Физика низких температур, 1996, т. 22, № 5, с. 583–585

О связи магнитных свойств при 4,2 К и структуры ванадия, деформированного в различных температурных условиях

В. К. Аксенов, Н. А. Черняк, О. И. Волчок, Я. Д. Стародубов

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Украина, 310108, г. Харьков, Академическая, 1

Изучено влияние деформации волочением при 300 и 77 К на намагниченность ванадия при 4,2 К. Установлено, что наблюдаемые изменения критических полей, пиннинга и особенности проявления пик-эффекта определяются формированием неоднородных дислокационных структур, связанных с возникновением границ разориентации деформационного происхождения. Показано, что с понижением температуры деформации наблюдаемые эффекты усиливаются, что обусловлено возрастанием мощности границ разориентации. По изменениям верхних критических полей проведена оценка плотности дислокаций в наиболее мощных границах.

Вивчено вплив деформації волочінням при 300 та 77 К на намагніченість ванадію при 4,2 К. Встановлено, що спостерігаємі зміни критичних полів, пінінгу та особливості виявлення пік-ефекту обумовлені формуванням неоднорідних дислокаційних структур, що пов'язані з виникненням меж разорієнтації деформаційного походження. Показано, що із зниженням температури деформації спостережувані ефекти посилюються, що обумовлено зростанням потужності меж разорієнтації. По змінам верхніх критичних полів зроблено оцінку густини дислокацій у найбільш потужних межах.

Изменения критических параметров сверхпроводящих материалов в результате деформации во многом обусловлены степенью дефектности и спецификой сформированного структурного состояния. Интерпретация причин происходящих изменений, классификация структурных элементов, ответственных за наблюдаемые эффекты, является одной из сложных проблем физики сверхпроводников. Существенные трудности возникают в случаях развития неоднородных дислокационных структур, появления границ разориентации деформационного происхождения. Изучение влияния мощности таких границ, определяемой углом разориентации, степенью дефектности и уровнем вызываемых ими внутренних напряжений, на сверхпроводящие характеристики материала способствует решению данной задачи. Не менее интересной представляется и обратная задача — оценка по соответствующим изменениям сверхпроводящих параметров плотности дислокаций в границах с высокой разориентировкой, поскольку тонкая структура последних не разрешима при непосредственных структурных исследованиях методом просвечивающей электронной микроскопии.

Одним из апробированных способов формирования уровня мощности границ разориентации при постоянной степени деформации является деформирование металла в различных температурных условиях. Так, согласно [1], в ванадии после волочения со степенью деформации $\varepsilon = 80\%$ при температурах $T_1 = 300$ К и $T_2 = 77$ К развиваются подобные по характеру, но отличающиеся по углу разориентации, полосовые структуры. В настоящей работе изучено влияние таких структур на намагниченность ванадия при 4,2 К. Выбор метода исследования обусловлен чувствительностью магнитных свойств к плотности и морфологии распределения дислокаций.

Образцы и методика исследований

Объектом исследования служил поликристаллический ванадий электронно-лучевой плавки чистотой 99,88%. Цилиндрические заготовки проходили рекристаллизационный отжиг при температуре 1300 К в вакууме $1{,}3 \cdot 10^{-5}$ Па в течение 3 ч. В исходном состоянии перед деформацией материал характеризовался температурой сверхпроводящего перехода $T_c \approx 4{,}88$ К и удельным электросопротивлением $\rho_n \approx 3{,}78 \cdot 10^{-8}$ Ом·м при 5 К. Последующую деформацию волочением при T_1 и T_2 осуществляли на специальном устройстве [2]. По достижении степени деформации $\varepsilon = 80\%$ вырезались проволочные образцы (диаметром 1,2 мм, длиной 12 мм), геометрия которых отличалась не более чем на 1%. Структурное состояние, практически идентичное исходному (рекристаллизованному), создавалось повторным отжигом по режиму

© В. К. Аксенов, Н. А. Черняк, О. И. Волчок, Я. Д. Стародубов, 1996

отжига заготовки. Исследования магнитных свойств в исходном и деформированном состояниях проводились на одном и том же образце.

Для снятия полевых зависимостей намагниченности $M(H)$ использовался специальный магнитометр, позволяющий регистрировать зависимость $M(H)$ в ходе непрерывного изменения магнитного поля. Образцы длинной стороной располагались перпендикулярно магнитному полю. Устройство и техника проведения эксперимента подробно описаны ранее [3,4]. максимальная погрешность измерений не превышала 5%.

Результаты и их обсуждение

Значения нижнего H_{c1} и верхнего H_{c2} критических полей для образцов в исходном состоянии и деформированном при различных температурах представлены в таблице.

Таблица

Значения критических полей ванадия в различных структурных состояниях

Состояние	H_{c1}, Э	H_{c2}, Э
Исходное	90	1660
T_1 = 300 К, ε = 80%	84	2010
T_2 = 70 К, ε = 80%	80	2660

Из таблицы видно, что в результате деформации имеет место снижение H_{c1} и рост H_{c2}, причем данные изменения наиболее ярко проявляются после деформации в криогенных условиях. Если процесс намагничивания исходных образцов описывается типичными гистерезисными зависимостями, то у деформированных наблюдается пик-эффект (рис. 1). Из сопоставления кривых $M(H)$ следует, что низкотемпературое воздействие приводит к более сильному пиннингу магнитного потока.

Сопоставим данные магнитных и структурных исследований. После обжатия при 300 К в основном объеме материала типичной является слабо разориентированная (до 2°) ячеистая структура, которая характеризуется плотностью дислокаций внутри ячеек $N_1 \simeq 7 \cdot 10^{10}$ см$^{-2}$ и средним расстоянием между границами $L_1 \simeq 0{,}35$ мкм. С понижением температуры деформации до 77 К происходит фрагментация материала с разориентацией между фрагментами до 15°, при этом плотность дислокаций в теле фрагмента увеличивается до $N_2 \simeq 2{,}6 \cdot 10^{11}$ см$^{-2}$, а среднее расстояние между границами до $L_2 \simeq 0{,}3$ мкм. Как в том, так и в другом случае деформационные границы вытянуты вдоль направления волочения, и поэтому значения L_1 и L_2 измерены в поперечном направлении. Отметим, что внутри фрагментов наблюдаются резкие изменения дифракционного контраста и большое число изгибных контуров, что свидетельствует о существовании высоких и неоднородных внутренних напряжений.

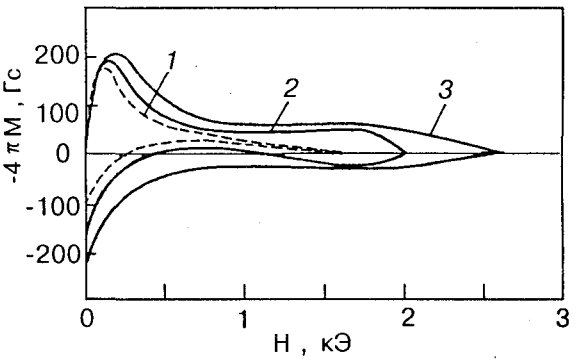

Рис. 1. Кривые намагничивания образцов ванадия в различных структурных состояниях: исходное (*1*); после деформации при T_1 = 300 К (ε = 80%) (*2*); после деформации при T_2 = = 77 К (ε = 80%) (*3*).

Наблюдаемые в результате деформации изменения магнитных свойств связаны с возникновением неоднородных дислокационных структур. В меру их развития в объеме сверхпроводника сосуществует совокупность дефектных образований с индивидуальными сверхпроводящими свойствами. Модельные представления о неоднородности сверхпроводящего состояния в случае ячеистой структуры развиты в работе [5], согласно которой структурными элементами, ответственными за наблюдаемые изменения критических полей, являются стенки ячеек. Представляется, что и в результате деформирования в низкотемпературных условиях более существенные изменения этих характеристик обусловлены развитием ротационной пластичности, появлением мощных границ разориентации.

Используя экспериментальные значения H_{c2}, оценим плотность дислокаций на таких границах. При рассмотрении характеристик рассеяния будем считать, что рассеяние на ядрах индивидуальных дислокаций является доминирующим фактором. Тогда характерное электросопротивление границы ρ_b связано с соответствующей плотностью дислокаций N_b соотношением

$$\rho_b \simeq \rho_n + N_b \rho_d \,, \qquad (1)$$

где ρ_d — вклад, вносимый в электросопротивление единицей длины дислокационной линии. На основании определения параметра Гинзбурга—Ландау K и его зависимости от электросопротивления ρ, которая, согласно [6], имеет вид

$$K = K_0 + 2{,}37 \cdot 10^6 \gamma^{1/2} \rho \,, \qquad (2)$$

где K_0 — параметр чистого металла; γ — коэффициент в линейном законе теплоемкости, нетрудно убедиться, что относительные изменения полей H_{c2} удовлетворяют выражению

$$\frac{(\Delta H_{c2}^{(2)})/H_{c2}}{(\Delta H_{c2}^{(1)})/H_{c2}} = \frac{N_b^{(2)}}{N_b^{(1)}} \,. \qquad (3)$$

(Цифры 1 и 2 в скобках соответствуют состоянию материала после деформации при T_1 и T_2 .) Так как $N_b^{(1)} \simeq (4\text{–}5)N_1$, то $N_b^{(2)} \simeq (8\text{–}10) \cdot 10^{11}$ см$^{-2}$.

Остановимся на некоторых отличиях зависимостей $M(H)$ деформированных образцов. В объеме сверхпроводника существует набор разнотипных центров закрепления нитей потока. Основной вклад в силу пиннинга для областей со сравнительно однородным распределением дислокаций вносит взаимодействие вихревых нитей с полем напряжений [7]. При рассмотрении пиннинга, происходящего на деформационных границах, отметим следующее. В случае слабо разориентированных границ пиннинг может быть объяснен модуляциями величины K из-за локального уменьшения длины свободного пробега электронов в окрестностях границы [5,8]. Для границ с сильной разориентацией существен еще один механизм, обусловленный взаимодействием нитей потока с мощным, пространственно расширенным полем упругих напряжений. Совокупное действие всех факторов обеспечивает соответствующие изменения зависимости $M(H)$ и увеличение объемной силы пиннинга для материала, подвергнутого низкотемпературной деформации. Известно, что пиннинг, связанный с неоднородными дислокационными структурами, часто приводит к пик-эффекту [5,7]. В нашем случае эта неоднородность обусловлена наличием полосовых структур. Уширение спектра границ по мощности в результате деформирования в криогенных условиях усиливает размытие особенностей хода кривой $M(H)$ по сравнению с деформированием при 300 К. Для более полного описания свойств сверхпроводников с такими специфическими элементами структуры, как мощные границы разориентации, необходима разработка моделей, учитывающих роль полей внутренних напряжений.

Работа была поддержана Международным научным фондом Дж. Сороса (грант № U9Z000).

1. В. К. Аксенов, О. И. Волчок, Я. Д. Стародубов, А. В. Мац, *ФНТ* **21**, 1246 (1995).
2. О. И. Волчок, И. М. Неклюдов, Я. Д. Стародубов, Б. П. Черный, *Металловедение и термическая обработка металлов* **12**, 28 (1993).
3. Б. Г. Лазарев, Л. С. Лазарева, В. А. Полтавец, С. И. Горидов, в сб.: *Вопросы атомной науки и техники, Сер. Фундаментальная и прикладная сверхпроводимость*, Харьков вып. 3(9), 45 (1979).
4. Н. А. Черняк, Б. К. Прядкин, М. А. Тихоновский, М. М. Олексиенко, в сб.: *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Фундаментальная и прикладная сверхпроводимость*, Харьков, вып. 7(7), 11 (1989).
5. D. Dew-Hughes and M. I. Witcomb, *Philos. Mag.* **26**, 73 (1972).
6. B. Serin, in: Superconductivity, R. D. Parks and Marcel Dekker (eds.), New York (1969), v. 2, p. 925.
7. А. Кемпбелл, Дж. Иветс, *Критические токи в сверхпроводниках*, Мир, Москва (1975).
8. W. E. Vetter, D. A. Thomas, and E. I. Kramer, *Philos. Mag.* **B46**, 523 (1982).

The relation between magnetic properties at 4.2 K and structure of vanadium deformed at different temperatures

V. K. Aksenov, N. A. Chernyak,
O. I. Volchok, and Ya. D. Starodubov

The effect of deformation by drawing at 300 and 77 K on magnetization of vanadium at 4.2 K is studied. It has been found that the changes of critical fields, pinning and peculiarities of peak-effect observed are defined by the heterogeneous dislocation structures resulting from a formation of misorientation boundaries of deformation origin. It is shown that with decreasing deformation temperature the effects observed are enhanced due to increasing power of the misorientation boundaries. The dislocation density in the most powerful boundaries is determined from the measurements of varying upper critical fields.