

СВЯЗЬ МЕЖДУ СВЕРХПРОВОДЯЩИМИ СВОЙСТВАМИ
СПЛАВА Ti – Nb – Fe И ПАРАМЕТРАМИ СПЕКТРОВ ЯГР

А.Ф.Прокошин, И.М.Пузей

Исследование процессов фазового распада в сверхпроводящих сплавах на его начальных стадиях, с которыми связано наиболее существенное изменение сверхпроводящих свойств, представляет значительный интерес. Использование для этой цели таких методов, как рентгеновский и электронная микроскопия часто оказывается малоэффективным из-за небольшого количества и мелкодисперсности выделений [1]. Новые возможности для изучения этого процесса открываются с применением метода ядерной γ -резонансной спектроскопии (ЯГРС), обладающего высокой чувствительностью к изменению локального окружения резонансных атомов [2]. Целью настоящей работы являлось установление связи между критической плотностью тока J_c (макроскопическим параметром наиболее чувствительным к изменению микроструктуры сплава) и параметрами спектров ЯГР, непосредственно отражающими это изменение.

Для исследования нами выбран сплав на основе Ti, содержащий 38 ат. % Nb и 5 ат. % Fe. Выбор состава определялся предположением, что в процессе распада однофазного твердого раствора, существующего согласно [3] в системе Ti – Nb – Fe при температурах выше 1000°C, атомы Fe будут перераспределяться между фазами, и это окажет существенное влияние на критическую плотность тока. Исходными материалами для сплава служили иодидный Ti, электроннолучевой Nb и Fe высокой чистоты, обогащенное до 8% резонансным изотопом Fe⁵⁷. Слиток весом 40 г после пятикратного переплава в луночной печи с инертным электродом в атмосфере аргона был прокатан при температуре около 1000°C в вакууме до толщины 3 мм. Дальнейшая прокатка до 70 мкм осуществлялась при комнатной температуре. Исследовались образцы после холодной деформации и отжига в вакууме 10⁻⁵ тор в течение 10 час при температуре от 350 до 800°C.

Спектры ЯГР снимались при комнатной температуре на спектрометре MS – 10К фирмы "Карл Цейсс Йена" в режиме работы с постоянной скоростью. Источником служил Co⁵⁷ в Pt. Толщина поглотителей по резонансному изотопу составляла около 0,1 мг/см². Для обработки спектров использовалась

ЭЦВМ "Минск-22". Критическая плотность тока измерялась при $T = 4,2^{\circ}\text{K}$ на установке со сверхпроводящим соленоидом [4]. Образцы для измерения J_c размером $10 \times 1 \times 0,07 \text{ мм}^3$ вырезали из средней части поглотителей после проведения месбауэровских исследований. Магнитное поле при измерениях J_c было перпендикулярно плоскости прокатки ленты и направлению транспортного тока.

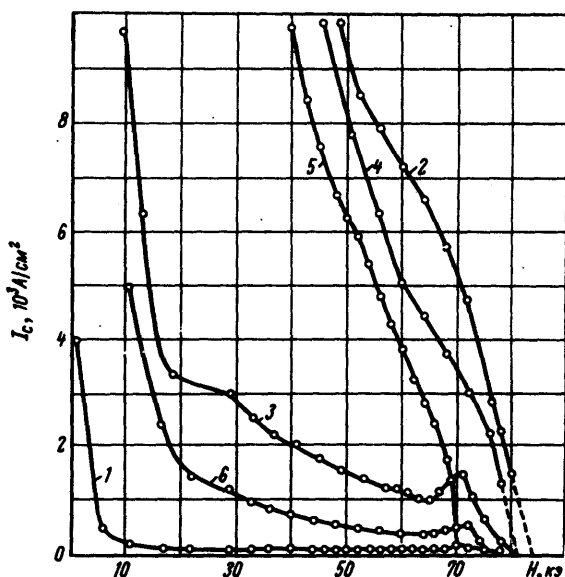


Рис. 1. Зависимость критической плотности тока от напряженности магнитного поля для образцов после холодной деформации кривая 1 и после отжига при 450° кривая 2; при 500° кривая 3, при 600° кривая 4, при 700° кривая 5 и при 800°C кривая 6

Зависимость J_c от напряженности магнитного поля H для образцов после отжига при различных температурах представлена на графике (рис. 1). Резкое повышение J_c и существенное изменение формы кривой $J_c(H)$ по сравнению с кривой для образцов после холодной деформации 1 и отжига при 350°C (кривая не приведена, так как она существенно не отличается от 1) наблюдается у образца, отожженного при 450°C (образец, отожженный при 400° был поврежден при измерениях, и зависимость $J_c(H)$ для него не удалось установить). Отжиг при 500°C оказывает гораздо меньшее влияние на J_c , чем отжиг при 450° : сохраняется пик J_c в области высоких полей, величина J_c в средних полях приблизительно в 10 раз ниже соответствующего значения J_c после отжига при 450°C . Влияние отжигов при 600 и 700°C на J_c качественно такое же, как и отжига при 450° , однако отжиг при 700° снижает критическое поле до 70 кэ . Отжиг при 800° оказывает влияние на J_c меньшее, чем отжиг при 500° .

На рис. 2 приведены спектры ЯГР для образцов после холодной деформации *a* и после отжигов при 450° — *б*, 500° — *в*, 600° — *г* и 800° — *д*. Спектры для образцов, отожженных при 350 и 700°С не приведены, они близки по форме к спектрам *a* и *д*, соответственно. При анализе спектров ЯГР мы исходили из следующей

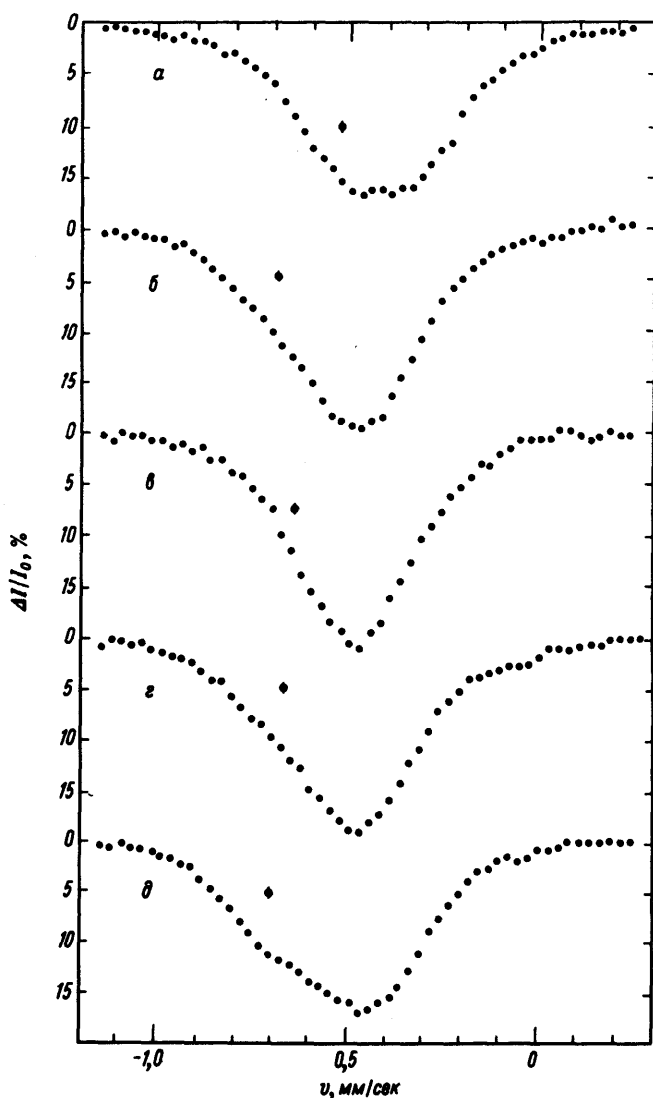


Рис. 2. Спектры ЯГР для образцов после холодной деформации *a* и после отжигов при 450° кривая *б*, при 500° кривая *в*, при 600° кривая *г*, и при 800°С *д*

схемы фазового распада. Образцы после холодной деформации имеют метастабильную однофазную структуру с большой плотностью дефектов, которые стимулируют распад в областях близких к ним при относительно низких температурах отжига. Температура начала такого стимулированного дефектами распада в нашем случае близка к 400°С. Однако плотность дефектов при отжиге уменьшается, и существует температура отжига, при которой распад во всем объеме образца еще не возможен, а количество дефектных областей сокраща-

ется до минимума. Эта температура в нашем случае близка к 500°C . При более высоких температурах отжига становится возможным распад по всему объему образца. Мы предполагали, что атомы железа при распаде распределяются между твердым раствором на основе титана и второй фазой неизвестного состава, и при разложении аппроксимировали спектры двумя линиями лоренцевой формы. При этом оказалось, что величина химического сдвига основной линии в случае образцов, отожженных при $400, 450, 600$ и 700°C , не зависит от температуры отжига и составляет $\delta_1 = -0,48 \pm 0,01$ мм/сек (все сдвиги относительно Co^{57} в Pt). Эта величина совпадает с величиной химического сдвига одиночной линии, которой можно аппроксимировать спектр образца после отжига при 500°C . Величина δ_1 для образца, отожженного при 800° , равна $-0,43 \pm 0,02$ мм/сек. Положение центров линий в случае холоднореформированного образца и отожженного при 350° сдвинуто относительно Co^{57} в Pt на $-0,44 \pm 0,01$ мм/сек и $-0,48 \pm 0,01$ мм/сек, соответственно. Большая ширина линий ($0,45 \pm 0,03$) и форма их позволяют предполагать, что в этих случаях имеет место квадрупольное расщепление.

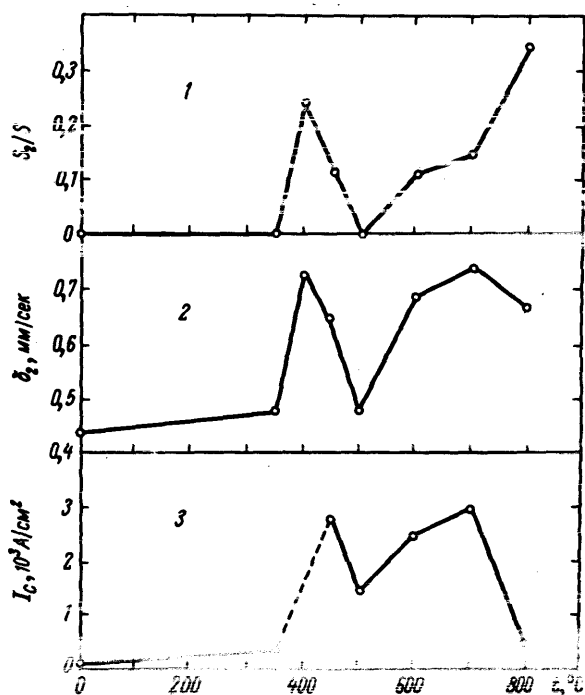


Рис. 3. Зависимость от температуры отжига относительной величины площади под второй линией спектра ЯГР 1, величины химического сдвига второй линии 2 и величины критической плотности тока в поле $H = 0,9 H_{c2}$

На рис. 3 приведены зависимости относительной величины площади под второй линией S_2/S и величины химического сдвига второй линии δ_2 от температуры отжига. При этом считается, что величина S_2/S в случае образцов после холодной деформации и отжига при 350 и 500° равна нулю, а величины δ_2 совпадают с положением центров этих спектров. Как видно из рис. 3, площадь под второй линией максимальна после отжигов при 400 и 800° , а величи-

на химического сдвига — после отжига при 400 и 700°. Относительная величина площади под второй линией пропорциональна доле атомов железа, ушедших из раствора, и характер ее зависимости от температуры отжига очевидно соответствует предполагаемой схеме распада. Величина химического сдвига δ_2 , по-видимому, изменяется в соответствии с изменением состава, структуры и размера выделений. На этом же рис. 3 приведена зависимость от температуры отжига величины критической плотности тока в поле $H = 0,9 H_{c2}$ (т. е. в поле, соответствующем пику J_c для кривых 1, 3 и 6 на рис. 1). Видно, что эта зависимость наиболее полно коррелирует с зависимостью $\delta_2(t)$. Можно предполагать, что величина химического сдвига для атомов железа в выделениях и величина критической плотности тока определяются одними и теми же факторами. Более подробное обсуждение полученных результатов будет опубликовано нами позднее.

Институт прецизионных сплавов
ЦНИИЧМ им. И.П.Бардина

Поступила в редакцию
13 апреля 1970 г.

Литература

- [1] R.R.Nake, J.A.Cape. Phys. Rev., 135, A1151, 1964.
- [2] В.С.Шпинель. Резонанс γ -лучей в кристаллах. М., Изд. Наука, 1969.
- [3] Д.А.Прокошкин, Е.В.Васильева. Сплавы ниобия. М., Изд. Наука, 1964.
- [4] А.Ф.Прокошин. Прецизионные сплавы. Сб. трудов ЦНИИЧМ, 71, 161, 1969.