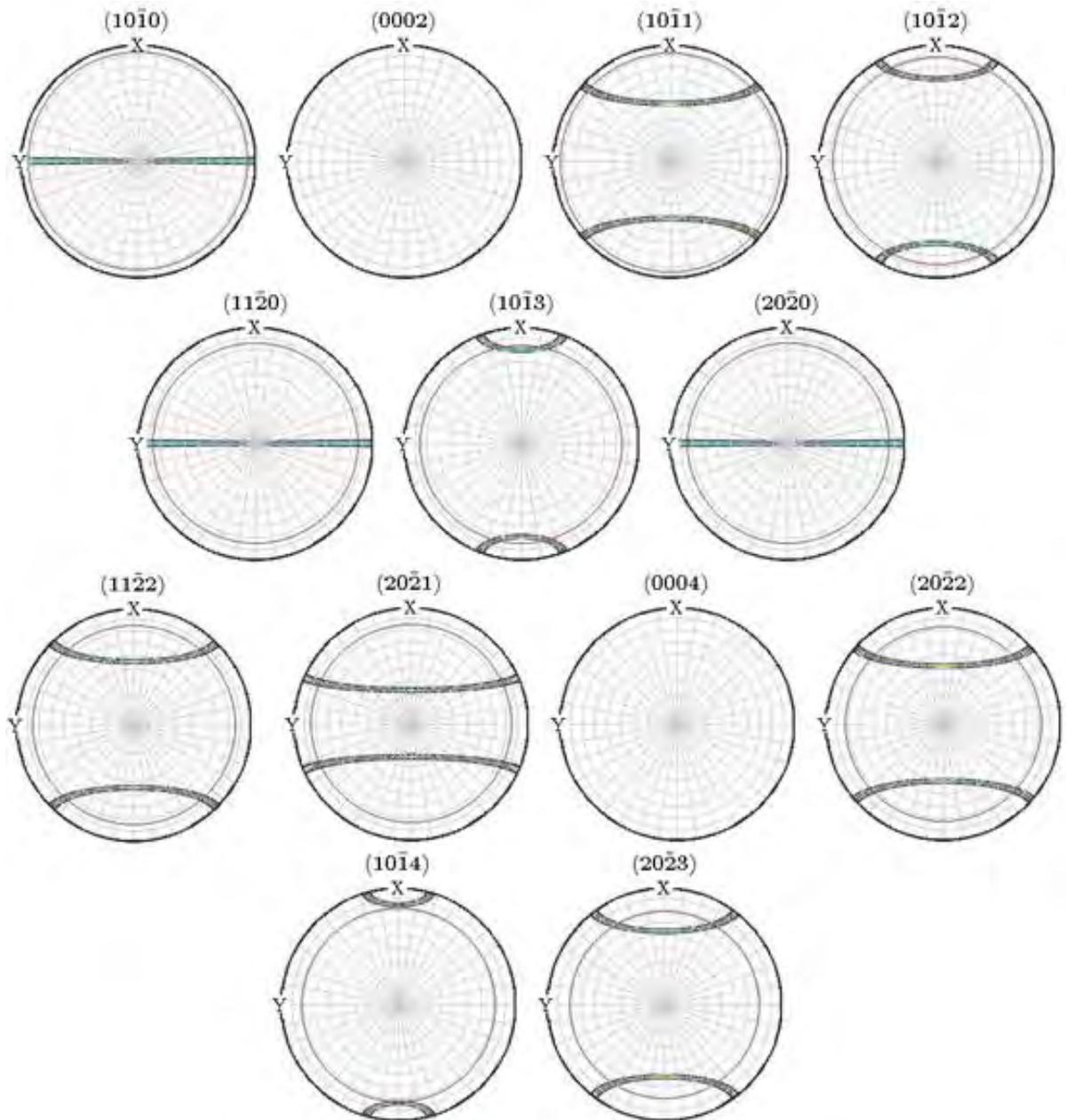


Рис. 3.2.7 Рассчитанные прямые полюсные фигуры для ГПУ структуры, имеющей аксиальную текстуру с осью симметрии $[0001]$. Красные кольца – следы от конусов с зенитными углами $\chi = 90 - \theta$, которые позволяют определить положения отражений от α -фазы на 2D дифракционной картине (Рис. 3.2.3); пояснения к способу верификации текстуры по 2D картинам см. в подписи к Рис. 2.5.2.

Отметим, что поскольку растворимость Nb в фазе α -Ti мала (не более 3.5ат.% Nb [61]), для фазового расслоения β -NbTi \rightarrow β' -NbTi + α -Ti необходима диффузия атомов Nb на расстояния, намного превышающие межатомные. В то же время, установлено, что фаза α -Ti образуется в результате мартенситного, а не диффузионного фазового перехода. Согласовать эти факты можно, если предположить, что диффузия атомов Nb происходит одновременно с мартенситным превращением, которое по сути её и запускает. В пользу этого предположения свидетельствует обнаружение в подвергнутых термообработке сплавах Nb-Ti нескольких метастабильных мартенситных фаз переменного состава (с уменьшающимся содержанием ниобия), которые фактически являются переходными между равновесными фазами β' -NbTi и α -Ti [62].

3.2.4. Содержание α -Ti в лентах Nb-Ti [A.2]

Знание кристаллографических текстур β -NbTi и α -Ti позволило провести корректную количественную оценку объёмной доли α -Ti в холоднокатаной и термообработанной лентах Nb-Ti. Полнопрофильный анализ дифракционных картин (Рис. 3.2.1, Рис. 3.2.3 и Рис. 3.2.4), проведенный в Fullprof при фиксированной текстуре, определенной из независимых данных по полюсным фигурам, показал, что в термообработанной ленте объёмная доля α -Ti составляет около 6 об.%, тогда как в холоднокатаной – менее 1%.

3.3 Результаты микроструктурного исследования лент Nb-Ti [A.6]

Исследование микроструктуры лент Nb-Ti проведено на образцах их поперечных срезов, по-разному ориентированных относительно главных направлений ленты (Рис. 2.6.4).

3.3.1. Морфология холоднокатаной ленты Nb-Ti

Типичные изображения, полученные при исследовании с помощью просвечивавшей электронной микроскопии (ПЭМ) поперечных сечений холоднокатаной ленты показаны на рисунке .3.3.1.

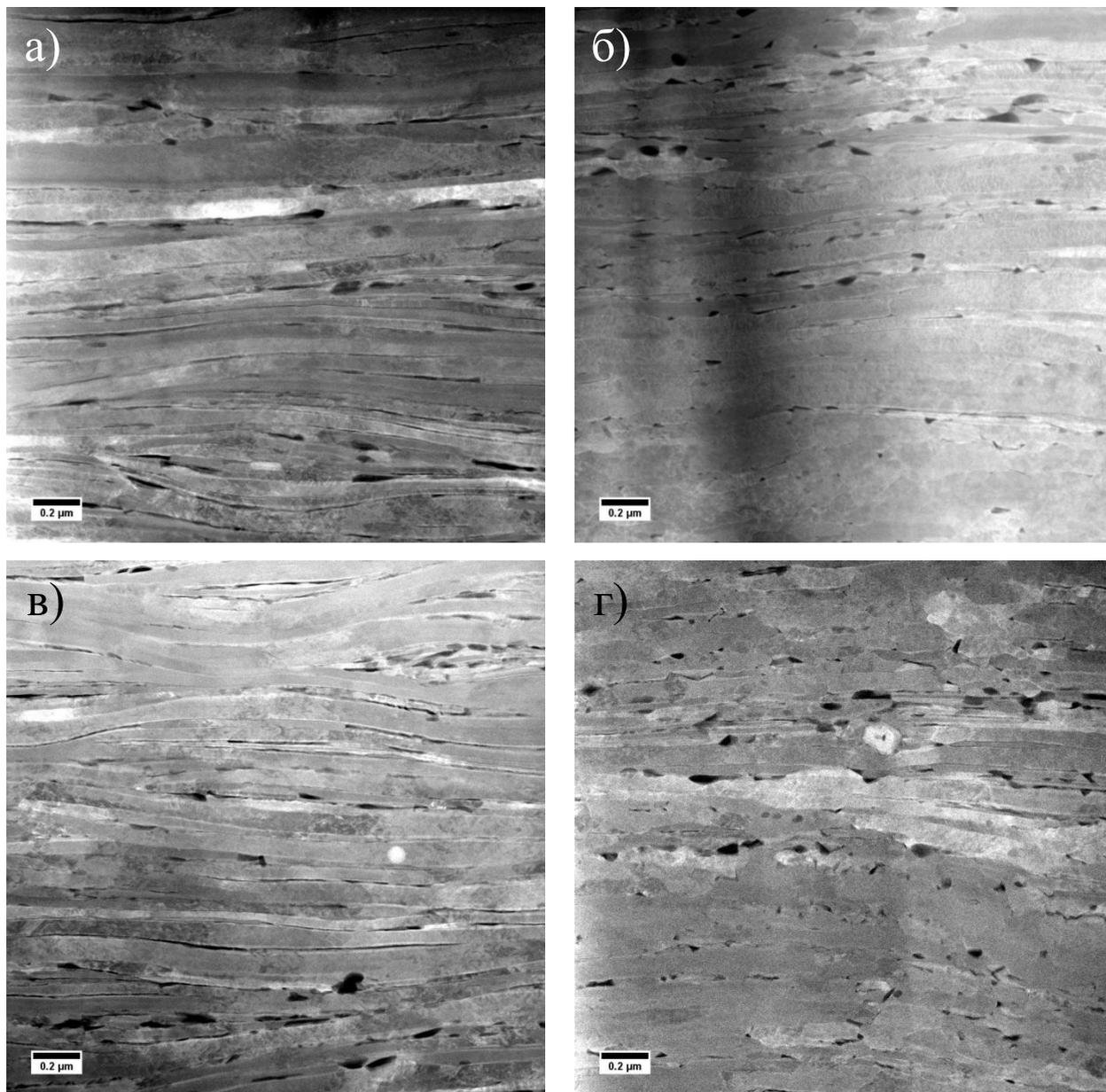


Рис. 3.3.1 Примеры ПЭМ изображений холоднокатаной ленты Nb-Ti: а) образец вырезан вдоль прокатки из середины ленты (направление прокатки НП – горизонтальное); б) образец вырезан поперек прокатки из середины ленты (НП – перпендикулярно плоскости рисунка); в) образец вырезан вдоль прокатки с края ленты (НП – горизонтальное); г) образец вырезан поперек прокатки с края ленты (НП – перпендикулярно плоскости рисунка)

На образцах, вырезанных вдоль прокатки (Рис. 3.3.1а и Рис. 3.3.1в), наблюдается волнообразная морфология сильно вытянутых зёрен Nb-Ti с периодом нескольких микрон, сопоставимым с толщиной ленты (10 мкм). На срезах поперёк прокатки (Рис. 3.3.1б и Рис. 3.3.1г) подобной морфологии не наблюдается. Границы зёрен Nb-Ti отчетливо выражены только в направлении нормали к ленте НН. В целом зерна Nb-Ti сплющены в направлении нормали и вытянуты в направлении прокатки НП. Приведенные далее статистические величины основаны на обработке нескольких десятков изображений, подобных представленным на рисунке 3.3.1

На рисунке 3.3.2 показаны гистограммы распределений размеров зёрен Nb-Ti в направлении нормали НН для образцов, вырезанных с края и из середины ленты (ширина ленты 80 мм). Обе гистограммы унимодальные – имеют единственный пик с положительной асимметрией (правый «хвост» значительно длиннее левого).

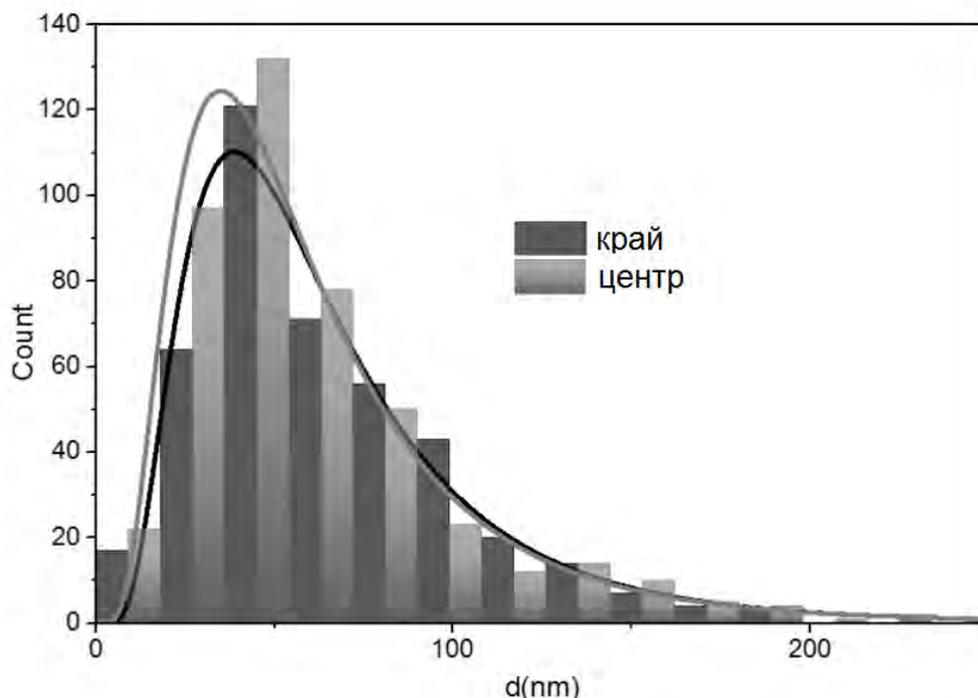


Рис. 3.3.2 Распределение размеров (толщин) зёрен Nb-Ti в направлении нормали НН в холоднокатаной ленте для образцов, вырезанных с края (черные столбцы) и из середины (серые столбцы) ленты. Сплошные линии соответствуют двухпараметрическому логнормальному распределению (3.1).

Подобные гистограммы обычно аппроксимируют двухпараметрическим логнормальным распределением (когда нормальное распределение имеет не сама величина, а её логарифм) [88], с плотностью вероятности:

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi x\sigma}} e^{-(\ln x - \ln x_0)^2 / 2\sigma^2} \quad (3.1)$$

где параметр x_0 управляет масштабом (положением пика), а параметр σ – формой распределения.

Используя это распределение, можно определить средний размер зерна Nb-Ti (математическое ожидание величины x):

$$\langle x \rangle = \exp\left(\ln x_0 + \frac{\sigma^2}{2}\right) \quad (3.2)$$

и ошибку в среднем значении:

$$\delta \langle x \rangle = \langle x \rangle \left(\frac{\delta x_0}{x_0} + \sigma \delta \sigma \right) \quad (3.3)$$

где δx_0 и $\delta \sigma$ – ошибки в подборе параметров распределения (3.1). Можно также определить наиболее вероятный размер зерна Nb-Ti (положение максимума распределения x_p). Указанные величины для холоднокатаной ленты Nb-Ti приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 *Параметры распределения размеров зерен Nb-Ti в холоднокатаной ленте в направлении нормали к ней (рис.3.3.2)*

Место в ленте	Параметр масштаба x_0	Параметр формы σ	Наиболее вероятный размер (толщина) зерна x_p , нм	Средний размер зерна $\langle x \rangle$, нм
В центре	51.0	0.62	35	62 ± 4
С краю	54.9	0.59	38	65 ± 5

Как видно из таблицы 3.2 и рисунка 3.3.2, холоднокатаная лента характеризуется высокой степенью однородности распределения зерен Nb-Ti по всей ширине – с экспериментальной точки зрения лента однородна.

На рисунке 3.3.3 представлена статистика размеров зерен Nb-Ti, в среднем по всей ширине холоднокатаной ленты, в направлении нормали НН

и перпендикулярно прокатке ПП. Поскольку границы зерен отчетливо видны только в направлении НН, статистика в направлении ПП значительно слабее (ср. Рис. 3.3.3а и Рис. 3.3.3б). Параметры распределений зёрен в этих направлениях – параметр формы σ , средний $\langle x \rangle$ и наиболее вероятный x_p размеры, а также параметр масштаба x_0 , приведены в сводной Таблица 3.3 (стр. 90).

В направлении прокатки НП зерна сильно вытянуты, их границы не поддаются надёжной идентификации, и средний размер составляет, по-видимому, несколько микрон.

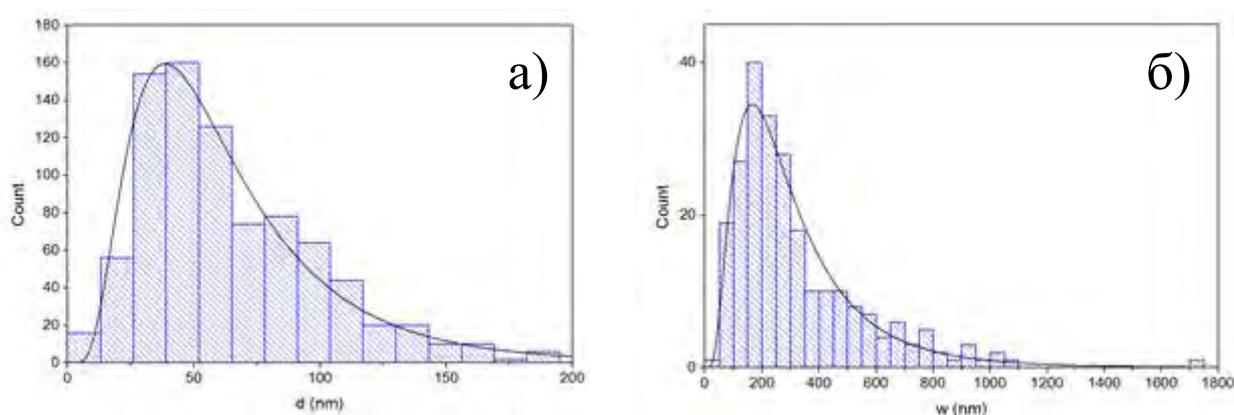


Рис. 3.3.3 Распределение зерен Nb-Ti по размерам в холоднокатаной ленте в среднем по её ширине, в направлении нормали НН (а) и перпендикулярно прокатке ПП (б). Сплошная линия – аппроксимация логнормальным распределением.

На ПЭМ-изображениях холоднокатаной ленты (Рис. 3.3.1) отчетливо видны тёмные включения на границах зерен Nb-Ti, которые существенно увеличиваются в размерах в результате термообработки (Рис. 3.3.6). Для идентификации этих включений был проведен рентгенодисперсионный анализ, и установлено, что они соответствуют частицам Ti (Рис. 3.3.4). В среднем, доля площади титановых включений на ПЭМ изображениях примерно одинакова для образцов, вырезанных в разных местах по ширине ленты, а также вдоль и поперек прокатки, и составляет 2.2 ± 0.4 %. В качестве погрешности здесь приведено среднеквадратичное отклонение для результатов, полученных при обработке разных ПЭМ изображений.

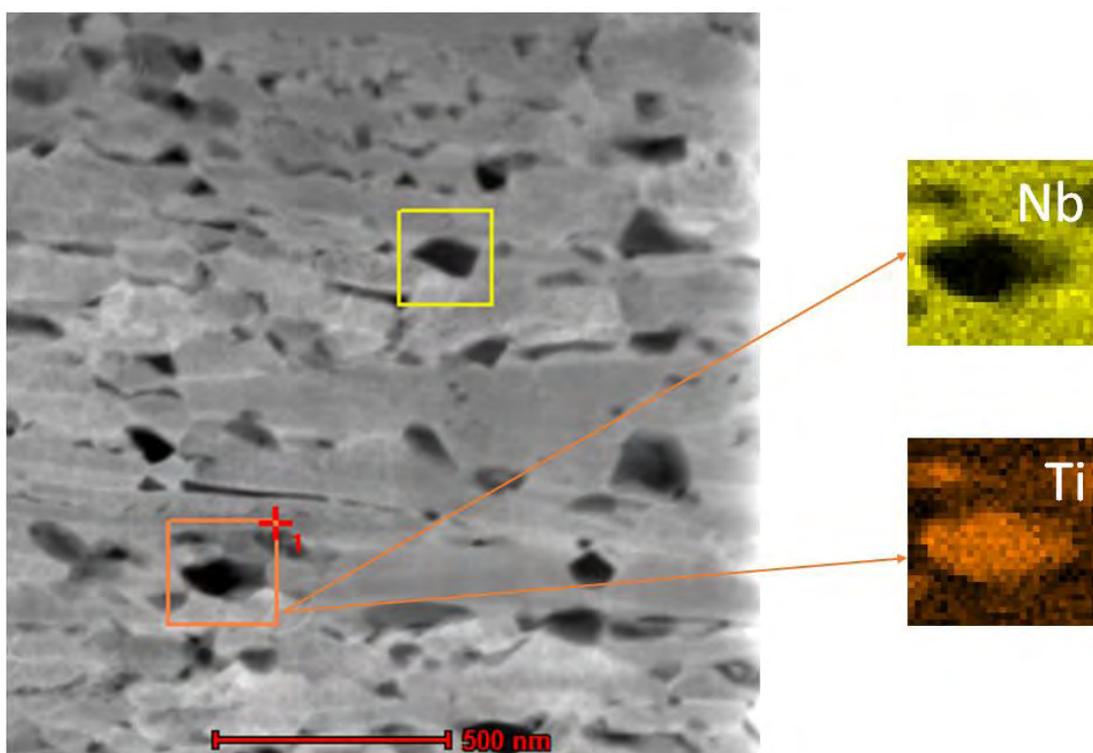


Рис. 3.3.4 Пример проведения рентгенодисперсионного анализа (для термообработанной ленты Nb-Ti) – маппирование в окрестности темных включений.

В общем случае, отношение площади, занимаемой частицами Ti на ПЭМ изображении, к площади всего изображения не соответствует объёмной доле фазы α -Ti в образце. Кроме того, существует методическая проблема идентификации фазы α -Ti по ПЭМ изображениям. При обработке изображений оператор располагает только информацией об относительном контрасте, чего явно недостаточно. Так, например, на рисунке 3.3.4 в выбранной для маппирования области 1 можно выделить три характерные подобласти: черную (в центре), соответствующую частице Ti, светло-серую, насыщенную Nb, и тёмно-серые участки, обедненные Nb (например, справа от черного пятна в центре). Обедненные ниобием участки могут быть как зерном Nb-Ti, обедненным Nb, так и частью титановой частицы, развернутой за плоскость изображения и скрытой за тонким слоем Nb-Ti.

Если, несмотря на эти замечания, всё же использовать площадь, соответствующую частицам Ti на ПЭМ изображении, для оценки объёмной доли фазы α -Ti в образце, то можно говорить лишь о верхней границе

последней, причем завышенной. Для холоднокатаной ленты она составляет около 2 %, вдвое больше чем дают рентгеновские исследования (менее 1%).

Распределения частиц Ti по размерам в холоднокатаной ленте (в среднем по её объёму) для трех главных направлений ленты показаны на рисунке .3.3.5. Как и в случае зерен Nb-Ti, экспериментальные гистограммы аппроксимированы логнормальным распределением (3.1). Параметры распределений – параметр формы σ , средний $\langle x \rangle$ и наиболее вероятный x_p размеры частиц Ti, а также параметр масштаба x_0 , приведены в сводной Таблица 3.4 (стр. 91).

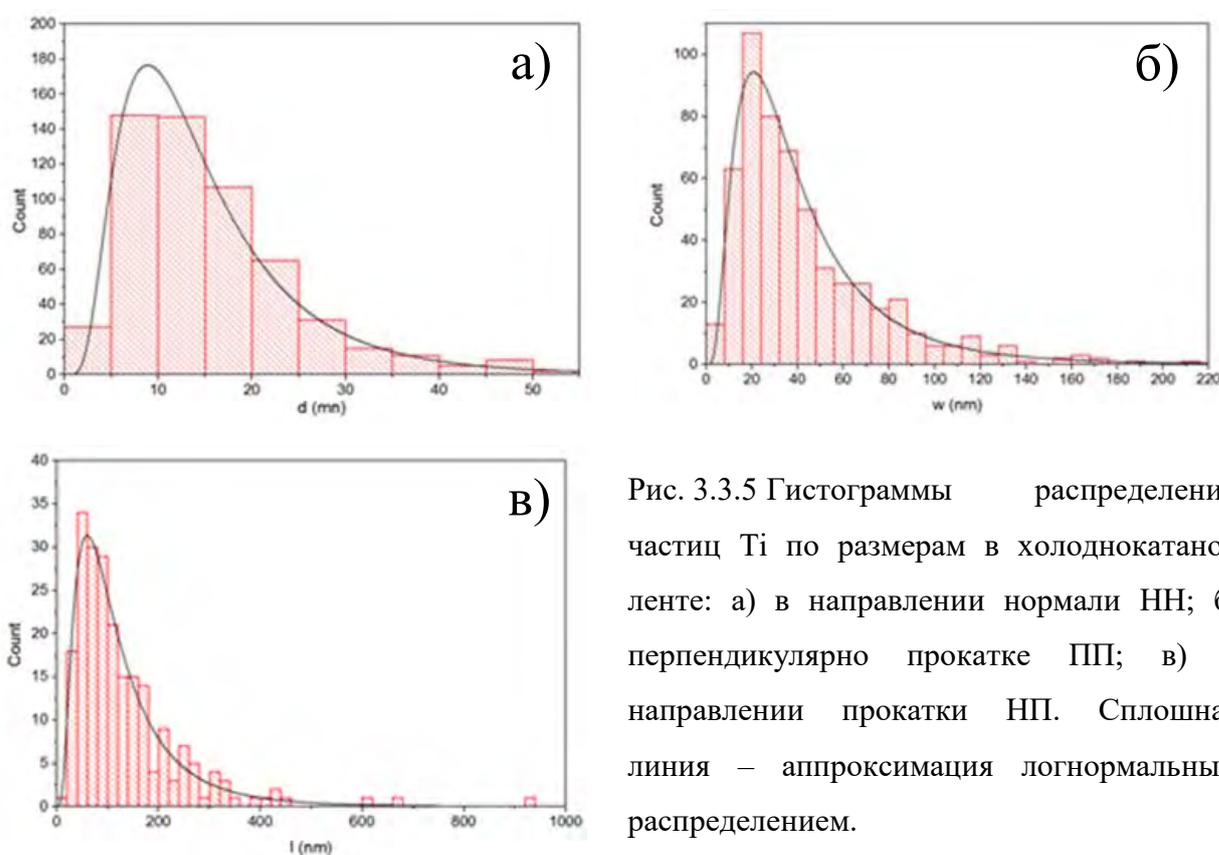


Рис. 3.3.5 Гистограммы распределений частиц Ti по размерам в холоднокатаной ленте: а) в направлении нормали НН; б) перпендикулярно прокатке ПП; в) в направлении прокатки НП. Сплошная линия – аппроксимация логнормальным распределением.

3.3.2. Морфология термообработанной ленты Nb-Ti

Типичные ПЭМ изображения термообработанной ленты показаны на рисунке .3.3.6, а распределения зерен Nb-Ti по размерам в двух главных направлениях – на рисунке .3.3.7.

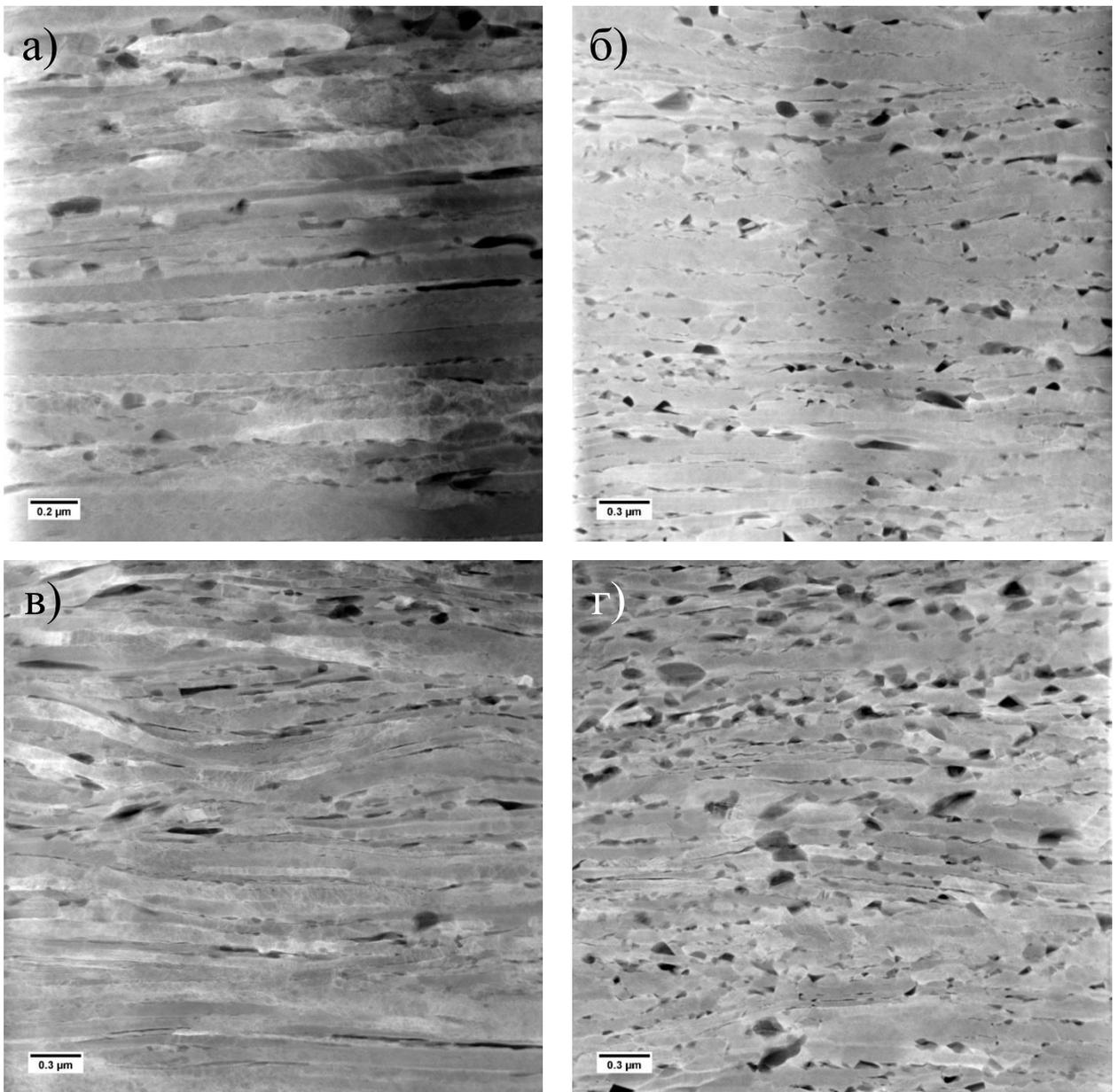


Рис. 3.3.6 Примеры ПЭМ изображений термообработанной ленты Nb-Ti: а) вдоль прокатки в середине ленты (направление прокатки НП – горизонтальное); б) поперек прокатки в середине ленты (НП – перпендикулярно плоскости рисунка); в) вдоль прокатки на краю ленты (НП – горизонтальное); г) поперек прокатки на краю ленты (НП – перпендикулярно плоскости рисунка).

В Таблица 3.3 приведены параметры распределений зерен Nb-Ti в направлениях НН и ПП, в сравнении с аналогичными параметрами для холоднокатаной ленты. Видно, что термообработка не приводит к заметному изменению размеров зерен. Полученные с помощью просвечивающей

электронной микроскопии данные (Таблица 3.3) хорошо согласуются с рентгеновскими данными по ОКР (Таблица 3.1).

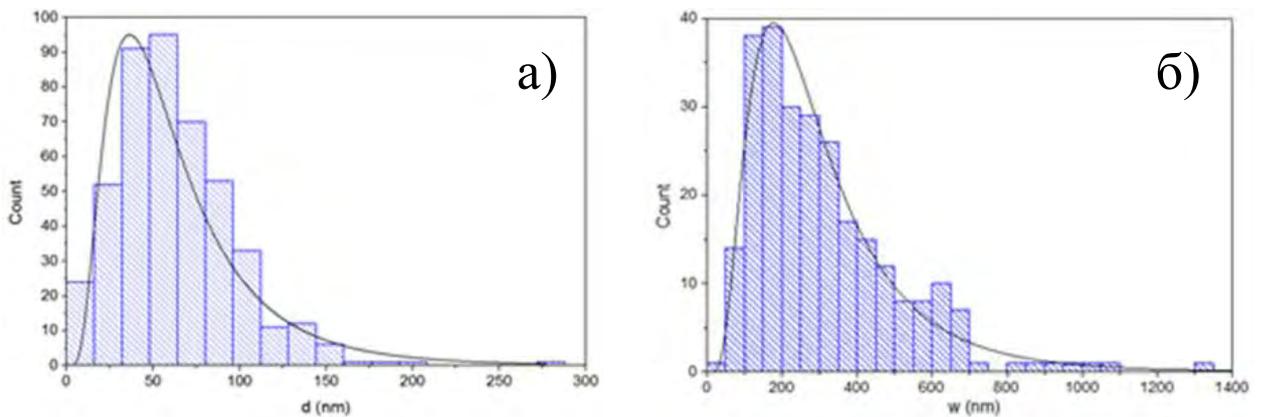


Рис. 3.3.7 Распределение зерен Nb-Ti по размеру в термообработанной ленте (в среднем по объёму) в направлении нормали НН (а) и перпендикулярно прокатке ПП (б). Сплошная линия – аппроксимация логнормальным распределением.

Таблица 3.3 Параметры распределения зерен Nb-Ti в холоднокатаной (х-д, Рис. 3.3.3) и термообработанной (т-о, Рис. 3.3.7) лентах, в среднем по объёму лент

Главное направление ленты	тип ленты	Параметр масштаба x_0 , нм	Параметр формы σ	Наиболее вероятный размер зерна x_p , нм	Средний размер зерна $\langle x \rangle$, нм
НН	х-д	54.9	0.59	38	65 ± 3
	т-о	53.7	0.62	36	65 ± 3
ПП	х-д	259.4	0.67	166	325 ± 17
	т-о	260.1	0.62	177	315 ± 20

Для термообработанной ленты, соответствующая титановым включениям площадь на ПЭМ изображениях заметно увеличена (ср. Рис. 3.3.6 и Рис. 3.3.1). Оценка, по этой площади, объёмной доли фазы α -Ti в ленте составляет $7.7 \pm 2.7\%$, чуть больше чем дают рентгеновские исследования (около 6%).

На рисунке 3.3.8 показаны распределения частиц Ti по размерам в трёх главных направлениях ленты, а в Таблица 3.4 приведены параметры этих распределений, в сравнении с параметрами для холоднокатаной ленты. Из Таблица 3.4 видно, что в результате термообработки объём частиц Ti

увеличился в среднем в четыре раза, при этом увеличение произошло в основном в направлении нормали НН и перпендикулярно прокатке ПП, то есть форма частиц Ti стала ближе к эллиптической. Этот результат согласуется с данными работы [76], показывающей, что термообработка лент Nb-Ti приводит, в основном, к росту уже имеющихся частиц фазы α -Ti, а не образованию новых.

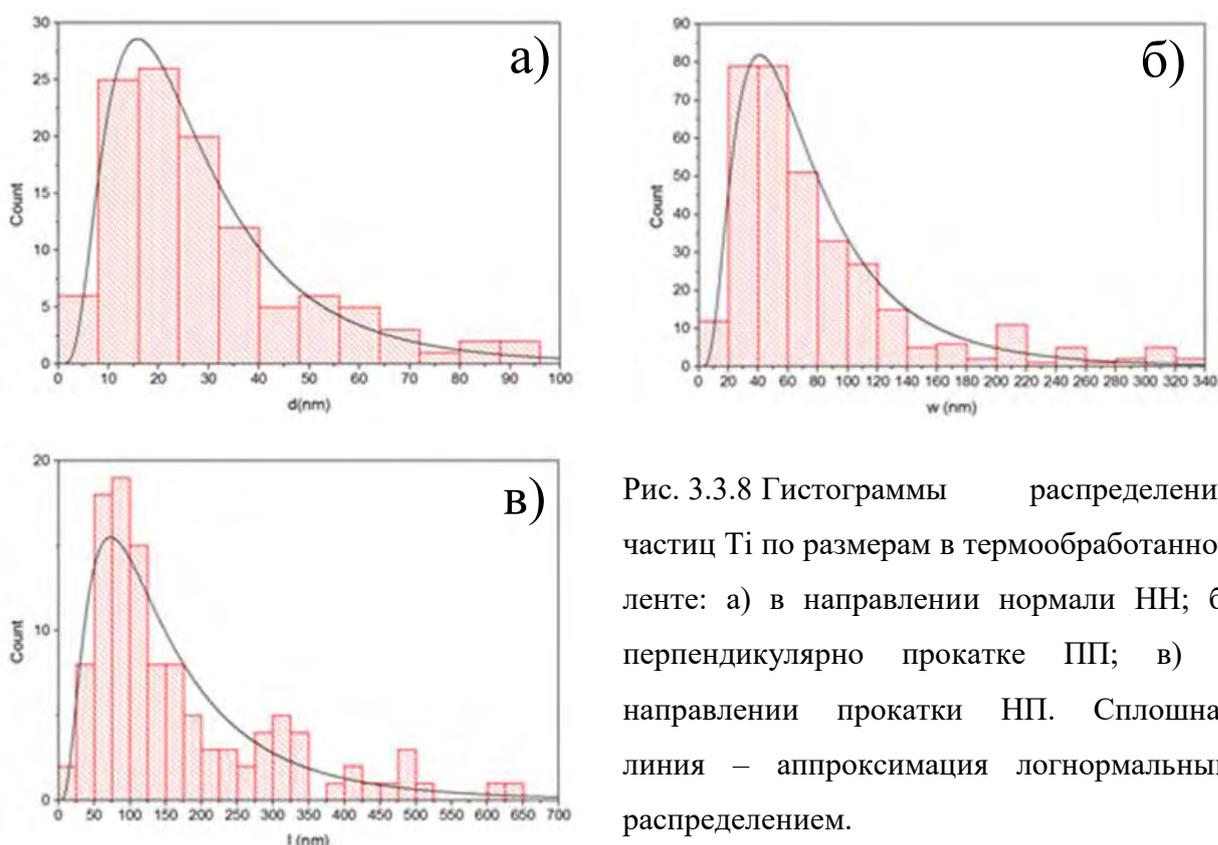


Рис. 3.3.8 Гистограммы распределений частиц Ti по размерам в термообработанной ленте: а) в направлении нормали НН; б) перпендикулярно прокатке ПП; в) в направлении прокатки НП. Сплошная линия – аппроксимация логнормальным распределением.

Таблица 3.4 Параметры распределения частиц титана в холоднокатаной (х-д, Рис. 3.3.5) и термообработанной (т-о, Рис. 3.3.8) лентах, в среднем по объёму лент

Главное направление ленты	Тип ленты	Параметр масштаба x_0 , нм	Параметр формы σ	Наиболее вероятный размер частицы x_p , нм	Средний размер частицы $\langle x \rangle$, нм
НН	х-д	12.7	0.60	9	15 ± 10
	т-о	24.0	0.65	16	30 ± 3
ПП	х-д	34.1	0.71	21	44 ± 19
	т-о	64.0	0.67	41	80 ± 5
НП	х-д	101.3	0.73	60	132 ± 30
	т-о	130.8	0.77	75	176 ± 10

3.4 Макро- и микро(не)однородность сверхпроводящих свойств лент Nb-Ti [А.6]

Для оценки степени макро- и микро(не)однородности сверхпроводящих свойств ленты Nb-Ti до и после термообработки были проведены измерения критической температуры T_c и ширины сверхпроводящего перехода ΔT_c различных её участков. С этой целью из ленты по всей ширине вырезались 8 квадратных образцов размером 10×10 мм² (Рис. 3.4.1), на которых проводились исследования сверхпроводящего перехода методом магнитного экранирования.

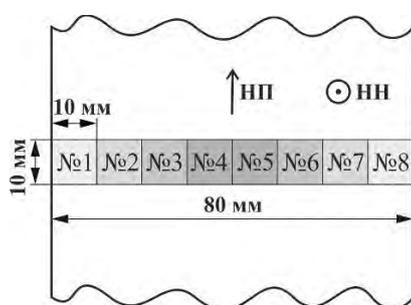


Рис. 3.4.1 Схема вырезания образцов из ленты Nb-Ti для исследования однородности её сверхпроводящих свойств. НН – направление нормали к ленте, НП – направление прокатки.

Полученные результаты для холоднокатаной и термообработанной лент представлены в таблицах 3.5 и 3.6 соответственно.

Таблица 3.5 Критические температуры T_c и ширины переходов ΔT_c , образцов, вырезанных в различных местах по ширине холоднокатаной ленты Nb-Ti (Рис. 3.4.1)

Характеристика	№1	№2	№3	№4	№5	№6	№7	№8
T_c , К	8.83	8.85	8.86	8.85	8.84	8.85	8.88	8.87
ΔT_c , К	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07

Для холоднокатаной ленты Nb-Ti, среднее по ширине значение критической температуры составляет $\langle T_c \rangle = 8.854 \pm 0.016$ К, средняя ширина перехода $\langle \Delta T_c \rangle = 0.073 \pm 0.005$ К (в обоих случаях в качестве погрешностей взяты среднеквадратичные отклонения по массиву измерений), отношение $\langle \Delta T_c \rangle / \langle T_c \rangle = 0.8\%$. Малый, меньше ширины

перехода, размах значений $T_c - 0.05 K$ (см. Таблица 3.5), свидетельствует о высокой макроскопической однородности сверхпроводящих свойств ленты.

Таблица 3.6 Критические температуры T_c и ширины переходов ΔT_c для образцов термообработанной ленты Nb-Ti, вырезанных в различных местах по ширине ленты (Рис. 3.4.1)

Характеристика	№1	№2	№3	№4	№5	№6	№7	№8
T_c, K	9.00	9.03	9.00	9.00	9.00	9.00	8.98	8.97
$\Delta T, K$	0.11	0.12	0.13	0.12	0.13	0.11	0.12	0.13

Для термообработанной ленты Nb-Ti, средняя критическая температура составляет $\langle T_c \rangle = 8.998 \pm 0.017 K$, средняя ширина перехода $\langle \Delta T_c \rangle = 0.121 \pm 0.008 K$, $\langle \Delta T_c \rangle / \langle T_c \rangle = 1.3\%$ и размах значений $T_c - 0.06 K$ (Таблица 3.6). Практически такое же, как для холоднокатаной ленты, среднеквадратичное отклонение для $\langle T_c \rangle$, и размах значений T_c , свидетельствует о том, что при термообработке ленты степень её макроскопической неоднородности не изменилась. Увеличение же ширины перехода $\langle \Delta T_c \rangle / \langle T_c \rangle$ в полтора раза, с 0.8% до 1.3%, указывает на существенное увеличение микроскопической неоднородности сверхпроводящих свойств.

Рост средней критической температуры ленты после её термообработки, на $0.144 \pm 0.033 K$, легко объяснить, если привлечь результаты рентгеновских (раздел 3.2.4) и ПЭМ (раздел 3.3) исследований. Согласно этим результатам, холоднокатаная и термообработанная ленты, помимо основной сверхпроводящей фазы $\beta\text{-NbTi}$, содержат небольшое количество включений фазы $\alpha\text{-Ti}$, причем в термообработанной ленте их объёмная доля почти в шесть раз больше, около 6 об.%, против примерно 1 об.% в холоднокатаной ленте. Другими словами, в результате термообработки основная фаза $\beta\text{-NbTi}$ обедняется титаном и, соответственно, обогащается ниобием, что, согласно [89], приводит к росту средней критической температуры $\langle T_c \rangle$ ленты. Потенциально, частицы $\alpha\text{-Ti}$ могли бы влиять на

величину критической температуры за счёт эффекта близости. Однако минимальный размер зерен фазы $\beta\text{-NbTi}$ (т.е. в направлении нормали ленты), на границах которой выделяется $\alpha\text{-Ti}$, составляет около 40 нм, что на порядок больше длины когерентности (~ 5 нм) и, следовательно, влияние эффекта близости на величину критической температуры ленты пренебрежимо мало.

Глава 4 Электромагнитное состояние лент Nb-Ti в высоком магнитном поле, выше поля необратимости

4.1 Поле необратимости лент Nb-Ti [А.3, А.4]

На рисунках 4.1.1а и 4.1.1в показаны высокополевые части петель гистерезиса $M(H)$ для образцов холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti (линейный фоновый сигнал, который присутствует выше верхнего критического поля H_{c2} , вычтен). Поле необратимости H^* , определённое по схлопыванию петли гистерезиса, составило $H_{хд}^* \sim 10.6$ Тл и $H_{то}^* \sim 10.7$ Тл для холоднокатаной и термообработанной лент соответственно. В случае холоднокатаной ленты, в полях выше H^* на зависимости $M(H)$ отчетливо виден воспроизводимый слабый обратный (ферромагнитный) гистерезис, природа которого может быть связана с явлением, обсуждаемым в разделе 4.4. Этот гистерезис полностью исчезает в полях выше ~ 11.3 Тл. Поскольку его величина лишь в 2 раза превышает шумовой сигнал, зависимость $M(H)$ в области $10.6 \text{ Тл} < H < 11.3 \text{ Тл}$ можно считать обратимой. Как для холоднокатаной (Рис. 4.1.1а), так и для термообработанной (Рис. 4.1.1в) ленты, изменения наклона обратимой зависимости $M(H)$ вблизи H_{c2} , о котором сообщалось в [5; 30], не наблюдалось, что, возможно, связано с недостаточной чувствительностью использованного метода измерения магнитного момента.

Верхнее критическое поле H_{c2} определялось прямым транспортным методом (Рис. 4.1.1б и Рис. 4.1.1г) при малом возбуждающем токе (1 мА, плотность тока 10 А/см^2). Величина H_{c2} составила 11.6 Тл и 11.7 Тл для холоднокатаной и термообработанной лент соответственно. Альтернативный способ определения верхнего критического поля [29], по пересечению линейной экстраполяции резистивного перехода с нулевой прямой (см. Рис. 4.1.1б и Рис. 4.1.1г), дал близкие значения $H_{c2} = 11.4$ Тл (для холоднокатаной ленты) и $H_{c2} = 11.5$ Тл (для термообработанной ленты). Таким образом,

разница между верхним критическим полем H_{c2} и величиной поля необратимости H^* составляет около 1 Тл, что согласуется с литературными данными [5].

Поле необратимости H^* четко коррелирует с полем H_F , полученным при экстраполяции полевой зависимости объемной силы пиннинга F_p к нулю (Рис. 4.1.1б и Рис. 4.1.1г), что также согласуется с литературой [29].

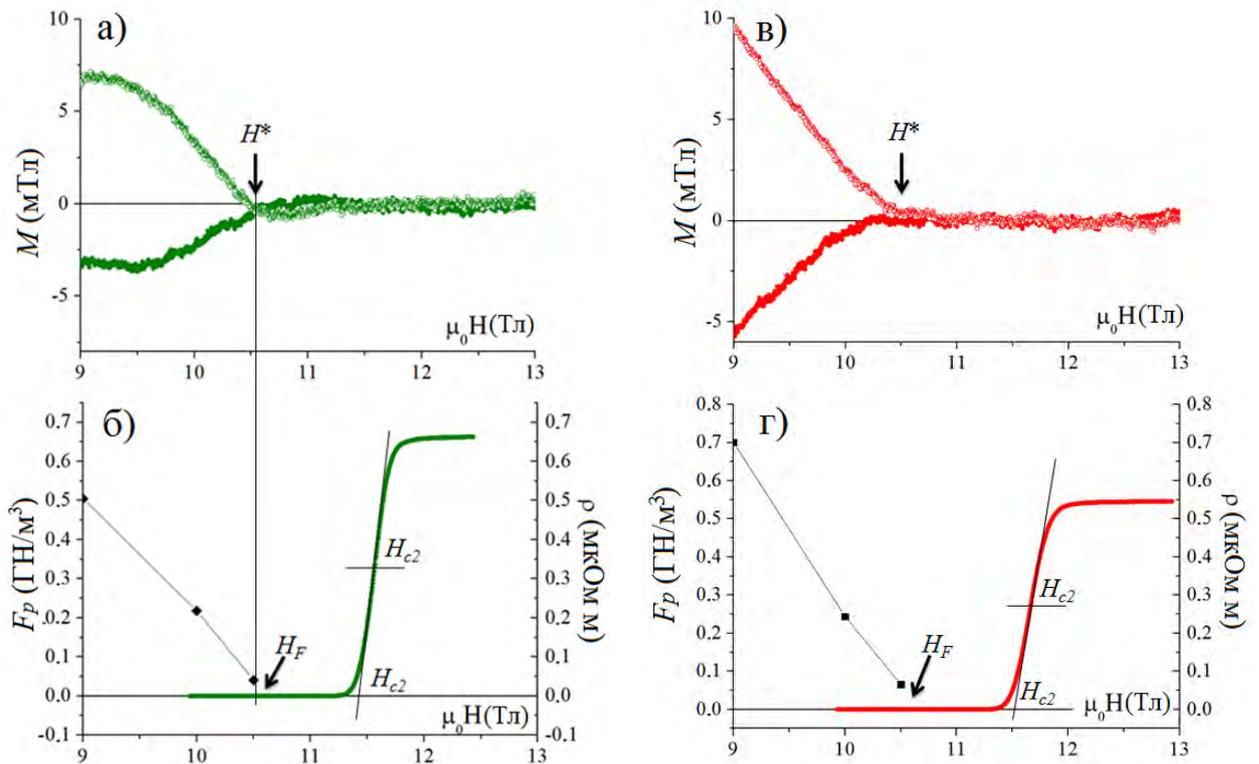


Рис. 4.1.1 Полевые зависимости магнитного момента $M(H)$, силы пиннинга $F_p(H)$ и удельного электросопротивления $\rho(H)$ для холоднокатаной (слева, зеленый) и термообработанной (справа, красный) лент Nb-Ti. Транспортные измерения (б) и (г) проводились на образцах, вырезанных из лент вдоль прокатки. Магнитные измерения (а) и (в) – на образцах, представлявших собой стопку из 10 лент. Поле направлено по нормали к ленте.

По сравнению с исходной холоднокатаной лентой, удельное электрическое сопротивление в нормальном состоянии в результате термообработки снизилось на 16% (с 0.68 мкОм·м до 0.56 мкОм·м), а объемная сила пиннинга в перпендикулярной геометрии возросла при 9 Тл на 40% (с 0.5 ГН/м³ до 0.7 ГН/м³). При этом верхнее критическое поле и поле

необратимости в результате термообработки изменились незначительно – менее чем на 1%.

4.1.1. Факты, не согласующиеся с предлагаемыми в литературе моделями для объяснения поля необратимости

Поле необратимости часто связывают с фазовым переходом вихревой структуры (см. раздел 1.2.2). Согласно этой модели, вольт-амперные характеристики (ВАХ), построенные в двойных логарифмических координатах, меняют изгиб при пересечении точки H^* : в низкополевой фазе, при $H < H^*$ (фаза вихревого стекла), ВАХ имеют отрицательный изгиб, в высокополевой фазе, при $H > H^*$ (фаза вихревой жидкости), – положительный. Изгиб ВАХ определяется с помощью аппроксимации квадратичным полиномом:

$$\log U = a[\log I]^2 + b[\log I] + c \quad (4.1)$$

где U и I напряжение и ток, a , b , c – коэффициенты аппроксимации. Знак коэффициента a соответствует знаку изгиба ВАХ.

Экспериментальные данные для ленты Nb-Ti не согласуются с этой моделью. При ориентации внешнего магнитного поля по нормали к плоскости холоднокатаной ленты (Рис. 4.1.2) некоторые ВАХ меняют кривизну не один, а несколько раз (например, при поле 11 Тл). При ориентации поля в плоскости холоднокатаной ленты (Рис. 4.1.3) изгиб ВАХ вообще не меняет знак, оставаясь отрицательным вплоть до полей, при которых достигается нормальное состояние.

Аналогичная ситуация для термообработанной ленты. Здесь как при ориентации поля по нормали к ленте (Рис. 4.1.4), так и при ориентации поля в плоскости ленты (Рис. 4.1.5) изгиб ВАХ не меняет знак и остается отрицательным во всем диапазоне полей.

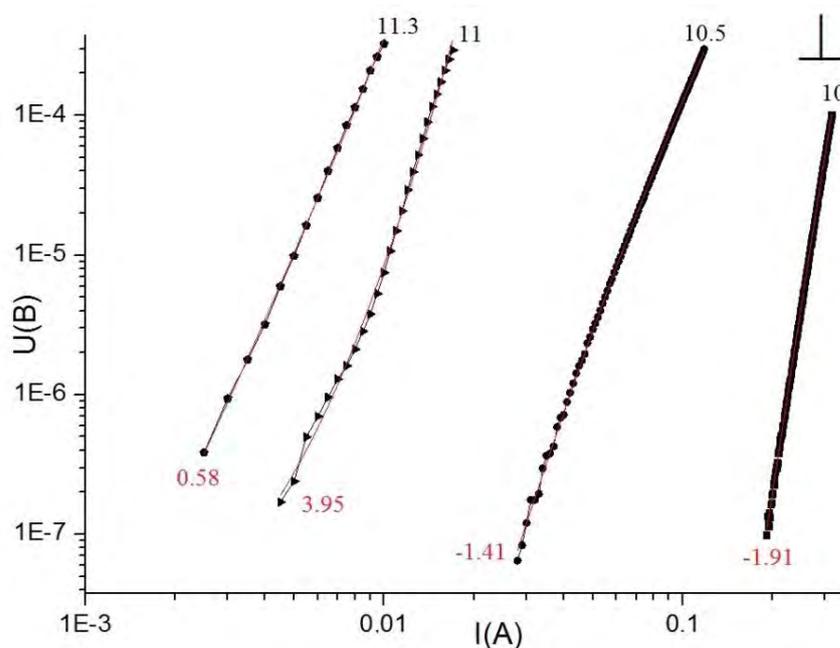


Рис. 4.1.2 Серия ВАХ (в двойном логарифмическом масштабе) для образца холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки, при разных величинах внешнего магнитного поля (указаны сверху, в Тл), направленного по нормали к плоскости ленты. Сплошные тонкие линии – аппроксимация квадратичным полиномом (4.1). Значения коэффициента a указаны снизу.

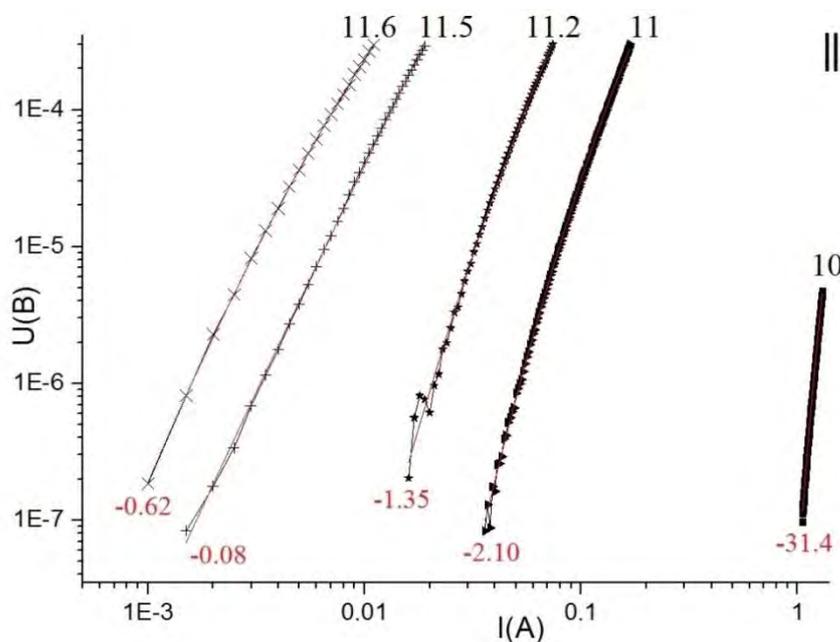


Рис. 4.1.3 Серия ВАХ (в двойном логарифмическом масштабе) для образца холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки, при разных величинах внешнего магнитного поля (указаны сверху, в Тл), ориентированного в плоскости ленты перпендикулярно прокатке. Сплошные тонкие линии – аппроксимация квадратичным полиномом (4.1). Значения коэффициента a указаны снизу.

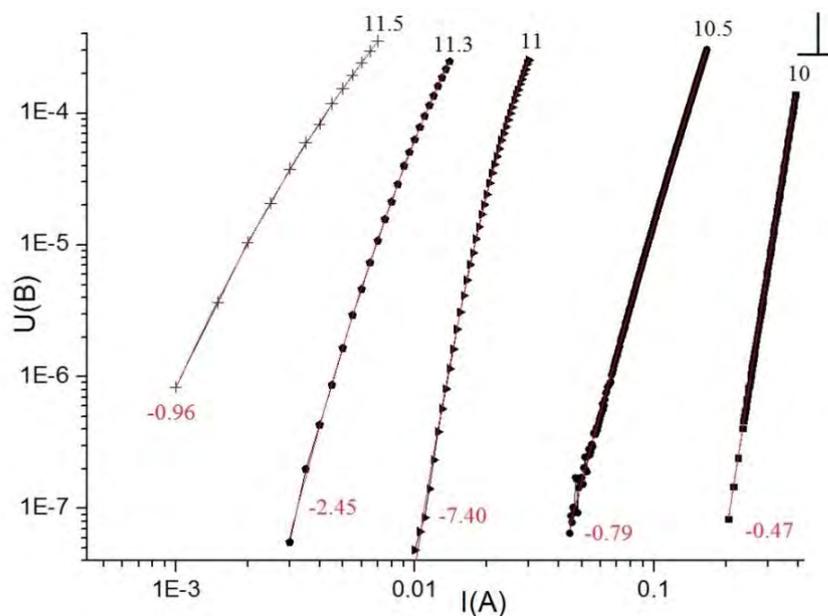


Рис. 4.1.4 Серия ВАХ (в двойном логарифмическом масштабе) для образца термообработанной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки, при разных величинах внешнего магнитного поля (указаны сверху в Тл), направленного по нормали к плоскости ленты. Сплошные тонкие линии – аппроксимация квадратичным полиномом (4.1). Значения коэффициента a указаны снизу.

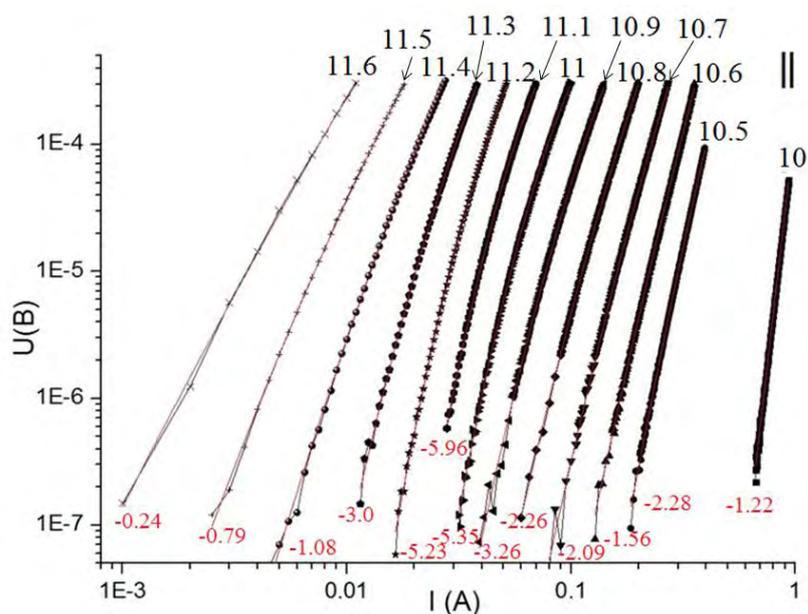


Рис. 4.1.5 Серия ВАХ (в двойном логарифмическом масштабе) для образца термообработанной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки, при разных величинах внешнего магнитного поля (указаны сверху в Тл), ориентированного в плоскости ленты перпендикулярно прокатке. Сплошные тонкие линии – аппроксимация квадратичным полиномом (4.1). Значения коэффициента a указаны снизу.

Таким образом, объяснение поля необратимости в лентах Nb-Ti моделью плавления вихревой структуры опровергается наблюдаемым для них поведением ВАХ.

Модели сверхпроводящего стекла (см. раздел 1.2.1) и гигантского крипа потока (см. раздел 1.2.3) также кажутся маловероятными для лент Nb-Ti, поскольку первая требует от сверхпроводника гранулированности, а вторая предполагает существенное влияние тепловых флуктуаций, что не подтверждается проведенными оценками [30].

4.1.2. Модель для объяснения поля необратимости в лентах Nb-Ti

Как показано в разделе 1.3, ряд особенностей электродинамики технических сверхпроводников в высоких магнитных полях можно объяснить пространственной неоднородностью их сверхпроводящих свойств. Применительно к лентам Nb-Ti эта идея означает, что резкое снижение транспортного тока и возникновение обратимости $M(H)$ выше поля необратимости могут быть связаны с переходом внутреннего объема зерен Nb-Ti в нормальное состояние при сохранении в сверхпроводящем состоянии их границ, которые образуют сеть токовых путей.

Согласно микроскопическим исследованиям (раздел 3.3) зерна Nb-Ti вытянуты и уплощены в плоскости прокатки ленты и сильно сплющены в направлении нормали к ней. Это факт позволяет представить ленту Nb-Ti в высоких магнитных полях (выше поля необратимости H^*) состоящей из стопок тонких сверхпроводящих пленок (границ зёрен с толщинами сопоставимыми с длиной когерентности ξ) в нормальной металлической матрице (образованной внутренними объемами зёрен). Такая «слоистая» структура в известном смысле аналогична слоистой кристаллографической структуре ВТСП керамики, характеризующейся сильной анизотропией физических свойств. Поскольку в «слоистой» структуре ленты Nb-Ti толщина сверхпроводящих пленок сравнима с длиной когерентности, для неё можно ожидать анизотропии верхнего критического поля – различных

значений H_{c2} при ориентациях поля в плоскости пленок (в плоскости ленты) и по нормали к ним (по нормали к плоскости ленты).

Отметим, что до сих пор ни одна из существующих моделей не предсказывала анизотропии верхнего критического поля H_{c2} в (текстурированных) лентах Nb-Ti.

4.2 Анизотропия верхнего критического поля в лентах Nb-Ti [A.1]

Верхнее критическое поле H_{c2} для образцов холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti, вырезанных вдоль прокатки, определялось прямым транспортным методом для двух направлений внешнего магнитного поля – по нормали к ленте, и в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (Рис. 4.2.1).

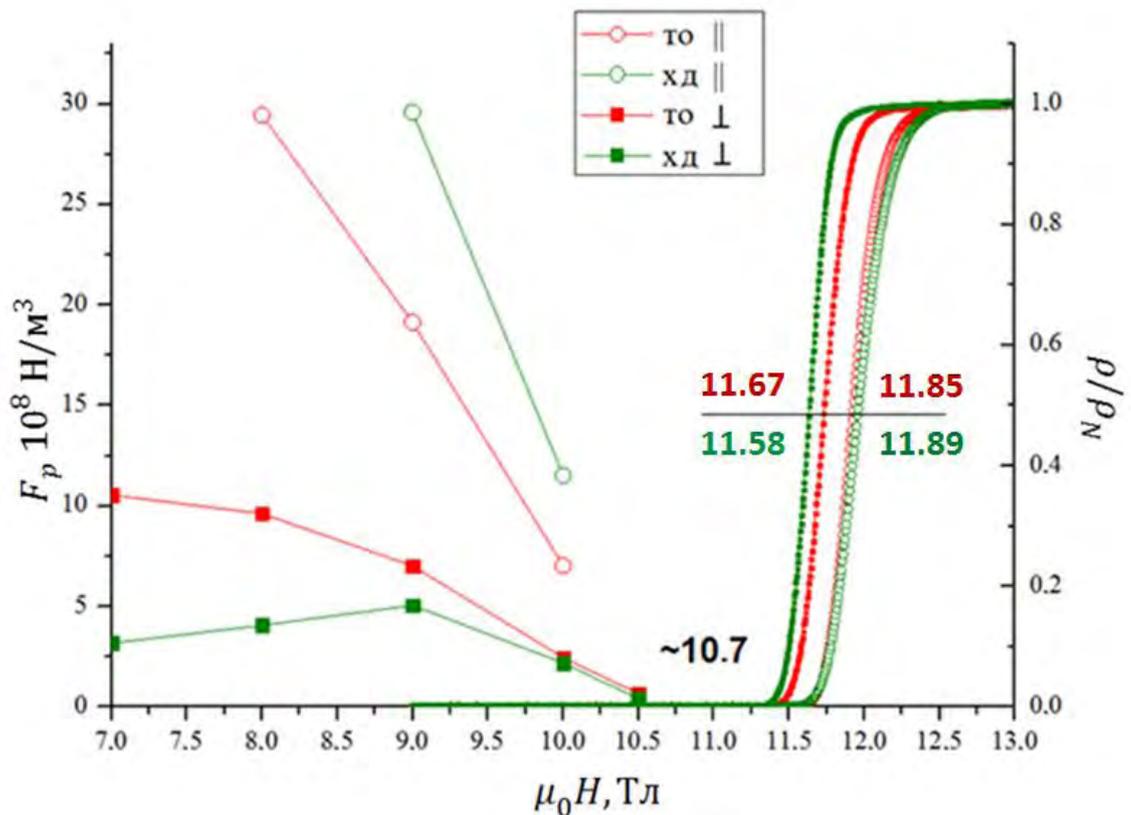


Рис. 4.2.1 Слева – полевая зависимость силы пиннинга. Справа – приведенные полевые зависимости сопротивления для холоднокатаной (зеленый) и термообработанной (красный) ленты. Открытые символы соответствуют ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке ($\theta = 0^\circ$), закрытые – по нормали к ленте ($\theta = 90^\circ$).

Оказалось, что величина H_{c2} меньше при ориентации поля перпендикулярно к ленте ($\theta = 90^\circ$), чем при его ориентации в плоскости ленты ($\theta = 0^\circ$). Разница составляет ~ 0.3 Тл (2.6%) для холоднокатаной и ~ 0.2 Тл (1.7%) для термообработанной ленты (Таблица 4.1). Кроме того, термообработка уменьшает силу пиннинга в случае ориентации поля в плоскости ленты (Рис. 4.2.1) Этот эффект обсуждается в разделе 5.3.

Казалось бы, естественно предположить, что возможной причиной возникновения анизотропии H_{c2} в лентах Nb-Ti является наличие в них сильной кристаллографической текстуры (см. раздел 3.1). Хорошо известно, что в структурах с кубической симметрией физические свойства зависят от кристаллографических направлений. Для монокристалла ниобия было показано [57], что H_{c2} возрастает в ряду кристаллографических направлений $\langle 100 \rangle \rightarrow \langle 110 \rangle \rightarrow \langle 111 \rangle$. Для лент Nb-Ti, из полюсной фигуры от семейства плоскостей $\{222\}$ (Рис. 3.1.3) следует, что при угле $\theta = 43^\circ$ между магнитным полем и плоскостью ленты (вектор поля лежит в плоскости перпендикулярной прокатке) кристаллографическое направление $\langle 111 \rangle$ для большинства зерен ориентировано по полю, и, следовательно, при такой ориентации следует ожидать максимального значения H_{c2} . Однако это заключение противоречит экспериментальным данным (Рис. 4.2.2).

Таблица 4.1 *Характеристики полевых переходов (верхнее критическое поле H_{c2} и ширина перехода ΔH_{c2}) для образцов холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti, вырезанных вдоль прокатки*

Ориентация поля	холоднокатаная		термообработанная	
	H_{c2} , Тл	ΔH_{c2} , Тл	H_{c2} , Тл	ΔH_{c2} , Тл
По нормали к ленте	11.58	0.28	11.67	0.34
В плоскости ленты	11.89	0.43	11.85	0.37

Другой возможной причиной наблюдаемой анизотропии H_{c2} могла бы быть анизотропия плотности критического тока. Чтобы проверить влияние измерительного тока на величину H_{c2} , была проведена серия измерений при

различных величинах возбуждающего тока в диапазоне от 1 мкА до 5 мА (Таблица 4.2). Изменение возбуждающего тока в диапазоне четырех порядков величины не привело к заметному изменению величины H_{c2} .

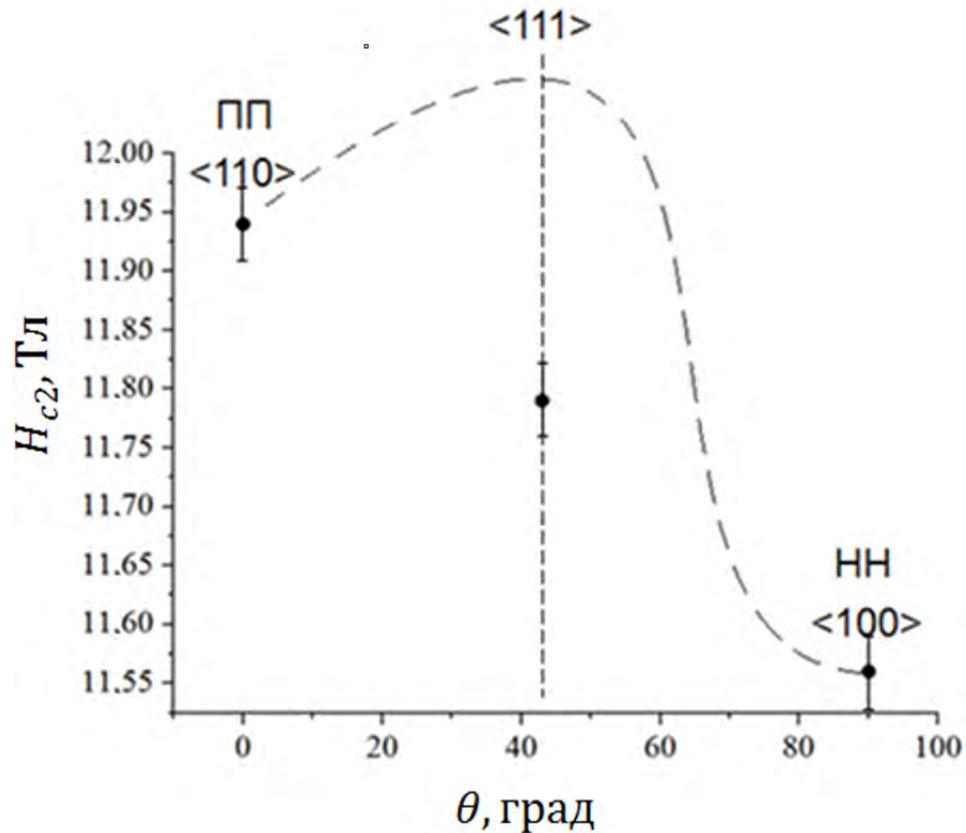


Рис. 4.2.2 Угловая зависимость верхнего критического поля $H_{c2}(\theta)$ для холоднокатаной ленты Nb-Ti. Угол θ отсчитывается от плоскости ленты, вектор магнитного поля лежит в плоскости перпендикулярной прокатке. Пунктирная линия – предполагаемая зависимость $H_{c2}(\theta)$ в случае, если анизотропия H_{c2} определяется кристаллографической текстурой ленты (согласно [57]). Точки – экспериментальные значения H_{c2} , полученные в настоящей работе. Над точками указаны преимущественные ориентации зерен для различных направлений поля θ , определенные на основании полюсных фигур.

Ещё об одной возможной причине анизотропии H_{c2} в поликристаллических лентах Nb-Ti, с высокой объёмной долей фазы α -Ti, сообщалось в работе [5] (подробности см. в разделе 1.5). Авторы [5] предложили следующее объяснение эффекта. Поскольку включения α -Ti при прокатке ленты приобретают уплощенную форму в направлении прокатки и малую толщину в перпендикулярной к ней плоскости, они могут

способствовать слабой джозефсоновской связи между зернами Nb-Ti. При этом анизотропия H_{c2} возникает в соответствии с предсказаниями модели сверхпроводящих сверхрешёток [73]. Подобные рассуждения не согласуются с результатами настоящей работы, поскольку наиболее выраженная анизотропия H_{c2} наблюдается на холоднокатаной ленте Nb-Ti (Таблица 4.1), содержание фазы α -Ti в которой пренебрежимо мало.

Таблица 4.2 *Середина и ширина (в скобках) полевого перехода при различных ориентациях поля (углах θ) и величинах измерительного тока для холоднокатаной ленты.*

Номер образца	Измерительный ток, mA	Середина перехода, T_l (Ширина перехода, T_l)		
		$\theta = 0^\circ$	$\theta = 43^\circ$	$\theta = 90^\circ$
1	5	11.89 (0.434)	-	11.58 (0.279)
	5	12.06 (0.436)	-	-
	1	12.10 (0.387)	11.75 (0.225)	-
2	0.1	12.11 (0.354)	11.75 (0.195)	-
	0.01	12.11 (0.347)	11.74 (0.189)	-
	0.001	12.12 (0.334)	11.74 (0.183)	-

Анизотропию H_{c2} в лентах Nb-Ti легко объяснить неоднородностью сверхпроводящих свойств, подобно тому, как это сделано в конце предыдущего раздела 4.1 при объяснении природы поля необратимости, и в рамках той же модели. Как уже упоминалось, в высоких магнитных полях, выше поля необратимости, с точки зрения электродинамики холоднокатаную ленту Nb-Ti можно представить состоящей из стопок сверхпроводящих пленок (границ зерен Nb-Ti) с толщинами порядка длины когерентности ξ (~ 5.4 нм), расположенных, в среднем, на расстоянии ~ 65 нм (при наиболее вероятном 37 нм) друг от друга (определяется размером зерна Nb-Ti в направлении нормали к ленте, Таблица 3.3). Поскольку пленки в отдельных стопках не имеют слабых связей, анизотропия H_{c2} ленты в целом имеет ту же природу, что анизотропия H_{c2} изолированных тонких ($\sim \xi$) пленок [90]. Термообработка ленты приводит к выделению на границах зерен Nb-Ti

частиц α -Ti, что нарушает плоскостность границ зерен, и анизотропия снижается. С другой стороны, увеличение степени прокатки ленты имеет обратный эффект – границы зерен Nb-Ti становятся более плоскими, и, таким образом, следует ожидать увеличения анизотропии H_{c2} . Подобное увеличение анизотропии H_{c2} с увеличением степени прокатки наблюдалось в работе [5].

В рамках предложенной модели удаётся также объяснить рост ширины полевого перехода при уменьшении угла θ между внешним магнитным полем и плоскостью холоднокатаной ленты (Таблица 4.2). Очевидно, что в ленте границы зерен Nb-Ti всегда несколько разориентированы в перпендикулярном к плоскости ленты направлении. При этом, как следует из угловой зависимости $H_{c2}(\theta)$ для тонкой сверхпроводящей пленки (Рис. 4.2.3) [90], для одного и того же разброса плоскостей зерен (от θ_1 до θ_2) разброс верхних критических полей будет тем больше, чем меньше угол θ . После термообработки ленты границы зёрен становятся менее плоскими, и ширина полевого перехода меньше зависит от ориентации поля (Таблица 4.1).

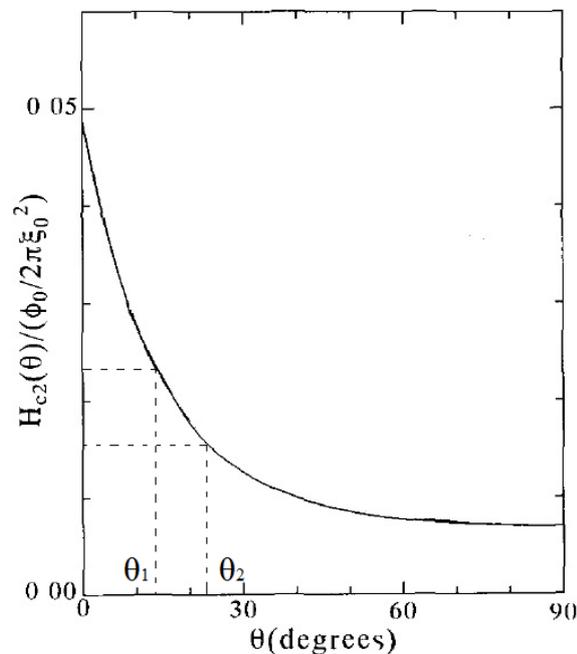


Рис. 4.2.3 Пояснение к эффекту уменьшения ширины полевого перехода при увеличении угла θ между магнитным полем и плоскостью ленты (см. текст). Рисунок взят из работы [90].

Обнаружение в текстурированных поликристаллических лентах Nb-Ti анизотропии верхнего критического поля подтверждает модель, ранее предложенную для объяснения природы поля необратимости и основанную на пространственной неоднородности их сверхпроводящих свойств. Это заключение приводит к изменению подхода в описании электродинамики лент Nb-Ti в высоких магнитных полях, выше поля необратимости H^* .

В диапазоне полей $H^* < H < H_{c2}$ вихри и пиннинг не играют существенной роли в транспорте тока. В поле, параллельном плоскости ленты, плоские (сверхпроводящие) границы зерен Nb-Ti являются слишком тонкими, чтобы вместить вихри. В поле, перпендикулярном плоскости ленты, в плоских границах зерен формально возникает двумерная решетка вихрей со средним расстоянием между вихрями $a_0 \approx \sqrt{\Phi_0/\mu_0 H}$. При 11 Тл расстояние между вихрями составляет ~ 14 нм, то есть порядка длины когерентности, $\xi \sim 5.4$ нм, или размера кора (нормальной зоны) вихря. Таким образом, в перпендикулярном поле сложно выделить отдельные вихри, скорее можно говорить о слабой осцилляции сверхпроводящего параметра порядка. Далее, поскольку двумерные вихри формируют гораздо более жесткую решетку, чем трехмерные [91], следует ожидать незначительного эффекта пиннинга. А незначительный пиннинг объясняет отсутствие гистерезиса $M(H)$. Конечная токонесущая способность в диапазоне полей $H^* < H < H_{c2}$ обусловлена обратимыми поверхностными токами в зернах Nb-Ti. Границы зерен образуют многосвязную поверхность с токонесущей способностью, обеспечивающей критическую плотность тока (по критерию 1 мкВ/см) порядка 100 А/см^2 в поле 11 Тл.

4.3 Четное поперечное электронапряжение при переходе в нормальное состояние

При переходе лент Nb-Ti в нормальное состояние, одновременно с возникновением продольного сопротивления (напряжения) возникает поперечное напряжение. Для определения природы поперечного напряжения

были проведены эксперименты, в которых направление магнитного поля инвертировалось (изменялось на противоположное). На рисунке 4.3.1 показаны четные и нечетные по отношению к инверсии магнитного поля составляющие поперечной вольт-полевой характеристики (ВПХ) для термообработанной ленты в перпендикулярной геометрии (поле перпендикулярно плоскости ленты), определенные по формуле:

$$U^{\pm}(H) = \frac{U(+H) \pm U(-H)}{2} \quad (4.2)$$

где U^+ и U^- четное и нечетное напряжения соответственно.

Нечетное напряжение, которое обычно связывают с эффектом Холла, практически не выходит за пределы погрешности измерения, и поэтому весь возникающий поперечный сигнал можно считать четным (Рис. 4.3.1).

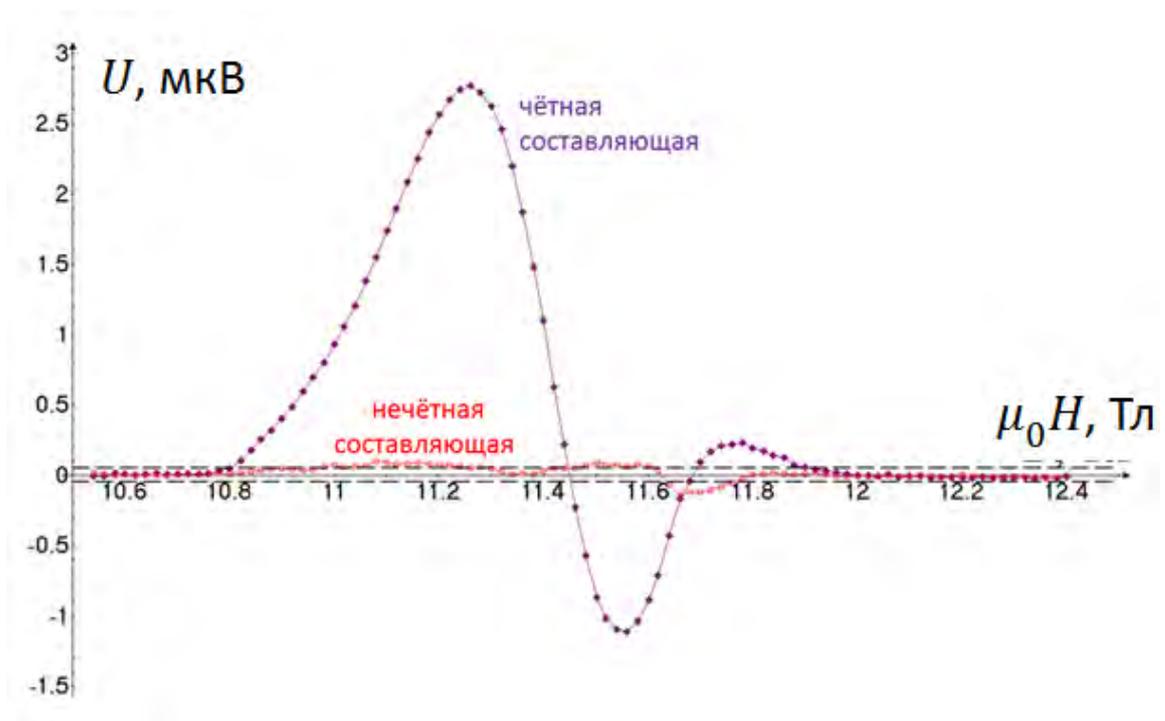


Рис. 4.3.1 Четная и нечетная, по отношению к инверсии магнитного поля, составляющие поперечного напряжения при переходе в нормальное состояние образца термообработанной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки. Черные пунктирные линии – предел погрешности измерений (± 50 нВ). Поле ориентировано по нормали к ленте ($\theta=90^\circ$). Измерительный ток 5 мА.

На рисунке 4.3.2 показаны четные поперечные напряжения (ЧПН) для холоднокатаной и термообработанной лент, в сравнении с продольными вольт-полевыми характеристиками. Для удобства сравнения продольного и поперечного напряжений, величины этих сигналов отнесены к длине, на которой происходило измерение. Отметим, что холоднокатаная и термообработанная ленты имеют качественное различие, а именно, поперечная ВПХ термообработанной ленты несколько раз меняет знак, чего не наблюдается в случае холоднокатаной ленты.

Для двух главных ориентаций магнитного поля (в плоскости ленты перпендикулярно прокатке, и по нормали к ленте) характер зависимости ЧПН практически не меняется. Отсюда однозначно следует, что природа наблюдаемого нами поперечного напряжения не связана с движением вихрей в сверхпроводнике, как это часто предполагается (например, в [64]).

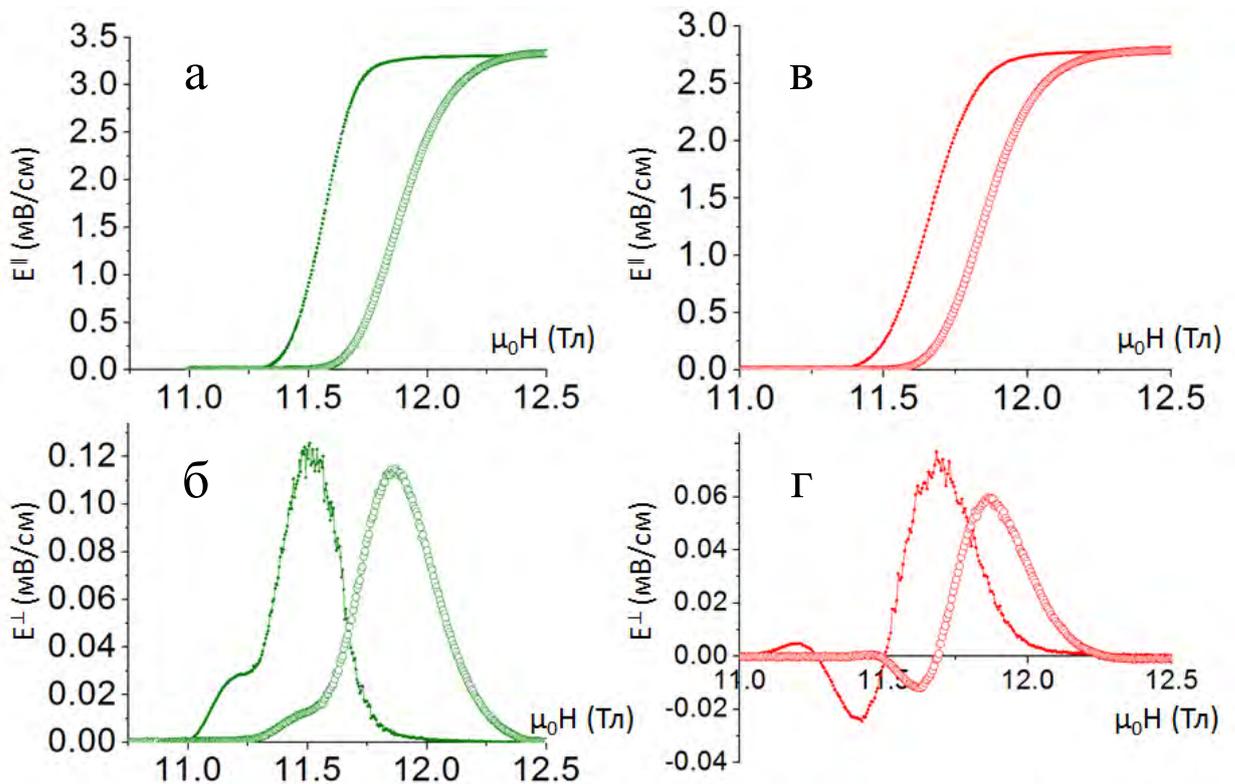


Рис. 4.3.2 Продольные (вверху) и поперечные (внизу) ВПХ, отнесенные к длине измерения, возникающие при переходе холоднокатаной (слева, зеленый) и термообработанной (справа, справа) ленты Nb-Ti в нормальное состояние при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (открытые, крупные символы) и перпендикулярно плоскости ленты (закрытые, маленькие символы).

Как показано в предыдущих разделах, экспериментальные факты указывают на то, что в полях выше H^* в лентах Nb-Ti в сверхпроводящем состоянии остаются только границы зерен. Хорошо известно, что размытие резистивной кривой перехода, в данном случае, продольной ВПХ на рисунке 4.3.2, *вверху*, обусловлено неоднородностью сверхпроводящих характеристик. В частности, верхние критические поля границ различных зерен могут различаться из-за флуктуаций химического состава, концентрации микропримесей и других причин. Поэтому логично попытаться объяснить феномен чётного поперечного напряжения в рамках предложенной выше модели «слоистой» сети сверхпроводящих пленок (границ зёрен), с разбросом по H_{c2} .

Из теории перколяций известно [92], что для трёхмерного случая порог перколяции превышает 60%. Это означает, что объёмный переход из сверхпроводящего в нормальное состояние, с возникновением продольного сопротивления, происходит, когда более 60% сверхпроводящей сети переходит в нормальное состояние. При этом токовый путь (токовый кластер) может иметь весьма замысловатую форму. Таким образом, поперечные к измерительному мостику контакты не будут поперечными к токовому пути (пути наименьшего сопротивления), что приводит к возникновению поперечного напряжения на образце. С увеличением магнитного поля все больший объём сверхпроводника переходит в нормальное состояние, при этом электрический ток, в зависимости от характера распределения верхних критических полей границ зёрен, может существенно менять направление в отдельных частях образца. Такое поведение, в виде изменения знака ЧПН, наблюдается на образце термообработанной ленты (Рис. 4.3.2г). Таким образом, поперечное напряжение отражает эволюцию токового кластера при изменении величины внешнего магнитного поля.

Заметим, что при ориентации поля в плоскости ленты, ширина полевого перехода у холоднокатаной ленты Nb-Ti больше, чем у термообработанной

(Таблица 4.1), что говорит о большей дисперсии верхних критических полей границ зерен. Однако это не приводит к изменению знака четного поперечного напряжения, как в случае термообработанной ленты (Рис. 4.3.2). Не исключено, что для полного понимания эффекта ЧПН необходимо учитывать квантовые ограничения на заполнение сверхпроводящим током возможных путей протекания (для замкнутых токовых контуров) [68]. Вместе с тем, в работе [70] показано, что к изменению знака ЧПН приводит, скорее всего, разброс ширин переходов по образцу, который непосредственно связан с микронеоднородностью сверхпроводящих свойств образца. А более высокая микронеоднородность термообработанной ленты, по сравнению с холоднокатаной, подтверждается исследованиями критической температуры (см. раздел 3.4).

В рассматриваемой модели, основанной на неоднородности сверхпроводящих свойств, четное поперечное напряжение для разных поперечных сечений может быть существенно различным [70], однако в среднем по длине образца должно быть нулевыми. В пользу этого утверждения свидетельствуют данные, представленные на рисунке 4.3.3, где показано поперечное напряжение для двух симметрично расположенных сечений образца термообработанной ленты (двух пар поперечных контактов С-D и Е-F на вставке Рис. 4.3.3). Поперечные напряжения в этих сечениях имеют разные величины и знак.

На рисунке 4.3.4 показаны зависимости поперечного сопротивления для различных значений возбуждающего тока. При увеличении тока возбуждения переход ожидаемо смещается в область меньших полей, при этом форма зависимости $R^\perp(H)$ качественно не меняется, однако амплитуда $R^\perp(H)$ существенно снижается. Такое поведение можно объяснить тем, что наиболее «сильные» токовые пути (с большим верхним критическим полем) достигают критического значения, что приводит к перераспределению тока по большему объёму образца. Как следствие, распределение токовых путей

становится более однородным по сечению образца, и амплитуда поперечного сопротивления уменьшается.

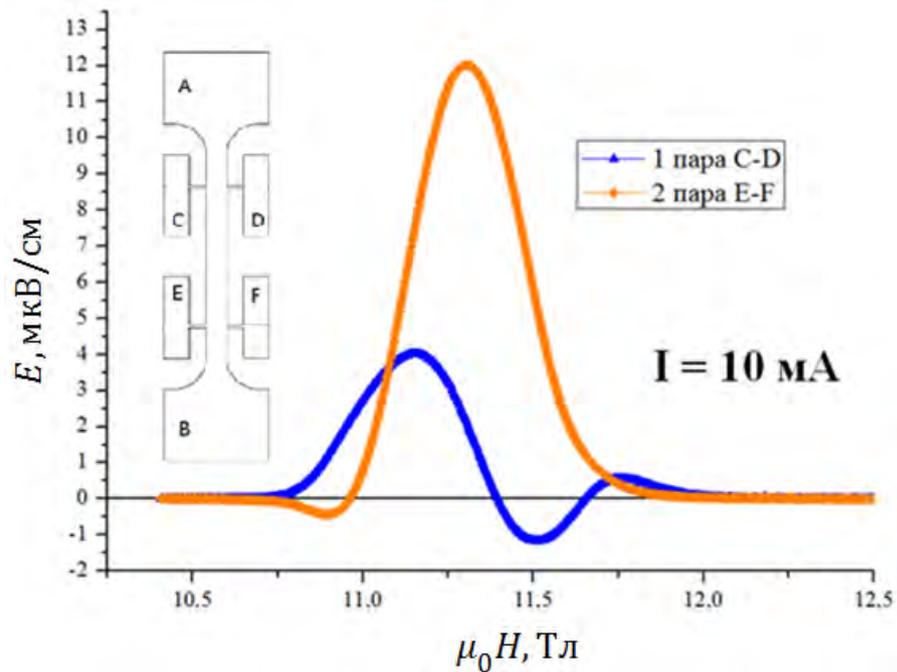


Рис. 4.3.3 Поперечное напряжение (на сантиметр ширины) для образца термообработанной ленты Nb-Ti для двух пар поперечных потенциальных контактов. Поле ориентировано по нормали к ленте.

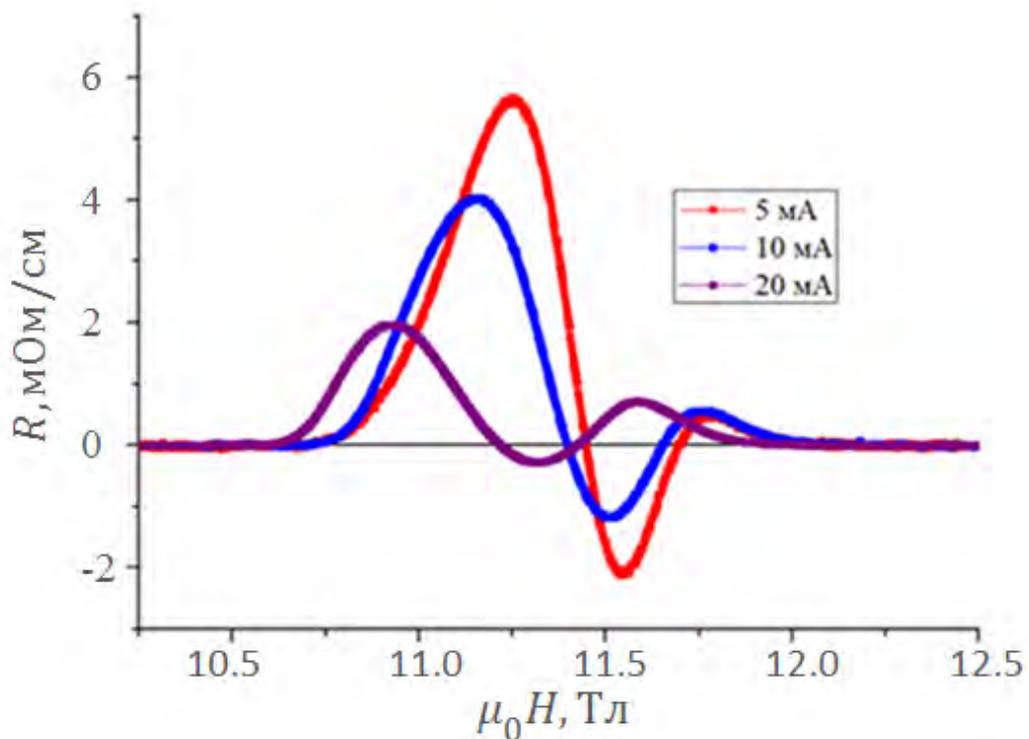


Рис. 4.3.4 Поперечное сопротивление образца термообработанной ленты Nb-Ti при разных измерительных токах. Поле ориентировано по нормали к ленте.

Описанные особенности возникновения ЧПН необходимо учитывать при моделировании перехода технических сверхпроводников сетью сверхпроводящих элементов [93; 94], а также при исследовании аномалий эффекта Холла [70].

4.4 Аномальный гистерезис ВАХ в лентах Nb-Ti [А.19]

Традиционно вольт-амперные характеристики сверхпроводников исследуют вблизи того минимального напряжения, которое позволяет надёжно регистрировать измерительное оборудование, т.е. вблизи так называемого критического тока. Дальнейшее увеличение тока, особенно в сверхпроводниках с сильным пиннингом, где токонесущая способность высока, приводит к джоулевому саморазогреву и неконтролируемому увеличению температуры. Поэтому механизмы фазовых переходов сверхпроводников в нормальное состояние под действием транспортного тока при изотермических условиях экспериментально плохо изучены (обзор экспериментов по токовым фазовым переходам для тонких пленок со слабым пиннингом см. в [95]).

Один из способов изучения фазовых переходов под действием тока это изучение резистивного состояния технических сверхпроводников в высоких магнитных полях, где токонесущая способность существенно снижается [45].

На рисунке 4.4.1 показаны вольт-амперные характеристики образца холоднокатаной ленты Nb-Ti, вырезанного вдоль прокатки. Часть этих ВАХ уже приводилась на рисунке 4.1.3, однако здесь они представлены в гораздо большем диапазоне электрических полей. Интерес представляют те части ВАХ, которые находятся на несколько порядков выше, чем напряжения, используемые для определения критического тока. В диапазоне электрических полей $10^4 - 10^6$ мкВ/см (0.0067 – 0.67 В) наблюдается аномальный гистерезис ВАХ – со знаком обратым тепловому гистерезису, в котором возвратная ветвь ВАХ лежит ниже прямой ветви. При таких электрических полях сопротивление образца близко к сопротивлению в

нормальном состоянии, поэтому нагляднее перестроить ВАХ в виде ом-амперных характеристик (Рис. 4.4.2), которые, в соответствии с [45], лучше, чем ВАХ, отражают физическую картину происходящих в технических сверхпроводниках процессов.

Из рисунка 4.4.2 можно видеть, что при больших токах удельное сопротивление образца соответствует сопротивлению в нормальном состоянии, измеренному по вольт-полевым характеристикам (раздел 4.1), то есть происходит переход в нормальное состояние под действием тока.

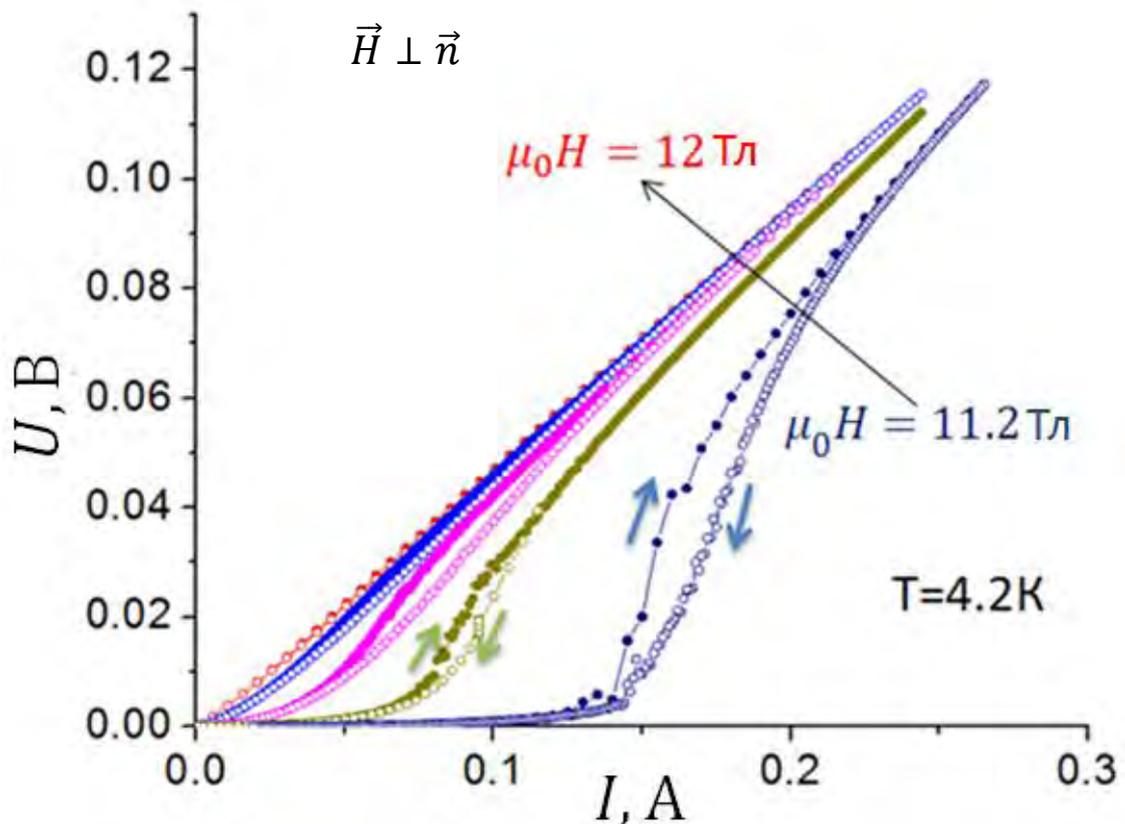


Рис. 4.4.1 Серия ВАХ холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке с шагом по полю 0.2 Тл. Транспортный ток вдоль прокатки, закрытые символы – при увеличении тока, открытые символы – при уменьшении тока.

Все ом-амперные характеристики (как и ВАХ) имеют общие особенности, которые можно суммировать следующим образом:

- Существует пороговое значение тока I_{th} (точка 1 на Рис. 4.4.3), ниже которого ом-амперные характеристики (ВАХ) обратимы;

- При токах $I > I_{th}$, превышающих пороговое значение, наблюдается непрерывный набор обратных ветвей, связанных с аномальным гистерезисом (участок 2-3 на Рис. 4.4.3);
- Максимальная величина гистерезиса наблюдается после достижения нормального сопротивления (участок 1-4-1 на Рис. 4.4.3);
- Величина гистерезиса зависит от величины внешнего магнитного поля (Рис. 4.4.4).

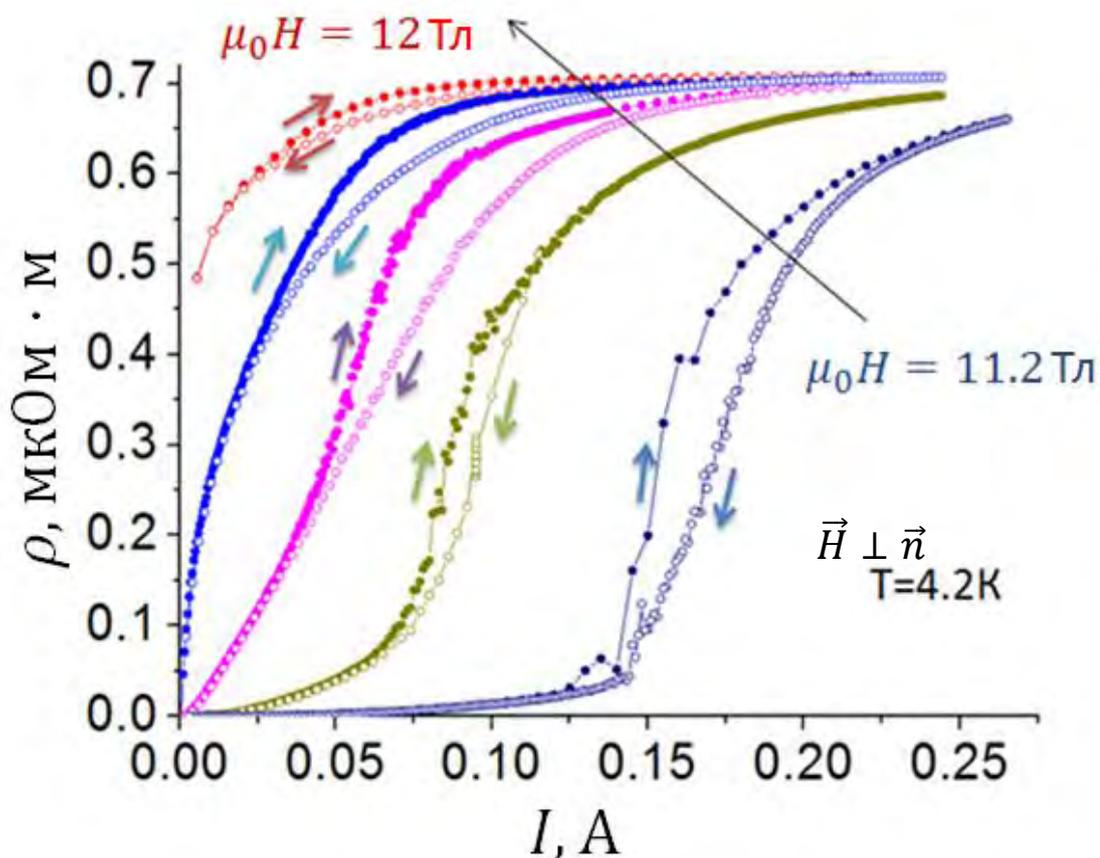


Рис. 4.4.2 Серия ом-амперных характеристик холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке, с шагом по полю 0.2 Тл. Транспортный ток вдоль прокатки, закрытые символы – при увеличении тока, открытые символы – при уменьшении тока.

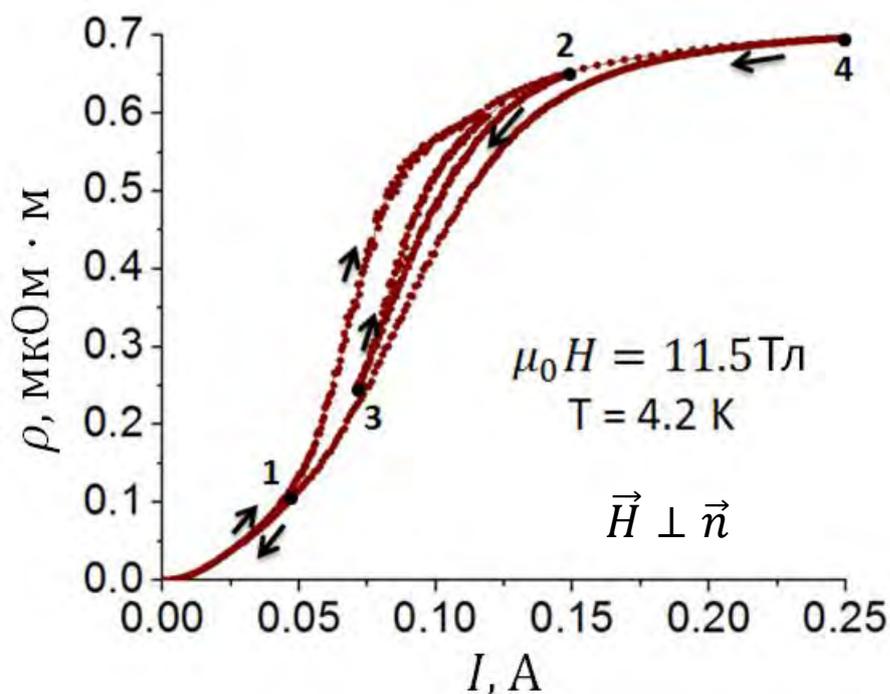


Рис. 4.4.3 Аномальный гистерезис ом-амперной характеристики холоднокатаной ленты Nb-Ti в поле 11.5 Тл (ориентированном в плоскости ленты перпендикулярно прокатке) при записи из разных точек. Точкой 1 обозначена граница обратимости ом-амперной характеристики.

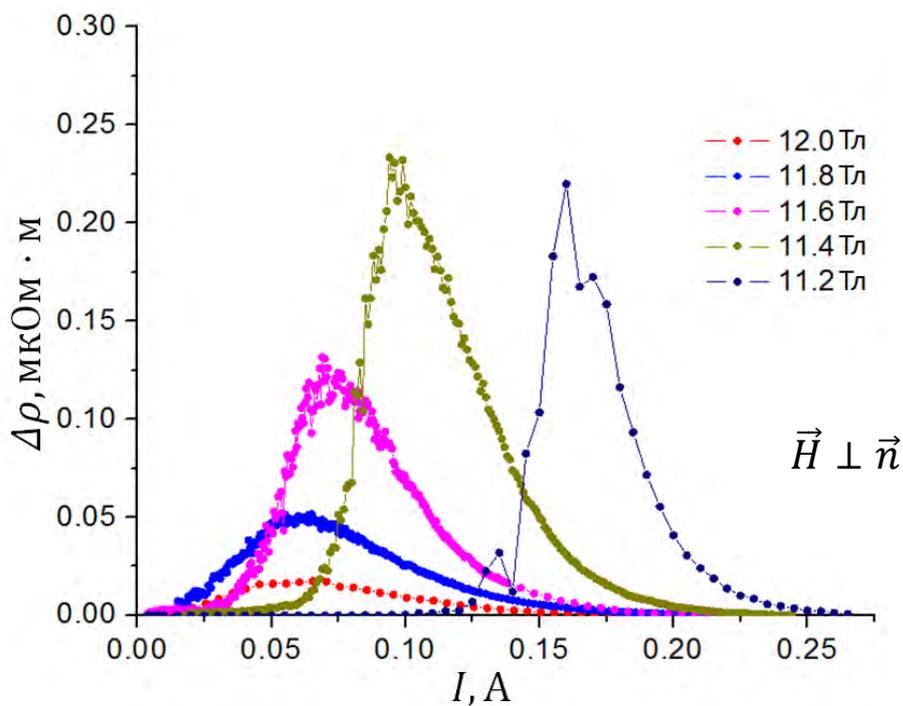


Рис. 4.4.4 Ширина петли аномального гистерезиса ом-амперных характеристик холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (см. Рис. 4.4.2).

Похожий аномальный гистерезис ВАХ наблюдался для гранулированных сверхпроводников [34; 35] (см. раздел 1.2.1). Там он был связан с особенностями когерентного токового состояния, устанавливающегося между слабосвязанными сверхпроводящими гранулами. Не исключено, что наблюдаемый в лентах Nb-Ti гистерезис имеет аналогичную природу, если принять предложенную для них модель «слоистой» структуры, составленной из стопок тонких сверхпроводящих пленок (границ зёрен). В полях выше поля необратимости подобные стопки могут иметь (сохранить) слабые связи, образуя некий аналог гранулированного сверхпроводника.

Аномальный гистерезис ом-амперных характеристик также наблюдался при ориентации поля по нормали к холоднокатаной ленте ($\vec{H} \parallel \vec{n}$) (Рис. 4.4.5), однако величина гистерезиса почти на порядок меньше, чем при ориентации поля в плоскости ленты (см. вставку на Рис. 4.4.5).

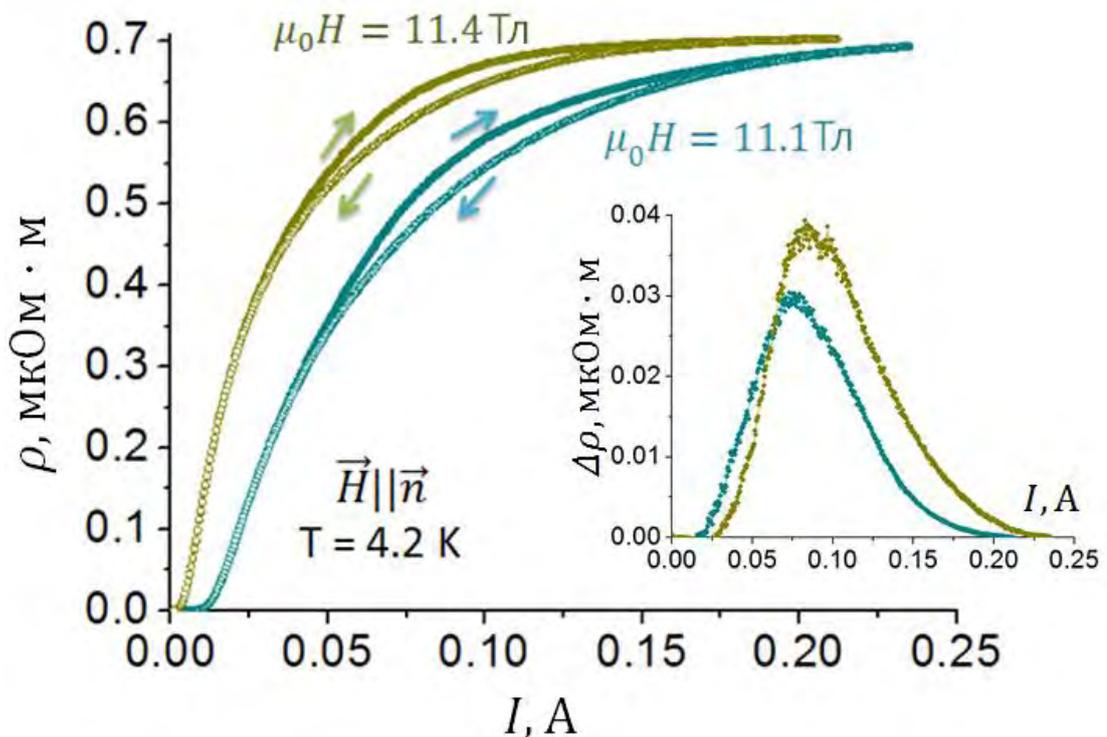


Рис. 4.4.5 Ом-амперные характеристики холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации поля перпендикулярно плоскости ленты. Транспортный ток вдоль прокатки, закрытые символы – при увеличении тока, открытые символы – при уменьшении тока. На вставке ширина петли гистерезиса.

После термообработки ленты Nb-Ti величина аномального гистерезиса уменьшается, и его анизотропия в магнитном поле практически исчезает (Рис. 4.4.6, Рис. 4.4.7, Рис. 4.4.8, Рис. 4.4.9). По порядку величины, аномальный гистерезис термообработанной ленты сравним с аномальным гистерезисом холоднокатаной ленты в перпендикулярной геометрии (Рис. 4.4.5).

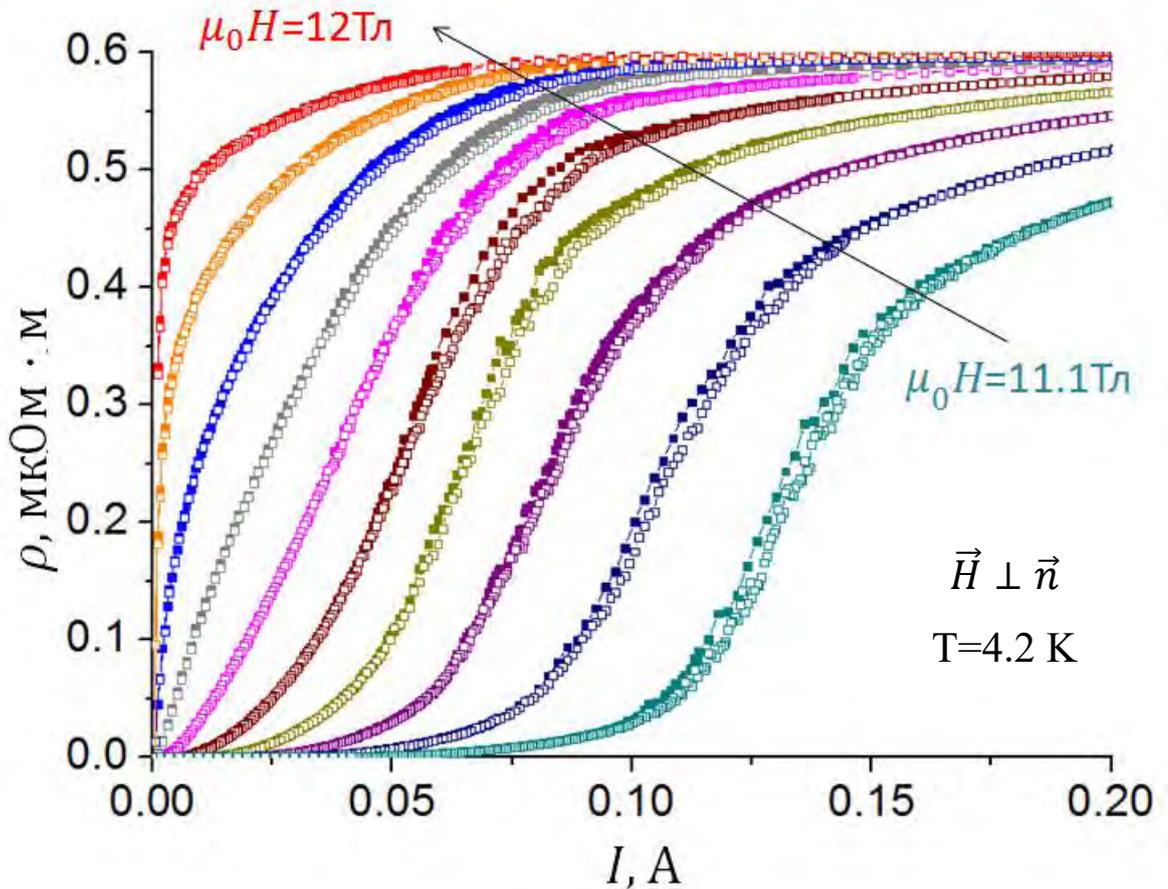


Рис. 4.4.6 Серия ом-амперных характеристик термообработанной ленты Nb-Ti при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке, с шагом по полю 0.1 Тл. Транспортный ток вдоль прокатки, закрытые символы – при увеличении тока, открытые символы – при уменьшении тока.

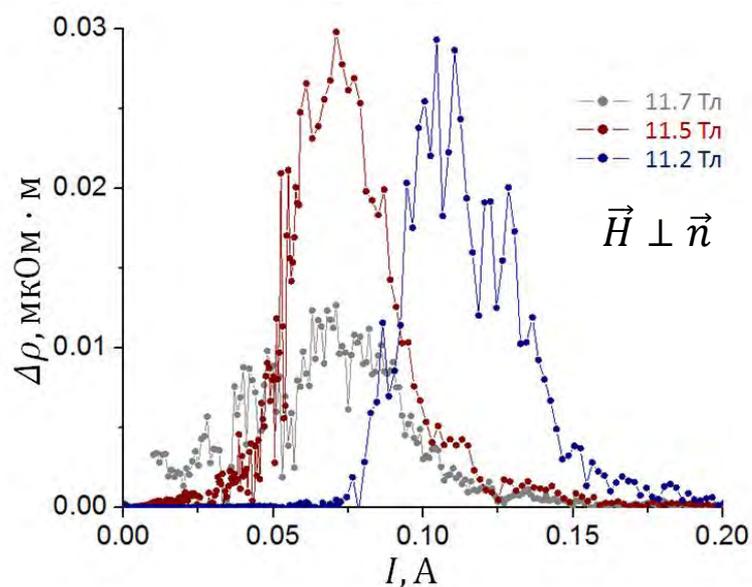


Рис. 4.4.7 Ширина петли аномального гистерезиса ом-амперных характеристик термообработанной ленты Nb-Ti при ориентации поля в плоскости ленты перпендикулярно прокатке (см. Рис. 4.4.6).

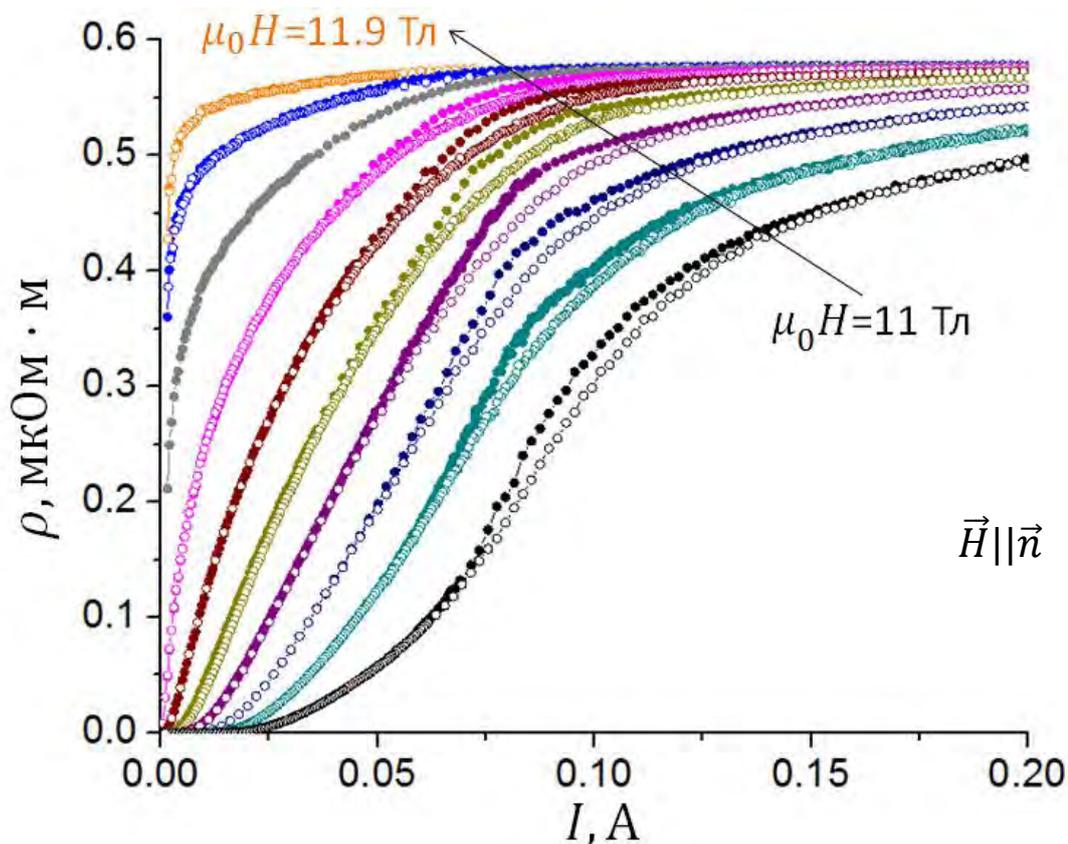


Рис. 4.4.8 Серия ом-амперных характеристик термообработанной ленты Nb-Ti при ориентации поля перпендикулярно плоскости ленты, с шагом по полю 0.1 Тл. Транспортный ток вдоль прокатки, закрытые символы – при увеличении тока, открытые символы – при уменьшении тока.

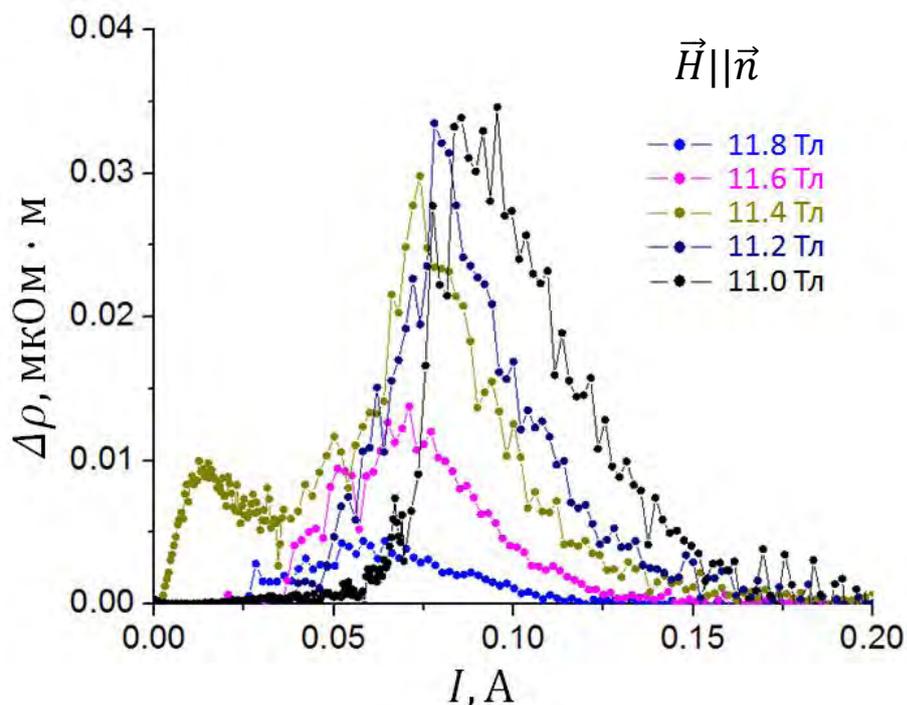


Рис. 4.4.9 Ширина петли аномального гистерезиса ом-амперных характеристик термообработанной ленты Nb-Ti при ориентации поля перпендикулярно плоскости ленты (см. Рис. 4.4.8)

Подобно тому, как при полевом переходе возникает четная поперечная составляющая электрического поля (раздел 4.3), при токовом переходе также возникает четная поперечная компонента (Рис. 4.4.10 и Рис. 4.4.11). При этом воспроизводится особенность четного поперечного напряжения при полевом переходе, а именно, для термообработанной ленты поперечное сопротивление несколько раз меняет знак (Рис. 4.4.11), чего не наблюдается на холоднокатаной ленте (Рис. 4.4.10).

Схожесть токового и полевого переходов лент Nb-Ti может свидетельствовать о родственности физических механизмов, отвечающих за переход ленты Nb-Ti в нормальное состояние под действием тока и поля.

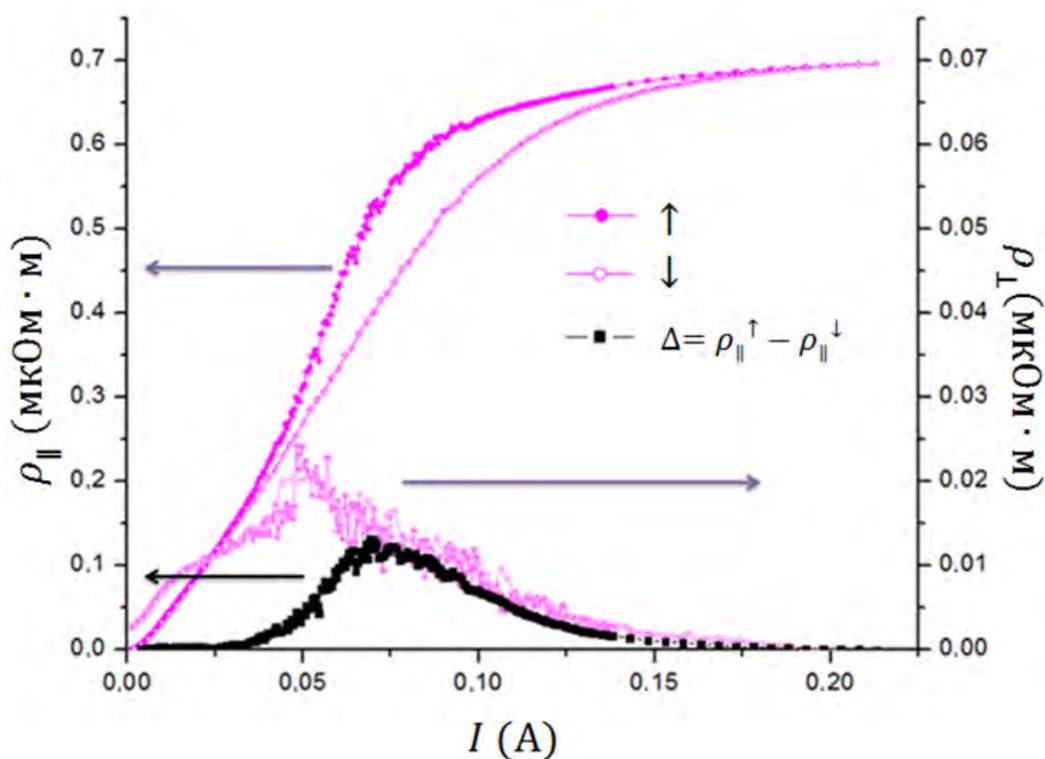


Рис. 4.4.10 Продольное сопротивление ρ_{\parallel} (шкала слева), ширина петли аномального гистерезиса (черная кривая, шкала слева) и чётное поперечное сопротивление ρ_{\perp} (шкала справа) при токовом переходе холоднокатаной ленты в магнитном поле 11.6 Тл, ориентированном в плоскости ленты перпендикулярно транспортному току (направлению прокатки). Закрытые символы соответствуют увеличению транспортного тока, открытые символы – его уменьшению.

Отметим, что на поперечной составляющей сопротивления ρ_{\perp} хорошо видна еще одна особенность, характерная для аномального гистерезиса гранулированных сверхпроводников, отмеченная в [35]. Это избыточный шум на кривой ρ_{\perp} в области гистерезиса продольной ВАХ (см. кривую чётного поперечного сопротивления ρ_{\perp} и черную кривую на Рис. 4.4.10 и Рис. 4.4.11). Этот факт лишний раз подтверждает выдвинутую в настоящей работе гипотезу о «слоистости» (и, в конечном счёте, гранулированности) лент Nb-Ti в полях выше поля необратимости.

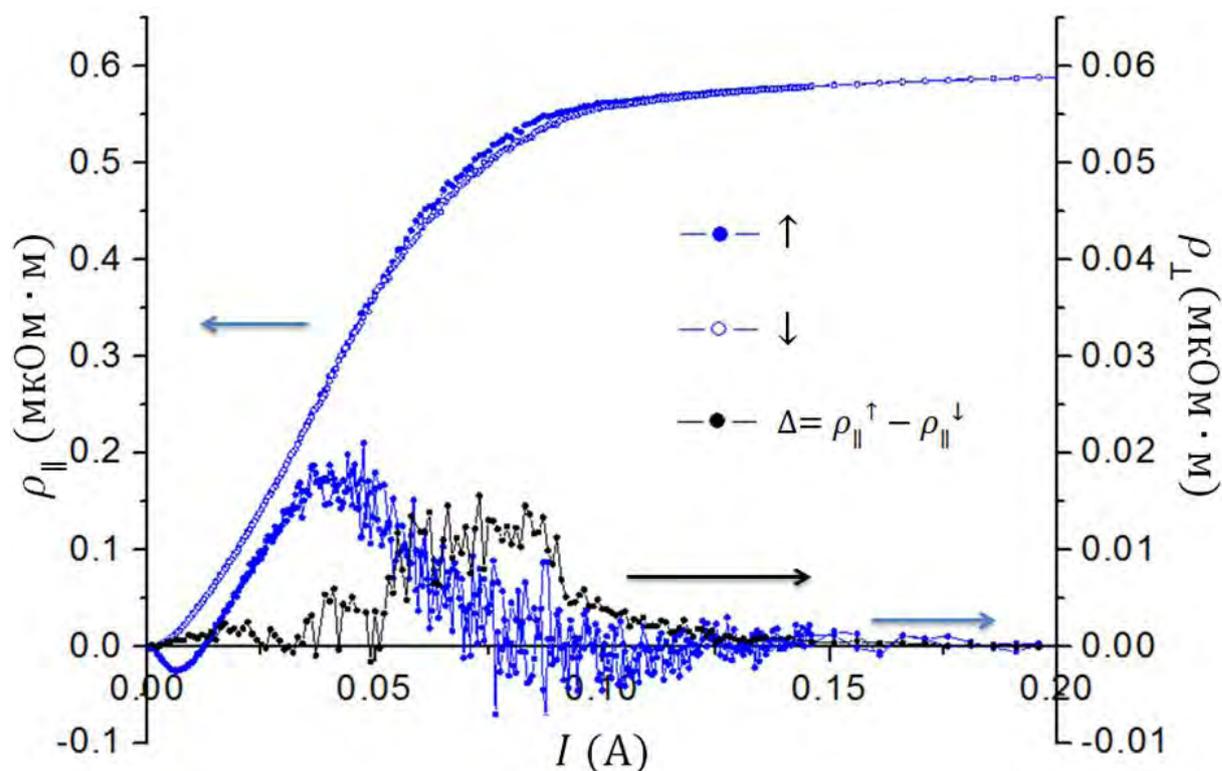


Рис. 4.4.11 Продольное сопротивление ρ_{\parallel} (шкала слева), ширина петли аномального гистерезиса (черная кривая, шкала справа) и чётное поперечное сопротивление ρ_{\perp} (шкала справа) при токовом переходе термообработанной ленты в магнитном поле 11.6 Тл, ориентированном в плоскости ленты перпендикулярно транспортному току (направлению прокатки). Закрытые символы соответствуют увеличению транспортного тока, открытые символы – его уменьшению.

Таким образом, в диапазоне внешних магнитных полей $H^* < H < H_{c2}$ исчезает гистерезис намагниченности $M(H)$, и появляется гистерезис вольт-амперных характеристик. Противоречия здесь нет, поскольку при магнитных измерениях уровень возникающих электрических полей составляет менее 10^{-6} В/м, то есть остаётся в области, где ВАХ обратимы.

Глава 5 Электромагнитное поведение лент Nb-Ti в магнитных полях ниже поля необратимости

В этой главе приведены результаты экспериментального исследования электродинамики лент Nb-Ti в магнитных полях ниже поля необратимости, вплоть до нулевого, где принят классический подход к описанию токонесущей способности технических сверхпроводников в рамках концепции пиннинга [12], объясняющей наблюдаемые эффекты движением/закреплением вихрей Абрикосова. Рассматриваются общепринятые теоретические модели для объяснения обнаруженных эффектов, с использованием реальных данных о микроструктуре лент. В ряде случаев предлагается альтернативное, иногда единственно возможное, объяснение в рамках изложенной в настоящей работе «слоистой» модели лент Nb-Ti, основанной на неоднородности их сверхпроводящих свойств. Показано, что «слоистая» модель, предложенная для высоких, выше поля необратимости, магнитных полей, и классическая модель Ларкина-Овчинникова, обычно используемая ниже поля необратимости для описания переходов от слабого к сильному пиннингу, не противоречат друг другу и являются взаимодополняющими.

5.1 Пиннинг в поле параллельном плоскости ленты Nb-Ti [A.6]

Исследования выполнены на образцах, вырезанных из лент вдоль направления прокатки НП ($\zeta=0^\circ$) и перпендикулярно прокатке ПП ($\zeta=90^\circ$). Эти же направления совпадают с направлением транспортного тока \vec{j} (Рис. 5.1.1).

Полученные результаты – полевые зависимости силы пиннинга $F_p(H)$ при ориентации магнитного поля в плоскости ленты ($\vec{H} \perp \vec{n}$) перпендикулярно транспортному току ($\vec{H} \perp \vec{j}$), представлены на рисунке 5.1.2.

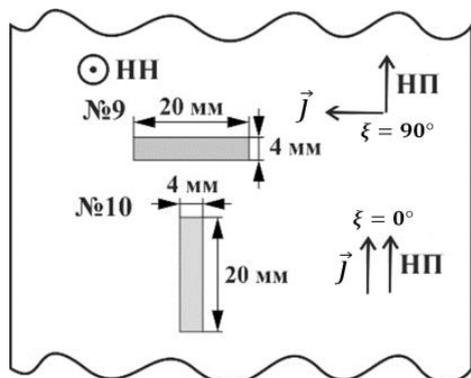


Рис. 5.1.1 Схема вырезания образцов для исследований токонесущей способности лент Nb-Ti. НН – направление нормали к плоскости ленты, НП – направление прокатки.

Все зависимости $F_p(H)$ имеют куполообразную форму (см. Рис. 5.1.2), характерную для сильного пиннинга [96]. Точками обозначены экспериментальные значения силы пиннинга, определенные по критической плотности тока, $F_p = \mu_0 H j_c$ (плотность критического тока определялась как $j_c = I_c/S$, где S – площадь поперечного сечения ленты Nb-Ti, I_c – критический ток, определенный по критерию электрического поля 1 мкВ/см). Линии соответствуют обычно используемой в подобных случаях аппроксимации

$$F_p = C b^p (1 - b)^q \quad (5.1)$$

где $b = H/H^\#$ – приведенное магнитное поле, $C, p, q, H^\#$ – подгоночные параметры, приведенные в Таблица 5.1.

Таблица 5.1 Значения подгоночных параметров в формуле (5.1), и положения максимумов полевой зависимости силы пиннинга $b_m = H_m/H^\#$

Образец	$H^\#, \text{Тл}$	$H_m, \text{Тл}$	b_m	p	q
№10-хд $\xi=0^\circ$	10.7	4.28	0.40	0.66	1
№9-хд $\xi=90^\circ$	10.7	5.14	0.48	0.8	0.95
№10-то $\xi=0^\circ$	10.7	2.78	0.26	0.39	1.12
№9-то $\xi=90^\circ$	10.7	3.53	0.33	0.6	1.2

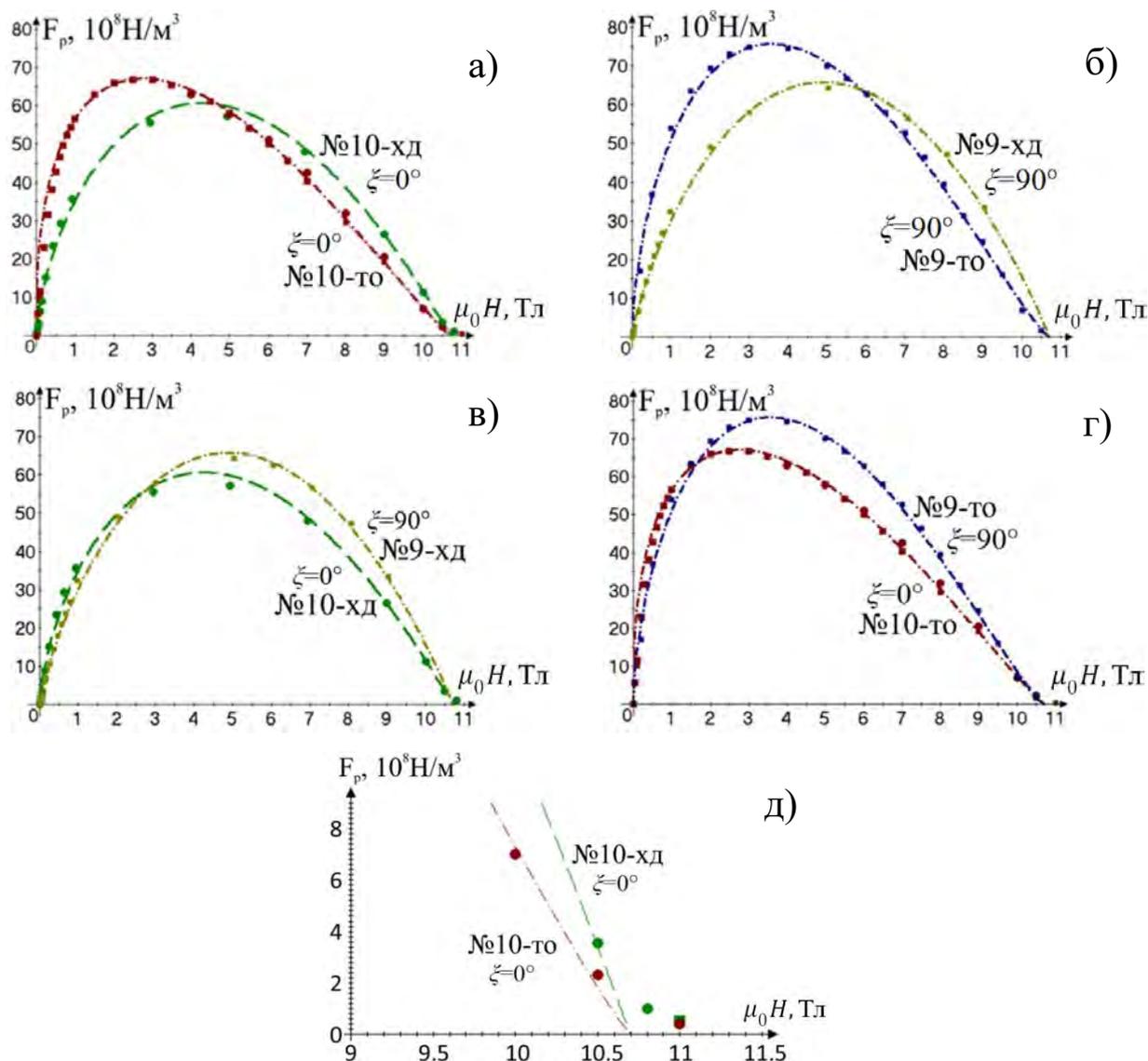


Рис. 5.1.2 Зависимость силы пиннинга $F_p = \mu_0 H j_c$ (j_c – плотность критического тока) от величины магнитного поля H , ориентированного в плоскости ленты перпендикулярно транспортному току j (направление тока совпадает с направлением, в котором вырезан образец).

а) образцы холоднокатаной (№10-хд) и термообработанной (№10-то) ленты, вырезанные вдоль прокатки ($\xi=0^\circ$);

б) образцы холоднокатаной (№9-хд) и термообработанной (№9-то) ленты, вырезанные поперек направления прокатки ($\xi=90^\circ$);

в) образцы холоднокатаной ленты, вырезанные поперек (№9-хд, $\xi=90^\circ$) и вдоль (№10-хд, $\xi=0^\circ$) прокатки;

г) образцы термообработанной ленты, вырезанные поперек (№9-то, $\xi=90^\circ$) и вдоль (№10-то, $\xi=0^\circ$) прокатки;

д) высокополевого (вблизи поля необратимости) фрагмент рисунка а) в увеличенном масштабе.

Анализируя представленные результаты (Рис. 5.1.2, Таблица 5.1), можно сделать следующие выводы:

- (1) Полевая зависимость силы пиннинга $F_p(H)$ существенно меняется в результате термообработки ленты Nb-Ti. Максимум силы пиннинга сдвигается в область меньших магнитных полей, и в высоких полях сила пиннинга уменьшается (Рис. 5.1.2а, б).
- (2) В высокополевой области, вблизи поля необратимости, как для холоднокатаной, так и для термообработанной ленты зависимость $F_p(H)$ имеет положительный изгиб (Рис. 5.1.2д), отклоняющийся от куполообразной аппроксимации (5.1).
- (3) При неизменном направлении силы Лоренца $\vec{F}_L = \vec{j} \times \mu_0 \vec{H}$ (по нормали к ленте), сила пиннинга зависит от направления магнитного поля \vec{H} . В высоких магнитных полях сила пиннинга для образца, вырезанного поперек прокатки $\xi = 90^\circ$ (магнитное поле вдоль НП), значительно больше, чем для образца, вырезанного вдоль прокатки $\xi = 0^\circ$ (магнитное поле в направлении ПП). В низких полях ситуация обратная, и различие сил пиннинга для двух направлений магнитного поля слабее (Рис. 5.1.2в, г).

Прежде, чем сравнивать представленные результаты и сделанные на их основе выводы с результатами, опубликованными в литературе, следует заметить, что последние получены в основном на проводах круглого сечения. Тем не менее, сравнение возможно, если поле ориентировано вдоль оси провода, поскольку такая геометрия, в известном смысле, эквивалентна нашему случаю, когда поле лежит в плоскости ленты (см. пояснение на Рис. 5.1.3).

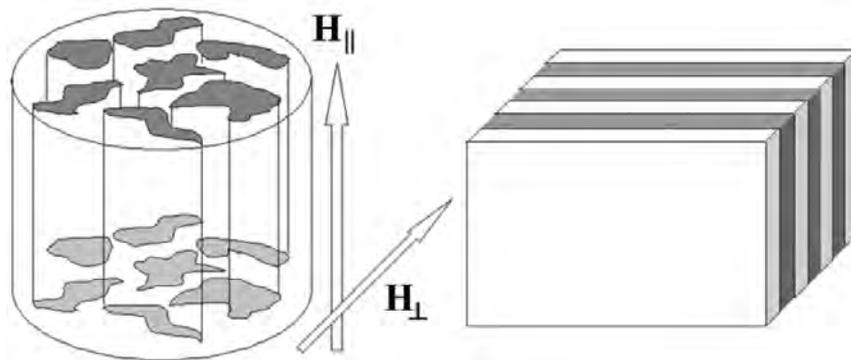


Рис. 5.1.3 Геометрия испытаний провода Nb-Ti в работе [76] (слева), в сравнении с ленточной геометрией, представленной в настоящей работе (справа). В проводе магнитное поле накладывается вдоль оси провода (H_{\parallel}), так что ток циркулирует перпендикулярно вытянутым при протяжке провода границам зерен, которые являются центрами пиннинга. В ленточной геометрии это соотносится с ситуацией, когда поле лежит в плоскости ленты с плоскими, параллельными плоскости прокатки, границами зерен. Рисунок взят из [97]

Выводы (1) и (2) согласуются с результатами классических работ [76; 98].

Вывод (1) можно интерпретировать, в соответствии с [76] следующим образом.

Поскольку в холоднокатаной ленте Nb-Ti объёмная доля частиц α -Ti пренебрежимо мала, пиннинг вихревой структуры осуществляется в основном на границах зерен β -NbTi. В результате термообработки ленты количество частиц α -Ti сильно возрастает, причём выделяются они по границам зерен β -NbTi (см. раздел 3.3). Механизм пиннинга при этом существенно меняется, что отражается на полевой зависимости объёмной силы пиннинга (Рис. 5.1.2 а, б). Судя по всему, в термообработанной ленте пиннинг осуществляется не столько на границах зерен β -NbTi, сколько на декорирующих их частицах α -Ti. Приведём доводы в пользу этого соображения.

Рассмотрим точки пересечения зависимостей $F_p(H)$ для холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti при двух направлениях транспортного тока – вдоль (Рис. 5.1.2а) и поперёк прокатки (Рис. 5.1.2б). В этих точках имеет место равенство эффективных сил пиннинга до и после термообработки

ленты. При направлении тока вдоль прокатки равенство достигается в поле 4.75 Тл, при направлении тока поперёк прокатки – в поле 5.88 Тл. По этим значениям не сложно оценить среднее межвихревое расстояние a :

$$a = \sqrt{\frac{\Phi_0}{\sin(\frac{\pi}{3})\mu_0 H}} \quad (5.2)$$

где $\Phi_0=2.068 \times 10^{-15}$ Вб – квант магнитного потока, $\mu_0 H$ – внешнее магнитное поле. Оно составляет 22 нм и 20 нм для тока вдоль и поперёк прокатки соответственно. Эти значения межвихревого расстояния чуть больше наиболее вероятной толщины частиц α -Ti в термообработанной ленте в направлении нормали (НН) – перпендикулярном полю и транспортному току и совпадающем с направлением дрейфа вихрей под действием силы Лоренца, примерно 16 нм (Таблица 3.4). Следовательно, при дрейфе вихрей, отдельная частица α -Ti попеременно захватывает либо один, либо два ряда вихрей, и разница энергий двух этих конфигураций определяет энергию пиннинга при смещении «на один ряд» всей вихревой системы в направлении силы Лоренца (см. Рис. 5.1.4). В сущности, частица α -Ti запинниговывает только один ряд вихрей, подобно границе зерна β -NbTi в холоднокатаной ленте (Рис. 5.1.4). С ростом поля межвихревое расстояние уменьшается, частицы α -Ti постепенно становятся слишком большими по сравнению с межвихревым расстоянием, и эффективность пиннинга на них падает, по сравнению с пиннингом на границах зерен β -NbTi. Как результат, в полях выше точки пересечения $F_p(H)$, кривая силы пиннинга в термообработанной ленте идёт ниже кривой в холоднокатаной ленте (Рис. 5.1.2а, и б).

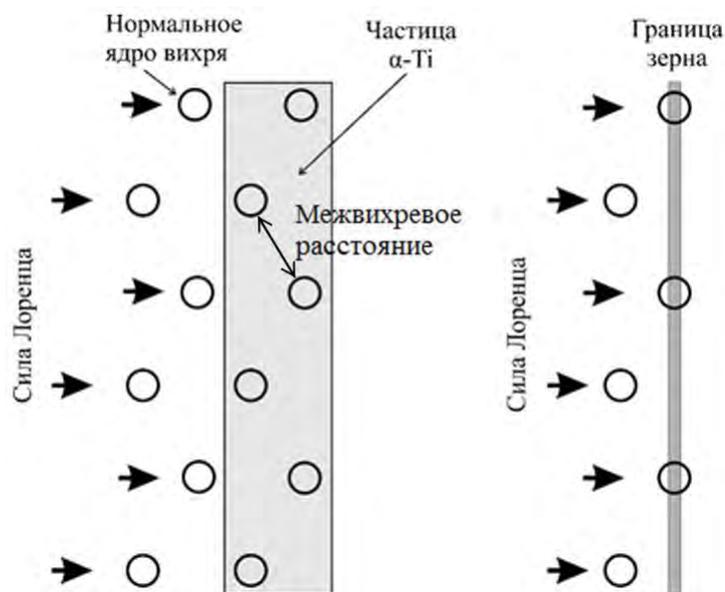


Рис. 5.1.4 Схема пиннинга вихревой системы вблизи частицы α -Ti (слева) и границы зерна β -NbTi (справа). Предполагается, что в холоднокатаной ленте Nb-Ti пиннинг осуществляется в основном на границах зерен β -NbTi, а в термообработанной ленте на частицах α -Ti.

Дополнительный аргумент в пользу предположения о пиннинге на частицах α -Ti в термообработанной ленте Nb-Ti даёт анализ низкополевой части зависимости представленной на рисунке .5.1.2 а. На рисунке .5.1.5 показана зависимость критического тока I_c от логарифма величины магнитного поля. В области малых магнитных полей, до 0.2 Тл, в холоднокатаной ленте Nb-Ti наблюдается рост тока с увеличением магнитного поля. Этот нетривиальный эффект подробно разбирался в работе [60] с позиций макроэлектродинамики. С микроскопической точки зрения его можно связать с анизотропным характером пиннинга на границах зёрен β -NbTi. Действительно, пиннинг тем эффективнее, чем большая часть длины вихря захвачена центром пиннинга – границей зерна. Между тем, собственное поле транспортного тока изгибает вихри, отклоняя их от плоских границ зерен. Наложение сравнимого с собственным полем внешнего магнитного поля, параллельного плоским границам, выпрямляет вихри, приводя к усилению пиннинга и росту критического тока. После термообработки ленты картина сильно меняется. Критическая плотность тока

в термообработанной ленте заметно возрастает и практически перестаёт зависеть от поля ниже 0.2 Тл (Рис. 5.1.5). Слабая полевая зависимость критической плотности тока в малых внешних магнитных полях, сравнимых с собственным полем транспортного тока, предсказана в работе [99] для пиннинга на крупных, по сравнению с длиной когерентности, сферических центрах пиннинга. Похожие характеристики имеют частицы α -Ti в термообработанной ленте (см. раздел 3.3).

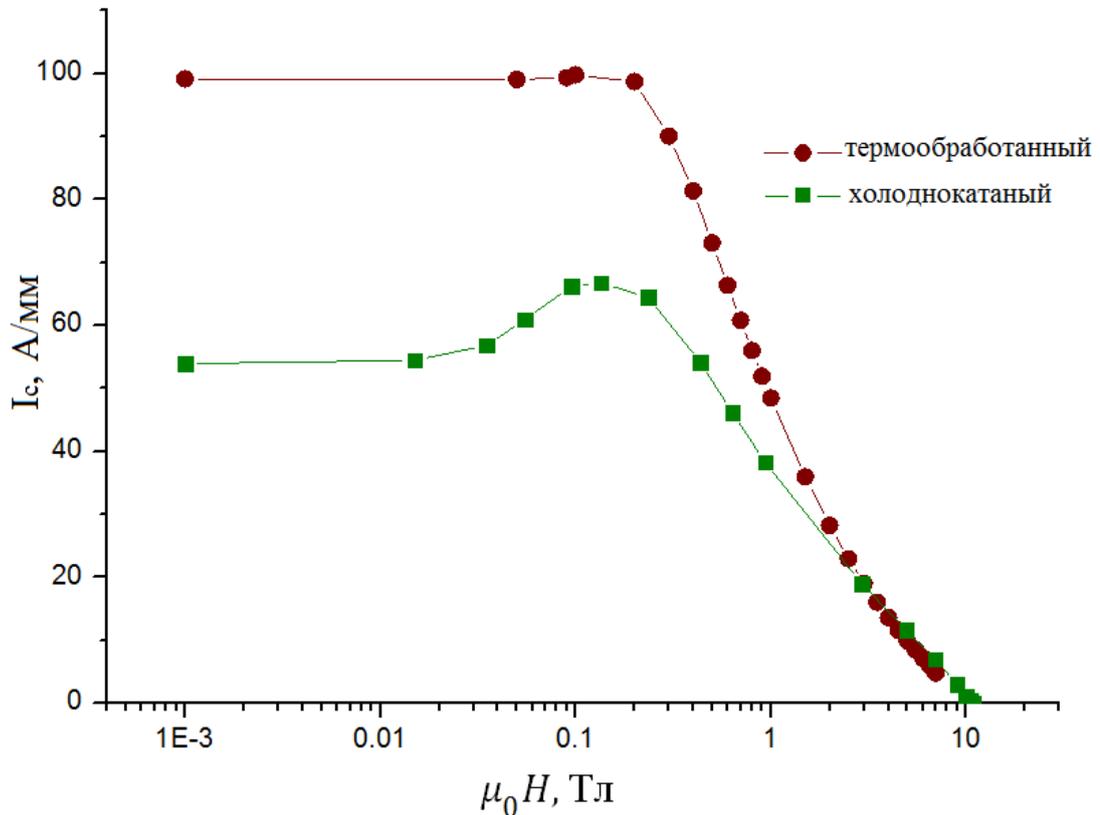


Рис. 5.1.5 Зависимость критического тока I_c (на 1 мм ширины ленты) от логарифма величины магнитного поля для образцов холоднокатаной и термообработанной ленты, вырезанных вдоль прокатки ($\xi=0^\circ$), см. Рис. 5.1.2 а.

Вывод (2), констатирующий отклонение полевой зависимости силы пиннинга $F_p(H)$ от формулы (5.1) вблизи поля необратимости, согласуется с экспериментальными результатами, представленными в работе [76]. Однако интерпретация этого эффекта принципиально иная.

В работе [76] сделан вывод, что наблюдаемый эффект не связан с неоднородностью сверхпроводящих свойств материала. Он основан на

оценке разброса верхних критических полей ΔH_{c2} вблизи T_c , с использованием ширины температурного перехода ΔT_c и производной $dH/dT|_{T \rightarrow T_c}$. При такой оценке разброс ΔH_{c2} оказался намного меньше области, где имеет место изгиб $F_p(H)$. Помимо того, что подобный подход сильно ограничивает понятие неоднородности сверхпроводящих свойств материала, он также не вполне корректен в методическом плане, поскольку вызывает вопрос, насколько расчеты, выполненные для критической температуры $T_c \approx 9$ К, применимы к эффекту, наблюдаемому вдали от T_c , при температуре вблизи 4.2 К.

Между тем, предложенная в разделе 4.1 для объяснения феномена поля необратимости модель, основанная на неоднородности сверхпроводящих свойств ленты Nb-Ti, естественным образом объясняет высокополевой изгиб $F_p(H)$. Согласно этой модели, при температуре жидкого гелия, лента Nb-Ti содержит две сверхпроводящие компоненты с различными верхними критическими полями – границы и внутренний объём (тела) зёрен β -NbTi. При этом верхнее критическое поле границ зёрен (~ 11.6 Тл) превышает критическое поле внутреннего объёма зёрен (~ 10.6 Тл) примерно на 1 Тл. Вблизи поля необратимости тела зёрен уже не несут сверхпроводящего тока, тогда как на границах зёрен, находящихся вдали от своего верхнего критического поля, плотность критического тока всё ещё велика. Однако в поперечном сечении (сверх)проводника границы зёрен занимают лишь очень небольшую часть. В результате, токовая система границ зёрен проявляет себя в виде высокополевого «хвоста» на полевой зависимости силы пиннинга.

Что касается зависимости силы пиннинга от ориентации магнитного поля в плоскости ленты (Вывод (3)), то она является следствием микроструктуры лент Nb-Ti. Согласно микроструктурным исследованиям (см. раздел 3.3), наиболее вероятный размер зёрен β -NbTi составляет: в направлении нормали (НН) к ленте ~ 37 нм, в направлении перпендикулярном прокатке (ПП) около 0.17 мкм, и в направлении прокатки (НП) несколько микрон. Такую же размерную сетку образуют границы зёрен, которые являются

потенциальными центрами пиннинга. Для холоднокатаной и термообработанной лент точки пересечения кривых $F_p(H)$ соответствуют полям 2.75 Тл (Рис. 5.1.2в) и 1.68 Тл (Рис. 5.1.2г), которые, в свою очередь, согласно формуле (5.2), соответствуют межвихревым расстояниям 29 нм и 38 нм. Эти значения хорошо согласуются с размерной сеткой границ зёрен β -NbTi в направлении нормали к ленте. В низких магнитных полях с рыхлой вихревой решёткой (большими межвихревыми расстояниями) не все центры пиннинга заняты, и отдельная вихревая нить может свободно изгибаться и подстраиваться под систему центров пиннинга. В этом случае максимальный объемный пиннинг достигается за счет большего числа центров пиннинга вдоль направления поля, а не за счет длины захваченного вихря (усиления пиннинга на отдельных центрах). Отсюда, сила пиннинга при ориентации поля в направлении ПП ($\xi=0^\circ$) несколько больше, чем при поле вдоль НП ($\xi=90^\circ$) (см. Рис. 5.1.2в, г, ниже точки пересечения кривых $F_p(H)$). С ростом поля межвихревое расстояние уменьшается, вихревая структура становится жёстче, и количество незанятых центров пиннинга уменьшается. Когда межвихревое расстояние становится меньше минимального расстояния между центрами пиннинга (границами зерен β -NbTi в направлении нормали к ленте), и все центры пиннинга заняты, энергетически выгодными становятся вытянутые в направлении поля вихри. И сила пиннинга при ориентации поля вдоль НП ($\xi=90^\circ$) больше, чем при поле в направлении ПП ($\xi=0$) (см. Рис. 5.1.2в, г, выше точки пересечения кривых $F_p(H)$).

5.2 Пиннинг в поле перпендикулярном плоскости ленты Nb-Ti

В работе [60] методом транспортных измерений было показано, что полевая зависимость силы пиннинга $F_p(H)$ холоднокатаной ленты Nb-Ti в магнитном поле перпендикулярном её плоскости имеет сложный двугорбый вид (Рис. 5.2.1).

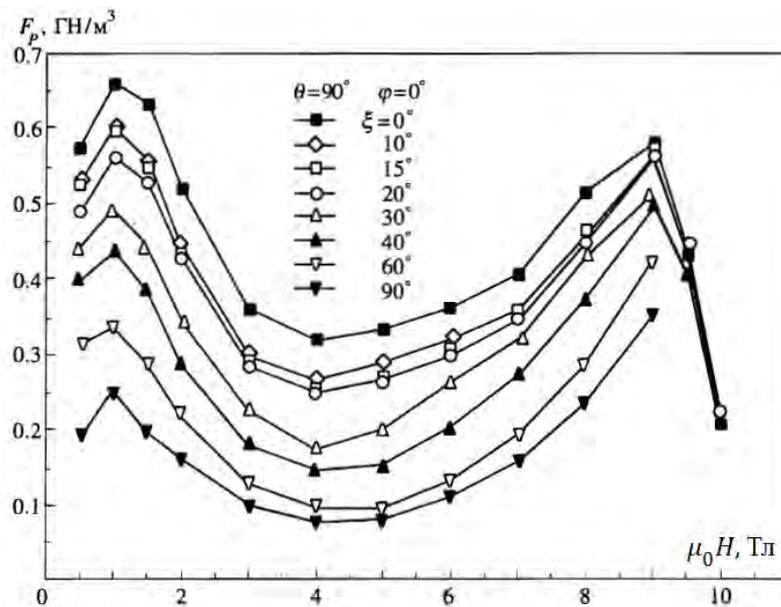


Рис. 5.2.1 Полевая зависимость объёмной силы пиннинга $F_p = \mu_0 H j_c$ для холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты. Углы ξ соответствуют образцам, по-разному вырезанным относительно направления прокатки ленты (см. Рис. 5.1.1). Рисунок взят из работы [60]

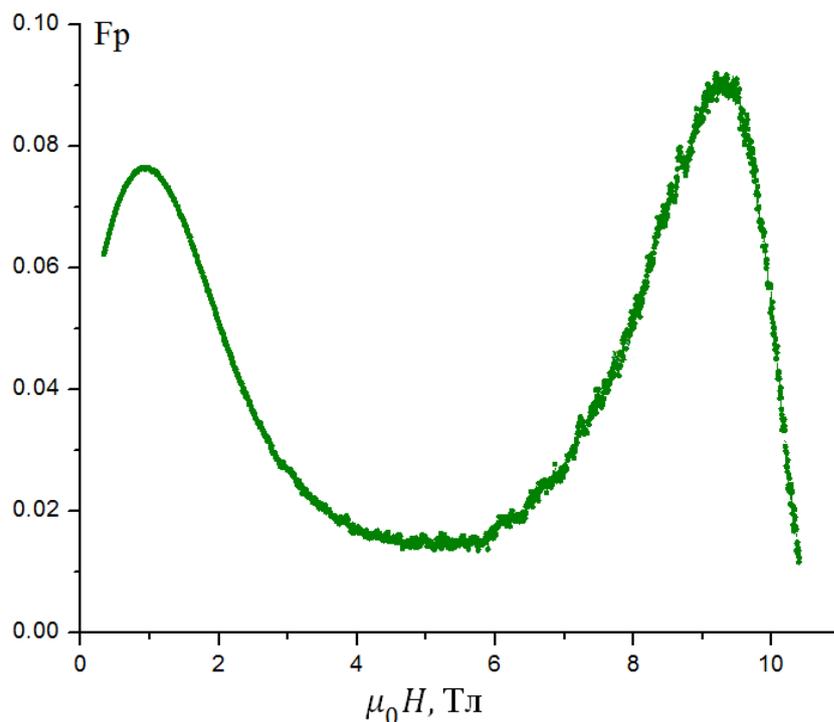


Рис. 5.2.2 Полевая зависимость силы пиннинга $F_p \sim \mu_0 H j_c$ для холоднокатаной ленты Nb-Ti при ориентации магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты, определенная по ширине петли гистерезиса магнитного момента образца. Сила пиннинга F_p в условных единицах.

В настоящей работе этот факт подтверждён бесконтактным методом измерения полевой зависимости магнитного момента $M(H)$ (Рис. 5.2.2). При этом критический ток оценивался по ширине петли гистерезиса $M(H)$, которой он пропорционален. Заметим, что, поскольку при таких измерениях экранирующие токи текут по всему образцу, полученные данные отражают токнесущую способность ленты, усреднённую по всем углам к направлению прокатки (ср. Рис. 5.2.1). По полученным данным были уточнены положения максимумов силы пиннинга в низкополевой и высокополевой областях, $\mu_0 H_p^{min}=0.96$ Тл и $\mu_0 H_p^{max}=9.23$ Тл соответственно (Рис. 5.2.2).

Возможное объяснение, на микроскопическом уровне, двугорбой полевой зависимости силы пиннинга в холоднокатаной ленте Nb-Ti предлагает классическая работа А.И. Ларкина и Ю.Н. Овчинникова [96] (см. ниже).

В термообработанной ленте Nb-Ti сила пиннинга сильно изменилась (Рис. 5.2.3). По сравнению с холоднокатаной лентой, она выросла в несколько раз в диапазоне полей $0.5 < \mu_0 H < 8.5$ Тл. При этом двугорбый характер полевой зависимости $F_p(H)$ хотя и сохранился, но стал не таким выраженным: резкий провал в промежуточных полях $3 \div 7$ Тл, характерный для холоднокатаной ленты (Рис. 5.2.2), в значительной степени сгладился. Анизотропия силы пиннинга в плоскости ленты, определённая по отношению объёмных сил пиннинга для образцов, вырезанных вдоль ($\xi=0^\circ$, $F_p^{ПП}$) и поперёк ($\xi=90^\circ$, $F_p^{НП}$) прокатки ленты, $F_p^{ПП}/F_p^{НП}$, значительно уменьшилась во всём диапазоне полей и приблизилась к изотропному пределу (Рис. 5.2.4) [А.7]. Эти изменения связаны с изменением микроструктуры ленты при термообработке (см. раздел 5.3).

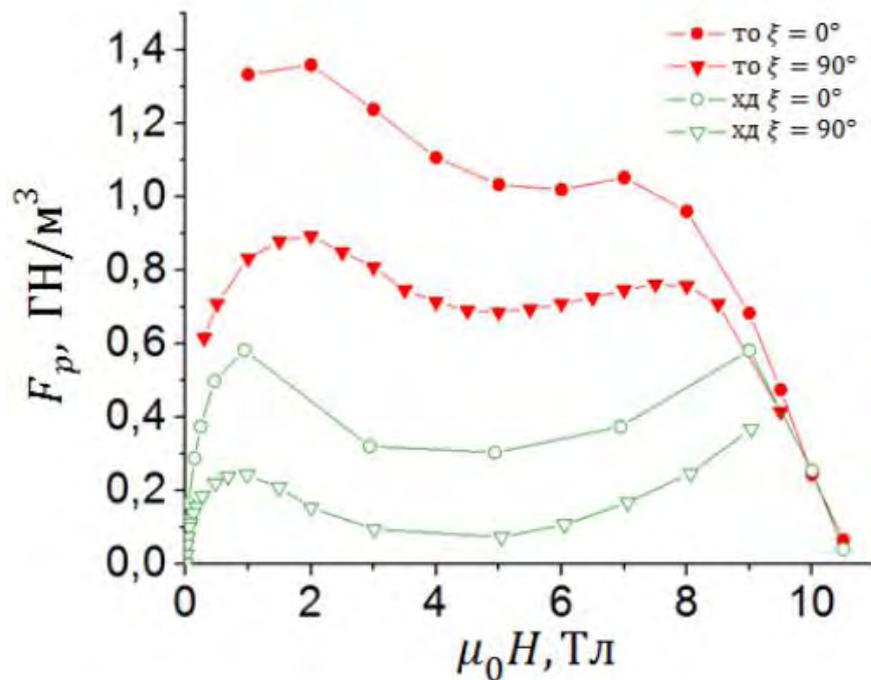


Рис. 5.2.3 Полевая зависимость объёмной силы пиннинга F_p для термообработанной ленты Nb-Ti (то), в сравнении с холоднокатаной лентой (хд), при ориентации магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты. Углы ξ соответствуют образцам, вырезанным вдоль ($\xi=0^\circ$) и поперёк ($\xi=90^\circ$) прокатки ленты (см. Рис. 5.1.1 и Рис. 5.2.1).

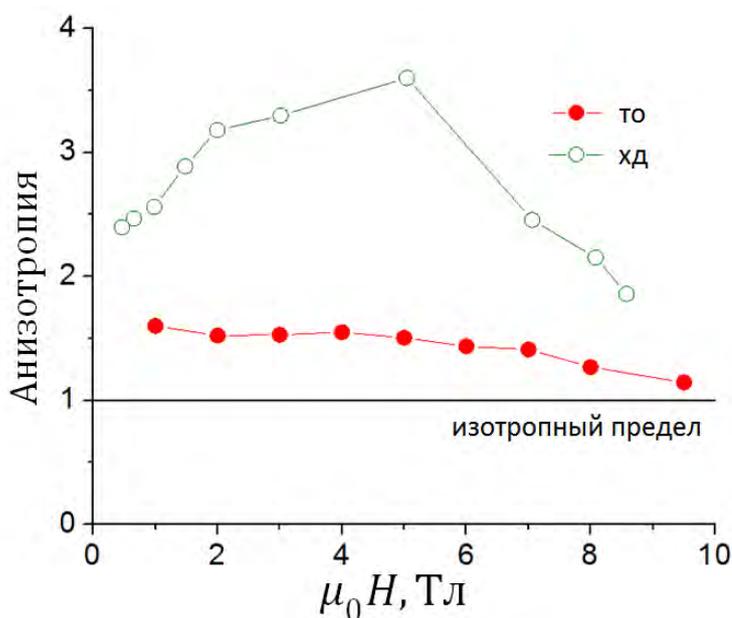


Рис. 5.2.4 Полевая зависимость параметра анизотропии силы пиннинга $F_p^{\xi=0^\circ} / F_p^{\xi=90^\circ}$ (см. Рис. 5.2.3) для холоднокатаной (хд) и термообработанной (то) лент Nb-Ti, при ориентации магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты..

Модель Ларкина - Овчинникова

Ниже дан синопсис теоретической работы [96] с ориентацией на объяснение полевой зависимости силы пиннинга в ленте Nb-Ti (комментарии в скобках).

В работе [96] рассмотрены сильный и слабый пиннинг, реализующиеся в конкуренции между силами упругости вихревой решетки и силами взаимодействия вихрей с центрами пиннинга.

В случае сильного пиннинга силы взаимодействия вихрей с центрами пиннинга доминируют над жесткостью вихревой решетки. Смещения вихревой решетки в местах нахождения центров пиннинга составляют величину порядка радиуса действия индивидуальных сил пиннинга, что приводит к возникновению метастабильных состояний. Изменение свободной энергии при переходе из одного метастабильного состояния в другое определяет величину критического тока.

В случае слабого пиннинга, напротив, жесткость вихревой решетки превосходит силы взаимодействия вихрей с центрами пиннинга. При этом метастабильных состояний на центрах пиннинга не возникает, и объёмная сила пиннинга формируется за счет коллективных эффектов. Малые смещения вихрей от узлов решетки, вызванные различными дефектами, накапливаются, и дальний порядок в ней исчезает.

В качестве центров пиннинга могут выступать границы зерен, частицы другой фазы и др. В результате, такие физические величины, как электрон-фононное взаимодействие, длина свободного пробега электрона и плотность состояний на поверхности Ферми, становятся случайной функцией координат \mathbf{r} . Отклонение электронного взаимодействия от среднего значения задаётся функцией $g_1(\mathbf{r})$. Дальнейшее рассмотрение ведётся в предположении малости $g_1(\mathbf{r})$, когда параметр сверхпроводящего порядка Δ не сильно изменён по сравнению с однородным образцом, как это имеет место при пиннинге на границах зерен вдали от H_{c2} . При наличии заметного количества несверхпроводящей фазы, функцию $g_1(\mathbf{r})$ уже нельзя считать

малой. (В термообработанной ленте Nb-Ti на границах зёрен β -NbTi выделяется заметное количество частиц несверхпроводящей фазы α -Ti, см. раздел 3.3. Поэтому рассмотренную модель нельзя применить к термообработанной ленте.)

Сила взаимодействия индивидуального центра пиннинга с вихревой решеткой, \mathbf{f} , зависит от разности векторов $\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r})$, где \mathbf{r} – радиус-вектор центра пиннинга в недеформированной решетке, $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ – смещение решетки в месте расположения центра пиннинга \mathbf{r} :

$$\mathbf{u}(\mathbf{r}) = C^{-1}\mathbf{f}(\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r})), \quad (5.3)$$

величина C характеризует жёсткость плоской тригональной вихревой решетки и определяется её модулями упругости на сдвиг и изгиб. Порядок величины индивидуальной силы пиннинга f оценивается как

$$f = \nu g_1 \Delta^2 \xi l_z \left(1 + \frac{l_{\parallel}}{a}\right) \quad (5.4)$$

где ν – плотность состояний на поверхности Ферми, Δ – параметр сверхпроводящего порядка, l_{\parallel} и l_z – размеры центра пиннинга в направлении вектора элементарной ячейки вихревой решетки, \mathbf{a} , и приложенного магнитного поля соответственно.

В случае сильного пиннинга

$$f > C r_f \quad (5.5)$$

где r_f – радиус действия силы f (5.4), C – жёсткость вихревой решетки в (5.3). При этом максимальные смещения вихревой решетки вблизи центров пиннинга, $\mathbf{u}(\mathbf{r})$, превышают критическое значение u_c , функции $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ и $\mathbf{f}(\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r}))$ в (5.3) становятся многозначными по \mathbf{r} , и объёмная сила пиннинга F_p оказывается пропорциональной числу занятых центров пиннинга n_{eff} :

$$F_p = \mu_0 H j = f_{max} n_{eff} . \quad (5.6)$$

И полевая зависимость $F_p(H)$ имеет вид купола с максимумом $H_p \sim (0.3 \div 0.5)H_{c2}$ (как при ориентации магнитного поля в плоскости ленты, см. раздел 5.1).

В случае пиннинга на границах зерен за счет уменьшения эффективной длины свободного пробега электронов (как это имеет место в холоднокатаной ленте Nb-Ti) условие (5.5) для любого магнитного поля выполняется только при достаточно высокой плотности центров пиннинга (как при ориентации магнитного поля в плоскости ленты, когда центрами пиннинга являются плотно расположенные в направлении нормали к ленте «горизонтальные» границы зёрен β -NbTi, см. схему на Рис. 5.3.1, *справа*). Для разреженных центров пиннинга (при ориентации магнитного поля перпендикулярно плоскости ленты, когда центрами пиннинга служат сравнительно немногочисленные «вертикальные» границы зёрен β -NbTi, см. там же), сильный предел может реализоваться только в низких полях $H_{c1} < H \ll H_{c2}$ и вблизи H_{c2} . Тогда на зависимости $F_p(H)$ появляются два максимума сильного пиннинга, с существенно более низкой объёмной силой пиннинга между ними. Положения максимумов силы пиннинга даются формулами [96]:

Вблизи H_{c2} , значение приведенного магнитного поля b_p^{max} , в котором пиннинг максимален,

$$1 - b_p^{max} = \frac{g_1}{\tau} \left[1 + \left(\frac{\xi^2}{l^2} \frac{\tau}{g_1} \right)^{\frac{1}{3}} \right]^{-1}, \quad (5.7)$$

здесь l – размер центров пиннинга, $\tau = 1 - T/T_c$.

В диапазоне полей $H_{c1} < H \ll H_{c2}$, положение низкополевого максимума b_p^{min} , для сверхпроводников с большим параметром κ ,

$$b_p^{min} = \frac{g_1}{\tau} \left(1 + \frac{l}{\kappa \xi} \right) \left[1 + \frac{\tau}{g_1} \frac{\pi^2 \xi^2}{l^2} \ln \left(\frac{\pi^2 \tau \xi}{g_1 l} \right) \right]^{-1}. \quad (5.8)$$

Оценка силы пиннинга в модели Ларкина-Овчинникова

Используя полученные для холоднокатаной ленты Nb-Ti экспериментальные значения положений максимумов силы пиннинга в низко- и высокополевой областях, $\mu_0 H_p^{min}=0.96$ Тл и $\mu_0 H_p^{max}=9.23$ Тл (см. Рис. 5.2.2), по формулам (5.8) и (5.7) несложно определить подгоночный безразмерный параметр $\frac{g_1}{\tau} = 0.19$ и размер центров пиннинга $l = 40.5$ нм. Значение l хорошо согласуется с наиболее вероятным размером зерен β -NbTi в направлении нормали к ленте, 38 нм (Таблица 3.3).

Для оценки индивидуальной силы пиннинга используем формулу (5.4). Подставляя в неё значения для плотности состояний на поверхности Ферми $\nu = 2 \times 10^{34}$ эрг⁻¹см⁻¹ [100], $g_1 = 0.19 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) = 0.1$, $\Delta = 1.76 T_c = 2.2 \times 10^{-15}$ эрг (соотношение БКШ), $a = 2 \cdot 10^{-6}$ см (межвихревое расстояние), $\xi = 5.4 \times 10^{-7}$ см, и полагая $l_{\parallel} \sim l_z \sim l = 4.05 \times 10^{-6}$ см, получаем оценку для индивидуальной силы пиннинга $f = 2 \times 10^{-8}$ дин или, в системе СИ:

$$f = 2 \times 10^{-13} \text{ Н.} \quad (5.9)$$

Оценка силы пиннинга в модели, основанной на неоднородности сверхпроводящих свойств ленты Nb-Ti

Как отмечалось при рассмотрении модели Ларкина-Овчинникова, в холоднокатаной ленте Nb-Ti в полях ниже поля необратимости H^* пиннинг осуществляется в основном на границах зёрен β -NbTi и обусловлен локальным уменьшением длины когерентности ξ . Из представленных в Глава 4 результатов следует, что верхние критические поля для внутреннего объёма и границ зерен различны и составляют $H_{c2}^{bulk} = H^* = 10.6$ Тл и $H_{c2}^{GB} = 11.6$ Тл соответственно. Согласно теории Гинзбурга-Ландау [10]:

$$\mu_0 H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi^2} \quad (5.14)$$

Следовательно, на границе зерна длина когерентности уменьшается на величину:

$$\delta\xi = \left(\frac{\Phi_0}{2\pi H_{c2}^{bulk}}\right)^{0,5} - \left(\frac{\Phi_0}{2\pi H_{c2}^{GB}}\right)^{0,5} = 0.26 \text{ нм} \quad (5.15)$$

Выигрыш в энергии за счет уменьшения объёма кора вихря вблизи границы зерна составляет

$$\delta\varepsilon = (\mu_0 H_c^2 / 2) \pi \xi \delta\xi \quad (5.12)$$

Учитывая, что

$$H_c = \frac{H_{c2}}{\sqrt{2}\kappa} \quad (5.13)$$

получаем оценку для силы пиннинга, в расчёте на единицу длины вихря:

$$f_\rho = \frac{\delta\varepsilon}{\xi} = \frac{\pi\mu_0 H_{c2}^2}{2\kappa^2} \delta\xi \quad (5.14)$$

Подставляя в (5.14) соответствующие значения, находим $f_\rho = 1.16 \times 10^{-5}$ Н/м. При длине центра пиннинга $l = 38$ нм (наиболее вероятный размер зерен β -NbTi в направлении нормали к ленте) величина индивидуальной силы пиннинга f составит

$$f = f_\rho l = 4.5 \times 10^{-13} \text{ Н.} \quad (5.15)$$

Это значение хорошо согласуется с оценкой (5.9), полученной в модели Ларкина-Овчинникова.

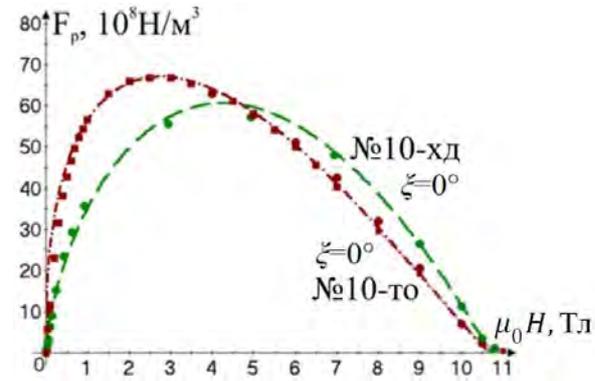
Таким образом, модель, предложенная в Глава 4 для объяснения эффекта поля необратимости и явлений, наблюдаемых в полях выше него, $H > H^*$, не противоречит модели Ларкина-Овчинникова [96], разработанной для полей, где существуют вихревые структуры, $H < H^*$, и, в известном смысле, дополняет её.

5.3 Анизотропия силы пиннинга в лентах Nb-Ti

Из представленных в разделах 5.1 и 5.2 результатов следует (см. Рис. 5.1.2 и Рис. 5.2.3), что сила пиннинга в магнитном поле, параллельном плоскости ленты Nb-Ti (F_p^{HH}), на порядок больше, чем в поле, перпендикулярном её плоскости ($F_p^{ПП}, F_p^{НП}$). Полевая зависимость параметра анизотропии $F_p^{HH}/F_p^{ПП}$ для образцов холоднокатаной и термообработанной лент, вырезанных вдоль прокатки (то есть изменение силы пиннинга при повороте магнитного поля на 90° вокруг направления прокатки ленты) показана на рисунке 5.3.1. Видно, что в холоднокатаной ленте зависимость $F_p^{HH}/F_p^{ПП}(H)$ имеет выраженный максимум вблизи 4.5 Тл, там, где сильный пиннинг в параллельном поле достигает максимума (Рис. 5.1.2а), а слабый пиннинг в перпендикулярном поле – минимума (Рис. 5.2.3). В термообработанной ленте анизотропия $F_p^{HH}/F_p^{ПП}$ сильно уменьшается и сглаживается, приближаясь к изотропному пределу, во всём диапазоне полей (Рис. 5.3.1). Похожая, но выраженная слабее, тенденция уменьшения анизотропии и увеличения абсолютного значения силы пиннинга в результате термообработки отмечалась в разделе 5.2 при рассмотрении отношения сил пиннинга $F_p^{ПП}/F_p^{НП}$ в перпендикулярной геометрии (Рис. 5.2.3, Рис. 5.2.4).

Особенности анизотропии силы пиннинга в холоднокатаной ленте Nb-Ti, равно как усиление пиннинга и уменьшение анизотропии в термообработанной ленте, объясняются особенностями микроструктуры лент (раздел 3.3).

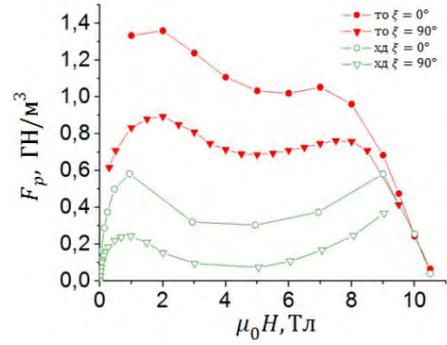
$$\vec{H} \perp \vec{n}$$



F_p^{HH} для холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti

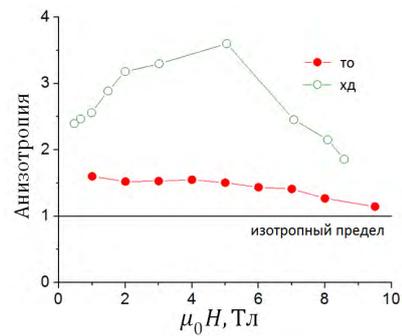
Рис. 5.1.2 а)

$$\vec{H} \parallel \vec{n}$$



$F_p^{HP}(\xi = 0^\circ)$ и $F_p^{HP}(\xi = 90^\circ)$ для холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti

Рис. 5.2.3



Анизотропия F_p^{HP}/F_p^{HH} для холоднокатаной и термообработанной лент Nb-Ti

Рис. 5.2.4

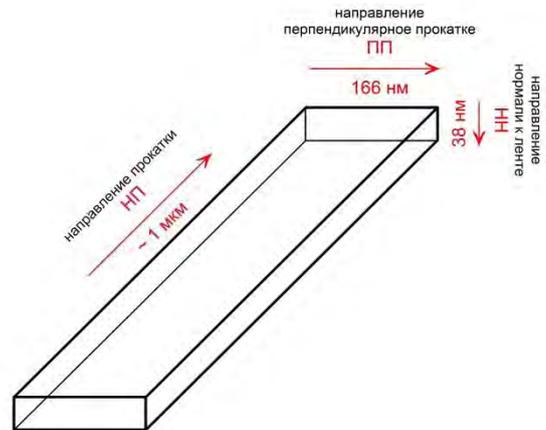
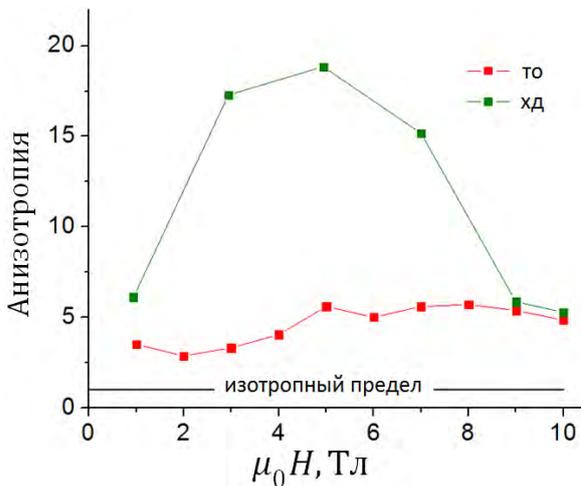


Рис. 5.3.1 Анизотропия силы пиннинга F_p^{HH}/F_p^{HP} для образцов холоднокатаной (хд) и термообработанной (то) лент Nb-Ti, вырезанных вдоль прокатки ($\xi=0^\circ$). Справа – схематичное изображение наиболее вероятного зерна β -NbTi в холоднокатаной ленте (см. раздел 3.3, Таблица 3.3). Вверху, для наглядности (см. текст), собраны данные по силе пиннинга и её анизотропии при ориентации поля в плоскости ($\vec{H} \perp \vec{n}$) и перпендикулярно плоскости ($\vec{H} \parallel \vec{n}$) ленты, \vec{n} – нормаль к ленте.

Как не раз отмечалось, в холоднокатаной ленте Nb-Ti центрами пиннинга являются преимущественно границы зёрен β -NbTi. В результате холодной прокатки зёрна β -NbTi принимают сильно анизотропную форму (Рис. 5.3.1, *справа*). Исходя из наиболее вероятных размеров зёрен, можно заключить, что плотность N_p центров пиннинга (границ зёрен) уменьшается в ряду $N_p^{\text{НН}}(1) > N_p^{\text{ПП}}(0.23) > N_p^{\text{НП}}(0.04)$ (в скобках указана величина N_p в относительных единицах). Максимальная плотность $N_p^{\text{НН}}$ объясняет сильный пиннинг при ориентации поля в плоскости ленты (Рис. 5.1.2 а)), когда вытянутые вдоль поля вихри при дрейфе под действием силы Лоренца по нормали к ленте эффективно захватываются плотно расположенными плоскими границами зёрен. При ориентации поля перпендикулярно ленте, при $\xi=0^\circ$, сила пиннинга намного слабее, главным образом, по причине заметно более низкой плотности центров пиннинга $N_p^{\text{ПП}}$. При $\xi=90^\circ$ сила пиннинга снижается ещё в несколько раз (см. Рис. 5.2.3), что коррелирует с уменьшением плотности центров пиннинга $N_p^{\text{НП}}$.

В термообработанной ленте Nb-Ti на границах зерен β -NbTi выделяется заметное количество «эллиптических» частиц α -Ti (см. раздел 3.3). Пиннинг на таких, декорированных несверхпроводящей фазой, границах усиливается. При ориентации поля в плоскости ленты и без того сильный пиннинг усиливается в пределах нескольких процентов (см. Рис. 5.1.2), тогда как в перпендикулярном к плоскости ленты поле сила пиннинга увеличивается в несколько раз, стремясь к сильному пределу (см. Рис. 5.2.3). Как результат, анизотропия силы пиннинга уменьшается и сглаживается, напоподобие изотропного предела, во всём диапазоне полей (Рис. 5.3.1).

Резюмируя изложенное, можно сделать вывод, что анизотропия системы центров пиннинга в холоднокатаной ленте Nb-Ti намного сильнее, чем в термообработанной ленте. В полях ниже поля необратимости термообработка приводит к тотальному снижению анизотропии пиннинга (Рис. 5.3.1) или, другими словами, к более изотропному (хотя и менее

однородному, см. раздел 3.4) распределению микронеоднородностей, осуществляющих пиннинг. По всей видимости, в полях выше поля необратимости такое перераспределение микронеоднородностей является причиной уменьшения анизотропии верхнего критического поля H_{c2} в термообработанной ленте Nb-Ti (см. раздел 4.2).

Заключение

Основные результаты и выводы диссертационного исследования:

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.

Список работ автора

Основные результаты диссертации изложены в следующих публикациях в журналах из перечня ВАК:

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, 2018 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, 08007

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

А.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.

Публикации в сборниках тезисов и аннотаций докладов:

А.8. В.В. Гурьев, А.Л. Васильев, Я.В. Зубавичус, К.Г. Каратеева, В.С. Круглов, Р.Д. Светогоров, С.В. Шавкин. Изменение свойств холоднокатаной сверхпроводящей ниобий-титановой фольги после термообработки // Программа и тезисы Всероссийской научной конференции МАЯТ-2014, 2014, стр.75.

А.9. К.Г. Каратеева, С.В. Шавкин, А.Л. Васильев, В.В. Гурьев. Изучение структурных особенностей сверхпроводящей фольги на основе сплава Nb-Ti // Тезисы докладов XXV Российской конференции по электронной микроскопии, 2014, Том 1, стр. 102-103.

А.10. А.В. Овчаров, И.А. Каратеев, К.Г. Каратеева, М.Ю. Пресняков, В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, А.Л. Васильев. Исследование влияния температурного отжига *in-situ* на микроструктуру ленты NbTi методами ПРЭМ // Сборник тезисов XIX Российского симпозиума по растровой электронной микроскопии РЭМ - 2015, 2015, стр. 86.

А.11. В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, П.В. Волков, А.Л. Васильев, А.В. Овчаров, Я.В. Зубавичус, Р.Д. Светогоров, Э.М. Пашаев, И.А. Лихачев. Особенности структурных и сверхпроводящих характеристик холоднокатаной ниобий-титановой фольги до и после отжига // Тезисы докладов III Национальной конференции по прикладной сверхпроводимости, 2015, стр. 77.

А.12. В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, П.В. Волков, А.Л. Васильев, А.В. Овчаров, Я.В. Зубавичус, Р.Д. Светогоров, Э.М. Пашаев, И.А. Лихачев. Особенности вольт-полевых характеристик Nb-Ti фольг // Сборник научных трудов II международной конференции «Плазменные, лазерные исследования и технологии», 2016, стр. 105,

А.13. В.В. Гурьев, В.С. Круглов, С.В. Шавкин. Возникновение поперечного напряжения при сверхпроводящем переходе // Сборник аннотаций 14-ой Курчатовской молодежной научной школы, 2016, стр. 268.

А.14. В.В. Гурьев, А.В. Иродова, А.Л. Васильев, Я.В. Зубавичус, В.С. Круглов, И.А. Лихачев, А.В. Овчаров, Э.М. Пашаев, Р.Д. Светогоров, С.В. Шавкин. Наследование кристаллографической текстуры при фазовом расслоении сверхпроводящего сплава Nb-Ti в результате старения // Сборник тезисов. Первый Российский кристаллографический конгресс, 2016, стр. 332.

А.15. В.В. Гурьев, А.В. Иродова, В.С. Круглов, С.В. Шавкин. Особенности фазового расслоения сильно текстурированной ленты сплава Ti35%Nb в результате искусственного старения // XVI Конференция молодых ученых и специалистов «Новые материалы и технологии». Тезисы докладов. 2017, стр. 11.

А.16. В.В. Гурьев, А.В. Иродова, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, А.В. Овчаров. Количественный фазовый анализ сильно текстурированного сверхпроводящего сплава Nb-Ti // Национальная молодежная научная школа «Синхротронные и нейтронные исследования». Сборник аннотаций. 2017, стр. 36.

A.17. S.V. Shavkin, V.V. Guryev, V.S. Kruglov, A.V. Ovcharov, I.A. Likhachev, A.L. Vasiliev, A.A. Veligzhanin, Y.V. Zubavichus. Features of microstructure and magnetic flux dynamics in superconducting Nb-Ti with strong anisotropic pinning // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM). Book of Abstracts. 2017, p. 567.

A.18. V.V. Guryev, S.V. Shavkin, V.S. Kruglov. Irreversibility field of superconducting Nb-Ti tapes // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM). Book of Abstracts. 2017, p. 573.

A.19. V.V. Guryev, S.V. Shavkin, V.S. Kruglov. The abnormal behavior of the resistive transition to the normal state of superconducting high-textured Nb-Ti tapes just below H_{c2} // The XXII International Scientific Conference of Young Scientists and Specialists (AYSS-2018), 2018. Abstract ID 347.

Благодарности

Считаю своим приятным долгом выразить благодарность моему научному руководителю Круглову Виталию Сергеевичу за руководство, постоянное внимание и поддержку работы, Шавкину Сергею Викторовичу за ценные замечания, советы и обсуждения, Иродовой Алле Вячеславовне за плодотворные обсуждения и помощь в обработке рентгенограмм, Волкову Павлу Владимировичу за помощь в подготовке экспериментов, Поликарповой Марии Викторовне, Лукьянову Павлу Александровичу и всему коллективу сотрудников отделения сверхпроводимости АО «ВНИИНМ» за полезные замечания и помощь в проведении части экспериментов (термообработка и измерение критической температуры), Овчарову Алексею Валерьевичу и Васильеву Александру Леонидовичу за проведение электронно-микроскопических исследований, Лихачёву Игорю Александровичу за съёмку полюсных фигур, Головковой Екатерине Анатольевне за рентгенодифрактометрические исследования, Светогорову Роману Дмитриевичу и Зубавичусу Яну Витаутасовичу за постановку синхротронных экспериментов и Андрееву Артуру Олеговичу за лазерную резку при подготовке образцов.

Список литературы

1. Muller K.A., Takashige M. , Bednorz J.G. Flux Trapping and Superconductive Glass State in $\text{La}_2\text{CuO}_{4-y}\text{Ba}$. // Phys. Rev. Lett. (1987) 58, 11.
2. Suenaga M., Ghosh A.K., Xu Y., Welch D.O. Irreversibility Temperatures of Nb_3Sn and Nb-Ti // Phys. Rev. Lett. (1991), 66, 13.
3. Rey C.M., Malozemoff A.P. Fundamentals of superconductivity. в книге "Superconductors in the Power Grid" под ред. С.М. Rey. Elsevier, 2015.
4. Francavilla T.L., Cukauskas E.J., Allen L.H., Broussard P.R. Observation of a transverse voltage in the Mixed state of YBCO thin films.// IEEE Trans. Appl. Supercond. (1995) 5, 2.
5. Cooley L., Patel A. Upper Critical Field Anisotropy in Nb-Ti Tapes // IEEE Trans. Appl. Supercond. (2001), 11, 1.
6. London F., London H. . The Electromagnetic Equations of the superconductor. // Proc. Roy. Soc. (1935) 149.
7. Onnes H.K. Futher experiments with liquid helium.// Leiden Communications. (1911) 122b, 124c, 1479-1481.
8. Meisner W., Ochsenfeld R. Ein neuer Effekt bei Einfritt der Supraleitfähigkeit. // Die Naturwissenschaften. (1933) 21, 787-788.
9. London F. Macroscopic Theory of Superconductivity. New York: Dov.Pub., 1961.
10. Mangin P., Kahn R. Superconductivity: An introduction. Springer, 2017.

11. Mendelssohn K. . In Discussion on superconductivity and other low temperature phenomena.// Proc. Roc. Soc. (1935), 152, 875.
12. Шмидт В.В. Теория сверхпроводников с высокими критическими полями и токами. в книге Металловедение и металлофизика сверхпроводников под ред. Е.М. Савицкого. М: Наука, 1965.
13. Ginzburg V.L., Landau L.D. On the Theory of Superconductivity.// Zh. Eksp. Teor. Fiz. (1950), 60.
14. Абрикосов А.А. Сверхпроводники второго рода и вихревая решетка (Нобелевская лекция).// УФН. (2004) 174, 11.
15. Abrikosov A.A. The magnetic properties of superconducting alloys.// J. Phys. Chem. Solids. (1957), 2.
16. Шубников Л.В., Хоткевич В.И., Шепелев Ю.Д. Рябинин Ю.Н. Магнитные свойства сверхпроводящих металлов и сплавов.// ЖЭТФ. (1937) 7, 221.
17. Kunzler J.E., Buehler E., Hsu F.S.L., Wernick J.H. Superconductivity in Nb₃Sn at high current density in a magnetic field of 88 kgauss. // Phys. rev. lett. (1961), 6, 3.
18. Савицкий Е. М. Состояние и задачи научно-исследовательских работ по сверхпроводящим материалам. в книге Металловедение и металлофизика сверхпроводников. под ред. Е.М. Савицкого. М: Наука, 1965.
19. Клименко Е.Ю. Предисловие редактора перевода. в книге Уилсон М. Сверхпроводящие магниты. М: Мир, 1985.
20. Bean C.P. Magnetization of hard superconductors // Phys. Rev. Lett. (1962) 8, 6.

21. Bean C.P. Magnetization of High-Field Superconductors // Rev. of modern Physics. (1964), 34, 6.
22. Broadbent S.R., Hammersley J.M. Percolation processes // Math. Proc. of Camb. Phil. Soc. (1957), 53, 03.
23. Blatter G. , Feigel'man M.V., Geshkenbein V.B. , Larkin A.I. , Vinokur V.M. Vortices in high-temperature superconductors // Rev. of Modern Phys. (1994) 66, 4.
24. Bernorz J.G., Muller K.A. Possible high Tc superconductivity in Ba-La-C-O system.// Condensed Matter. (1986), 64.
25. Uchida Sh. High Temperature Superconducting. T: Springer, 2015.
26. Larbalestier D., Gurevich A., Feldman D.M., Polyanskii A. High-Tc superconducting materials for electric power applications // Nature. (2001) 414, 15.
27. Gurevich A. To use or not to use cool superconductors? // Nature. (2011) 10.
28. Schmidt M.F., Israeloff N.E., Goldman A.V. Vortex-Lattice Melting in Nb // Phys. Rev. Lett. (1993) 70, 14.
29. Naus M.T., Heussner R.W. , Squitieri A.A. , Larbalestier D.C. High Field Flux Pinning and the Upper Critical Field of Nb-Ti Superconductors // IEEE Trans. on App. Supercond.(1997) 7, 2.
30. Zheng D.N. , Ingle N.J.C., Campbell A.M. Irreversibility fields of superconducting niobium alloys // Phys. rev. B. (2000), 61, 22.
31. Shih W.Y., Ebner C., Stroud D. Frustration and disorder in granular superconductors // Phys. rev. B. (1984) 30, 1.

32. Jesi M.B. Spin Glasses. B:Springer, 2016.
33. Dias F.T. Magnetic Irreversibility and Resistive Transition in YBaCuO Superconductors: Interpretations and Possible Correlations. в книге Superconductors – properties, technology, applications под ред. Yu. Grigorashvili R:InTech, 2012.
34. Романов С.Г., Шампур Д.В. Разрушение током сверхпроводящего состояния в трехмерной решетке слабосвязанных гранул индия в опале // ФТТ (2000) 42, 4.
35. Турутанов О.Г. Аномальный (нетепловой) гистерезис на вольт-амперных характеристиках гранулированных пленок ванадия в магнитных полях // Вісник Запорізького національного університету (2015) 3.
36. Fisher M. Vortex-Glass Superconductivity: A Possible New Phase in Bulk High-Tc Oxides // Phys. Rev. Lett. (1989) 62, 12.
37. Matsushita T. "Flux Pinning in Superconductors". L: Springer, 2014.
38. Giamarchi G., Le Doussal P. Phase diagrams of flux lattices with disorder // Phys. Rev. B. (1997) 55, 10.
39. Nelson D.R., Vinokur V.M. Boson localization and pinning by correlated disorder in high-temperature superconductors // Phys. Rev. Lett. (1992) 68, 15.
40. Koch R.H., Foglietti V., Gallagher W.J., Koren G., Gupta A., Fisher M.P.A. Experimental Evidence for Vortex-Glass Superconductivity in Y-Ba-Cu-O // Phys. Rev. Lett. (1989) 63, 14.
41. Koch R.H., Foglietti V., Fisher M.P.A. Koch, Foglietti, and Fisher reply. // Phys. Rev. Lett. (1990) 64, 21.

42. Anderson P.W. Theory of flux creep in hard superconductors // Phys. Rev. Lett. (1962) 9, 7.
43. Александров А.С., Елесин В.Ф., Павловский В.В. "Физика сверхпроводимости (Электродинамика сверхпроводников)". М: МИФИ, 1989.
44. Landau I.L., Ott H.R. Vortex motion in high-temperature superconductors // Phys. Rev. B. (2002), 65.
45. Клименко Е.Ю., Именитов А.Б., Шавкин С.В., Волков П.В. Ом-Амперные характеристики сверхпроводников с сильным пиннингом // ЖЭТФ (2005) 127, 1.
46. Tinkham M. Flux motion and resistance in high-temperature superconductors: an overview // Physica B. (1991) 169.
47. Deutscher G. "New superconductors. From granular to high T_c" World scientific, 2006.
48. Клименко Е.Ю., Козленкова Н.И. Критический переходный слой ниобий-оловянных проводников // Сверхпроводимость ФХТ (1992) 2, 7.
49. Россия N., Lankhorst M., Golubov A.A. Manifestation of percolation in high temperature superconductivity // Physica C. (2014) 503, 82-88.
50. Клименко Е.Ю., Шавкин С.В., Волков П.В. Проявление макронеоднородности сверхпроводников с сильным пиннингом в зависимостях поперечных ВАХ от магнитного поля вблизи H_{c2} // ФММ. (2001) 92, 3.
51. Yamafuji K., Kiss T. A new interpretation of the glass-liquid transition of pinned fluxoids in high-T_c superconductors // Physica C. (1996) 258, 3-4.

52. Klimenko E.Yu. Electrodynamics of High Pinning Superconductors в книге Superconductivity - Theory and Applications под ред. А. М. Luiz, 2011.
53. Зефирова Н.С. (гл. ред.) . Химическая энциклопедия в 5 томах, 1995. ISBN 5—85270—039—8.
54. Larbalestier, D.C. Niobium-titanium superconducting materials. в книге Superconductor Materials Science. Metallurgy, Fabrication, and Applications под ред S. Foner и B. Schwartz.. NY:Plenum Press, 1981.
55. Дергунова Е.А., Потанина Л.В., Губкин П.Н. "Основы материаловедения NbTi сверхпроводников. Применение сверхпроводников" М:МИФИ, 2009. ISBN 978-5-7262-1181-0.
56. Gepreel, M. Texturing Tendency in beta-type Ti-alloys. в книге Recent developments in the study of recrystallization под ред. P. Wilson.R:InTech, 2013.
57. Gough, C.E. Evidence for a dependence on crystalline orientation of the superconducting properties on niobium in mixed state. // Solid State Communication (1968) 6.
58. Dasgupta A., Koch C.C., Kroeger D.M., Chou Y.T. Flux pinning by grain boundaries in niobium bicrystals // Philosophical Magazine Part B. (1978) 38, 4.
59. Josephson B.D. Potential differences in the mixed state of type II superconductors // Phys. Lett. (1965), 16, 3.
60. Клименко Е.Ю., Шавкин С.В., Волков П.В. Анизотропный пиннинг в макроскопической электродинамике сверхпроводников // ЖЭТФ (1997) 112, 3(9).
61. Collings, E.W. Applied superconductivity, metallurgy, and physics of titanium alloys. NY: Plenum Press, 1986. ISBN-13: 978-1-4612-9241-8.

62. Banerjee S., Mukhopadhyay P. Phase Transformations. Examples from Titanium and Zirconium Alloys // Pergamon Materials Series. (2007), 12,1-813.
63. Шкловский В.А., Добровольский А.В. "Пиннинг и динамика вихрей в сверхпроводниках" Харьков, 2015.
64. Сорока А.К. , Хут М. Направленное движение вихрей в фасетированных ниобиевых пленках // ФНТ. (2002) 28, 11.
65. Francavilla T.L., Hein R.A. The observation of a transverse voltage at the superconducting transition of thin film // IEEE trans. on Mag.(1991), 27, 2.
66. Vasek P., Shimakage H., Wang Z. Transverse voltage in zero external magnetic fields, its scaling and violation of the time-reversal symmetry in MgB₂ // Physica C. (2004) 411, 164-169.
67. Janecek I., Vasek P. . Transverse voltages and reciprocity theorem in magnetic fields for high T_c superconductors. Physica C. (2004) 402, 199-208.
68. Sobocinski P.A., Grande P.L., Pureur P. . Transverse voltage and chiral glass transition in YBCO thin films // Physica C. (2014) 506, 87-93.
69. da Luz M.S., dos Santos C.A.M., Shigue C.Y., de Carvalho F.J.H., Machado A.J.S. Transverse voltage in superconductors at zero applied magnetic field // Physica C. (2009), 469, 60-63.
70. Segal A., Karpovski M., Gerber A. Inhomogeneity and transverse voltage in superconductors // Phys. Rev.B (2011) 83, 094531.
71. Глазман Л.И. Индуцированное вихрями поперечное напряжение в пленке // ФНТ (1986) 12, 688-694.

72. Janecek I., Vasek P. Reciprocity theorem in high-temperature superconductors // *Physica C*. (2003) 390, 330-340.
73. Takahashi S., Tachiki M. Theory of the upper critical field of superconducting superlattice // *Phys. rev. B*. (1986) 33, 7.
74. Sharma R.G. "Superconductivity. Basics and Applications to Magnets" Springer, 2015. DOI 10.1007/978-3-319-13713-1.
75. M., Eisterer. HTS versus LTS: Physics, Techology and Application prospects - EuCAS-2017. [В Интернетe] [Цитировано: 06 02 2018 г.] <http://snf.ieeecsc.org/issues/snf-issue-no-42-october-2017#EUCAS>.
76. Matsushita T., Kuper H. Enhancment of superconducting critical current from saturation in Nb-Ti wire. I // *J. of Appl. Phys.* (1988) 65, 5048.
77. Keithley instruments inc. Model 2182 and 2182A Nanovoltmeter User's Manual. Cleveland, 2004.
78. Евстигнеев В.В., Елесин А.Ф., Опёнов Л.А. Способ измерения температуры сверхпроводящего перехода тонких пленок и устройство для его осуществления. 4279963/31-25 СССР, 1989.
79. Стенд для исследования критических параметров сверхпроводящих материалов. [В Интернетe] [Цитировано: 22 03 2018 г.] http://www.sniper-rc.ru/_htmls/prodid_SR_SC_05.htm.
80. Ресурсный центр лабораторных рентгеновских методов "Рентген". [В Интернетe] [Цитировано: 10 01 2018] <http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/rentgen/index.shtml>.

81. Bachmann F., Hielscher R., Johnson O.K., Mainprice D. <http://mtex-toolbox.github.io/>. [В Интернете]
82. Папилов И.И. "Новые методы исследования текстуры поликристаллических материалов" М: Metallurgia, 1985.
83. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. "Работа 29. Анализ аксиальной текстуры фотографическим методом" в книге "Рентгенографический и электронно-оптический анализ" М:МИСИС, 1994.
84. Roisnel T., Rodriguez-Carvajal J. WinPLOTR: a Windows tool for powder diffraction patterns analysis // Mater. Sci. Forum. (2001) 118, 378-381.
85. Ресурсный центр зондовой и электронной микроскопии "Нанозонд". [В Интернете] [Цитировано: 10 01 2018]
<http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/nanozond/index.shtml>.
86. Suranarayana C., Norton M.G. "X-Ray Diffraction: A Practical Approach" NY: Springer, 1998.
87. Wenk H-R., Van Houtte P. Texture and anisotropy // Rep. Prog. Phys. (2004) 67.
88. Leoni M., Scardi P. Nanocrystalline domain size distributions from powder diffraction data // J. of App. Crystal. (2004) 37.
89. Miu L. Superconducting transition temperature related to lattice instability in titanium-rich Nb-Ti alloys // J. of mat. sci.let. (1986) 5.
90. Takezawa N., Koyama T., Tachllo M. Angular dependence of the upper critical field in layered superconductors// Physica C. (1993)

91. Clem J.C. Two-dimensional vortices in stack of thin superconducting films: A model for high-temperature superconducting multilayers // *Phys. Rev. B.* (1991) 43, 10.
92. Bergman D.J., Dtroud D. Physical Properties of Macroscopically Inhomogeneous Media // *Solid State Phys.* (1992) 46.
93. Klimenko E.Yu., Trenin A.E. Numerical calculation of temperature dependent superconducting transition in inhomogeneous superconductors // *Cryogenics* (1983) 23, 527-530.
94. Markiewicz W.D., Toth J. Percolation and the resistive transition of the critical temperature // *Cryogenics* (2006) 46, 468–476.
95. Золочевский И.В. Резистивные состояния широких сверхпроводящих пленок, обусловленных постоянным и переменным токами // *ФНТ* (2014) 40, 10.
96. Larkin A.I., Ovchinnikov Yu.N. Pinning in type II superconductors // *J. of Low Temp. Phys.* (1979) 34, 3/4, 409.
97. Zhu Y., Miura O., Ito D. Irreversibility fields and upper critical fields in multifilamentary Nb-Ti composites having artificial pins with anisotropic microstructure // *IEEE Trans. on App. Supercond.* (2003) 13, 2.
98. Kupfer H., Matsushita T. Superconducting critical current of Nb-Ti wire with anisotropic defect structure. II // *J. of App. Phys.* (1988) 60, 5060.
99. Willa R., Koshelev A.E., Sdovskyy I.A., Glatz A. Strong-pinning regimes by spherical inclusions in anisotropic type-II superconductors // *Supercond. Sci. Technol* (2018) 31.

100. McMillan M.L. Transition temperature of strong-coupled superconductors // Phys Rev (1968) 167, 2.