Физика низких температур, 1996, т. 22, № 7, с. 798–803

Влияние структурных дефектов, возникших в результате деформации при 4,2 К, на критический ток сверхпроводящего ниобия

В. К. Аксенов, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Украина, 310108, г. Харьков, ул. Академическая, 1
E-mail:kfti@kfti.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 7 ноября 1995 г.

Изучено влияние деформационных дефектов, генерируемых в процессе деформации кручением при 4,2 К, на полевые зависимости плотности критического тока $J_c(H)$ ниобия. Показано, что с ростом напряжения течения происходит характерное при деформации увеличение J_c вблизи H_{c2} и «аномальное» снижение J_c в относительно малых полях. Последнее связано с усилением термомагнитной неустойчивости в местах локализации пластической деформации (границы двойников, участки ротационной пластичности), где, как показано ранее, реализуется существенное (~ 10%) повышение температуры сверхпроводящего перехода T_c, что обусловливает протекание локальных критических токов высокой плотности. Выполнены количественные оценки характеристик термомагнитной неустойчивости.

Вивчено вплив деформаційних дефектів, що генеруються у процесі деформації крутінням при 4,2 К, на польові залежності густини критичного струму $J_c(H)$ ніобію. Показано, що з ростом напруги пластичної течії виникає характерне при деформуванні збільшення J_c поблизу H_{c2} та «аномальне» зниження J_c у відносно малих полях. Останнє пов'язано з посиленням термомагнітної нестійкості у місцях локалізації пластичної деформації (границі двійників, місця ротаційної пластичності), де, як показано раніше, реалізується суттєве (~ 10%) збільшення температури надпровідного переходу T_c, що обумовлює протікання локальних критичних струмів високої густини. Зроблено кількісні оцінки характеристик термомагнітної нестійкості.

Увеличение плотности критического тока в металлических сверхпроводниках после различных видов пластической деформации при $T \approx 300$ К — общепризнанное физическое явление, на основе которого возникли и получили развитие современные представления о пиннинге вихревой решетки на дефектах дислокационной природы (см., например, [1,2]).

Специфика низкотемпературной пластической деформации (при $T \ll \Theta$, Θ — дебаевская температура) для широкого круга металлов, как известно, обусловливает формирование особых дефектных структур. В частности, для ОЦК и ГПУ переходных металлов-сверхпроводников характерна локализация пластической деформации, связанная с деформационными границами раздела типа двойниковых и участками ротационной пластичности, следствием чего является существенное усиление электрон-фононного взаимодействия и повышение температуры сверхпроводящего перехода T_c [3].

Возникновение в сверхпроводнике деформационных границ раздела с сильным пространственным градиентом концентрации дефектов особым образом влияет на величину плотности критического тока J_c. В сообщении [4] впервые отмечено снижение плотности критического тока в нулевом и относительно малых магнитных полях у ванадия, деформированного кручением при 4,2 К, когда формирующаяся дефектная структура существенно гетерогенна и типичными элементами ее являются границы двойников. Авторы [5] связали такое «аномальное» поведение J_c с усилением термомагнитной неустойчивости (ТМН)* вблизи участков локализации пластического течения. Отметим, что в работе [8] ТМН проявлялась при изу-

* Неустойчивости сверхпроводящего состояния, обусловленные электромагнитными процессами в сверхпроводниках, описаны в ряде монографий (см., например, [6,7]).

© В. К. Аксенов, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, 1996

чении возмущений сверхпроводящего состояния поликристаллического Nb в виде выбросов захваченного потока при деформации сжатием при 4,2 K и напряжениях $\sigma \geq 0{,}3\sigma_0$ (σ_0 — напряжение первого скачка деформации).

Для выяснения, является ли эффект снижения J_c в нулевом и малых магнитных полях типичным для металлических сверхпроводников, деформируемых при низких температурах, в настоящей работе были проведены исследования полевых зависимостей плотности критического тока $J_c(H)$ ниобия различной чистоты, деформированного аналогично ванадию в работах [4,5], а также выполнены оценки характеристик ТМН.

Образцы и методика исследований

Исследовались образцы в виде полых цилиндров с толщиной стенки 0,4 мм, наружным диаметром 3,8 мм, длиной рабочей части 10 мм. Образцы первой партии (Nb1) вырезали из слитка ниобия электронно-лучевой плавки чистотой 99,956%, а второй партии (Nb2) — из прутка ниобия вакуумной плавки чистотой 99,9%. После химической полировки в смеси плавиковой (40%) и азотной (60%) кислот и отжига в течение 8 ч при 1753 K в безмасляном вакууме $13 \cdot 10^{-5}$ Па средний размер зерна составил ~ 5 мм и ~ 50 мкм и T_c = 9,20 и 9,15 K для образцов Nb1 и Nb2 соответственно. Измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) для определения значений J_c проводили при T = 4,2 K в поперечном магнитном поле по методике, описанной в работе [9]. Регистрацию ВАХ осуществляли под нагрузкой при наращивании степени сдвиговой деформации γ, а также в разгруженном состоянии и после отогрева деформированного образца до комнатной температуры с последующей выдержкой в течение 18 ч. Значениям плотности критического тока соответствовало падение напряжения U = = 0,5 мкВ/см. Исследования дефектной структуры образцов проводили с помощью электронного микроскопа перпендикулярно цилиндрической поверхности.

Результаты исследований и обсуждение

На рис. 1,*а* представлены полевые зависимости J_c Nb2 в исходном состоянии, при различных значениях сдвиговой деформации при 4,2 K, а также после разгрузки и отжига при 300 K. Каждую из этих кривых по мере роста H условно можно разделить на четыре участка с различными скоростями изменения J_c.

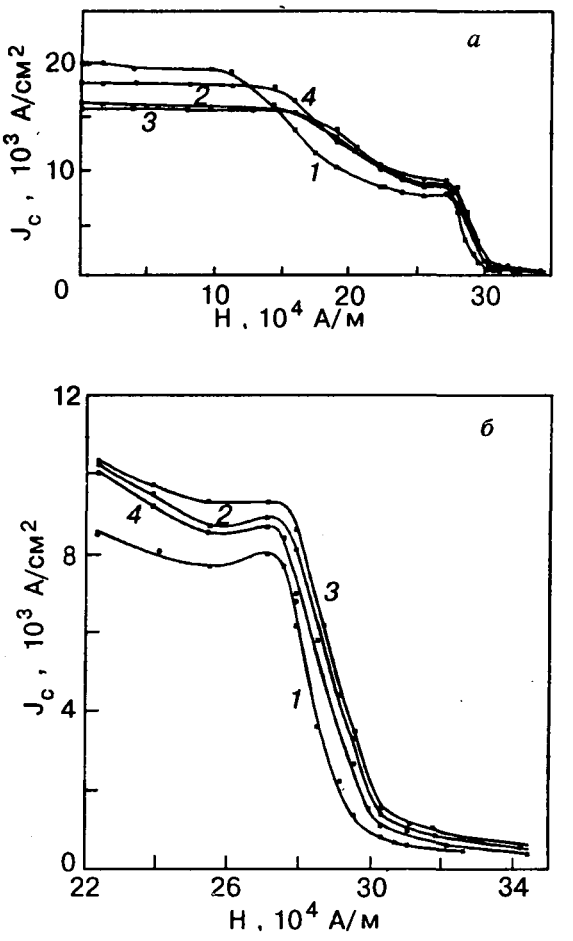

Рис. 1. Полевые зависимости плотности критического тока $J_c(H)$ Nb2 с различным структурным состоянием: γ = 0 (*1*); 0,023 (*2*); 0,054 (*3*); разгрузка деформированного образца + отжиг 18 ч при 300 K (*4*) (*а*) и вблизи H_{c2} (*б*).

Для деформированного образца в относительно малых полях ($H < 0{,}5H_{c2}$) происходит расширение первого участка, на котором J_c меняется слабо, и снижение значений $|dJ_c/dH|$, что сопровождается сильным необратимым уменьшением J_c. В частности, величина плотности критического тока в нулевом поле J_{c0} снижается с 20 190 А/см^2 для γ = 0 до 15 780 А/см^2 при увеличении γ до 0,054. Вольт-амперные характеристики на первом участке характеризуются резким увеличением падения напряжения.

На втором участке $J_c(H)$ происходит существенное снижение J_c. Протяженность этого участка сокращается с деформацией при одновременном увеличении абсолютных значений J_c.

Для третьего участка $J_c(H)$ характерно наиболее резкое снижение J_c (что типично для области полей вблизи H_{c2}). По мере роста γ происходит пере-

мещение третьего участка в область более высоких значений поля при одновременном увеличении J_c. Данный участок сменяется четвертым участком, на котором значения J_c и их прирост с деформацией невелики.

На рис. 1,*б* в более крупном масштабе изображены зависимости $J_c(H)$ в конце второго, а также на третьем и четвертом участках. Обращает на себя внимание наличие пик-эффекта в переходной области между вторым и третьим участками. Видно, что с ростом деформации локальный пик плотности критического тока увеличивается, но его положение практически не изменяется.

Вольт-амперные характеристики в полях, превышающих граничные между первым и вторым участками $J_c(H)$, имеют обычный экспоненциальный характер.

В таблице представлены значения J_{c0}, второго критического поля H_{c2} и относительной величины пик-эффекта $\delta = (J_c^{max} - J_c^{min})/J_c^{min}$ (J_c^{min} и J_c^{max} — значения J_c соответственно в точках локального минимума и максимума на кривых $J_c(H)$ для Nb2 с различным структурным состоянием).

Таблица

Величины, характеризующие зависимость $J_c(H)$ для Nb2 с различным структурным состоянием

Состояние	J_{c0}, А/см^2	H_{c2}, А/м	δ, %
Исходное	20 492	$2{,}96 \cdot 10^5$	3,89
$\gamma = 0{,}023$	16 358	$3{,}01 \cdot 10^5$	2,45
$\gamma = 0{,}054$	15 780	$3{,}07 \cdot 10^5$	0,01
Разгрузка + отжиг 18 ч при 300 К	18 232	$3{,}05 \cdot 10^5$	1,97

Из таблицы и рис. 1,*б* следует, что с ростом деформации происходит «сглаживание» пика и увеличение J_c^{max}. Разгрузка и отжиг при 300 К деформированного образца приводят к эффектам противоположного знака (см. рис. 1 и таблицу). Величина J_{c0} увеличивается, что сопровождается сужением первого участка, незначительным уменьшением J_c на втором участке, снижением H_{c2} и усилением пик-эффекта.

Для Nb1 изменения кривых $J_c(H)$ в результате деформации, разгрузки и отжига качественно похожи на изменения, характерные для Nb2. Для сравнения на рис. 2 представлены наиболее интересные участки $J_c(H)$ — область малых и средних полей образца Nb1 с различным структурным состоянием. Отметим, что в исходном состоянии Nb1 характеризуется более низким, чем Nb2, значением J_{c0}.

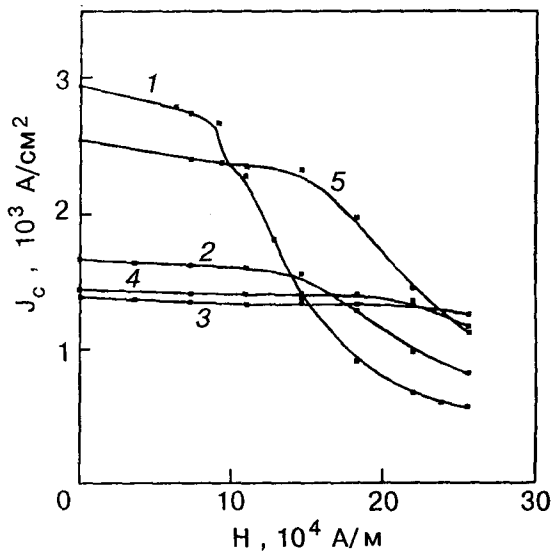

Рис. 2. Полевые зависимости J_c Nb1 с различным структурным состоянием: $\gamma = 0$ (*1*); 0,014 (*2*); 0,061 (*3*); разгрузка деформированного образца (*4*); отжиг разгруженного образца 18 ч при 300 К (*5*).

Электронно-микроскопические исследования показали, что пластическая деформация ниобия кручением в среде жидкого гелия осуществляется путем скольжения и двойникования. Дислокационная структура в областях, удаленных от границ двойников, чаще всего сформирована за счет работы двух систем скольжения типа {110}⟨111⟩ и характеризуется равномерным распределением дислокаций, причем наблюдается значительное количество диполей и петель (рис. 3,*а*). Наряду с этим характерными элементами структуры в указанных областях являются замкнутые границы разориентации деформационного происхождения (рис. 3,*б*). Вызванные ими разориентировки, как правило, не превышают 3°, однако в отдельных случаях могут достигать 10°. Структура этих границ не разрешается, что свидетельствует о высокой концентрации дефектов кристаллического строения. Двойникование ниобия в данных условиях протекает достаточно интенсивно, причем в крупных двойниках наблюдается вторичное двойникование. Как правило, двойники имеют зоны аккомодации, характеризующиеся повышенной по сравнению с основным объемом материала плотностью дислокаций (рис. 3,*в*). На границах двойников, особенно небольших, часто наблюдаются уступы, что свидетельствует о чередовании когерентных и

Рис. 3. **Типичные элементы микроструктуры ниобия после кручения при 4,2 К (γ = 0,054): равномерное распределение дислокаций (*а*); замкнутые границы разориентации деформационного происхождения (*б*); двойник с частично выявляемой зоной аккомодации (*в*) (× 40 000).**

некогерентных участков границы. Эти места являются мощными источниками внутренних напряжений.

Мы связываем «аномальное» снижение J_c в малых полях с появлением в результате деформации участков локализации пластического течения с высокой плотностью дефектов и высоким уровнем внутренних напряжений. Ранее [10] было показано существенно (~ 10%) повышение T_c ниобия после деформации кручением при 4,2 К, обусловленное усилением константы электрон-фононного взаимодействия в местах локализации пластической деформации. Таким образом, после низкотемпературной деформации для Nb, так же как и для V [5], характерна корреляция изменений J_c в малых полях и T_c. Поэтому для Nb уменьшение J_c естественно полагать проявлением ТМН.

В работе [5] при рассмотрении условия снижения токонесущей способности неидеального сверхпроводника второго рода вследствие ТМН было получено выражение для оценки ограничения максимальной величины перепада индукции в образце B_j в виде

$$\Delta B < B_j \sim \left\{ \mu_0 C_p \left(T_c - T_0 \right) \right\}^{1/2}, \qquad (1)$$

где ΔB — максимальная величина перепада индукции; μ_0 — магнитная проницаемость; C_p — теплоемкость; T_0 = const. Оценки, выполненные для Nb1 при $\gamma \sim 0{,}06$, показали, что при T = 10 К для значения теплоемкости $C_p = 18{,}88 \cdot 10^3$ Дж/(м^3·К) [11] и $T_c - T_0 = 1{,}1$ К [10] величина B_j составляет $\sim 16{,}2 \cdot 10^{-2}$ Тл.

Вблизи границ двойников образца Nb1, деформированного на γ = 0,06, характерная ширина зоны аккомодации 0,18–0,35 мкм. В рамках модели критического состояния Бина $j_c^{loc} = \Delta B / \mu_0 l$, где $\Delta B < B_j$ — максимальная величина перепада индукции, l — глубина экранировки. Для указанного значения B_j и ширины зоны аккомодации 0,18 мкм значение j_c^{loc} составляет $7 \cdot 10^7$ А/см^2. Данная величина превышает значение $j_c^{loc} = 5{,}6 \cdot 10^7$ А/см^2, полученное для Nb в работе [12] для симметричной границы наклона с осью разориентировки [110] и углом разориентировки 30°, и составляет ~ 20% величины тока распаривания в Nb.

В [10] показано, что для Nb1 увеличение T_c в результате деформации кручением при 4,2 К происходит вплоть до $\gamma \sim 0{,}1$. В этих же условиях значение J_c в малых полях снижается. Разгрузки деформированных образцов, а также отжиг при 300 К приводят к уменьшению T_c [10] и увеличению J_c, что свидетельствует о заметной роли напряженного состояния, особенно в участках локализации пластического течения. Такое поведение T_c и J_c качественно соответствует выражению (1).

Более низкое значение эффекта снижения J_c, характерное для Nb2, связано, вероятно, с тем, что для сверхпроводников с бо́льшим содержанием

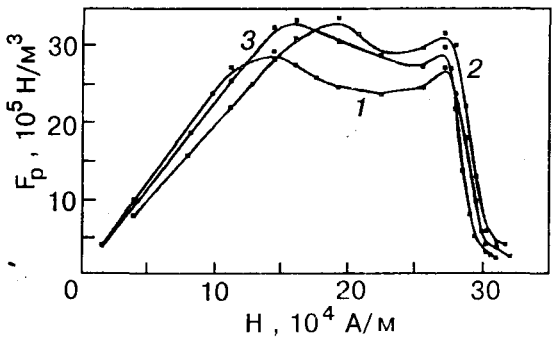

Рис. 4. Полевые зависимости объемной силы пиннинга $F_p(H)$ Nb2 с различным структурным состоянием: $\gamma = 0$ (*1*); 0,054 (*2*); разгрузка деформированного образца + отжиг 18 ч при 300 К (*3*).

примесей деформационное увеличение T_c ниже по сравнению с кристаллами высокой чистоты [3].

Снижение токонесущей способности ниобия в малых полях после низкотемпературной деформации соответствует уменьшению объемной силы пиннинга F_p. Для всех структурных состояний Nb2 зависимость $F_p(H)$ (см. рис. 4) характеризуется двумя максимумами, причем правый максимум, как видно из сравнения рис. 1,*а* и рис. 4, обусловлен пик-эффектом. Рассмотрим подробнее природу левого максимума. Максимум F_p в малых полях, связанный с поверхностным пиннингом, наблюдался в работах [13,14]. В частности, в [14] при изучении F_p облученного Nb показана существенная зависимость положения и высоты левого максимума от угла между направлением поля и поверхностью образца. При уменьшении угла положение этого максимума смещается в сторону бо́льших полей. В [14] для исходного образца в случае, когда поле направлено параллельно поверхности образца, этот максимум расположен при $H \sim 0{,}4H_{c2}$. В нашем случае для Nb1 в исходном состоянии левый максимум наблюдается при $H \sim 0{,}45H_{c2}$. Сказанное выше позволяет связать левый максимум на зависимостях $F_p(H)$ на рис. 4 с пиннингом на наружной и внутренней поверхностях трубчатых образцов. Ввиду того что левее этого максимума падение напряжения на ВАХ имеет лавинообразный характер, положение максимума в данных условиях существенно связано с «включением» механизма ТМН. В исходном состоянии локальные токи высокой плотности будут протекать вблизи поверхности, что обусловлено существованием барьера Бина—Ливингстона. Этот барьер может проявляться в зависимости от качества поверхности вплоть до термодинамического критического поля [15]. Кроме того, определенную роль в поверхностном пиннинге будут играть также газовые примеси (в основном металлургический кислород), расположенные вблизи поверхности.

Увеличение внешнего поля снижает локальные токи, и когда «запас» энтальпии превысит плотность магнитной энергии, связанной со значением j_c^{loc}, вероятность катастрофических скачков потока снизится и механизм ТМН «выключится» [5]. Для деформированного Nb происходит рост T_c и соответственно j_c^{loc}. Поэтому «выключение» механизма ТМН будет происходить при бо́льших значениях поля. Это объясняет смещение левого максимума вправо на зависимости $F_p(H)$ у деформированного образца и частичное обратное его смещение после разгрузки и отжига (см. рис. 4).

Таким образом, в данной работе для Nb различной чистоты показано, что снижение токонесущей способности в малых полях после деформации при 4,2 К связано, как и в случае V [5], с усилением термомагнитной неустойчивости в местах локализации пластической деформации. В этом явлении заметную роль играют поля внутренних напряжений, связанные с участками локализованного пластического течения, частично релаксирующие при разгрузке и последующем отжиге деформированного образца.

Работа поддерживается Международным научным фондом Дж. Сороса, грант № U9Z000.

1. А. Кемпбелл, Дж. Иветс, *Критические токи в сверхпроводниках*, Мир, Москва (1975).
2. D. Dew-Hughes, *Philos. Mag.* **30**, 293 (1974).
3. В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, *ФНТ* **19**, 951 (1993).
4. И. А. Гиндин, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, в кн.: *Матер. 2 Научн. семинара «Металлофизика сверхпроводников»*, Киев (1983), с. 218.
5. В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, *ФНТ* **18**, 1183 (1992).
6. А. Вл. Гуревич, Р. Г. Минц, А. Л. Рахманов, *Физика композиционных сверхпроводников*, Наука, Москва (1987).
7. В. А. Альтов, В. Б. Зенкевич, М. Г. Кремлев, В. В. Сычев, *Стабилизация сверхпроводящих магнитных систем*, Энергоатомиздат, Москва (1984).
8. В. З. Бенгус, А. М. Долгин, *Препринт ФТИНТ АН УССР № 1*, Харьков (1988).
9. В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, *Зав. лаб.* **50**, 78 (1984).
10. В. К. Аксенов, И. А. Гиндин, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов, *ФНТ* **11**, 93 (1985).
11. *Таблицы физических величин (Справочник)*, Атомиздат, Москва (1976).
12. И. А. Белоконь, Л. Я. Винников, *ФНТ* **12**, 566 (1986).
13. С. М. Ашимов, Т. П. Бацанкалашвили, Н. Л. Недзеляк, Дж. С. Цакадзе, *ФНТ* **6**, 716 (1980).
14. М. П. Волков, Ю. Н. Сокурский, С. И. Цыпкин, В. И. Чуев, В. Н. Шишов, *ФНТ* **8**, 384 (1982).
15. В. В. Шмидт, *Введение в физику сверхпроводников*, Наука, Москва (1982).

Influence of the structure defects induced by deformation at 4,2 K on the critical current of superconducting niobium

V. K. Aksenov, V. I. Sokolenko, and Ya. D. Starodubov

The influence of deformation defects generated by twist deformation at 4.2 K upon field dependences of the critical current density $J_c(H)$ of niobium is studied. It is shown that the typical increase of J_c value near H_{c2} and its «anomalous» drop in a relatively low-field region is a result of increasing flow stress. The decrease in J_c is due to the intensification of thermomagnetic instability in the ares of localized plastic deformation (twin boundaries, rotation plasticity areas). As discussed earlier at these sites the superconducting transition temperature T_c is essentially higher (by ~ 10%), and this stipulates for the running of local high-density critical current. Characteristics of thermomagnetic instability are estimated.