

PACS: 81.40.Rs

М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.Н. Зверев, В.И. Внуков, И.С. Желтякова

МИКРОСТРУКТУРА И КРИТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ ТОКА
ЛЕНТОЧНЫХ КОМПОЗИТОВ С НАНОРАЗМЕРНЫМИ СЛОЯМИ
ИЗ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ СПЛАВОВ Nb–Ti

Институт физики твердого тела РАН

ул. Институтская, 2, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

E-mail: korzhov@issp.ac.ru

Исследованы структура и критическая плотность тока многослойных ленточных композитов, в которых сверхпроводящие слои из деформируемых сплавов Nb–Ti наноразмерной толщины чередовались с такими же слоями из ниобия. Композиты получены 3-этапной прокаткой многослойных пакетов вначале на вакуумном прокатном стане с нагревом до 950 °С, а затем прокаткой при комнатной температуре. Микроструктура поперечных сечений изучена методом растровой электронной микроскопии. Измерениями критического тока показано, что Nb-слои вызывали очень сильный пиннинг сверхпроводящих вихрей на границе сверхпроводник–нормальный металл. Об этом свидетельствовали большие значения анизотропии критической плотности тока при толщине слоев 10 нм и меньше.

Критическая плотность тока в сверхпроводниках является структурно-зависящей характеристикой материала. Это связано с тем, что такие структурные дефекты, как дислокации, выделения второй фазы, границы зерен, межфазные границы служат центрами закрепления сверхпроводящих вихрей. Причем межфазные границы сверхпроводник–нормальный металл являются наиболее эффективными из них [1]. В связи с этим плоские проводники с закономерным расположением чередующихся несверхпроводящих и сверхпроводящих слоев наноразмерной толщины представляют большой научный и практический интерес.

Работа в этом направлении начиналась с многослойных композитов Cu–Nb с целью исследования поведения механических свойств с уменьшением толщины слоев меди и ниобия вплоть до нескольких нанометров [2,3]. Но поскольку ниобий сам является сверхпроводником 2-го рода, были измерены критические плотности тока j_c исследуемого ленточного композита. Оказалось, что для холоднодеформированных образцов отношение j_c при параллельной ориентации плоскости ленты и направления магнитного поля к j_c при перпендикулярной ориентации равнялось 410 в полях 0.5–0.6 Т [4]. Та-

кая большая анизотропия критической плотности тока свидетельствовала о сильном закреплении сверхпроводящих вихрей на межслойных границах между несверхпроводящей медью и сверхпроводящим ниобием.

Цель настоящей работы – исследование структуры и критической плотности тока многослойных композитов, в которых сверхпроводящие слои состоят из деформируемых сплавов Nb–Ti двух составов с 31 и 50% Ti (здесь и далее – mass%).

1. Строение композитов и методика исследования

Исследовали две серии многослойных композитных лент, в каждой из которых представлено по пять вариантов ленточных проводников, отличающихся конструкцией и количеством слоев. Все ленты были толщиной 0.3 mm. Ленты, содержащие наибольшее количество слоев, дополнительно прокатывали до толщин 0.15 и 0.075 mm.

Ленты 1-й серии содержали чередующиеся слои ниобия и сплава Nb–50% Ti. Количество слоев ниобия и сплава изменялось соответственно от 675 и 540 до 7440 и 6975. Расчетные толщины слоев ниобия и Nb–Ti-сплава были одинаковы и при общей толщине ленты, равной 0.3 mm, изменялись соответственно в интервале от 119.5 до 10.1 nm. Через равные количества слоев сплава и ниобия располагались слои из меди. Их количество, считая два наружных слоя, равнялось 16. Толщина Cu-слоев 9.7 μm . Этот проводник являлся прототипом сверхпроводящих материалов, которые всегда содержат медь в качестве стабилизатора. Коэффициент заполнения для сплава Nb–Ti составлял 0.215–0.234. Так как измерения критического тока I_c проводили при температуре жидкого гелия во внешнем магнитном поле до 7 Т, создаваемом сверхпроводящим соленоидом, то уже в полях выше 0.1–0.2 Т ниобий, благодаря своему малому второму критическому магнитному полю, становился несверхпроводящим и мог исполнять роль эффективного центра закрепления сверхпроводящих вихрей. Кроме того, в лентах этой серии слои ниобия служили диффузионными барьерами против взаимодействия меди с титаном.

Многослойные ленты 2-й серии отличались тем, что содержали только два наружных Cu-слоя толщиной ~ 9 μm , ниобий-титановый сплав имел состав Nb–31% Ti и слои ниобия и сплава были различными по толщине. Расчетная толщина Nb-слоя при общей толщине ленты, равной 0.3 mm, изменялась от 90.9 до 7.9 nm, при этом их количество увеличивалось от 1395 до 14880 соответственно. Для Nb–Ti-слоя расчетная толщина уменьшалась в диапазоне от 138.5 до 11.8 nm, количество изменялось от 1116 до 13950 соответственно.

Ленты получали методом поэтапной прокатки. Каждый этап состоял из трех операций: 1) сборки пакета из фольг ниобия и сплава Nb–Ti, 2) горячей прокатки многослойного пакета и 3) прокатки полученной многослойной заготовки при комнатной температуре. Горячую прокатку проводили на вакуумном прокатном стане с нагревом до температуры 950°C за один или два прохода с деформацией за один проход ~ 25%. Такой режим прокатки и спе-

циальная подготовка соприкасающихся поверхностей всех фольг, составляющих пакет, гарантировали получение на выходе монолитной заготовки. При получении композитов 2-й серии к первой операции добавлялась вакуумная диффузионная сварка пакетов под давлением.

На втором этапе пакет собирали из фольг после первого этапа, на третьем – из фольг после второго этапа и Cu -фольг.

Микроструктуру поперечных сечений многослойных композитных лент исследовали методом растровой электронной микроскопии.

Критический ток измеряли при 4.2 К в магнитных полях до 7 Т. Магнитное поле создавали сверхпроводящим соленоидом. Плоскость прокатки ленты ориентировали параллельно и перпендикулярно направлению магнитного поля. Протекание транспортного тока в обоих случаях было перпендикулярно магнитному полю соленоида. В первом случае, в отличие от второго, должно было иметь место закрепление сверхпроводящих вихрей на межслойных границах.

2. Микроструктура многослойных композитов

На рис. 1 представлена микроструктура поперечного сечения многослойной ленты 1-й серии, содержащей 1170 слоев из сверхпроводящего сплава Nb-50\% Ti расчетной толщиной 57.3 нм. При малом увеличении (рис. 1,а) видны все 16 Cu -слоев толщиной $\sim 10 \mu\text{m}$ (они темного цвета), чередующиеся с 15 «многослойными слоями», каждый из которых содержит 78 слоев из сплава Nb-Ti , чередующихся со слоями из ниобия. На рис. 1,б, где показана микроструктура поперечного сечения, полностью приходящегося на «многослойный слой» из слоев ниобия и сплава, Nb-Ti -слои выглядят темными полосами, Nb -слои – светлыми.

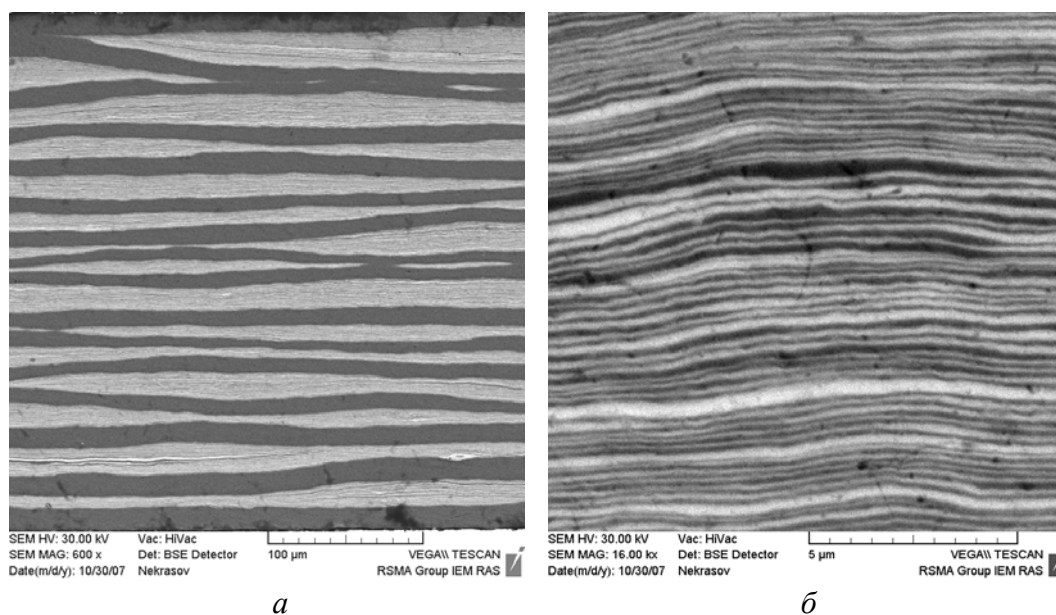


Рис. 1. Микроструктура поперечного сечения многослойной композитной ленты 1-й серии перпендикулярно направлению прокатки при двух различных увеличениях

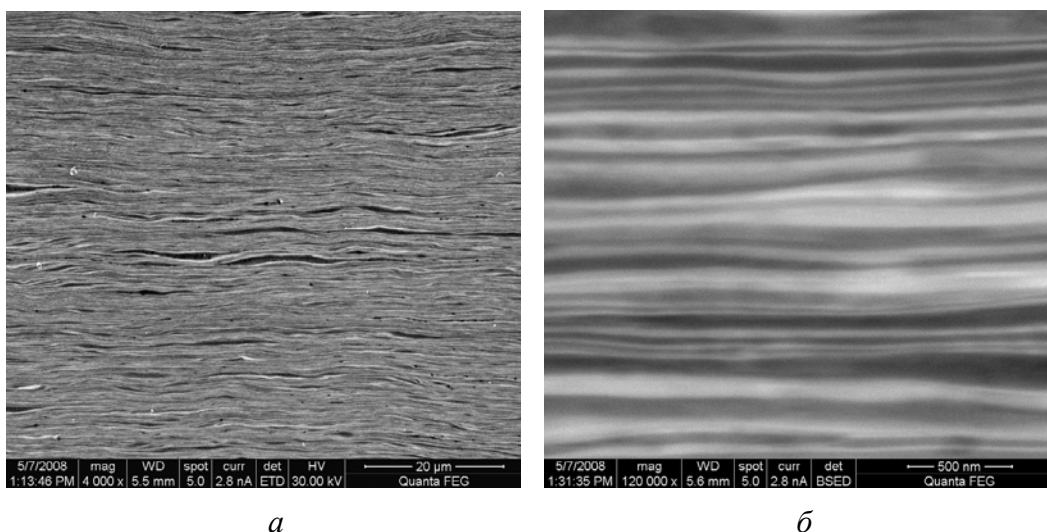


Рис. 2. Микроструктура поперечного сечения многослойной композитной ленты 2-й серии параллельно направлению прокатки при двух различных увеличениях

Обращают на себя внимание (см. рис. 1,*a*) изменение общей толщины «многослойных слоев» и наличие мест локального схлопывания медных слоев. Такие случаи еще больше были выражены в микроструктуре поперечных сечений, вырезанных параллельно направлению прокатки ленты. Конечно, это не означало наличия разрыва всего «многослойного слоя» в данном месте, поскольку в другом сечении, скорее всего, наблюдалась противоположная картина. Поэтому непрерывность токовых путей в ленте не должна была нарушаться. Но сам факт заставил предпринять действия для выравнивания толщины «многослойного слоя». Первое, что предстояло сделать, это существенно уменьшить толщину Cu-слоев как наиболее пластичной составляющей композита. В качестве эксперимента в многослойных лентах 2-й серии оставлены только два наружных Cu-слоя.

На рис. 2 показана микроструктура поперечного сечения многослойной композитной ленты 2-й серии, содержащей 2340 слоев из сплава Nb–31% Ti расчетной толщиной 67.2 nm, чередующихся со слоями из ниобия толщиной 43.8 nm. Неодинаковая толщина слоев из сплава и ниобия вызвана тем, что при сборке пакетов использовали Nb-фольги толщиной 0.2 mm и фольги сплава толщиной 0.3 mm. При такой конструкции композита удалось получить хорошую ламинарную структуру чередующихся слоев.

3. Токонесущая способность многослойных композитов

Образцы многослойных композитов, на которых измерялся критический ток I_c , предварительно подвергали деформации с последующим низкотемпературным отжигом при 360–400°C в течение 3 h. В процессе отжига взаимный твердый раствор ниобия и титана претерпевал распад с выделением α -фазы, которая представляла собой твердый раствор ниобия в α -Ti и частицы которой являлись дополнительными центрами закрепления сверхпроводящих вихрей.

Эксперимент заключался в определении значений I_c по вольт-амперным характеристикам, каждую из которых снимали при фиксированном значении магнитного поля H . Критическую плотность тока j_c рассчитывали на все сечение образца. Ее мы называем конструктивной критической плотностью тока j_c^{str} .

Зависимость j_c^{str} от расчетной толщины слоя из сверхпроводящего сплава Nb–31% Ti при параллельной ориентации плоскости прокатки и направления магнитного поля показана на рис. 3,а. Видно, что с уменьшением толщины критическая плотность тока монотонно повышалась. При толщине 10 nm она достигала $(4-6) \cdot 10^4$ А/см² в поле 6 Т и при дальнейшем уменьшении толщины оставалась на этом уровне. При перпендикулярной ориентации плоскости прокатки и направления магнитного поля (рис. 3,б) такой картины не наблюдали. Более того, при толщине сверхпроводящего слоя меньше 10 nm наблюдали некоторое снижение критической плотности тока.

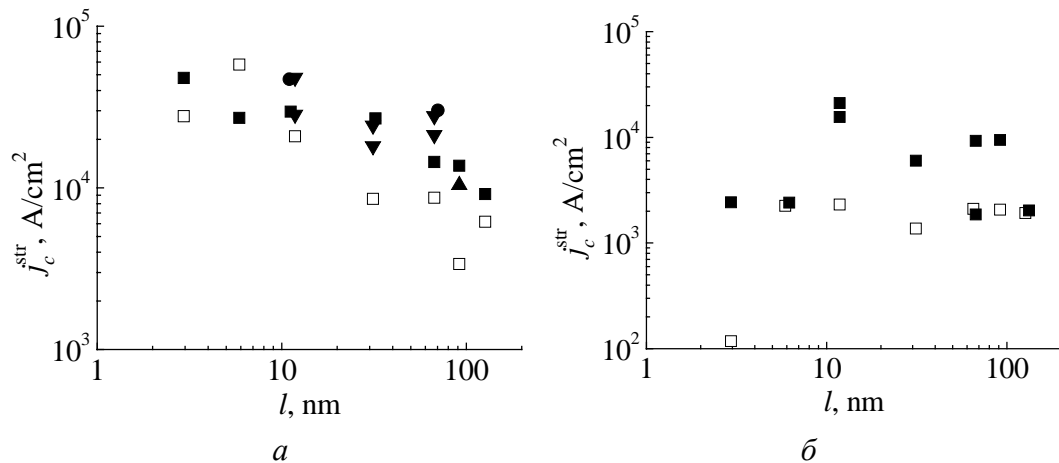


Рис. 3. Зависимости конструктивной критической плотности тока от расчетной толщины слоя l из сверхпроводящего сплава Nb–31% Ti при параллельной (а) и перпендикулярной (б) ориентации плоскости прокатки и направления магнитного поля относительно друг друга: □ – образцы после прокатки; ■, ●, ▲ и ▼ – после прокатки и отжига при 360°C/3 h. Магнитное поле, Т: □ и ■ – 6; ● – 6.5; ▲ – 7; ▼ – 5

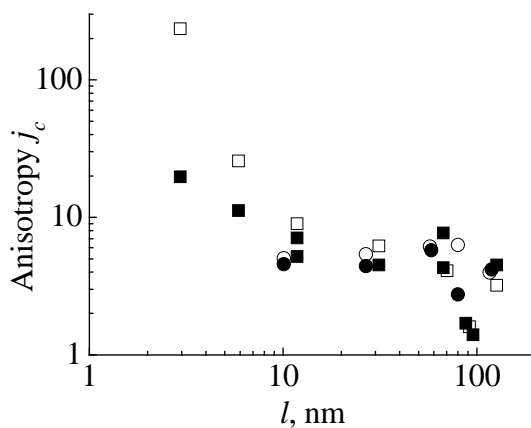


Рис. 4. Анизотропия критической плотности тока в зависимости от расчетной толщины слоя l из сплавов ниобия с 31 (□, ■) и 50% Ti (○, ●) в магнитном поле 6 Т: □ и ○ – образцы после прокатки; ■ – после прокатки и отжига при 360°C/3 h; ● – после прокатки + 400°C/3 h

Характеристикой, подтверждающей закрепление сверхпроводящих вихрей на протяженных плоских дефектах, какими были слои из ниобия, является анизотропия критической плотности тока j_c – отношение $j_{c\parallel}/j_{c\perp}$, где $j_{c\parallel}$ и $j_{c\perp}$ – критические плотности тока соответственно при параллельной и перпендикулярной ориентации плоскости прокатки ленты и направления магнитного поля. Зависимость анизотропии от расчетной толщины сверхпроводящего слоя представлена на рис. 4. При уменьшении толщины слоев анизотропия увеличивалась от 3–5 для лент с толщиной слоев, равной 126.8 nm, до 11–20 для лент с расчетной толщиной слоев ~ 5.5 nm, прокатанных до 0.15 mm и отожженных при 360°C. Наибольшего значения (235) анизотропия достигала в лентах с толщиной Nb–Ti-слоя, равной ~ 3 nm, которые прокатывали до толщины 75 μm . Такие высокие значения $j_{c\parallel}/j_{c\perp}$ свидетельствовали об очень сильном пиннинге (закреплении) сверхпроводящих вихрей на границах сверхпроводник–несверхпроводник, создаваемом в многослойной ленте слоями ниобия, который уже в полях более 0.1–0.2 Т становился несверхпроводящим.

Выводы

1. С помощью 3-этапной деформации прокаткой многослойных пакетов получены опытные образцы многослойных композитных лент, содержащих слои из сверхпроводящих сплавов ниобия с 31 и 50% Ti наноразмерной толщины, чередующиеся со слоями из ниобия такой же толщины.

2. Измерениями критического тока в зависимости от магнитного поля было показано, что Nb-слои вызывали очень сильный пиннинг сверхпроводящих вихрей на границе сверхпроводник–нормальный металл. Об этом свидетельствовали большие значения анизотропии критической плотности тока, особенно в области толщины слоев 10 nm и меньше, и повышение самой критической плотности тока при уменьшении расчетной толщины слоев.

1. И.А. Баранов, Ю.Ф. Бычков, В.П. Коржов, В.А. Мальцев, М.П. Славгородский, Р.С. Шмулевич, в сб.: Сверхпроводящие сплавы и соединения, Наука, Москва (1972), с. 140–147.
2. M.I. Karpov, V.I. Vnukov, N.V. Medved, K.G. Volkov, I.I. Khodoss, Proc. of 15th International Plansee Seminar, 28 May–1 June, Reutte, Austria, 2001, G. Kneringer, P. Rödhammer, H. Wildner (eds.), Plansee Holding AG, Reutte (2001), vol. 1, p. 636–646.
3. М.И. Карпов, В.И. Внуков, Б.А. Гнесин, Г.Е. Абросимова, Л.А. Фролова, И.С. Терехова, В.П. Коржов, И.И. Ходос, Деформация и разрушение материалов № 11, 2 (2007).
4. М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.И. Внуков, К.Г. Волков, Н.В. Медведь, Материаловедение № 1, 43 (2005).

M.I. Karpov, V.P. Korzhov, V.N. Zverev, V.I. Vnukov, I.S. Zheltyakova

MICROSTRUCTURE AND CRITICAL CURRENT DENSITY OF TAPE COMPOSITES WITH NANOSIZE LAYERS OUT OF SUPERCONDUCTING ALLOYS Nb–Ti

The microstructure and the critical current density of the tape multilayer composites with superconducting layers of the nanosize thickness out of the deformable alloys Nb–Ti interchanged with Nb-layers of the same thickness were investigated. The composites were obtained by means of the 3-stage rolling of the multilayer packets, at first at a vacuum mill with the heating to 950°C and then by rolling at the room temperature. The microstructure of the cross-sections was investigated by the scanning/transmission electron microscopy. Measurements of the critical current have shown that the Nb-layers caused a very strong pinning of the superconducting vortices at the superconductor–normal metal boundary. This is evidenced by high values of the critical-current density anisotropy for 10 nm-thick and less layers.

Fig. 1. Microstructure of the cross-section of multilayer composite tape of the first series perpendicularly to the direction of rolling for two different magnifications

Fig. 2. Microstructure of the cross-section of multilayer composite tape of the second series paralleled to the direction of rolling for two different magnifications

Fig. 3. Dependences of the structural critical current density on calculated thickness of the layer l of superconducting (Nb–31% Ti)-alloy for paralleled (a) and perpendicular (b) orientation of the rolling plane and the direction of the magnetic field relative to each other: □ – the specimens after rolling; ■, ●, ▲ and ▼ – the specimens after rolling and annealing at 360°C/3 h. The magnetic field, T: □ and ■ – 6; ● – 6.5; ▲ – 7; ▼ – 5

Fig. 4. Anisotropy of the critical current density depending on calculated thickness of the layer l of niobium alloys with 31 (□, ■) and 50% Ti (○, ●) in the magnetic field of 6 T: □ and ○ – the specimens after rolling; ■ – the specimens after rolling and annealing at 360°C/3 h; ● – after rolling + 400°C/3 h