

Температура сверхпроводящего перехода в гафнии при давлениях до 64 ГПа

И. О. Башкин¹⁾, М. В. Нефедова, В. Г. Тиссен, Е. Г. Понятовский

Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

Поступила в редакцию 11 октября 2004 г.

После переработки 27 октября 2004 г.

Измерены температуры сверхпроводящих переходов T_c гафния в зависимости от давления до 64 ГПа. Обнаружено, что характер зависимости T_c от давления при α - ω - β переходах в Hf существенно тот же, что и для Zr. В областях α -и β -фаз T_c возрастает с наклонами $dT_c/dP = 0.05$ и 0.16 К/ГПа, соответственно. При α - ω переходе $T_c(P)$ имеет тенденцию к уменьшению, а при ω - β переходе величина T_c скачком возрастает от 5.8 до 8.0 К. Переход α - ω происходит при давлении между 31.2 и 35.9 ГПа, давление ω - β перехода составляет 62 ± 2 ГПа.

PACS: 64.70.Kb, 74.62.-c, 74.62.Fj

1. Введение. Переходные металлы IV группы Ti, Zr и Hf при нормальных условиях имеют гексагональную плотноупакованную структуру (ГПУ α -фаза), а под давлением все три элемента претерпевают полиморфные переходы [1]. Титан переходит вначале в гексагональную ω -фазу, а при $P \geq 116$ ГПа – в γ -и δ -фазы с орторомбической структурой [2, 3]. Последовательность структурных переходов α - ω - β , включающая объемноцентрированную кубическую (ОЦК) β -фазу, была впервые обнаружена для Zr [4], а вскоре ее наблюдали и в Hf [5]. Для Zr давление ω - β перехода находится в пределах от 30 [6] до 33 ГПа [4], а для Hf определено значение $P = 71$ ГПа [5]. Последовательность переходов α - ω - β была корректно описана в результате теоретических расчетов устойчивости структур под давлением [7–9], в которых изменения структур связываются с s - d переносом электронов и увеличением заполнения d -зоны. Измерения температур сверхпроводящих переходов T_c в интервале давлений до 48 ГПа продемонстрировали скачкообразное увеличение T_c циркония при ω - β переходе [10]. Акахама и др. [6] отметили также близость величин T_c и удельных объемов ОЦК ниобия при атмосферном давлении и β -Zr при $P = 30$ ГПа и объяснили эти факты увеличением заполнения d -зоны до величины, свойственной элементам V группы.

Позднее были проведены структурные измерения и измерения T_c под давлением для ряда двойных сплавов Zr–Ti [11, 12] и Zr–Hf [13]. Во всех исследованных сплавах T_c тоже возрастала скачком при ω - β переходе. Кривые изобарических зависимостей T_c от состава, построенные по экспериментальным данным

при высоких давлениях, своей куполообразной формой оказались подобными аналогичным кривым для сплавов IV–V групп при атмосферном давлении [14].

Сходство в поведении структур Zr и Hf под давлением в рамках идеи о межзонном переносе электронов под давлением позволяло ожидать, что зависимость T_c от давления для гафния будет аналогична той, что ранее наблюдали для циркония. Экспериментально для Hf поведение T_c с давлением вплоть до ω - β превращения ранее не исследовали. В настоящей работе измерена зависимость T_c гафния от давления до 64 ГПа, и на зависимости $T_c(P)$ обнаружены аномалии, которые мы связываем с α - ω - β структурными переходами.

2. Методика. Металлический Hf для исследований был приготовлен переплавом прутка иодидного Hf в вакууме зонной плавкой. Чистота исходного металла была не ниже 99.95 ат.%, включая примеси внедрения. Образцы изготавливали шлифовкой стружки, нарезанной из исходного металла, до толщины ~ 0.02 мм.

Для создания высоких давлений использовали аппарат с алмазными наковальнями, изготовленный из немагнитных материалов [15]. Измерительная ячейка с примерным сохранением масштаба показана на рис.1. Измерительная катушка смонтирована симметрично вокруг наковален, компенсирующая катушка расположена в одной плоскости с измерительной на расстоянии около 1 мм, вторичные обмотки включены навстречу. Диаметр рабочей площадки наковален около 0.4 мм. Образец и кристаллы рубинового эталона помещали между наковальнями в отверстие металлической прокладки диаметром 0.12 мм. Передающей давление средой служила смесь мета-

¹⁾e-mail: bashkin@issp.ac.ru

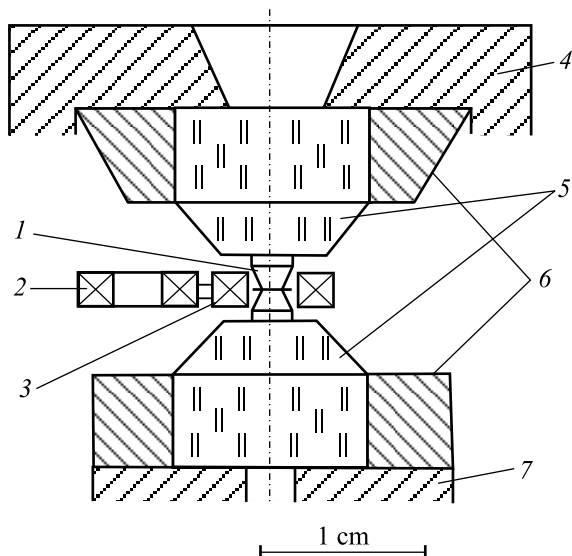


Рис.1. Рабочая ячейка аппарата с алмазными наковальнями. 1 – алмазные наковальни, 2 – компенсирующая катушка, 3 – измерительная катушка, 4 – цилиндр прессы, 5 – сапфировые опоры, 6 – поддерживающие кольца, 7 – поршень прессы

нол-этанол в соотношении 4:1. Определение давления по смещению люминесцентной линии рубина с точностью ± 0.05 ГПа осуществляли после низкотемпературных измерительных циклов и отогрева прессы до комнатной температуры.

Сверхпроводящие переходы фиксировали как аномалии на температурной зависимости магнитной восприимчивости $\chi(T)$, измеряемой на переменном токе частотой 5.2 кГц при отогреве образца от минимальной температуры. Минимальная температура, равная 1.3 К, достигалась вакуумной откачкой гелия из криостата с погруженным в него аппаратом высокого давления. Для измерений температуры с точностью ± 0.2 К использовали термопару (Cu-Fe)-Cu.

Значения T_c определяли как точки пересечения между касательной к участку крутого падения кривой $\chi(T)$ и продолжением ее высокотемпературного горизонтального участка.

3. Результаты. На рис.2 представлены типичные кривые магнитной восприимчивости $\chi(T)$, измеренные при нагреве в различных интервалах давления, а на рис.3 экспериментальные данные показаны в виде зависимости $T_c(P)$.

При атмосферном давлении Hf имеет $T_c = 0.128$ К [1], что значительно ниже предела наших измерений. В первый раз аномалия на кривой $\chi(T)$, свидетельствующая о начале сверхпроводящего перехода, была зафиксирована при давлении 31.2 ГПа. При следующем давлении, 35.9 ГПа, сверх-

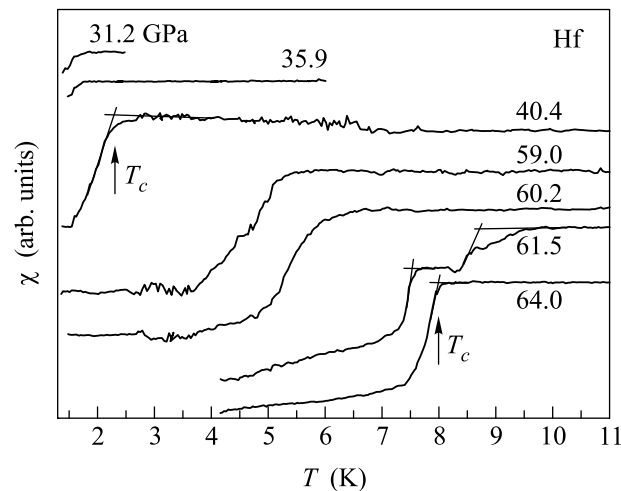


Рис.2. Кривые магнитной восприимчивости $\chi(T)$, измеренные в процессе нагрева при указанных значениях давлений. Геометрические построения иллюстрируют графическое определение T_c

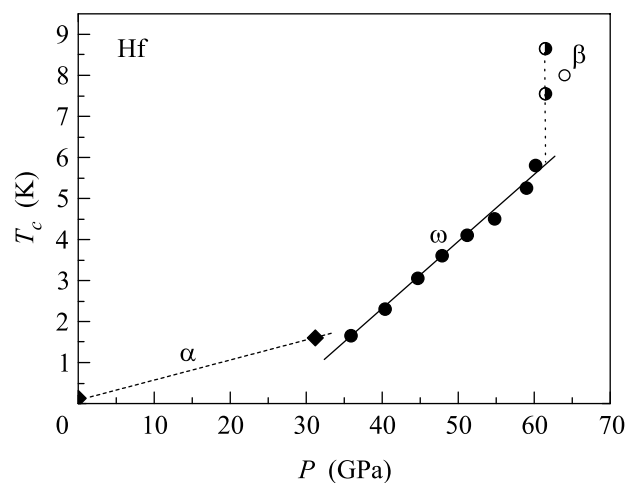


Рис.3. Зависимость температуры сверхпроводящего перехода в Hf от давления. Маркировка точек отражает разные фазовые состояния Hf (см. текст)

проводящий переход также находился близ нижней границы диапазона измерений. В дальнейшем в интервале $P = 40 - 60.2$ ГПа на кривых $\chi(T)$ фиксировались как начало, так и конец сверхпроводящего перехода. При всех давлениях из этого диапазона сверхпроводящий переход растянут по температуре на интервал ~ 1 К. Определенные, как указано выше, точки переходов в интервале от 35.9 до 60.2 ГПа на рис.3 в пределах точности измерений ложатся на одну прямую с наклоном $dT_c/dP = 0.16 \pm 0.01$ К/ГПа. Согласно рентгеноструктурным данным [5], $\alpha - \omega$ переход в Hf происходит в интервале 38 ± 8 ГПа. Поэтому очевидно, что линейная зависимость в интервале 35.9–60.2 ГПа отражает поведение темпе-

ратуры сверхпроводящего перехода в ω -Hf. Точка, фиксируемая при 31.2 ГПа, далеко отклоняется от этой зависимости и, очевидно, представляет повысившуюся температуру сверхпроводящего перехода в α -Hf. В таком случае для α -Hf наклон $dT_c/dP \approx 0.05$ К/ГПа. Если исходить из данных на рис.3, структурное $\alpha - \omega$ превращение в Hf происходит в интервале между 31.2 и 35.9 ГПа. Таким образом, наблюдаемые нами давление и интервал $\alpha - \omega$ перехода в Hf заметно меньше, чем в структурном исследовании [5], но узкий интервал этого перехода находится в лучшем соответствии с аналогичными данными для Zr [4, 6, 10] и сплавов Zr-Ti и Zr-Hf [11-13].

При более высоких давлениях аномалия $\chi(T)$ значительно изменяется. Двухступенчатая форма скачка $\chi(T)$ при $P = 61.5$ ГПа с $T_c = 7.55$ и 8.65 К на рис.2 является признаком двухфазного $\omega + \beta$ -состояния образца в этих условиях. Следующее измерение при $P = 64.0$ ГПа показало резкий скачок $\chi(T)$ в интервале шириной менее 0.5 К с $T_c = 8.0$ К. Последнее значение значительно выше линейной зависимости $dT_c(P)$ для ω -Hf, что является признаком перехода Hf в новое однофазное состояние, β -фазу. Разрушение камеры не позволило изучить поведение T_c в области стабильности β -Hf.

4. Заключение. Структурные $\alpha - \omega - \beta$ переходы в Hf сопровождаются изменениями T_c , которые подобны аналогичным изменениям T_c в Zr и сплавах Zr-Ti и Zr-Hf. В областях стабильности α -и ω -фаз Hf температуры сверхпроводящих переходов возрастают с давлением. Переход $\alpha - \omega$, по видимому, сопровождается небольшим уменьшением T_c , а при $\omega - \beta$ переходе величина T_c скачком возрастает от 5.8 до 8.0 К.

Работа выполнена при поддержке проекта Российского фонда фундаментальных исследований # 03-

02-17005 и Программы ОФН РАН "Теплофизика и механика интенсивных импульсных воздействий".

1. E. Yu. Tonkov, *High Pressure Phase Transformations*, Vol. 2, Gordon and Breach, Philadelphia, 1992.
2. Y. K. Vohra and P. T. Spencer, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 3068 (2001).
3. Y. Akahama, K. Nakano, S. Umemoto et al., *Phys. Rev. Lett.* **87**, 275503 (2001).
4. H. Xia, S. J. Duclos, A. L. Ruoff, and Y. K. Vohra, *Phys. Rev. Lett.* **64**, 204 (1990).
5. H. Xia, G. Parthasarathy, H. Luo et al., *Phys. Rev.* **B42**, 6736 (1990).
6. Y. Akahama, M. Kobayashi, and H. Kawamura, *J. Phys. Soc. Japan* **60**, 3211 (1991).
7. J. S. Gyanchandani, S. C. Gupta, S. K. Sikka, and R. Chidambaram, *J. Phys.: Condens. Matter* **2**, 6457 (1990).
8. R. Ahuja, J. M. Wills, B. Johansson, and O. Eriksson, *Phys. Rev.* **B48**, 16269 (1993).
9. S. A. Ostanin and V. Yu. Trubitsin, *Phys. Rev.* **B57**, 13485 (1993).
10. Y. Akahama, M. Kobayashi, and H. Kawamura, *J. Phys. Soc. Japan* **59**, 3843 (1990).
11. I. O. Bashkin, V. G. Tissen, M. V. Nefedova et al., *Письма в ЖЭТФ* **73**, 80 (2001) [*JETP Lett.* **73**, 75 (2001)].
12. I. O. Bashkin, V. K. Fedotov, M. V. Nefedova et al., *Phys. Rev.* **B68**, 054401 (2003).
13. И. О. Башкин, М. В. Нефедова, Е. Г. Понятовский, В. Г. Тиссен, *Письма в ЖЭТФ* **78**, 91 (2003) [I. O. Bashkin, M. V. Nefedova, E. G. Ponyatovsky, and V. G. Tissen, *JETP Lett.* **78**, 80 (2003)].
14. Е. М. Савицкий, Ю. В. Ефимов, Н. Д. Козлова и др., *Сверхпроводящие материалы*, М.: Металлургия, 1976.
15. В. Г. Тиссен, Е. Г. Понятовский, В. М. Кулаков и др., *ПТЭ* **5**, 175 (1986).