



---

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
Technik und Umwelt

---

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6562

**Zusammenhang von  
Mikrostruktur und  
Strom-Spannungs-Kennlinien  
technischer Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter**

**R. Kimmich**

Institut für Technische Physik

**Mai 2001**



**Forschungszentrum Karlsruhe**  
**Technik und Umwelt**

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6562

Zusammenhang von Mikrostruktur und Strom-Spannungs-  
Kennlinien technischer Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter\*

Rainer Kimmich

Institut für Technische Physik

\*Von der Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik  
der Universität Karlsruhe (TH) genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2001

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft  
Deutscher Forschungszentren (HGF)

ISSN 0947-8620

# Zusammenhang von Mikrostruktur und Strom-Spannungs-Kennlinien technischer Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

DOKTOR-INGENIEURS

von der Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik  
der Universität Fridericiana Karlsruhe

genehmigte

DISSERTATION

von

**Dipl.-Phys. Rainer Kimmich**

aus Bruchsal

Tag der mündlichen Prüfung:	24. Juli 2000
Hauptreferent:	Prof. Dr. P. Komarek
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. W. Jutzi
Karlsruhe:	21. Juni 2000



### Kurzfassung:

Für Anwendungen im Feldbereich oberhalb von 10 T bis etwa 20 T gelten technische Supraleiter auf Nb<sub>3</sub>Sn-Basis als Stand der Technik. Zielsetzung der vorliegenden Arbeit ist ein tieferes Verständnis und die Optimierung dieser Leiterklasse im Hinblick auf die Erzielung hoher Stromtragfähigkeiten bei hohen Magnetflußdichten. Dazu werden binäre, ternäre und quaternäre technische Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter, die unter verschiedenen Reaktionsbedingungen hergestellt wurden, untersucht.

Im Rahmen dieser Untersuchungen war eine zentrale Fragestellung, inwieweit die Eigenschaften der Strom-Spannungs-Kennlinie mit mikrostrukturellen Eigenschaften korrelieren. In Erweiterung bisheriger Ansätze wird dazu die Mikrostruktur durch die statistische Verteilung der Korngrenzendichte im Nb<sub>3</sub>Sn-Gefüge beschrieben. Auf der Seite der Strom-Spannungs-Kennlinien bildet das Modell der Verteilung lokaler kritischer Ströme  $i_c$  die Grundlage der Untersuchungen. Dazu wird ein neues mathematisches Verfahren vorgestellt, mit dem die Verteilungsfunktion der lokalen  $i_c$  zuverlässig aus gemessenen Strom-Spannungs-Kennlinien bestimmt werden kann.

Es hat sich gezeigt, daß sowohl für binäre als auch für zulegierte Leiter mit abnehmender Intensität der Reaktionsglühung (d. h. Glühtemperatur und/oder Glühzeit) eine Verbreiterung der lokalen  $i_c$ -Verteilung stattfindet. Ein äquivalentes Verhalten tritt auch auf mikrostruktureller Ebene auf. Hier ist mit abnehmender Intensität der Reaktionsglühung ebenfalls eine Verbreiterung der Korngrenzendichteverteilung zu beobachten.

Zur Untersuchung der Temperatur- und Zeitabhängigkeit der reagierten Nb<sub>3</sub>Sn-Flächen im Leiter wurde eine Finite-Elemente-Modellierung der Diffusions- und Reaktionsdynamik vorgenommen. Die Rechenergebnisse wurden experimentell durch den Vergleich mit REM-Aufnahmen reagierter Filamentflächen validiert. Damit konnte gezeigt werden, daß bei multifilamentären Strukturen die Anordnung der Filamente innerhalb des Leiters für den zeitlichen Verlauf der Diffusion wesentlich ist. Darauf aufbauend wird dargestellt, wie durch eine optimierte Anordnung der Filamente die Stromtragfähigkeit um etwa 20 % erhöht werden kann.

### Microstructure and Current-Voltage Characteristics of Nb<sub>3</sub>Sn-Composites

#### Abstract:

Nb<sub>3</sub>Sn based superconductors are considered state of the art for high field applications. The present work focuses optimization of commercial Nb<sub>3</sub>Sn conductors with respect to their current carrying capabilities in high magnetic fields. For that purpose differently heat treated Nb<sub>3</sub>Sn conductors of binary, ternary and quaternary type were investigated.

In that context it was essential to come to a more detailed understanding of how microstructural properties are connected to the shape of the current-voltage-curve. In extension of previous approaches, the microstructure was quantified by the statistical distribution of grain boundary density rather than average grain size only. For the current-voltage-curve the model of distribution of local critical currents  $i_c$  was used. In order to overcome the drawbacks of that model in practical use a new numerical approach for parameter estimation was developed. This tool permitted reliable calculation of  $i_c$ -distribution data out of current-voltage-curves.

It turned out that a decreasing intensity of heat treatment (i.e. temperature and/or time) leads to a reduced width of the distribution of local critical currents  $i_c$ . This comes along with a reduced spread of the distribution of grain boundary density. That is the distribution of local  $i_c$  and grain boundary density display a congruent behavior with regard to heat treatment.

The dependence of reacted Nb-area from heat treatment conditions was examined using a Finite Element Model approach for solving the diffusion equation in multifilamentary structures. The results were validated by comparing the FEM-data to scanning electron microscopy images of reacted filaments. It turned out that the arrangement of filaments within the cross section of the conductor is crucial for the diffusion process. Therefore an optimized geometric arrangement of filaments was evaluated yielding a 20 % increase of current carrying capacity.



# Vorwort

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Technische Physik des Forschungszentrums Karlsruhe. An dieser Stelle möchte ich mich bei all jenen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. Peter Komarek dafür, daß er diese Arbeit ermöglicht hat, und für die Unterstützung meines Forschungsaufenthaltes am *Applied Superconductivity Center der University of Wisconsin*.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Wilhelm Jutzi danke ich für das der Arbeit entgegengebrachte Interesse und für die Übernahme des Korreferats.

Herzlichen Dank auch an Herrn Dr. Theo Schneider für die wissenschaftliche Unterstützung, viele fachliche Anregungen sowie die Förderung meines Auslandsaufenthalts. Vielen Dank auch für das ausgezeichnete Arbeitsklima innerhalb der Gruppe *Supraleitende Höchstfeldmagnete*.

Auch bei allen anderen Mitarbeitern der Gruppe bedanke ich mich an diese Stelle für die Hilfsbereitschaft. Namentlich möchte ich meine Kollegen Harald Piecha, Jürgen Rössler und Thorsten Völkel erwähnen, deren Mithilfe viel zum Erfolg der Experimente beigetragen hat.

Herrn Dr. Bernhard Obst und Herrn Sascha Kuhn danke ich für die elektronenmikroskopischen Aufnahmen. Ohne Ihr Engagement und Ihr Fachwissen hätte die Arbeit sicherlich einen anderen Verlauf genommen.

Prof. David C. Larbalestier and Dr. Peter Lee are gratefully acknowledged for hosting me at the ASC and for sharing their SEM experience with me.

Ich danke auch allen Studenten, die im Rahmen ihrer Diplomarbeit und als wissenschaftliche Hilfskraft zu dieser Arbeit beigetragen haben.

Meinen Kollegen Andrea Bertsche, Huaiyu Pan und Martino Tasca danke ich für die freundschaftliche Atmosphäre und die gegenseitige Unterstützung.

Mein Dank gilt auch allen anderen Mitarbeitern des ITP; insbesondere jenen, die zur geselligen Runde am Mittagstisch beigetragen haben.

Last but not least danke ich Judith für die persönliche Unterstützung und für ihre interessierte Teilnahme am Fortgang der Arbeit.

Karlsruhe, im Juni 2000  
Rainer Kimmich

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Technische Supraleiter</b>	<b>4</b>
2.1	Einige grundlegende Betrachtungen . . . . .	4
2.2	Materialklassen für Hochfeldleiter . . . . .	5
2.3	NbTi-Leiter . . . . .	6
2.4	Bi-Leiter . . . . .	7
2.5	Technische Supraleiter auf Nb <sub>3</sub> Sn-Basis . . . . .	7
2.5.1	Die Metallurgie des Nb <sub>3</sub> Sn . . . . .	8
2.5.2	Eigenschaften von Bronze-Technik-Leitern . . . . .	9
2.5.3	Legierte Nb <sub>3</sub> Sn-Leiter . . . . .	11
<b>3</b>	<b>Experimentelle Arbeiten</b>	<b>13</b>
3.1	Leiterauswahl . . . . .	13
3.1.1	Nb <sub>3</sub> Sn-Leiter . . . . .	13
3.1.2	NbTi und Bi2223 . . . . .	16
3.2	Reaktionsglühung der Nb <sub>3</sub> Sn-Leiter . . . . .	16
3.2.1	Technische Realisierung . . . . .	16
3.2.2	Zur Wahl der Reaktionsbedingungen . . . . .	17
3.3	Resistives Meßprinzip . . . . .	18
3.4	Testspulen . . . . .	18
3.5	Die JUMBO-Experimentier-Anlage . . . . .	21
3.6	Ablauf der Messung . . . . .	23
3.7	Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	27
3.7.1	Abbildung und Auswertung der Kornstruktur . . . . .	27
3.7.2	Abbildung und Auswertung der reagierten Flächen . . . . .	28

<b>4</b>	<b>Modell für <math>E(I)</math> und numerische Methoden</b>	<b>30</b>
4.1	Das Flux-Flow-Modell . . . . .	30
4.2	Modell der Verteilung der kritischen Ströme . . . . .	31
4.3	Zurückführung des Multifamentleiters auf den Monofilamentfall . . . . .	34
4.4	Funktionale Gestalt der Verteilungsfunktion . . . . .	36
4.4.1	Gaußverteilung . . . . .	36
4.4.2	Grenzfälle . . . . .	37
4.4.3	Betrachtung des Normierungsfehlers . . . . .	38
4.5	Numerische Berechnung der Ableitungen . . . . .	39
4.5.1	Grundprinzip . . . . .	39
4.5.2	Anpassung höherer Ordnung . . . . .	41
4.6	Parameterbestimmung . . . . .	42
4.6.1	Die Unvollständigkeit gemessener Verteilungsfunktionen . . . . .	42
4.6.2	Das DILOG-Verfahren . . . . .	44
4.6.3	Realisierung und Test des DILOG-Verfahrens . . . . .	47
4.7	Thermische Verzerrung von $E(I)$ . . . . .	52
4.8	Bewertung des DILOG-Verfahrens . . . . .	54
<b>5</b>	<b>Die Verteilungsfunktion technischer Supraleiter</b>	<b>56</b>
5.1	Verteilungsfunktion kritischer Strom und $n$ -Wert . . . . .	56
5.2	Parameter der Verteilungsfunktionen für $Nb_3Sn$ . . . . .	60
5.2.1	Binäre Leiter . . . . .	60
5.2.2	Legierte Leiter . . . . .	62
5.3	Vergleich mit $NbTi$ und HTSL . . . . .	69
5.4	Gefügestruktur und Verteilungsfunktion . . . . .	70
5.4.1	Binäre Leiter . . . . .	70
5.4.2	Legierte Leiter . . . . .	71
<b>6</b>	<b>FEM-Modellierung der Diffusion</b>	<b>84</b>
6.1	Hintergrund . . . . .	84
6.2	Berechnungsmodell . . . . .	88
6.3	Berechnung . . . . .	92
6.3.1	Thermodynamische Analogie . . . . .	92
6.3.2	Berechnungsablauf und Diskretisierung . . . . .	94
6.4	Ergebnisse . . . . .	95
6.5	Optimierung der Leitergeometrie . . . . .	102

---

<b>7 Zusammenfassung</b>	<b>108</b>
<b>A FEM-Untersuchung des Monofilamentmodells</b>	<b>111</b>
<b>B Eigenfeldorientierung und <math>I_c</math>-Effekte</b>	<b>115</b>
<b>C Zur Extrapolation der Meßkurven</b>	<b>117</b>
<b>D Verteilungsfunktion und Laplace-Transformation</b>	<b>119</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>121</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Zielsetzung: Korrelation von $E(I)$ , Mikrostruktur und Reaktionsbedingungen . . . . .	3
2.1	Schematischer Aufbau Technischer Supraleiter . . . . .	4
2.2	A15-Kristallstruktur . . . . .	8
2.3	Phasendiagramm des Nb-Sn-Systems . . . . .	8
2.4	Leiteraufbau . . . . .	9
2.5	Reagiertes Filament . . . . .	9
2.6	Herstellungsprinzip von Nb <sub>3</sub> Sn-Bronze-Leitern . . . . .	11
3.1	Metallographischer Querschliff des NS10000 . . . . .	14
3.2	Glühöhse mit Leiter und Halterung . . . . .	17
3.3	Resistive Meßmethode . . . . .	19
3.4	Testspule . . . . .	19
3.5	Anordnung der Meßstellen . . . . .	21
3.6	JUMBO-Anlage . . . . .	22
3.7	Spulenkonfiguration bei 15 T-Maximalfeld . . . . .	23
3.8	Zur Definition von $I_0$ und Rauschkorridor . . . . .	24
3.9	Blockschaltbild JUMBO und Meßwerterfassung . . . . .	25
3.10	Demonstration einer Bestauflösung von $E \approx 10^{-11}$ V/cm . . . . .	26
3.11	Sekundärelektronenaufnahme der Kornstruktur . . . . .	29
3.12	Rückstreuenaufnahme eines Filamentbündels . . . . .	29
4.1	Flux-Flow-Kennlinie . . . . .	30
4.2	Unterteilung eines Monofilamentleiters in Elemente mit unterschiedlichen lokalen kritischen Strömen . . . . .	32
4.3	Ersatzschaltbild im $i_c$ -Verteilungsmodell . . . . .	32
4.4	ICVM-Kennlinie . . . . .	33

4.5	Ersatzschaltbild eines Multifilamentleiters . . . . .	35
4.6	Gaussverteilung . . . . .	36
4.7	Normierungsfehler . . . . .	39
4.8	$E(I)$ -Kurve . . . . .	40
4.9	Einfluß von $m$ auf $E''$ . . . . .	40
4.10	Vergleich einer Anpassung zweiten und dritten Grades . . . . .	41
4.11	Fragmentierte Verteilungsfunktionen . . . . .	43
4.12	Ablaufschema von DILOG . . . . .	48
4.13	Vergleich von berechneter Kurve und DILOG-Fit . . . . .	49
4.14	Vergleich von berechneter Kurve (verrauscht) und DILOG-Fit . . . . .	50
4.15	LM-Fit der zweiten Ableitung von $E_{calc}^*$ . . . . .	51
4.16	Vergleich von berechneter Kurve (verrauscht) und LM-Fit . . . . .	51
4.17	Kennlinien und $E(I_b)$ . . . . .	52
4.18	$G(I)$ der 15-T-Messung aus Abb. 4.17 . . . . .	53
4.19	$G(I)$ der 11-T-Messung aus Abb. 4.17 . . . . .	53
4.20	Leistung bei den $G(I)$ -Maxima . . . . .	54
4.21	Lorentzspannung bei den $G(I)$ -Maxima . . . . .	54
5.1	$I_c$ und $\mu$ in Abhängigkeit von $B$ . . . . .	58
5.2	Die bezogene Standardabweichung $w = \sigma/\mu$ als Funktion des äußeren Feldes $B$ . . . . .	58
5.3	Schematischer Vergleich von breiter und schmaler Verteilungsfunktion . . . . .	59
5.4	Vergleich der normierten $n(B)$ und $w(B)$ . . . . .	59
5.5	Abhängigkeit von $\mu(15\text{ T})$ von der Reaktionsglühung . . . . .	61
5.6	Die Abhängigkeit von $\mu(15\text{ T})$ von der Reaktionstemperatur . . . . .	62
5.7	Abhängigkeit der relativen Standardabweichung $w(15\text{ T})$ von der Glühzeit für alle Reaktionstemperaturen . . . . .	63
5.8	Abhängigkeit von $\mu(11\text{ T})$ von der Glühzeit (Auswahl an Reaktionstemperaturen) . . . . .	63
5.9	Abhängigkeit der relativen Standardabweichung $w(11\text{ T})$ von der Glühzeit (Auswahl an Reaktionstemperaturen) . . . . .	64
5.10	Die Stromtragfähigkeit $\mu$ in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NST10000 bei $B = 15\text{ T}$ . . . . .	65
5.11	Die Breite $w$ in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NST10000 bei $B = 15\text{ T}$ . . . . .	65

5.12	Die Stromtragfähigkeit $\mu$ in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NSTT10000 bei $B = 15$ T. . . . .	66
5.13	Die Breite $w$ in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NSTT10000 bei $B = 15$ T. . . . .	66
5.14	$B_{c2}$ nach Kramer für den ternären Leiter . . . . .	68
5.15	$B_{c2}$ nach Kramer für den quaternären Leiter . . . . .	68
5.16	Die $i_c$ -Verteilung für verschiedene Hochstromleiter . . . . .	69
5.17	Mittlere Korngrößen . . . . .	72
5.18	Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion $750^\circ\text{C}/100$ h . . . . .	73
5.19	Korngrößenverteilung . . . . .	73
5.20	Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion $750^\circ\text{C}/20$ h . . . . .	74
5.21	Korngrößenverteilung . . . . .	74
5.22	Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion $650^\circ\text{C}/200$ h . . . . .	75
5.23	Korngrößenverteilung . . . . .	75
5.24	Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion $600^\circ\text{C}/400$ h . . . . .	76
5.25	Korngrößenverteilung . . . . .	76
5.26	Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion $600^\circ\text{C}/300$ h . . . . .	77
5.27	Korngrößenverteilung . . . . .	77
5.28	Histogramme der Korngrenzendichte $1/d$ . . . . .	78
5.29	Die normierten $i_c$ -Verteilungen für den binären Leiter . . . . .	78
5.30	Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion $750^\circ\text{C}/100$ h . . . . .	79
5.31	Korngrößenverteilung . . . . .	79
5.32	Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion $750^\circ\text{C}/20$ h . . . . .	80
5.33	Korngrößenverteilung . . . . .	80
5.34	Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion $600^\circ\text{C}/400$ h . . . . .	81
5.35	Korngrößenverteilung . . . . .	81
5.36	Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion $600^\circ\text{C}/300$ h . . . . .	82
5.37	Korngrößenverteilung . . . . .	82
5.38	Histogramme der Korngrenzendichte $1/d$ . . . . .	83
5.39	Normierten $i_c$ -Verteilungen für den ternären Leiter . . . . .	83
6.1	Mittlere Korngröße als Funktion des Orts im Leiter . . . . .	86
6.2	Mittlere reagierte Filamentflächen der in Abb. 6.3 gezeigten Filamente .	86
6.3	Filamentbündel beim NST10000 . . . . .	87

---

6.4	Auswahl eines Segments für die FEM-Modellierung . . . . .	89
6.5	Geometrie des FEM-Modells (3 mal 44 Filamente) . . . . .	89
6.6	Diffusionskoeffizienten von Sn in Cu, Nb und Nb <sub>3</sub> Sn . . . . .	91
6.7	Diffusion von Teilchen bei Immobilisierungsreaktion . . . . .	93
6.8	Freie und gesamte Sn-Konzentration . . . . .	94
6.9	Mesh des FEM-Modells . . . . .	95
6.10	Sn-Konzentrationsprofile für 750 °C nach 2 h, 10 h und 20 h . . . . .	97
6.11	Nb <sub>3</sub> Sn-Schichtprofile für 750 °C nach 2 h, 10 h und 20 h . . . . .	98
6.12	Vergleich von berechneten und am Leiter bestimmten Schichtprofilen . . . . .	99
6.13	Sn-Konzentrationsprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h . . . . .	100
6.14	Nb <sub>3</sub> Sn-Schichtprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h . . . . .	101
6.15	Geometrieoptimierung durch symmetrische Verteilung der Filamentbündel . . . . .	102
6.16	Sn-Konzentrationsprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h . . . . .	104
6.17	Nb <sub>3</sub> Sn-Schichtprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h . . . . .	105
6.18	Zeitliche Entwicklung der Sn-Konzentration an zwei Positionen – unveränderte Geometrie . . . . .	106
6.19	Zeitliche Entwicklung der Sn-Konzentration an zwei Positionen – optimierte Geometrie . . . . .	106
6.20	Vergleich der normierten reagierten Flächen bei der Originalgeometrie und der optimierten Geometrie . . . . .	107
7.1	Zielsetzung: Korrelation von $E(I)$ , Mikrostruktur und Reaktionsbedingungen . . . . .	108
A.1	Querschnitt der FEM-Modell-Geometrie . . . . .	112
A.2	Elektrische Feldverteilung . . . . .	113
A.3	Oberflächentemperatur . . . . .	113
A.4	Temperaturprofil entlang der Leiterachse . . . . .	114
B.1	Vergleich von $I_c$ bei unterschiedlicher Eigenfeldorientierung . . . . .	115
B.2	Prozentuale $I_c$ -Degradation bei antiparalleler Eigenfeldorientierung . . . . .	116
C.1	Extrapolationskurven verschiedener Modelle . . . . .	118



# Tabellenverzeichnis

2.1	Einige Daten technisch relevanter Supraleiter . . . . .	5
3.1	Übersicht über die untersuchten Nb <sub>3</sub> Sn-Leiter . . . . .	15
3.2	Der NbTi- und Bi2223-Leiter im Überblick . . . . .	16
3.3	Reaktionsbedingungen . . . . .	18
4.1	Vergleich Vorgabewerte und gefittete Werte . . . . .	50

# Abkürzungen, Formelzeichen und Indizes

## Abkürzungen

AC	Alternating Current
BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
DAC	Digital-Analog-Konverter
FEM	Finite Elemente Methode
GFK	Glasfaserverstärkte Kunststoffe
HTSL	Hochtemperatursupraleiter
ICVM	$I_c$ -Verteilungsmodell
LHe	Liquid Helium
LN	Liquid Nitrogen
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
NTSL	Niedertemperatursupraleiter
REM	Rasterelektronenmikroskop
RRR	Residual Resistance Ratio
TSL	Technische Supraleiter

## Formelzeichen

$a$	Skalierungsexponent
$A$	Fläche
$b$	reduzierte Magnetflußdichte
$B$	Magnetflußdichte
$B_{c2}$	obere kritische Magnetflußdichte
$c$	Konzentration
$C_p$	spezifische Wärmekapazität
$d$	Diffusionsweg, Korngröße
$D$	Diffusionskoeffizient
$E$	Elektrische Feldstärke, elektrisches Feld
$E_c$	$E$ -Feld-Kriterium für $I_c$
$\tilde{E}$	normiertes $E$
$F$	Kraft, Stoffstromdichte
$G$	DIALOG-Hilfsfunktion
$H$	Enthalpie

---

$i_c$	lokaler kritischer Strom
$I$	Strom
$I_c$	meßtechnischer kritischer Strom, kritischer Strom im Flux-Flow-Modell
$I_e$	Bezugsstrom für exponentielles Modell
$j$	Stromdichte
$j_c$	kritische Stromdichte
$k$	Boltzmannfaktor
$K$	DILOG-Hilfsfunktion
$L$	Induktivität
$l$	Länge
$m$	Mittelungsparameter
$n$	n-Wert
$N$	Anzahl
$P$	Leistung
$Q$	Aktivierungsenthalpie
$r$	ohmscher Widerstandsbelag
$R$	ohmscher Widerstand
$t$	Zeit
$T, \theta$	Temperatur
$T_c$	kritische Temperatur
$U$	elektrische Spannung
$w$	bezogene Standardabweichung
$\alpha$	Wärmeübergangskoeffizient
$\beta$	Normierungsfehler
$\gamma$	Elektronenanteil der spezifischen Wärmekapazität
$\lambda$	Wärmeleitfähigkeit
$\mu$	mittlerer lokaler kritischer Strom
$\varphi$	elektrisches Potential
$\phi$	Wahrscheinlichkeitsdichte für lokale $i_c$
$\rho$	spezifischer Widerstand, Dichte
$\sigma$	mechanische Spannung, Standardabweichung
$\tau$	Zeitkonstante
$\nu$	Wahrscheinlichkeitsbesetzung

## Indizes

0	Bezugs-, Start-
$b$	Begrenzungs-
$calc$	berechnet
$D$	DILOG
$f$	Flux-Flow-
$F$	Filament
$i, k, n$	Zählindizes

---

<i>irr</i>	irreversibel
<i>m</i>	Maximum
<i>M</i>	Matrix
<i>P</i>	Pinning
<i>Q</i>	Quench
<i>S</i>	Schicht
<i>SL</i>	Supraleiter
<i>sum</i>	Summengröße
<i>T</i>	Transversal

# Kapitel 1

## Einleitung

Die ökonomische Bedeutung der Supraleitung hat in den vergangenen Jahren stetig zugenommen und wächst auch gegenwärtig rasch an. So prognostiziert die CONECTUS-Studie für supraleitende Anwendungen im Jahr 2003 ein weltweites Marktvolumen von etwa 3 Mrd. US\$ [Kan98]. Andere Studien erwarten darüber hinaus ein Ansteigen auf 23 Mrd. US\$ bis zum Jahre 2010 [Mon97]. Eine differenziertere Aufgliederung der Marktanteile zeigt, daß sowohl die Hochstromanwendungen als auch die supraleitende Elektronik mit hohen Zuwachsraten rechnen können, wobei erstere zumindest noch bis in die nahe Zukunft das dominierende Marktsegment stellen [Kom99]. Demnach gewinnt der Erwerb von Kompetenz im Umgang mit dieser Technik zukünftig stark an Bedeutung. Diese Entwicklung spiegelt sich im Forschungszentrum Karlsruhe darin wider, daß die Supraleitung Bestandteil des FuE-Programmbereichs *Schlüsseltechnologien* ist.

Innerhalb des Forschungszentrums Karlsruhe werden die Arbeiten zur Hochstromsupraleitung am Institut für Technische Physik (ITP) durchgeführt. Einer der dortigen Schwerpunkte des FuE-Programms, in dem auch die vorliegende Arbeit angesiedelt ist, sind die supraleitenden Höchstfeldmagnete. In diesem Bereich entstand mit der Hochfeld-Experimentiereinrichtung HOMER der weltweit erste supraleitende Magnet, der ein Zentralfeld von 20 T erreicht [Tur89]. Eine aktuelle Fortführung dieses Projektes ist der HOMER II, der zunächst ein Feld von 20 T in einer auf 180 mm vergrößerten Bohrung erzeugen wird. Bei fortschreitender Entwicklungsreife der Hochtemperatursupraleiter (HTSL) ist ein Ausbau mit HTSL-Einsatzspulen auf ein Maximalfeld von 25 T vorgesehen.

In engem Zusammenhang mit der Hochfeldtechnologie stehen die supraleitenden Magnete für hochauflösende NMR-Spektrometer. In dieser Disziplin besteht am ITP eine Technologietransfer-Kooperation mit der Industrie, aus der 1991 der weltweit erste NMR-Magnet mit einer Resonanzfrequenz von 750 MHz ( $\hat{=}$  17,6 T) hervorging [Kom93]. Dessen Weiterentwicklung führte 1995 zum ersten hochauflösenden 800-MHz-Spektrometer ( $\hat{=}$  18,8 T), das seitdem vom Industriepartner weltweit und höchst erfolgreich vermarktet wird. Als aktuelle Arbeiten in diesem zukunftssträchtigen Feld sind Entwicklung und Test eines 900-MHz-Magneten ( $\hat{=}$  21,1 Tesla) sowie ein BMBF-Verbundprojekt für ein 1000-MHz-Magnetssystem ( $\hat{=}$  23,5 T) anzuführen.

Eine entscheidende Einflußgröße für die Auslegung eines NMR-Magnetsystems sind die Strom-Spannungs-Kennlinien der eingesetzten Supraleiter. Deren Bedeutung läßt sich am besten durch eine Betrachtung des Anforderungsprofils verdeutlichen. Von seiten des NMR-Anwenders stellt sich dieses wie folgt dar:

1. Ein hohes spektrales Auflösungsvermögen verlangt hohe Resonanzfrequenzen und damit hohe Magnetfelder.
2. Das hohe Auflösungsvermögen kann nur bei hinreichender zeitlicher Stabilität des Magnetfeldes ausgenutzt werden. Gefordert sind hier Zeitkonstanten von  $\tau > 10^8$  h (mehr als 11000 Jahre!).
3. Ebenfalls wichtig für die spektrale Auflösung ist eine ausgezeichnete räumliche Homogenität des  $B$ -Feldes im Nutzvolumen mit  $\Delta B/B \lesssim 10^{-9}$  oder besser als 0,2 Hz.

Während der letzte Punkt hauptsächlich eine Frage der Wicklungsgeometrie und der Shim-Systeme<sup>1</sup> ist, berühren die ersten beiden Punkte direkt die Strom-Spannungs-Kennlinie der eingesetzten Supraleiter. Um nämlich die geforderte zeitliche Stabilität zu erreichen, werden die Magnete nach dem Erreichen des Betriebstromes kurzgeschlossen und vom Netzgerät getrennt. Der Strom und damit das Magnetfeld klingt dann mit der Zeitkonstanten  $\tau = L/R$  ab, wobei  $L$  die Gesamtinduktivität und  $R$  den Gesamtwiderstand bedeutet. Die Größe von  $L$  ist durch die Magnetgeometrie gegeben und liegt typischerweise im Bereich von  $L \gtrsim 100$  H. Zum Gesamtwiderstand  $R$  tragen Kurzschlußschalter, Leiterverbindungen und die Resistivität der Leiter bei. Insbesondere der Beitrag der Leiter führt dazu, daß für die Magnetauslegung der Verlauf der  $E(I)$ -Kennlinie<sup>2</sup> ( $E$ : elektrisches Feld;  $I$ : Strom) bis in Bereiche deutlich unterhalb von  $10^{-10}$  V/cm bekannt sein muß. Die Herkunft dieses Zahlenwertes kann durch einen kurzen Berechnungsgang erklärt werden: Nimmt man die oben genannten Werte für  $\tau$  und  $L$ , so kann mit  $R = L/\tau$  der zu fordernde Gesamtwiderstand  $R$  berechnet werden. Berücksichtigt man weiterhin, daß typische Werte für den Betriebsstrom und die verarbeitete Leiterlänge bei  $I \approx 300$  A bzw.  $l \approx 1$  km liegen, so erhält man mit  $E = RI/l$  Werte in der genannten Größenordnung. Meßtechnisch ist das damit verbundene Spannungsniveau selbst mit den in [Kim96] vorgestellten Verbesserungen nicht mehr zugänglich, so daß die gemessenen Kennlinien anhand eines  $E(I)$ -Modells auf die maximal tolerierbaren  $E$ -Felder zu extrapolieren sind.

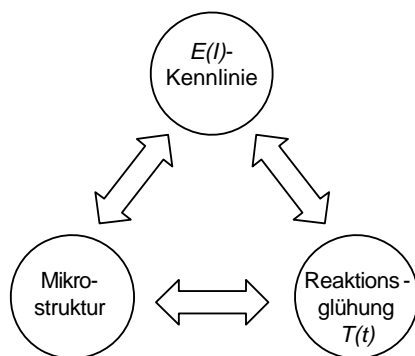
Die erste Forderung im oben aufgeführten Leistungskatalog schien mit der Entdeckung der keramischen Hochtemperatursupraleiter [Bed86] und ihren extrem großen oberen kritischen Feldern  $B_{c2}$  keine besondere Herausforderung mehr darzustellen. Wie sich aber mittlerweile gezeigt hat, limitieren materialintrinsische Eigenschaften den Transportstrom auf bislang zu kleine Werte [Lar97], so daß trotz der enormen internationalen Anstrengungen hier noch kein Durchbruch erzielt ist. Diese Schwierigkeiten haben

<sup>1</sup>Spulensystem zur Korrektur von Feldabweichungen

<sup>2</sup>Üblicherweise wird die Spannung in das meßlängenunabhängige  $E$ -Feld umgerechnet. Strom-Spannungs-Kennlinie und  $E(I)$ -Kennlinie unterscheiden sich dann nur durch einen konstanten Faktor, so daß die beiden Begriffe synonym verwendet werden.

die Untersuchungen in eine Richtung gelenkt, bei der die klassischen Hochfeldleiter aus der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Familie wieder mehr in den Vordergrund gerückt sind. Damit soll dazu beigetragen werden, diese bis zu den Grenzen ihrer kritischer Größen nutzbar zu machen.

Wie in der Arbeit noch eingehend erläutert wird, setzt die Anwendung technischer  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Leiter eine Reaktionsglühung voraus, bei der sich die supraleitende Phase im Leiter erst nach den mechanischen Verarbeitungsschritten mittels einer Festkörper-Diffusionsreaktion bildet. Temperatur  $T$  und Dauer  $t$  der Reaktionsglühung bestimmen dabei maßgeblich die sich ausbildende Gefügestruktur und damit letztendlich über den Pinningmechanismus für Flußwirbel die  $E(I)$ -Kennlinie. Die vorliegende Arbeit setzt an dieser Stelle an und untersucht für mehrere Modell-Leiter die Abhängigkeit der Strom-Spannungs-Kennlinien von der Reaktionsglühung. Zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinien findet dabei ein mathematisches Modell Anwendung, das auf einer Verteilung der lokalen kritischen Ströme basiert. Da der Zusammenhang  $E(I) \leftrightarrow (T, t)$  zunächst aber rein empirisch ist, wird darüber hinaus die Korrelation von  $E(I)$  mit der Mikrostruktur angestrebt. In Erweiterung bisheriger Ansätze wird dazu die Mikrostruktur nicht alleine durch die Angabe einer mittleren Korngröße charakterisiert, sondern durch die Größenverteilung aller Körner. Diese Verteilung auf der Gefügeseite wird dann mit der aus den gemessenen Kennlinien numerisch bestimmten Verteilung von lokalen kritischen Strömen in Verbindung gebracht. Die Kenntnis dieses Zusammenhangs trägt einerseits zum physikalischen Verständnis der beobachteten Abhängigkeiten bei und führt andererseits zu einer leichteren Übertragbarkeit der für die Modell-Leiter gefundenen Ergebnisse auf andere Leitertypen. In Abb. 1.1 wird diese Zielsetzung noch einmal durch eine Zeichnung zusammengefaßt.



**Abb. 1.1:** Zielsetzung: Korrelation von  $E(I)$ , Mikrostruktur und Reaktionsbedingungen

Im Anschluß an einige Grundlagen der Technischen Supraleiter (Kapitel 2) und die Beschreibung der Versuchsdurchführung (Kapitel 3) werden die Ergebnisse in den drei nachfolgenden Kapiteln aufgezeigt. Das Kapitel 4 enthält eine Einführung in das zur  $E(I)$ -Beschreibung verwendete Modell. Dort wird auch die mit der Anwendung des Modells verbundene mathematische Problemstellung diskutiert und schließlich ein numerisches Verfahren zur Problembehebung entwickelt. Im Kapitel 5 wird dann auf Basis des verwendeten Modells und der entwickelten Numerik die Verbindung zwischen  $E(I)$ -

Kennlinie, Reaktionsglühung und Mikrostruktur hergestellt. Im Kapitel 6 wird schließlich gezeigt, wie sich die Diffusionsvorgänge während der Reaktionsglühung auf mikrostrukturelle Eigenschaften auswirken. Dazu wird ein FEM-Modell aufgestellt, das die Beobachtungsergebnisse schlüssig erklärt. Darüber hinaus wird gezeigt, wie dieses Modell über die Zielsetzung dieser Arbeit hinaus dazu benutzt werden kann, zukünftige Leiter bereits während der Konzeptionsphase optimal zu gestalten.

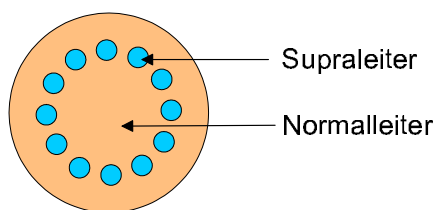
# Kapitel 2

## Technische Supraleiter

Dieses Kapitel skizziert in komprimierter Weise die Grundlagen der Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter. Nach einigen einführenden Bemerkungen zeigt es am Beispiel der Bronze-Technikleiter auf, wie fertigungstechnische Erfordernisse den Leiteraufbau und damit die Eigenschaften bestimmen. Da im weiteren Verlauf der Arbeit auch eine vergleichende Betrachtung der Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter mit den NbTi- und Bi2223-Leitern stattfindet, werden diese Leiter ebenfalls kurz vorgestellt. Darüber hinaus enthält dieses Kapitel für den noch folgenden Teil der Arbeit wichtige Definitionen und Erläuterungen.

### 2.1 Einige grundlegende Betrachtungen

Der Begriff *Technische Supraleiter* (TSL) wird für Supraleiter verwendet, die durch entsprechende Be- und Verarbeitung den Erfordernissen des technischen Einsatzes angepaßt sind.



**Abb. 2.1:** Schematischer Aufbau Technischer Supraleiter

In der Regel handelt es sich dabei um Kompositstrukturen, die neben einem Typ2-Supraleiter auch normalleitende Metalle beinhalten. Die Einzelheiten der Konfiguration hängen dabei hauptsächlich von der Wahl des verarbeiteten Typ2-Supraleiters und der anvisierten Anwendung ab. Gleichwohl veranschaulicht der in Abb. 2.1 gezeigte Rundleiter das typische Aufbauprinzip, bei dem der Supraleiter in filamentärer Form vorliegt und

in eine Matrix aus normalleitenden Metall eingebettet ist. Dieses Aufbauprinzip resultiert in erster Linie aus der Forderung nach stabilen Betriebseigenschaften. Die normalleitende Matrix übernimmt dabei die Aufgabe der thermischen Stabilisierung. Diese ist notwendig, da die üblichen Typ2-Supraleiterlegierungen einen hohen Widerstandsanstieg beim Übergang in die Normalleitung aufweisen. Ohne Matrix würde dieser Widerstandsanstieg – bei nach wie vor aufgeprägtem Transportstrom – zu einer starken Aufheizung führen, deren Folgen bis zur lokalen Aufschmelzung des Leiters



reichen. Werden jedoch beim Zusammenbruch der Supraleitung die normalerweise in den Filamenten verlaufenden Strompfade in die umgebende Matrix kommutiert, so kann das Ausmaß der Aufheizung beherrscht werden. Allerdings muß dazu ein hinreichend niederohmiges Matrixmaterial gewählt werden. Etabliert sind hier je Supraleitertyp vor allem Kupfer und Silber. Die Restwiderstände dieser Metalle liegen einige Zehnerpotenzen unter dem normalleitenden Restwiderstand der gebräuchlichen Supraleiterlegierungen.

Die TSL müssen neben der thermischen Stabilität auch elektrodynamische Stabilität aufweisen. Ein elektrodynamisch stabiles Verhalten ist dadurch charakterisiert, daß die mit der Flußbewegung verbundenen dissipativen Effekte nicht lawinenartig zu sogenannten Flux-Jumps anwachsen und zur vollständigen Normalleitung (Quench) führen. Das Beansche Modell [Bea62] zeigt, daß sich der Lawineneffekt beherrschen läßt, wenn der Supraleiter einen bestimmten material- und betriebstemperaturabhängigen Durchmesser nicht überschreitet. Typische Werte hierfür reichen von einigen  $\mu\text{m}$  bis zu  $100\ \mu\text{m}$ . Diese Zahlen dokumentieren die Notwendigkeit, die bei der Leiterauslegung vorgesehene Supraleiterquerschnittsfläche in hinreichend feine Filamente aufzuteilen.

Durch die Filamentarisierung wird auch eine Reduzierung von Verlusten im AC-Betrieb erreicht. Als unterstützende Maßnahme sind die Filamente darüber hinaus üblicherweise getwistet, d. h. entlang der Leiterachse verdreht. Dadurch werden sie bei transienten Vorgängen elektrisch entkoppelt, was ebenfalls die mit Feldänderungsvorgängen verbundenen Verluste reduziert.

Eine ausführliche und quantitative Diskussion der Aufbauprinzipien technisch eingesetzter Supraleiter findet sich in [Kom95] und [Wil83].

## 2.2 Materialklassen für Hochfeldleiter

Der Einsatz der Supraleitungstechnologie zur Erzeugung starker Magnetfelder setzt TSL voraus, die bei eben diesen Feldern noch hohe Ströme tragen. Gegenwärtig stehen dafür vier verschiedene Materialklassen zur Verfügung, die sich in ihren Eigenschaften deutlich unterscheiden (vgl. Tab. 2.1).

Typ	$B_{c2}$ [T]	$T_c$ [K]
Nb <sub>3</sub> Sn	21-22	18,1
NbTi	10,5	9,5
Bi2223	> 100	85
Bi2212	> 100	110

**Tabelle 2.1:** Einige Daten technisch relevanter Supraleiter ( $B_{c2}$ -Werte für 4,2 K)

An erster Stelle sind die bereits als klassisch zu bezeichnenden metallischen Niedertemperatursupraleiter (NTSL) NbTi und Nb<sub>3</sub>Sn zu nennen. Daneben stehen seit geraumer Zeit auch TSL auf der Basis der Hochtemperatursupraleiter zur Verfügung. Aus

dieser Klasse muß insbesondere den Bismuth-Verbindungen Bi2212 und Bi2223 Relevanz für Hochstromanwendungen zugesprochen werden. Besonders interessant sind diese Leiter wegen ihres sehr hohen oberen kritischen Feldes bei LHe-Temperatur. Daß die supraleitenden Hochfeldmagnetsysteme dennoch von den NTSL dominiert werden liegt daran, daß die Stromtragfähigkeit und auch die Kosten kommerzieller HTSL-Leiter noch deutlich von der durch die metallischen Supraleiter gesetzten Marke entfernt sind. Zusätzlich ergeben sich nicht zu unterschätzende Schwierigkeiten aus der Komplexität dieser Materialien, die sich u. a. in orientierungsabhängigen kritischen Strömen und hoher Empfindlichkeit gegenüber mechanischer Beanspruchung äußert.

## 2.3 NbTi-Leiter

NbTi-Supraleiter basieren auf Mischkristallverbindungen der beiden Elemente Nb und Ti. Bei kommerziellen Leitern hat die Zusammensetzung von ca. Nb50Ti (wt.%) die größte Verbreitung gefunden [Col86].

Für die Produktion eines NbTi-Leiters wird ein NbTi-Stab in eine Cu-Hülse eingesetzt, die dichtgeschweißt und evakuiert wird. Anschließend folgen Wärmebehandlungs- und Extrusionsschritte. Nach dieser Phase liegt ein Rohling in hexagonaler Form vor. Die erforderliche Anzahl hexagonaler Stäbe wird in einen Cu-Bolzen eingesetzt, der danach ebenfalls dichtgeschweißt und evakuiert wird. Der dadurch entstehende Strangpressbolzen wird anschließend auf das gewünschte Leitermaß herabgezogen, wobei immer wieder Zwischenglühungen zur mechanischen Erholung eingeschoben werden. Dabei werden bei einer Ausgangsmasse des Bolzens von ca. 100 kg typischerweise Produktionslängen in der Größenordnung von einigen 10 km erreicht.

Die für hohe kritische Stromdichten notwendigen Flußlinien-Verankerungskräfte werden von normalleitenden  $\alpha$ -Titan-Ausscheidungen hervorgerufen, die durch kombinierte Kaltumformungs- und Temperschritte während des Produktionsprozesses in das Material eingebracht werden. Bei der Kaltumformung werden dabei Versetzungslinien im NbTi erzeugt, an denen sich bei der anschließender Temperung das  $\alpha$ -Titan ausscheidet.

Für den Magnetbau gilt NbTi als bevorzugtes Material für Magnetfelder bis maximal etwa 9 T bei 4,2 K. Durch eine Absenkung der Badtemperatur auf 1,8 K können maximal 12 T erreicht werden. Im Vergleich zum Nb<sub>3</sub>Sn ist es deutlich kostengünstiger. Daher hat sich im Bereich der Hochfeldmagnete eine modulare Bauweise durchgesetzt, bei der das gesamte Magnetsystem aus mehreren konzentrischen Einzelsolenoiden besteht. Die äußeren Solenoide sind dann in NbTi ausgeführt und tragen zum Gesamtfeld in etwa mit den oben genannten Werten bei.

## 2.4 Bi-Leiter

Das  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  (kurz Bi2223) und das  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$  (Bi2212) gehören zur Familie der Bismuth-Cuprate und damit zu den keramischen HTSL. Der Aufbau der Elementarzellen ist HTSL-typisch sehr anisotrop. Damit verbunden ist eine ausgeprägte Orientierungsabhängigkeit von  $j_c$  und  $B_{c2}$ . So sind für eine Ausrichtung der kristallographischen  $ab$ -Ebene parallel zum externen  $B$ -Feld die Werte  $j_c$  und  $B_{c2}$  sehr viel höher als für den Fall  $B \perp ab$ . Dieser Umstand erfordert für leistungsoptimierte Bi-Supraleiter eine Bandgeometrie, bei der die supraleitende Phase texturiert vorliegt. Damit kann durch die Ausrichtung des Bandes eine definierte Orientierung zwischen  $B$  und der kristallographischen  $ab$ -Ebene erreicht werden.

Zur Herstellung von Bi-Bandleitern wird die Pulver-in-Rohr-Technik verwendet. Dabei wird die pulverförmige Vorstufe von Bi2212 bzw. Bi2223 in Silberrohre<sup>1</sup> eingefüllt, die später die Matrixfunktion übernehmen. Die Rohre werden verschlossen und anschließend gehämmert und gezogen. Multifilamentstrukturen erreicht man durch Stapelung mehrerer Monofilamentrohlinge. Nach dem Hämmern auf Drahtform wird der Leiter unter Sauerstoffatmosphäre einer Glühbehandlung von 60 h - 100 h bei etwa 820 °C unterzogen, bei der sich die supraleitende Phase bildet. Abschließend wird der Draht auf Bandform gewalzt, um die erforderliche Textur aufzuprägen.

## 2.5 Technische Supraleiter auf $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Basis

Der Nachweis der Supraleitung für die intermetallische  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Phase gelang Matthias et. al. bereits im Jahre 1954 [Mat54]. Allerdings lenkte erst die Entdeckung, daß das kritische Feld 7 T bei 4,2 K überschreitet – von Bozarth 1960 veröffentlicht [Boz60] – das Interesse von Magnetentwicklern auf diese Verbindung. Für die Herstellung von Drahtleitern war zunächst die Sprödigkeit von  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  ein großes Problem. Dadurch waren und sind bis heute spezielle Produktionstechniken erforderlich, bei denen die Bildung der supraleitenden Phase erst nach der mechanischen Verarbeitung und dem Wickelvorgang erfolgt (wind and react). Eine erste Realisierung dieses Prinzips stellte die Arbeit von Kunzler dar [Kun61], der 1961 einen durch Festkörperdiffusion hergestellten  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Leiter im Magnetbau einsetzte.

Heute leiten sich alle industriell eingesetzten Produktionsverfahren vom Festkörperdiffusionsprinzip ab. Dabei liegt zunächst ein duktiler Rohleiter mit filamentarisiertem Niob vor. Die  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Phase wird während einer Glühbehandlung durch Eindiffusion von Sn in das Nb gebildet. Bevor jedoch auf die Herstellungsabläufe für technische  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Leiter eingegangen wird, folgt zunächst eine kurze Zusammenfassung wichtiger werkstofftechnischer Eigenschaften des  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ .

<sup>1</sup>Bei HTSL-Leitern kann nur Silber (evtl. mit Legierungszusätzen) verwendet werden, da dies das einzige Matrixmaterial ist, das neben geringer Resistivität auch die für den Herstellungsvorgang der HTSL-Verbindung notwendige hohe Sauerstoffdurchlässigkeit besitzt.

### 2.5.1 Die Metallurgie des Nb<sub>3</sub>Sn

Das Nb<sub>3</sub>Sn gehört zu den intermetallischen Verbindungen der A15-Strukturgruppe mit der Summenformel A<sub>3</sub>B. Die A-Atome sind Übergangsmetalle aus den Hauptgruppen IVa, Va oder VIa. B-Plätze können sowohl von Übergangsmetallatomen als auch von Nichtübergangsmetallatomen besetzt sein. Zu dieser Strukturgruppe gehören noch andere Supraleiter, wie das V<sub>3</sub>Si und das Nb<sub>3</sub>Al. Gerade das letztere hat für den Hochfeldeinsatz interessante Eigenschaften. Besonders in Japan sind einige Erfolge erzielt worden, das Nb<sub>3</sub>Al als technischer Supraleiter verfügbar zu machen [Fuk97]. Bedauerlicherweise sind aber die dabei eingesetzten Herstellungsverfahren sehr aufwendig, so daß Nb<sub>3</sub>Sn bis auf weiteres der alleinige im großen Stil hergestellte A15-Supraleiter bleibt.

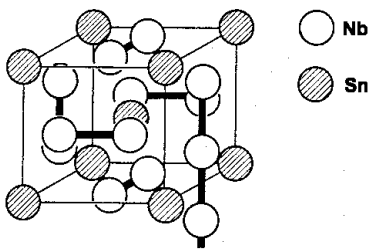


Abb. 2.2: A15-Kristallstruktur

Charakteristisch für alle A15-Verbindungen ist eine kubische Kristallstruktur, bei der die A-Atome entlang dreier orthogonaler Ketten jeweils parallel zu den  $\langle 100 \rangle$ -Richtungen angeordnet sind. Der Abstand der Nb-Atome in den Ketten ist etwa 10 % kleiner als der Atomabstand in reinem Nb. Dieser Umstand führt zu einer hohen Zustandsdichte im Leitungsband, was für die guten supraleitenden Eigenschaften des Nb<sub>3</sub>Sn verantwortlich ist [Lab66].

Eine Betrachtung des Phasendiagramms des Systems Nb-Sn in Abb. 2.3 zeigt, daß sich die Nb<sub>3</sub>Sn-Phase bei 2130 °C peritektisch bildet. Unterhalb von ca. 1700 °C schließen die Phasengrenzlinien einen Homogenitätsbereich von 18 % bis 25,1 % ein, umfassen also gerade noch die stöchiometrische Zusammensetzung. Für die Anwendung ist von Bedeutung, daß die Stabilität der Phase im Homogenitätsbereich temperaturunabhängig ist und bis zu den für die Supraleitung notwendigen tiefen Temperaturen erhalten bleibt.

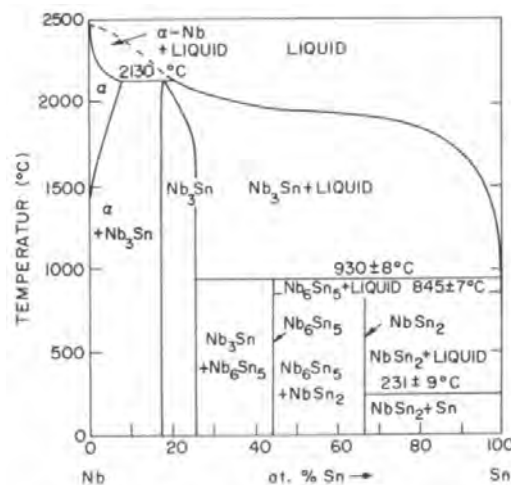


Abb. 2.3: Phasendiagramm des Nb-Sn-Systems nach Charlesworth [Cha70]

### 2.5.2 Eigenschaften von Bronze-Technik-Leitern

Aus dem einleitend erwähnten Festkörperdiffusionsprinzip leiten sich mehrere Verfahren ab, die Verbreitung bei der industriellen Herstellung von  $Nb_3Sn$ -Leitern erlangt haben: Bronze-Technik, Internes-Zinn-Verfahren sowie Jelly-Roll-Technik und pulvermetallurgische Prozesse. Von diesen ist die Bronze-Technik industriell am weitesten etabliert, gefolgt von der Interne-Zinn-Technik. Speziell die Bronze-Technik-Leiter finden im Hochfeldsektor starke Beachtung [Dix99], so daß die in dieser Arbeit diskutierten  $Nb_3Sn$ -Leiter dieser Produktionstechnik entstammen.

Wie sich später noch zeigen wird, spielt die innere Leiterstruktur eine wichtige Rolle für dessen elektrische Eigenschaften. Aus diesem Grund soll im folgenden das Bronze-Verfahren näher erläutert werden. Zur Beschreibung der anderen Techniken sei auf [Kom95] und [Gau87] verwiesen. Ein Vergleich zwischen Bronze-Technik-Leitern und Interne-Zinn-Technik-Leiter findet sich in [Thö91].

Für die Bronze-Technik wird der in Abschnitt 2.1 beschriebene Grundaufbau technischer Supraleiter entsprechend Abb. 2.4 modifiziert.

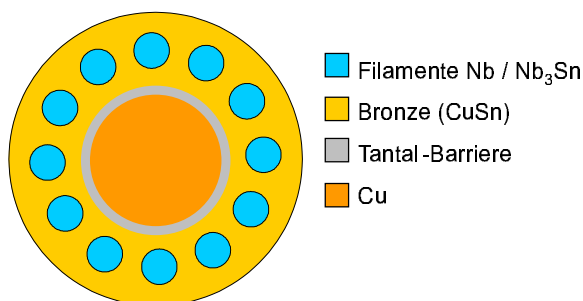


Abb. 2.4: Leiteraufbau

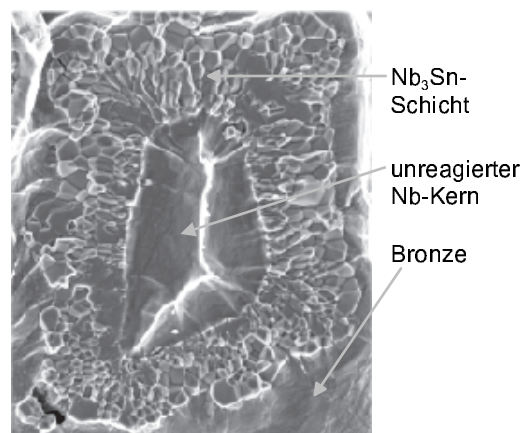


Abb. 2.5: Reagiertes Filament

Das Niob liegt filamentär in einer Matrix aus Zinn-Bronze eingebettet vor. Da  $CuSn$  selbst bei geringen  $Sn$ -Konzentrationen einen deutlich höheren Restwiderstand als reines  $Cu$  hat, gewährleistet die  $CuSn$ -Matrix keine ausreichende thermische Stabilisierung. Aus diesem Grund wird ein Kupfer-Bypass hinzugefügt, der durch die Tantal-Diffusionsbarriere vor einer widerstandserhöhenden Eindiffusion von  $Sn$  geschützt wird. Der Kupfer-Bypass kann dabei wie in Abb. 2.4 in der Leitermitte angeordnet sein. Diese Konfiguration wird als innenstabilisierter Leiter bezeichnet<sup>1</sup>. Die Bronze ist in der Regel auf  $Cu_{13,5}Sn$  (wt.%) eingestellt. Eine wünschenswerte höhere  $Sn$ -Konzentration ist aufgrund des Verlaufs der Phasengrenzlinien im  $CuSn$ -Diagramm nur mit deutlich höherem Aufwand zu erreichen [Miy99].

<sup>1</sup>Entsprechend ist bei außenstabilisierten Leitern die  $Cu$ -Matrix als äußere Umhüllung ausgeführt.

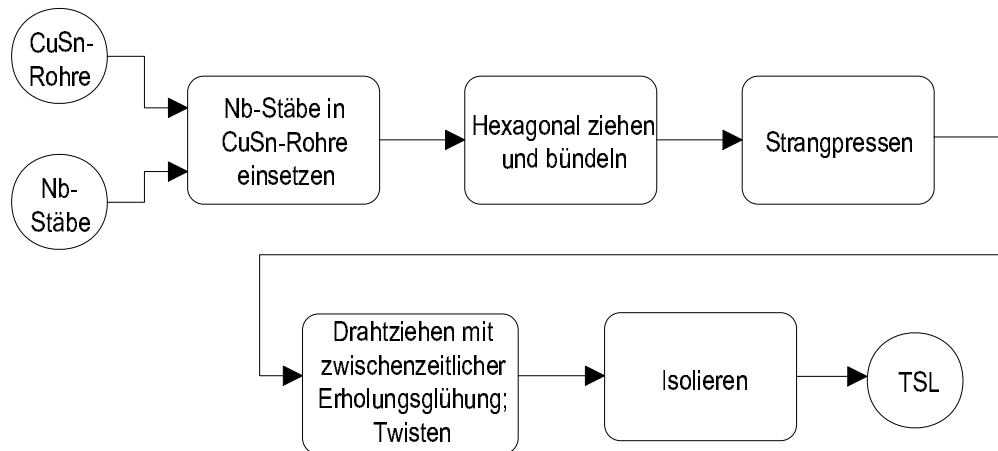
Durch die thermische Aktivierung während der Glühbehandlung diffundiert das Sn aus der Bronze in das Nb ein und bildet eine in das Nb-Filament einwachsende Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht. In Abb. 2.5 ist diese Struktur nach einer Glühung bei 700 °C und 100 h an einem einzelnen Filament gezeigt (Filamentdurchmesser ca. 5 µm). Die während der Reaktion gebildeten Korngrenzen im Nb<sub>3</sub>Sn sind entscheidend für das Pinning der Flußlinien und damit für eine hohe kritische Stromdichte  $j_c$  im Filament verantwortlich. Als verantwortlicher Mechanismus wird eine verstärkte Elektronenstreuung am Ort der Korngrenze diskutiert [Zer81]. Demnach ist ein optimales  $j_c$  dann zu erreichen, wenn die Korngröße in etwa der Kohärenzlänge  $\xi \approx 25$  nm entspricht. Bei größeren werdenden Körnern nimmt  $j_c$  ab. Wie viele Arbeiten in der Literatur zeigen, ist die Gefügebildung eine Funktion der Reaktionsglühung [Sch78], so daß durch eine passende Wahl der Temperatur-Zeit-Kombination die Gefügebildung in Richtung kleiner Körner gelenkt werden kann.

Der kritische Strom  $I_c$  wird sowohl von der kritischen Stromdichte  $j_c$  als auch über die stromtragende Fläche  $A$  bestimmt:

$$I_c = j_c \cdot A \quad (2.1)$$

Die Fläche  $A$  ist durch die Dicke der Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht gegeben. Da über temperatur- und zeitabhängige Wachstumsprozesse  $A$  ebenfalls von Glühbedingung abhängt, muß für ein optimales  $I_c$  die Wahl der Glühbedingungen so erfolgen, daß einerseits ein feinkörniges Gefüge entsteht und andererseits ein möglichst hohes Schichtwachstum erreicht wird. In der Vergangenheit vorgenommene Untersuchungen [Sch78] haben gezeigt, daß damit entgegengesetzte Anforderungen an die Glühbehandlung verbunden sind. Ein hohes Schichtwachstum erfordert hohe Temperaturen und lange Glühzeiten. Beides führt wegen Rekristallisationsprozessen zu einer Kornvergrößerung und damit zu einer Reduzierung von  $j_c$ . Umgekehrte Verhältnisse finden sich bei kürzeren Glühzeiten bzw. geringen Temperaturen. Damit kann zwar ein feinkörniges Gefüge erreicht werden, allerdings ist dann das Schichtwachstum gehemmt, und die Schichtdicken sind gering.

Die kritischen Ströme von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern weisen eine ausgeprägte Abhängigkeit vom mechanischen Spannungszustand auf. Mit zunehmender axialer Zugspannung  $\sigma$  steigt  $I_c$  zunächst an und geht dann bei  $\sigma_m$  über ein Maximum. Dieser Vorgang ist reversibel, solange nicht die Spannung  $\sigma_{irr}$  erreicht wird. Verantwortlich für dieses Verhalten sind die verschiedenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Ta-Barriere, Cu- bzw. CuSn-Matrix und Nb-Filamenten. Nach der Abkühlung auf LHe-Temperatur stehen die Filamente unter der thermischen Kontraktionsspannung der Matrix. Dadurch wird die Kristallstruktur des Nb<sub>3</sub>Sn tetragonal verzerrt, was zu einer Reduktion von  $I_c$  führt [Flü84]. Die von der Lorentzkraft verursachte Zugspannung (Lorentzspannung) wirkt dieser Kontraktion entgegen, was zunächst  $I_c$  erhöht. Das optimale  $I_c$  wird erreicht, wenn die Lorentzspannung bei  $\sigma_m$  die thermische Kontraktionsspannung gerade egalisiert. Eine weitere Zunahme bewirkt schließlich eine Überkompensation, die dann eine  $I_c$ -Reduktion nach sich zieht. Erreicht die mechanische Spannung  $\sigma_{irr}$ , treten Mikrorisse an den Filamenten auf, die zu einer irreversiblen Degradation des Leiters führen.



**Abb. 2.6:** Herstellungsprinzip von  $Nb_3Sn$ -Bronze-Leitern

Für die Herstellung von  $Nb_3Sn$ -Leitern wird eine der  $NbTi$ -Herstellung sehr ähnliche Technik eingesetzt. Das dazugehörige Ablaufschema ist in Abb. 2.6 gezeigt. Auf industrieller Seite ist man durch diese Produktionstechnik heute in der Lage, aus einem Rohling von etwa 100 kg einen sehr hoch filamentarisierten Leiter (über hunderttausend Filamente) bei Produktionslängen von mehreren zehn Kilometern herzustellen.

### 2.5.3 Legierte $Nb_3Sn$ -Leiter

Für das obere kritische Feld am absoluten Nullpunkt eines harten Supraleiters findet die Ginzburg-Landau-Theorie den Zusammenhang

$$B_{c2}(0) \propto \rho_0 \cdot \gamma \cdot T_c \quad (2.2)$$

Obwohl diese Formel strenggenommen nur für den Grenzfall  $T \rightarrow 0$  gilt, beschreibt sie den bei technisch eingesetzten Leitern vorliegenden Fall qualitativ ausreichend [Flü84]. Danach kann durch eine Erhöhung des Restwiderstandes<sup>1</sup>  $\rho_0$  unter gleichzeitiger Beibehaltung der Werte von  $T_c$  und des Elektronenanteils der spezifischen Wärme  $\gamma$  das obere kritische Feld erhöht werden. Dieser Effekt wird durch die Zulegierung von Übergangsmetallen, üblicherweise Ta oder Ti, zum Nb erreicht. Solche  $Nb_3Sn$ -Supraleiter mit den kombinierten Zusätzen Ti und Ta markieren den derzeitigen Stand der Technik für Hochfeldleiter und sind beispielsweise im HOMER-II-Magnetsystem am ITP eingesetzt.

Eine abschließende Bemerkung zur Terminologie: Im weiteren Verlauf wird das Adjektiv ‚binär‘ für reines  $Nb_3Sn$  verwendet; ‚ternär‘ bezeichnet  $Nb_3Sn$  mit *einem* zusätzlichen Additiv, beispielweise  $(NbTa)_3Sn$ . Entsprechend bedeutet ‚quaternär‘ den Zusatz von zwei Komponenten, wie z. B.  $(NbTaTi)_3Sn$ . Wird im Text ‚ $Nb_3Sn$ ‘ ohne

<sup>1</sup>Die gezielte Erhöhung der beiden anderen Faktoren ohne unerwünschte Effekte ist nicht so einfach möglich [Dro87].

weitere Erläuterung verwendet, so ist das als Sammelbegriff für die ganze Klasse möglicher Nb<sub>3</sub>Sn-Verbindungen zu verstehen. Ist explizit die zweikomponentige Legierung gemeint, wird dies durch den Zusatz ‚binär‘ stets kenntlich gemacht. Als Sammelbezeichnung für alle Nb<sub>3</sub>Sn-Verbindungen mit einem oder mehreren Zusätzen wird entweder die Formel (NbX)<sub>3</sub>Sn oder der Ausdruck ‚legiertes‘ Nb<sub>3</sub>Sn benutzt.



# Kapitel 3

## Experimentelle Arbeiten

Dieses Kapitel beschreibt die zur Messung der Strom-Spannungs-Kennlinien notwendigen Arbeitsschritte und Einrichtungen. Dazu werden zunächst die verwendeten Leiter vorgestellt und deren Auswahlkriterien diskutiert. Anschließend folgt die Beschreibung von Meßprinzip und Meßablauf. Es wird aufgezeigt, wie sich die Forderung nach hochauflösenden Messungen in der Versuchsdurchführung widerspiegelt. Zum Abschluß dieses Kapitels werden die Arbeiten für die Rasterelektronenmikroskopie und die dazugehörigen Auswertemethoden beschrieben.

### 3.1 Leiterauswahl

#### 3.1.1 Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter

Kapitel 2 hat gezeigt, daß mit steigenden Feldern neben binären Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern insbesondere Leiter auf der Basis von (NbTa)<sub>3</sub>Sn und (NbTaTi)<sub>3</sub>Sn eine wichtige Rolle spielen. Die Auswahl der Leiter für diese Arbeit erfolgte daher auch unter dem Aspekt eines Vergleiches verschiedener Typen von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern unter Hochfeldbedingungen.

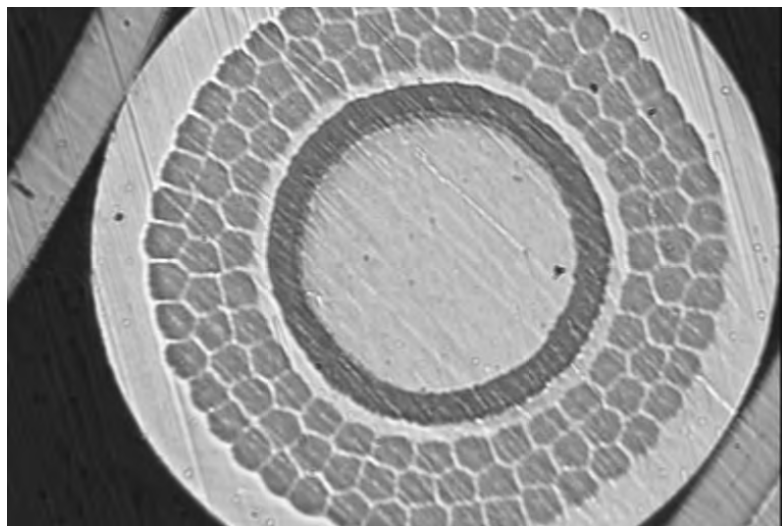
Die Unterschiede zwischen binären, ternären und quaternären Leitern sind in zweifacher Hinsicht von Bedeutung. Zum einen führen die Zusätze zu der bereits in Abschnitt 2.5.3 beschriebenen Erhöhung von  $B_{c2}$  und beeinflussen folglich die Stromtragfähigkeit des Supraleiters. Zum anderen bewirken sie hinsichtlich der Reaktionsglühung eine Änderung der Diffusionsbedingungen des Sn im Nb. Über den Mechanismus des Schichtdickenwachstums führt auch dieser Effekt letztendlich zu einer Verlagerung der Strom-Spannungs-Kennlinie.

Bezüglich der zu erwartenden kritischen Ströme waren folgende Überlegungen für die Auswahl maßgeblich: Die Werte von  $I_c$  sollten einerseits so groß sein, daß die ausgewählten Leiter repräsentativ die Gruppe der Hochstrom- und Hochfeldleiter vertreten. Andererseits durften die Leiter auch keine zu hohen kritischen Ströme haben, um thermische Effekte möglichst klein zu halten. Ein weiterer Aspekt betrifft den Vergleich

verschiedener Nb<sub>3</sub>Sn-Legierungen. Damit die beobachteten Ergebnisse vor dem Hintergrund der unterschiedlichen Zusammensetzung diskutiert werden können, sollten alle sonstigen Eigenschaften – z. B. Filamentzahl, Aufbau etc. – möglichst identisch sein.

Die Wahl fiel daher auf drei industrielle Standardleiter der Firma Vakuumschmelze, die die geforderten Eigenschaften weitgehend erfüllen (vgl. Tabelle 3.1). Lediglich beim Durchmesser und bei der Isolationstechnik bestehen geringfügige Unterschiede. So beträgt der Durchmesser des binären Leiters 1,1 mm und für die ternären und quaternären Leiter 0,9 mm. Dieser Unterschied wird später dadurch berücksichtigt, daß bei flächenabhängigen Werten entsprechend skaliert wird. Die Unterschiede in der Isolation sind bedeutungslos, da die Leiter während der Messung ohnehin nur an den Stromspeisebereichen Kontakt zu metallischen Flächen haben.

Eine Vorstellung des Aufbaus vermittelt Abb. 3.1 beispielhaft anhand des NS10000. In Übereinstimmung mit Abb. 2.4 ist hier in der Mitte das Stabilisierungskupfer zu sehen; umhüllt von der Tantal-Diffusionsbarriere. Außen befindet sich die Sn-Bronze mit insgesamt 114 eingebetteten Filamentbündeln, angeordnet in drei konzentrischen Ringen. Die Anzahl der Filamente pro Bündel ist variabel mit einer Spanne von 80 bis 90.



**Abb. 3.1:** Metallographischer Querschliff des NS10000 – Durchmesser 1,1 mm

	<b>Binärer Leiter - Nb<sub>3</sub>Sn</b>	<b>Ternärer Leiter - (NbTa)<sub>3</sub>Sn</b>	<b>Quaternärer Leiter - (NbTaTi)<sub>3</sub>Sn</b>
<b>Hersteller</b>	Vacuumschmelze (VAC)	Vacuumschmelze (VAC)	Vacuumschmelze (VAC)
<b>Typ-Bezeichnung</b>	NS10000	NST10000	NSTT10000
<b>Geometrie</b>	Rundleiter	Rundleiter	Rundleiter
<b>Isolation</b>	Glasseide	nicht isoliert	nicht isoliert
<b>Durchmesser</b>	1,1 mm (ohne Isolation)	0,9 mm	0,9 mm
<b>Diffusionsverfahren</b>	Bronze Route	Bronze Route	Bronze Route
<b>Aufbau</b>	Interne Cu-Stabilisierung mit Tantal-Diffusionsbarriere zwischen Cu und CuSn	Interne Cu-Stabilisierung mit Tantal-Diffusionsbarriere zwischen Cu und CuSn	Interne Kupfer-Stabilisierung mit Tantal-Diffusionsbarriere zwischen Cu und CuSn
<b>Anzahl Filamente</b>	10000 angeordnet in 3 konzentrischen Filamentbündelringen	10000 angeordnet in 3 konzentrischen Filamentbündelringen	10000 angeordnet in 3 konzentrischen Filamentbündelringen
<b>Mittlere Anzahl Filamente pro Bündel</b>	85	85	85
<b>Filamentdurchmesser</b>	ca. 4 µm	ca. 3,5 µm	ca. 3,5 µm
<b>Sn Gehalt der Bronze</b>	ca. 13,5 % (wt.)	ca. 13,5 % (wt.)	ca. 13,5 % (wt.)
<b>CuSn/Nb-Verhältnis</b>	3	3	3
<b>Zulegierung</b>	-	Ta zum Nb	Ta zum Nb / Ti zu CuSn
<b>Cu-Anteil am Leiter</b>	17 %	17 %	17 %
<b>I<sub>c</sub> @ 15 T und 4,2 K</b>	108 A	143 A	139 A
<b>Reaktion 700 °C/100 h</b>			

Tabelle 3.1: Übersicht über die untersuchten Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter (Anteilsangaben sind als Flächenanteile zu verstehen)

### 3.1.2 NbTi und Bi2223

Tabelle 3.2 listet die zu Vergleichszwecken herangezogenen NbTi- und Bi2223-Leiter auf. Für die Auswahl des NbTi-Leiters waren Verfügbarkeitsgründe ausschlaggebend. So stand der F24 aus einer früheren Arbeit [Kim96] zur Verfügung.

Der HTSL entstammt einem Forschungsprojekt am ITP [Gol99], dessen Ziel die Entwicklung von Bi2223-Leitern für energietechnische Anwendungen ist. Auch wenn damit der Leiter nicht speziell für den Hochfeldeinsatz entworfen wurde, so können dennoch einige HTSL-typische Eigenheiten daran untersucht und mit anderen Leitern verglichen werden.

Bezeichnung	Hersteller	Supraleiter	Matrix	Abmessung	Filamente
F24	VAC	NbTi	Cu	Ø 0,7 mm	24
F37	ITP	Bi2223	AgMg	3 mm × 0,21 mm	37

**Tabelle 3.2:** Der NbTi- und Bi2223-Leiter im Überblick

## 3.2 Reaktionsglühung der Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter

### 3.2.1 Technische Realisierung

Die Reaktionsglühung der Nb<sub>3</sub>Sn-Rohleiter erfolgte in Vakuum-Rohrglühöfen. Dazu war der Leiter in eine spezielle Halterung eingesetzt, die in Abb. 3.2 gezeigt ist. Im mittleren Bereich befindet sich die Glühhülse aus Edelstahl (Ø=33 mm) mit dem spulenförmig aufgewickelten Leiter. Der Abstand zweier Windungen ist mit etwa 1 mm ausreichend, um die gegenseitige Isolation der Windungen bei der späteren Messung sicherzustellen. Damit während des Glühvorgangs ein Verschweißen von Leiter und Hülse verhindert wird, ist zwischen Leiter und Hülse eine Lage Glasseide gelegt<sup>1</sup>. Rechts und links sind Metallplatten angeschraubt, die dazu dienen, die Hülse im Ofen zu zentrieren. Zusätzlich haben sie die Aufgabe, die beiden in der Abbildung oberhalb und unterhalb der Hülse erkennbaren Glasröhrchen zu arretieren. In diesen Glasröhrchen befinden sich Mitglühproben des Leiters, die später für die Elektronenmikroskopie verwendet werden. Zur Temperaturüberwachung befindet sich direkt an der Leiteroberfläche ein in der Abbildung nicht sichtbares Chrom-Nickel-Thermoelement.

Vor dem Aufheizen wurde der Innenraum des Ofens auf einen Restdruck von etwa  $10^{-5}$  bar evakuiert. Dadurch konnte eine Oxidation der Leiteroberfläche verhindert werden. Die Steuerung des Glühprozesses erfolgte mit einer Automatik, die die eingestellte Temperatur während der Glühzeit regelte. Über die Glühzeit variierte die Temperatur üblicherweise in einem Band von  $T_{soll} \pm 2$  °C.

<sup>1</sup>nur bei den nicht werkseitig isolierten Leitern

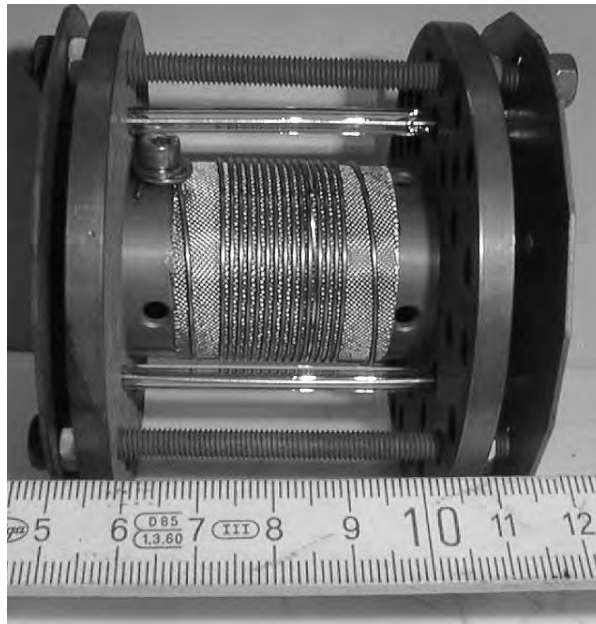


Abb. 3.2: Glühhülse mit Leiter und Halterung

### 3.2.2 Zur Wahl der Reaktionsbedingungen

In der Praxis hat sich die Reaktionsglühung 700 °C/100 h als Standard etabliert. Daher wurde ausgehend von dieser Glühbedingung der Temperatur- und Zeitbereich nach oben und unten erweitert und von 600 °C bis 750 °C in 25-°C-Schritten untersucht. Die zugehörigen Glühzeiten von 20 h bis zu 400 h waren in neun Stufen gerastert. Aufgeführt sind diese Temperatur-Zeit-Kombinationen in Tabelle 3.3. Im Falle der binären und ternären Leiter wurden jeweils alle in der Tabelle markierten Kombinationen realisiert; für die quaternären eine repräsentative Auswahl bei hoher, mittlerer und kleiner Temperatur.

Die Glühkombinationen belegen in der Tabelle einen Streifen, der sich von hohen Temperaturen und kurzen Zeiten (links oben) zu geringen Temperaturen und langen Zeiten erstreckt (rechts unten). Zu jeder Temperatur existieren drei Einträge in Intervallen von 30 h bzw. 50 h. Diese Wahl der Temperatur-Zeit-Paare kann qualitativ mit thermodynamischen Überlegungen motiviert werden. Für den Diffusionsweg  $d$  und damit für die Schichtdicke eines Filaments als Funktion der Zeit  $t$  gilt folgende Proportionalität [Sue81]:

$$d \propto \sqrt{Dt} \quad (3.1)$$

Die Temperaturabhängigkeit von  $d$  ist implizit im Diffusionskoeffizienten  $D$  enthalten:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{\Delta Q}{kT}\right) \quad (3.2)$$

$D_0$  ist der präexponentielle Faktor,  $k$  die Boltzmannkonstante,  $\Delta Q$  die Aktivierungsenthalpie für Sn in Nb und  $T$  die absolute Temperatur. Aus den beiden letzten Gleichungen

	750 °C	725 °C	700 °C	675 °C	650 °C	625 °C	600 °C
20 h	X						
50 h	X	X					
100 h	X	X	X				
150 h		X	X	X			
200 h			X	X	X		
250 h				X	X	X	
300 h					X	X	X
350 h						X	X
400 h							X

Tabelle 3.3: Reaktionsbedingungen

chungen ergibt sich eine exponentielle Abhängigkeit der Schichtdicke von der Temperatur. Die Zeitabhängigkeit von  $d$  folgt einem sehr viel schwächeren Potenzgesetz. Demnach führt eine Erhöhung der Temperatur zu einer starken Zunahme der Diffusionsgeschwindigkeit, so daß im Gegenzug die Zeit  $t$  reduziert werden kann.

### 3.3 Resistives Meßprinzip

Beim resistiven Vierpunkt-Meßprinzip (vgl. Abb. 3.3) ist die Leiterprobe in die freie Bohrung einer Magnetspule eingesetzt. Gemessen wird dann die Spannung  $U$  am Supraleiter über die Länge  $l$  in Abhängigkeit vom aufgeprägten Strom. Während der Messung ist der Leiter definierten Werten von Hintergrundfeld  $B$  und Bad-Temperatur  $T$  ausgesetzt. Um zu einem meßlängenunabhängigen Ergebnis zu gelangen, wird aus der Spannung das elektrische Feld gebildet:

$$E = U/l \quad (3.3)$$

### 3.4 Testspulen

Der vorangegangene Abschnitt hat das Meßprinzip anhand eines geraden Leiterstücks demonstriert. Für die hier noch zu diskutierenden Messungen wurde allerdings von dieser Geometrie abgewichen und zu einer spulenförmigen Anordnung übergegangen. Dadurch war eine größere Meßlänge  $l$  möglich, was – bei gerätetechnisch vorgegebenem Spannungsaufösungsvermögen – aufgrund Gl. 3.3 zu einer verbesserten Meßauflösung bezüglich des  $E$ -Feldes führt.

Abb. 3.4 zeigt eine Testspule. Der Spulenkörper besteht aus GFK-Material mit oben und unten angesetzten Kupferringen, über die der Strom in den Leiter gespeist wird. Zur Herstellung einer Testspule wurde der Leiter nach der Reaktionsglühung vorsichtig

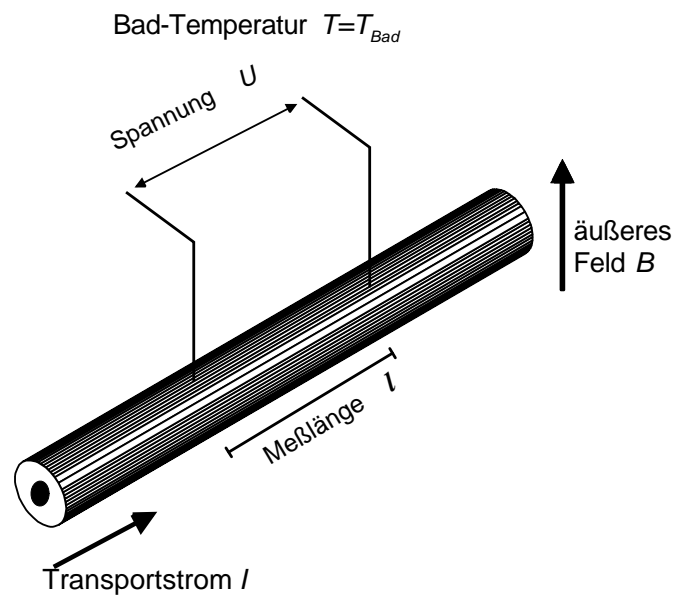


Abb. 3.3: Resistive Meßmethode

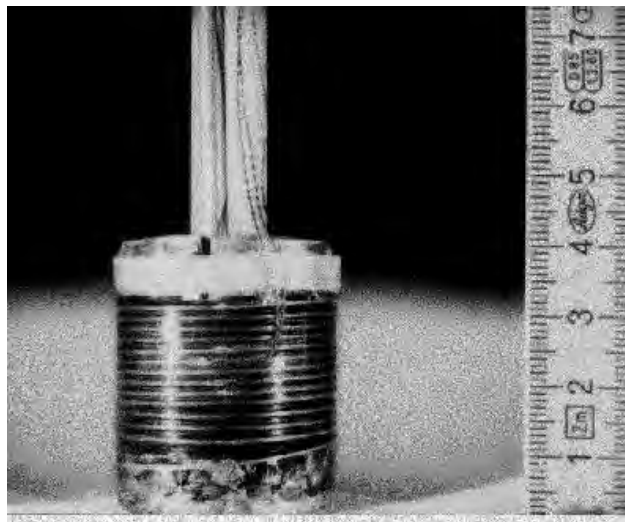


Abb. 3.4: Testspule

von der Glühhilfe auf den GFK-Spulenkörper transferiert („wind-react-and-transfer-Technik“). Glühhilfe und Spulenkörper hatten dazu den gleichen Durchmesser, so daß die mechanischen Verformungen beim Transferieren minimal waren. Die Leiterlänge auf der Glühhilfe war so bemessen, daß sich nach dem Transferieren oberes und unteres Leiterende in Höhe der Kupferringe befanden und dort verlötet werden konnten. Um eine induktive Signalaufnahme durch sich im Magnetfeld bewegende Potentialdrähte zu minimieren, waren die Potentialdrähte verdrillt und fixiert von der Testspule weggeführt. Abschließend erfolgt ein Wachsverguß der Testspule, um die Windungen mechanisch zu fixieren.

Für die Herstellung von NbTi- bzw. HTSL-Testspulen konnten die Leiter direkt auf den Spulenkörper gewickelt werden, da hier die Reaktionsglühung entfällt. Ansonsten waren die Arbeitsschritte ähnlich dem für Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter beschriebenen Ablauf. Lediglich beim HTSL-Leiter mußte aufgrund des maximal tolerierbaren Biegeradius auf einen Spulenkörper mit 60 mm Durchmesser übergegangen werden.

Aus Gründen der Redundanz wurden für jede Testspule zwei Kennlinien über jeweils unterschiedliche Meßlängen aufgenommen. Zusammen mit dem Spannungsabgriff für die Quenchedetektion waren somit drei Spannungsabgriffe an jeder Testspule angebracht. Ihre Anordnung ist in Abb. 3.5 gezeigt. Die beiden innen liegenden Abgriffe lieferten die Kennlinien-Spannungen  $U_1$  und  $U_2$ . Dabei erfolgte die Spannungsdetektion über eine Länge von zwei bzw. vier Windungen.

Positioniert waren die Spannungsabgriffe im mittleren Bereich der Testspule, da in dieser Position der Abstand zu den Kupferringen und zu den dort stattfindenden Stromumverteilungen<sup>1</sup> am größten ist. Vor Beginn der Messung wurden diese beiden Abgriffe auf die magnetische Mitte des Hintergrundfeldes und damit auf den Bereich größter Feldhomogenität  $dB/dz \approx 0$  ausgerichtet. Störende Einflüsse einer inhomogenen  $B$ -Feld-Verteilung am Leiter konnten dadurch minimiert werden. Im Gegensatz dazu befanden sich die Potentialabgriffe für die Quenchedetektion so nahe wie möglich an den Stromeinspeisebereichen. Damit war die gesamte aufgewickelte Leiterlänge in die Quencherüberwachung einbezogen.

Aufgrund der Empfindlichkeit der Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter gegenüber einer Änderung des mechanischen Spannungszustands muß die Eigenfeldcharakteristik der Testspule berücksichtigt werden. Prinzipiell waren die Testspulen so in die Magnetbohrung eingesetzt, daß die axiale Richtung von Testspule und Magnet parallel und konzentrisch ausgerichtet waren. Damit verbleiben für die Orientierung der Eigenfelder zwei Möglichkeiten:

- $B_z$ -Komponente von Testspule und Hintergrundfeld sind gleichsinnig parallel ( $z$ : axiale Richtung im Magnet), d. h. das Eigenfeld der Testspule und das Hintergrundfeld addieren sich. Diese Orientierung führt dazu, daß die Lorentzkräfte mechanische Zugspannungen im Leiter hervorrufen.

<sup>1</sup>Stromumverteilungen finden bevorzugt in den Einspeisebereichen statt, da dort der Strom von der normalleitenden Zuführung über die Matrix in die Filamente transferiert werden muß. Dieser Vorgang ist nicht scharf lokalisiert, sondern spielt sich auf einer charakteristischen Einkoppellänge ab [Eki78].



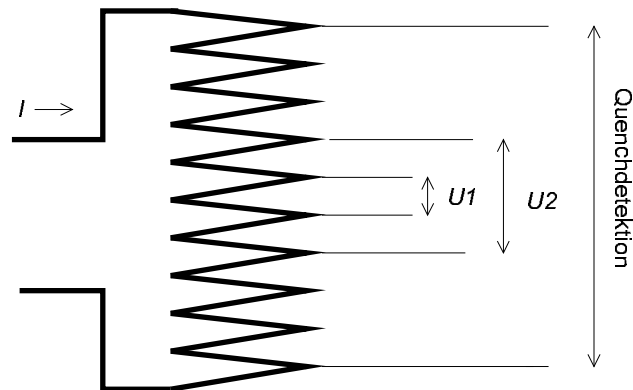


Abb. 3.5: Anordnung der Meßstellen

- $B_z$ -Komponente von Testspule und Hintergrundfeld sind antiparallel. In diesem Fall treten Druckspannungen im Leiter auf.

Für die hier vorgestellten Messungen war durch entsprechende Wahl der Strompolarität eine gleichsinnig-parallele Orientierung eingestellt. Als Begründung ist anzuführen, daß beim Betrieb von Solenoiden Zugspannungen als vorwiegender Lastfall auftreten und somit nur unter dieser Krafrichtung durchgeführte Messungen das spätere Leiterverhalten unter Lorentzkräften tendenziell richtig wiedergeben.

### 3.5 Die JUMBO-Experimentier-Anlage

Das JUMBO-System des Instituts für Technische Physik stellte die magnet- und meßtechnischen Einrichtungen für die Aufnahme der  $E(I)$ -Kennlinien zur Verfügung. In der Abb. 3.6 ist der JUMBO-Kryostat mit Versorgungsleitungen und Galerie gezeigt. Mit diesem Magnetsystem ist ein maximales Zentralfeld von 15 T möglich. Dabei sitzen Magnetspulen und Testspule in einem gemeinsamen LHe-Bad. Die Testspulen werden mit einem Probenhalter von oben in den Kryostatinnenraum eingeführt. Zusätzlich übernimmt der Probenhalter die Aufgabe, die Meßleitungen herauszuführen. Ebenfalls integriert sind die Zuleitungen für den Testspulenstrom, die eine maximale Zuführung von  $I \approx 500$  A erlauben.

Der Innenraum des Kryostaten ist über die Helium-Abgasleitung mit dem externen atmosphärischen Druck gekoppelt. Damit ist das Temperaturniveau durch die Siedetemperatur des Heliums mit  $T \approx 4,2$  K gegeben. Zur thermischen Entkopplung sind LHe-Bereich und Umgebung durch ein Isoliervakuum getrennt, dessen Wirkung durch ein zusätzliches LN-Schild unterstützt wird.

Für den Experimentierbetrieb stehen zwei Konfigurationen zur Verfügung:

- 15 T Maximalfeld in einer Bohrung von 44 mm
- 10 T Maximalfeld in einer Bohrung von 100 mm

Die Spulenkonfiguration für den 15-T-Betrieb ist in der Abb. 3.7 gezeigt. Für den 10-T-Betrieb wird der innere Spuleneinsatz demontiert. Alle Einzelspulen sind in Reihe geschaltet, so daß ein Netzgerät zur Stromversorgung genügt.



**Abb. 3.6:** JUMBO-Anlage

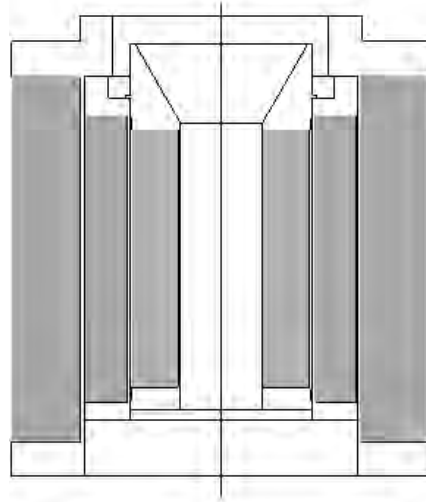
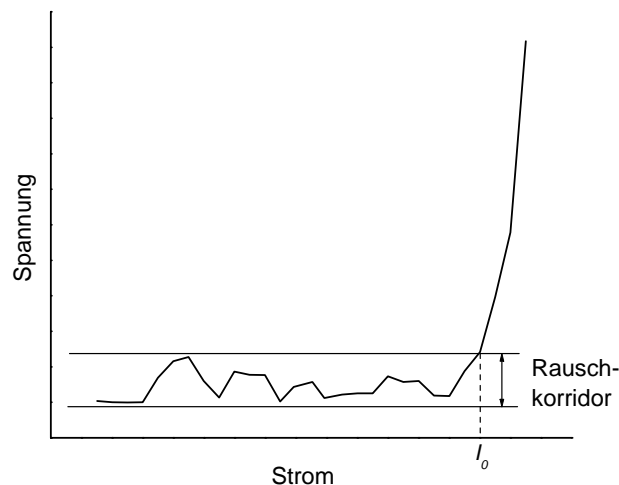


Abb. 3.7: Spulenkonfiguration bei 15 T-Maximalfeld

## 3.6 Ablauf der Messung

Gemäß den Ausführungen des Abschnitts 3.3 erfordert die Aufnahme der  $E(I)$ -Kennlinie die Messung der Spannung am Supraleiter in Abhängigkeit vom aufgeprägten Strom. Vor dem in der Einleitung erläuterten Hintergrund, daß diese Messungen bei der Magnetauslegung als Basis zur Extrapolation auf kleinere  $E$ -Felder dienen, sollte die Extrapolationsstrecke, d. h. die Differenz zwischen dem kleinsten stabil gemessenen  $E$ -Feld und dem Extrapolationsziel, möglichst kurz sein. Somit muß die Spannung an der Testspule mit höchstmöglicher Auflösung gemessen werden. Im folgenden wird der dazu benutzte Versuchsaufbau und die Gestaltung des Meßablaufs anhand der Abb. 3.9 vorgestellt.

Der Meßablauf folgt dem durch [Sch90] vorgegebenen Schema, wobei die in [Kim96] vorgenommenen Optimierungen mit berücksichtigt sind. Das Hintergrundfeld wird manuell durch Wahl des passenden Magnetstroms eingestellt. Als Netzgerät dient ein 300-A/20-V-Netzgerät der Firma Heinzinger. Den Strom durch die Testspule liefert ein 1500-A-Netzgerät ebenfalls von der Firma Heinzinger. Dessen maximale Ausgangsspannung beträgt 4 V, was zur Überbrückung der normalleitenden Zuleitungen und Stromzuführungen ausreichend ist. Zur Stromstabilisierung besitzt das Netzgerät zwei zusammenwirkende Regelkreise. Auf der ersten Stufe dient ein Thyristor zur groben Vorregulierung. Die zweite Stufe beinhaltet einen zur Feinregulierung nachgeschalteten Transistor-Linearregler. Dadurch ist der Ausgangsstrom sehr zeitstabil und hat eine geringe Restwelligkeit. Gesteuert wird das Netzgerät über den PC, der über den IEEE488.2-Bus einen Vorgabewert zum Digital-Analog-Konverter (DAC) sendet. Dort wird der Vorgabewert in einen Spannungspegel umgesetzt und an den Steuereingang des Netzgeräts gelegt. DAC, Quenchdetektor und Steuereingang sind in Reihe geschaltet, so daß bei einem Quench der Testspule der Strom sofort abgeschaltet wird.



**Abb. 3.8:** Zur Definition von  $I_0$  und Rauschkorridor

Diese Einheit ist vom PC unabhängig, womit eine zuverlässige und von der Verarbeitungsgeschwindigkeit des PC unabhängige schnelle Stromabschaltung sichergestellt ist. Lediglich der Schaltzustand des Quenchdetektors wird über einen Digital-I/O-Port ausgelesen und über den Bus an den PC übermittelt. Zur Bestimmung des Testspulenstroms dient ein hochgenauer Widerstand (Shunt). Die daran abfallende Spannung wird gemessen, an den PC übermittelt und dort in den Ausgangsstrom umgerechnet.

Die Spannungen an der Testspule werden mit Nanovoltmetern gemessen, die ebenfalls vom PC über den Bus angesteuert und ausgelesen werden. Am PC werden alle übernommenen Meßwerte sowohl wertemäßig als auch in Kurvenform dargestellt und nach Ende Messung zur weiteren Verarbeitung abgespeichert.

Während des Meßvorgangs wird keine kontinuierliche Stromrampe gefahren, sondern eine stufenförmige Erhöhung mit schnellem Hochfahren des Stroms um ein Inkrement und anschließender Haltephase. Die Spannungsmessung erfolgt am Ende der zeitvariablen Haltephase. Deren Dauer kann so gewählt werden, daß Wirbelströme und Einschwingvorgänge der beteiligten Geräte abklingen. Da solche Vorgänge zu unerwünschten Offset- und Driftspannungen führen, wird mit der stufenförmigen Stromrampe eine verbesserte Spannungsauflösung ermöglicht. Diese wird allerdings aufgrund der verlängerten Haltephasen mit dem Nachteil langer Meßzeiten erkauft.

Um die Meßzeiten dennoch kurz zu halten, ist ein Meßlauf für die Aufnahme einer Kennlinie in zwei Teilstufen untergliedert: Probelauf und Hauptmessung. Der Grund dafür ist aus Abb. 3.8 abzuleiten. Darin ist der Verlauf einer Strom-Spannungskennlinie schematisiert. Grundsätzlich ist der gemessenen Spannung immer ein Rauschanteil überlagert. Verantwortlich dafür sind externe elektromagnetische Einstreuungen, Eigenrauschen der Voltmeter und driftende Thermospannungen. Diese Effekte führen dazu, daß auch bei verschwindendem Spannungsabfall am Supraleiter die Spannungen an den Voltmetereingängen innerhalb eines Rauschkorridors fluktuieren.

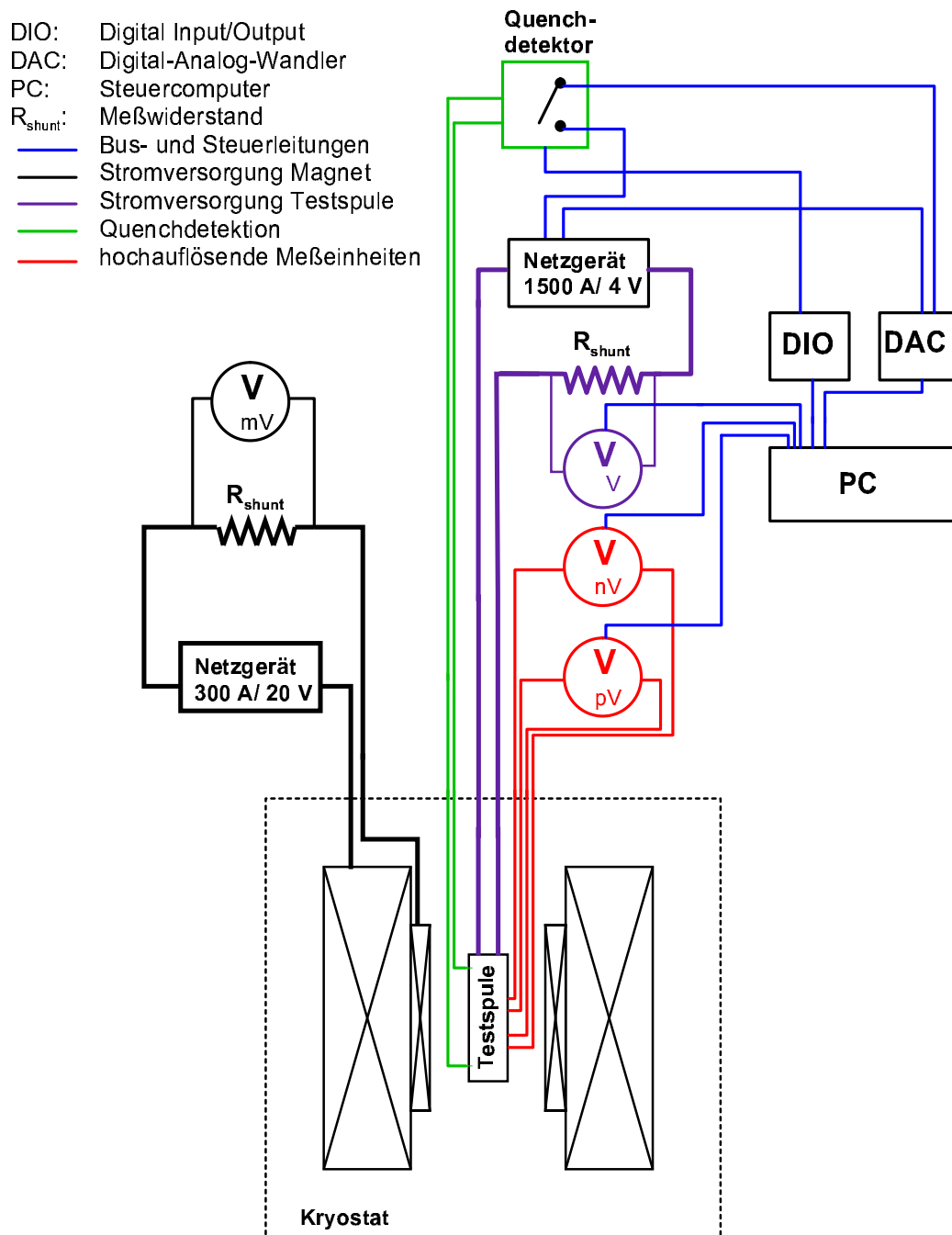
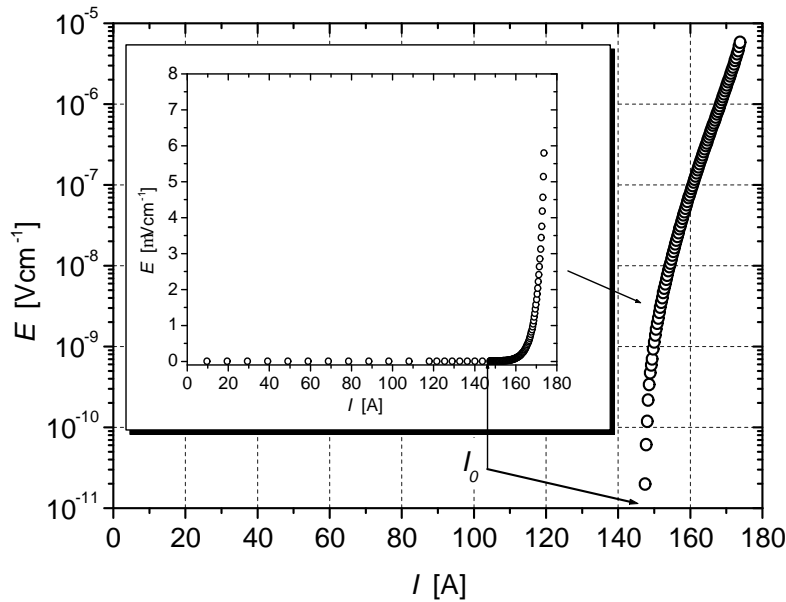


Abb. 3.9: Blockschaftbild JUMBO und Meßwerterfassung



**Abb. 3.10:** Demonstration einer Bestauflösung von  $E \approx 10^{-11}$  V/cm

Ein Anstieg der Spannung am Supraleiter kann somit erst dann detektiert werden, wenn das gemessene Spannungsniveau den Rauschkorridor verläßt. Dann sollte dieser Anstieg allerdings möglichst fein, d. h. mit kleinen Strominkrementen, aufgelöst werden. Hat man a priori keine Information über die ungefähre Lage des Anstiegs, so muß die ganze Kurve mit kleinen Stromschritten zeitintensiv abgerastert werden. Daher wird zunächst eine Messung mit großen Stromschritten durchgeführt. Dieser sogenannte Probelauf liefert die Information, bei welchem Strom  $I_0$  der Rauschkorridor verlassen wird und die Supraleiterspannung signifikant ansteigt. Zusätzlich erlaubt der Probelauf die grobe Einschätzung der Steilheit des Anstiegs. Daraus wird dann abgeleitet, wie klein bei der nachfolgenden Hauptmessung die Strominkremente  $\Delta I$  im Bereich des Anstiegs sein müssen. Im Probelauf wird der Strom bis zum Quench des Leiters gefahren. Der damit verbundene kurzzeitige Übergang<sup>1</sup> in die Normalleitung eliminiert eventuell noch vorhandene Restmagnetisierungen.

Die aus dem Probelauf gewonnenen Werte  $I_0$  und  $\Delta I$  sind Eingangsgrößen der Hauptmessung. Bei dieser wird zunächst  $I_0$  mit relativ großen Stromschritten angefahren; das Inkrement ist von der Größenordnung  $I_0/20$  – mit größeren Schrittweiten am Anfang und kleineren kurz vor  $I_0$ . Die variable Schrittweite dient dazu, in der Nähe von  $I_0$  die Änderungsrate des Stroms  $\dot{I}$  klein zu halten. Bei den Messungen hat sich gezeigt, daß dadurch die Spannungsauflösung verbessert werden kann. Die Ursache dafür ist vermutlich, daß ein vermindertes  $\dot{I}$  Wirbelstromeffekte begrenzt, die ansonsten den Anstieg der Kurve überdecken würden.

Nach dem Erreichen von  $I_0$  wird der Strom in Schritten von  $\Delta I$  erhöht. Ein Beispiel

<sup>1</sup>Die Rückkühlzeiten der Testspule sind aufgrund deren geringer thermischer Masse sehr kurz.

verdeutlicht, in welchem Verhältnis die Stromänderungsraten vor und nach  $I_0$  stehen: Wird im Probelauf ein  $I_0$  von 150 A festgestellt, so erfolgt das Anfahren von  $I_0$  in 20 Inkrementen mit anfänglich 10 A und schließlich 3,75 A. Nach  $I_0$  wird der Strom mit einem Inkrement von typischerweise  $\Delta I \approx 0,25$  A erhöht.

Die Abb. 3.10 zeigt eine mit dem beschriebenen Verfahren aufgenommene  $E(I)$ -Kennlinie (Leiter: NST10000 725°C/100 h) bei einem Feld von 14 T. In der eingebetteten Grafik sind Strom und  $E$ -Feld linear gegeneinander aufgetragen. Aus dieser Darstellung ist die Schrittweitenverfeinerung beim Anfahren von  $I_0$  gut erkennbar. Das äußere Bild stellt den Anstieg dieser Kurve mit logarithmischer Skalierung der  $E$ -Achse dar. Diese Grafik demonstriert, zu welchem hohem Auflösungsvermögen die geräte- und ablauftechnischen Maßnahmen im Optimalfall führen: Bei dieser Kennlinie ist der Anstieg mit einer Auflösung von  $E \approx 10$  pV/cm aufgenommen worden.

## 3.7 Rasterelektronenmikroskopie

Die Analyse des Gefüges und der Schichtdicken von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern erforderte aufgrund der Kleinheit der zu untersuchenden Strukturen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen. Je nach abzubildender Struktur wurden zwei Verfahren zur Bildgebung benutzt, die nachfolgend beschrieben werden.

### 3.7.1 Abbildung und Auswertung der Kornstruktur

Die Aufnahmen der Kornstruktur entstanden am LEO820-Mikroskop des *Applied Superconductivity Center* der Universität von Wisconsin [Kim99a]. Die dort vorliegenden Erfahrungen haben gezeigt, daß die Kornstruktur des Nb<sub>3</sub>Sn sehr gut an Filamentbruchflächen analysiert werden kann [Lee97].

Für die Präparation einer Bruchfläche muß das Leiterstück zunächst in verdünnter Salpetersäure gereinigt und anschließend mit Wasser und Ethanol abgespült werden. An der gewünschten Stelle kann dann der Leiter mit einem Skalpell angeritzt und anschließend vorsichtig mit zwei Zwangen longitudinal auseinandergehoben werden. Aufgrund der Sprödigkeit des Nb<sub>3</sub>Sn brechen die Filamente dabei fast ausschließlich intergranular. Die entstehende Bruchfläche wird dann im REM im Sekundärelektronenbetrieb aufgenommen. Bei diesem Abbildungsmodus wird die Oberfläche mit einem monochromatischen Elektronenstrahl abgerastert und die Anzahl der dabei ausgelösten Sekundärelektronen gemessen. Diese ist eine Funktion der Oberflächenneigung [Rei77], so daß mit der gemessenen Intensitätsverteilung ein Bild der Oberflächentopographie aufgebaut werden kann. Ein in diesem Modus aufgenommenes Bild ist in der Abb. 3.11 wiedergegeben. Die Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht umgibt den Nb-Restkern, in dem auch deutlich als helle Linie hervortretende duktile Bruchkanten zu sehen sind.

Zur Gefügecharakterisierung waren aus den aufgenommenen Bildern die Korngrößen und deren Variation zu ermitteln. Das in der Werkstoffkunde übliche Linienschnittverfahren [Mac92] ist zwar für die Abschätzung der mittleren Korngröße gut geeignet, versagt aber bei der Bestimmung der Korngrößenvariation. Daher wurde für die

Auswertung der Korngrößen das Bildverarbeitungsprogramm Image-Pro-Plus eingesetzt [Img95]. Die komplexe topographische Information und die unterschiedlichen Hell-Dunkel-Schattierungen der Bilder (vgl. Abb. 3.11) verhinderte allerdings eine direkte softwaremäßige Auswertung der Bilder. Das Programm war nicht in der Lage die Korngrenzen eindeutig zu identifizieren. Da die visuelle Identifizierung der Korngrenzen nicht weiter schwierig war, wurde deren Verlauf manuell rekonstruiert. Dazu wurde eine Transparentfolie über das Bild gelegt und alle eindeutig erkennbaren Korngrenzen auf der Folie nachgezeichnet. Bereiche, in denen die Identifikation auch visuell nicht eindeutig gelang, blieben ausgespart. Mit der Folie lag damit eine kontraststarke Korngrenzenzeichnung vor, die mit einem 600-dpi-Scanner digitalisiert und mit Image-Pro-Plus ausgemessen wurde. Zur Bestimmung der Korngrößenverteilung wurden – analog zu [Lee97] – aus den ermittelten Kornflächen  $A$  die äquivalenten Korngrößen nach folgender Formel ermittelt:

$$d = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (3.4)$$

### 3.7.2 Abbildung und Auswertung der reagierten Flächen

Die Aufnahmen der reagierten Flächen entstanden am LEO1530-Elektronenmikroskop des ITP [Obs99]. Zur Präparation wurden die Mitglühproben auf das erforderliche Maß gekürzt und die entstandenen Schnittflächen plan geschliffen und poliert. Als bildgebendes Verfahren diente die Abbildung mit Rückstreuelektronen. Dabei werden die von der Probenoberfläche reflektierten Elektronen detektiert. Weil die Rückstreuung von der Ordnungszahl des reflektierenden Materials abhängt, ist diese Methode sensitiv auf die unterschiedliche chemische Zusammensetzung von  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ , Nb und CuSn. In Abb. 3.12 ist zur Illustration die Aufnahme eines Bündels aus einem NST-Leiter gezeigt. Die Bronze (schwarze Flächen) sowie die unreaktierten Nb-Kerne (dunkelgrau) und das  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  (hellgrau) sind deutlich unterscheidbar. Im Gegensatz zu den Kornstrukturaufnahmen ist der Kontrast dieser Bilder auch ausreichend, um die  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Flächen direkt mit dem Bildverarbeitungsprogramms Image-Pro-Plus zu bestimmen.



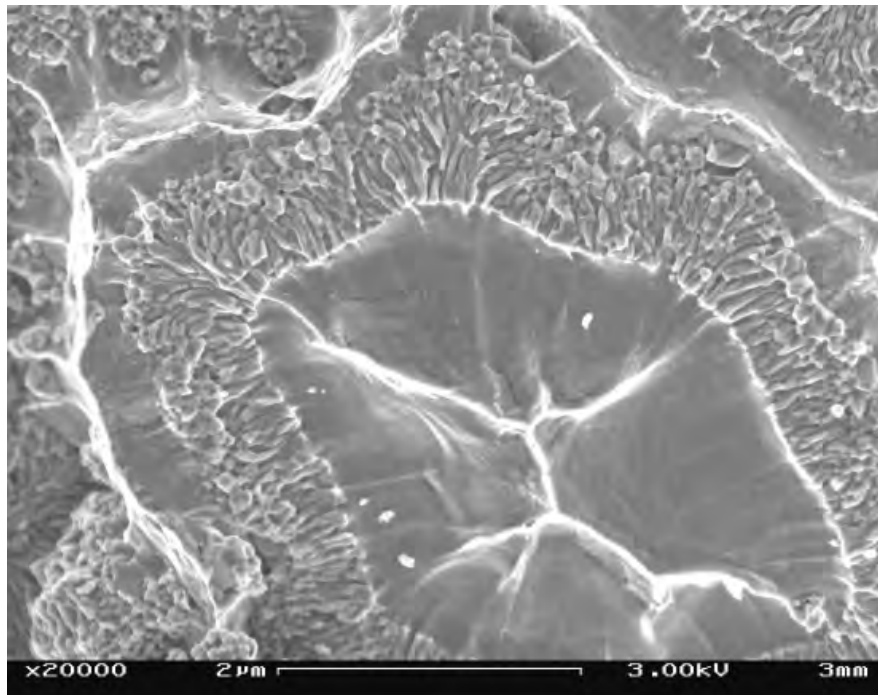


Abb. 3.11: Sekundärelektronenaufnahme der Kornstruktur

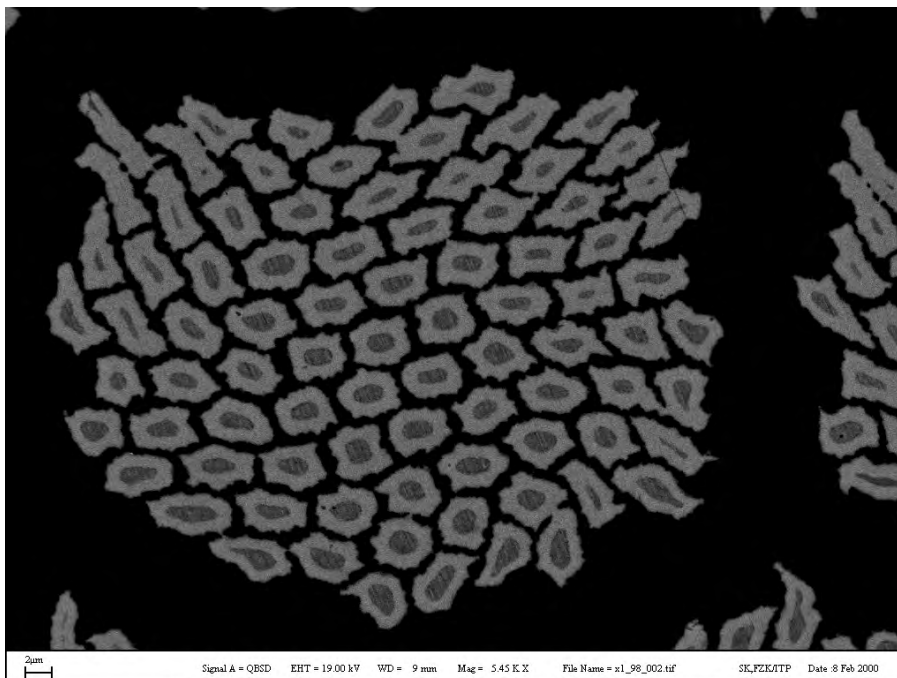


Abb. 3.12: Rückstreuaufnahme eines Filamentbündels

# Kapitel 4

## Modell für $E(I)$ und numerische Methoden

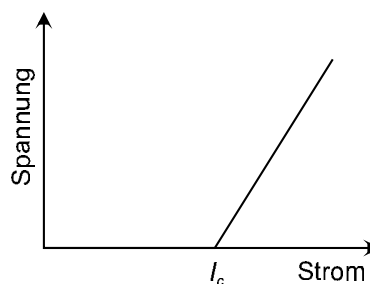
Das Ziel dieses Kapitels ist es, das für die weiteren Arbeiten verwendete Modell und die damit zusammenhängenden mathematischen Verfahren vorzustellen. Als Grundmodell wird dazu zunächst der Flux-Flow diskutiert. Dieser wird dann zu einem komplexeren Modell weiterentwickelt, mit dem sich die Verhältnisse bei technischen Supraleitern besser beschreiben lassen. Anschließend wird aufgezeigt, wo und warum bei der Anwendung des Modells Schwierigkeiten auftreten. Schließlich wird zu deren Behebung ein neues mathematisches Verfahren vorgestellt und getestet.

### 4.1 Das Flux-Flow-Modell

Das einfachste Modell zur Beschreibung der Strom-Spannungs-Kennlinie von Supraleitern ist das Flux-Flow-Modell. Es basiert auf der Annahme gleich starker Pinningzentren, an denen zunächst alle Flußschläuche gepinnt sind. Für  $I < I_c$  ist die Lorentzkraft  $F_L$  kleiner als die Pinningkraft  $F_P$  [Buc93]. Dadurch bleiben alle Flußschläuche verankert und es fällt keine Spannung über dem Supraleiter ab. Erst für  $I > I_c$  übersteigt die Lorentzkraft die Pinningkraft. Die Flußlinien werden dann mit

$$U = 0 \quad \text{für } I \leq I_c \quad (4.1)$$

$$U = R_f(I - I_c) \quad \text{für } I > I_c \quad (4.2)$$



**Abb. 4.1:** Flux-Flow-Kennlinie

der Differenzkraft  $F_{\Delta} = F_L - F_P \propto I - I_c$  durch den Supraleiter getrieben. Aufgrund von dämpfenden Verlustmechanismen stellt sich dabei eine konstante Geschwindigkeit der Flußlinien ein. Die Spannung am Supraleiter ist dann proportional dieser Geschwindigkeit [Buc93]. Damit hat die Kennlinie die in Abb. 4.1 gezeigte Gestalt und wird durch die Gleichungen 4.1 und 4.2 beschrieben. Die darin auftretende Größe  $R_f$  bezeichnet den differentiellen Flux-Flow-Widerstand.

Experimentell verifiziert ist das Flux-Flow-Verhalten an speziellen Proben, z. B. aus NbTa [Kim65]. Für die komplexer aufgebauten technischen Supraleiter ist im allgemeinen kein Flux-Flow meßbar [Rim99]. Wie dieses Modell im Grundsatz dennoch bei technischen Supraleitern Anwendung findet, zeigt der folgende Abschnitt.

## 4.2 Modell der Verteilung der kritischen Ströme

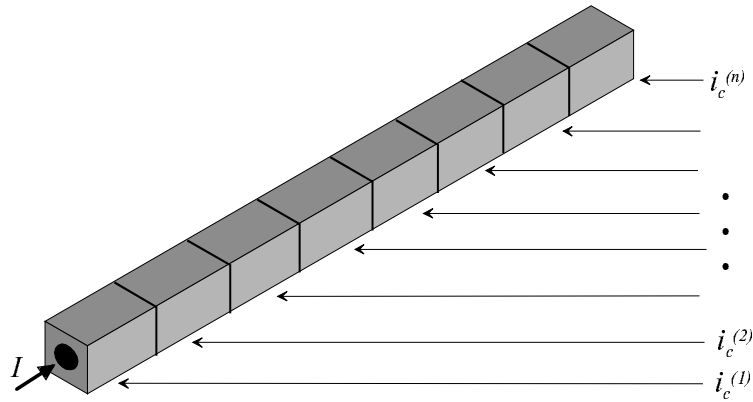
Bereits die Abb. 3.10 auf Seite 26 hat gezeigt, daß die Strom-Spannungs-Kennlinie technischer Supraleiter durch einen graduellen Übergang ins resistive Verhalten gekennzeichnet ist. Damit ist das einfache Flux-Flow-Modell zur Beschreibung ungeeignet. Eine verbesserte Nachbildung der Strom-Spannungs-Kennlinie liefert das Modell der Verteilung der lokalen kritischen Ströme, das im folgenden mit ICVM<sup>1</sup> abgekürzt wird. Es ist von Baixeras und Fournet Ende der 60er Jahre ausgearbeitet worden [Bai67] und erfährt seitdem immer wieder Weiterentwicklungen (z. B. [War88]). Vom Ansatz her stellt es eine Erweiterung des Flux-Flow-Modells unter Berücksichtigung von Inhomogenitäten im Leiter dar.

Das Modell läßt sich anhand eines Monofilamentleiters anschaulich diskutieren (vgl. Abb. 4.2). Die Grundannahme ist eine longitudinale Unterteilung des technischen Supraleiters in verschiedene Elemente, die einzeln betrachtet ein Flux-Flow-Verhalten aufweisen. Die Elemente sind längs des Leiters angeordnet und durch ihren jeweiligen lokalen kritischen Strom  $i_c$  charakterisiert. In der Abbildung sind die  $i_c$  zur Unterscheidung mit hochgestellten Indizes versehen. Wird der Supraleiter mit einem hinreichend hohen Strom  $I$  beaufschlagt, so gibt es stets Elemente, für die der lokale kritische Strom überschritten ist  $I > i_c$ . Diese Bereiche tragen gemäß der Gleichung 4.1 zur Gesamtspannung bei. Entsprechend liefern alle Bereiche mit  $I < i_c$  keinen Beitrag zur Spannung. Übersetzt man das in ein elektrisches Ersatzschaltbild, so gelangt man zur Abb. 4.3. Dort sind Stromaufteilungseffekte zwischen Matrix und resistiven Supraleiterbereichen (Current Sharing) durch Parallelschaltung von Supraleiterelementen (Widerstand  $R_f$ ) und Matrixelementen (normalleitender Widerstand  $R_M$ ) modelliert. In diesem Bild gilt für den resultierenden Widerstand des  $n$ -ten Abschnitts:

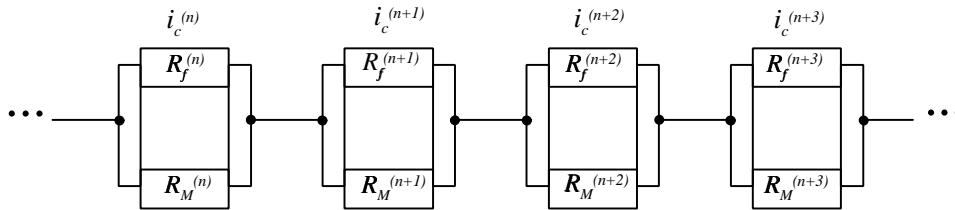
$$R^{(n)} = \frac{R_M^{(n)} R_f^{(n)}}{R_M^{(n)} + R_f^{(n)}} \quad (4.3)$$

mit einem Zählindex  $n = 1 \dots N$ , wobei  $N$  gleich der Anzahl der Elemente ist. Damit werden die Gleichungen 4.1 und 4.2 in die entsprechenden Gleichungen für die

<sup>1</sup>ICVM: I<sub>c</sub>-Verteilungsmodell



**Abb. 4.2:** Unterteilung eines Monofilamentleiters in Elemente mit unterschiedlichen lokalen kritischen Strömen



**Abb. 4.3:** Ersatzschaltbild im  $i_c$ -Verteilungsmodell

Elemente überführt:

$$U^{(n)} = 0 \quad \text{für } I \leq i_c^{(n)} \quad (4.4)$$

$$U^{(n)} = R^{(n)}(I - i_c^{(n)}) \quad \text{für } I > i_c^{(n)} \quad (4.5)$$

Die Gesamtspannung ergibt sich durch Summation der Elementspannungen:

$$U = \sum_{n=1}^N U^{(n)} \quad (4.6)$$

Für den praktischen Gebrauch des Modells ist die diskrete Form der Gl. 4.6 untauglich, da die Abfolge der  $i_c$  im Leiter unbekannt ist. Aus diesem Grund muß zu einer statistischen Beschreibung übergegangen werden, die nur noch Aussagen über die relativen Häufigkeiten der  $i_c$  im Stromintervall  $0 \dots \infty$  benötigt. Die stochastische Betrachtungsweise ist allerdings nur dann sinnvoll, wenn die Anzahl der Elemente  $N$  ausreichend groß ist. Dazu wird in [Eki87] die charakteristische Länge der  $i_c$ -Variation, die der Elementlänge im Modell entspricht, in einem NbTi-Leiter und für makroskopische Defekte<sup>1</sup> zu etwa  $100 \mu\text{m}$  abgeschätzt. Bei typischen Meßlängen von einigen 10 cm ergeben sich demnach mehrere tausend Elemente innerhalb der Meßlänge. Für Nb<sub>3</sub>Sn, bei dem eher mikrostrukturelle Inhomogenitäten zu einer Verteilung der  $i_c$  führen, kann dann diese Abschätzung als konservativer Limes betrachtet werden. Über

<sup>1</sup>z.B. Filamenteinschnürungen, die herstellungsbedingt auftreten können

das Bernoullische Gesetz der großen Zahlen ist damit die stochastische Behandlung gerechtfertigt. Aus dem zuvor Beschriebenen folgt, daß die Anzahl der Elemente dann nur noch als Kriterium für die Anwendbarkeit der Statistik ins Modell eingeht.

Die Verteilung der  $i_c$  in der Meßlänge  $l$  wird durch die Wahrscheinlichkeitsdichte  $\phi(i_c)$  beschrieben. Sie gibt den Anteil der im Intervall  $i_c \dots i_c + di_c$  liegenden lokalen kritischen Ströme an. Für einen aufgeprägten Strom  $I$  ist somit

$$\int_0^I \phi(i_c) di_c \quad (4.7)$$

der Anteil der resistiven Elemente mit  $i_c \leq I$ . Nach statistischen Prinzipien ist dann die Spannung über dem Supraleiter proportional dem Erwartungswert von  $I - i_c$ :

$$U = R \int_0^I (I - i_c) \phi(i_c) di_c \quad (4.8)$$

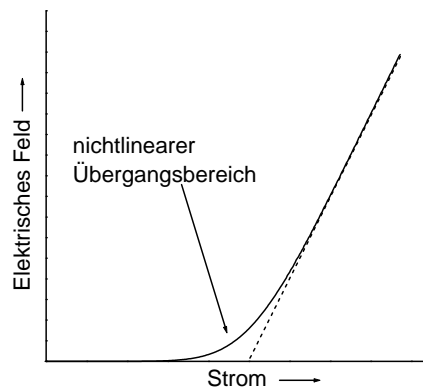
$R$  ist hier wieder der resultierende Widerstand aus der Parallelschaltung von Matrix Supraleiter.

Die Gleichung 4.8 beschreibt eine Mittelung von  $I - i_c$  mit der Verteilung  $\phi(i_c)$ . Allerdings ist die in der Statistik übliche Integration  $\int_{-\infty}^{\infty} \dots$  hier aus physikalischen Gründen modifiziert. Durch die Wahl der Grenzen zu 0 und  $I$  ist berücksichtigt, daß keine negativen  $i_c$  auftreten bzw. bei einem gegebenen Strom  $I$  keine Elemente mit  $i_c > I$  beitragen.

Wird die Gleichung 4.8 durch die Meßlänge  $l$  dividiert, so geht die Spannung in die elektrische Feldstärke über:

$$E(I) = \frac{R}{l} \int_0^I (I - i_c) \phi(i_c) di_c \quad (4.9)$$

In der Abb. 4.4 ist der Verlauf der vom Modell vorhergesagten Strom-Spannungskennlinie gezeigt. Danach durchläuft  $E$  mit zunehmenden Strom zunächst einen nichtlinearen Übergangsbereich bevor die Kurve für hinreichend große Ströme wieder in ein



**Abb. 4.4:** ICVM-Kennlinie

lineares Verhalten übergeht. Wie im weiteren Verlauf der Arbeit noch deutlich wird, ist gerade der Bereich des nichtlinearen Übergangs für die technischen Supraleiter von Bedeutung.

Die Berechnung von  $\phi(i_c)$  aus  $E(I)$  kann durch zweimalige Differentiation von 4.9 erfolgen. Zunächst wird jedoch zur Vereinfachung der Gleichungen der Widerstandsbelag  $r = R/l$  eingeführt. Es gilt dann:

$$\frac{d^2 E}{dI^2} = r\phi(I) \quad (4.10)$$

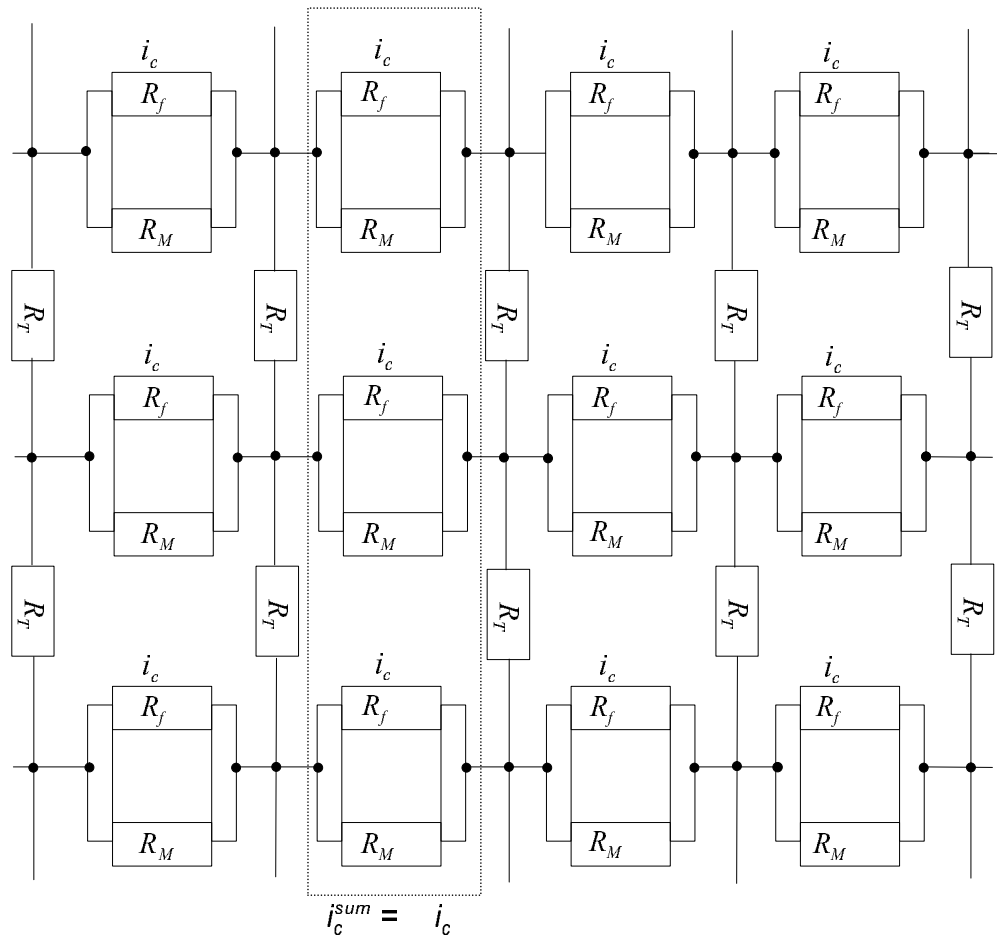
Nach Division durch  $r$  und dem rein formalen Übergang  $I \rightarrow i_c$  lautet die Bestimmungsgleichung für die  $i_c$ -Verteilung:

$$\phi(i_c) = \frac{1}{r} \frac{d^2 E}{dI^2} \quad (4.11)$$

### 4.3 Zurückführung des Multifamentleiters auf den Monofilamentfall

Die Abb. 4.5 repräsentiert das elektrische Ersatzschaltbild eines Multifamentleiters für  $\dot{I} = 0$ . Analog zum einfachen Monofilament-Modell in Abb. 4.3 ist mit  $R_f$  ein supraleitendes Element mit Flux-Flow-Verhalten bezeichnet;  $R_M$  steht für ein Element mit ohmschen Verhalten (Matrix). Die  $R_T$  symbolisieren die transversalen Übergangswiderstände zwischen den Filamenten. In diesem Schaltbild sind die  $i_c$  der Übersichtlichkeit wegen nicht indiziert. Trotz der identischen Bezeichnung soll aber auch hier wieder eine Variation der  $i_c$  angenommen werden.

Werden die Transversalwiderstände  $R_T$  gegen  $R_f$  und  $R_M$  vernachlässigt, so kann der Multifamentleiter in 4.5 auf das Schaltbild der Abb. 4.3 zurückgeführt werden. Ist nämlich unter der genannten Voraussetzung für ein Flux-Flow-Element der lokale kritische Strom  $i_c$  überschritten, dann wird die Differenz  $I - i_c$  in die zum resistiven Bereich parallel liegenden Flux-Flow-Elemente umverteilt. Bei einer sukzessiven Erhöhung des Transportstroms setzt sich dieser Vorgang fort, bis alle parallel liegenden Elemente ihr jeweiliges  $i_c$  erreicht haben. Folglich können die lokalen kritischen Ströme aller parallel liegenden Flux-Flow-Elemente zu einem Gesamtwert  $i_c^{sum}$  aufsummiert werden. Die parallel liegenden Matrixelemente werden ebenfalls zu einem Ersatzwiderstand zusammengefasst. Damit verhält sich eine parallel liegende Reihe in der Abb. 4.5 wie ein Element des Monofilamentleiters mit dem lokalen kritischen Strom  $i_c^{sum}$ .



**Abb. 4.5:** Ersatzschaltbild eines Multifamentleiters im stationären Betrieb  $\dot{I} = 0$  (Die Indizierung der  $i_c$  ist hier aus Gründen der Übersichtlichkeit weggelassen.)

## 4.4 Funktionale Gestalt der Verteilungsfunktion

In der Literatur werden mehrere Möglichkeiten für die funktionale Gestalt der Verteilungsfunktion<sup>1</sup>  $\phi(i_c)$  diskutiert. So existieren beispielweise Ansätze auf der Basis von Weibull- und Lognormal-Verteilungen. Am weitesten verbreitet ist allerdings die Verwendung einer Gaußverteilung, die auch in der vorliegenden Arbeit Anwendung findet. Diese Wahl begründet sich zum einen auf physikalische Annahmen (vgl. Abschnitt 4.4.1). Zum anderen ist die Gaußverteilung von allen genannten Verteilungen am einfachsten numerisch behandelbar. Wie sich im weiteren Verlauf der Arbeit noch zeigen wird, legt nicht zuletzt der letztgenannte Umstand die Wahl einer gaußschen Verteilung nahe.

### 4.4.1 Gaußverteilung

Unter der Annahme, daß die lokalen  $i_c$  von der Überlagerung vieler einzelner unabhängiger Einflüsse bestimmt werden, ergibt sich aus dem zentralen Grenzwertsatz eine gaußsche Verteilung der  $i_c$ :

$$\phi(i_c) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} \exp \left[ -\frac{1}{2\sigma^2} (i_c - \mu)^2 \right] \quad (4.12)$$

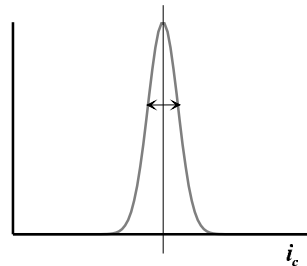


Abb. 4.6: Gaussverteilung

$\mu$  ist der Mittelwert und  $\sigma$  die Standardabweichung der Verteilung. Der Faktor  $\frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma}$  gewährleistet die Normierung, so daß  $\int_{-\infty}^{\infty} \phi(i_c) di_c = 1$  gilt. Durch Einsetzen von Gleichung 4.12 in 4.9 und wegen  $r = R/l$  findet sich für die  $E(I)$ -Kennlinie:

$$E(I) = \frac{r}{\sqrt{2\pi} \sigma} \int_0^I (I - i_c) \exp \left[ -\frac{1}{2\sigma^2} (i_c - \mu)^2 \right] di_c \quad (4.13)$$

Diese Darstellung führt drei freie Parameter zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinie ein:

<sup>1</sup>Die mathematische korrekte Bezeichnung für  $\phi(i_c)$  ist Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion. Erst die integrierte Wahrscheinlichkeitsdichte wird als Verteilungsfunktion bezeichnet. Im technischen Sprachgebrauch hat sich allerdings der Name Verteilungsfunktion für  $\phi$  etabliert.



- $r$  ist der Widerstandbelag pro Einheitslänge. Er wird als freier Parameter behandelt, obwohl er prinzipiell aus der Leitergeometrie, dem Widerstand des Matrixmaterials und dem Flux-Flow-Widerstand ableitbar ist. Die Arbeit [Bro97] hat jedoch gezeigt, daß gerade die Abschätzung des Flux-Flow-Widerstandes problematisch ist und sich die  $E(I)$ -Kurven nicht mit dem aus der Theorie herleitbaren Wert verstehen lassen.
- $\mu$  ist der Mittelwert und damit der wahrscheinlichste Wert der  $i_c$ -Verteilung. Er parametrisiert die Lage der Gaußkurve.
- $\sigma$  ist die Standardabweichung der  $i_c$  vom Mittelwert. Es ist damit ein Maß für die Homogenität der lokalen kritischen Ströme entlang des Leiters.

Zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinien im Rahmen des ICVM muß zunächst die zweite Ableitung aus den Messungen ermittelt werden. Anschließend ist gemäß der Gleichungen 4.11 und 4.12 eine Anpassung an folgenden Ausdruck vorzunehmen:

$$\frac{d^2 E}{dI^2} = \frac{r}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left[-\frac{1}{2\sigma^2}(i_c - \mu)^2\right] \quad (4.14)$$

#### 4.4.2 Grenzfälle

In bestimmten Fällen kann die Gleichung 4.13 durch einen einfacheren Ausdruck ersetzt oder genähert werden:

##### Der Fall großer Ströme $I \gg \mu$ :

In diesem Fall gilt [Ham87]

$$\lim_{I \rightarrow \infty} E(I) = r(I - \mu) \quad (4.15)$$

Verstanden werden kann diese Gleichung, wenn man berücksichtigt, daß für  $I \gg \mu$  die Verteilungsfunktion  $\phi$  bereits weitgehend ausintegriert ist. Wichtig ist in diesem Zusammenhang, daß dann für nahezu alle innerhalb der Meßlänge liegenden Elemente der lokale kritische Strom bereits überschritten ist und bei zunehmenden Strom kaum noch neue resistive Elemente hinzukommen. Damit wird die Reaktion auf eine Stromerhöhung fast ausschließlich von der Überlagerung von Einzelreaktionen der bereits resistiven Elemente bestimmt. Für diese Einzelreaktion gilt nach Gleichung 4.5 ein lineares Ansteigen mit  $I - i_c$ , so daß auch die Superposition insgesamt ein lineares Verhalten zeigt und die  $i_c$  zu  $\mu$  gemittelt sind. Demnach zeigt das ICVM bei hohen Strömen wieder ein dem einfachen Flux-Flux analoges Verhalten, wobei die Extrapolation des linearen Astes auf  $E = 0$  die Stromachse beim mittleren kritischen Strom  $\mu$  schneidet (gepunktete Linie in Abb. 4.4).

**Kleine Ströme  $I < \mu$ :**

In der Praxis wird das Strom-Spannungs-Verhalten der technischen Supraleiter häufig durch ein Potenzgesetz der Form

$$E(I) = E_c \left( \frac{I}{I_c} \right)^n \quad (4.16)$$

beschrieben. Die Größe  $E_c$  ist dabei das gewählte  $E$ -Kriterium für den kritischen Strom  $I_c$  und  $n$  ein feld- und temperaturabhängiger Exponent, der als  $n$ -Wert bezeichnet wird. Der  $n$ -Wert ist ein Maß für die Steilheit der  $E(I)$ -Kurve und wird insofern häufig als Qualitätsmaßstab für Supraleiter verwendet.

In [Ham87] ist eine Entwicklung angegeben, mit der das Modell der  $i_c$ -Verteilung bei kleinen Strömen durch das Potenzgesetz angenähert wird. Für den Zusammenhang zwischen  $n$  und dem ICVM wird in der genannten Arbeit folgende Relation hergestellt:

$$n = \frac{\pi \mu}{2 \sigma} \quad (4.17)$$

Es muß an dieser Stelle erwähnt werden, daß der mit dieser Gleichung beschriebene Zusammenhang zwischen  $n$ ,  $\mu$  und  $\sigma$  keineswegs allgemeingültig ist. Je nach zugrundeliegender Näherung finden andere Autoren Gleichungen, die sich von Gleichung 4.17 unterscheiden. Prinzipiell gilt aber, daß  $n$  eine Funktion des auf die Breite bezogenen Mittelwerts ist:  $n = f(\mu/\sigma)$ , mit einer monoton wachsenden Funktion  $f$ . Daraus wird die übliche Interpretation von  $n$  als Qualitätsmaß physikalisch untermauert, denn in dieser Betrachtungsweise ist ein großer  $n$ -Wert Ausdruck einer schmalen – relativ homogenen –  $i_c$ -Verteilung.

**Der Fall einer Dirac-Verteilung:**

Hier soll gezeigt werden, daß das ICVM auch den einfachen Flux-Flow als Spezialfall enthält. Wird nämlich für  $\phi(i_c)$  die Diracsche Deltafunktion  $\delta(I - I_c)$  eingesetzt, so liegt tatsächlich keine Verteilung vor, und alle Elemente werden beim gleichen Strom  $i_c = I_c$  resistiv. Die Gleichungen 4.1 und 4.2 sind durch Einsetzen der Diracfunktion für  $\phi(i_c)$  in Gleichung 4.9 herzuleiten:

$$E(I) = r \int_0^I (I - I_c) \delta(I - i_c) di_c = \begin{cases} r(I - I_c) & \text{falls } I > I_c, \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (4.18)$$

**4.4.3 Betrachtung des Normierungsfehlers**

Wie bereits erwähnt, folgt die Normierung von  $\phi(i_c)$  dem in der Statistik üblichen Ansatz  $\int_{-\infty}^{\infty} \phi(i_c) di_c = 1$ . Damit tragen auch die Ausläufer der Gaußkurve im Intervall  $-\infty \dots 0$  zum Integral bei. Aufgrund der Beschränkung des Integrationsgebietes auf  $0 \dots I$  sind diese jedoch in der  $E(I)$ -Gleichung 4.13 ausgeschlossen. Daraus folgt, daß

der Normierungsfaktor fehlerbehaftet ist. In der Literatur wird diese Problemstellung kaum aufgegriffen. Eine Ausnahme ist die Arbeit [Ede93], die ein Korrekturintegral in die Gleichung 4.13 einführt, um den negativen Ausläufer der Gaussverteilung zu berücksichtigen. Dadurch wird der Formalismus allerdings sehr unhandlich. Aus diesem Grund wird im folgenden ein anderer Ansatz verfolgt, bei dem der Fehler durch negative Ausläufer direkt berechnet wird.

Die Fehlergröße  $\beta$  wird definiert als der Anteil des Integrals über der negative Abszisse bezogen auf das Integral über die vollständige Abszisse:

$$\beta = \frac{\int_{-\infty}^0 \phi(i_c) di_c}{\underbrace{\int_{-\infty}^{\infty} \phi(i_c) di_c}_{=1}} = \int_{-\infty}^0 \phi(i_c) di_c \quad (4.19)$$

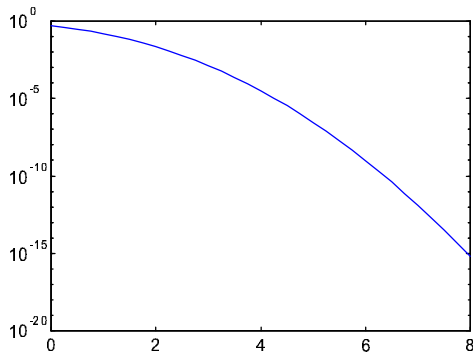


Abb. 4.7: Normierungsfehler

Wird diese Gleichung in eine funktionale Form gebracht, die nur noch von  $\mu/\sigma$  abhängt und dann  $\beta$  über  $\mu/\sigma$ , so erhält man die Abb. 4.7. Daraus ist ersichtlich, daß der Fehler mit schmaler werdender Verteilung verschwindet. Er liegt für  $\mu/\sigma \lesssim 1$  in der Größenordnung von 50 % und geht für zunehmende Verhältnisse  $\mu/\sigma$  rasch gegen null.

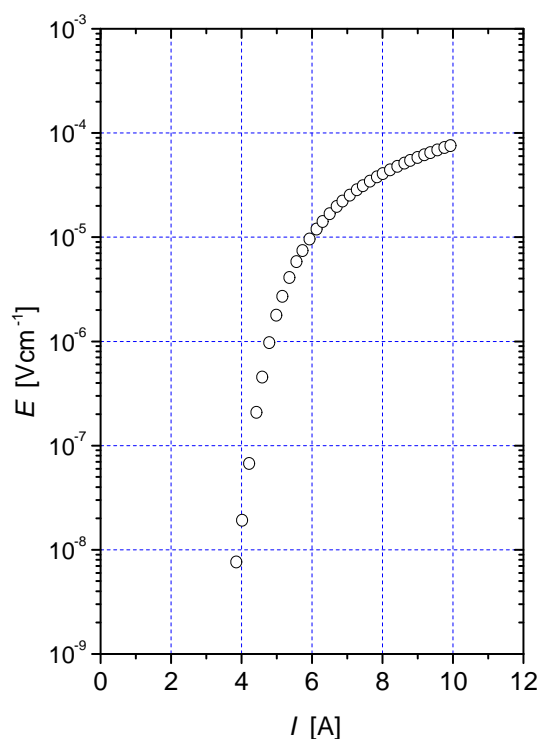
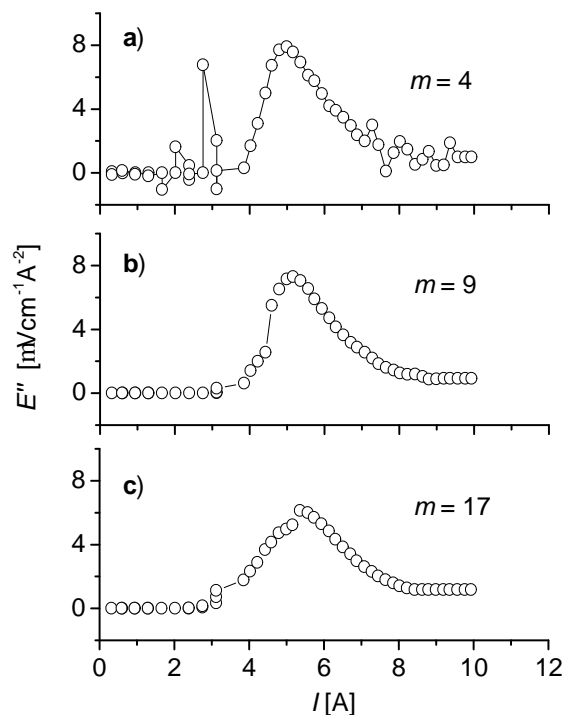
Wie später noch gezeigt werden wird, ist für die NTSL das Verhältnis  $\mu/\sigma$  so groß, daß der Normierungsfehler keine Rolle spielt.

Eine andere Situation liegt bei den HTSL vor. Für diese ist, wie ebenfalls später noch deutlich wird, die Breite der Verteilungsfunktion erheblich größer. Damit muß der Normierungsfehler bei der Anwendung des Modells auf die HTSL zumindest überprüft werden.

## 4.5 Numerische Berechnung der Ableitungen

### 4.5.1 Grundprinzip

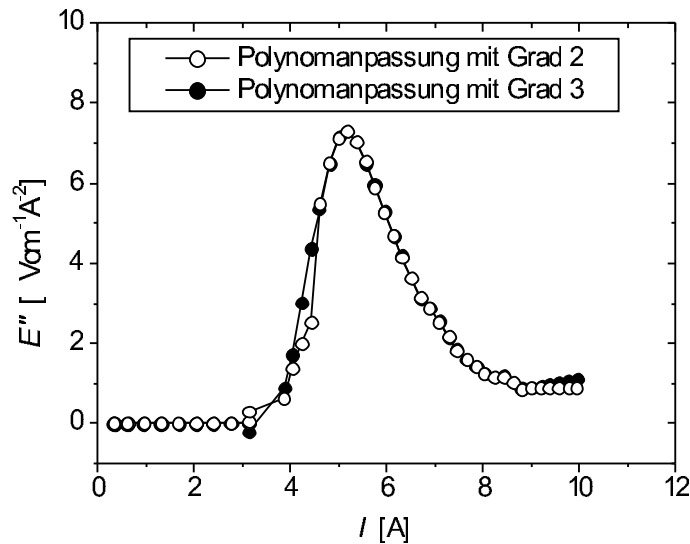
Die Verteilungsfunktion der lokalen  $i_c$  ist nach Gleichung 4.14 proportional zur zweiten Ableitung von  $E(I)$ . Daher muß zur Bestimmung der Parameter die in Form diskreter  $E-I$ -Datenpaare  $\{I_k, E_k\}$  vorliegende Meßkurve numerisch differenziert werden. Auch das im Abschnitt 4.6.2 noch vorzustellende alternative Verfahren zur Bestimmung der Verteilungsfunktion benötigt Informationen über die erste und zweite Ableitung.

Abb. 4.8:  $E(I)$ -KurveAbb. 4.9: Einfluß von  $m$  auf  $E''$ 

Zur numerischen Berechnung der Ableitung wird das Verfahren von Savitzky und Golay benutzt<sup>1</sup> [Sav64]. Grundlage des Verfahrens ist die Anpassung eines Polynom  $n$ -ten Grades an eine ungerade Anzahl  $m$  benachbarter Stützstellen. Zur Ableitungsberechnung in der Umgebung von  $\{I_k, E_k\}$  wird dieses Wertepaar mit den vorangehenden  $(m-1)/2$  Wertepaaren und den nachfolgenden  $(m-1)/2$ -Wertepaaren zu einer Punktmenge von  $m$  Paaren zusammengefasst. Angepasst wird das Polynom durch Minimierung der summierten Abstandsquadrate zwischen Polynomkurve und Datenpunkten. Die erste und zweite Ableitung der Polynomfunktion stellen dann eine Näherung für  $E'$  und  $E''$  in der Umgebung von  $\{I_k, E_k\}$  dar. Da die zweite Ableitung von Polynomen vom Grad kleiner als zwei identisch verschwindet, gilt für die Wahl des Polynomgrades die Einschränkung  $n \geq 2$ .

Das Verfahren ist in den Pascal-Programmen DIFF2 und DIFF3 implementiert. Der Unterschied zwischen beiden Versionen besteht in der Verwendung eines quadratischen Polynoms bei DIFF2 bzw. eines kubischen Polynoms bei DIFF3. Ansonsten ist der Berechnungsablauf bei beiden Programmen identisch. Zunächst werden die Datensätze der Messung eingelesen. Anschließend übernimmt das Programm den Wert der Stützstellenzahl  $m$  aus einer Benutzereingabe und startet dann die Berechnungsprozedur. Am Ende werden die Werte von  $E'$  und  $E''$  zur weiteren Verarbeitung in eine Datei geschrieben.

<sup>1</sup>Im Anhang wird eine Alternative dazu vorgestellt, die mit der Laplace-Transformation arbeitet.



**Abb. 4.10:** Vergleich einer Anpassung zweiten und dritten Grades (Glättungswert  $m = 9$ ).

Die Stützstellenzahl  $m$  beeinflusst maßgeblich das Rauschen des Berechnungsergebnisses. Dies wird durch die Anwendung von DIFF2 auf die Kennlinie in Abb. 4.8 demonstriert. Die zugehörigen zweiten Ableitungen sind in Abb. 4.9 wiedergegeben. Erwartungsgemäß ist die  $E''$ -Kurve für den kleinsten Wert von  $m$  in Teilbild a) am stärksten verrauscht. Eine Erhöhung auf  $m = 9$  führt zu einer stärkeren Mittelung, die das Rauschen deutlich erkennbar unterdrückt. Daß eine weitere Erhöhung von  $m$  nicht zwangsläufig zu einer weiteren Verbesserung führt veranschaulicht Teilbild c). Hier macht sich der dämpfende Einfluß einer zu starken Mittelung bereits deutlich bemerkbar: Die Kurve erscheint gegenüber den anderen beiden etwas verbreitert.

Diese Ergebnisse belegen, daß vor jeder Berechnung von  $E'$  und  $E''$  zunächst die optimale Wahl von  $m$  vorgenommen werden muß. In der Regel ist dazu, wie in Abb. 4.9, eine Serie von  $E''$ -Kurven mit variablen  $m$  zu bilden. Als optimaler  $m$ -Wert ist dann derjenige anzusehen, der die Kurve gerade noch ausreichend glättet.

### 4.5.2 Anpassung höherer Ordnung

Die in der Abb. 4.9 aufgeführte Sequenz basiert auf einer mit dem Programm DIFF2 durchgeführten Anpassung, ist also das Ergebnis einer Differentiation mittels Approximation durch ein quadratisches Polynoms. Die Abb. 4.10 zeigt eine etwas glattere Nachbildung des vorderen Anstiegs der Gausskurve, wenn stattdessen die Approximation durch ein Polynom dritten Grades erfolgt. Daher wurde für die vorliegenden Arbeit bei verhältnismäßig steil ansteigenden Kurven mit dem Programm DIFF3 differenziert.

## 4.6 Parameterbestimmung

Dieser Abschnitt zeigt, daß die experimentell ermittelten Strom-Spannungs-Kurven nur bruchstückhafte Verteilungsfunktionen liefern. Dadurch können die Parameter mit herkömmlichen Methoden nur unzureichend bestimmt werden. Um dennoch eine zuverlässige Berechnung zu gewährleisten, wird ein neues mathematisches Verfahren vorgestellt, das speziell zur Lösung dieser Problemstellung entworfen wurde.

### 4.6.1 Die Unvollständigkeit gemessener Verteilungsfunktionen

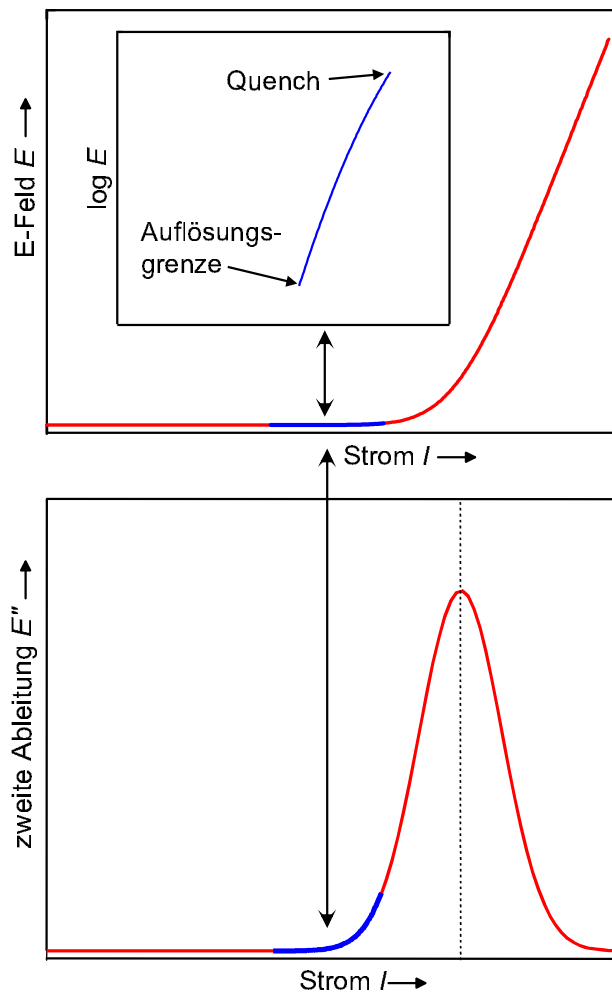
Bereits die Arbeit [Kim96] hat gezeigt, daß für technische Supraleiter in der Regel keine vollständige Verteilungsfunktion zu erwarten ist. Das konnte darauf zurückgeführt werden, daß die Messung nur einen begrenzten Abschnitt der Strom-Spannungskurve liefert. Der Sachverhalt wird durch Abb. 4.11 illustriert. Im oberen Teilbild ist der modellgemäße Verlauf der  $E(I)$ -Kurve gezeigt. Der blaue Teil der Kurve hebt den der Messung zugänglichen Bereich hervor. In der eingebetteten Grafik ist durch die logarithmische Auftragung verdeutlicht, daß dort tatsächlich ein Spannungsanstieg über mehrere Größenordnungen vorliegt.

Prinzipiell kann die Messung unterhalb der Auflösungsgrenze der verwendeten Voltmeter keine Information über den Verlauf der Strom-Spannungs-Kurve liefern. Daraus resultiert eine Beschränkung zu kleinen Strömen hin. Auf der anderen Seite wird für zunehmenden Strom das lokale  $i_c$  für mehr und mehr Elemente überschritten und der Differenzstrom  $I - i_c$  in die Matrix kommutiert. In der Folge nimmt dann die joulesche Wärmeproduktion in der normalleitenden Matrix stark zu. Das gilt insbesondere dann, wenn man bedenkt, daß die für den Hochfeldeinsatz vorgesehenen NTSL relativ geringe Stabilisierungsgrade<sup>1</sup>  $\alpha$  von üblicherweise nicht sehr viel größer als 1 haben. Damit steigen die Stromdichten in der Matrix bei Current-Sharing stark an, bis beim Strom  $I_Q$  der Punkt erreicht wird, an dem die joulesche Wärmeproduktion den Leiter quenchet. Die Quenchdetektion schaltet den Strom dann ab und die Messung endet.

In der unteren Teilgrafik ist wiedergegeben, wie sich diese Vorgänge auf der Ebene der Verteilungsfunktion auswirken. Wieder zeigt der blaue Kurventeil den der Messung zugänglichen Bereich. Offensichtlich ist nur ein kleines Teilstück der Gaußverteilung durch die Messung zu erreichen<sup>2</sup>. Weiterhin fällt auf, daß Leiter klar vor dem Erreichen des Maximums von  $\phi$  quenchet, was sich formal in der Relation  $I_Q < \mu$  ausdrückt. Insgesamt liegt also nur ein sehr beschränkter Ausschnitt der vollständigen  $i_c$ -Verteilung vor. Zusätzlich ist der Spannung noch Rauschen überlagert, was die in Abb. 4.11 dargestellte Situation weiter kompliziert. Die übliche Auswertung von  $\sigma$

<sup>1</sup>Das Verhältnis von Flächenanteil des Supraleiters zum Flächenanteil der Matrix.

<sup>2</sup>Das ist kein Widerspruch zu den Abbn. 4.8 und 4.9 auf Seite 40. Aus Demonstrationsgründen sind dort die Kurven eines bei 600 °C getemperten NbTi-Leiters gezeigt. Im Gegensatz zu Nb<sub>3</sub>Sn bewirkt die Temperung bei NbTi eine drastische Verminderung von  $I_c$  [Sch94], so daß auch die dissipierten Leistungen stark abnehmen. Dadurch wird zwar die Verteilungsfunktion vollständig ausmeßbar, aber aufgrund des geringen  $I_c$  ist der Leiter technisch nicht mehr einsetzbar.



**Abb. 4.11:** Auflösungsgrenze und Quench führen zu fragmentierten Verteilungsfunktionen

über die Halbwertsbreite und von  $\mu$  aus der Lage des Maximums scheidet daher aus. Andere Verfahren, die eine nichtlineare Anpassung durchführen, wie beispielsweise der Levenberg-Marquardt-Algorithmus [Pre94], erweisen sich ebenfalls als nicht zuverlässig [Kim96]. Daher wird im folgenden Abschnitt ein neues Verfahren vorgestellt, das speziell auf die hier vorliegende Problemstellung abgestimmt ist.

### 4.6.2 Das DILOG-Verfahren

Das Levenberg-Marquard-Verfahren führt eine nichtlineare Anpassung der Gleichung 4.14 im dreidimensionalen Parameterraum  $\{r, \mu, \sigma\}$  durch. Gerade diese Kombination aus Nichtlinearität und vergleichsweise hoher Dimensionalität führt im Zusammenhang mit den fragmentierten Verteilungsfunktionen zu numerischen Schwierigkeiten. Das mehrstufige DILOG-Verfahren umgeht den durch Gleichung 4.14 vorgezeichneten direkten Weg, indem es eine Differentiation (DI) der logarithmierten (LOG)  $E(I)$ -Kurve durchführt. Dieser erste Berechnungsschritt reduziert zunächst die Anzahl der freien Parameter auf zwei. Der zweite Schritt transformiert dann die entstandene Gleichung in lineare Form. Daraus lassen sich die beiden verbliebenen Parameter durch Regression bestimmen. Die Kenntnis von zwei Parametern erlaubt dann schließlich die einfache Berechnung des verbliebenen dritten Parameters.

#### Berechnung von $\mu$ und $\sigma$

Die Berechnung von  $\mu$  und  $\sigma$  basiert auf der logarithmischen Ableitung  $d \ln E/dI$ . Für deren Kehrwert gilt:

$$\begin{aligned} \frac{1}{\frac{d}{dI} \ln E(I)} &= \frac{E(I)}{\frac{d}{dI} E(I)} \\ &= \frac{r}{\sqrt{2\pi} \sigma} \\ &= \frac{\int_0^I (I - i_c) \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] di_c}{\int_0^I \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] di_c} \end{aligned} \quad (4.20)$$

Durch gliedweise Integration des Zählers in obiger Gleichung ergibt sich:

$$\begin{aligned} \frac{1}{\frac{d}{dI} \ln E(I)} &= \\ &= \frac{(I - \mu) \int_0^I \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] di_c + \sigma^2 \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right]}{\int_0^I \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] di_c} = \\ &= I - \mu + \sigma^2 \frac{\exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right]}{\underbrace{\int_0^I \exp \left[ -\frac{(i_c - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] di_c}_{= \frac{d^2 E}{dI^2} = \frac{dE}{dI}}} \end{aligned} \quad (4.21)$$



Damit kann für Gleichung 4.20 vereinfachend geschrieben werden:

$$\frac{1}{\frac{d}{dI} \ln E(I)} = I - \mu + \sigma^2 \frac{\frac{d^2 E}{dI^2}}{\frac{dE}{dI}} \quad (4.22)$$

Durch die Definition zweier Funktionen

$$G(I) = \frac{1}{\frac{d}{dI} \ln E(I)} \quad (4.23)$$

$$K(I) = \frac{\frac{d^2 E}{dI^2}}{\frac{dE}{dI}} \quad (4.24)$$

nimmt die Gleichung 4.20 folgende Gestalt an:

$$G(I) = I - \mu + \sigma^2 K(I) \quad (4.25)$$

$$G(I) - I = -\mu + \sigma^2 K(I) \quad (4.26)$$

Damit ist  $G(I) - I$  eine lineare Gleichung in  $K(I)$  mit den Koeffizienten  $-\mu$  und  $\sigma^2$ . Im nächsten Schritt müssen diese Hilfsfunktion  $G(I)$  und  $K(I)$  für jeden Datenpunkt  $\{I_i, E_i\}$  der Messung berechnet werden. Dazu werden die von DIFF2 bzw. DIFF3 berechneten Ableitungen und die Definitionsgleichungen 4.23 und 4.24 herangezogen. Dadurch liegt für alle  $N$  Datenpunkte der Messung jeweils ein Satz  $\{I_i, G_i, K_i\}$  vor. Um diese durch die Gleichung 4.26 zu approximieren, wird die Summe der Abstandsquadrate  $F$  minimiert:

$$F = \sum_{i=1}^N (I_i - \mu - \sigma^2 K_i - G_i)^2 \stackrel{!}{=} \min \quad (4.27)$$

Das Minimum von  $F$  in  $\mu$  und  $\sigma^2$  erfordert  $\vec{\nabla}_{\mu, \sigma^2} = \vec{0}$ , was zu einem in  $\mu$  und  $\sigma^2$  linearem Gleichungssystem führt:

$$\begin{aligned} \frac{\partial F}{\partial \mu} &= -2 \sum_{i=1}^N (I_i - \mu + \sigma^2 K_i - G_i) \stackrel{!}{=} 0 \\ \frac{\partial F}{\partial \sigma^2} &= -2 \sum_{i=1}^N K_i (I_i - \mu + \sigma^2 K_i - G_i) \stackrel{!}{=} 0 \end{aligned} \quad (4.28)$$

Die Anwendung der Cramerschen Regel erlaubt schließlich die Angabe einer geschlossenen Lösung für  $\mu$  und  $\sigma$ :

$$\mu = \frac{\begin{vmatrix} \sum_{i=1}^N (G_i - I_i) & \sum_{i=1}^N K_i \\ \sum_{i=1}^N K_i (G_i - I_i) & \sum_{i=1}^N K_i^2 \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} -N & \sum_{i=1}^N K_i \\ -\sum_{i=1}^N K_i & \sum_{i=1}^N K_i^2 \end{vmatrix}} \quad (4.29)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\begin{vmatrix} -N & \sum_{i=1}^N (G_i - I_i) \\ -\sum_{i=1}^N K_i & \sum_{i=1}^N K_i (G_i - I_i) \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} -N & \sum_{i=1}^N K_i \\ \sum_{i=1}^N K_i & \sum_{i=1}^N K_i^2 \end{vmatrix}}} \quad (4.30)$$

### Berechnung von $r$

Zur Berechnung des verbliebenen Parameters  $r$  wird zunächst aus der Gleichung 4.13 eine normierte Kennlinie  $\tilde{E}(I)$  gebildet, bei der  $r = 1$  gesetzt wird und die Werte von  $\mu$  und  $\sigma$  aus den vorigen Berechnungsschritten stammen. Es gilt dann:

$$r = \frac{E}{\tilde{E}} \quad (4.31)$$

Bei  $N$  Strom-Spannungs-Paaren liefert die letzte Gleichung für jedes Paar einen Wert  $r_i$ ,  $i = 1 \dots N$ , aus denen dann das arithmetische Mittel gebildet wird.

### 4.6.3 Realisierung und Test des DILOG-Verfahrens

Das DILOG-Verfahren ist als Fortran90-Code realisiert, dessen Ablaufschema im Flußdiagramm der Abb. 4.12 gezeigt ist. Für einen Berechnungslauf werden zunächst die Datensätze der Messung und die von DIFF2 bzw. DIFF3 berechneten Ableitungen eingelesen. Daraus werden die Werte von  $G(I)$  und  $K(I)$  berechnet. Diese werden über dem Strom aufgetragen. Die beiden Kurven stellen für den Benutzer ein Hilfsmittel zur Auswahl des Stromintervalls dar, für das die Berechnung durchgeführt werden soll. Auf die Auswahlkriterien wird im Abschnitt 4.7 noch näher eingegangen. Bei starkem Rauschanteil in den  $G$  und  $K$  kann eine Glättungsoption aufgerufen werden. Der implementierte Glättungsalgorithmus besteht aus einem Fourier-Tiefpaß-Filter, bei dem der Abschneideparameter dem Rauschgrad angepasst werden kann [Pre94]. Liegen Stromintervall und Glättungsoption fest, so startet der eigentliche Berechnungslauf. Aus den daraus gewonnenen Parametern  $\{r, \mu, \sigma\}$  wird die  $E(I)$ -Kurve nach Gl. 4.13 berechnet, die dann zusammen mit den  $\{I, E\}$ -Meßwerten auf dem Bildschirm dargestellt wird. Damit kann durch Vergleich von gemessener und berechneter  $E(I)$ -Kurve eine qualitative Kontrolle des Ergebnisses erfolgen. Die errechneten Werte werden zur Weiterverarbeitung in eine Datei geschrieben. Alternativ besteht bei nicht zufriedenstellender Übereinstimmung von Rechnung und Messung die Möglichkeit, die errechneten Werte zu verwerfen und einen neuen Berechnungslauf für den aktuellen Datensatz zu starten, wobei Stromintervall bzw. Glättungsoption geändert werden können.

Die Leistungsfähigkeit des Verfahrens wird im folgenden demonstriert. In Abb. 4.13 ist dazu eine gemäß der Gleichung 4.13 simulierte Kennlinie  $E_{calc}$  dargestellt. Dabei sind für die freien Parameter feste Werte  $\{r_0, \mu_0, \sigma_0\}$  vorgegeben. Das Stromintervall für die Simulation ist so gewählt, daß die obere und untere Grenze von  $E_{calc}$  in etwa den durch Spannungsauffösung und Quench gegebenen Grenzen bei realen Leitermessungen entsprechen. Mit Hilfe des DILOG-Verfahrens wird aus  $E_{calc}$  ein Parametersatz  $\{r_D, \mu_D, \sigma_D\}$  berechnet. Bei optimaler Parameterbestimmung muß der rekonstruierte Parametersatz  $\{r_D, \mu_D, \sigma_D\}$  exakt mit dem vorgegebenen Satz  $\{r_0, \mu_0, \sigma_0\}$  übereinstimmen. Aufgrund von unvermeidbaren numerischen Ungenauigkeiten ist aber eine vollständige Identität praktisch nicht zu erreichen. Um dennoch zu beurteilen, wie gut der rekonstruierte Parametersatz die Kurve  $E_{calc}$  beschreibt, wird daraus – wieder mit Gleichung 4.13 – eine zweite simulierte Kurve  $E_D$  gebildet. Der Vergleich von  $E_{sim}$  und  $E_D$  gestattet eine Abschätzung der Parameterbestimmungsgüte. So zeigt die Abb. 4.13 eine sehr gute Übereinstimmung zwischen der Originalkurve (Datenpunkte) und der mit DILOG rekonstruierten Kurve  $E_D$  (durchgezogene Linie).

Im Gegensatz zur simulierten Kennlinie  $E_{calc}$  ist den gemessenen Kennlinien grundsätzlich ein Rauschanteil überlagert. Bei simulierten Kennlinien wird das durch Hinzufügen eines in der Rauschamplitude normalverteilten Rauschanteils  $\delta E$  nachgebildet. Dadurch entsteht die Kennlinie  $E_{calc}^*$  (Datenpunkte in Abb. 4.14). Aus  $E_{calc}^*$  wird analog zur zuvor beschriebenen Vorgehensweise der Parametersatz mit DILOG ermittelt und daraus die Vergleichs-Kennlinie  $E_D^*$  berechnet. In Abb. 4.14 sind  $E_D^*$  (durchgezogene Kurve) und  $E_{calc}^*$  (Datenpunkte) verglichen. Es zeigen sich trotz der durch das

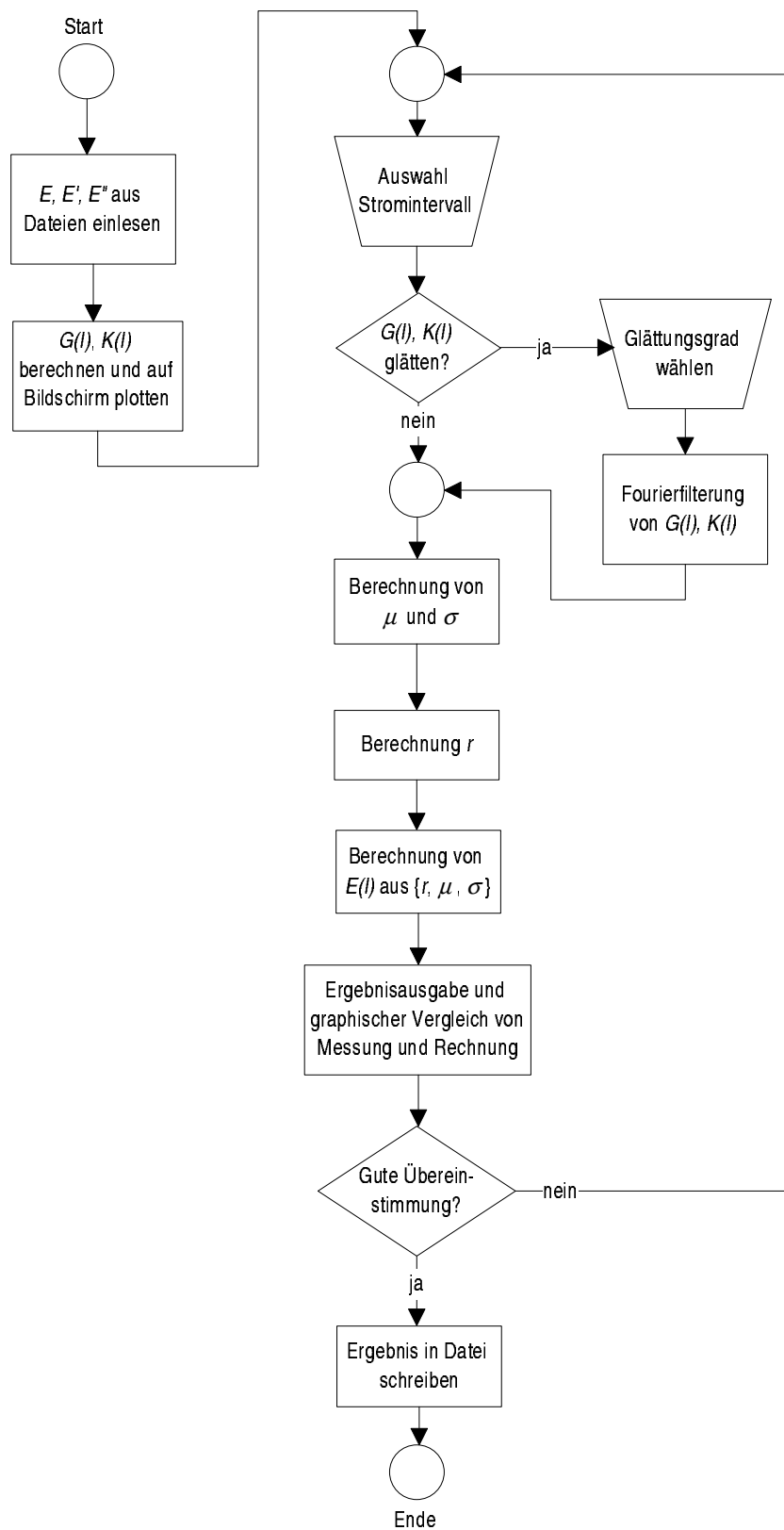
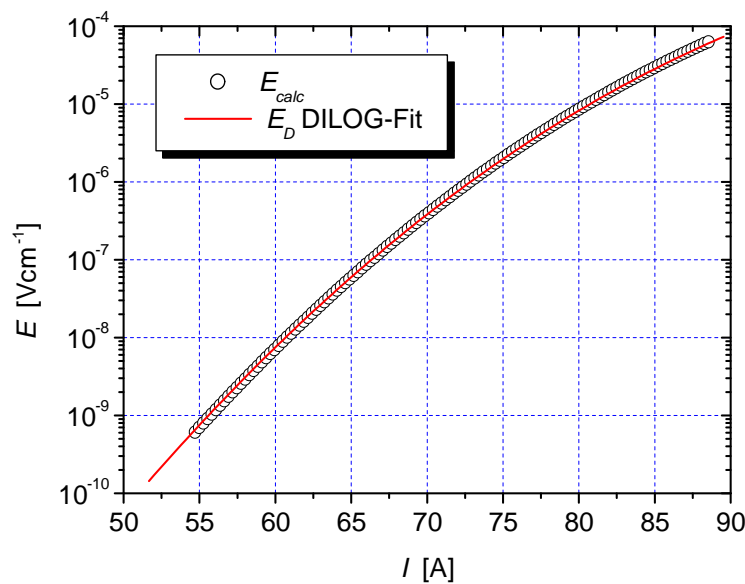


Abb. 4.12: Ablaufschema von DILOG

Rauschen erschwerten Bedingungen keine größeren Abweichungen der beiden Kurven. Es ist an dieser Stelle von Interesse, das letzte Ergebnis mit dem Resultat einer Anpassung nach dem nichtlinearen Verfahren von Levenberg-Marquard (LM) zu vergleichen. Dazu wird die zweite Ableitung von  $E_{calc}^*$  (siehe Gl. 4.11) an die Gl. 4.14 angepasst (vgl. Abb. 4.15). Zunächst fällt auf, daß der bei  $E_{calc}^*$  visuell nur schwach auszumaachende Rauschteil durch die numerische Differentiation<sup>1</sup> zu einer starken Aufrauung führt. In Abb. 4.16 ist schließlich die rekonstruierte Kurve der Originalkurve gegenübergestellt. Es zeigen sich signifikante Abweichungen der beiden Kurvenverläufe. Der mit dem LM-Verfahren gewonnene Parametersatz ist damit nicht geeignet, den Verlauf der Kurve zu beschreiben.



**Abb. 4.13:** Vergleich von berechneter Kurve und DILOG-Fit

In Tabelle 4.1 sind die Parametersätze zu Vergleichszwecken tabelliert. Es fällt auf, daß die stärksten Abweichungen bei der Bestimmung von  $r$  auftreten. Das gilt sowohl für das DILOG-Verfahren als auch für den LM-Algorithmus, wobei allerdings beim letztgenannten die Abweichungen besonders stark sind. Die in der Tabelle dokumentierte hohe Empfindlichkeit der  $r$ -Bestimmung zeigte sich unabhängig von der untersuchten Kennlinie als genereller Trend und muß damit als der speziellen mathematischen Struktur inhärent angesehen werden. Als vermutliche Ursache ist zu nennen, daß  $\mu$  und  $\sigma$  in Gleichung 4.13 exponentiell auftreten und somit kleinste Abweichungen hier zu starken Kompensationsreaktionen bei  $r$  führen. Im Umkehrschluß kann dann angenommen werden, daß die numerische Stabilität des DILOG-Verfahrens durch die zeitweise Eliminierung des Parameters  $r$  aus dem Berechnungsprozess verbessert wird. Dadurch gelingt eine zuverlässige Bestimmung von zunächst  $\mu$  und  $\sigma$

<sup>1</sup>verwendet wurde DIFF2 mit dem Glättungsparameter  $m = 11$

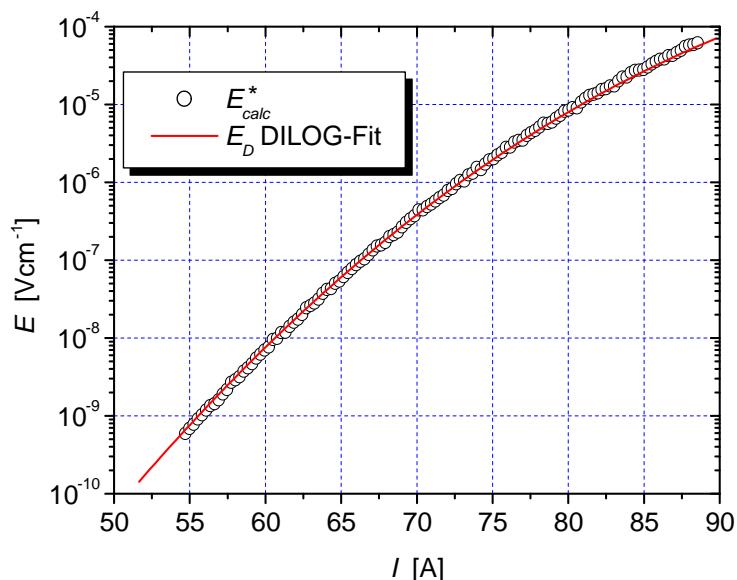


Abb. 4.14: Vergleich von berechneter Kurve (verrauscht) und DILOG-Fit

	Vorgabe	DILOG / $E_{calc}$	DILOG / $E_{calc}^*$	LM / $E_{calc}^*$
$\mu$ [A]	100	100,46	99,09	93,21
$\sigma$ [A]	10	10,13	9,97	7,88
$r$ [mV/cm]	0,1	0,101	0,075	0,04

Tabelle 4.1: Vergleich Vorgabewerte und gefittete Werte

allein. Diese wirkt dann im folgenden Schritt zurück und steigert die Güte der Bestimmung von  $r$  selbst. Ein weiterer Grund für die numerische Stabilität ist darin zu sehen, daß beim DILOG-Verfahren zusätzlich zu  $E''$  auch Informationen über den Verlauf von  $E$  und  $E'$  mit in den Berechnungsprozess einbezogen werden. Im Gegensatz dazu arbeitet das LM-Verfahren ausschließlich mit dem stark rauschanfälligen  $E''$ .

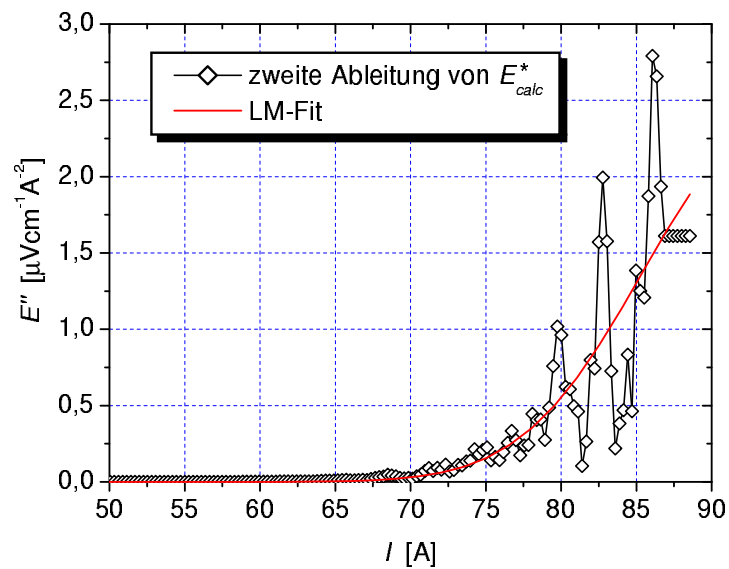


Abb. 4.15: LM-Fit der zweiten Ableitung von  $E_{calc}^*$

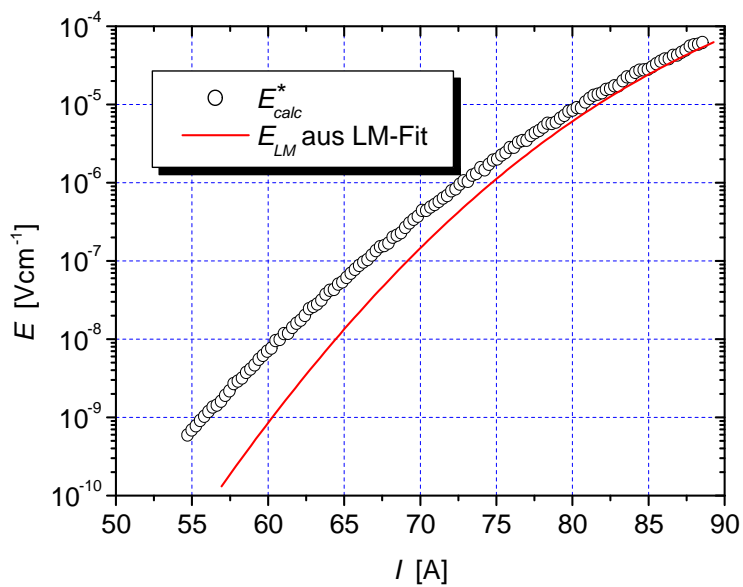


Abb. 4.16: Vergleich von berechneter Kurve (verrauscht) und LM-Fit

## 4.7 Thermische Verzerrung von $E(I)$

Der letzte Abschnitt hat gezeigt, daß die Parameterbestimmung aus den berechneten Kurven mit hoher Güte gelingt. Bevor in dem noch folgenden Teil der Arbeit das DILOG-Verfahren seine praktische Anwendung findet, muß zunächst herausgestellt werden, daß die ohnehin fragmentierten Kennlinien für die Berechnung noch weiter beschnitten werden müssen. Bei genauerer Betrachtung der in Abb. 4.17 logarithmisch dargestellten  $E(I)$ -Kennlinien fällt auf, daß die Kurven einen Wendepunkt durchlaufen. So weist  $\log E$  zunächst einen negativen Krümmungssinn auf und geht dann bei hohen  $E$ -Feldern in einen positiv gekrümmten Verlauf über. Besonders deutlich ist dieses Verhalten bei der 11-T-Messung zu beobachten.

Im Rahmen des ICVM kann kein solcher Wendepunkt auftreten, da die zweite Ableitung von  $E(I)$  (vgl. Gleichung 4.14) immer positiv ist. Daher ist der Bereich mit positiv gekrümmter  $\log E$ -Kurve als Abschnitt zu interpretieren, in dem die Beschreibung durch das ICVM nicht mehr gerechtfertigt ist. Daß hier dennoch kein prinzipielles Versagen des untersuchten Modells vorliegt, sondern eine thermische Verzerrung der Kurve ursächlich ist, zeigt die folgende Betrachtung.

Zunächst wird untersucht, ab welchem Strom die gemessene  $E(I)$ -Kennlinie vom modellgemäßen Verlauf abweicht. Dazu hat sich die bei der Beschreibung des DILOG-Verfahrens eingeführte Hilfsfunktion  $G(I)$  als geeignet erwiesen.

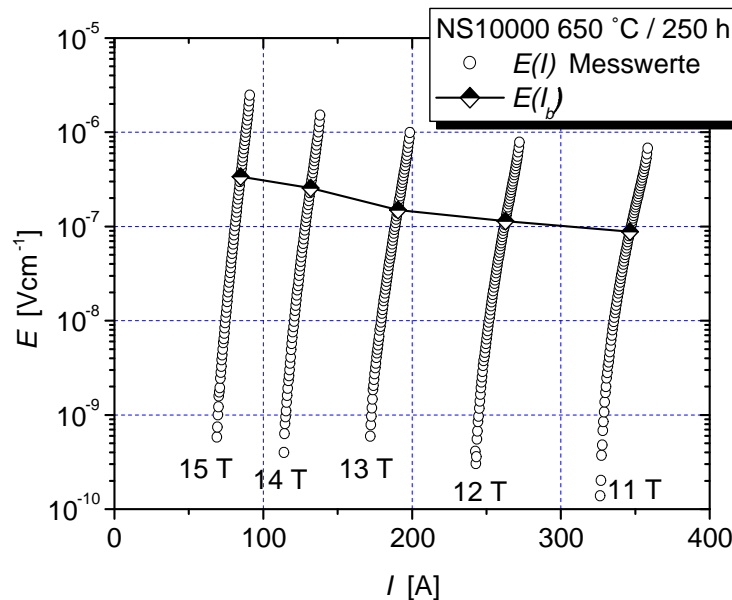
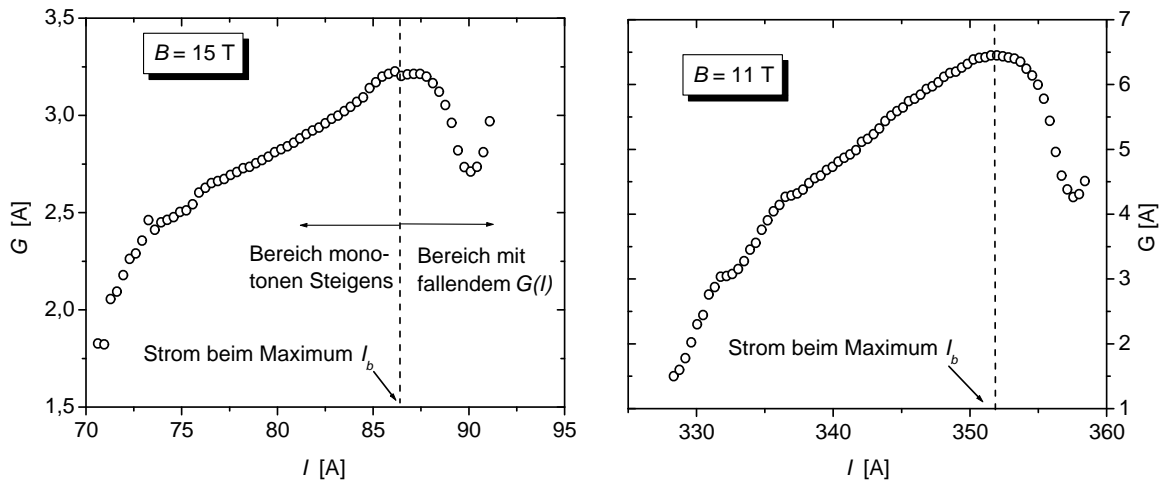


Abb. 4.17: Kennlinien und  $E(I_b)$





**Abb. 4.18:**  $G(I)$  der 15-T-Messung aus Abb. 4.17

**Abb. 4.19:**  $G(I)$  der 11-T-Messung aus Abb. 4.17

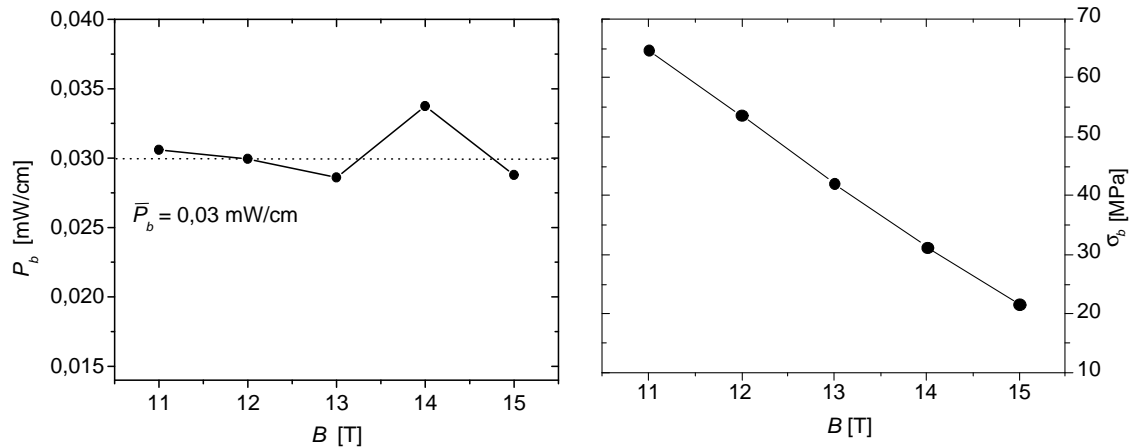
Zur Erinnerung sei hier noch einmal die Definition von  $G$  wiederholt:

$$G(I) = \frac{1}{\frac{d}{dI} \ln E(I)} \quad (4.32)$$

Es kann gezeigt werden, daß im Rahmen des ICVM  $G(I)$  eine monoton steigende Funktion ist. Wird also in einem Stromintervall ein fallender Verlauf von  $G(I)$  beobachtet, so kann folglich im betreffenden Intervall die zugrundeliegende Kennlinie nicht durch das ICVM beschrieben werden. Zur Demonstration sind in den Abbn. 4.18 und 4.19 die Kurvenverläufe von  $G(I)$  für die 15-T- und die 11-T-Messung der Abb. 4.17 dargestellt. Beide zeigen zunächst den erwarteten ansteigenden Verlauf, bevor beim Strom  $I_b$  ein Maximum auftritt mit anschließendem relativ schnellem Abfall. Das nochmalige kurze Ansteigen am Ende ist ein numerischer Effekt, der von der Berechnung der Ableitung herrührt.

Werden für die Ströme  $I_b$  die dazugehörigen längenbezogenen Leistungen  $P_b = E(I_b) \cdot I_b$  berechnet und über dem Magnetfeld aufgetragen, so gelangt man zur Abbildung 4.20. Diese zeigt, daß der Übergang von steigendem zu fallendem  $G(I)$  immer dann auftritt, wenn die dissipierte Leistung etwa  $\overline{P}_b = 0,03 \text{ mW/cm}$  erreicht. Diese Konstanz deutet auf thermische Ursachen hin. Allerdings erscheint der gefundene Wert zunächst zu klein, um die Leitertemperatur nennenswert anheben zu können. Es muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Wärmelast über die Meßlänge gemittelt ist und bei einzelnen resistiven Elementen (ICVM!) lokal durchaus sehr viel höhere thermische Leistungen auftreten können. Im Anhang A befindet sich die thermisch-elektrische FEM-Analyse eines Leiters, die das bestätigt

Ein zusätzlicher Hinweis, daß die  $G(I)$ -Maxima thermisch bedingt sind und die alternative Möglichkeit einer durch Lorentzkraftbeanspruchung bedingten Grenze nicht in



**Abb. 4.20:** Leistung bei den  $G(I)$ -Maxima

**Abb. 4.21:** Lorentzspannung bei den  $G(I)$ -Maxima

Betrachtet zu ziehen ist, ist durch die Abb. 4.21 gegeben. Dort ist die bei den  $G(I)$ -Maxima im Leiter herrschende Lorentzspannung  $\sigma_b = rBI_b/A$  über dem Feld aufgetragen;  $r$  ist der Radius der Testspule und  $A$  der Leiterquerschnitt. Die Kurve der  $\sigma_b(B)$  verläuft linear fallend, und im Gegensatz zu  $P_b$  entspricht dem Maximum  $G(I)$  kein konstanter Wert von  $\sigma_b$ .

Zur Verdeutlichung welcher Anteil der Kennlinie von der thermischen Verzerrung betroffen ist, ist in der Abb. 4.17 der Verlauf von  $E(I_b)$  eingezeichnet. Diese Kurve trennt die Kennlinien in jeweils zwei Bereiche, von denen nur der unterhalb  $I_b$  gelegene Teil in die Berechnung eingehen darf. Die bei der Beschreibung des DILOG-Verfahrens vorgestellte Möglichkeit, ein Stromintervall für die Berechnung auszuwählen wird vor diesem Hintergrund verständlich.

Eine abschließende Bemerkung zur Wahl des Leiters für diese Untersuchung: die Glühbedingung von  $650^\circ\text{C}/200\text{ h}$  für den NS10000 führt zu einem kritischen Strom, der im Spektrum aller untersuchten Leiter etwa in der Mitte angesiedelt ist. Für Leiter mit höherem oder geringerem kritischem Strom ergeben sich etwas andere Werte von  $\overline{P}_b$ . Das generelle Verhalten einer in etwa konstanten Leistung bei den Maxima von  $G(I)$  ist aber typisch für alle untersuchten Leiter und Glühbedingungen.

## 4.8 Bewertung des DILOG-Verfahrens

Im Laufe dieses Kapitels ist deutlich geworden, daß die Strom-Spannungs-Kennlinien der technischen Supraleiter zu fragmentierten Verteilungsfunktionen führen. Zu deren Behandlung wurde das DILOG-Verfahren entwickelt. Zum Abschluß dieses Kapitels werden nun die konkurrierenden – meßtechnischen – Konzepte vorgestellt und erläutert, warum der numerische Weg zur Lösung der Problemstellung vorteilhafter ist.

Die Ursache für den frühzeitigen Quench sind hohe Stromdichten in der Matrix beim Current-Sharing. Aus diesem Grund sind die bislang zum ICVM publizierten Meßergebnisse überwiegend an Leitern mit zusätzlicher Stabilisierung durchgeführt. Die Strom-Spannungs-Kennlinie und damit die Verteilungsfunktion ist dann zu höheren Strömen hin ausfahrbar. Verbreitet ist die Messung mit einem metallischen Testspulenkörper, der gegenüber dem Leiter nicht isoliert ist. Durch den über den Spulenkörper zur Verfügung gestellten Strom-Bypass steigt der Stabilisierungsgrad  $\alpha$  je nach Geometrie um zwei bis drei Größenordnungen an – bei entsprechend reduzierten Stromdichten. Als Beispiel für diese Vorgehensweise sei die Arbeit [War86] angeführt. Am ITP durchgeführte Untersuchungen [Bro97] haben jedoch gezeigt, daß diese Maßnahme zumindest problematisch ist, weil die Ströme im Leiter nicht einwandfrei von den Bypass-Strömen durch den Spulenkörper zu separieren sind und damit nicht sicher auf die Verteilungsfunktion zurückgeschlossen werden kann.

Eine Alternative besteht darin, den Leiter durch Einlöten in die Nut eines Cu-Profiles zusätzlich zu stabilisieren<sup>1</sup> und anschließend dieses Komposit zur Testspule zu verwickeln. Auch hier sind je nach Geometrie für  $\alpha$  Steigerungen um etwa den Faktor 100 möglich. Damit ist der Leiter in definierter Weise von zusätzlichem Stabilisierungskupfer umgeben und kann darüber hinaus zum Spulenkörper hin isoliert werden. Ebenfalls in der Arbeit [Bro97] ist gezeigt, daß dieses Verfahren, bei NbTi-Leitern angewandt, durchaus zur Bestimmung der Verteilungsfunktion herangezogen werden kann. Allerdings bringt die Zusatzstabilisierung bei der Präparation zusätzliche, teilweise sehr aufwendige, Arbeitsschritte mit sich. So muß eine Nut ins Profil eingefräst werden, der Leiter eingelegt und anschließend verlötet werden. Damit sind erheblich größere Rüstzeiten für eine Messung nötig. Im Falle von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern führt die Zusatzstabilisierung ohnehin nicht zu einem für den Leiter repräsentativen Ergebnis, da das beigefügte Stabilisierungskupfer als Sn-Senke während der Diffusions-Reaktionsglühung wirkt. Mit Zusatzstabilisierung ergeben sich dann andere kritische Ströme.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, daß die aufgeführten Möglichkeiten für NbTi-Leiter nur eingeschränkt und für Nb<sub>3</sub>Sn überhaupt nicht in Frage kommen. Umso wichtiger ist daher die Verfügbarkeit eines numerischen Algorithmus, der unabhängig von meßtechnischen Modifikationen zuverlässig die Verteilung der lokalen kritischen Ströme berechnet. Mit dem in diesem Kapitel beschriebenen DILOG-Algorithmus steht erstmals ein speziell an die Problemstellung der fragmentierten Verteilungsfunktionen abgestimmte Numerik zur Verfügung, die diese Aufgabe leistet. Damit ist eine wesentliche Voraussetzung erfüllt, um die Verteilungsfunktion der technischen Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter zu berechnen und mit deren mikrostrukturellen Eigenschaften zu verbinden.

---

<sup>1</sup>ähnlich dem in [Hel99] vorgestellten Nb<sub>3</sub>Sn-Insert für eine 80-kA-Stromzuführung

# Kapitel 5

## Die Verteilungsfunktion technischer Supraleiter

Der Zusammenhang zwischen den Strom-Spannungs-Kennlinien und der Mikrostruktur technischer Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter wird in der Literatur fast ausschließlich unter dem Aspekt einer Korrelation von mittlerer Korngröße  $\bar{d}$  und dem Pinningkraft-Maximum  $F_p^{max}$  diskutiert (z. B. [Sca75], [Sha76] und [Sch81]). Diese Untersuchungen haben wesentlich zu einem tieferen Verständnis der angesprochenen Beziehungen beigetragen. Allerdings reduzieren diese Arbeiten die gesamte Fülle der in den  $E(I)$ -Kurven enthaltenen Informationen auf die kritische Stromdichte. Auch die komplexe Gefügestruktur wird lediglich durch eine Kennzahl, eben die mittlere Korngröße, wiedergegeben. Damit sind weitergehende Aussagen, beispielsweise über den Zusammenhang von Mikrostruktur und Steilheit der  $E(I)$ -Kurve, nicht möglich. Um hier einen neuen Ansatz zu eröffnen, wird in diesem Kapitel untersucht, wie sich die Verteilungsfunktion des ICVM und die mikrostrukturelle Verteilung zueinander verhalten. Zuvor findet jedoch eine Untersuchung der Abhängigkeit der Verteilungsfunktion von den Bedingungen der Nb<sub>3</sub>Sn-Reaktionsglühung statt.

Da der anwendungstechnische Hintergrund dieser Arbeit im Hochfeldeinsatz der Nb<sub>3</sub>Sn-Leiter besteht, werden im folgenden die Ergebnisse überwiegend für das höchste zugängliche Magnetfeld von  $B = 15$  T diskutiert. Dort wo ein Vergleich bei kleineren Werten von  $B$  sinnvoll erscheint, werden diese selbstverständlich mit in die Diskussion einbezogen.

### 5.1 Verteilungsfunktion kritischer Strom und $n$ -Wert

Als klassische Kennzahlen zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinie dienen der meßtechnische kritische Strom  $I_c$  und der  $n$ -Wert (Gl. 4.16). Im Gegensatz dazu zieht das ICVM die Eigenschaften der Verteilungsfunktion zur Charakterisierung heran und nimmt keinen Bezug auf  $I_c$  und  $n$ . Dennoch ist die Kenntnis des Zusammenhangs zwischen diesen etablierten Kennzahlen und der Verteilungsfunktion aus praktischen Gründen notwendig.

Für diese Arbeit wird nachfolgend am Beispiel des NS10000 (650 °C / 200 h) aufgezeigt, wie sich  $\phi$  und  $I_c$  bzw.  $\phi$  und  $n$  zueinander verhalten. Damit können die anhand der ICVM-Beschreibung gefundenen Ergebnisse auch im Rahmen einer empirischen Beschreibung durch  $I_c$  und  $n$  interpretiert werden.

Der Parameter  $\mu$  charakterisiert den Mittelwert der lokalen kritischen Ströme und ist damit auch maßgeblich für die Stromtragfähigkeit. Insofern ist eine ähnliche Abhängigkeit des meßtechnischen kritischen Strom  $I_c(B)$  und  $\mu(B)$  zu erwarten. Das wird durch die Abb. 5.1 bestätigt. Dort sind  $\mu$  und  $I_c$  als Funktion von  $B$  aufgetragen. Zunächst ist festzuhalten, daß der qualitative Verlauf beider Kurvenzüge übereinstimmt. Mit zunehmenden Feld ist allerdings eine wachsende Differenz zwischen den beiden Kurven zu beobachten. Dieses Auseinanderlaufen kann durch eine Betrachtung der Breite der  $i_c$ -Verteilung erklärt werden. Dazu wird die bezogene Standardabweichung gebildet:

$$w = \frac{\sigma}{\mu} \quad (5.1)$$

Die letzte Definition führt mit  $w$  ein relatives Breitemaß ein, das angibt, wie groß die Standardabweichung (= absolute Breite  $\sigma$ ) in Bezug auf den Mittelwert ist. Die Gestalt von  $w(B)$  ist in Abb. 5.2 gezeigt. Daraus ist ersichtlich, daß die Breite der Verteilungsfunktion mit zunehmenden  $B$  stark ansteigt. Damit reichen bei hohen  $B$ -Feldern die Ausläufer der Verteilungsfunktion bis weit vor  $\mu$  und tragen entsprechend früh zum Spannungsanstieg bei. Das führt in der Folge dazu, daß die  $I_c$  entsprechende  $E$ -Feld-Schwelle  $E_c$  bereits deutlich unterhalb von  $\mu$  erreicht wird. Umgekehrte Verhältnisse liegen bei kleineren Feldern vor, wo die Verteilungsfunktion relativ schmal und damit nahe bei  $\mu$  konzentriert ist. Infolgedessen wird  $E_c$  erst kurz vor  $\mu$  erreicht. In Abb. 5.3 werden diese Zusammenhänge noch einmal durch ein Diagramm veranschaulicht.

Diese Abbildung legt auch nahe, daß bei kleineren  $B$ -Feldern ein Überschneiden der  $I_c(B)$ - und  $\mu(B)$ -Kurven in Abb. 5.1 nicht zu erwarten ist. Vielmehr ist von einer asymptotischen Annäherung der beiden Kurven auszugehen. Denn bei weiter reduzierten äußerem Feld und damit immer schmaler werdender  $i_c$ -Verteilung integriert ein kleiner Stromschritt, ausgeführt im Bereich  $I \lesssim \mu$ , so viel Spannung auf, daß  $E_c$  sicherlich überschritten wird. Konsistent damit ist auch ein Verhalten, das bei  $E(I)$ -Messungen häufig zu beobachten ist. Danach ist es bei kleinen Feldern<sup>1</sup> oftmals nur unter Schwierigkeiten möglich, den Anstieg der Kurve im Probelauf (zum Probelauf vgl. Abschnitt 3.6) auszumessen. Die Ursache ist vermutlich den relativ großen Stromschritten beim Probelauf zuzuschreiben. In Zusammenarbeit mit der schmalen Verteilungsfunktion führt das dazu, daß bereits ein Stromschritt – ausgeführt bei  $I \lesssim \mu$  – die Verteilungsfunktion weitgehend ausintegriert und damit zum Quench der Testspule führt. Im Experiment muß dann bereits im Probelauf mit reduzierter Schrittweite an den Anstieg herangefahren werden.

Bereits bei der Erörterung möglicher Grenzfälle des ICVM wurde darauf hingewiesen, daß zwischen  $n$  und  $\phi$  üblicherweise ein Zusammenhang der Form  $n = f(\mu/\sigma)$  herge-

<sup>1</sup>hier etwa 10 T und darunter

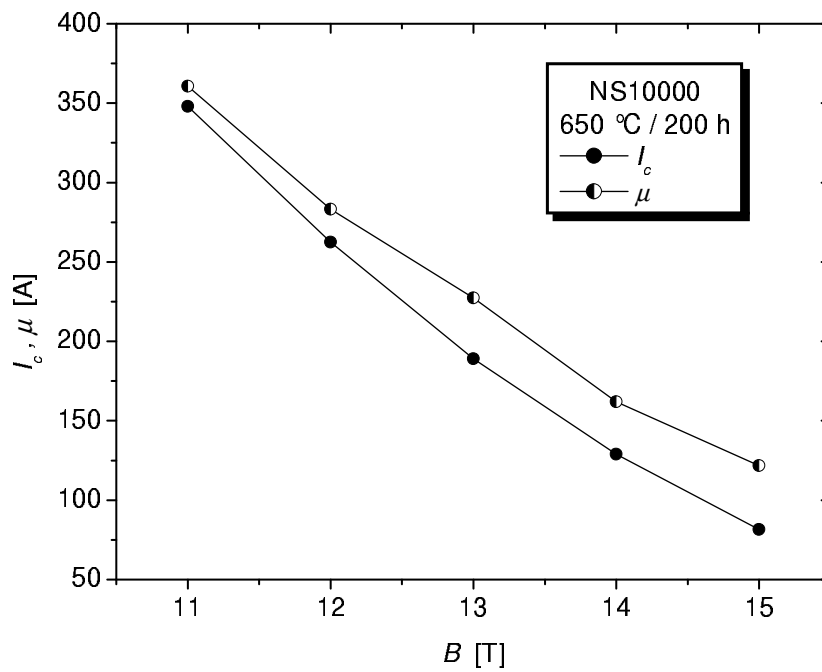


Abb. 5.1:  $I_c$  und  $\mu$  in Abhängigkeit von  $B$

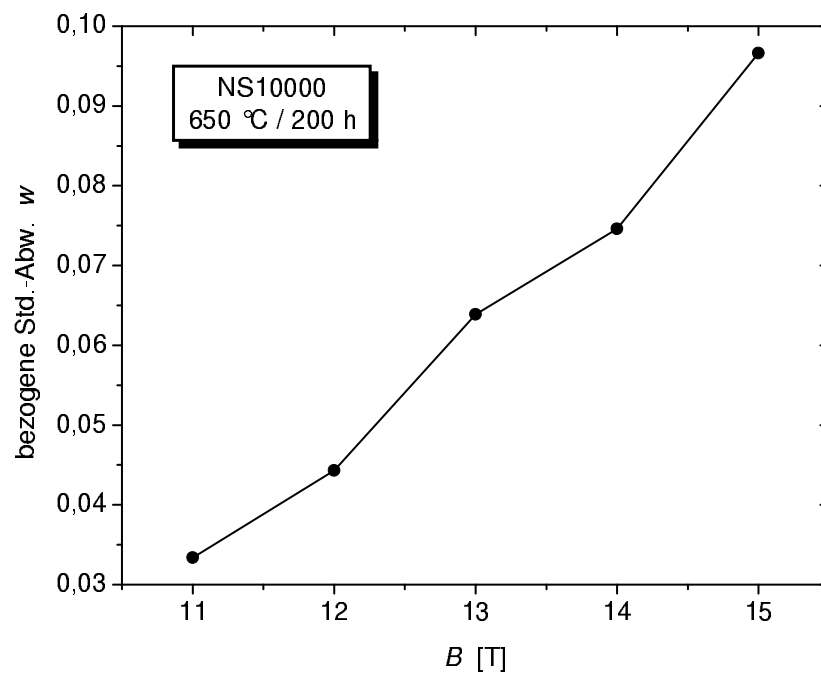


Abb. 5.2: Die bezogene Standardabweichung  $w = \sigma/\mu$  als Funktion des äußeren Feldes  $B$

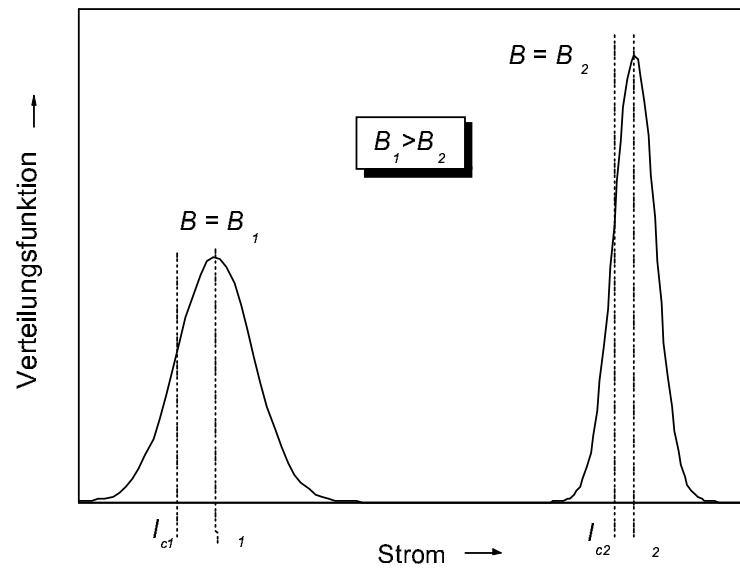


Abb. 5.3: Schematischer Vergleich von breiter und schmaler Verteilungsfunktion

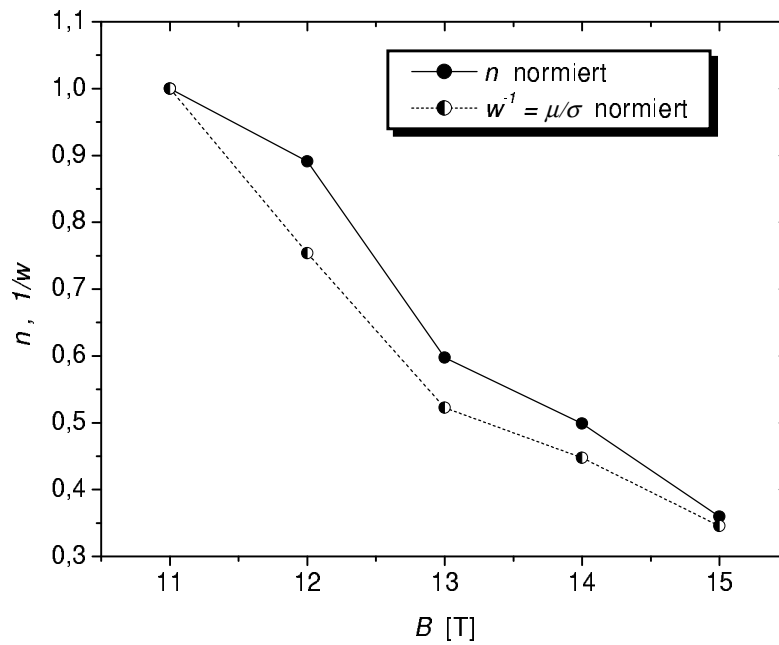


Abb. 5.4: Vergleich der normierten  $n(B)$  und  $w(B)$

stellt wird, wobei je nach zugrundeliegender Näherung für  $f$  verschiedene funktionale Abhängigkeiten gefunden werden, die alle durch ein monotonen Ansteigen mit dem Argument gekennzeichnet sind. Mit der Gleichung 5.1 gilt dann gleichzeitig  $n = f(1/w)$ . Um diese Abhängigkeit zu untermauern, sind in Abb. 5.4  $n$  und  $1/w$  über  $B$  aufgetragen. Da  $n$  und  $1/w$  verschiedene Größenordnungen annehmen, sind beide auf den jeweiligen Maximalwert normiert. Der Vergleich der Kurvenzüge zeigt einen nahezu übereinstimmenden und annähernd linearen Verlauf. Daraus ist für  $f$  selbst ein lineares Verhalten abzuleiten bzw.  $n \propto \mu/\sigma = w^{-1}$ . Damit kann der gedankliche Übergang vom  $n$ -Wert zum ICVM qualitativ vollzogen werden.

## 5.2 Parameter der Verteilungsfunktionen für Nb<sub>3</sub>Sn

### 5.2.1 Binäre Leiter

In Abb. 5.5 ist der Parameter  $\mu$  ( $B = 15$  T) für alle untersuchten Reaktionstemperaturen über der Reaktionszeit  $t$  aufgetragen. Jeweils drei Datenpunkte konstanter Reaktionstemperatur sind durch eine Linie zu einem Triplett verbunden (vgl. auch die Tabelle der Reaktionsglühungen auf Seite 18). Zunächst fällt auf, daß  $\mu$  mit steigender Reaktionstemperatur zunimmt und bei konstanter Reaktionstemperatur mit der Reaktionszeit  $t$  ansteigt. Allerdings ist die Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  sehr viel stärker ausgeprägt als die Abhängigkeit von der Glühzeit  $t$ . So ist  $\mu$  für die 750 °C/100 h-Reaktion nahezu doppelt so groß, wie für die Reaktion 600 °C/400 h. Das heißt, der Temperaturanstieg um den Faktor 1,25 ( $= 750/600$ ) reicht aus, um die Reduzierung der Glühzeit auf 1/4 (400 h  $\rightarrow$  100 h) weit überzukompensieren. Bringt man diese Größenverhältnisse qualitativ mit den Ausführungen über die Flächenwachstumskinetik (Abschnitt 3.2.2) in Verbindung, so deutet das darauf hin, daß in diesem Feldbereich die Stromtragfähigkeit wesentlich über den Grad der reagierten Filamentflächen kontrolliert ist. Die sicherlich mit der Reaktionstemperatur variierenden Gefügestrukturen spielen dann für  $\mu$  in diesem Feldbereich eine untergeordnete Rolle. Dies ist in Übereinstimmung mit der Arbeit von Wu [Wu83], bei der für die kritischen Ströme im Hochfeldbereich ein ähnliches Verhalten gefunden wurde. Vergleicht man weiterhin den Verlauf der  $\mu(t)$ -Triplette bei unterschiedlichen Temperaturen, so tritt ein bei hohen Temperaturen steilerer Anstieg von  $\mu$  mit  $t$  deutlich hervor. Auch dieses Verhalten ist in Übereinstimmung mit dem oben genannten Erklärungsansatz, nachdem bei hohen Temperaturen aufgrund der Gleichung 3.2 mit einem schnellerem Flächenwachstum zu rechnen ist.

Die Tatsache, daß überhaupt ein Ansteigen mit  $t$  beobachtet wird, läßt darüber hinaus darauf schließen, daß die Filamente noch nicht durchreagiert sind und Nb-Reserven für weiteres Flächenwachstum zur Verfügung stehen. Allerdings zeichnet sich durch die negative Krümmung der  $\mu(t)$ -Triplette bei hohen Reaktionstemperaturen (700 °C-750 °C) eine abnehmende Flächenwachstumsrate ab. Als mögliche Ursachen hierfür kommen sowohl ein weit fortgeschrittenes Flächenwachstum mit nur noch kleinen Nb-Restkernen als auch eine Sn-Verarmung der Bronze in Frage. Beide Erklärungsansätze



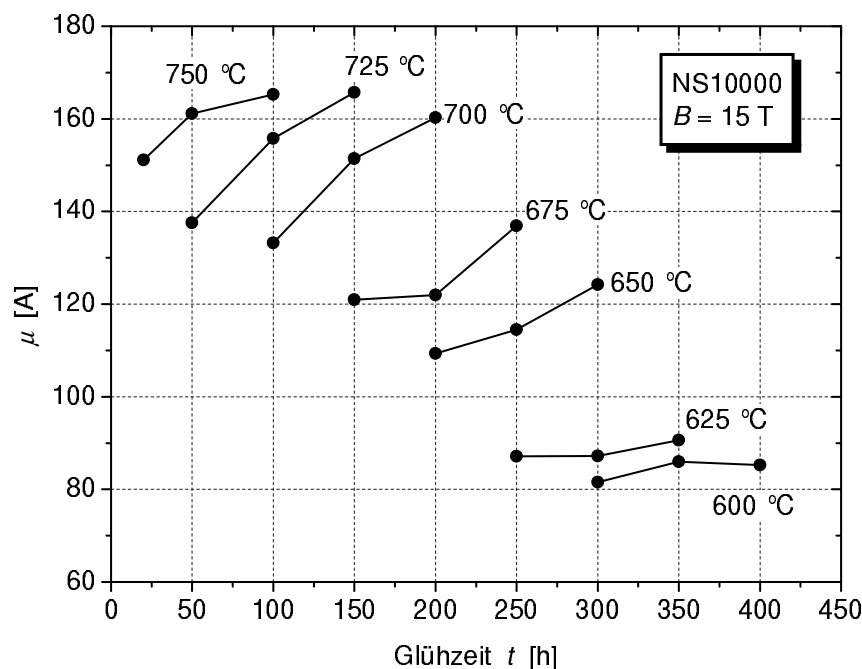


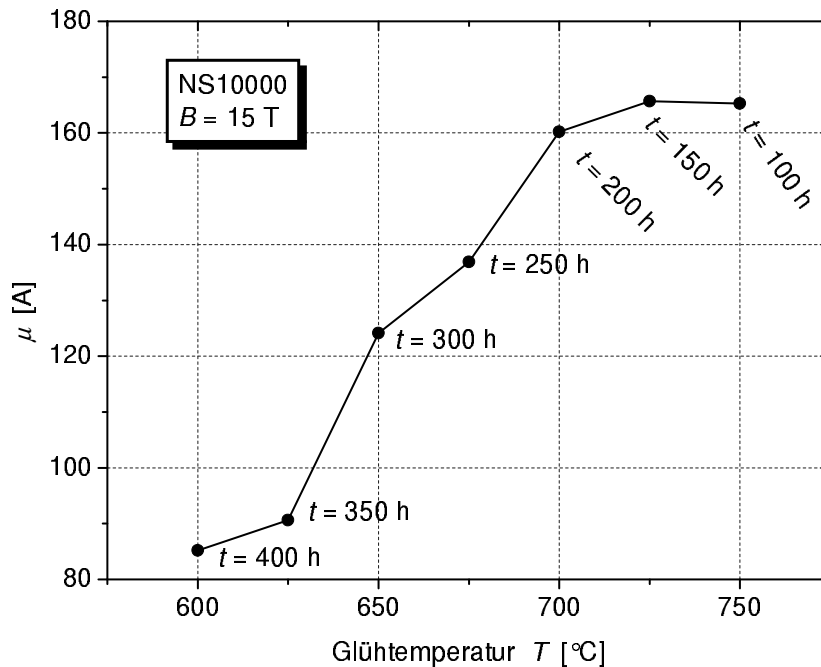
Abb. 5.5: Abhängigkeit von  $\mu(15\text{ T})$  von der Reaktionsglühung

nehmen Bezug auf die Diffusionskinetik, die im nächsten Kapitel noch eingehend untersucht wird.

Daß durch weitere Temperaturerhöhungen über  $750\text{ °C}$  hinaus keine wesentliche Zunahme von  $\mu$  mehr zu erwarten ist, zeigt die Abb. 5.6. Bei Temperaturen über  $700\text{ °C}$  geht  $\mu$  allmählich in eine Sättigung über.

Der Einfluß der Reaktionsglühung auf  $w$  bei  $B = 15\text{ T}$  wird durch die Abb. 5.7 wiedergegeben. Analog zum Verhalten von  $\mu$  ist eine Tendenz zu beobachten, bei der hohe Reaktionstemperaturen bzw. bei vorgegebener Reaktionstemperatur lange Glühzeiten zu wünschenswerten kleinen Werten von  $w$  führen. In Einzelfällen, z. B. bei der  $650\text{ °C}$ -Linie zeigt sich ein etwas anderes Verhalten, das aber vermutlich auf externe Störungen (Temperatur- oder Druckschwankungen) während der Messung zurückzuführen ist. Generell gilt aber, daß für eine schmale  $i_c$ -Verteilung eine möglichst ‚intensive‘ Glühbehandlung zu wählen ist. Ohne auf die noch folgenden Ergebnisse vorgreifen zu wollen, sei bereits hier erwähnt, daß diese Relation  $w \leftrightarrow (T, t)$  im Einklang mit Effekten auf mikrostruktureller Ebene steht.

Abschließend sind in den Abbn. 5.8 und 5.9  $\mu$  bzw.  $w$  in Abhängigkeit von  $T$  und  $t$  bei einem äußeren Feld von  $B = 11\text{ T}$  gezeigt. Um die Darstellung übersichtlich zu halten, ist in den Abbildungen nur noch eine Auswahl von Reaktionstemperaturen gezeigt, die repräsentativ für den gesamten Verlauf ist. Es zeigt sich, daß das Maximum von  $\mu$  bei  $11\text{ T}$  zu kleineren Temperaturen hin verschoben ist. Der gleiche Einfluß des verminderten Feldes zeigt sich beim Breitemaß  $w$ . Auch hier ist das Minimum zu kleineren Temperaturen hin verschoben.



**Abb. 5.6:** Die Abhängigkeit von  $\mu(15\text{ T})$  von der Reaktionstemperatur

Wird an dieser Stelle das reduzierte Feld

$$b = \frac{B}{B_{c2}} \quad (5.2)$$

eingeführt und berücksichtigt, daß das  $B_{c2}$  des binären  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  zu etwa 20 T gemessen wurde, so kann als Zwischenergebnis festgehalten werden:

*Beim binären  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  werden bei hohen Feldern ( $b \rightarrow 1$ ) die technisch wünschenswerten Eigenschaften ‚hohe Stromtragfähigkeit‘ und ‚schmale  $i_c$ -Verteilung‘ bei den höchsten untersuchten Reaktionstemperaturen gefunden.*

### 5.2.2 Legierte Leiter

Nachfolgend sind die bei  $B = 15\text{ T}$  bestimmten Werte von  $\mu$  und  $w$  für den ternären Leiter NST10000 und den quaternären Leiter NSTT10000 aufgeführt. Die Datenpunkte gleicher Reaktionstemperatur sind zu einem Triplet verbunden (beim NSTT10000 zu Paaren). Wieder ist, der Übersichtlichkeit wegen, eine für den Gesamtverlauf repräsentative Auswahl aus allen Glühbedingungen gezeigt. So geben die Abbn. 5.10 und 5.11  $\mu$  und  $w$  für den NST10000 wieder; die entsprechenden Kurven für den NSTT10000 sind in den Abbn. 5.12 und 5.13 gezeigt.

Für den direkten Vergleich der hier gezeigten Werte von  $\mu$  für die zulegierten Leiter mit denen des binären  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  muß beachtet werden, daß die NST10000- und NSTT10000-Leiter einen etwas kleineren Durchmesser haben als die NS10000-Leiter,

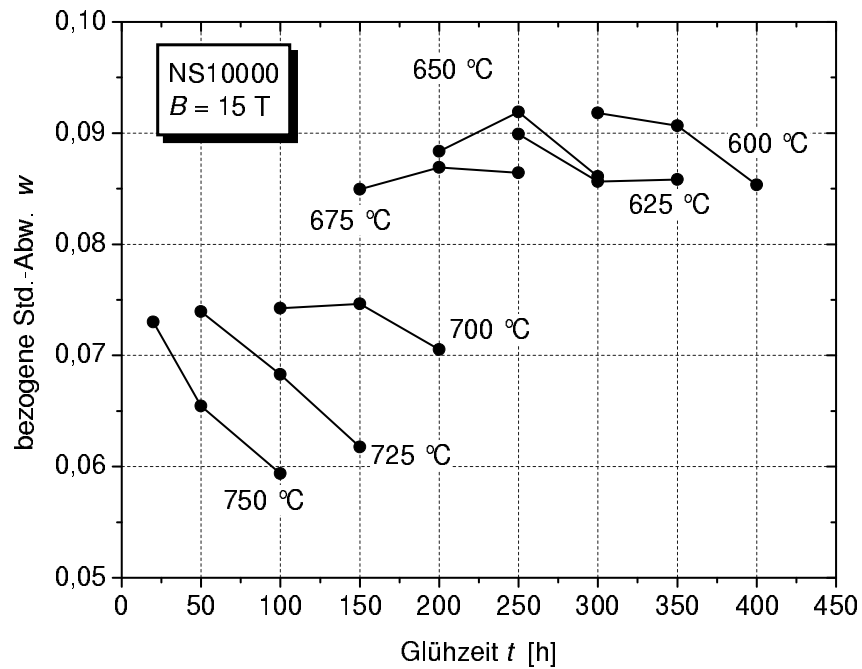


Abb. 5.7: Abhängigkeit der relativen Standardabweichung  $w(15\text{ T})$  von der Glühzeit für alle Reaktionstemperaturen

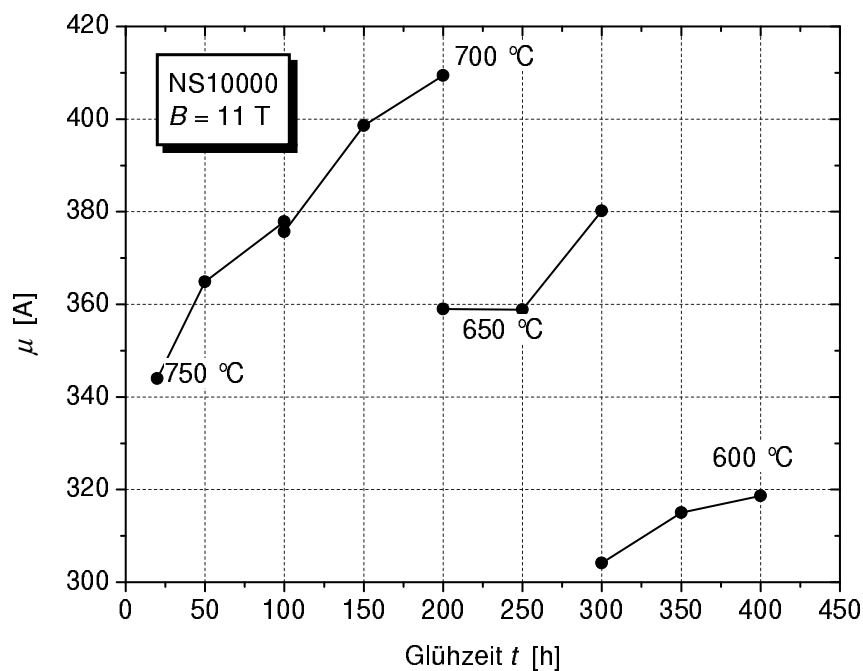
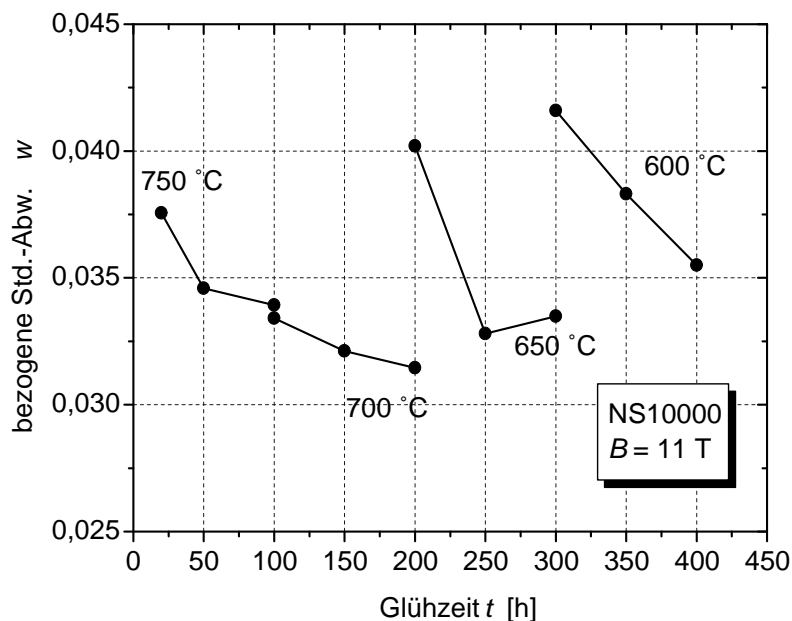


Abb. 5.8: Abhängigkeit von  $\mu(11\text{ T})$  von der Glühzeit (Auswahl an Reaktionstemperaturen)



**Abb. 5.9:** Abhängigkeit der relativen Standardabweichung  $w(11\text{ T})$  von der Glühzeit (Auswahl an Reaktionstemperaturen)

nämlich 0,9 mm zu 1,1 mm. Damit sind auch die Supraleiterflächen in den erstgenannten Leitern kleiner. Wird berücksichtigt, daß die innere Leiterstruktur ansonsten identisch ist, so ist das Verhältnis der Flächen einfach anzugeben:

$$\frac{A_{SL}^{NST/T}}{A_{SL}^{NS}} = \frac{(0,9\text{ mm})^2}{(1,1\text{ mm})^2} \approx \frac{2}{3} \quad (5.3)$$

Damit können die flächenabhängigen  $\mu$  vom einen auf den anderen Durchmesser skaliert werden.

Deutlich zeigt sich hier, daß bei den  $(\text{NbX})_3\text{Sn}$ -Leitern die höchsten Stromtragfähigkeiten nicht bei der maximalen Reaktionstemperatur von 750 °C gefunden werden, sondern bei Temperaturen von etwa 650 °C bis 700 °C. Bezüglich der Zeitabhängigkeit von  $\mu$  beim ternären NST10000 ist festzustellen, daß auch hier überwiegend ein mit  $t$  ansteigendes Verhalten gefunden wird. Das abweichende Verhalten der 650 °C/300 h und 600 °C/350 h ist jedoch physikalisch nicht verständlich, da keine Effekte bekannt sind, die zu der beobachteten Zeitabhängigkeit führen. Vermutlich verzerren hier numerische Fehler den originären Kurvenverlauf. Darauf deutet auch eine Analyse des DILOG-Regressionsfehlers hin, die einen etwa vergrößerten Fehler für die genannten Datenpunkte anzeigt.

Beim quaternären Leiter nimmt bei der 750 °C-Glühung die Stromtragfähigkeit mit der Glühzeit  $t$  ab. Als Erklärung kommt eine Durchreaktion der Filamente in Frage,

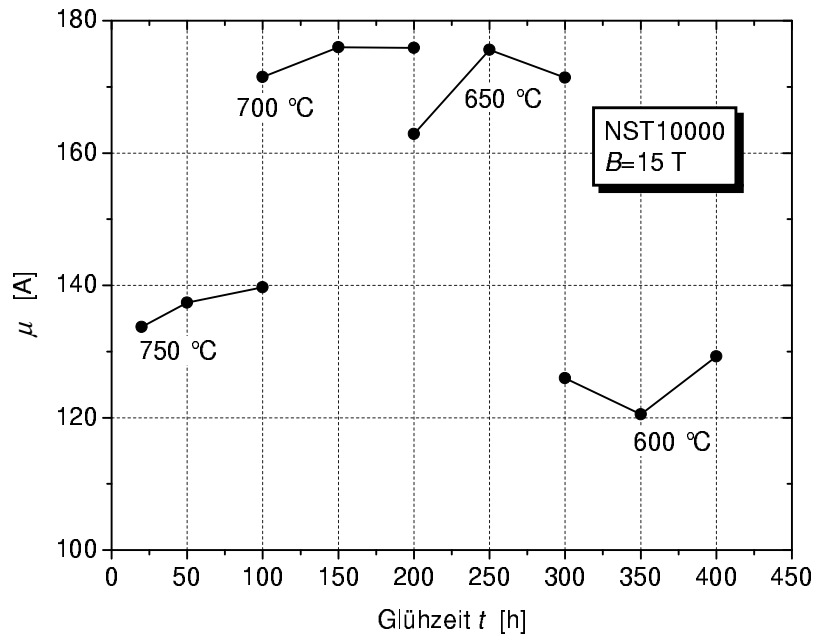


Abb. 5.10: Die Stromtragfähigkeit  $\mu$  in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NST10000 bei  $B = 15$  T.

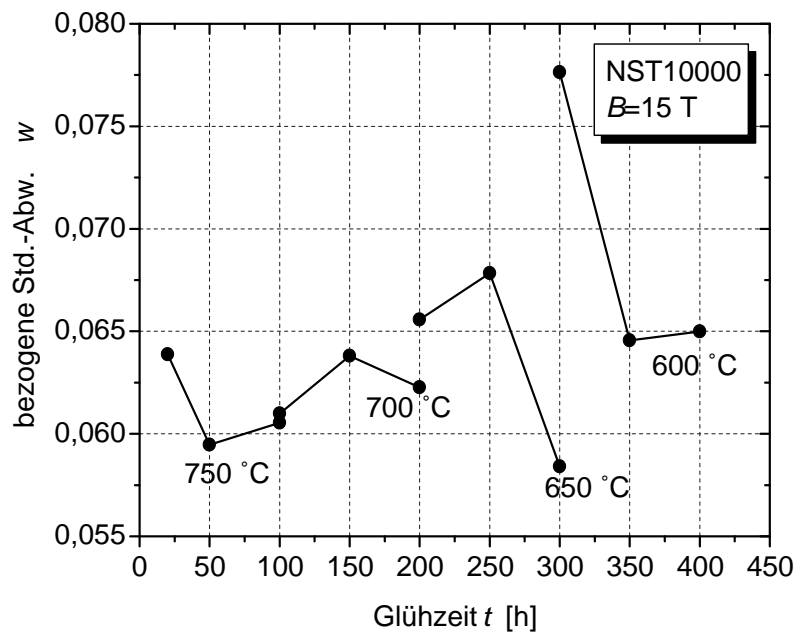
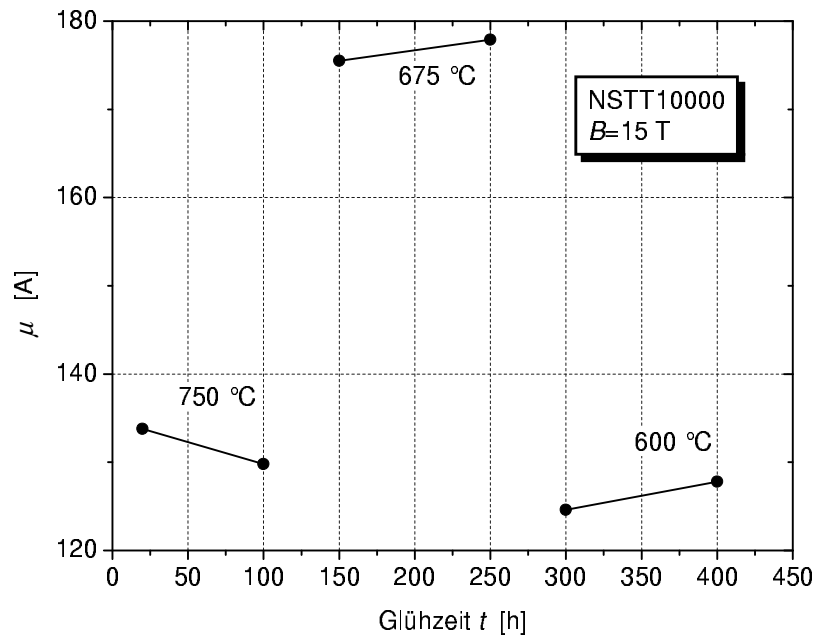
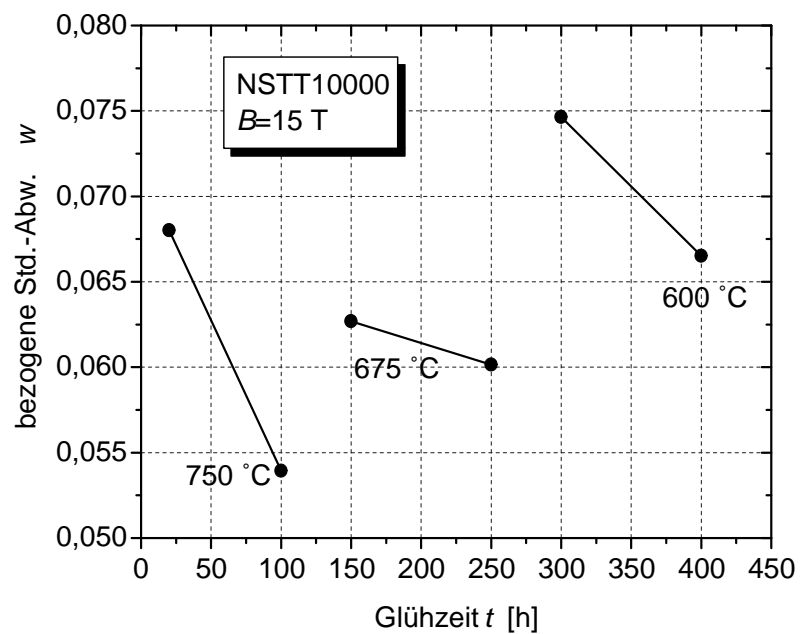


Abb. 5.11: Die Breite  $w$  in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NST10000 bei  $B = 15$  T.



**Abb. 5.12:** Die Stromtragfähigkeit  $\mu$  in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NSTT10000 bei  $B = 15$  T.



**Abb. 5.13:** Die Breite  $w$  in Abhängigkeit von der Reaktionsglühung für den NSTT10000 bei  $B = 15$  T.

was durch die in [Dro87] gefundene diffusionsbeschleunigende Wirkung von Ti erhärtet wird. Danach können die mit  $t$  zunehmenden Rekristallisationsprozesse, die zu einer Verminderung von  $j_c$  führen, nicht mehr durch ein weiteres Flächenwachstum kompensiert werden.

Generell ähnelt bei den zulegierten Leitern der Verlauf der  $\mu(T, t)$ -Kurven bei 15 T dem Verhalten, das beim NS10000 und  $B = 11$  T gefunden wurde. Auch dort war das Maximum der Stromtragfähigkeit zu kleineren Temperaturen gerückt. Indessen ist jedoch zu berücksichtigen, daß aufgrund der Legierungszusätze ein höheres  $B_{c2}$  erreicht wird. Somit finden die hier gezeigten Messungen analog zur 11-T-Messung des NS10000 in einem reduziertem Feld  $b \ll 1$  statt. Dann kann aber angenommen werden, daß bei höheren  $B$ -Feldern ( $b \rightarrow 1$ ) auch für die zulegierten Leiter ein  $\mu(T, t)$ -Verlauf gefunden wird, bei dem möglichst hohe Reaktionstemperaturen zum  $\mu$ -Optimum führen.

Da diese Hypothese experimentell nicht direkt überprüft werden konnte, wird ein indirekter Nachweis geführt, der die oberen kritischen Felder  $B_{c2}$  für die verschiedenen Reaktionsglühungen vergleicht. Dazu sind in den Abbn. 5.14 und 5.15 die durch Kramer-Extrapolation [Kra73] bestimmten Werte von  $B_{c2}$  aufgetragen. Die höchsten Reaktionstemperaturen führen dabei zu den größten oberen kritischen Feldern. Nach [Dro87] ist ein höheres  $B_{c2}$  auch mit einer größeren Stromtragfähigkeit im Bereich hoher Felder verbunden, was die oben ausgesprochene Hypothese erhärtet.

*Folglich führen sowohl bei den binären als auch bei den zulegierten Leitern Reaktionsglühungen mit hohen Temperaturen zu optimalen Stromtragfähigkeiten im Hochfeldbereich ( $B > 15$  T).*

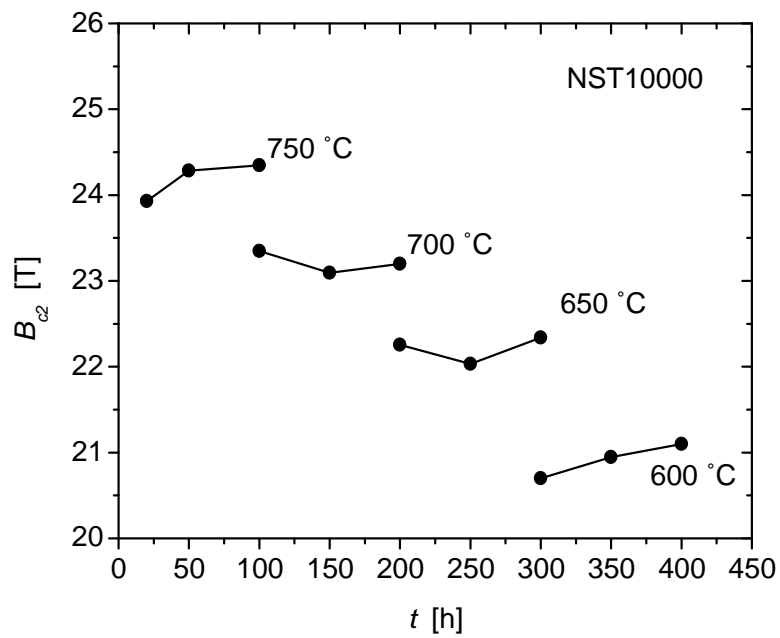


Abb. 5.14:  $B_{c2}$  nach Kramer für den ternären Leiter

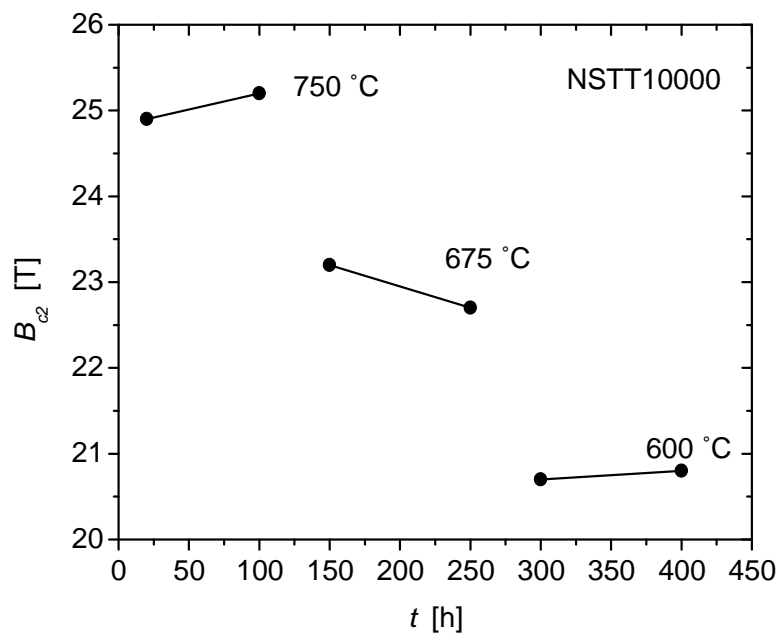


Abb. 5.15:  $B_{c2}$  nach Kramer für den quaternären Leiter



### 5.3 Vergleich mit NbTi und HTSL

Nachdem bislang die Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiter im Vordergrund standen, soll im folgenden untersucht werden, welche Gestalt die Verteilungsfunktion bei den alternativen Hochstromleitern aus der NbTi- und Bi2223-Familie hat (vgl. auch [Kim99b]).

Dazu sind in Abb. 5.16 die Verteilungsfunktionen verschiedener Leiterklassen dargestellt. Zur besseren Vergleichbarkeit sind die  $\phi$  zentriert und auf  $w$  normiert. Das  $B$ -Feld ist für die metallischen Supraleiter so gewählt, daß bei etwa gleichem reduziertem Feld  $b$  verglichen wird. Für den HTSL ist dies aufgrund des extrem großen  $B_{c2}$  nicht möglich.

Es zeigt sich, daß die beiden metallischen Supraleiter durch eine relativ homogene  $i_c$ -Verteilung gekennzeichnet sind. Im Gegensatz dazu weist der HTSL eine sehr flache und breite Verteilungsfunktion auf. Damit konsistent sind auch die deutlich niedrigeren  $n$ -Werte, die HTSL im Vergleich zu NTSL aufweisen [Rim00]. Als Grund für die inhomogene  $i_c$ -Verteilung der HTSL werden im allgemeinen Variationen der Filamentquerschnitte („Sausaging“) entlang des Leiters angesehen. Ein Hinweis darauf, daß die Produktionstechnik noch nicht die technische Reife der NTSL-Produktion erreicht hat. Im Gegensatz dazu hat die NTSL-Produktionstechnik einen Stand erreicht, bei dem Sausaging kaum noch auftritt. Dies wird in [Kim96] für einen NbTi-Leiter explizit gezeigt. Folglich bestimmt sich die Breite der  $i_c$ -Verteilung bei diesen Leitern vorwiegend aus der mikrostrukturellen Verteilung ( $j_c$ -Verteilung).

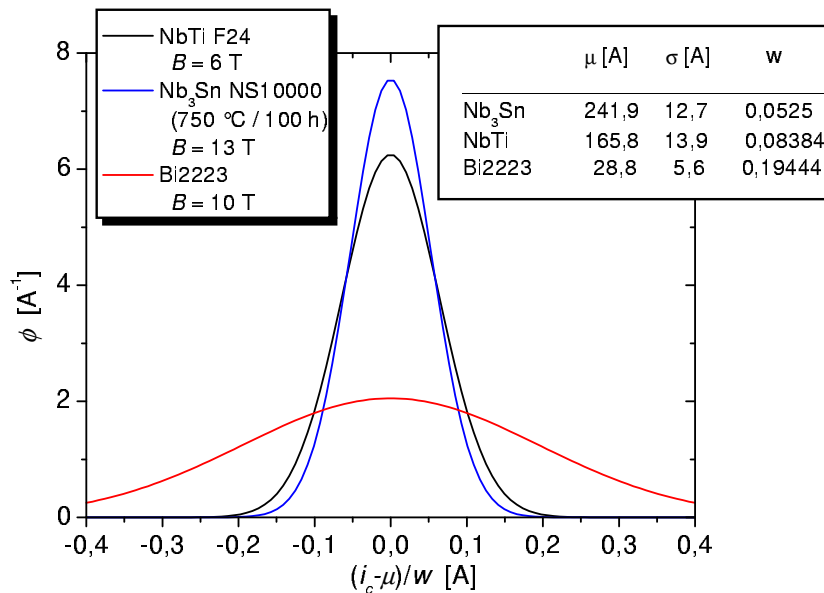


Abb. 5.16: Die  $i_c$ -Verteilung für verschiedene Hochstromleiter

## 5.4 Gefügestruktur und Verteilungsfunktion

Der Inhalt dieses Abschnitts ist einer der zentralen Punkte der vorliegenden Arbeit. Bevor jedoch näher auf den Zusammenhang von  $i_c$ -Verteilung und Mikrostruktur eingegangen wird, sind vorab noch einige erläuternde Bemerkungen notwendig.

Nach Kapitel 2 bestimmt die Gefügestruktur das Pinning. Dieser Sachverhalt bildet das logische und methodische Fundament für die Korrelation von Gefügestruktur und  $i_c$ -Verteilung. Zur Untersuchung dieser Korrelation wird hier die Korngrößenverteilung aus Querschliffen bestimmt. Die Messung der Korngrößenverteilung längs des Leiters ist aufgrund des Twist der Filamente praktisch kaum möglich. Damit unterscheidet sich aber die Korngrößenverteilung, die quer zum Leiter gemessen wird, konzeptionell von der Längsverteilung der lokalen  $i_c$ .

Allerdings stellt dies bei näherer Betrachtung keinen Mangel dar. Als Grund ist anzuführen, daß die Mechanismen, die die Korngröße bestimmen, eine systematische und eine stochastische Komponente umfassen. Der systematische Anteil resultiert aus dem radialen Diffusionsprofil und beeinflusst in erster Linie die mittlere Korngröße. Dieses Profil ist entlang der Leiterachse identisch, womit auch die mittlere Korngröße  $\bar{d}$  entlang der Leiterachse gleich ist. Damit kann  $\bar{d}$  aus einem einzigen Querschliff bestimmt werden. Der mittleren Korngröße überlagert sind die stochastischen Schwankungen. Für diese kann nun angenommen werden, daß sie sowohl längs zum Leiter als auch quer dazu in etwa gleichem Ausmaß auftreten. Damit ist aber die Querverteilung der Körner (z. B. in Abb. 5.18) auch repräsentativ für die Längsverteilung.

Aus den bei der Beschreibung der REM-Auswerteverfahren aufgeführten Gründen gestaltet sich eine Ermittlung der Korngrößenverteilung sehr zeitaufwendig, so daß für die diesbezüglichen Untersuchungen eine Auswahl aus allen Reaktionsbedingungen vorgenommen wurde. Diese Auswahl ist jedoch ausreichend, um die grundlegenden Mechanismen des hier diskutierten Zusammenhangs aufzuzeigen.

### 5.4.1 Binäre Leiter

Auf den Seiten 73 bis 77 finden sich die REM-Aufnahmen des NS10000. Unter den Aufnahmen sind jeweils die für den betreffenden Leiter und Reaktionsbedingung charakteristische Verteilungen der Korngröße  $d$  gezeigt. Auf der Ordinate des Histogramms ist dabei nicht die absolute Klassenhäufigkeit aufgetragen, sondern die mit  $v$  bezeichnete relative Besetzung. Damit können trotz der stark unterschiedlichen Anzahl von Körnern in den Bildern die Histogramme direkt verglichen werden.

Es zeigt sich, daß die Struktur der Korngrößenverteilung unabhängig von der Reaktionsglühung einer log-Normalverteilung folgen<sup>1</sup>. Um dies zu demonstrieren ist stellvertretend für alle anderen für die 750 °C/20 h-Glühung in der Inset-Grafik von Abb. 5.21 auf Seite 74 die Verteilung von  $\log(d)$  aufgetragen. Diese wird sehr gut durch eine

<sup>1</sup>Log-Normal-Funktionen sind ein universelles Charakteristikum für die Verteilung von Korngrößen; sie werden nicht nur bei Nb<sub>3</sub>Sn gefunden, sondern auch bei anderen Metallen.

Gaußverteilung beschrieben, womit dann im Umkehrschluss die log-Normalverteilung für  $d$  selbst bestätigt wird.

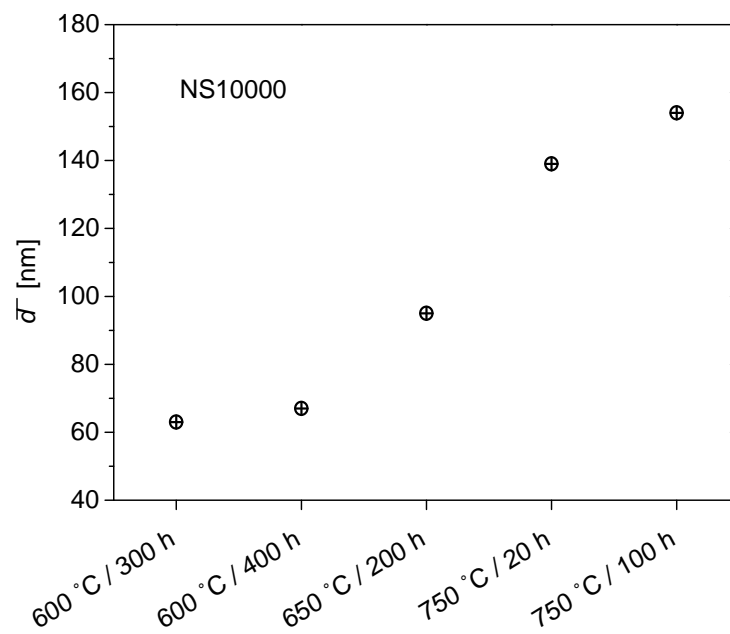
Bezüglich der Korngrößenverteilung fällt auf, daß die breiteste Verteilung von  $d$  bei der Reaktion  $750^\circ\text{C}/100\text{ h}$  auftritt. Mit abnehmender Intensität der Diffusionsreaktion – sowohl in  $T$  als auch in  $t$  – ist eine Verminderung der Verteilungsbreite zu beobachten. Hinsichtlich des Mittelwerts von  $d$  (vgl. Abb. 5.17) ist eine eindeutige Abhängigkeit von der Reaktionsglühung festzustellen, die mit den in der Literatur publizierten Werten konsistent ist (z. B. [Ash75] und [Sch78]). Die Gefüge-Morphologie der hier gezeigten Aufnahmen bestätigt ebenfalls die Ergebnisse in den genannten Literaturstellen. Demnach liegen in der Nähe des unreaktierten Nb-Kern kolumnare Körner vor, und im Grenzbereich zur Bronze ist die Kornform vorwiegend polygonal.

Für die Verbindung von mikrostruktureller und  $i_c$ -Verteilung ist zu beachten, daß Pinningeffekte an den Korngrenzen lokalisiert sind und somit nicht direkt von der Korngröße abhängen, sondern von der Dichte der Korngrenzen [Sha76]. Diese Dichte ist umgekehrt proportional zur Korngröße. Auch die in der Kapiteleinleitung erwähnten Arbeiten führen tatsächlich keine unmittelbare Korrelation von  $F_p$  und  $\bar{d}$  ein, sondern eine Korrelation der Form  $F_p \sim (\bar{d})^{-a}$ , wobei für den Exponenten  $a$  üblicherweise  $a = 1$  gilt. Daher wird hier zunächst aus der  $d$ -Verteilung die entsprechende Verteilung von  $1/d$  berechnet. In Abb. 5.28 sind für die zuvor gezeigten  $d$ -Histogramme die Verteilungen von  $1/d$  vergleichend dargestellt. Durch die Bildung der Kehrwerte kehren sich die bei den  $d$ -Verteilungen gefundenen Breitenverhältnisse gerade um. Hier findet sich die die schmalste Verteilung von  $1/d$  bei der Reaktion  $750^\circ\text{C}/100\text{ h}$ . Diese weist auch die schmalste  $i_c$ -Verteilung auf. Damit die  $1/d$ -Verteilung direkt mit den korrespondierenden  $i_c$ -Verteilungen verglichen werden können, sind in Abb. 5.29 die  $\phi(i_c)$  dargestellt. Die  $\{\mu, \sigma\}$ -Daten zur Berechnung von  $\phi$  stammen dabei aus dem Abschnitt 5.2. In beiden Abbildungen sind die Farbcodes für die Reaktionsglühung gleich gewählt.

Beim Vergleich zeigt sich eine signifikante Übereinstimmung des Verhaltens. Obwohl im Detail die Struktur der Verteilung etwas differiert – Lognormal- und Normalverteilung – und auch die gegenseitigen Relationen jeweils für mikrostrukturelle und  $i_c$ -Verteilung geringfügig anders ausfallen, besteht eine einheitliche Tendenz bezüglich der Abhängigkeit von der Reaktionsglühung. *Die Entwicklung der Breiten von  $i_c$ -Verteilung und Korngrenzendichte-Verteilung verläuft kongruent. Bei den Glühbedingungen, die sich durch eine schmale  $i_c$ -Verteilung auszeichnen, findet sich auch eine schmale Verteilung von  $1/d$ .*

### 5.4.2 Legierte Leiter

Abschließend soll nun gezeigt werden, daß der Zusammenhang zwischen der Mikrostruktur und der  $i_c$ -Verteilung für die zulegierten Leiter prinzipiell die gleiche Form annimmt wie beim binären Leiter. Dies wird beispielhaft anhand des NST10000 gezeigt.



**Abb. 5.17:** Mittlere Korngrößen

Dazu sind auf den Seiten 79 bis 82 die REM-Aufnahmen und die Korngrößenhistogramme für vier ausgewählte Glühbedingungen gezeigt. Analog zur Vorgehensweise beim binären Leiter ist in Abb. 5.38 die Verteilung der Korngrenzendichte  $1/d$  gezeigt. Auch hier zeigt sich durch Vergleich mit den in Abb. 5.39 dargestellten  $\phi(i_c)$  ein übereinstimmendes Verhalten der mikrostrukturellen Verteilung und der  $i_c$ -Verteilung.

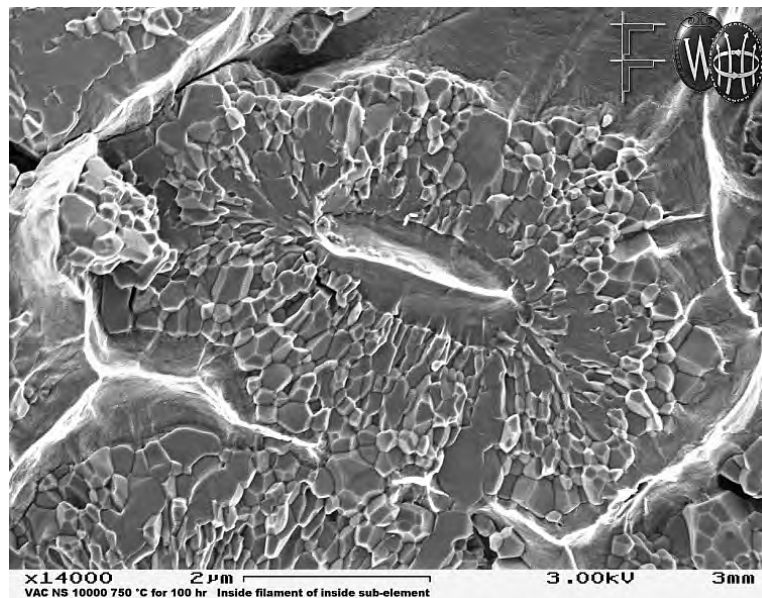


Abb. 5.18: Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion 750 °C/100 h

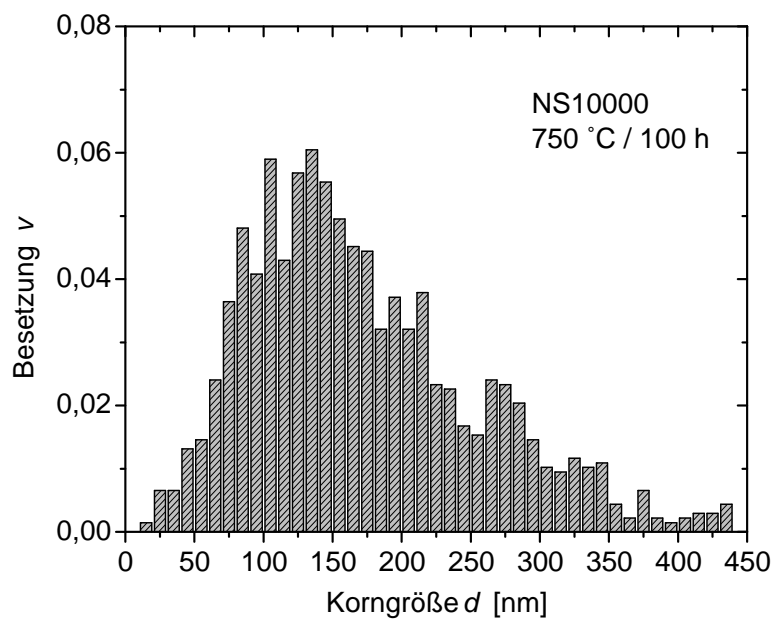


Abb. 5.19: Korngrößenverteilung

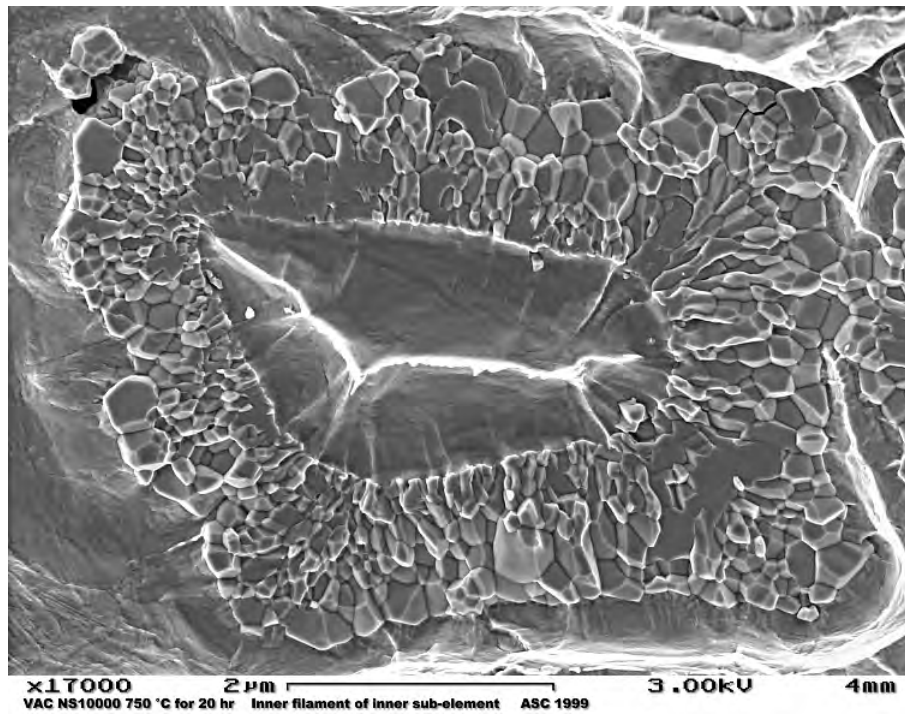


Abb. 5.20: Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion 750 °C/20 h

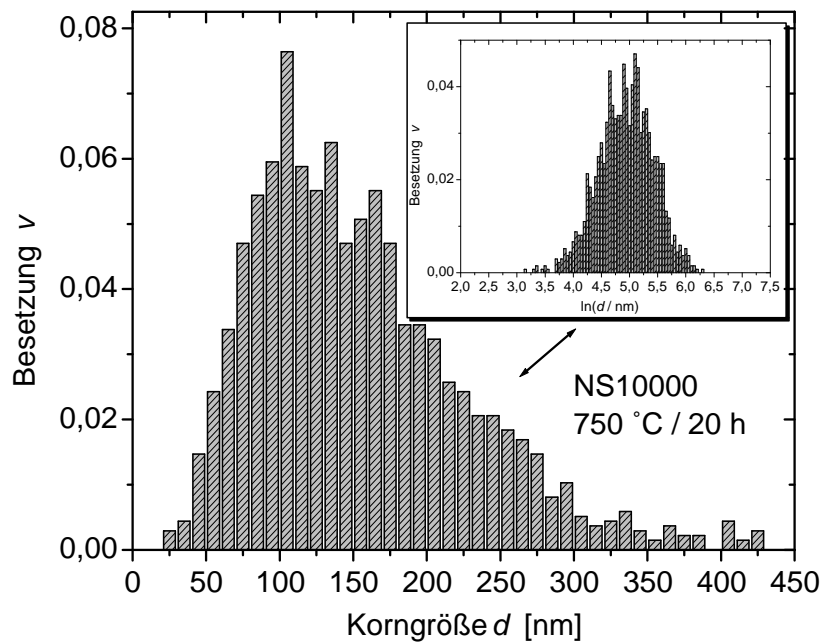


Abb. 5.21: Korngrößenverteilung; die kleine Grafik zeigt die Verteilung auf einer  $\log(d)$ -Achse



Abb. 5.22: Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion 650 °C/200 h

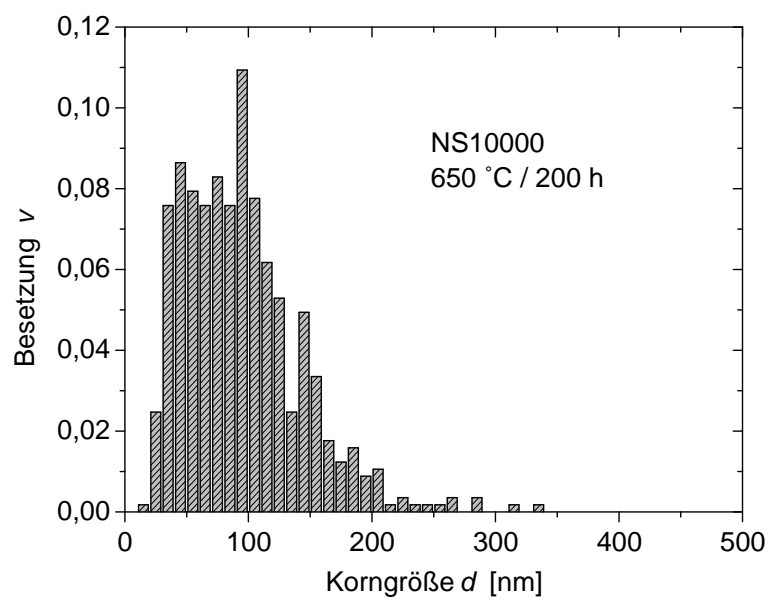


Abb. 5.23: Korngrößenverteilung

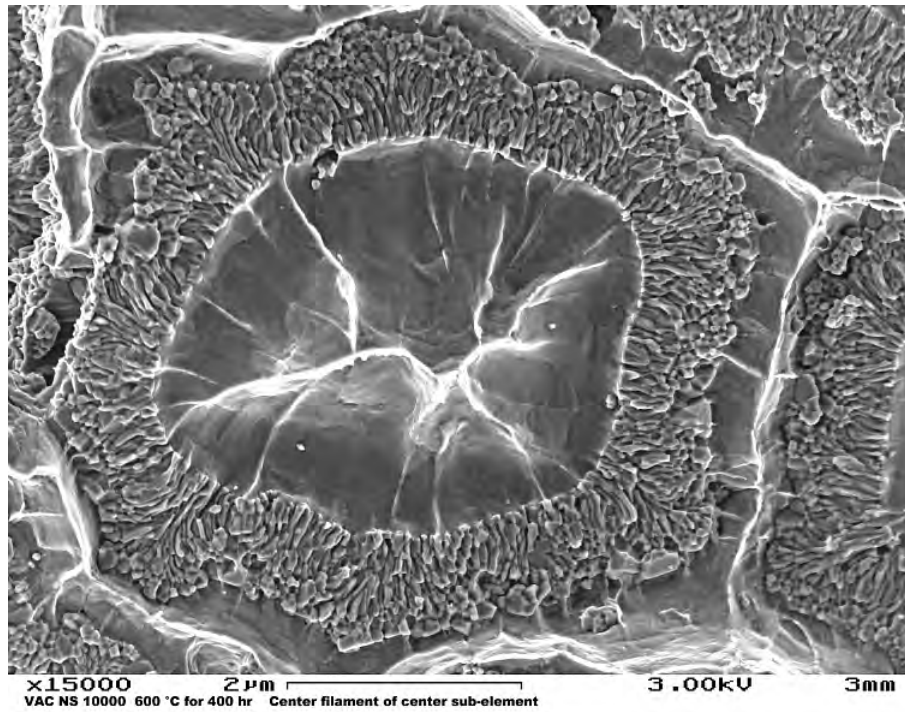


Abb. 5.24: Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion 600 °C/400 h

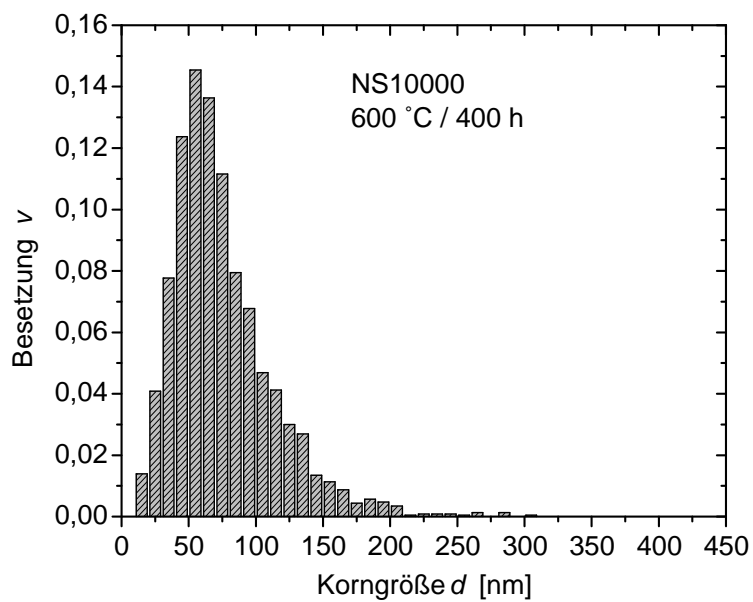


Abb. 5.25: Korngrößenverteilung



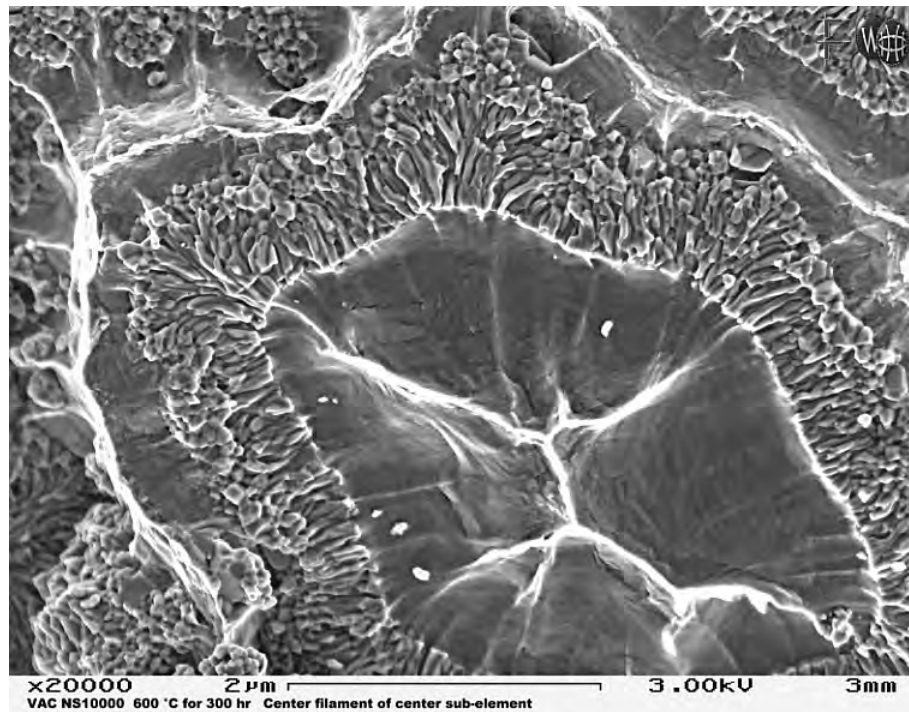


Abb. 5.26: Kornstruktur des NS10000 nach der Reaktion 600 °C/300 h

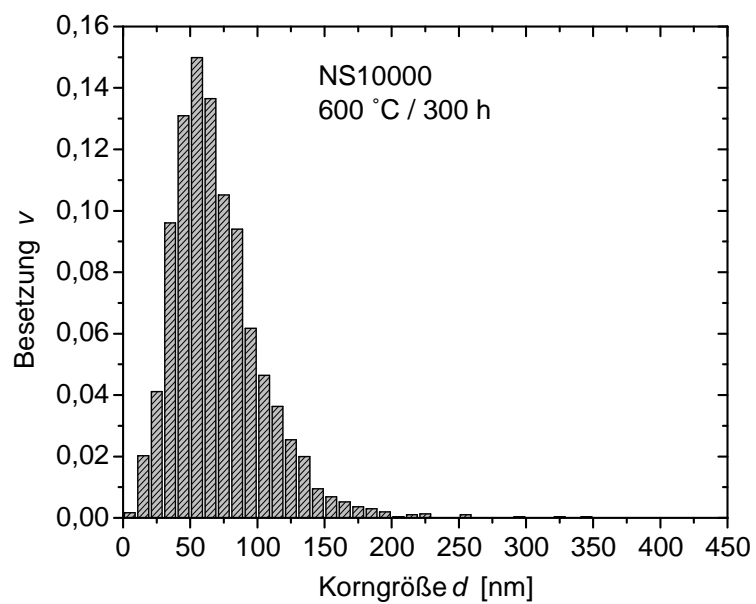


Abb. 5.27: Korngrößenverteilung

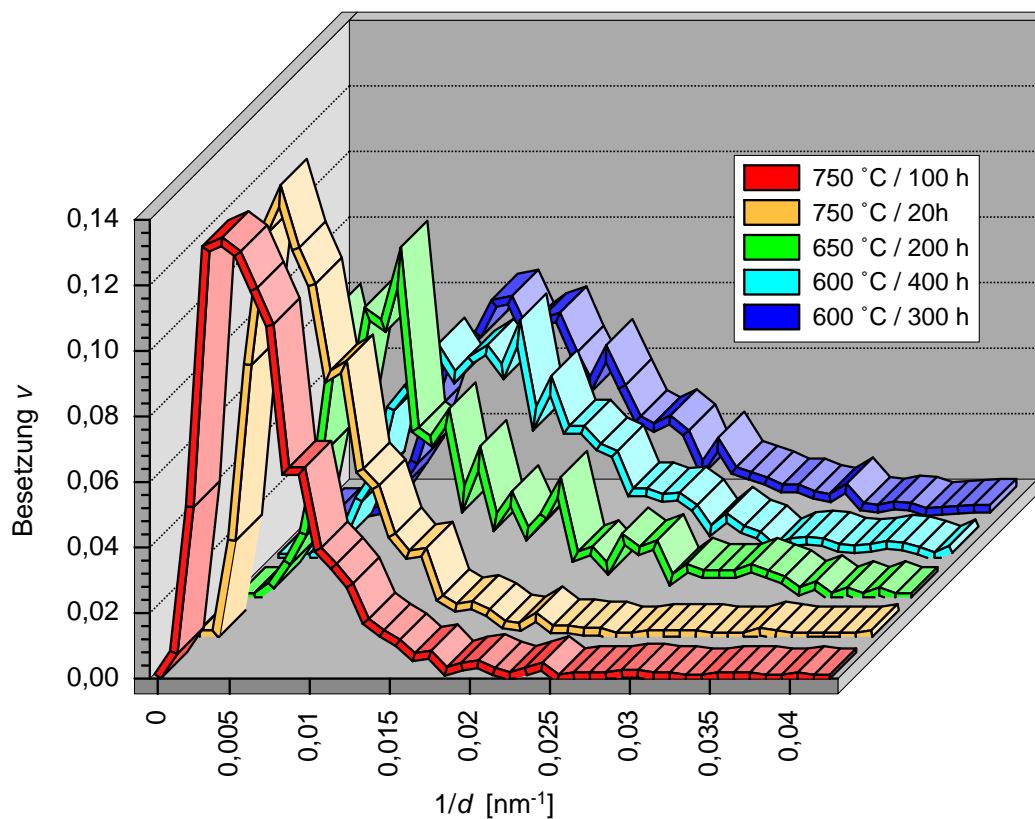


Abb. 5.28: Histogramme der Korngrenzendichte  $1/d$

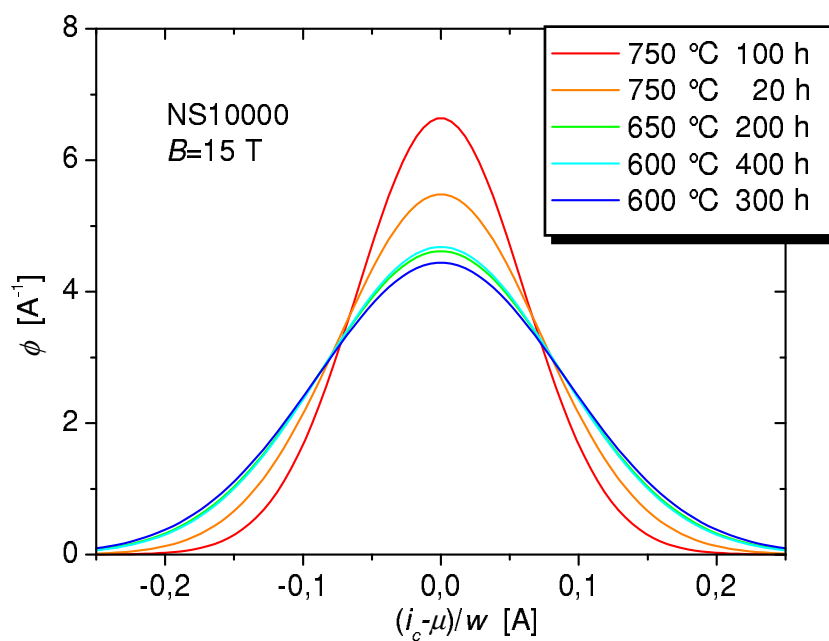


Abb. 5.29: Die normierten  $i_c$ -Verteilungen für den binären Leiter

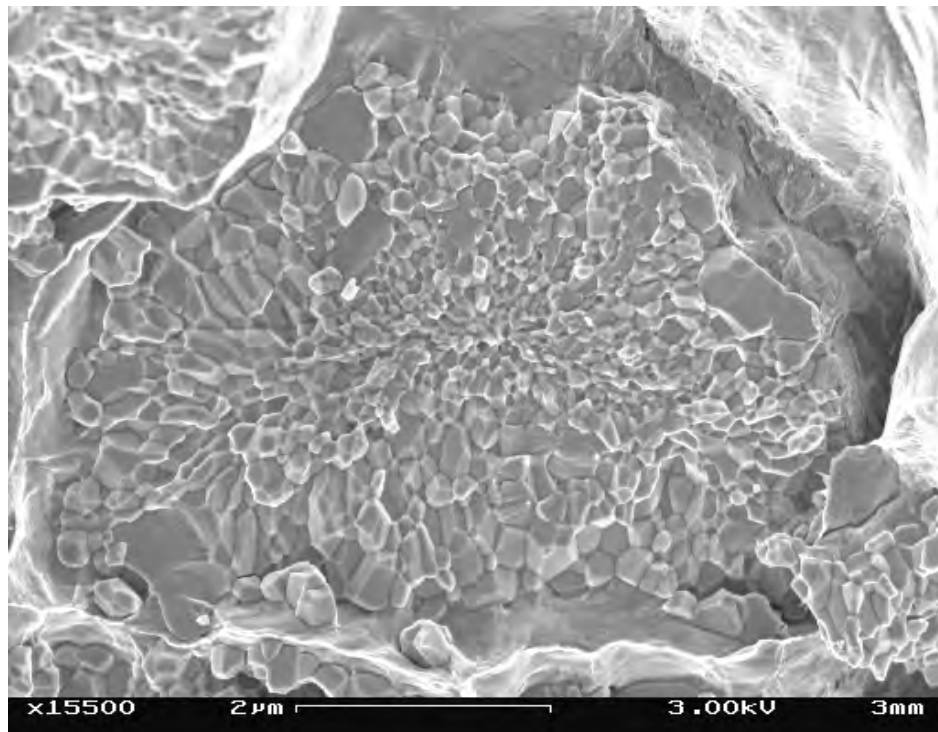


Abb. 5.30: Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion 750 °C/100 h

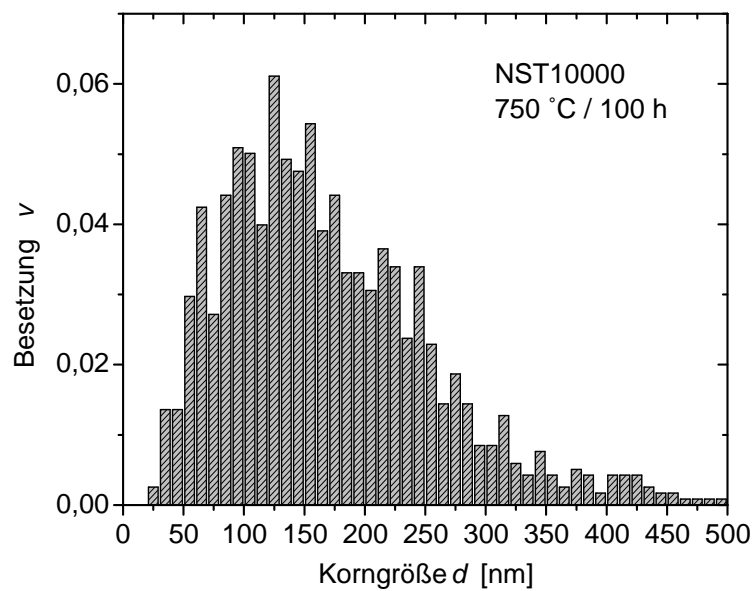


Abb. 5.31: Korngrößenverteilung

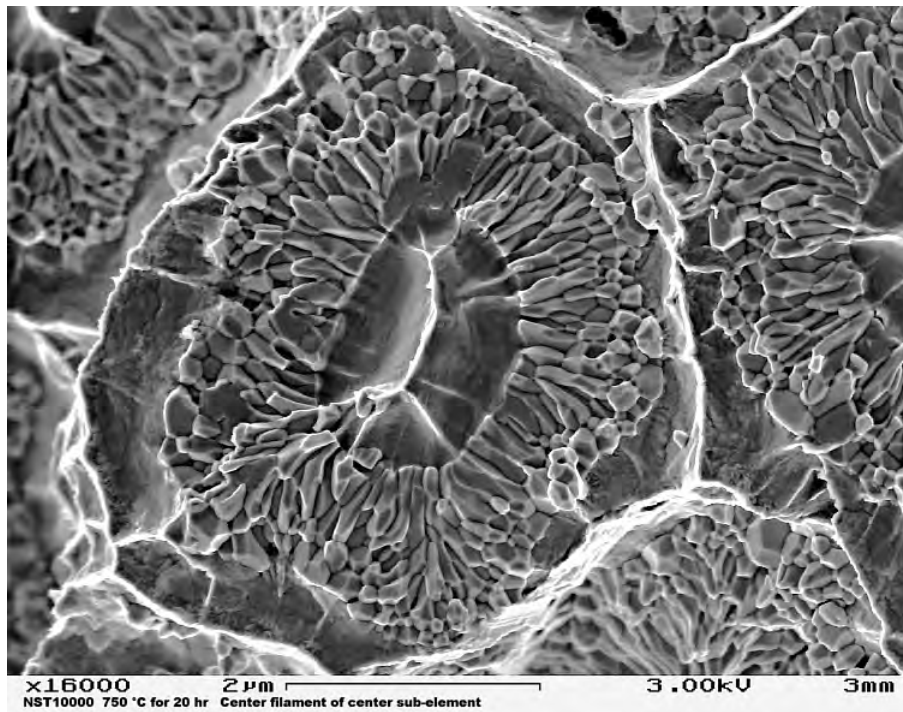


Abb. 5.32: Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion  $750 \text{ °C}/20 \text{ h}$

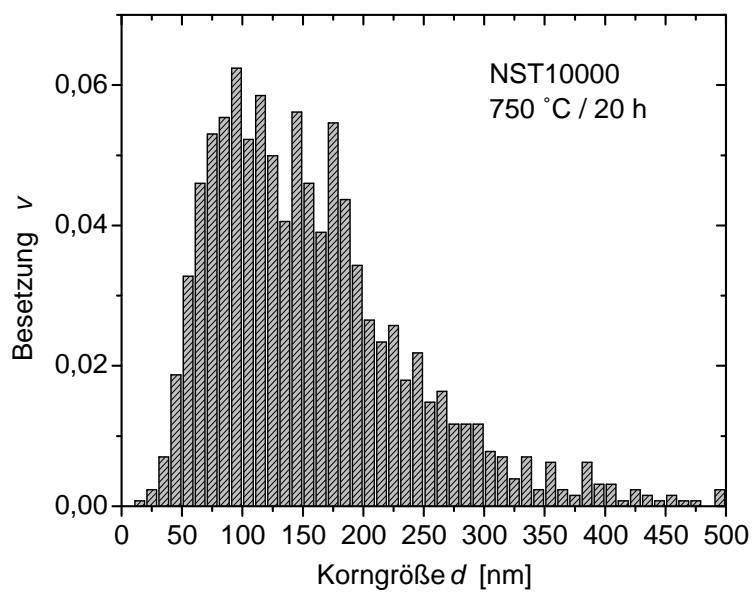


Abb. 5.33: Korngrößenverteilung

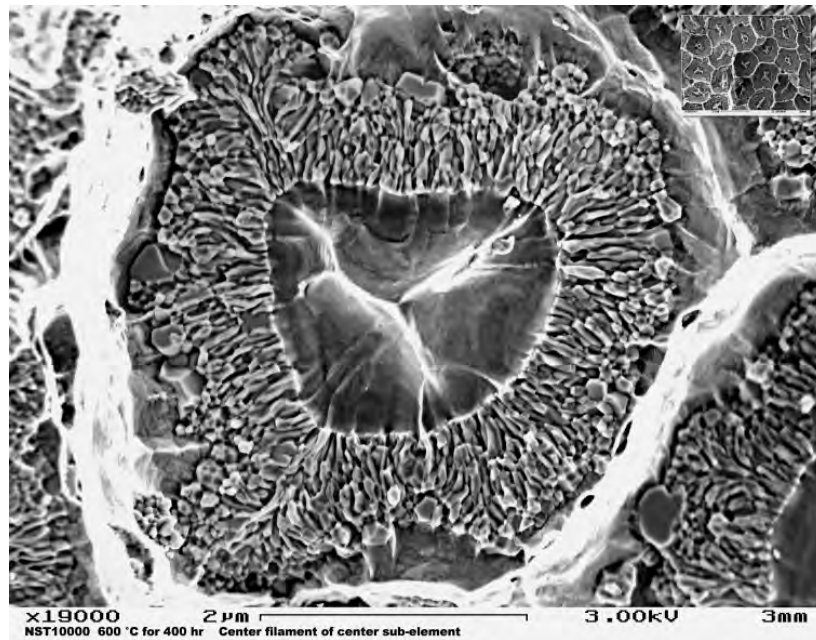


Abb. 5.34: Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion 600 °C/400 h

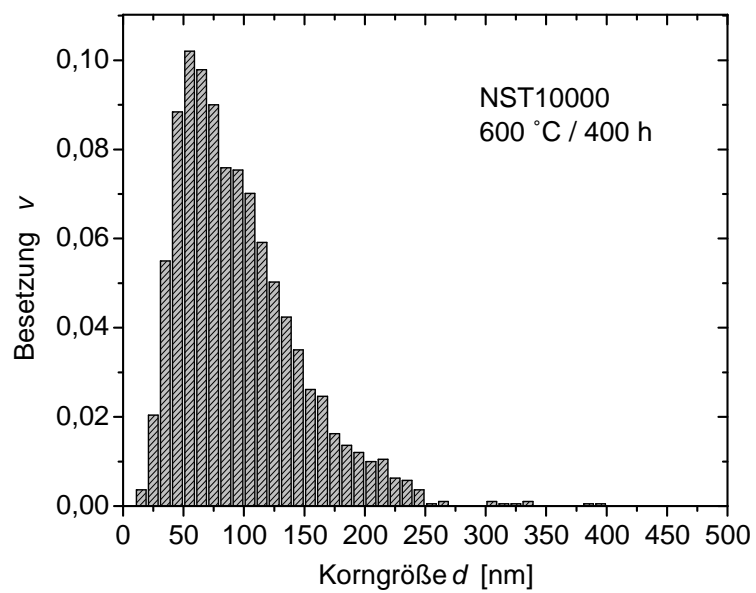


Abb. 5.35: Korngrößenverteilung

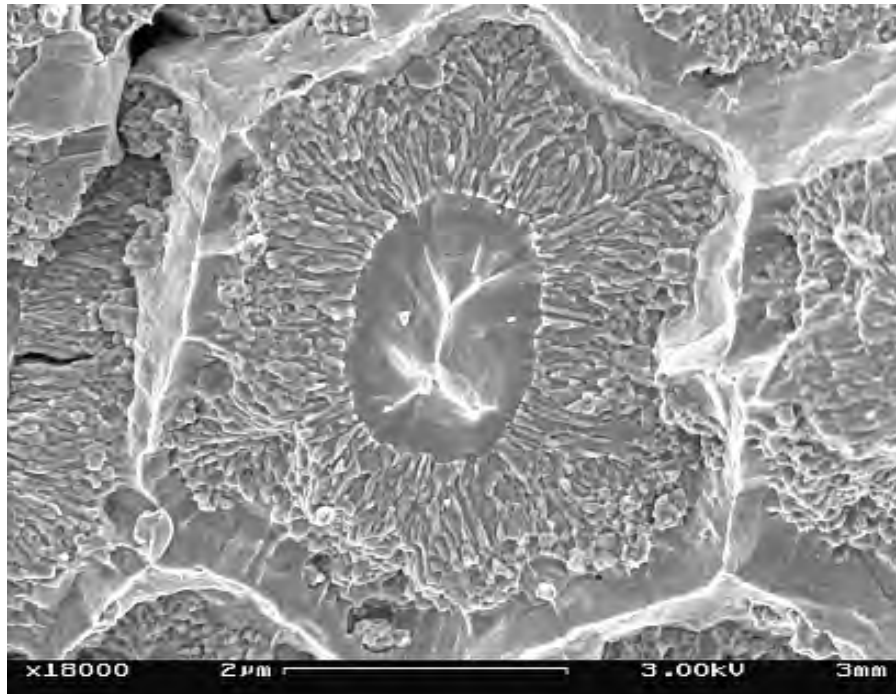


Abb. 5.36: Kornstruktur des NST10000 nach der Reaktion 600 °C/300 h

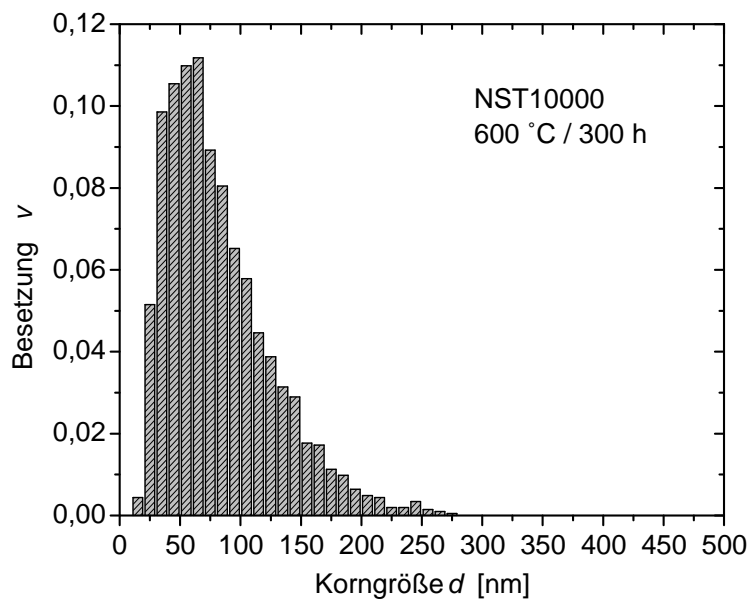


Abb. 5.37: Korngrößenverteilung

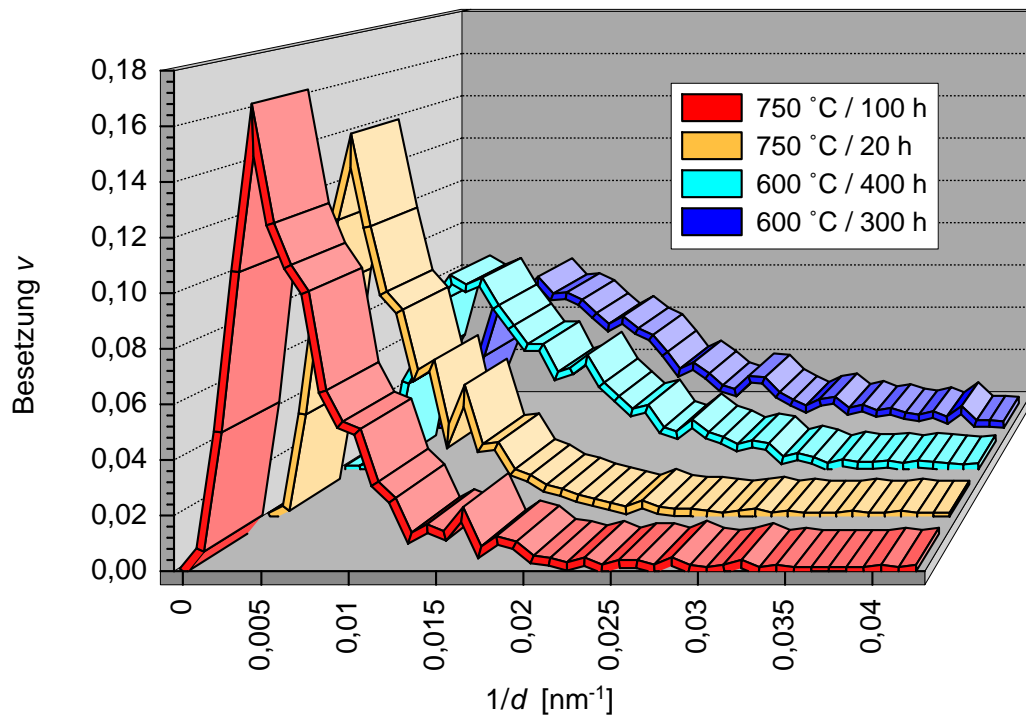


Abb. 5.38: Histogramme der Korngrenzendichte  $1/d$

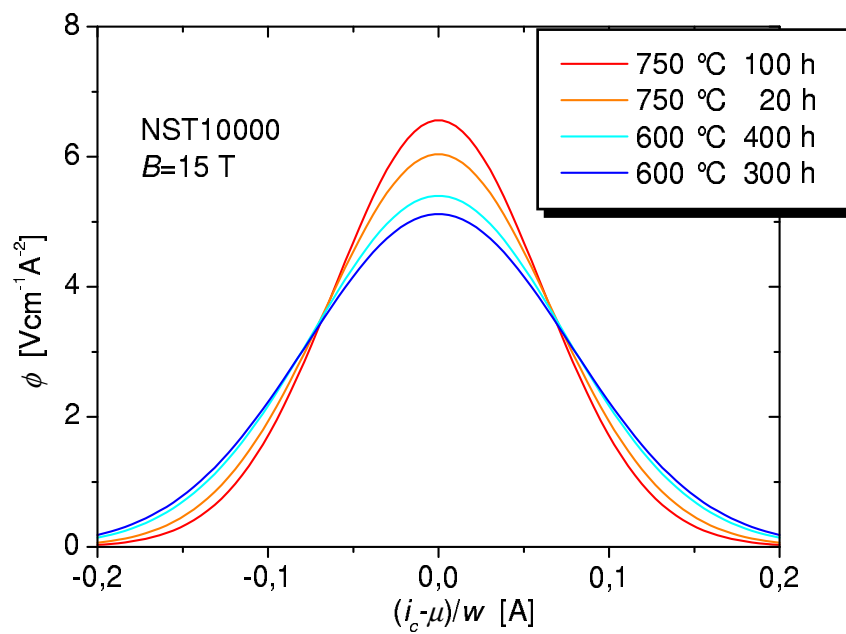


Abb. 5.39: Normierten  $i_c$ -Verteilungen für den ternären Leiter

# Kapitel 6

## FEM-Modellierung der Diffusion

Den Inhalt dieses Kapitels bilden die Untersuchungen zur Sn-Diffusion. Wesentlich für dieses Vorhaben ist die Kenntnis des zeitlichen Verlaufs der Sn-Konzentration im Leiter.

Bisher veröffentlichte Untersuchungen zu diesem Themenkomplex beschränken sich auf eine analytisch einfach zu lösende ebene Geometrie, bei der der Sn-Transport lediglich in einer Dimension stattfindet [Far74] [Sue81]. Damit lassen sich zwar einige allgemeine Aussagen über das Diffusionsverhalten treffen, beispielsweise kann die Gleichung 3.1 so abgeleitet werden, aber bei komplexeren geometrischen Verhältnissen ist diese Methode analytisch nicht mehr handhabbar. So existieren bisher keine Untersuchungen, die den Einfluß multifilamentärer Strukturen auf die Diffusionsdynamik mit in Betracht ziehen.

Um diese Lücke zu schließen, wird im folgenden ein Werkzeug zur Berechnung der orts- und zeitabhängigen Sn-Konzentration vorgestellt. Die innere Struktur der hier untersuchten Leiter wird dazu durch ein Modell nachgebildet und die Diffusionsgleichung durch einen FEM-Ansatz gelöst.

### 6.1 Hintergrund

Eine wichtige Aussage des vorangehenden Kapitels war die Bedeutung des  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schichtwachstums für die Stromtragfähigkeit im Hochfeldbereich. Daraus ergibt sich für den Hochfeldeinsatz von  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  die Notwendigkeit, die Determinanten des Schichtwachstums näher zu untersuchen.

Ein weiterer Einfluß der Diffusionsdynamik offenbart sich auch an anderer Stelle. So hat sich im Verlauf der Untersuchungen gezeigt, daß die Kornstruktur eines Filaments davon abhängt, an welcher Position im Leiter es sich befindet. Zur Erinnerung: Bei den NS(T/TT)-Leitern sind die Filamente in Bündeln angeordnet, die wiederum in drei konzentrischen Ringen gruppiert sind (vgl. auch die Abb. 3.1 auf Seite 14). Die Positionsabhängigkeit wird in der Abb. 6.1 anhand der mittleren Korngröße demonstriert. Dort ist  $\bar{d}$  für den NS10000 und NST10000 bei einer Glühbehandlung von



750 °C/100 h in Abhängigkeit von der Bündelposition gezeigt. Die Achsenmarkierungen *Innen*, *Mitte* und *Außen* stehen für Filamentpositionen im inneren, mittleren und äußeren der drei Ringe. Typischerweise wird im äußeren der drei Ringe die kleinste Korngröße erreicht. Zum mittleren Ring hin steigt  $\bar{d}$  stark an und nimmt dann wieder zum inneren Ring hin ab.

Eine Erklärung wird durch die Betrachtung der Bronze-Verteilung im Leiterquerschnitt geliefert. Dazu sei noch einmal an die innere Leiterstruktur (Abb. 3.1) erinnert: Der größte Bronzeanteil und somit das größte Sn-Reservoir befindet sich im Außenbereich des Leiters in direkter Nachbarschaft zum äußeren Ring. Schon deutlich geringer fällt der CuSn-Anteil zwischen Ta-Barrriere und innerem Ring aus. In der direkten Umgebung des mittleren Ringes ist im Vergleich zum äußeren und inneren Bereich verhältnismäßig wenig CuSn vorhanden und damit auch ein kleinerer Sn-Vorrat. Zusätzlich resultieren aus der dichten Gruppierung der drei Ringe Abschattungseffekte, bei denen der innere und der äußere Ring als Sn-Senken für den Zustrom aus den beiden großen Reservoiren wirken und damit den Transport von Sn in den mittleren Bereich behindern.

Mit zunehmenden Wachstum der Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht verarmen dann zunächst die in der Umgebung des mittleren Rings lokalisierten CuSn-Bereiche an Sn. Anschließend setzt sich dieser Vorgang in der Umgebung des inneren Rings fort. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen in [Blu77], in der die Abhängigkeit von  $\bar{d}$  von der Sn-Konzentration der Bronze gezeigt wird, ist in der ungleichmäßig verteilten Bronze der Grund für die Positionsabhängigkeit der mittleren Korngröße zu sehen.

Ein äquivalentes Verhalten wird bei der Betrachtung der Nb<sub>3</sub>Sn-Schichtdicken gefunden. In der Abb. 6.3 ist eine Sequenz von Rückstreuenaufnahmen aufgeführt. Unschwer ist zu erkennen, daß im äußeren Bündel die höchsten Reaktionsschichtdicken erreicht werden. Werden aus diesen Aufnahmen die reagierten Flächen pro Filament ausgewertet und deren Mittelwert für jeweils ein äußeres, mittleres und inneres Bündel dargestellt, so gelangt man zur Abb. 6.2. Diese bestätigt den qualitativen Eindruck aus den REM-Aufnahmen. Die größten Schichtdicken werden im äußeren Ring gefunden; hier sind die Filamente teilweise durchreagiert. Im mittleren Ring ist eine deutliche Abnahme zu beobachten. Etwas schwächer ausgeprägt ist die Abnahme im inneren Ring.

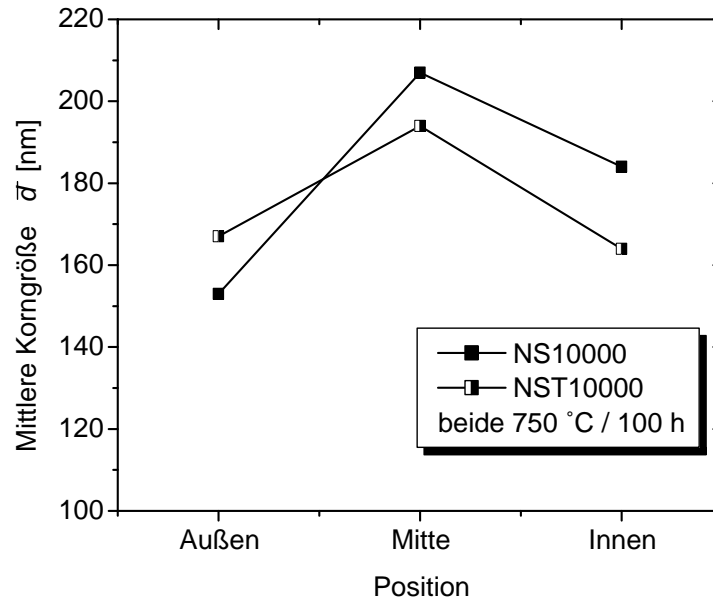


Abb. 6.1: Mittlere Korngröße als Funktion des Orts im Leiter

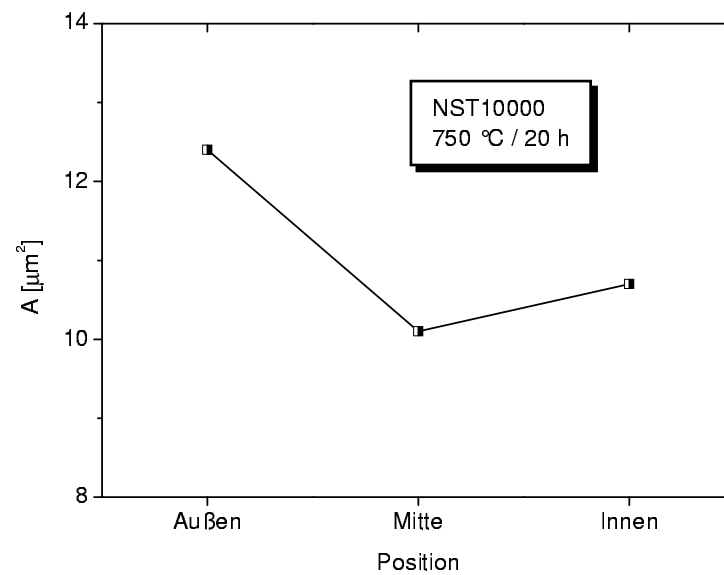
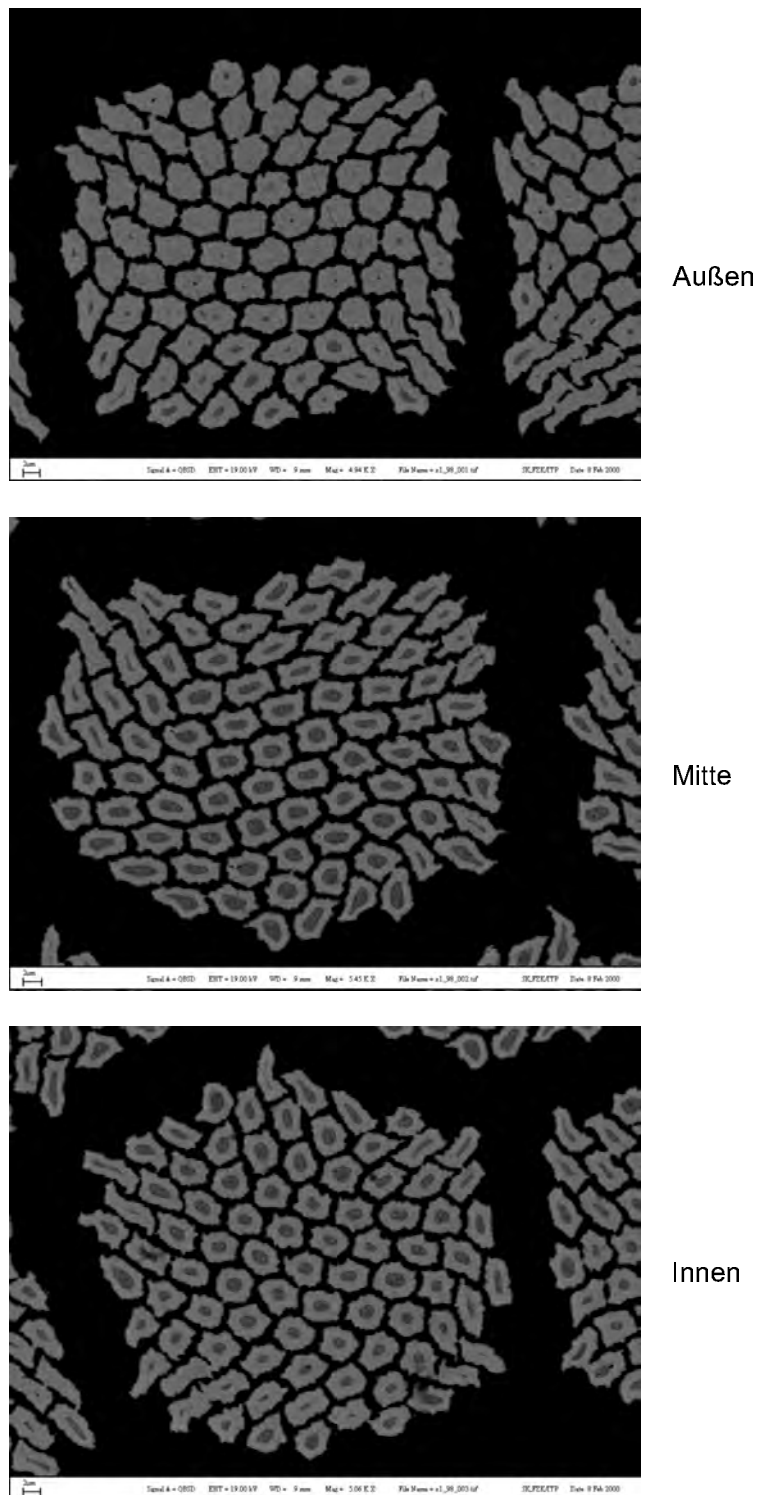


Abb. 6.2: Mittlere reagierte Filamentflächen der in Abb. 6.3 gezeigten Filamente



**Abb. 6.3:** Filamentbündel beim NST10000  $-750^{\circ}\text{C}/20\text{h}$ ; die Maßlinien links unten sind jeweils  $2\ \mu\text{m}$  lang

## 6.2 Berechnungsmodell

Um die qualitativen Erklärungsansätze des letzten Abschnitts quantitativ zu untermauern ist die Kenntnis des Sn-Konzentrationsprofils im Leiter notwendig. Beschrieben werden kann die Sn-Verteilung durch die orts- und zeitabhängige Sn-Konzentration  $c(\vec{x}, t)$ . Ein Sn-Transport findet statt, sobald ein Gradient von  $c$  auftritt. Die Stoffstromdichte  $\vec{F}$  ist dann proportional dem Gradienten von  $c$ :

$$\vec{F} = -D \nabla c(\vec{x}, t) \quad (6.1)$$

$D$  ist dabei der bereits in Abschnitt 3.2.2 eingeführte Diffusionskoeffizient. Aufgrund des Minuszeichens in der obigen Gleichung ist der Stoffstrom dem Gradienten entgegengerichtet. Konzentrationsunterschiede rufen folglich einen Strom hervor, der  $\nabla c$  vermindert. Die Dynamik des Vorgangs wird durch die Diffusionsgleichung beschrieben:

$$\frac{\partial c(\vec{x}, t)}{\partial t} = D \Delta c(\vec{x}, t) \quad (6.2)$$

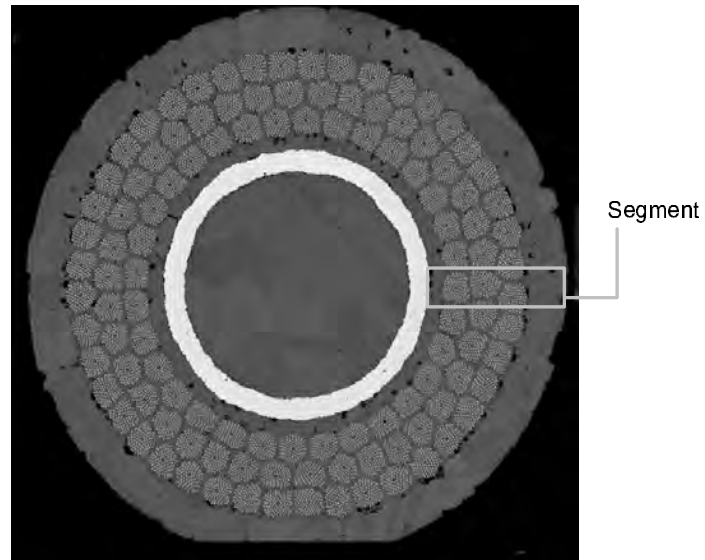
Zusammen mit geeigneten Anfangsbedingungen und Randwerten bildet die Gleichung 6.2 ein Anfangs- und Randwertproblem (ARWP) für  $c$ , dessen Lösung das zeitliche und räumliche Diffusionsverhalten beschreibt.

Da aufgrund der komplexen Leitergeometrie eine analytische Lösung des ARWP nicht möglich ist, wird als Lösungsmethode ein Ansatz nach der Methode der Finiten Elemente (FEM) benutzt. Dabei wird der zu untersuchende Bereich in diskrete Elemente aufgeteilt, in denen der Konzentrationsverlauf durch eine einfache Ansatzfunktion approximiert wird [Zie84]. Allerdings ist der Rechenaufwand für eine detailgetreue Modellierung der Leitergeometrie sehr hoch, so daß für die FEM-Berechnung auf ein vereinfachtes Modell zurückgegriffen wird, das aber dennoch den Leiter in seinen wesentlichen Eigenschaften wiedergibt.

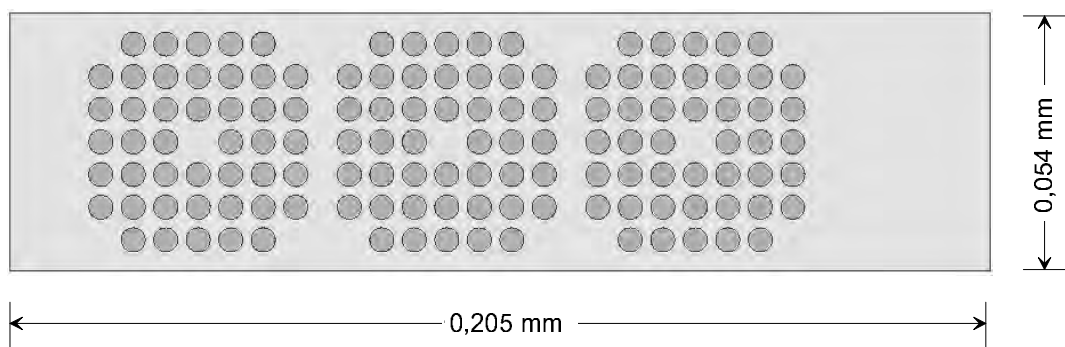
Wegen der nahezu vollständigen azimuthalen Symmetrie des Leiteraufbaus genügt es, einen Streifen mit drei Filamentbündeln zu modellieren. Die Relation des Modells zum Leiter ist in Abb. 6.4 dargestellt. Darüber hinaus ist es für das prinzipielle Verständnis der Vorgänge ausreichend, wenn die Filamentanzahl im Bündel auf 44 reduziert wird (im Realfall sind es ca. 85 Filamente je Bündel). Weiterhin können Ta-Barriere und Stabilisierungskupfer von der Modellierung ausgeschlossen werden, da in diesen Bereichen keine Sn-Diffusion stattfindet.

Aus den genannten Vereinfachungen resultiert eine Modellgeometrie, wie sie in Abb. 6.5 gezeigt wird. Weitere Merkmale des Modells sind:

- Flächenverhältnis CuSn/Nb=3; das Flächenverhältnis und damit der Sn-Vorrat sind beim FEM-Modell und bei den Leitern identisch (vgl. Tabelle 3.1)
- adiabatische Randbedingungen, d. h.  $\frac{\partial c}{\partial \vec{n}} = 0$  ( $\vec{n}$ : Normale); dies folgt aus der Symmetrie und aus den durch Ta-Barriere und Leiterrand vorgegebenen Diffusionsgrenzen



**Abb. 6.4:** Auswahl eines Segments für die FEM-Modellierung



**Abb. 6.5:** Geometrie des FEM-Modells (3 mal 44 Filamente)

- Anfangsbedingungen bei  $t = 0$ : kein Sn in den Nb-Filamenten; Sn-Gehalt der Bronze  $c_0 = 10000 \text{ mol/m}^3$ , das entspricht der bei den Leitern verarbeiteten Bronze-Legierung Cu13.5Sn wt.%. Die Angabe als Volumenkonzentration ist notwendig damit später die Konzentrationsangaben für Sn in Cu *und* Nb ohne Umrechnung verglichen werden können<sup>1</sup>.

Eine wesentliche Voraussetzung für die Modellierung der Diffusionsreaktion ist die Kenntnis der Diffusionskoeffizienten. Da sich die Sn-Diffusion über insgesamt drei Materialien erstreckt, ist für die Lösung der Diffusionsgleichung die Angabe von drei Diffusionskoeffizienten notwendig:

- $D_M$  (M: Matrix) bezeichnet den Diffusionskoeffizienten von Sn in CuSn. Dieser Wert ist maßgeblich für die Nachlieferung von Sn aus der Bronzematrix zu den Filamenten.
- $D_F$  (F: Filament) ist der Diffusionskoeffizient für das Sn in reinem Nb. Die Größe von  $D_F$  bestimmt die Geschwindigkeit mit der die Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht auf das Nb-Filament aufwächst.
- $D_S$  (S: Schicht) bezeichnet den Diffusionskoeffizienten von Sn in Nb<sub>3</sub>Sn. Die Größe  $D_S$  beeinflusst die Geschwindigkeit des Sn-Transports über die bereits gebildete Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht. Damit ist auch  $D_S$  eine wichtige Größe für die Geschwindigkeit mit der die Nb<sub>3</sub>Sn-Front wächst.

Die Literaturstellen zu geeigneten Werten von  $D$  sind vergleichsweise spärlich. Es finden sich zwar Angaben über die Diffusionskoeffizienten des Sn in CuSn, Nb und Nb<sub>3</sub>Sn, aber die für die Modellierung der zulegierten Leiter notwendigen Daten über Sn-Diffusion in NbTa bzw. NbTaTi sind nicht veröffentlicht. Daher beziehen sich alle Angaben und Untersuchungen in diesem Kapitel auf das binäre Nb-Sn-System. Prinzipiell kann aber das hier vorgestellte Berechnungsmodell auch auf die ternären und quaternären Leiter angewendet werden, sobald die notwendigen Diffusionsdaten vorliegen.

Für die Temperaturabhängigkeit von  $D$  gelten die bereits in Abschnitt 3.2.2 getroffenen Aussagen. Danach ist  $D$  in folgender Weise von  $T$  abhängig:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (6.3)$$

In den Literaturstellen (s. u.) sind üblicherweise die Werte des Vorfaktors  $D_0$  und die Aktivierungsenergie  $Q$  angegeben, so daß daraus die  $D(T)$ -Kurven berechnet werden können. Diese sind in Abb. 6.6 dargestellt. Der Struktur der Gleichung folgend, ist dabei das logarithmierte  $D$  über  $1/T$  aufgetragen, so daß sich Geraden ergeben.

<sup>1</sup>Bei der Angabe von Gewichtskonzentrationen sind aufgrund der unterschiedlichen Dichte von Cu und Nb Konversionsfaktoren notwendig

Zum Abschluß dieses Abschnitts werden im folgenden die Literaturstellen für die  $D$  angegeben und kurz bewertet. So sind die  $D_M$  den Arbeiten [Lan90] und [Pri80] entnommen. Die Arbeit von Fedorov [Fed79] ist eine der wenigen verfügbaren Quellen für  $D_S$ . Werte für  $D_F$  sind ebenfalls in [Fed79] und in [Lan90] veröffentlicht.

Hinsichtlich der  $D_M(T)$ -Kurven (Sn-Diffusion in Cu) ist hinzuzufügen, daß die in Abb. 6.6 gezeigte Kurve für die Legierung Cu13.5Sn wt.% nicht in der Arbeit von Prinz und Wever enthalten ist. Die in der genannten Arbeit veröffentlichten Daten für Sn-Diffusion in Cu sind allesamt bei höheren Sn-Gehalten der Bronze gemessen. Daher wurden die dort angegebenen Werte von  $Q$  und  $D_0$  auf 13,5 wt.% Sn-Gehalt extrapoliert. Die blaue Kurve zeigt das Ergebnis. Zum Vergleich ist mit der schwarzen Kurve, der  $D(T)$ -Verlauf für die kleinste in [Pri80] gemessene Sn-Konzentration von 16,6 at.% ( $\cong$  27 wt.%) gezeigt. Dies läßt vermuten, daß ein höherer Sn-Gehalt der Bronze auch zu einer deutlichen Erhöhung des Diffusionskoeffizienten  $D_M$  führt.

Für den Sn-Diffusionskoeffizienten in Nb  $D_F$  sind zwei Datensätze gezeigt. Die hellgrüne Kurve zeigt das Ergebnis von Fedorov, die dunkelgrüne Kurve entstammt den in Landolt-Börnstein tabellierten Werten. Die beiden Kurven unterscheiden sich in etwa um eine Zehnerpotenz. Im Laufe der Diffusionsrechnungen hat sich gezeigt, daß die untere – grüne – Kurve zu kleine Werte von  $D_F$  liefert. Damit durchgeführte Rechnungen ergaben regelmäßig ein zu geringes Schichtwachstum, das nicht mit den experimentellen Beobachtungen in Einklang stand. Aus diesem Grund wurde für  $D_F$  die violette Kurve herangezogen, mit der bessere Ergebnisse erzielt wurden.

Hinsichtlich des Diffusionskoeffizienten  $D_S$  sind zwei Mechanismen für den Sn-Transport

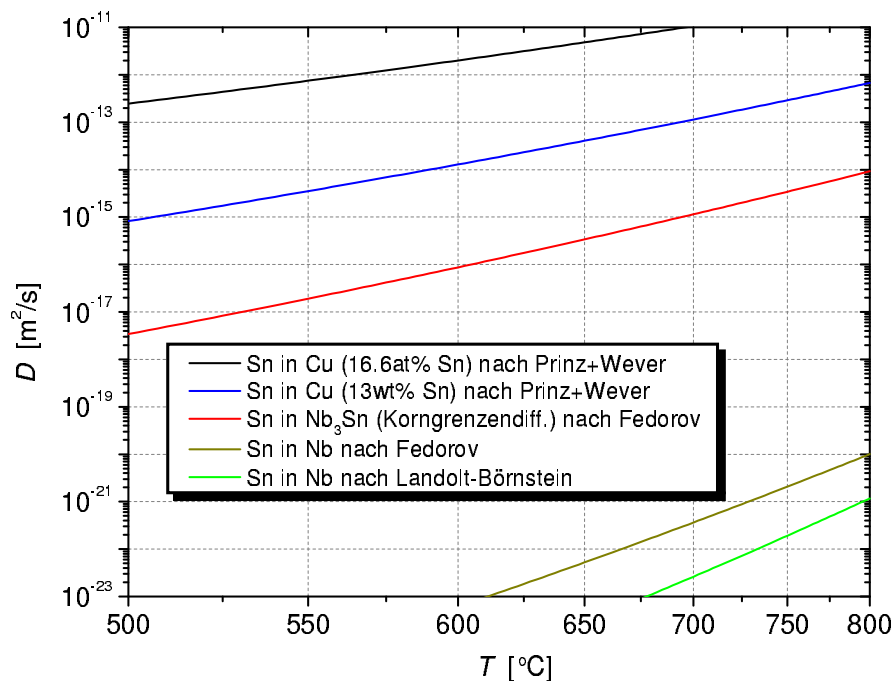


Abb. 6.6: Diffusionskoeffizienten von Sn in Cu, Nb und Nb<sub>3</sub>Sn

innerhalb der Nb<sub>3</sub>Sn-Schicht zu unterscheiden: Volumen-Diffusion und Korngrenzendiffusion. Bei der ersten wird Sn über den gesamten Querschnitt transportiert, wohingegen bei der Korngrenzendiffusion der Sn-Transport überwiegend entlang der Grenzbereiche zwischen einzelnen Nb<sub>3</sub>Sn-Körnern stattfindet. Obwohl bei der Korngrenzendiffusion nur vergleichsweise enge Transportkanäle zur Verfügung stehen, ist aufgrund des hohen Unordnungsgrades in diesem Bereich ein sehr viel schnellerer Sn-Transport möglich. Die rote Kurve in Abb. 6.6 zeigt den Diffusionskoeffizienten  $D_S$  für die Korngrenzendiffusion. In [Fed79] sind ebenfalls Daten für die Volumendiffusion von Sn in Nb<sub>3</sub>Sn aufgeführt. Die entsprechende Kurve würde jedoch noch unterhalb der grünen  $D_F$ -Kurve liegen. Probeweise durchgeführte Rechnungen ergaben, daß mit Volumendiffusion nahezu kein Schichtwachstum erreicht wird. Der extrem geringe Diffusionskoeffizient unterdrückt in diesem Fall den Nachtransport von Sn zur Wachstumsfront. *Folglich ist die Volumendiffusion für das Schichtwachstum nur von untergeordneter Bedeutung. Die Korngrenzendiffusion muß als der dominierende Transportvorgang angesehen werden.* Daher ist die Kurve für Volumendiffusion hier nicht aufgeführt und spielt auch für die Berechnung keine Rolle.

## 6.3 Berechnung

Für die Finite-Elemente-Lösung des ARWP wurde das kommerzielle FEM-Programm ANSYS benutzt [ANS98]. ANSYS stellt mehrere Module zur Lösung von strukturmeechanischen, strömungsmechanischen, elektrischen und thermischen Problemen zur Verfügung. Ein Modul für die spezielle Behandlung von Diffusionsphänomenen ist nicht implementiert. Allerdings stellt dies für den hier untersuchten Problembereich keine Einschränkung dar, weil unter Ausnutzung der Analogie Wärmeleitung  $\leftrightarrow$  Diffusion das ANSYS-Modul für Thermische Analysen zur Berechnung von Diffusionsvorgängen herangezogen werden kann.

### 6.3.1 Thermodynamische Analogie

Da die Analogie zwischen thermischen und diffusiven Vorgängen für die Modellierung der Diffusionsvorgänge in ANSYS wesentlich ist, wird diese nachfolgend kurz vorgestellt. Für die Wärmeleitungsgleichung (WLG) gilt:

$$C_p \rho \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \Delta T \quad (6.4)$$

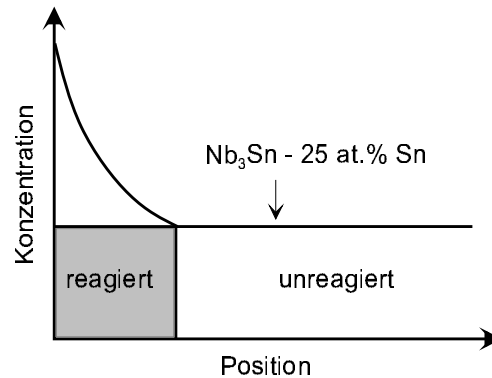
( $C_p$ : Wärmekapazität,  $\lambda$ : Wärmeleitfähigkeit,  $\rho$ : Dichte und  $T$ : Temperatur) Werden die folgenden Ersetzungen vorgenommen:

$$C_p \cdot \rho = 1 \quad (6.5)$$

$$\lambda \rightarrow D \quad (6.6)$$



und  $T = T(\vec{x}, t)$  als Konzentrationsangabe  $c(\vec{x}, t)$  interpretiert, so ist die Gleichung 6.4 vollkommen identisch mit der Gleichung 6.2 zur Beschreibung von Diffusionsvorgängen [Cra75]. Die strukturelle Gleichheit der beiden Formeln weist darauf hin, daß die grundlegenden physikalischen Mechanismen bei der Diffusion und beim Wärmetransport identischer Natur sind. Insofern unterscheidet sich WLГ und Diffusionsgleichung nur in der Art des sich ausbreitenden Mediums: Wärmeenergie einerseits und Stoffmenge andererseits.



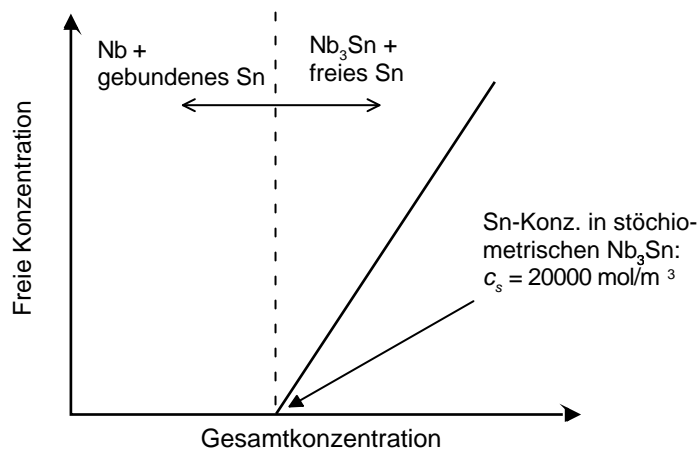
**Abb. 6.7:** Diffusion von Teilchen bei Immobilisierungsreaktion

Die Analogie schließt auch die Reaktion von  $\text{Nb} + \text{Sn} \rightarrow \text{Nb}_3\text{Sn}$  mit ein. Wesentlich für deren mathematische Modellierung ist die idealisierende Vorstellung der instantanen Immobilisierung des ins Nb eindiffundierenden Sn-Stoffstroms. Veranschaulicht wird das durch die Abb. 6.7. Das Sn diffundiert in das Nb ein und besetzt dort nach und nach Sn-Plätze zur Bildung von  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Auf diesen Plätzen ist es fest gebunden, d. h. es wird immobilisiert und nimmt an der weiteren Diffusion nicht mehr teil. Erst wenn die Konzentration des immobilisierten Sn die Stöchiometrie des  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  von 25 at.% Sn erreicht hat, sind alle Sn-Plätze besetzt und es ist wieder freie Sn-Diffusion in diesem Bereich möglich. Die freie Diffusion gewährleistet dann den Sn-Nachschub zum weiteren Auffüllen der Sn-Plätze. In der Literatur ist dieses Problem unter dem Namen *Moving Boundary Problem* (MBP) bekannt.

Hinsichtlich der thermischen Analogie besteht ein enger Zusammenhang des MBP mit der latenten Wärme [Cra75], wie sie zum Beispiel bei Schmelzvorgängen auftritt. Dabei wird Wärmeenergie in andere Energieformen, z. B. Bindungsenergie, umgesetzt und verschwindet als freie Wärmeenergie aus dem System. Der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Wachstumsfront entspricht dabei die Fest-Flüssig-Front. Zur thermodynamischen Beschreibung von latente-Wärme-Phänomenen wird die Funktion  $H$  definiert, die die Enthalpie<sup>1</sup> als Funktion der Temperatur angibt:

$$H(T) = \int_0^T C_p(\theta) d\theta \quad (6.7)$$

<sup>1</sup>Summe von im System gespeicherter Wärmeenergie und weiteren Energiebeiträgen



**Abb. 6.8:** Freie und gesamte Konzentration zur Modellierung der Diffusionsreaktion

( $\theta$ ,  $T$ : Temperatur;  $C_p$ : Wärmekapazität). Über die Größe  $C_p$ , die nach Gleichung 6.7 gleich der Ableitung von  $H$  nach  $T$  ist, geht  $H$  in die WLG ein.

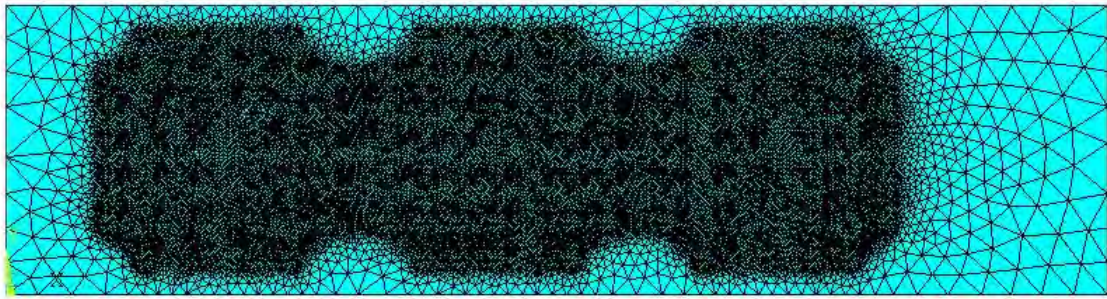
In ähnlicher Weise kann bei der Sn-Diffusion zwischen der gesamten im System vorhandenen Sn-Menge (entspricht  $H$ ) und der frei diffundierenden Sn-Menge (entspricht  $T$ ) unterschieden werden<sup>1</sup>. Um diese Analogie auf das  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -System zu übertragen, wird zunächst die  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Stöchiometrie auf die Volumenkonzentration des Sn umgerechnet:  $c_s = 20000 \text{ mol/m}^3$ . Erst wenn dieser Wert erreicht ist, nimmt die freie Sn-Konzentration zu. Veranschaulicht wird dies durch die Abb. 6.8. Entgegen der thermodynamischen Konvention  $H$  über  $T$  aufzutragen, ist hier aus Gründen der Anschaulichkeit die freie Sn-Konzentration ( $\hat{= T}$ ) über der Sn-Gesamtkonzentration ( $\hat{= H}$ ) aufgetragen. Für  $c > c_s$ , also im Bereich mit freier Sn-Konzentration, ist darauf zu achten, daß die Steigung der Geraden, die wegen Gleichung 6.7 äquivalent  $1/C_p$  ist, so gewählt wird, daß die Bedingung 6.5 erfüllt ist.

### 6.3.2 Berechnungsablauf und Diskretisierung

Nach den vorangehenden erläuternden Ausführungen stellt sich der Berechnungsablauf in ANSYS so dar, daß zunächst die Funktion der freien Sn-Konzentration versus gesamte Sn-Konzentration (‘Enthalpiefunktion’ – Abb. 6.8) für das Nb programmiert wird. Da die Berechnungen mit dem thermischen ANSYS-Modul durchgeführt sind, müssen alle Konzentrationsangaben als Temperaturen in ANSYS eingegeben werden. Wegen der Bedingung 6.5, die über die Steigung der Enthalpiefunktion berücksichtigt wird, können aber alle Temperaturwerte direkt und ohne Umrechnung als Konzentrationsangaben interpretiert werden.

Für die Bronze-Matrix ist die Programmierung einer Enthalpiefunktion nicht notwendig, weil hier keine Phasenwechselreaktion auftritt und somit nicht zwischen gebundener und freier Sn-Konzentration unterschieden werden muß. Daher können für die

<sup>1</sup>Der Ausdruck *System* bezieht sich dabei auf den Bereich der Filamente, da nur dort die Unterscheidung zwischen freier und gebundener Sn-Stoffmenge sinnvoll ist.



**Abb. 6.9:** Mesh des FEM-Modells

Bronze die Materialwerte  $C_p$  und  $\rho$  direkt so gesetzt werden, daß sie der geforderten Bedingung 6.5 entsprechen.

Entsprechend der Analogie 6.6 wird bei der ANSYS-Programmierung die Materialeigenschaft Wärmeleitfähigkeit mit den Diffusionskoeffizienten belegt. Über die  $D$  wird auch bestimmt für welche Reaktionstemperatur die Berechnung stattfinden soll. Grundlage ist die Abb. 6.6. Wird beispielsweise eine Berechnung bei  $T = 700\text{ °C}$  gewünscht, so werden die  $D$  bei dieser Temperatur bestimmt und in ANSYS eingegeben.

Nach erfolgter Reaktion von Nb zu  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  muß dem reagierten Bereich der Diffusionskoeffizient  $D_S$  (Sn in  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ ) zugewiesen werden. Dies kann in ANSYS durch die Programmierung konzentrationsabhängiger Diffusionskoeffizienten erfolgen.

Während des Wachstums der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schicht treten an der  $\text{Nb}_3\text{Sn}/\text{Nb}$ -Grenze sehr hohe Konzentrationsgradienten auf. Damit wird eine sehr feine Diskretisierung des Modells notwendig, insbesondere im Bereich Filamente. Die Abb. 6.9 zeigt diese Diskretisierung (Mesh). Insgesamt ist das Geometriemodell mit etwa 40000 Dreieckselementen vernetzt. Die Dreieckselemente unterstützen eine lineare Ansatzfunktion für den Freiheitsgrad Temperatur, der im hier betrachteten Diffusionsfall dem Freiheitsgrad  $c$  entspricht. Die  $c$  sind damit innerhalb eines Elementes linear approximiert.

## 6.4 Ergebnisse

In Abb. 6.10 ist die zeitliche Entwicklung des Sn-Konzentrationsprofils bei einer Reaktionstemperatur von  $750\text{ °C}$  gezeigt. Die Abb. 6.11 zeigt die daraus berechneten  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schichten. Nach einer Reaktionszeit von zwei Stunden liegt noch ein gleichmäßiges Wachstum der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schicht vor. Das bedeutet, der direkt in der Umgebung der Filamente lokalisierte Sn-Vorrat reicht für die in diesem Stadium zu beobachteten  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schichten aus. Gleichwohl ist in der Umgebung des mittleren Filamentbündels bereits eine deutliche Sn-Verarmung eingetreten. Diese Verarmung führt im weiteren Verlauf dazu, daß Sn aus entfernter gelegenen Bereichen herantransportiert werden muß, was eine Behinderung des Schichtwachstums bedingt. Bei größeren Zeiten treten dann im mittleren Abschnitt deutlich reduzierte Schichtdicken auf. Dies zeigt sich sowohl nach 10 h als auch nach 20 h Glühzeit.

Zur experimentellen Verifizierung der Berechnungsergebnisse ist in der Abb. 6.12 das 20 h-Schichtprofil den Rückstreuenaufnahmen des NS10000-750 °C/20 h gegenübergestellt. Zwar wird im Experiment beim inneren Bündel ein etwas geringeres Schichtwachstum als bei der Rechnung beobachtet, dies kann aber auf die unterschiedliche Sn-Verteilung im Rechenmodell und im Leiter zurückgeführt werden. Prinzipiell zeigt dieser Vergleich aber, daß trotz des vereinfachenden Modells das im Experiment gefundene Verhalten sehr gut durch die FEM-Rechnungen wiedergegeben wird.

Auf den Seiten 100-101 zeigen die Abbn. 6.13 und 6.14 die Ergebnisse für eine Glühtemperatur von  $T = 700\text{ °C}$  bei entsprechend verlängerten Glühzeiten. Die im Vergleich zur 750 °C-Glühung reduzierten Diffusionskoeffizienten führen dazu, daß auch nach 20 h Glühzeit nur eine geringe Schichtdicke erreicht wird. Wird bei der Reaktions-temperatur von  $T = 700\text{ °C}$  ein ähnliches Flächenwachstum wie bei der 750 °C/20 h-Glühung angestrebt, so muß die Glühzeit auf etwa 100 h verlängert werden.

Bei einer Reaktion mit  $T = 700\text{ °C}$  wachsen die Nb<sub>3</sub>Sn-Schichten anfangs ebenfalls noch homogen. Die Grafik der Sn-Konzentration zeigt aber auch hier bereits eine starke Sn-Verarmung im mittleren Leiterabschnitt. Als Folge ergeben sich dann wiederum reduzierte Schichtdicken im mittleren und teilweise im inneren Filamentbündel.

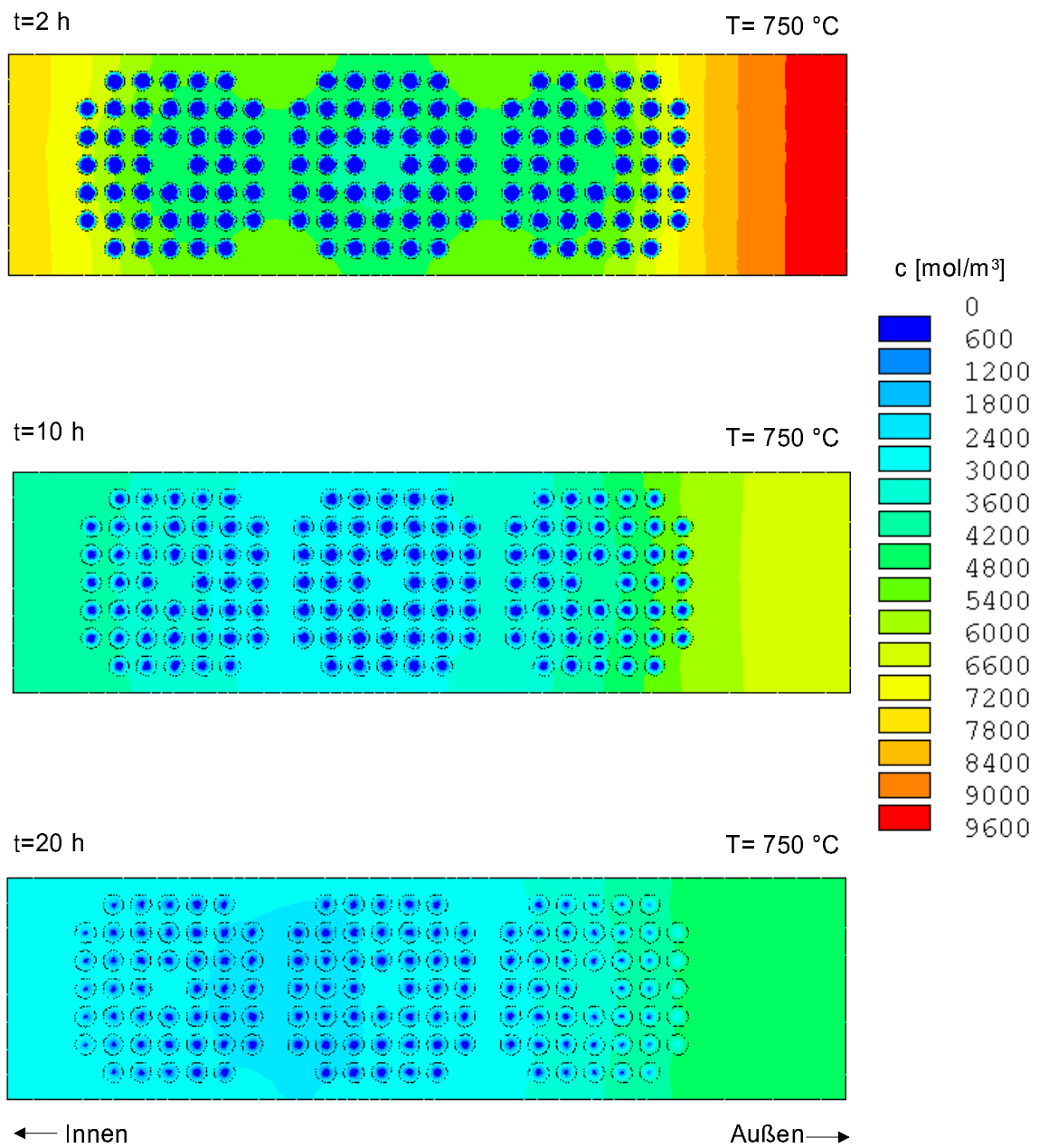


Abb. 6.10: Sn-Konzentrationsprofile für 750 °C nach 2 h, 10 h und 20 h

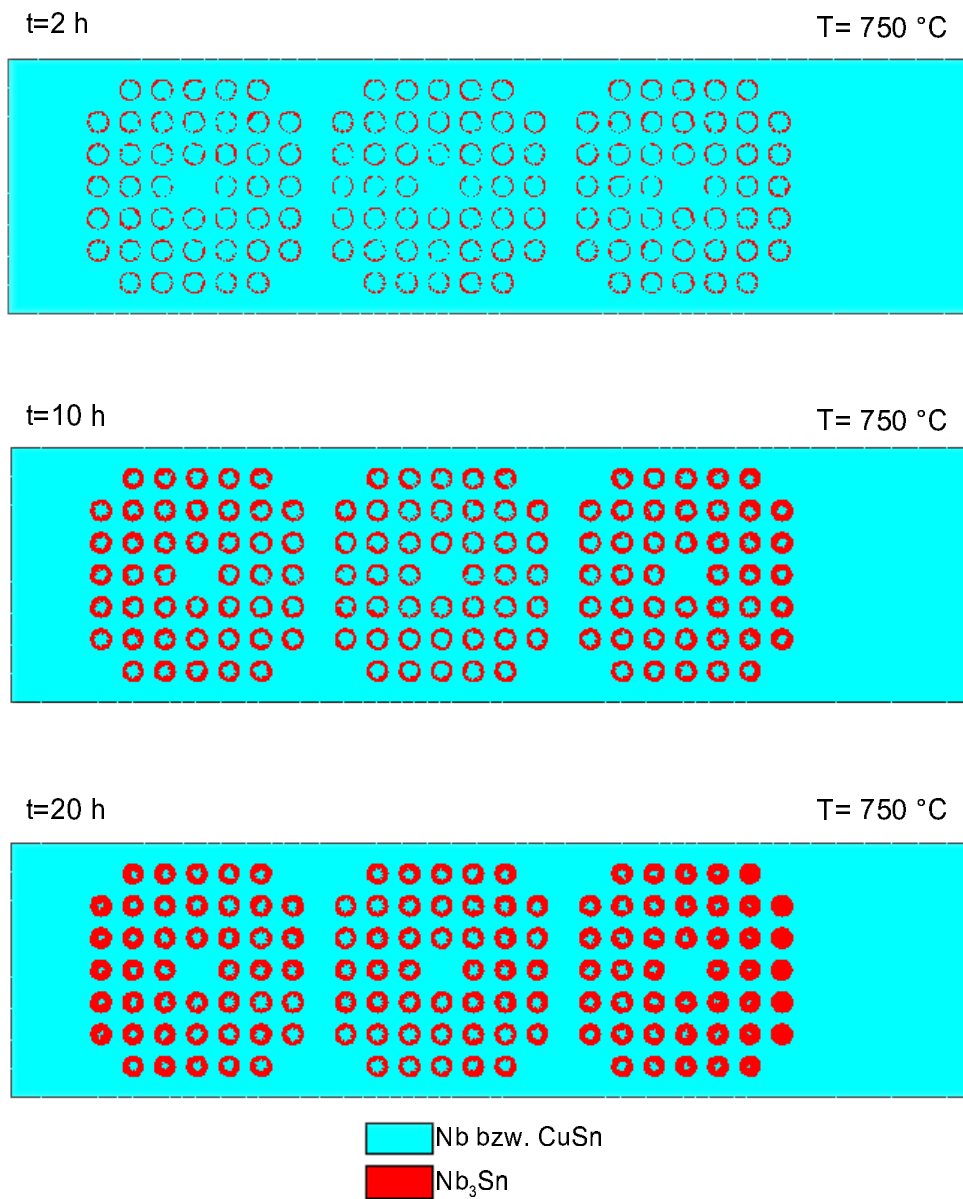
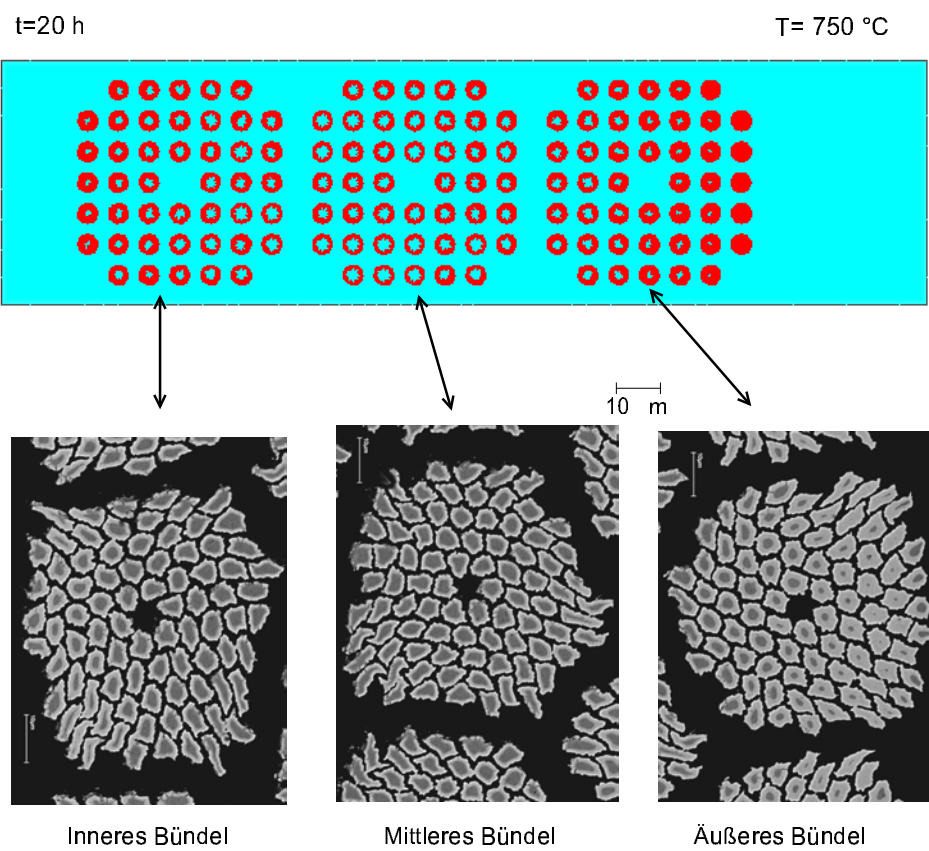


Abb. 6.11: Nb<sub>3</sub>Sn-Schichtprofile für 750 °C nach 2h, 10h und 20h



**Abb. 6.12:** Vergleich von berechneten und am Leiter bestimmten Schichtprofilen – NS10000  
750 °/20 h

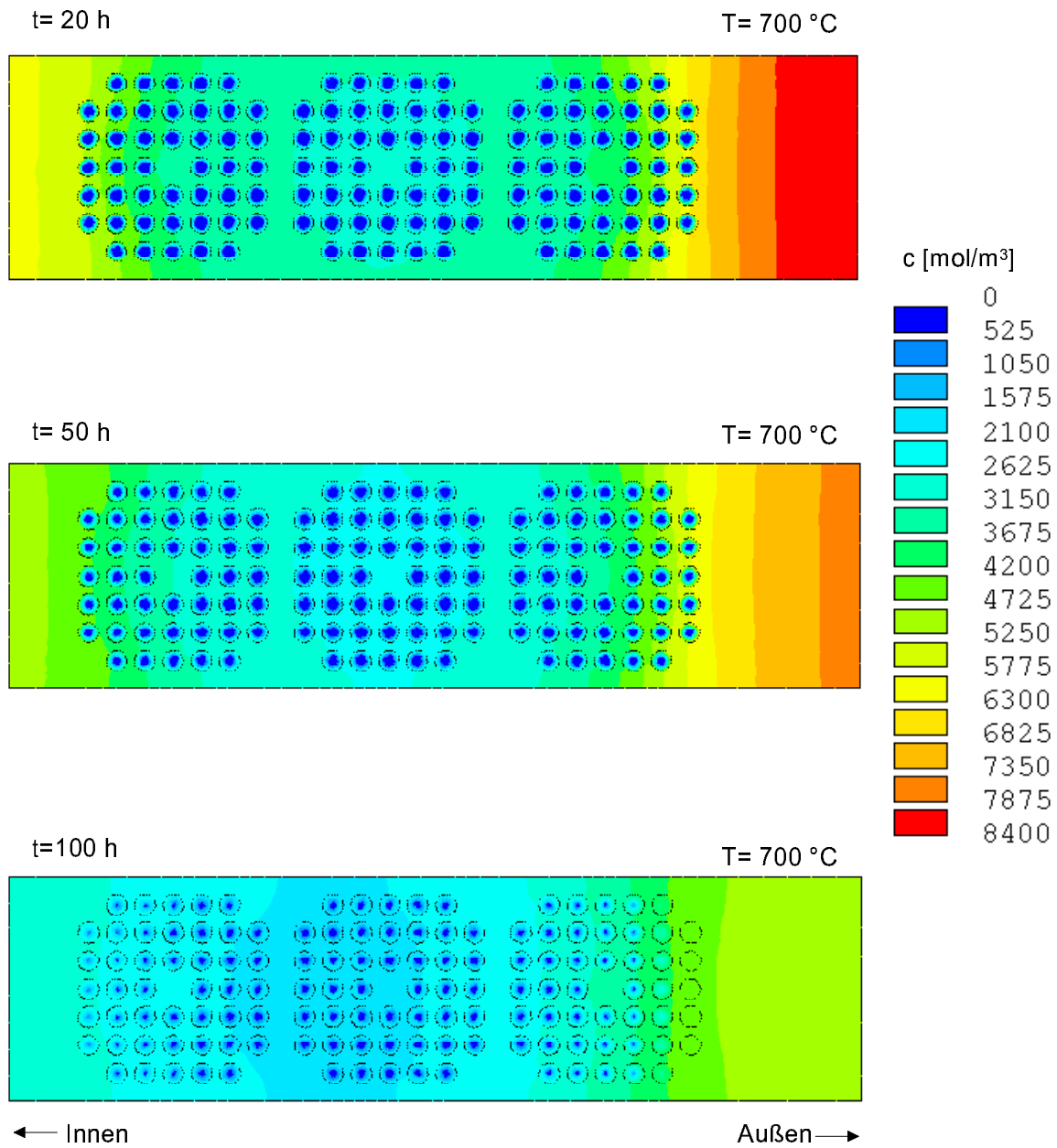


Abb. 6.13: Sn-Konzentrationsprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h



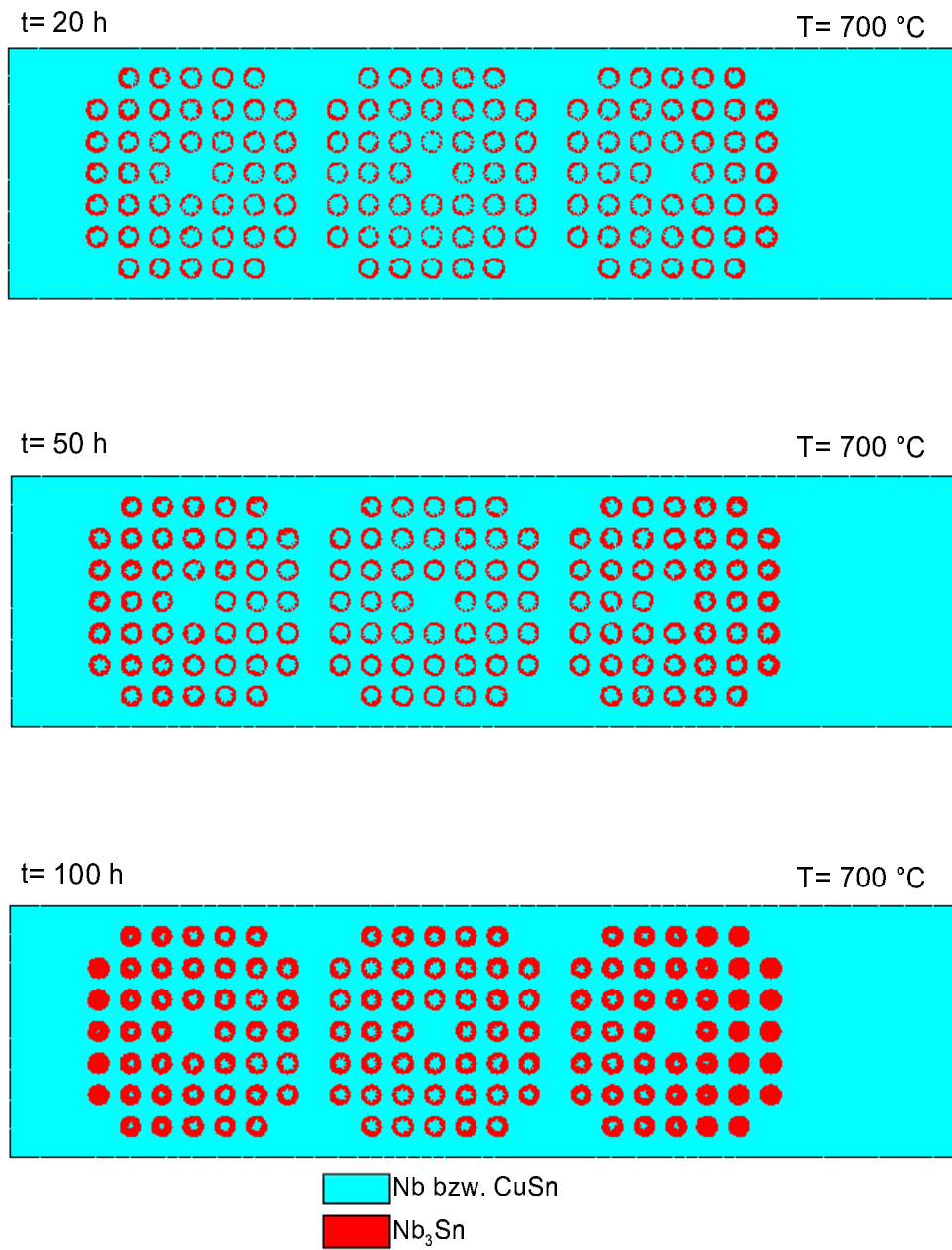
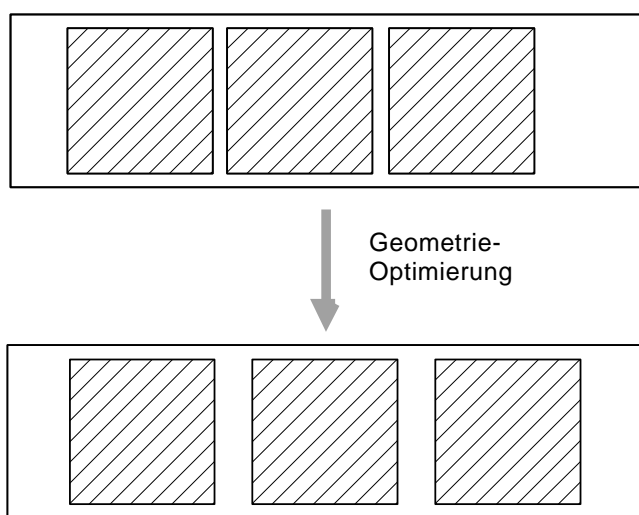


Abb. 6.14: Nb<sub>3</sub>Sn-Schichtprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h

## 6.5 Optimierung der Leitergeometrie

Der vorangehende Abschnitt hat bestätigt, daß die besondere Filamentanordnung im Leiter und die damit einhergehenden Unterschiede in der Bronze-Verteilung zu ungleichmäßigem Schichtwachstum führen. Das legt die Vermutung nahe, daß durch eine gleichmäßigere Verteilung der Filamente über den Querschnitt das Wachstum der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schicht optimiert werden kann.

Um das zu verifizieren wird im Rechenmodell die Geometrie, wie in der Abb. 6.15 angedeutet, abgeändert. Die Struktur innerhalb der Filamentbündel bleibt dabei erhalten, sie werden lediglich symmetrisch in der Matrix angeordnet. Alle sonstigen Merkmale und Randbedingungen des Modells bleiben unverändert.



**Abb. 6.15:** Geometrieoptimierung durch symmetrische Verteilung der Filamentbündel

Die Diffusionsrechnungen für diese optimierte Geometrie wurden für eine Reaktionstemperatur von  $T = 700\text{ °C}$  bis zu einer Zeit von  $t = 100\text{ h}$  durchgeführt, so daß die Sn- und Schichtprofile direkt mit den den  $700\text{ °C}$ -Ergebnissen des letzten Abschnittes verglichen werden können.

Die Ergebnisse (Sn-Konzentration in Abb. 6.16, Schichtprofile in Abb. 6.17) belegen, daß durch die symmetrische Anordnung insgesamt ein besseres Schichtwachstum erreicht wird. Dies gilt sowohl für die gesamte reagierte Fläche als auch für die Homogenität des Wachstums. In allen drei Bündeln wachsen die Schichten über alle Zeiten sehr gleichmäßig. Auch die Sn-Konzentration in der Bronze nimmt relativ gleichmäßig über der Zeit ab. Konzentrationsspitzen wie sie bei der unveränderten Geometrie am äußeren Rand auftreten, bauen sich hier sehr schnell ab. Das wird auch durch den zeitlichen Verlauf der Sn-Konzentration in den Abbn. 6.18 und 6.19 bestätigt. In der erstgenannten ist für die unveränderte Geometrie der zeitliche Verlauf der Sn-Konzentration an zwei ausgezeichneten Punkten dargestellt: im Zentrum des mittleren Bündels und am rechten äußeren Rand. Die zweite Abbildung gibt die Sn-Konzentration für die gleichen Positionen bei der optimierten Geometrie wieder.

Bei der unveränderten Geometrie zeigt sich bereits nach einer Stunde eine sehr starke Abnahme von  $c$  im Zentrum. Die Sn-Konzentration am Rand bleibt aufgrund des langen Diffusionsweges zu den Filamenten lange bei hohen Werten und gleicht sich nur sehr langsam der unteren  $c(t)$ -Kurve an. Damit bleibt das Sn in den Randbereichen relativ lange gebunden und steht nicht für die Reaktion zu  $Nb_3Sn$  zur Verfügung.

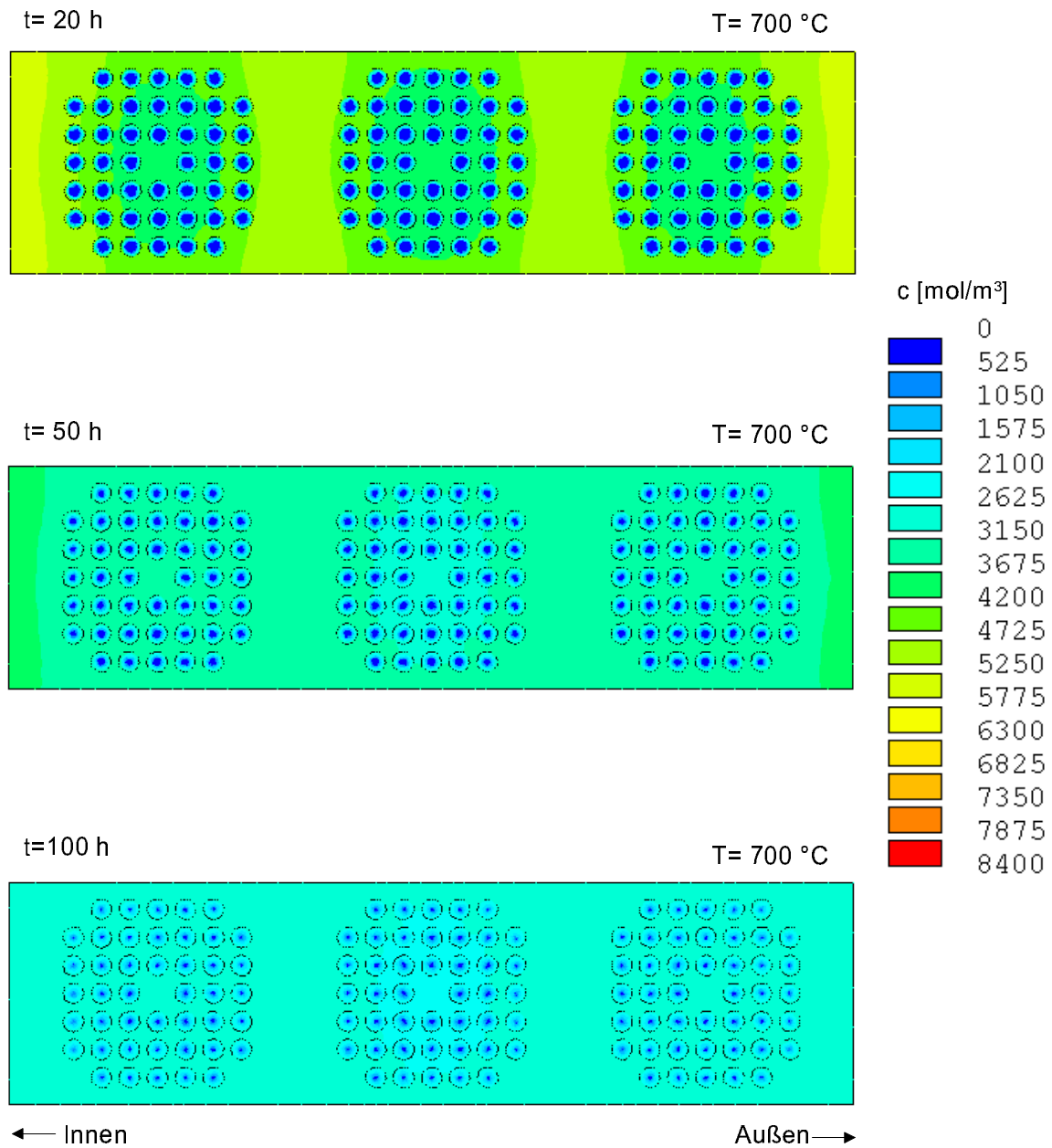
Ein anderes Verhalten ist bei der optimierten Geometrie zu beobachten. Hier fällt zwar auch anfänglich die Konzentration im Zentrum etwas stärker ab, danach findet aber eine schnelle Angleichung statt. Dadurch steht auch das in den Randbereichen gespeicherte Sn schneller für den Reaktionsprozess zur Verfügung.

Die Auswirkung der Optimierung auf die gesamte reagierte Fläche ist durch die Abb. 6.20 wiedergegeben. Die Flächen sind darin auf den Wert der  $700^\circ\text{C}/100\text{ h}$ -Reaktion bei unveränderter Geometrie normiert. Nach zwanzig Stunden Reaktion schlägt sich die Optimierung bezüglich der Gesamtfläche mit etwa 5 % nieder. Zum Zeitpunkt  $t = 100\text{ h}$  wird eine Verbesserung von nahezu 20 % erzielt. Die mit der Zeit zunehmenden Unterschiede sind dadurch zu erklären, daß anfänglich das in der Filamentumgebung gespeicherte Sn für die Reaktion bestimmend ist. Erst bei längeren Zeiten macht sich der Effekt der kürzeren Sn-Diffusionswege positiv bemerkbar.

Bezüglich der Konsequenzen des Optimierungsprozesses für die Stromtragfähigkeit des Leiters darf zunächst davon ausgegangen werden, daß die kritische Stromdichte  $j_c$  unbeeinflusst bleibt<sup>1</sup>. Demnach geht der Flächenzuwachs mit einer gleich großen Erhöhung der Stromtragfähigkeit einher. *Bei der Übertragung der Geometrieoptimierung auf reale Leiterverhältnisse ergibt sich somit bezüglich der  $700^\circ\text{C}/100\text{ h}$ -Reaktion eine Verbesserung des kritischen Stroms bzw.  $\mu$  von nahezu 20 %.*

---

<sup>1</sup>Tatsächlich wird sie durch die verbesserte Sn-Versorgung sogar verbessert, vgl. Abschnitt 6.1



**Abb. 6.16:** Sn-Konzentrationsprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h

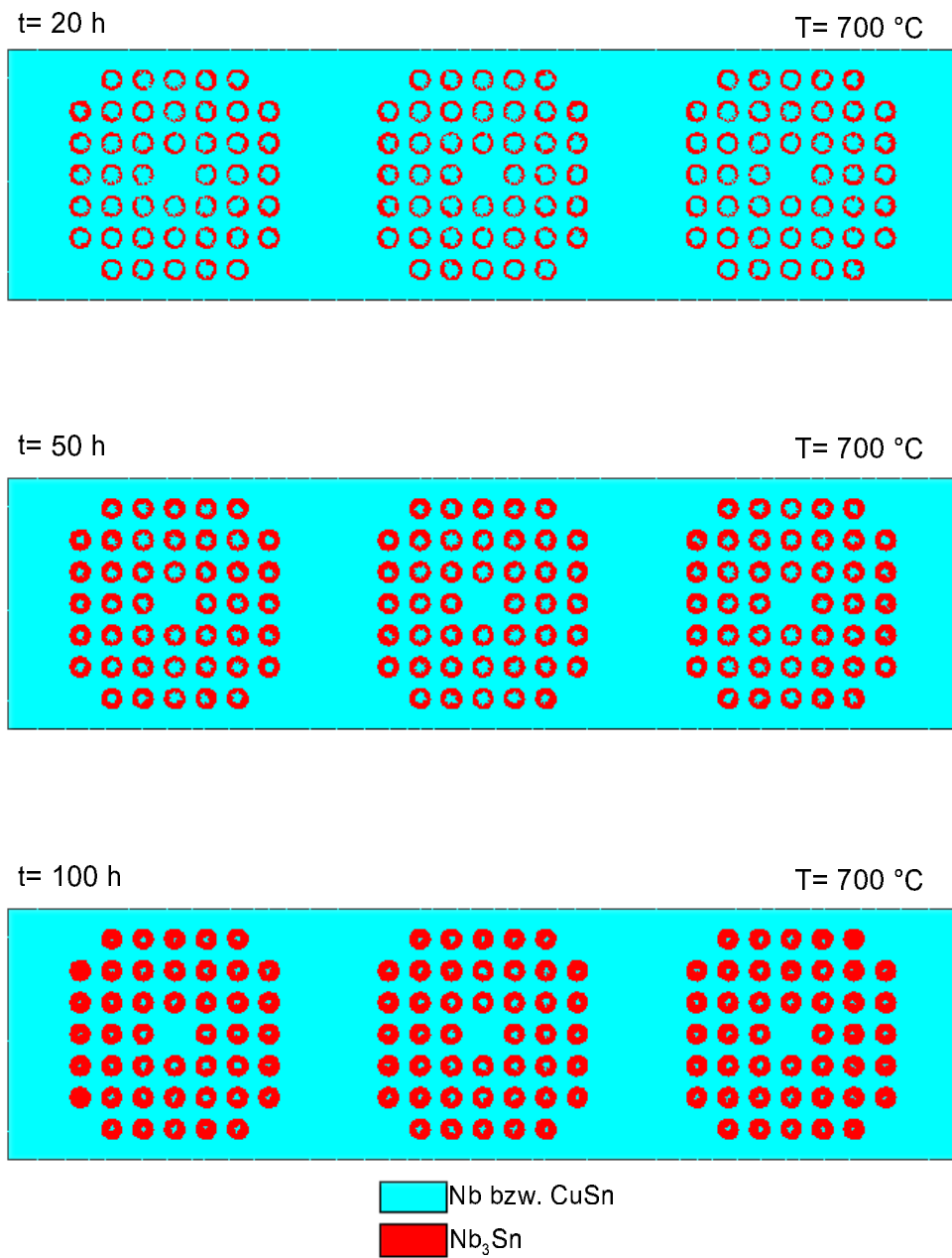
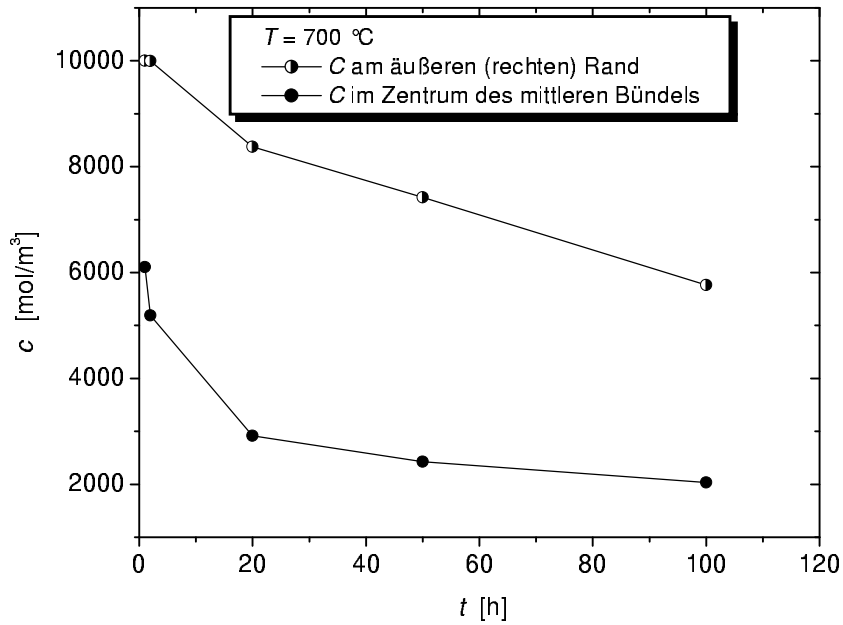
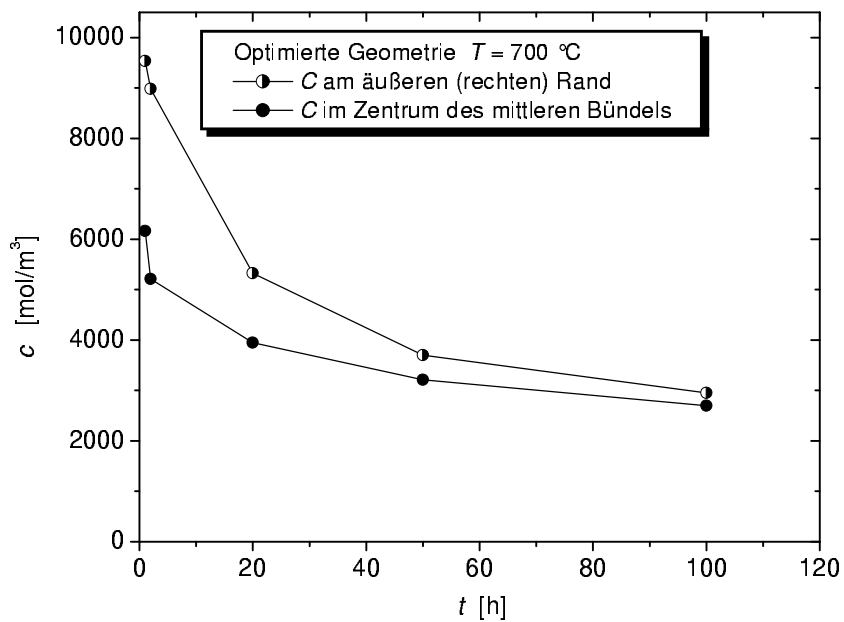


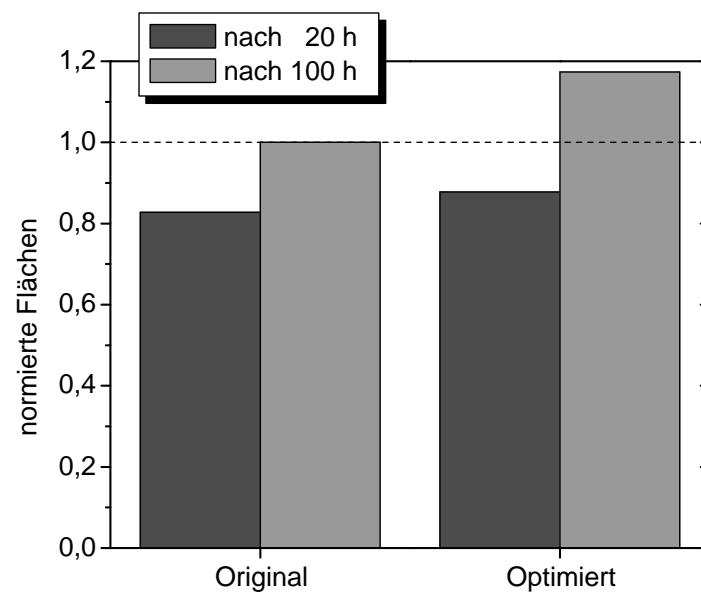
Abb. 6.17: Nb<sub>3</sub>Sn-Schichtprofile für 700 °C nach 20 h, 50 h und 100 h



**Abb. 6.18:** Zeitliche Entwicklung der Sn-Konzentration an zwei Positionen – unveränderte Geometrie



**Abb. 6.19:** Zeitliche Entwicklung der Sn-Konzentration an zwei Positionen – optimierte Geometrie



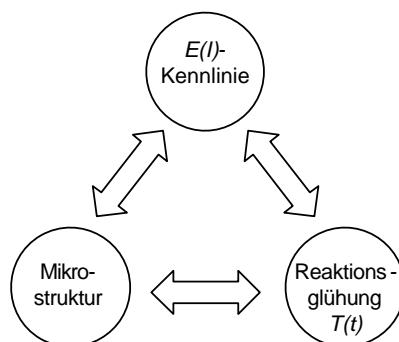
**Abb. 6.20:** Vergleich der normierten reagierten Flächen bei der Originalgeometrie und der optimierten Geometrie

# Kapitel 7

## Zusammenfassung

Die Forderung nach immer höheren Feldstärken bei supraleitenden Magnetsystemen stellt hohe Ansprüche an die Stromtragfähigkeit der verwendeten Supraleiter. Da die Hochtemperatursupraleiter noch nicht die notwendige technische Reife erreicht haben, wird das Einsatzgebiet *Höchstfeldanwendungen* nach wie vor von den klassischen Supraleitern auf Nb<sub>3</sub>Sn-Basis dominiert. Allerdings stoßen auch diese bei den aktuell in Planung befindlichen Magnetsystemen für ein höchstauflösendes 1000-MHz-NMR-Spektrometer ( $\rightarrow 23,5$  T-Solenoid) an die Nähe ihrer kritischer Größen. Da für das Magnetdesign die Strom-Spannungs-Kennlinien der eingesetzten Supraleiter wesentlich sind, ist folglich zur Evaluierung des Einsatzpotentials von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern in zukünftigen NMR-Magnetsystemen ein profundes Verständnis dieser Kennlinien erforderlich.

Die Temperatur  $T$  und die zeitliche Dauer  $t$  der für die Bildung der Nb<sub>3</sub>Sn-Phase notwendigen Reaktionsglühung beeinflussen maßgeblich die Strom-Spannungs-Kennlinie  $E(I)$ . Die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit besteht in der Untersuchung dieses Zusammenhangs. Um die Relation  $\{T, t\} \leftrightarrow E(I)$  physikalisch zu fundamentieren und damit weitergehende Aussagen über den Verlauf von  $E(I)$  zu ermöglichen, wird darüber hinaus eine Korrelation von  $E(I)$  mit mikrostrukturellen Leitereigenschaften durchgeführt. Zur Illustration wird hier noch einmal die Grafik aus der Einleitung wiederholt:



**Abb. 7.1:** Zielsetzung: Korrelation von  $E(I)$ , Mikrostruktur und Reaktionsbedingungen



Eine wichtige Voraussetzung für dieses Vorhaben ist ein geeignetes Modell zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinien. Dazu wird ein mathematisches Modell vorgestellt, das auf einer Verteilung lokaler kritischer Ströme  $i_c$  beruht. Zur Beschreibung dieser Verteilung wird eine Gaußfunktion angenommen, welche die zwei Parameter Mittelwert und Standardabweichung einführt. Der Mittelwert ist dabei ein Maß für die Stromtragfähigkeit und die Standardabweichung steht in engem Zusammenhang mit der Steilheit der Kennlinie. Diese beiden Parameter stellen das quantitative Gerüst für alle Korrelationen dar.

Die gemessenen  $E(I)$ -Kurven sind durch die meßtechnisch vorgegebene Auflösungsgrenze zu kleinen Strömen hin beschränkt. Auch im Bereich hoher Ströme tritt eine Beschränkung auf, da die dann anfallenden thermischen Lasten zu einer Verletzung der Randbedingung  $T = const.$  führen. Insgesamt führt dies dazu, daß der Messung nur ein kleiner Ausschnitt der vollständigen Strom-Spannung-Kennlinien zugänglich ist. Aus den gemessenen Kennlinien kann somit lediglich eine fragmentierte  $i_c$ -Verteilung berechnet werden. Mit klassischen Methoden gelingt die Parameterbestimmung aus den fragmentierten Verteilungen nur sehr unzureichend. Aus diesem Grund wird mit dieser Arbeit ein neu entwickeltes mathematisches Verfahren zur Bestimmung der Verteilungsparameter vorgestellt und erfolgreich getestet.

Als Basis der experimentellen Untersuchungen dienen kommerzielle  $Nb_3Sn$ -Leiter, die nach der Bronze-Technik hergestellt wurden. Reagiert wurden diese Leiter bei Temperaturen von  $T = 600^\circ\text{C}$  bis  $T = 750^\circ\text{C}$  und Glühzeiten von  $t = 400\text{ h}$  bis herab zu  $t = 20\text{ h}$ . Die Messungen der  $E(I)$ -Kennlinien erfolgten in der 15-T-Experimentieranlage des ITP. Der Meßprozess war dabei optimal auf die zu messenden Leiter abgestimmt, so daß die Auflösungsgrenze auf  $E_{min} \approx 10^{-11}\text{ V/cm}$  verbessert werden konnte. Mit Hilfe des oben erwähnten Verfahrens werden aus den Kennlinien die Parameter der  $i_c$ -Verteilung bestimmt. Mit diesen Parametern kann die  $E(I)$ -Kurve gut reproduziert werden, so daß für die Magnetauslegung ein zuverlässiges Werkzeug zur Extrapolation der Kennlinien verfügbar ist.

Die Untersuchung der Abhängigkeit der  $i_c$ -Verteilung von den Glühbedingungen zeigt, daß im Hochfeldbereich die besten Stromtragfähigkeiten bei den höchsten untersuchten Glühtemperaturen erreicht werden. Bei gegebener Glühtemperatur führt eine Verlängerung der Glühzeit zu steigender Stromtragfähigkeit. Dies gilt sowohl für die binären als auch für die zulegierten Leiter. Für die durch die Standardabweichung bestimmte Breite der Verteilungsfunktion wird ein Verhalten gefunden, bei dem hohe Reaktionstemperaturen und lange Glühzeiten zu kleinen Werten führen. Eine schmale Verteilung der lokalen kritischen Ströme ist gleichbedeutend mit einem technisch wünschenswerten steilen Anstieg der  $E(I)$ -Kennlinie. Damit werden auch bezüglich der Breite der  $i_c$ -Verteilung die optimalen Ergebnisse bei möglichst hohen Reaktionstemperaturen erzielt.

Zur Charakterisierung der mikrostrukturellen Leitereigenschaften sind REM-Aufnahmen der Leiter gezeigt. Anhand dieser wird der Zusammenhang von Korngefüge und  $E(I)$ -Kennlinien untersucht. In Erweiterung bisheriger Ansätze, bei denen lediglich die mittlere Korngrenzendichte betrachtet wird, wird bei der vorliegenden Arbeit

die Kornstruktur durch die Verteilung der Korngrenzendichte beschrieben. Eine Gegenüberstellung von Korngrenzendichteverteilung und  $i_c$ -Verteilung dokumentiert ein äquivalentes Verhalten bezüglich der Breite. Bei den Reaktionsbedingungen, die sich durch eine schmale Verteilung der  $i_c$  auszeichnen, wird auch eine schmale Korngrenzendichteverteilung gefunden. Auch dieses Ergebnis gilt sowohl für binäre als auch für zulegierte Leiter.

Bezüglich des Zusammenhangs von Mikrostruktur und Hochfeld-Stromtragfähigkeit zeigt sich, daß das Ausmaß der reagierten  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Flächen von großer Bedeutung ist. Die REM-Aufnahmen von reagierten  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Schichten ergeben, daß das Schichtwachstum in den Filamenten keineswegs gleichmäßig verläuft, sondern von der Position des Filaments im Leiter abhängig ist. Um dieses Verhalten nachzuvollziehen wird ein FEM-Berechnungsmodell entwickelt, mit dem die Sn-Diffusion in multifilamentären Leiterstrukturen untersucht wird. Die damit gewonnenen Berechnungsergebnisse belegen, daß die in den Leitern realisierte CuSn-Verteilung dazu führt, daß während des Diffusionsvorgangs nicht alle Filamente in ausreichender Weise mit Sn versorgt werden. Abschließend wird mit dem FEM-Berechnungsmodell eine modifizierte Leitergeometrie untersucht, die hinsichtlich der Anordnung der Filamente und der Sn-Verteilung optimiert ist. Es wird gezeigt, daß durch diesen Optimierungsschritt eine Verbesserung der Stromtragfähigkeit um 20 % erreicht werden kann.

Damit steht ein leistungsfähiges Berechnungswerkzeug zur Verfügung, das in zweifacher Hinsicht von praktischer Bedeutung ist: Zum einen kann für bestehende Leiterstrukturen eine Bewertung verschiedener Glühbedingungen erfolgen. Andererseits kann mit Hilfe des FEM-Berechnungsmodells bei Leiterneuentwicklungen bereits während der Designphase eine Optimierung hinsichtlich der Sn-Verteilung vorgenommen werden.

# Anhang A

## FEM-Untersuchung des Monofilamentmodells

Im Laufe von Abschnitt 4.7 ist die Frage nach der Ursache für die bei hohen  $E$ -Feldern zu beobachtende Verzerrung der  $E$ -Kennlinie aufgetaucht. Die Untersuchung dort hatte ergeben, daß der Beginn des verzerrten Bereichs durch eine konstante dissipierte Leistung charakterisiert ist, woraus dann auf thermische Ursachen geschlossen wurde. Eine 3D-FEM-Analyse des gekoppelten thermisch-elektrischen Problems soll dazu beitragen, dies zu untermauern. Aus Gründen der Vereinfachung wird dabei ein Monofilamentleiter untersucht, bei dem ein einzelnes resistives Element vorliegt. Darüber hinaus bleiben transiente Effekte unberücksichtigt; es wird lediglich der stationäre Fall untersucht. Dies stellt im übrigen auch keine Einschränkung dar, weil aufgrund der geringen Wärmekapazitäten bei LHe-Temperatur die thermischen Relaxationszeiten im Mikrosekundenbereich liegen [Kim96] und die  $E(I)$ -Messung dann im stationären thermischen Zustand stattfindet.

Die Abb. A.1 zeigt einen Schnitt durch das Modell. Anhand dieser Geometrie wird die bei einer vorgegebenen Stromdichte vorliegende thermische bzw. elektrische Situation berechnet. Für die Wärmebilanz wird angenommen, daß der Leiter von LHe ( $T = 4,2$  K) umgeben ist, in das er konvektiv Wärme abführen kann. Hinsichtlich des elektrischen Teils der Berechnung ist zu bemerken, daß mit dem benutzten FEM-Programm ANSYS keine supraleitenden Materialeigenschaften nachgebildet werden können. Allerdings stellt das beim hier betrachteten Problem keine wesentliche Einschränkung dar, weil bei vorgegebener Transportstromdichte die angenommene kritische Stromdichte einfach in einen äquivalenten Widerstandswert umgerechnet werden kann. Durch Umformulierung der Gleichung 4.5 (eingeführt auf Seite 32) in die Stromdichten und Division durch  $j$  ergibt sich:

$$\varrho = \varrho_f \left(1 - \frac{j_c}{j}\right) \quad (\text{A.1})$$

Für  $\varrho_f$  wird als grobe Abschätzung der normalleitende Widerstand von Nb<sub>3</sub>Sn bei 4,2 K eingesetzt. Ähnlich wird für die nicht resistiven Abschnitte vorgegangen und

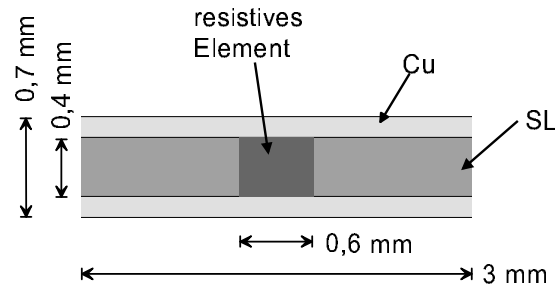


Abb. A.1: Querschnitt der FEM-Modell-Geometrie

ein sehr kleiner Widerstand angesetzt, so daß entlang dieser Abschnitte keine nennenswerte Spannung abfällt. In der folgenden Auflistung sind die Materialwerte und die aufgeprägten Rand- und Anfangsbedingungen der Berechnung wiedergegeben.

- aufgeprägte Stromdichte  $j = 5 \cdot 10^8 \text{ A/mm}^2$  ( $\text{Nb}_3\text{Sn}$  bei etwa 15 T bis 16 T)
- kritische Stromdichte im resistiven Bereich  $j_c = 2,5 \cdot 10^8 \text{ A/mm}^2$
- kritische Stromdichte im nicht resistiven Bereich  $j_c \gg j$
- Bezugspotential am rechten Rand des Leiters  $\varphi = 0 \text{ V}$
- Anfangs- und Umgebungstemperatur  $T_0 = 4,2 \text{ K}$
- Wärmeleitfähigkeit von Cu  $\lambda_{Cu} = 190 \text{ W/m}\cdot\text{K}$
- Wärmeleitfähigkeit von  $\text{Nb}_3\text{Sn}$   $\lambda_{SL} = 0,05 \text{ W/m}\cdot\text{K}$
- Wärmeübergangskoeffizient Cu-LHe  $\alpha = 2200 \text{ W/m}^2\text{K}$
- Restwiderstandsverhältnis Cu  $RRR = 100$

Die Abb. A.2 zeigt die elektrische Feldverteilung. Das elektrische Feld ist fast ausschließlich in der direkten Umgebung des resistiven Elements konzentriert. Demnach verläßt der Strom erst kurz vor dem resistiven Bereich das supraleitende Filament und tritt ins Cu über. Ein allmählicher Übergang des Stroms schon weit vor dem Element findet somit nicht statt. Dieses Ergebnis bestätigt auch das Ersatzschaltbild 4.3 auf Seite 32. Dort war davon ausgegangen worden, daß der Differenzstrom  $I - i_c$  eines Flux-Flow-Elements direkt in das parallel liegende Matrix-Element kommutiert wird.

Aus der elektrischen Feldverteilung resultiert zusammen mit dem hier nicht gezeigten Stromdichteprofil eine ortsabhängige Joulesche Wärmeproduktion, die zu dem in Abb. A.3 gezeigten Temperaturprofil an der Leiteroberfläche führt. Die maximale Temperatur an der Leiteroberfläche beträgt ca. 4,3 K, was gegenüber der Anfangstemperatur eine Erhöhung um  $\Delta T = 0,1 \text{ K}$  bedeutet. Um einen Eindruck von den maximal auftretenden Temperaturen zu vermitteln, ist in Abb. A.4 das Temperaturprofil entlang

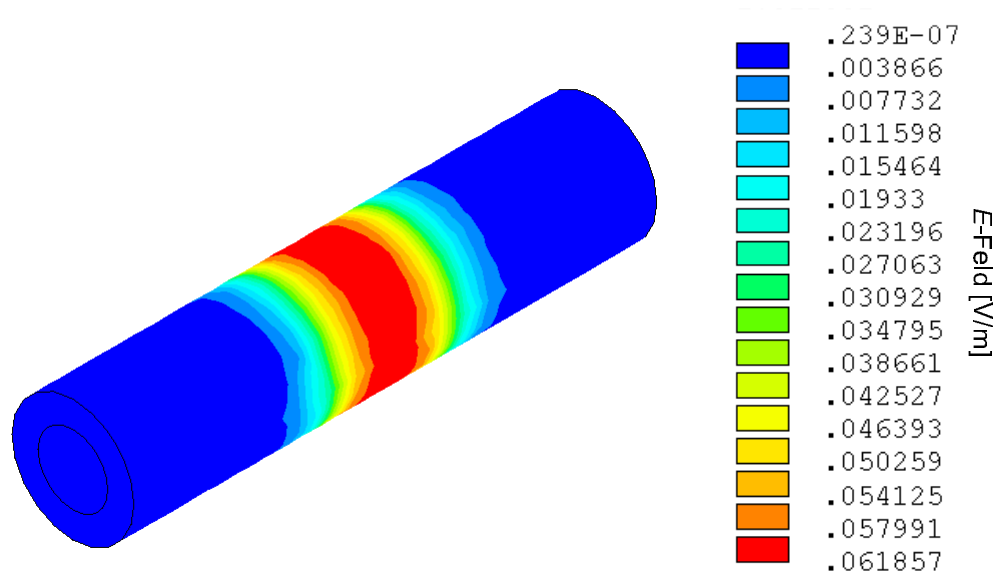


Abb. A.2: Elektrische Feldverteilung

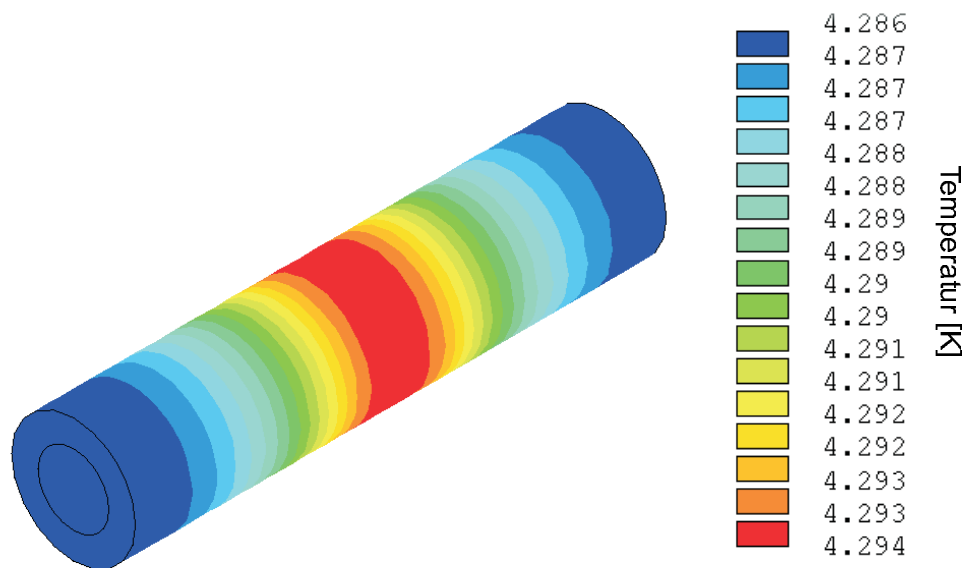
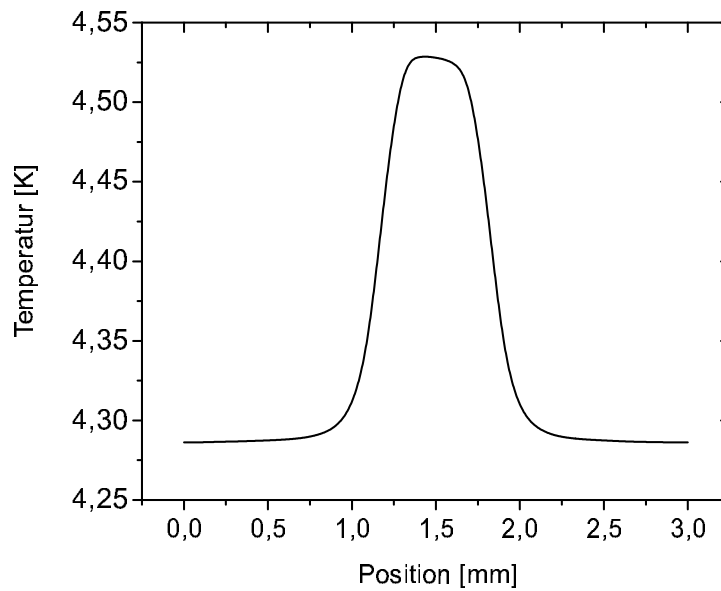


Abb. A.3: Oberflächentemperatur



**Abb. A.4:** Temperaturprofil entlang der Leiterachse

der  $z$ -Achse des Leiters gezeigt. Im Bereich des resistiven Elements ist ein scharfer Anstieg auf über 4,5 K zu beobachten, womit sich eine Temperaturerhöhung gegenüber der Ausgangstemperatur um  $\Delta T \approx 0,3$  K ergibt. Durch diesen Temperaturanstieg wird die kritische Stromdichte reduziert. Das Ausmaß der Absenkung kann mit den in [Gre89] angegebenen Formeln bei einem reduzierten Feld von  $b = B/B_{c2} \approx 0,8$  größenordnungsmäßig zu  $\Delta j_c/j_c \approx 5\%$  abgeschätzt werden, so daß mit einer deutlichen Beeinflussung der  $E(I)$ -Kennlinie aufgrund der hier gefundenen Temperaturerhöhung zu rechnen ist.

## Anhang B

### Eigenfeldorientierung und $I_c$ -Effekte

Es wurde bereits in Abschnitt 3.4 darauf hingewiesen, daß durch die Wahl der Stromrichtung die  $B_z$ -Komponenten des Eigenfelds der Testspule und des Hintergrundfeldes parallel orientiert waren. Von diesem Grundsatz wird an dieser Stelle abgewichen und der Einfluß einer Polaritätsänderung des Stroms auf die Strom-Spannungs-Kennlinie untersucht. Dies ist dadurch motiviert, daß gelegentlich die Frage diskutiert wird, ob eine Umpolung des Testspulenstroms nicht dazu verwendet werden kann, die Einflüsse von Thermospannungen auf den Meßleitungen zu kompensieren und damit die Auflösungsgrenze noch weiter zu steigern.

Prinzipiell gilt, daß  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Supraleiter auf eine Veränderung des mechanischen Spannungszustandes mit einer Änderung von  $I_c$  reagieren. Es ist also nicht zu untersuchen, ob ein Effekt vorliegt, sondern vielmehr welche Größenordnung dieser Effekt bei den verwendeten Testspulen annimmt. Dazu zeigt Abb. B.1 exemplarisch am Leiter NST10000 (Reaktion 150 h bei 675 °C) den Vergleich des  $I_c(B)$ -Verlaufs für parallele und antiparallele Eigenfeldorientierung.

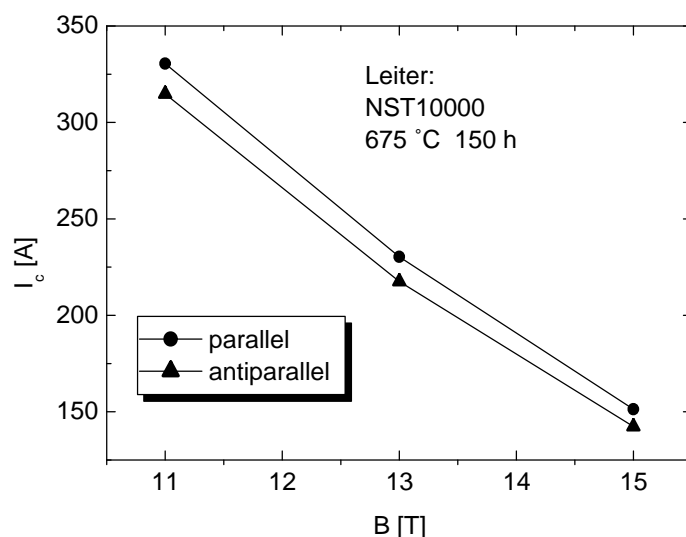
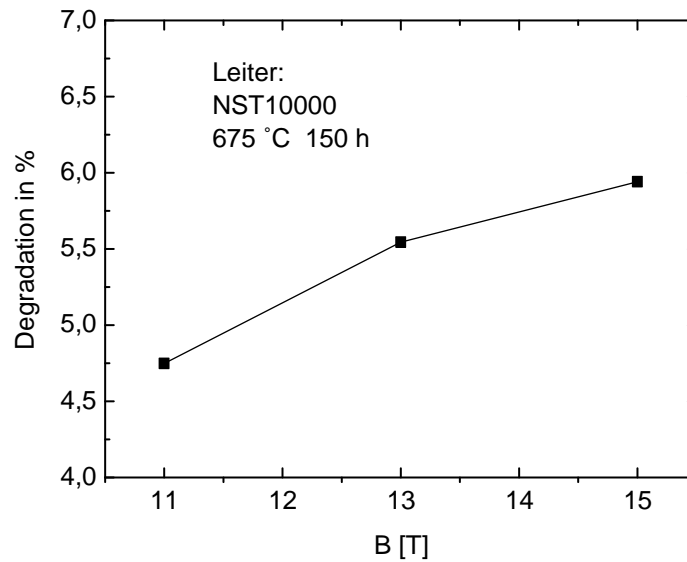


Abb. B.1: Vergleich von  $I_c$  bei unterschiedlicher Eigenfeldorientierung



**Abb. B.2:** Prozentuale  $I_c$ -Degradation bei antiparalleler Eigenfeldorientierung

Die Degradation für den antiparallelen Fall ist signifikant. In Abb. B.2 ist zur Verdeutlichung die prozentuale Abweichung über  $B$  aufgetragen. Die Kurve zeigt eine Abweichung von der Größenordnung 5 % und ein leichtes Ansteigen bei zunehmenden  $B$ -Feld. Dieses Verhalten ist mit bisherigen Veröffentlichungen konsistent [Eki80]. Vor dem hier diskutierten meßtechnischen Hintergrund bleibt festzuhalten, daß eine  $I_c$ -Degradation von durchschnittlich 5 % zu einer merklichen Verlagerung der  $E(I)$ -Kurve führt. Es ist daher nicht möglich, thermoelektrische Spannungen auf den Meßleitungen durch eine Umkehr des Testspulenstroms zu kompensieren.



# Anhang C

## Zur Extrapolation der Meßkurven

Aus der Sicht des NMR-Magnetdesigns dienen Modelle für die  $E(I)$ -Kennlinien vor allem der zuverlässigen Extrapolation von gemessenen Kennlinien auf ein Niveau von  $E$  unterhalb des meßtechnisch zugänglichen Bereiches. Im folgenden soll daher untersucht werden, wie sich der Kurvenverlauf im Rahmen des ICVM im Vergleich zu den üblichen Extrapolationsmodellen verhält. Dazu werden zunächst die alternativen Modelle kurz umrissen:

- Der näherungsweise lineare Verlauf der Strom-Spannungs-Kennlinie in der logarithmischen Auftragung (vgl. Abb. C.1 auf Seite 118) legt eine Beschreibung durch eine Exponentialfunktion

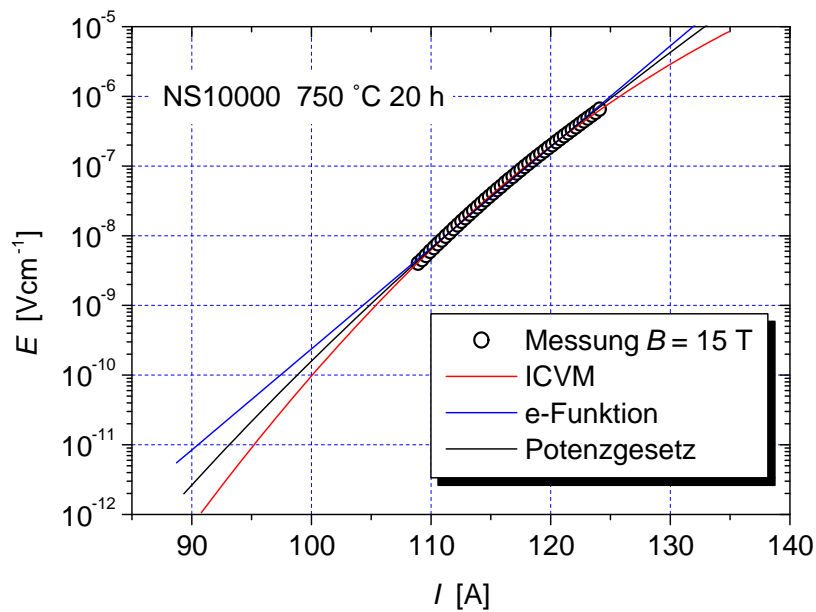
$$E(I) = E_0 e^{I/I_e} \quad (\text{C.1})$$

nahe, mit dem Bezugswert  $I_e$  und dem Vorfaktor  $E_0$ . Dieser Beschreibungsansatz ist ein rein empirischer und nimmt keinen Rückgriff auf physikalische Gegebenheiten der technischen Supraleiter.

- Alternativ wird das bereits in Abschnitt 4.4.2 eingeführte Potenzgesetz benutzt:

$$E(I) = E_c \left( \frac{I}{I_c} \right)^n \quad (\text{C.2})$$

Die verschiedenen Kurvenverläufe werden anhand einer Messung des NS10000 (Reaktion 750 °C/20 h) bei  $B = 15$  T in Abb. C.1 demonstriert. Zunächst fällt auf, daß im Bereich der Meßpunkte alle drei Modelle den Kurvenverlauf der Messung sehr gut wiedergeben. Aber bereits kurz unterhalb der Meßauflösung findet sich ein Auseinanderlaufen, bei dem die Kurve der exponentiellen Extrapolation den konservativsten Verlauf aufweist. Auf der Ebene von  $E = 10^{-11}$  V/cm erreicht dieses Modell einen Strom von  $I = 90$  A. Das Potenzgesetz extrapoliert hier auf einen etwas höheren Strom von  $I = 93$  A. Den insgesamt höchsten Wert von  $I = 95$  A erzielt die Extrapolation nach dem ICVM. Als Ergebnis kann festgehalten werden, daß die Extrapolation mit dem



**Abb. C.1:** Extrapolationskurven verschiedener Modelle

ICVM zu einer zusätzlichen Marge von 5 A oder etwa 5 % gegenüber der exponentiellen Extrapolation führt. Aus dem Verlauf der Kurven ist auch ersichtlich, daß die Gewinne bei einer weiteren Absenkung des Extrapolationsniveaus  $E$  weiter zunehmen.

Obwohl die genannten Zahlenwerte nur für den bezeichneten Leiter repräsentativ sind, kann zumindest der beobachteten Tendenz allgemeine Gültigkeit zugesprochen werden. Wie sich im Laufe der Arbeit herausgestellt hat, ist der mit einer e-Funktion extrapolierte Strom stets kleiner als bei den beiden anderen Modellen. Für die Relation der von  $n$ -Modell und ICVM gelieferten extrapolierten Ströme finden sich nicht immer die hier gezeigten Größenverhältnisse; die Werte liegen häufig relativ eng beieinander. Doch auch in dieser Situation zeigt das ICVM oftmals den höheren Extrapolationswert.

# Anhang D

## Verteilungsfunktion und Laplace-Transformation

Im Rahmen der Untersuchungen zur Parameterberechnung wurde eine alternative Berechnungsmöglichkeit für die Verteilungsfunktion gefunden. Obwohl dieser neue Ansatz aus noch zu schildernden Gründen keinen Eingang in die vorliegende Arbeit gefunden hat, soll er an dieser Stelle dennoch in seinen Grundzügen vorgestellt werden, da er einen vielversprechenden Ansatz zu einer weiteren Optimierung der Parameterbestimmung darstellt.

Zur Erinnerung: In Abschnitt 4.2 ist die Verteilungsfunktion  $\phi(i_c)$  auf die zweite Ableitung  $E''$  zurückgeführt worden. Im weiteren Verlauf dieses Kapitels ist auch deutlich geworden, daß die numerische Differentiation zur Bildung von  $E''$  sehr sensitiv auf Rauschen in  $E$  reagiert. Diese Beobachtung war Ausgangspunkt einer Überlegung, die Differentiation, die grundsätzlich zu einer Verschlechterung der Glattheitseigenschaften führt, durch eine eher glättend wirkende Integration zu ersetzen. Dafür hat sich die Laplace-Transformation als geeignet erwiesen.

Die Laplace-Transformierte  $F(s)$  einer Funktion  $f(x)$  ist über eine Integraltransformation  $\mathcal{L}$  mit Kern  $e^{-sx}$  definiert:

$$\mathcal{L}\{f(x)\} = F(s) = \int_0^{\infty} e^{-sx} f(x) dx \quad (\text{D.1})$$

Für die Laplace-Transformation existiert ein Faltungssatz:

$$\mathcal{L}\{f_1 \circ f_2\} = F_1(s) \cdot F_2(s) \quad (\text{D.2})$$

Hier tritt die Faltung

$$f_1 \circ f_2 = \int_0^x f_1(u) f_2(x-u) du \quad (\text{D.3})$$

auf. Wird in der letzten Gleichung  $x = I$ ,  $u = i_c$  und  $f_1 = \phi$  gesetzt, so ist Gleichung D.3 bis auf Vorfaktoren identisch mit der Gleichung zur Beschreibung der  $E(I)$ -Kennlinie:

$$E(I) = \phi \circ I = \int_0^I (I - i_c) \phi(i_c) di_c \quad (\text{D.4})$$

Die Anwendung des Faltungssatzes D.2 auf  $E(I)$  ergibt:

$$\mathcal{L}\{E\} = \mathcal{L}\{I\} \cdot \mathcal{L}\{\phi(i_c)\} \quad (\text{D.5})$$

$$\Rightarrow \mathcal{L}\{\phi(i_c)\} = \frac{\mathcal{L}\{E\}}{\mathcal{L}\{I\}} = \Phi(s) \quad (\text{D.6})$$

Die Verteilungsfunktion im Laplace-Raum  $\Phi(s)$  wird durch Rücktransformation in die Verteilung der kritischen Ströme umgerechnet:

$$\mathcal{L}^{-1}\{\Phi(s)\} = \phi(i_c) \quad (\text{D.7})$$

Bei der Anwendung der Laplace-Methode auf die Kennlinien treten zwei Problemfelder auf. Der erste resultiert aus dem Umstand, daß durch den Quench die  $E(I)$ -Kurve im Integrationsintervall  $[0, \infty]$  nicht stetig ist, sondern eine Sprungstelle beim Quenchstrom  $I_Q$  besitzt. Dieses Problem kann aber mit Hilfe des Differentiationssatzes für Laplace-Transformierte gelöst werden. Das zweite, wesentlich schwieriger zu lösende, Problem betrifft die Rücktransformation von  $\Phi(s)$ . Dazu liegen zwar einige numerische Algorithmen vor (z. B. [Giu95] und [Wee66]) mit denen das prinzipielle Funktionieren des Verfahrens getestet wurde. Diese benötigen aber einerseits lange Rechenzeiten<sup>1</sup> und führen unter bestimmten Umständen zu nicht nachvollziehbaren Resultaten. Da die Entwicklung einer auf die betrachtete Problemstellung speziell abgestimmten Rücktransformation zu aufwendig gewesen wäre, wurde die Laplace-Methode hier nicht weiter verfolgt.

<sup>1</sup>Für die Umrechnung einer  $E(I)$ -Kennlinie in die entsprechende Verteilungsfunktion braucht eine IBM RS6000 eine halbe Stunde Rechenzeit.

# Literaturverzeichnis

- [ANS98] ANSYS 5.5, FEM-Software, ANSYS Inc., Canonsburg PA, USA (1998)
- [Ash75] M. Ashkin, A. T. Santhanam, M. R. Daniel, D. W. Deis, D. M. Moon: *Investigation of Flux Pinning and Critical current Densities in Type II Superconductors*, Techn. Ber., Westinghouse Research Labs, Pittsburgh, PA (1975)
- [Bai67] J. Baixeras, G. Fournet: J. Phys. Chem. Solids, Bd. 28:S. 1541 (1967)
- [Bea62] C. P. Bean: Phys. Rev. Lett., Bd. 8:S. 250 (1962)
- [Bed86] J. G. Bednorz, K. A. Müller: Z. Phys. B, (S. 189) (1986)
- [Blu77] P. Blum, E. Gregory: Adv. in Cryog. Eng., Bd. 22:S. 362 (1977)
- [Boz60] R. M. Bozarth, A. J. Williams, D. D. Davis: Phys. Rev. Lett., Bd. 6:S. 148 (1960)
- [Bro97] A. Brosinski: *Vollständige  $E(I)$ -Charakteristika technischer NbTi-Supraleiter*, Diplomarbeit, Universität Karlsruhe (1997), unveröffentlicht
- [Buc93] W. Buckel: *Supraleitung*, Wiley-VCH, Weinheim, fünfte Aufl. (1993)
- [Cha70] J. P. Charlesworth, I. Macphail, P. E. Madsen: J. Mat. Sci., Bd. 5:S. 580 (1970)
- [Col86] E. W. Collings: *Applied Superconductivity – Metallurgy and Physics of Titanium Alloys*, Plenum Press, New York (1986), 2 Bde.
- [Cra75] J. Crank: *The Mathematics of Diffusion*, Clarendon Press, Oxford, zweite Aufl. (1975)
- [Dix99] I. R. Dixon, D. Markiewicz, K. W. Pickard, C. A. Swenson: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 9, (S. 2513) (1999)
- [Dro87] E. Drost: *Einfluß von Zusatzstoffen auf die metallurgischen und supraleitenden Eigenschaften von Nb<sub>3</sub>Sn-Leitern*, Wissensch. Ber. KfK 4309, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1987)

- [Ede93] H. S. Edelman, D. C. Larbalestier: *J. Appl. Phys.*, Bd. 74(5):S. 3312 (1993)
- [Eki78] J. W. Ekin: *J. Appl. Phys.*, Bd. 49(2):S. 3406 (1978)
- [Eki80] J. W. Ekin: *Cryogenics*, Bd. 20(11):S. 611 (1980)
- [Eki87] J. W. Ekin: *Cryogenics*, Bd. 27(11):S. 603 (1987)
- [Far74] H. H. Farrell, G. H. Gilmer: *J. Appl. Phys.*, Bd. 45(9):S. 4025 (1974)
- [Fed79] G. B. Fedorov, F. I. Zhomov, E. A. Smirnov, N. A. Sokolov, G. I. Ehdi-beridze: *Metallurgy and General Metallurgy of Pure Metals*, Bd. 13:S. 133 (1979)
- [Flü84] R. Flükiger: *Nachrichten d. Kernforschungszentrums Karlsruhe*, Bd. 16(4), (1984)
- [Fuk97] K. Fukuda, G. Iwaki, Y. Iijima, K. Inoue, N. Kobayashi: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 7, (S. 1572) (1997)
- [Gau87] S. Gauss: *Eigenschaften von Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleiterdrähten mit Pulverkompositkernen*, Wissensch. Ber. KfK 4263, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1987)
- [Giu95] G. Giunta, A. Murli, G. Schmid: *Numer. Math.*, Bd. 69:S. 269 (1995)
- [Gol99] W. Goldacker, H. Eckelmann, R. Nast, J. Krelaus: *Nachrichten d. Forschungszentrums Karlsruhe*, (4) (1999)
- [Gre89] M. A. Green: in *IEEE Transactions on Magnetics*, Bd. 25, (S. 2119) (1989)
- [Ham87] D. P. Hampshire, H. Jones: *Cryogenics*, Bd. 27(11):S. 608 (1987)
- [Hel99] R. Heller, T. Schneider: in *IEEE Transaction on Applied Superconductivity*, Bd. 9, (S. 511) (1999)
- [Img95] *Image Pro Plus*, Media Cybernetics, Silverspring / Maryland, USA (1995)
- [Kan98] D. D. von Kanson: *Superconductor & Cryoelectronics*, Bd. 11(3) (1998)
- [Kim65] Y. B. Kim, C. F. Hempstead, A. R. Strnad: *Phys. Rev.*, Bd. 139(4a):S. 1163 (1965)
- [Kim96] R. Kimmich: *Hochauflösende Messung der E(I)-Charakteristik technischer NbTi-Supraleiter*, Diplomarbeit, Universität Karlsruhe (1996), unveröffentlicht
- [Kim99a] R. Kimmich, P. Lee: *Microstructure of Commercial Nb<sub>3</sub>Sn-Composites* (1999), Forschungszentrum Karlsruhe, University of Wisconsin - Applied Superconductivity Center, unveröffentlicht

- [Kim99b] R. Kimmich, A. Rimikis, T. Schneider: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 9, (S. 1759) (1999)
- [Kom93] P. Komarek, W. Lehmann, T. Schneider, P. Turowski, G. Laukien, G. Roth: Nachrichten d. Kernforschungszentrums Karlsruhe, (2):S. 73, (1993)
- [Kom95] P. Komarek: *Hochstromanwendung der Supraleitung*, Teubner, Stuttgart (1995)
- [Kom99] P. Komarek: Nachrichten d. Forschungszentrums Karlsruhe, (4) (1999)
- [Kra73] E. J. Kramer: *J. Appl. Phys.*, Bd. 44(3):S. 1360 (1973)
- [Kun61] J. E. Kunzler, E. Buehler, F. S. L. Hsu, J. H. Wernick: *Phys. Rev. Lett.*, Bd. 6:S. 89 (1961)
- [Lab66] J. Labbé, J. Friedel: *J. Physique*, (S. 153) (1966)
- [Lan90] H. Landolt, R. Boernstein: in *Diffusion in solid metals and alloys*, Bd. 26, Springer, Berlin, Heidelberg, New York (1990)
- [Lar97] D. C. Larbalestier: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 7, (S. 90) (1997)
- [Lee97] P. J. Lee, J. R. Ruess, D. C. Larbalestier: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 7, (S. 1516) (1997)
- [Mac92] E. Macherauch: *Praktikum in Werkstoffkunde*, Vieweg, Braunschweig, zehnte Aufl. (1992)
- [Mat54] B. T. Matthias, T. H. Geballe, S. Geller, E. Corenzwit: *Phys. Rev.*, Bd. 95:S. 1435 (1954)
- [Miy99] T. Miyazaki, Y. Murakami, M. Shimada, K. Itoh, T. Kioyoshi, K. Inoue, H. Wada: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 9, (S. 2505) (1999)
- [Mon97] D. B. Montgomery: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 7, (S. 134) (1997)
- [Obs99] B. Obst: *REM-Aufnahmen reagierter Filamentflächen*, Forschungszentrum Karlsruhe, Persönliche Mitteilung (1999)
- [Pre94] W. H. Press: *Numerical Recipes in FORTRAN*, Cambridge University Press, Cambridge, zweite Aufl. (1994)
- [Pri80] N. Prinz, H. Wever: *Phys. Stat. Sol. (a)*, Bd. 61:S. 505 (1980)
- [Rei77] L. Reimer, G. Pfefferkorn: *Raster-Elektronenmikroskopie*, Springer, Berlin, Heidelberg, New York (1977)

- [Rim99] A. Rimikis, R. Kimmich, T. Schneider: in *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Bd. 9, (S. 1755) (1999)
- [Rim00] A. Rimikis, R. Kimmich, T. Schneider: in *IEEE Transaction on Applied Superconductivity*, Bd. 10, (S. 1239) (2000), erscheint demnächst
- [Sav64] A. Savitzky, M. J. E. Golay: *Analy. Chem.*, Bd. 36:S. 1627 (1964)
- [Sca75] R. M. Scanlan, W. A. Fietz, E. F. Koch: *J. Appl. Phys.*, Bd. 46(5) (1975)
- [Sch78] W. Schelb: *Zusammenhang zwischen Reaktionsbedingungen, Kornstruktur und Pinningverhalten bei filamentarisierten Nb<sub>3</sub>Sn-Supraleitern*, Wissenschaftl. Ber. KfK 2711, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1978)
- [Sch81] W. Schauer, W. Schelb: in *IEEE Transactions on Magnetics*, Bd. MAG-17 (1981)
- [Sch90] T. Schneider: *Meß- und Auswertprogramm für E(I)-Kurven*, Kernforschungszentrum Karlsruhe, unveröffentlicht (1990)
- [Sch94] T. Schneider, P. Turowski: in *IEEE Transactions on Magnetics*, Bd. 30, (S. 2391) (1994)
- [Sha76] B. J. Shaw: *J. Appl. Phys.*, Bd. 47(5) (1976)
- [Sue81] M. Suenaga: in S. Foner, B. B. Schwartz (Hg.), *Superconductor Material Science: Metallurgy, Fabrication and Applications*, Plenum Press, New York (1981)
- [Thö91] M. Thöner, H. Krauth, A. Szulczyk, K. Heine, M. Kemper: in *IEEE Transactions on Magnetics*, Bd. MAG-27, (S. 2027) (1991)
- [Tur89] P. Turowski, T. Schneider: *Physica B*, Bd. 155:S. 87 (1989)
- [War86] W. H. Warnes, D. C. Larbalestier: *Cryogenics*, Bd. 26(12):S. 643 (1986)
- [War88] W. H. Warnes: *J. Appl. Phys.*, Bd. 63(5):S. 1651 (1988)
- [Wee66] W. T. Weeks: *J. ACM*, Bd. 13:S. 419 (1966)
- [Wil83] M. N. Wilson: *Superconducting Magnets*, Clarendon Press, Oxford (1983)
- [Wu83] I. W. Wu: *J. Appl. Phys.*, Bd. 54(12):S. 7139 (1983)
- [Zer81] G. Zerweck: *J. Low Temp. Phys.*, Bd. 42(1) (1981)
- [Zie84] O. C. Zienkiewicz: *Methode der finiten Elemente*, Carl Hanser Verlag, München, Wien, zweite Aufl. (1984)