

KfK 3016
August 1980

**Ausheilverhalten der
kritischen Stromdichte
und der supraleitenden
Parameter T_c , κ und H_{c2}
in neutronenbestrahlten
 V_3Si -Einkristallen**

T. Reichert
Institut für Technische Physik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Technische Physik

KfK 3016

Ausheilverhalten der kritischen Stromdichte und der supra-
leitenden Parameter T_c , κ und H_{c2} in neutronenbestrahlten
 V_3Si -Einkristallen ⁺⁾

(Annealing behaviour of the critical current density and
the superconducting parameters T_c , κ and H_{c2} in neutron-
irradiated V_3Si single crystals)

T. Reichert

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

⁺⁾ Von der Fakultät für Physik der Universität Karlsruhe
genehmigte Diplomarbeit

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

Nach Bestrahlung mit einer schnellen Neutronendosis von $1.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) bei einer Reaktortemperatur von 240°C wird in einem isochron geführten Experiment die Variation der kritischen Stromdichte j_c , der Sprungtemperatur T_c , des oberen kritischen Feldes H_{c2} und des Ginzburg-Landau Parameters κ mit der Ausheilungstemperatur bestimmt. T_c und j_c zeigen ein voneinander unabhängiges Ausheilverhalten. Im Vergleich zu Experimenten mit tieferen Bestrahlungstemperaturen wird die 1. Ausheilstufe von T_c nicht beobachtet. Es wird ein Modell für die Entstehung der Defektstruktur bei der Bestrahlung und ihre Veränderung beim Ausheilen vorgeschlagen, das die Variation aller angegebenen supraleitenden Größen mit Neutronendosis und Ausheilungstemperatur beschreibt. Das bei höherer und tieferer Bestrahlungstemperatur zu erwartende Verhalten wird diskutiert. Die Bestimmung der H_{c2} - und κ -Variation ermöglicht die Untersuchung des Einflusses dieser Größen auf j_c .

Abstract

After fast-neutron irradiation at an ambient reactor temperature of 240°C up to a dose of $1.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) the variation of the critical current density j_c , the critical temperature T_c , the upper critical field H_{c2} and the Ginzburg-Landau parameter κ with annealing temperature is determined in an isochronal experiment. T_c and j_c exhibit an independent annealing behaviour. In comparison with experiments at lower irradiation temperatures the first annealing stage of T_c is not observed. A model for the formation of the defect structure during irradiation and the changes of the defect structure during annealing is proposed which describes the variation with neutron dose and annealing temperature of all superconducting parameters mentioned above. The expected behaviour for higher and lower irradiation temperatures is discussed. Having determined the variation of H_{c2} and κ we are able to investigate the influence of these parameters on j_c .

Inhaltsverzeichnis

| | <u>Seite</u> |
|--|--------------|
| <u>1. Einleitung</u> | 1 |
| <u>2. Abhängigkeit der supraleitenden Größen von der Defektstruktur</u> | |
| 2.1 Sprungtemperatur, Ginzburg-Landau Parameter und oberes kritisches Feld | 3 |
| 2.2 Volumenhaftkraft | 6 |
| <u>3. Ergebnisse der Bestrahlungsexperimente</u> | 17 |
| <u>4. Experimentelles</u> | |
| 4.1 Isochrone Ausheilung | 22 |
| 4.2 Induktive Messung von $j_c(r)$, T_c und H_{c2} | 22 |
| 4.3 Resistive Messung von RRR und T_c | 30 |
| <u>5. Mikroskopische Modelle</u> | |
| 5.1 Bestrahlung mit hochenergetischen Neutronen | 31 |
| 5.2 Absenkung der Sprungtemperatur bei Bestrahlung | 35 |
| 5.3 Ausheilverhalten der Sprungtemperatur | 37 |
| <u>6. Meßergebnisse und Diskussion</u> | |
| 6.1 Sprungtemperatur und Übergangsbreite | 40 |
| 6.2 Volumenhaftkraft | 53 |
| 6.3 Restwiderstandsverhältnis und Ginzburg-Landau Parameter | 61 |
| 6.4 Oberes kritisches Feld | 66 |
| <u>7. Zusammenfassung</u> | 70 |
| <u>Anhang</u> | |
| A1. Berechnung des Ginzburg-Landau Parameters | 72 |
| A2. Vergleich zwischen resistiver und induktiver Messung der Sprungtemperatur | 75 |
| <u>Literaturverzeichnis</u> | 77 |

1. Einleitung

Die quantitative Abhängigkeit der supraleitenden Größen von den Festkörpereigenschaften in Supraleitern mit A15-Kristallstruktur ist grundsätzlich noch weitgehend unverstanden. Wie sich die Eigenschaften dieser intermetallischen Verbindungen unter Bestrahlung ändern und welchen Einfluß diese Änderungen auf die Supraleitung haben, ist von großer technischer Bedeutung für die Anwendung von A15-Supraleitern, z.B. im Magnetsystemen zukünftiger Fusionsreaktoren. Während die nach einer Bestrahlung primär entstehenden Defekte gut bekannt sind (5.1), ist es bisher nicht möglich, den Einfluß der Beweglichkeit der primären Defekte auf die Defektstruktur nach einer Bestrahlung bei Reaktortemperatur vorherzusagen. Man weiß außerdem nicht, wie bestimmte Defektstrukturen die supraleitenden Größen beeinflussen. Lediglich für die Defekte, die die Übergangstemperatur T_c verändern, gibt es Modellvorstellungen (5.2, 5.3). Die Abhängigkeit der kritischen Stromdichte ist schwierig zu untersuchen. Die Wechselwirkung zwischen Flußliniengitter und Kristalldefekten ist komplex und wird von den anderen supraleitenden Größen beeinflusst. Nur einfache Defektstrukturen ermöglichen die Unterscheidung der Einflüsse.

Zur experimentellen Untersuchung dieser Probleme ist V_3Si besonders geeignet. Seine supraleitenden kritischen Daten sind mit den höchsten an A15-Supraleitern gemessenen vergleichbar. V_3Si läßt sich jedoch im Gegensatz zu anderen technisch interessanten A15-Verbindungen in Massivproben mit sehr wenigen Defekten herstellen. Zur Präparation eines Modellsystems mit einfacher Defektstruktur sind in einem vorangegangenen Experiment $\{1\}V_3Si$ -Einkristalle bei Reaktortemperatur mit schnellen Neutronen bestrahlt worden. Die Bestimmung der Dosisabhängigkeit der kritischen Stromdichte und der supraleitenden Parameter T_c , H_{c2} und κ und die Charakterisierung der Defektstruktur durch Transmissions-Elektronenmikroskopie liefert Erkenntnisse über die Abhängigkeit

der kritischen Stromdichte von der Defektstruktur. Ein Sättigungsverhalten der kritischen Stromdichte bei hohen Dosen deutet sich an. Im Anschluß an das Bestrahlungsexperiment wird in dieser Arbeit die Probe mit der höchsten Dosis isochron ausgeheilt, d.h. gleiche Zeitintervalle lang bei einer jeweils erhöhten Temperatur getempert, und die Variation der angegebenen Größen mit der Ausheiltemperatur untersucht. Die Abhängigkeiten dieser Größen werden in Kapitel 2 diskutiert. Im Kapitel 3 sind die Ergebnisse des vorangegangenen Experiments zusammengestellt, soweit sie zum Verständnis dieser Arbeit notwendig sind.

Aus den Modellvorstellungen für die primäre Defektstruktur kann man schließen, daß nach der Bestrahlung verschiedene Defekte vorliegen. Bei der Bestrahlung ist die Entstehung der einzelnen Defekte miteinander verknüpft und damit ihre Auswirkung auf die verschiedenen supraleitenden Größen schwer zu unterscheiden. Bei der isochronen Ausheilung werden die Defekte entsprechend ihren unterschiedlichen Aktivierungsenergien nacheinander beweglich. Damit wird ihr Einfluß unterscheidbar. Die gleichzeitige Messung verschiedener Größen ermöglicht dabei den kritischen Test des hier vorgeschlagenen Modells für die Defektstruktur nach der Bestrahlung und ihr Ausheilverhalten. Die Ergebnisse des vorangegangenen Experiments [1] deuten darauf hin, daß H_{c2} und κ von anderen Defekten beeinflußt werden als die kritische Stromdichte. Das unterschiedliche Ausheilverhalten der Defekte verursacht eine unabhängige Variation dieser Größen, die die Untersuchung des Einflusses von H_{c2} und κ auf die kritische Stromdichte ermöglicht. Damit kann geprüft werden, ob die Begrenzung der kritischen Stromdichte bei hohen Dosen auf eine Sättigung der Wechselwirkung des Flußliniengitters mit den Kristalldefekten zurückzuführen ist oder allein durch die Variation von H_{c2} und κ bedingt wird. Schließlich liefert die Kenntnis des Ausheilverhaltens der einzelnen Größen Hinweise darauf, wie sie durch die Bestrahlungstemperatur beeinflußt werden können.

2. Abhängigkeiten der supraleitenden Größen

2.1 Sprungtemperatur, Ginzburg-Landau-Parameter und oberes kritisches Feld

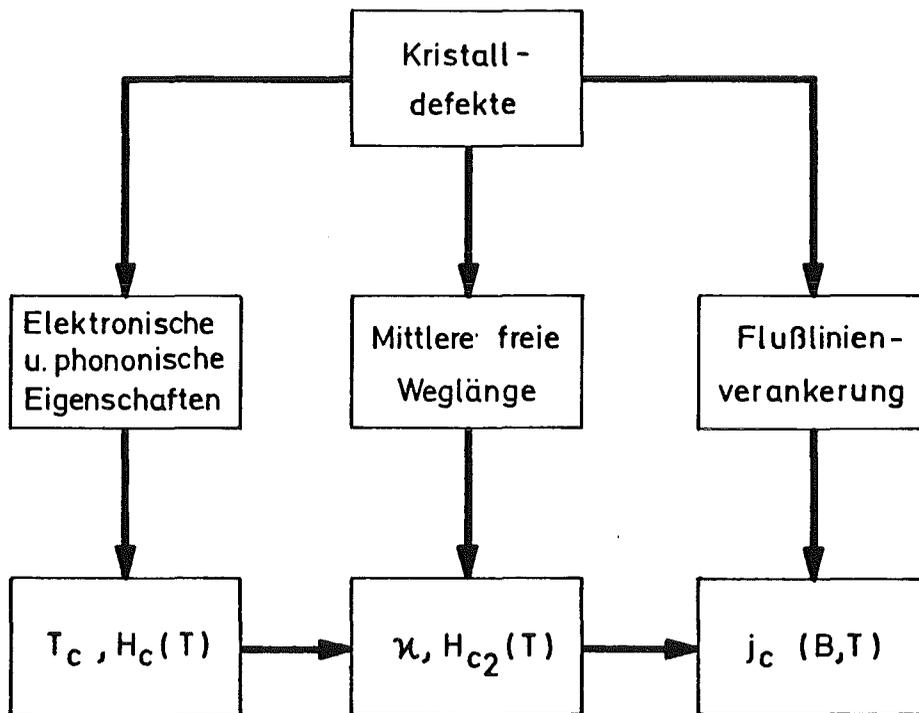
Die hier betrachteten Eigenschaften eines Typ-II-Supraleiters lassen sich nach ihrer Abhängigkeit von der Defektstruktur in 3 Gruppen einteilen (Abbildung 1). Die thermodynamischen Größen Sprungtemperatur T_C und kritisches Feld H_C gehören zur 1. Gruppe. T_C hängt ab von der Zustandsdichte an der Fermikante, zu der der elektronische Koeffizient der spezifischen Wärme γ proportional ist, vom Phononenspektrum und von der Elektron-Phonon-Wechselwirkung. Die Variation von T_C mit der Defektstruktur ist im wesentlichen auf Variationen dieser Eigenschaften zurückzuführen. Die Beeinflussung von T_C durch bestimmte Kristalldefekte in bestrahlten Proben ist ausführlich untersucht worden (5.2). H_C wird in der BCS-Theorie für den Fall der schwachen Elektron-Phonon-Wechselwirkung mit T_C verknüpft:

$$H_C(0) = 7.72 \cdot 10^{-4} \sqrt{\gamma} T_C \quad (1)$$

Es handelt sich um eine Dimensionsgleichung in MKSA-Einheiten. Die BCS-Theorie gibt auch eine Temperaturabhängigkeit für H_C an, die allerdings die tatsächliche Variation mit der Temperatur meist nur näherungsweise beschreibt:

$$H_C(T) = H_C(0) \cdot \left(1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^2\right) \quad (2)$$

Makroskopisch hinreichend homogene Proben weisen nur einen T_C -Wert auf. Variationen der Eigenschaften, die T_C bestimmen (siehe oben), sind die Ursache dafür, daß der Übergang von der Normal- in die Supraleitung auch in fast homogenen Proben in einem gewissen Temperaturbereich erfolgt. Inhomogenitäten der Probe bezüglich der T_C -bestimmenden Eigenschaften führen



Abhängigkeit der supraleitenden Eigenschaften eines Typ-II-Supraleiters von der Defektstruktur.

Abbildung 1

zu einer Aufweitung dieses Temperaturbereichs, wenn sie sich über Gebiete erstrecken, die mindestens die Ausdehnung der Kohärenzlänge haben. Die Übergangsbreite ΔT_c wird jeweils für eine bestimmte T_c -Meßmethode definiert und ihr Wert ist stark von dieser abhängig. Der unterschiedliche Einfluß der hier verwendeten Meßmethoden auf die Werte von T_c und ΔT_c wird im Anhang A2 diskutiert.

Die supraleitenden Eigenschaften in der zweiten Gruppe werden insofern von der Defektstruktur bestimmt, als sie von der mittleren freien Weglänge abhängen, die durch Kristalldefekte verringert wird. Es handelt sich um reversible Gleichgewichtseigenschaften. Der Ginzburg-Landau Parameter κ wird definiert aus Eindringtiefe λ und Kohärenzlänge ξ :

$$\kappa(T) = \frac{\lambda(T)}{\xi(T)} \quad (3)$$

Die Variation von κ mit der Temperatur ist gering und kann im Bereich nahe T_c vernachlässigt werden. Die Änderungen von κ mit der mittleren freien Weglänge, die umgekehrt proportional zum Restwiderstand ρ_0 ist, lassen sich phänomenologisch durch die Gorkov-Goodman-Beziehung (hier in MKSA-Einheiten) beschreiben:

$$\kappa = \kappa_0 + 2.4 \cdot 10^6 \sqrt{\gamma} \rho_0 \quad (4)$$

Der vom Restwiderstand unabhängige Anteil κ_0 gehört in die erste Gruppe. Die Beeinflussung von κ_0 durch die Defektstruktur in bestrahlten Proben wird in 6.3 diskutiert. Das obere kritische Feld H_{c2} ist durch κ und H_c gegeben und gehört damit ebenfalls in die zweite Gruppe:

$$H_{c2}(T) = \sqrt{2\kappa} H_c(T) \quad (5)$$

Die Gleichung ergibt sich aus der Lösung der Ginzburg-Landau Gleichungen nahe H_{c2} nach Abrikosov. Die Größen in der zweiten Gruppe werden also auch durch die Materialeigenschaften aus der ersten Gruppe bestimmt.

In die dritte Gruppe gehört die kritische Stromdichte j_c . Sie wird direkt von den Kristalldefekten bestimmt, d.h. von den lokalen Eigenschaftsänderungen des Kristalls. Es handelt sich um eine irreversible Nichtgleichgewichtseigenschaft, da die Flußliniendichte im Kristall unter der Wirkung von Kristalldefekten im allgemeinen stark vom thermodynamischen Gleichgewicht abweicht und von der Vorgeschichte von Feld und Temperatur abhängt. Außerdem gehen die Größen der ersten und zweiten Gruppe ein. Die komplexen Abhängigkeiten der kritischen Stromdichte werden üblicherweise anhand des Konzepts der Volumenhaftkraft diskutiert, das im nächsten Kapitel eingeführt wird.

2.2 Volumenhaftkraft

Schickt man durch einen Typ-II-Supraleiter in der Shubnikov-Phase einen Transportstrom, so erfahren die Flußlinien durch die Wechselwirkung der Ringströme mit dem Transportstrom eine Kraft, die sich als Lorentzkraft auf das Flußliniengitter $\vec{F}_L = \vec{B} \times \vec{j}$ beschreiben läßt. B ist die lokal gemittelte Flußliniendichte, j die lokale Stromdichte. Im idealen Kristall wird durch die Bewegung der Flußlinien beim Stromtransport Energie dissipiert. Bringt man in den Supraleiter Kristalldefekte ein, so wird die Energie der Flußlinie im allgemeinen davon abhängen, ob sie durch den Defekt oder in der Matrix verläuft. Die Flußlinie sieht ein Potential. Es ist eine endliche Kraft notwendig, um die Flußlinie gegenüber dem Potential zu bewegen. Man nennt den Kristalldefekt ein Haftzentrum und sagt, die Flußlinie ist an ihm verankert. Die maximale Kraft, die ein einzelnes Haftzentrum auf eine isolierte Flußlinie ausüben kann, wird als Einzelhaftkraft f_p bezeichnet. Die Einzelhaftkraft ist nicht direkt meßbar, da die aus der Stromdichte berechenbare Lorentzkraft die Wirkung des Transportstromes auf das Flußliniengitter als Ganzes beschreibt, nicht aber den Einfluß auf die einzelne Flußlinie. Es stellt sich ein Gradient der Flußliniendichte ein, der die Kraft zwischen den einzelnen Flußlinien überträgt.

Der Lorentzkraft wirkt die mittlere Kraft pro Volumeneinheit entgegen, mit der das Flußliniengitter verankert ist, die Volumenhaftkraft F_p . Die Summation der Einzelhaftkräfte zur Volumenhaftkraft erfolgt nur in wenigen Fällen einfach linear. Die kritische Stromdichte j_c wird durch den sogenannten kritischen Zustand bestimmt, in dem die Lorentzkraft gerade gleich der Volumenhaftkraft ist:

$$\vec{F}_p = \vec{B} \times \vec{j}_c \quad (6)$$

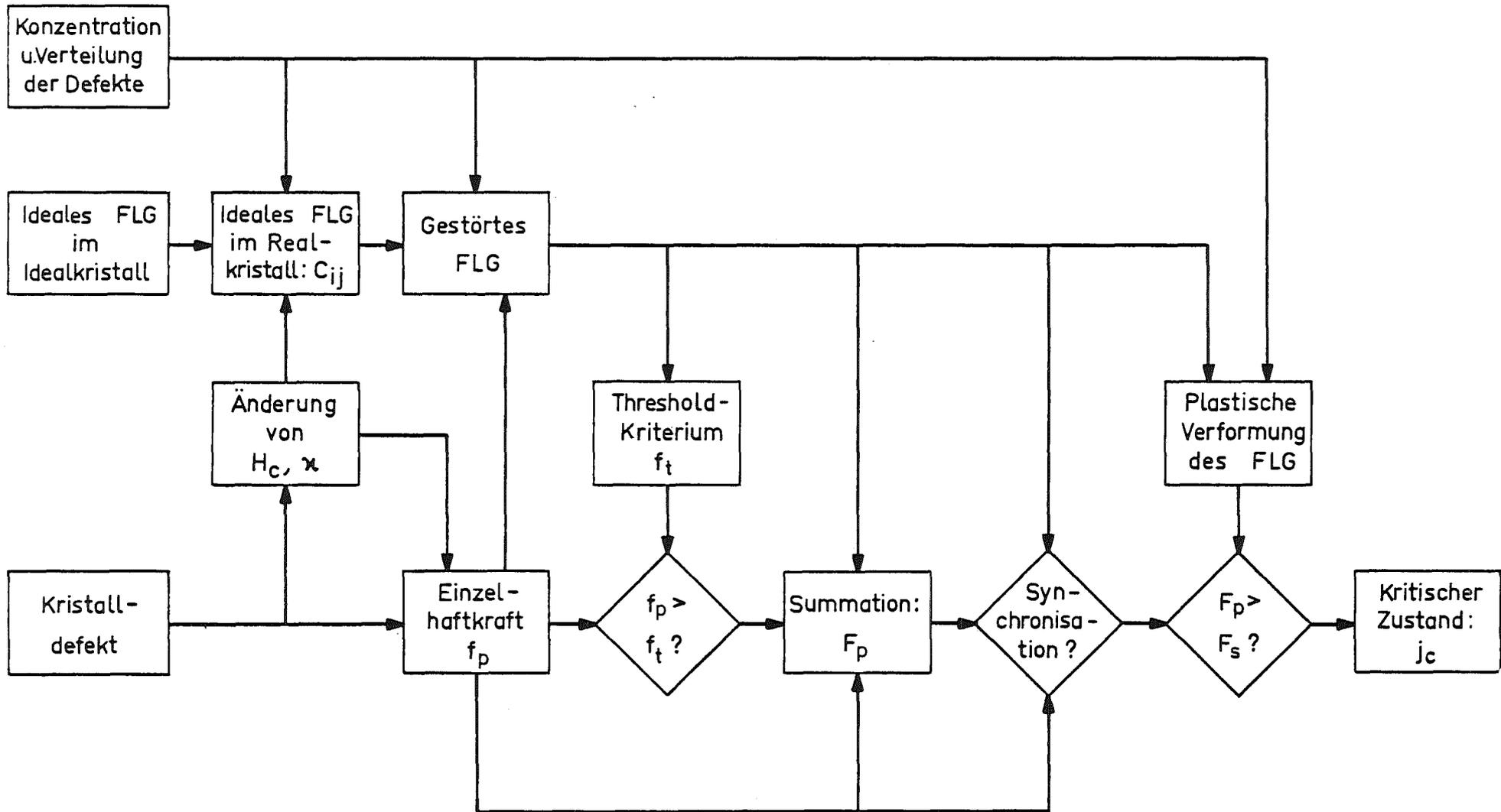
Bis zu diesem Zustand ist verlustfreier Stromtransport möglich. Das Modell vom kritischen Zustand versagt im Bereich nahe H_{c1} . Da sich dort nur wenige Flußlinien im Supraleiter befinden, ist die lokal gemittelte Flußliniendichte B nicht definiert.

Die im folgenden diskutierten Einflüsse auf die Volumenhaftkraft sind in Abbildung 2 zusammengestellt. Sie lassen sich nur an Modellsystemen untersuchen, die die folgenden Forderungen erfüllen. Statistische Verteilung der Haftzentren wird vorausgesetzt.

1. Es liegt nur eine Art von Haftzentren vor.
2. Es gibt einen dominierenden Wechselwirkungsmechanismus zwischen Flußlinie und Haftzentrum, für den die Einzelhaftkraft berechenbar ist.
3. Die Haftzentren üben annähernd gleich große Einzelhaftkräfte aus.
4. Die Konzentration und diejenigen Eigenschaften der Haftzentren, von denen die Einzelhaftkraft abhängt, können bestimmt werden.
5. Konzentration und Einzelhaftkraft lassen sich unabhängig voneinander variieren.

Sind die Punkte 1.-3. erfüllt, muß nur eine Einzelhaftkraft $f_p(B,T)$ berücksichtigt werden. Solche einfachen Systeme haben den zusätzlichen Vorteil, daß sich oft die Temperaturabhängigkeit von der Feldabhängigkeit separieren läßt (Scaling-Gesetz):

$$F_p(B,T) = k \cdot H_{c2}^n(T) \cdot f\left(b = \frac{B}{B_{c2}}\right), \quad k = \text{const.} \quad (7)$$



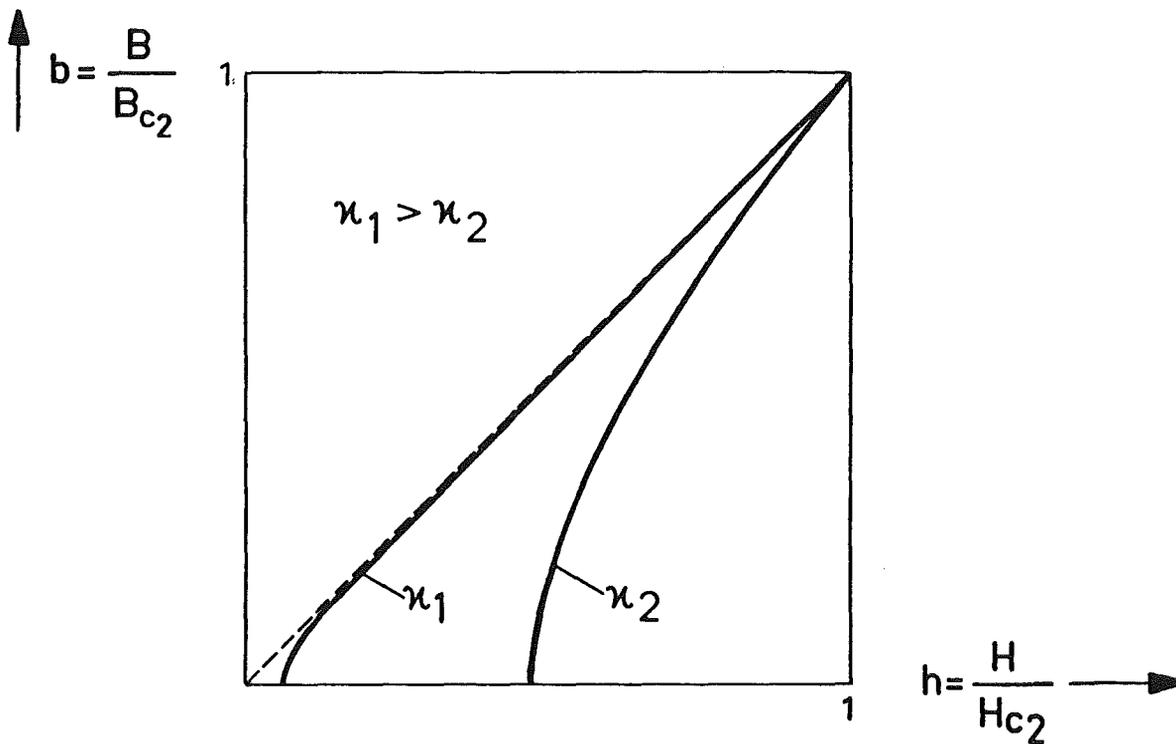
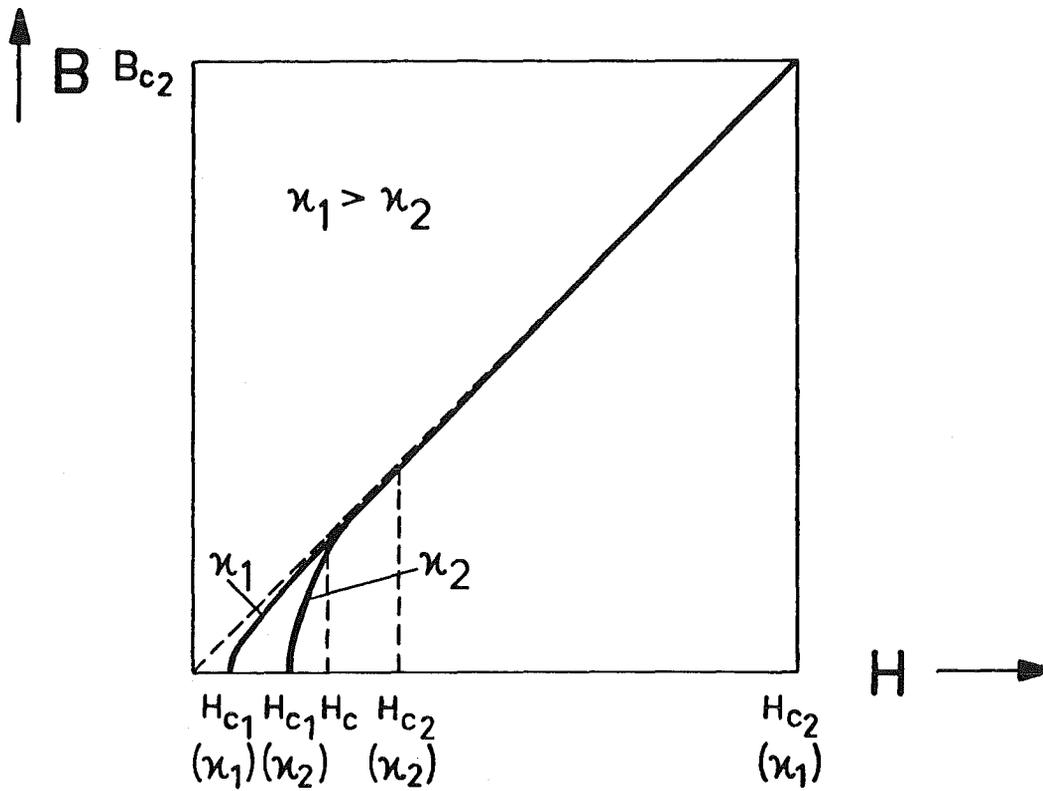
Einflüsse auf die Volumenhaftkraft

Abbildung 2

Der Exponent n ist für die Wechselwirkung zwischen Haftzentren und Flußliniengitter weit weniger charakteristisch als die Feldabhängigkeit $f(b)$. Punkt 4. stellt sicher, daß die Konzentration bestimmt und die Einzelhaftkraft berechnet werden kann. Gelingt es schließlich, Punkt 5. zu realisieren, kann man die Variation der Volumenhaftkraft mit Konzentration oder Einzelhaftkraft untersuchen.

Der Verankerung der Flußlinien an den Haftzentren wirkt die elastische Wechselwirkung der Flußlinien untereinander entgegen. Die Volumenhaftkraft wird deshalb nicht nur von den Einzelhaftkräften bestimmt, sondern auch von den elastischen Konstanten C_{ij} des Flußliniengitters (Abbildung 2). Auch die elastischen Konstanten sind nicht direkt meßbar. Man kann sie jedoch prinzipiell aus der reversiblen Magnetisierungskurve berechnen, die jedoch nur im Idealkristall ohne Defekte meßbar ist. Für Typ-II-Supraleiter mit hohem Ginzburg-Landau Parameter κ wie die A15-Materialien gilt jedoch, daß die reversible Magnetisierungskurve schon kurz oberhalb von H_{c1} eine Gerade ist (Abbildung 3). Deshalb lassen sich die elastischen Konstanten aus den supraleitenden Parametern H_{c2} und κ berechnen. Die elastischen Eigenschaften des Flußliniengitters sind also auch im Realkristall bekannt (Abbildung 2). Dagegen gilt für niedriges κ , daß die elastischen Konstanten des Flußliniengitters im Realkristall mit Haftzentren nicht bestimmbar sind. Die hoch- κ -Materialien haben den zusätzlichen Vorteil, daß man auch in Experimenten wie dem vorliegenden, bei denen das Magnetfeld parallel zur Probenoberfläche gerichtet ist, die Abschirmströme vernachlässigen kann und schon kurz oberhalb von H_{c1} $B \sim H$ gilt.

Auch die Einzelhaftkräfte sind für die meisten Defekte prinzipiell berechenbar. Die Feldabhängigkeiten von elastischen Konstanten und Einzelhaftkräften lassen sich jedoch nur in zwei Bereichen analytisch angeben: für $b \rightarrow 0$, wenn der Ordnungsparameter nur im Bereich der einzelnen Flußlinien abgesenkt ist, und für $b \rightarrow 1$, wenn der maximale Ordnungsparameter zwischen den

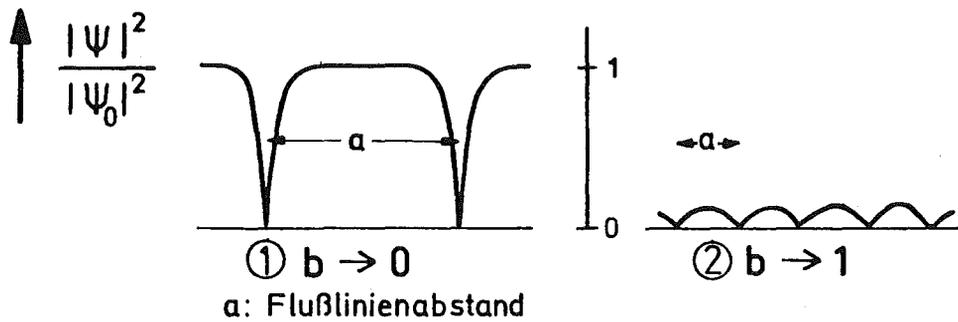


Reversible Magnetisierungskurve von Typ-II-Supraleitern mit hohem und mit niedrigem Ginzburg-Landau Parameter

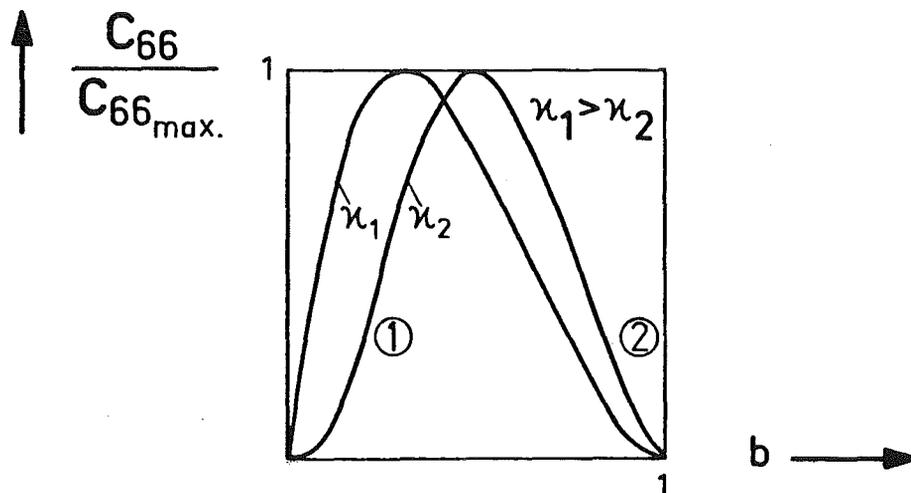
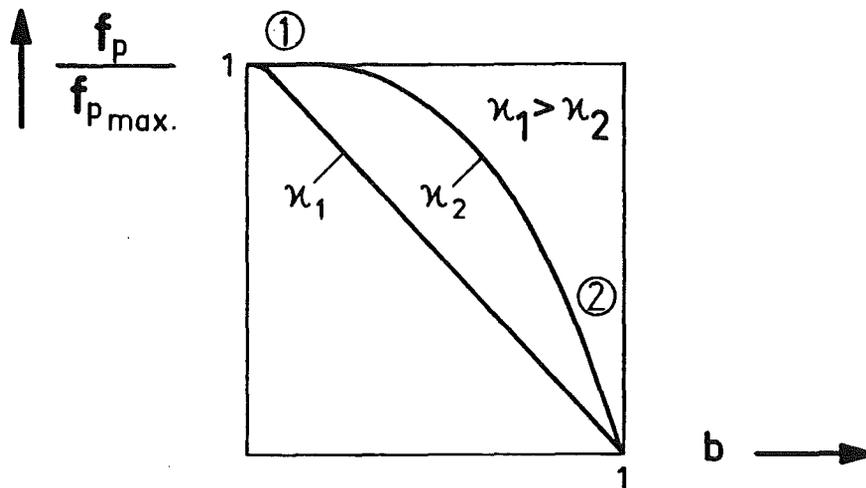
Abbildung 3

Flußlinien nach Abrikosov mit $(1-b)$ variiert (Abbildung 4a). Für niedrige Flußliniendichten sind die Einzelhaftkräfte konstant. Bei hohen Flußliniendichten variieren der Verkippsmodul des Flußliniengitters [2] und die meisten Einzelhaftkräfte [3] mit $(1-b)$, der Kompressions- und der Schermodul [4, 5] mit $(1-b)^2$. Bei mittleren Flußliniendichten sind die Abhängigkeiten nicht analytisch. Mit zunehmendem Ginzburg-Landau Parameter κ verschiebt sich der zweite analytische Bereich zu kleineren Flußliniendichten [6]. In hoch- κ -Materialien wie den A15-Verbindungen lassen sich deshalb Einzelhaftkräfte und elastische Konstanten für alle nicht zu kleinen Flußliniendichten durch die analytischen Formeln für $b \rightarrow 1$ angeben (Abbildung 4b).

Für viele Systeme lassen sich die Wirkungen der einzelnen Haftzentren zur Volumenhaftkraft summieren, es gilt: $F_p \sim N$. Wenn man die elastische Wechselwirkung der Flußlinien untereinander vernachlässigt, erhält man als oberste Grenze für die Volumenhaftkraft die direkte Summation: $F_p = Nf_p$. Die elastischen Kräfte des Flußliniengitters reduzieren die Volumenhaftkraft besonders für schwache Einzelhaftkräfte unter diesen Wert (Abbildung 2). Nach Labusch [7] gilt das Threshold-Kriterium: Liegt die Einzelhaftkraft f_p im Verhältnis zur elastischen Kraft unter einem gewissen Wert f_t (Threshold), ist die Volumenhaftkraft Null. Nach dem Modell von Campbell [8] nimmt die Volumenhaftkraft mit zunehmender Einzelhaftkraft oberhalb des Thresholds zunächst sehr steil zu und mündet für große Einzelhaftkräfte in die direkte Summation (Abbildung 5a). Die meisten Einzelhaftkräfte liegen weit unter dem für das ideale Flußliniengitter berechneten theoretischen Threshold und verursachen trotzdem eine endliche Volumenhaftkraft. Kramer [9] findet beim Vergleich verschiedener Arbeiten am niedrig- κ -Supraleiter Nb einen Anstieg der Volumenhaftkraft mit zunehmender Einzelhaftkraft bis zur direkten Proportionalität, der jedoch über einen wesentlich größeren Bereich der Einzelhaftkraft erfolgt als bei Campbell (Abbildung 5b). Herring [10] hat mit der Dekora-

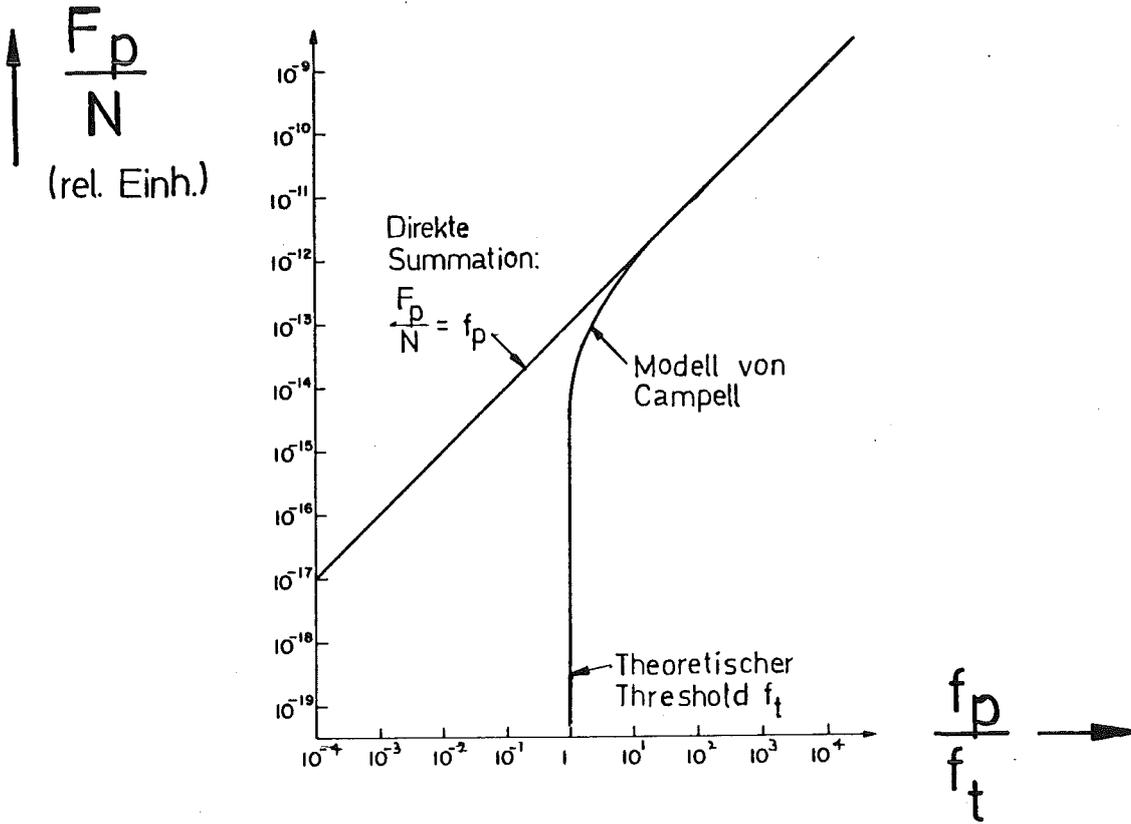


a) Bereiche der analytischen Feldabhängigkeit von Einzelhaftkräften und elastischen Konstanten des Flußliniengitters.

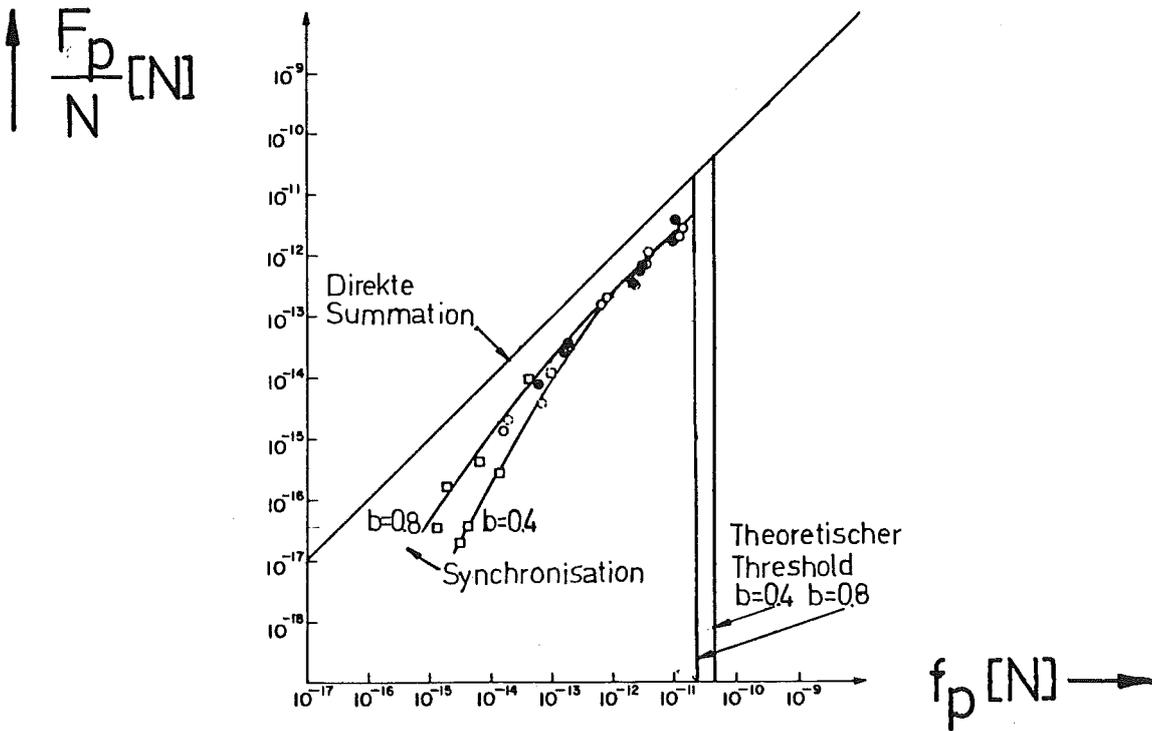


b) Feldabhängigkeiten der Einzelhaftkraft f_p und des Schermoduls des Flußliniengitters C_{66} für hohen und niedrigen Ginzburg-Landau Parameter κ .

Abbildung 4



a) Modell von Campbell



b) Experimentelle Arbeiten am niedrig- κ -Supraleiter Nb
 Variation der Volumenhaftkraft pro Haftzentrum $\frac{F_p}{N}$ mit der Einzelhaftkraft f_p (Kramer [9]).

Abbildung 5

tionstechnik gezeigt, daß das Flußliniengitter durch Haftzentren drastisch gestört wird. Nach Evetts [11] wird durch Versetzungen im Flußliniengitter der Threshold reduziert. Nach dem Modell von Larkin und Ovchinnikov [12] ergibt sich eine von Null verschiedene Volumenhaftkraft dadurch, daß die Einzelhaftkräfte unterhalb des Thresholds jeweils in einem gewissen Volumen des Flußliniengitters kollektiv wirken. Nach Kramer [9] führen die Flußlinienversetzungen zu einer lokalen Variation des Thresholds und verursachen so den weniger steilen Übergang zur direkten Summation mit steigender Einzelhaftkraft.

Für mittlere Konzentrationen von Haftzentren mit schwachen Einzelhaftkräften wird ein deutlicher Anstieg der kritischen Stromdichte kurz unterhalb von H_{c2} beobachtet, ehe sie bei H_{c2} gegen Null geht (Peak-Effekt). Diese Feldabhängigkeit der kritischen Stromdichte entspricht einem Maximum der Volumenhaftkraft bei hohen Flußliniendichten. Der Anstieg bis zum Maximum entspricht in vielen Fällen einer allmählichen Steigerung der Volumenhaftkraft bis zur direkten Summation (Abbildung 5b), also bis alle Haftzentren mit ihrer Einzelhaftkraft zur Volumenhaftkraft beitragen (Synchronisation, Abbildung 2). Ursache dafür ist, daß die elastischen Kräfte des Flußliniengitters, soweit sie durch Kompressions- oder Schermodul bestimmt werden, für $b \rightarrow 1$ schneller gegen Null gehen als die Einzelhaftkräfte (vgl. oben). Nach Campbell und Evetts [13] nimmt deshalb die elastische Verformung des Flußliniengitters durch die Lorentzkraft zu, so daß die Flußlinien schließlich Positionen erreichen können, in denen sie optimal verankert sind. Nach Kramer [9] überschreiten für steigende Flußliniendichten immer mehr Einzelhaftkräfte den durch Flußlinienversetzungen lokal unterschiedlich reduzierten Threshold, der im wesentlichen mit dem Schermodul variiert, und tragen zur Volumenhaftkraft bei. Ein anderer Mechanismus für den Anstieg der Volumenhaftkraft wird von Küpfer und Manuel [1] vorgeschlagen (vgl. Kapitel 3).

Der Abfall der Volumenhaftkraft setzt nach Campbell und Evetts [13] ein, wenn die Synchronisation abgeschlossen ist und alle Haftzentren mit ihrer Einzelhaftkraft wirksam sind. Nach dieser Vorstellung ist die Volumenhaftkraft nach dem Maximum weiterhin proportional zur Konzentration und variiert außerdem wie die Einzelhaftkraft mit $(1-b)$. Im Gegensatz dazu entspricht nach dem Modell von Kramer [14] der Rückgang einer Sättigung der Lorentzkraft im kritischen Zustand, d.h. es gibt eine obere Grenze für die Lorentzkraft, die nicht durch eine stärkere Verankerung der Flußlinien überschritten werden kann. Die Sättigung ist dadurch bedingt, daß die Lorentzkraft so groß wird, daß sie das Flußliniengitter plastisch verformt (Abbildung 2). Die Lorentzkraft kann dann nicht mehr zwischen den einzelnen Flußlinien übertragen werden, die meist unterschiedlich stark verankert sind. Die kritische Kraft, die zur plastischen Verformung des Flußliniengitters führt, wird analog zur Elastizitätstheorie der Kristallgitter durch die elastischen Moduln bestimmt und hat deshalb deren Feldabhängigkeit. Die Sättigung setzt ein, wenn die Volumenhaftkraft diese kritische Kraft wegen der anderen Feldabhängigkeit der Einzelhaftkraft bei einer bestimmten Flußliniendichte überschreitet. Eine stärkere Verankerung der Flußlinien durch Erhöhung von Konzentration oder Einzelhaftkraft führt dazu, daß die Sättigung bei einer kleineren Flußliniendichte erreicht wird. Damit kann das Verschwinden des Peaks in der kritischen Stromdichte bei höheren Haftzentrenkonzentrationen erklärt werden. In diesem Modell wird die Lorentzkraft im kritischen Zustand nach dem Maximum vor allem durch die elastischen Eigenschaften des Flußliniengitters bestimmt. Man spricht trotzdem von der Volumenhaftkraft. Sie variiert in diesem Bereich im wesentlichen wie die elastischen Konstanten mit $(1-b)^2$ und ist keine Funktion von Konzentration oder Einzelhaftkraft. Kramer [14] hat die Volumenhaftkraft F_s in diesem Bereich für den Fall linienförmiger Verankerung berechnet und damit experimentelle Ergebnisse am

Nb₃Sn mit Flußlinienverankerung an Korngrenzen quantitativ beschreiben:

$$F_s(B,T) = k \cdot \frac{H_{c2}^{5/2}}{\kappa^2} \cdot b^{1/2} (1-b)^2, \quad k=\text{const.} \quad (8)$$

Auch in diesem Fall gilt also ein Scaling-Gesetz. K pfer et al. [15] haben gezeigt, da  das S ttigungsverhalten der Volumenhaftkraft f r verschiedene Arten von Haftzentren unterschiedlich ist.

In A15-Supraleitern beeinflussen Kristalldefekte nicht nur als Haftzentren die kritische Stromdichte, sondern sie bewirken auch starke  nderung anderer Gr o en der Supraleitung wie H_c und κ bzw. H_{c2} und κ (2.1). Ursache daf r ist, da  die Defekte die komplexe  rdnung der A15-Kristallstruktur empfindlich st ren. Da die Einzelhaftkr fte und die elastischen Konstanten des Flu liniengitters Funktionen dieser Gr o en sind, wird die Abh ngigkeit der Volumenhaftkraft von Feld und Temperatur auch von ihnen bestimmt (Abbildung 2):

$$F_p = f(f_p, N, H_c, \kappa, B, T)$$

Will man die Variation der Volumenhaftkraft mit den Eigenschaften der Haftzentren untersuchen, mu  man den Einflu  von H_c und κ abseparieren. Au er der Variation der kritischen Stromdichte mu  also auch die Variation dieser Gr o en bestimmt werden. Da Einzelhaftkraft und elastische Konstanten auf komplizierte Weise in die Volumenhaftkraft eingehen, kann man den Einflu  von H_c und κ nicht allgemein angeben. M glichkeiten zur n herungsweise Ber cksichtigung werden in 3. und 6.2 aufgezeigt.

3. Ergebnisse der Bestrahlungsexperimente

Die Bestrahlung der V_3Si -Einkristalle mit schnellen Neutronen erfolgte bei 240°C Reaktortemperatur am Forschungsreaktor 2 in Karlsruhe. Die Dosis wurde bei einem Fluß von $1.2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ in 5 Schritten zwischen $1.7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ und $1.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) variiert. Folgendes Untersuchungsprogramm wurde durchgeführt:

- Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM)
- Messung: Sprungtemperatur $T_c(\phi)$
Oberes kritisches Feld $H_{c2}(T, \phi)$
Restwiderstandsverhältnis $RRR(\phi)$
radiale Abhängigkeit der
kritischen Stromdichte $j_c(B, T, \phi)$
- Berechnung: Ginzburg-Landau Parameter $\kappa(\phi)$

Die Variation von T_c , κ und H_{c2} bei Bestrahlung und Ausheilung wird im Rahmen der Erkenntnisse dieser Arbeit in 6.1, 6.3 und 6.4 untersucht. Die Ergebnisse der TEM-Aufnahmen und die Variation der Volumenhaftkraft in den bestrahlten Proben werden ausführlich von Küpfer und Manuel | 1 | diskutiert. Ihre Ergebnisse sind im folgenden kurz zusammengefaßt.

Im Transmissions-Elektronenmikroskop werden Versetzungsringe beobachtet. Die Konzentration ist der Dosis proportional, der mittlere Durchmesser von 17 nm von ihr unabhängig. Küpfer und Manuel machen die Versetzungsringe für die Flußlinienverankerung verantwortlich. Sie diskutieren den Einfluß von "disordered regions", die nach der Theorie von Pande (4.2) die T_c -Absenkung in bestrahlten A15-Supraleitern verursachen, und schließen sie als zusätzliche Haftzentren aus. Damit liegt ein Modellsystem vor: (Die Anforderungen an ein Modellsystem sind nach 2.2 nummeriert). Die einzigen Haftzentren sind Versetzungsringe /1/ mit schmaler Größenverteilung /3/. Die parestatische Wechselwirkung mit dem Flußliniengitter dominiert und man kann die Einzelhaftkraft nach Kramer |16| berechnen /2/. Die Konzentration

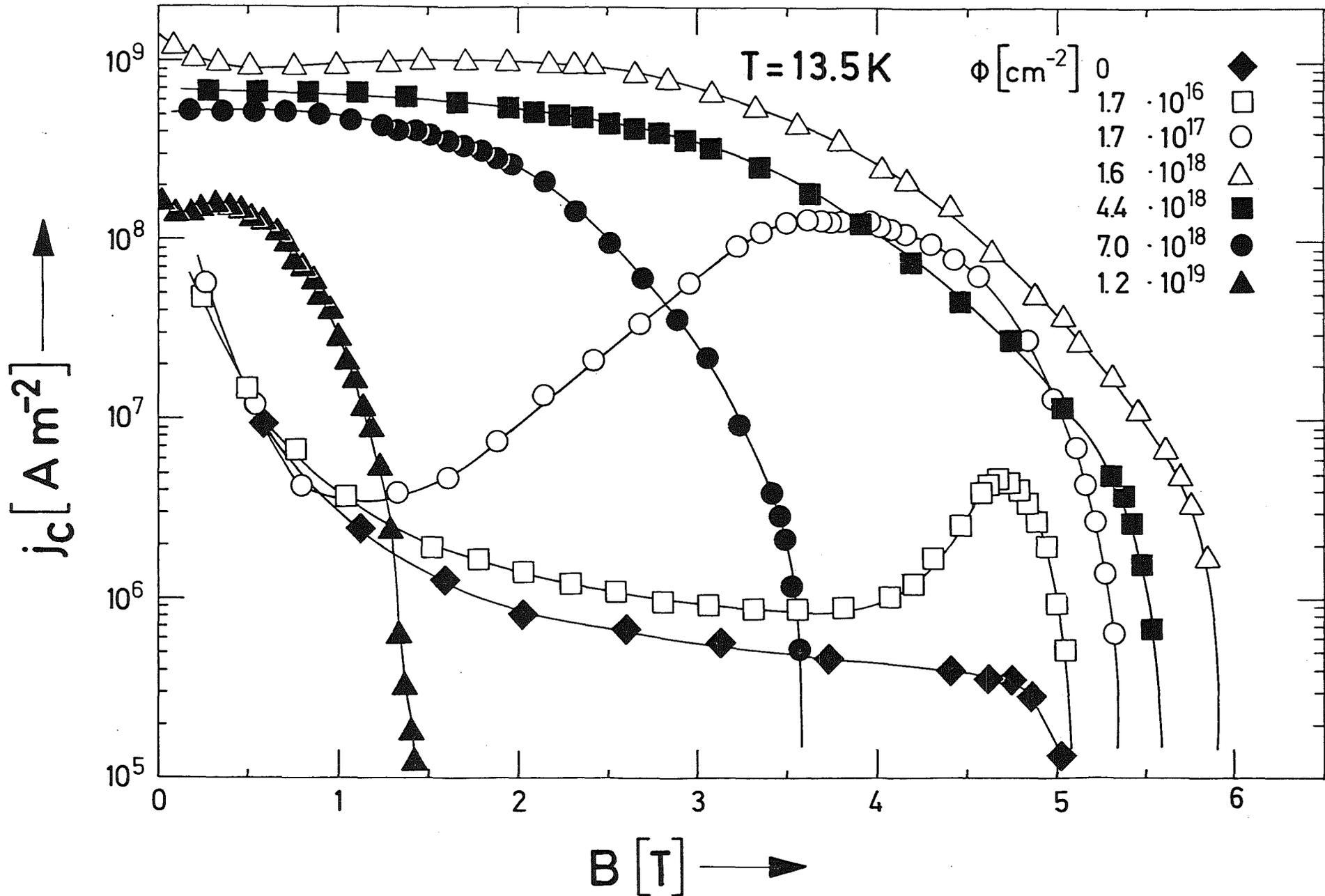
der Versetzungsringe läßt sich bei konstanter Größe durch die Neutronendosis variieren /5/ und im Elektronenmikroskop bestimmen /4/. Damit ist die Untersuchung der Konzentrationsabhängigkeit der Volumenhaftkraft möglich.

Die Ergebnisse der Messungen der kritischen Stromdichte bei $T = 13.5$ K sind in Abbildung 6 zusammengefaßt. In den beiden Proben mit den geringsten Dosen wird ein Peak-Effekt (2.2) beobachtet, der für höhere Dosen verschwindet. Der Vergleich der Kurven in Abbildung 6 ist wenig aussagekräftig, da κ und H_{c2} erheblich mit der Dosis variieren (6.3;6.4). Der Unterschied von H_{c2} ist deutlich zu erkennen. Die Volumenhaftkraft zeigt bei allen Dosen ein Temperatur-Scaling der Form:

$$F_p(B, T) = k \cdot H_{c2}^{5/2}(T) \cdot f(b) \quad (9)$$

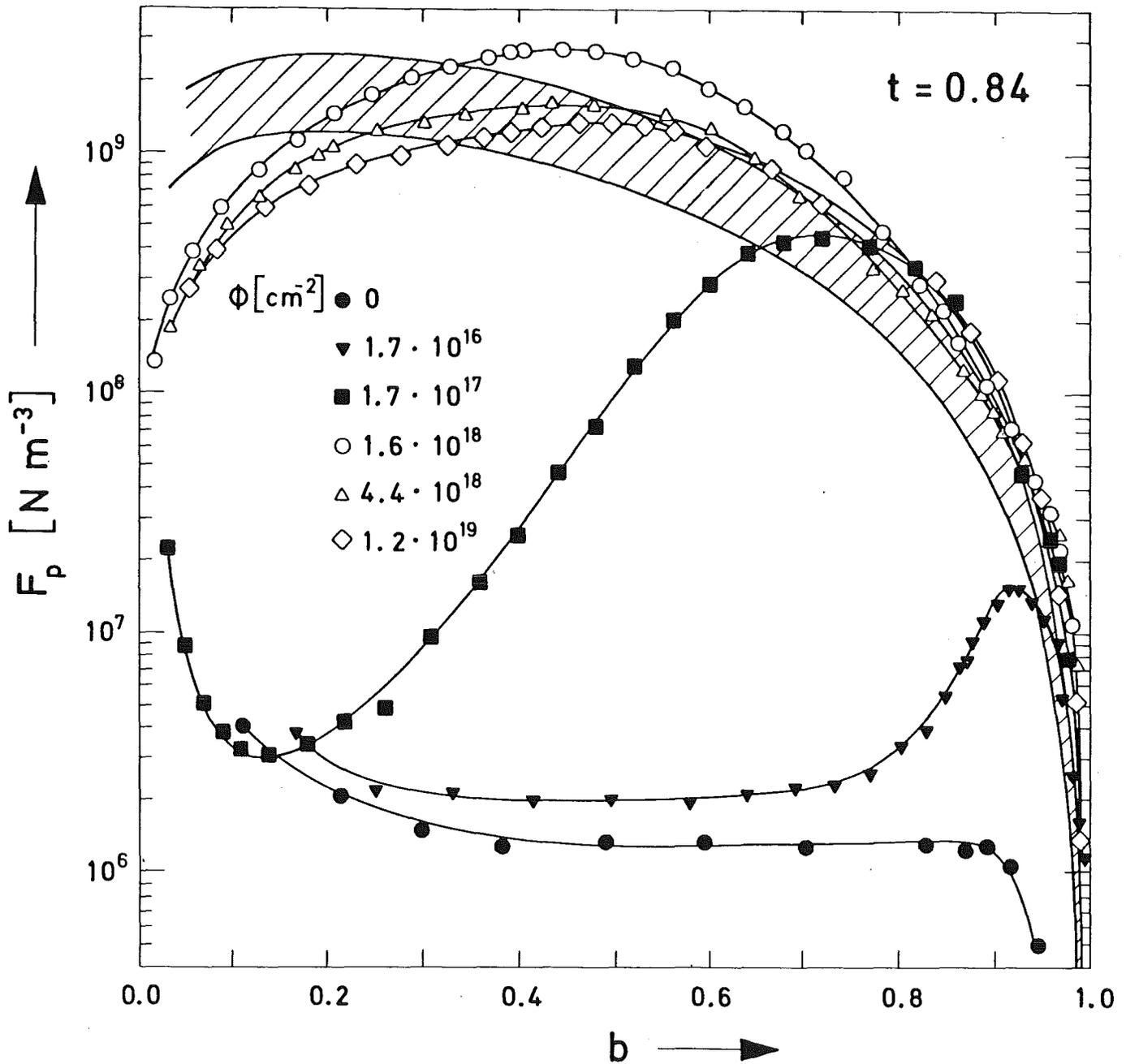
Das Scaling-Gesetz ermöglicht die näherungsweise Eliminierung des Einflusses von H_c . Bei konstanter Dosis ist $f(b)$ nur eine Funktion der Flußliniendichte $b \approx \frac{H}{H_{c2}}$ und beschreibt die Feldabhängigkeit für alle Temperaturen. Deshalb ist es sinnvoll, die Abhängigkeit der Volumenhaftkräfte von der Flußliniendichte für verschiedene Dosen bei konstanter reduzierter Temperatur $t = \frac{T}{T_c}$ zu vergleichen (Abbildung 7). Wenn sich T_c bzw. $H_c(0)$ und die elektronische spezifische Wärme γ nur wenig ändern, ist $H_c(t)$ annähernd konstant. Damit werden die Volumenhaftkräfte nur noch von der Konzentration an Versetzungsringen bestimmt, wenn man die Variation von κ vernachlässigt.

Dem Peak-Effekt der kritischen Stromdichte bei kleinen Neutronendosen entspricht ein Maximum der Volumenhaftkraft bei hohen Flußliniendichten (2.2). Für kleine Flußliniendichten entspricht die Volumenhaftkraft praktisch dem Untergrund vor der Bestrahlung und mit steigender Flußliniendichte erfolgt der Anstieg zum Maximum wesentlich steiler als dies bei einem Synchronisationsmechanismus zu erwarten wäre. Kupfer und



Variation der kritischen Stromdichte j_c bei $T = 13.5 \text{ K}$ mit der Neutronendosis ϕ (Küpper und Manuel [1])

Abbildung 6



Variation der Volumenhaftkraft F_p bei $t = \frac{T}{T_c} = 0.84$ mit der Neutronendosis ϕ (Küpfner und Manuel | 1 |) und Vergleich mit der Gleichung von Kramer |14|.

Abbildung 7

Manuel erklären dieses Verhalten damit, daß die Einzelhaftkräfte der Versetzungsringe bei einer bestimmten Flußliniendichte den durch Defekte im Flußliniengitter reduzierten Threshold überschreiten, was durch die unterschiedliche Feldabhängigkeit von Einzelhaftkräften und elastischen Konstanten ermöglicht wird (2.2). Die berechneten Einzelhaftkräfte liegen etwa um einen Faktor 200 unterhalb des theoretischen Thresholds. Mit zunehmender Dosis wird das Maximum der Volumenhaftkraft zu kleineren Flußliniendichten verschoben, da mit der Konzentration an Versetzungsringen im Kristall die Defektkonzentration im Flußliniengitter zunimmt. Dadurch wird der Threshold weiter reduziert, so daß ihn die Einzelhaftkräfte bei kleineren Flußliniendichten überschreiten.

Oberhalb des jeweiligen Maximums nimmt die Volumenhaftkraft mit zunehmender Konzentration nicht mehr zu, was auf ein Sättigungsverhalten hindeutet. Die konzentrationsunabhängige Volumenhaftkraft nach dem Maximum wird nur durch das Modell von Kramer (2.2) qualitativ beschrieben. Bei $\phi = 1.6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ erreicht die Volumenhaftkraft im gesamten Feldbereich ihren Maximalwert. Der Feldverlauf ändert sich ab dieser Dosis nicht mehr, das Maximum liegt bei etwa $b = 0.45$. Die Variation der Volumenhaftkraft in der Sättigung nach der Gleichung von Kramer (8) ist für die drei Proben ab dieser Dosis in Abbildung 7 schraffiert eingetragen. Quantitativ besteht eine Übereinstimmung nur für Flußdichten $b > 0.8$. Der Feldverlauf unterscheidet sich, Kramer sagt ein Maximum bei $b = 0.2$ voraus. Die Breite der schraffierten Zone deutet an, wie groß der Einfluß der vernachlässigten κ -Variation für die drei Proben mit den höchsten Dosen ist.

4. Experimentelles

4.1 Isochrone Ausheilung

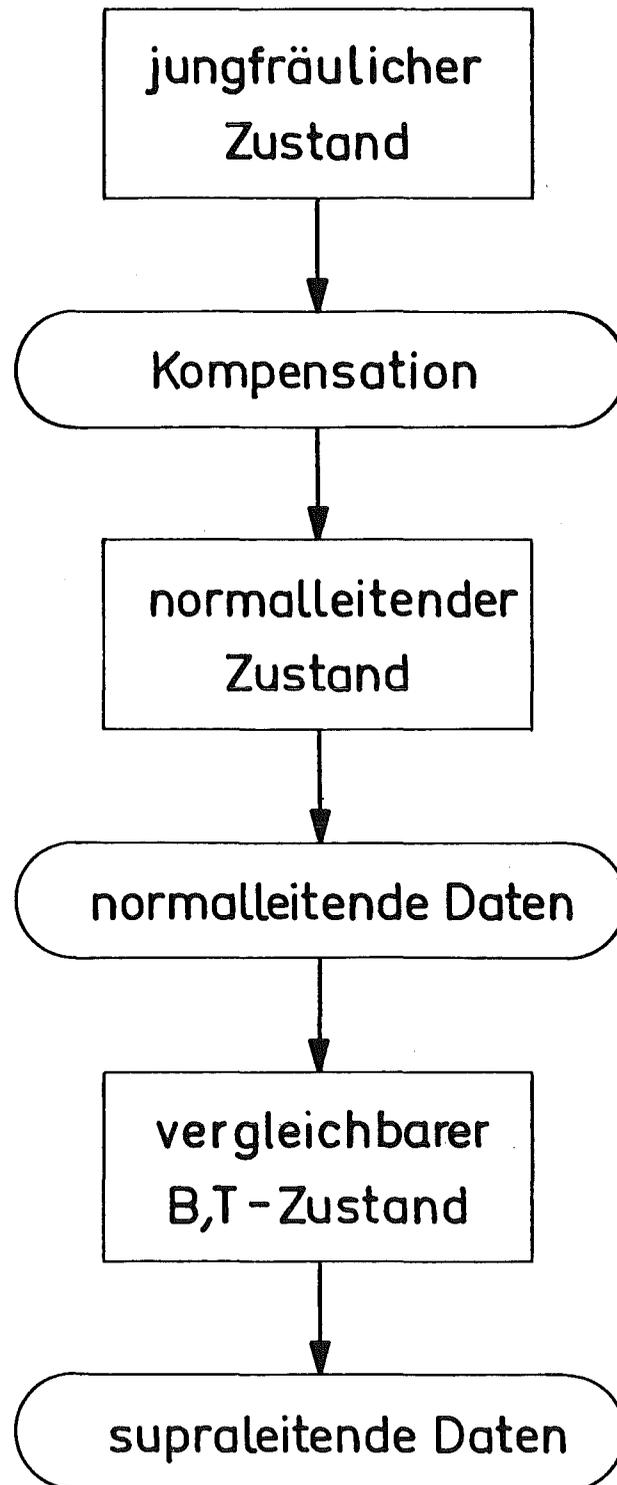
Der V_3Si -Einkristall, der im vorangegangenen Bestrahlungsexperiment die höchste Neutronendosis von $1,2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) gesehen hatte, wurde isochron getempert. Da während der Bestrahlung für etwa 100 Tage, also viel länger als die Dauer eines Temperintervalls (siehe unten), eine Temperatur von 240°C eingehalten wurde, konnte man eine Aktivierung von weiteren Kristalldefekten und damit eine Änderung der supraleitenden Eigenschaften erst bei deutlich höheren Ausheiltemperaturen erwarten. Deshalb wurden die Temperungen in 50°C -Schritten zwischen 380 und 730°C , sowie bei 830°C , 1030°C und 1330°C durchgeführt. Die Temperung erfolgte in einem evakuierbaren Ofen bei Restdrücken von etwa 10^{-6} Torr. Zur Temperaturmessung diente ein PtRh10/Pt-Thermoelement. Die Meßstelle befand sich im Ofenraum in unmittelbarer Nähe der Probe. Die Temperatur wurde 2 h lang auf $\pm 10^\circ\text{C}$ genau eingehalten. Diese Zeit wurde gewählt, um mit T_c -Messungen anderer Autoren vergleichen zu können (6.1). Die Aufheizzeit des Ofens betrug 25 min bis 600°C , 30 min bis 700°C und 45 min bis 800°C . Abgekühlt wurde durch Ausschalten der Heizung. Die Temperatur sank jeweils in etwa 25 min auf 37 % des Maximalwertes.

4.2 Induktive Messung von $j_c(r)$, T_c und H_{c2}

Die kritische Stromdichte j_c , die Sprungtemperatur T_c und das obere kritische Feld H_{c2} wurden mit einer Wechselfeldmeßmethode bestimmt. Ein Blockschaltbild zeigt Abbildung 8. Ein magnetisches Gleichfeld parallel zur Längsachse der zylindrischen Probe bringt diese in die Shubnikov-Phase. Dem Gleichfeld wird ein ebenfalls axiales sinusförmiges Wechselfeld überlagert, dessen Amplitude wesentlich kleiner als das Gleichfeld ist. Die Probe ist von einer Pick-up-Spule umgeben, in der die zeitliche Änderung des Flusses in der Probe und im Raum zwischen Probenoberfläche und mittlerem Spulenradius eine Spannung induziert. Der Anteil des Zwischenraums ist unabhängig vom Gleichfeld und wird durch Subtraktion des Signals aus dem Kompensationsystem, das aus Wechselfeld- und Pick-up-Spule ohne Probe besteht,

eliminiert. Um Temperaturkonstanz sicherzustellen, wird das Kompensationssystem im flüssigen Stickstoff betrieben. Induktive Messungen haben den Vorteil, daß dem Feld in der Probe nicht zusätzlich das Feld eines Transportstroms überlagert wird. Das kompensierte Signal aus der Pick-up-Spule wird auf 3 Arten analysiert. Einerseits wird wie bei einer konventionellen Suszeptibilitätsmessung der Mittelwert der Spannung mit einem Lock-in-Verstärker gemessen. Diese Anordnung dient zur T_c - und H_{c2} -Bestimmung und zur Kontrolle bei der j_c -Messung. Gleichzeitig wird die Wellenform des Pick-up Signals auf einem Oszillographen betrachtet und eine erste Beurteilung der Flußverteilung ermöglicht, wobei ein Waveform-Eductor einen Mittelwert des Signals über viele Perioden speichert und so den periodischen Anteil vom Rauschen trennt. Schließlich wird mit Hilfe eines Rechners (HP 9845A) und eines vom Rechner gesteuerten Digital-Voltmeters (HP3437A) der zeitliche Verlauf der Pick-up-Spannung in 180 Kanälen pro Periode ausgemessen. Nach einer von Rollins et al. [17] entwickelten Methode läßt sich aus der Analyse der Wellenform das nach dem Modell vom kritischen Zustand durch Änderungen des äußeren Feldes in der Probe aufgebaute Flußprofil $b(r)$ bis zur maximalen Eindringtiefe des Wechselfeldes berechnen. Die Steigung des Flußprofils $\frac{db}{dr}$ ist durch die kritische Stromdichte $j_c(r)$ in diesem Bereich gegeben. Weil auch die radiale Abhängigkeit der kritischen Stromdichte bestimmt wird, lassen sich mit dieser Methode Oberflächen- und Volumeneffekte unterscheiden. Die Berechnung des Flußprofils und der experimentelle Aufbau sind bei Kupfer [18, 19] beschrieben. Die Anordnung zur Wellenformanalyse mit dem Rechner und die Rechnerprogramme zur Steuerung und Auswertung wurden von Meier-Hirmer [20] entwickelt.

In Abbildung 9 ist der Ablauf einer Messung dargestellt. Zunächst wird die Probe in den sogenannten jungfräulichen Zustand gebracht, d.h. im Nullfeld von einer Temperatur oberhalb T_c auf die Meßtemperatur abgekühlt. Sie befindet sich dann im Meißner-Zustand und ist bis auf die Eindringtiefe flußfrei. Das Pick-up-Signal



Ablauf einer Messug von $j_c(r)$

Abbildung 9

wird nur von der Flußänderung im Zwischenraum zwischen Probe und Spule induziert. Dieser Anteil kann jetzt durch Subtraktion des Signals aus dem Kompensationssystem kompensiert werden. Dazu werden Amplitude und Phase des Kompensationssignals so abgeglichen, daß das vom Lock-in Verstärker gemessene Differenzsignal bezüglich Mittelwert und Phasendifferenz verschwindet. Die Temperatureinstellung erfolgt durch Vorgabe eines Sollwerts mittels einer Widerstandsdekade. Die Probe befindet sich in einem Heliumgas-Raum, der an flüssiges Helium angekoppelt ist. Eine Heizung wird durch eine Regelung [18] gesteuert, die in einer Wechselstrommeßbrücke einen Kohlewiderstand in unmittelbarer Probennähe mit dem Sollwert vergleicht. Im jungfräulichen Zustand erfolgt eine Eichung des Kohlewiderstands durch Absolutmessung der Temperatur mit einem geeichten Germaniumwiderstand. Die j_c - und H_{c2} -Messungen wurden stets bei $T = 13.5$ K durchgeführt (6.2). Bei dieser Temperatur konnten die höchsten H_{c2} -Werte im Bereich von 6 T mit dem zur Verfügung stehenden Magneten gerade noch erreicht werden.

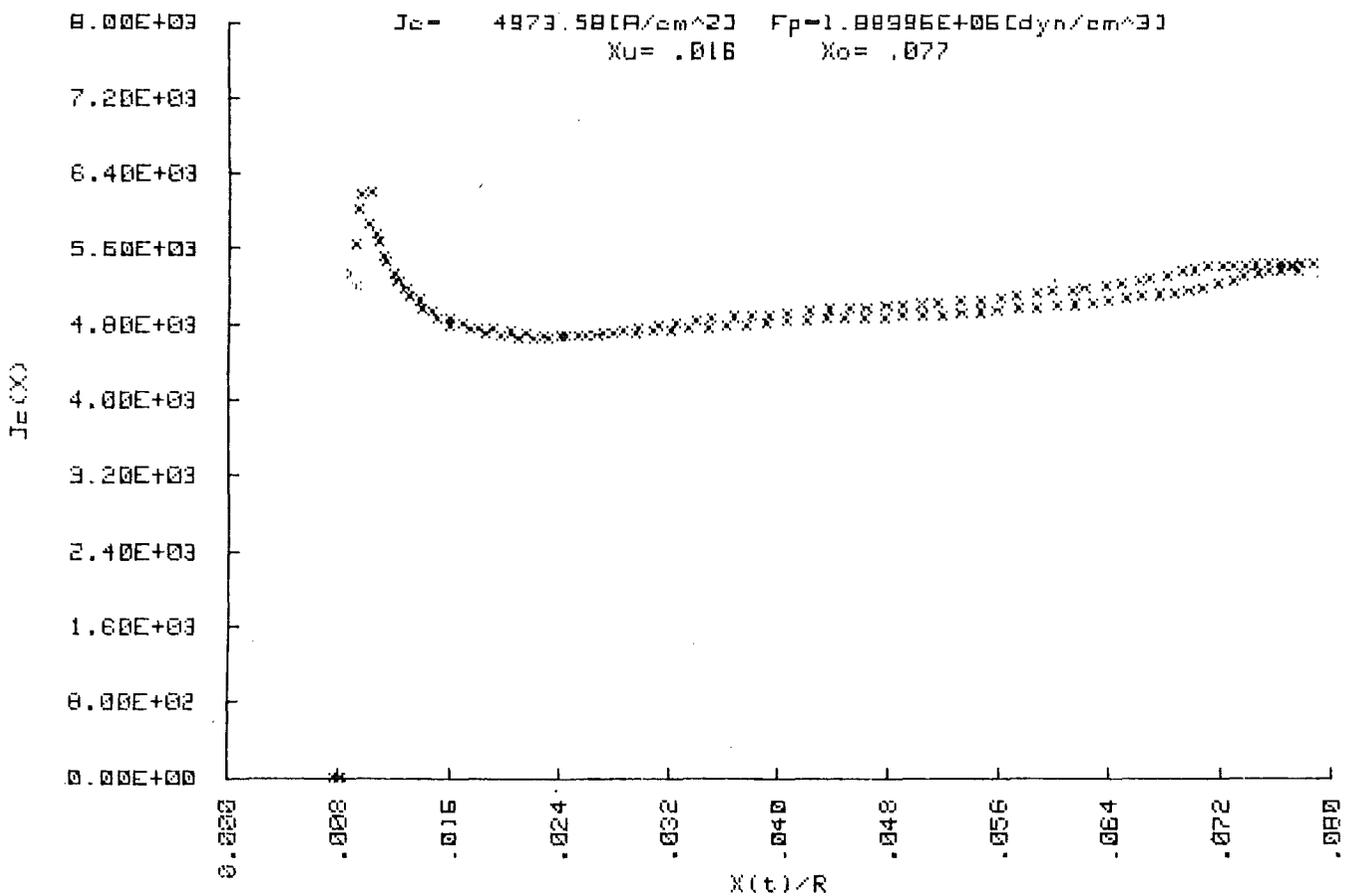
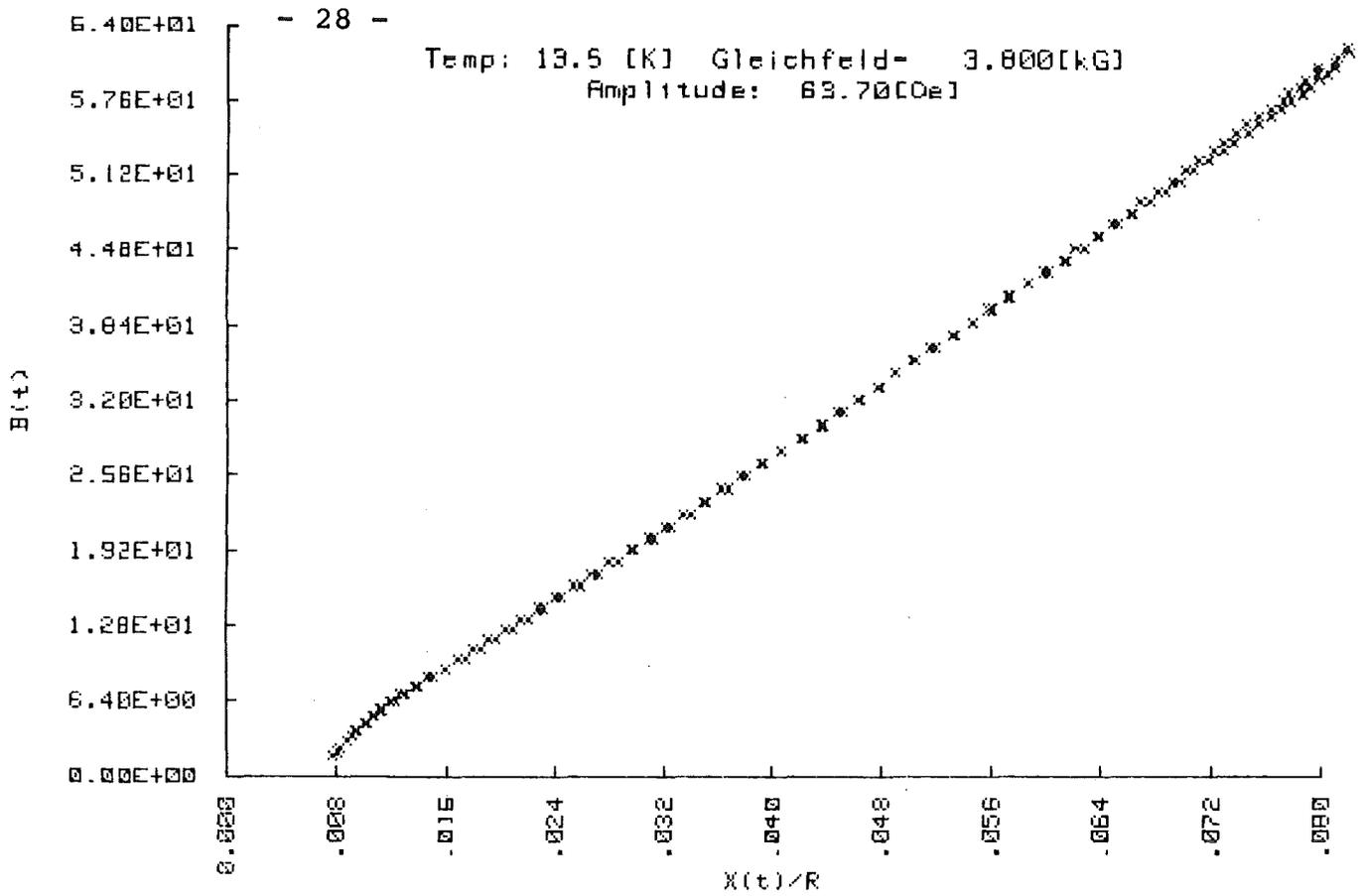
Um apparative Konstanten zu eliminieren, wird das Flußprofil aus dem Quotienten zwischen den Pick-up-Signalen im supra- und normalleitenden Zustand berechnet [18]. Deshalb wird die Probe zunächst durch Erhöhung der Temperatur T und Anlegen eines Feldes in den normalleitenden Zustand oberhalb $H_{c3}(T)$ gebracht. Mit dem Digitalvoltmeter wird in gleichen Zeitabständen 180mal pro Periode die Pick-up-Spannung gemessen und so die Wellenform bestimmt. Das Trigger-signal für den Periodenanfang liefert der Sinusgenerator. Der Zeitpunkt der 180 Messungen wird vom Rechner bestimmt. Bei einer Wechselfeldfrequenz von 11.6 Hz (siehe unten) werden etwa 2000 Messungen pro Sekunde ausgeführt. Zur Eliminierung des Rauschens wird nach jeweils 10 Perioden der Mittelwert über alle Perioden gebildet und je nach Qualität des Signals über maximal 300 Perioden gemessen. Messung und Mittelung beanspruchen dann etwa 3 Minuten. Das normalleitende Signal ist sinusförmig. Die Nulllinie wird deshalb durch Anfitten einer Sinusfunktion bestimmt. Die normalleitenden Daten werden auf einer Floppy Disk abgespeichert.

Dann wird die Meßtemperatur eingestellt und anschließend das Feld von einem Wert oberhalb H_{c2} monoton bis zu den Feldwerten für die einzelnen Messungen reduziert, um vergleichbare Zustände bezüglich der Defektstruktur des Flußliniengitters zu erhalten. Die Messung des $j_c(H)$ -Verlaufs beginnt also beim höchsten Feldwert. Die Feldabhängigkeit des Kohlewiderstands wird für eine bestimmte Meßtemperatur T bei einem Hochfahren des Magneten bis $H_{c2}(T)$ geeicht. Zur Temperaturmessung dient dabei ein Kondensator, dessen Kapazität temperatur- aber nichtfeldabhängig ist. Während der Messung wird die Feldabhängigkeit des Kohlewiderstandes berücksichtigt, indem der Sollwert der Regelung von Hand verstellt wird. Die Aufnahme des supraleitenden Signals erfolgt genauso wie in der Normalleitung. Die Nulllinie wird jetzt bei gegebener Periode aus der Flächengleichheit der beiden Halbwellen bestimmt. Unter Verwendung der abgespeicherten normalleitenden Daten wird das Ergebnis berechnet und zunächst als Flußprofil $b(r)$ und anschließend differenziert als $j_c(r)$ auf dem Bildschirm ausgegeben. Die beiden Halbwellen des Signals werden getrennt ausgewertet. Die Kurven können als Hardcopy ausgedruckt werden (Abbildung 10). Das Flußprofil zeigt in einem gewissen Bereich einen linearen Verlauf. Dieser Bereich wird zur Bestimmung der kritischen Stromdichte verwendet. Die Grenzen werden nach der Betrachtung der $j_c(r)$ -Kurven am Bildschirm in den Rechner eingegeben, der dann den j_c -Wert für diesen Bereich berechnet.

Die maximale Eindringtiefe des Wechselfeldes r_{max} wird von der Wechselfeldamplitude h_o bestimmt. Bei radial konstanter kritischer Stromdichte gilt annähernd:

$$j_c = \frac{h_o}{r_{max}} \quad (10)$$

Die Wechselfeldamplitude wird der jeweiligen kritischen Stromdichte $j_c(H)$ angepaßt. Einerseits muß das Wechselfeld über die Oberfläche hinaus in die Probe eindringen. Andererseits muß die Variation von $j_c(H)$ im Bereich der Amplitude vernachlässigbar sein. Diese Forderungen werden bei einer Eindringtiefe von ca. 5 bis 20% des Probenradius von 0.8mm erfüllt. Die maximale Eindringtiefe läßt sich aus dem



Ergebnis-Ausdruck: Flußprofil und radiale Abhängigkeit der kritischen Stromdichte

Abbildung 10

berechneten Flußprofil ablesen. Grob kann man sie schon vor der Messung und Auswertung aus der Form des Pick-up Signals auf dem Oszillographen abschätzen und so die geeignete Amplitude ungefähr festlegen. Bei den ersten Ausheilstufen, die hohe kritische Ströme ergaben, wurde die Amplitude bei $T = 13.5 \text{ K}$ zwischen 1 und 250 Oe variiert. Die Kompensation wurde für jede Messung nur einmal für eine Amplitude durchgeführt, die deutlich unter H_{C1} |21| lag. Mit der gleichen Einstellung des Kompensations-signals ergab sich für alle kleineren Amplitude ebenfalls eine sehr gute Kompensation. Das normalleitende Signal ist der Wechsel-feldamplitude proportional. Die normalleitenden Daten wurden daher nur einmal aufgenommen und auf die jeweilige Wechsel-feld-amplitude umgerechnet. Die Beeinflussung der j_C -Messungen durch die Frequenz des Wechsel-feldes wurde von Küpfer |18| untersucht. Als geeignete Meßfrequenz wurden 11.6 Hz gewählt. Aus der Streuung der j_C -Werte bei wiederholten Messungen und Messungen mit ver-schiedenen Amplituden im angegebenen Bereich der maximalen Ein-dringtiefe ergibt sich eine mittlere relative Genauigkeit der j_C -Messungen von $\pm 1\%$.

Zur T_C - und H_{C2} -Bestimmung wird mit einem Lock-in-Verstärker die Änderung des zeitlichen Mittelwertes der Pick-up-Spannung beim Übergang von der Normal- in die Supraleitung gemessen. Im normalleitenden Zustand werden Frequenz und Phase des Lock-in-Verstär-kers mit Hilfe des kompensierten Pick-up-Signals abgeglichen. Ernied-riegt man im Nullfeld die Temperatur unter T_C , so geht die Probe in den Meißner-Zustand über, in dem keine Spannung gemessen wird. Die Spannung in Phase geht also beim Übergang in die Supra-leitung von ihrem Maximalwert auf Null zurück. Außerdem tritt unterhalb T_C eine Phasenverschiebung des Pick-up-Signals auf, wegen der Wechsel-stromverluste, die durch den in der Probe bewegten Fluß entstehen. Da die kritische Stromdichte im supraleitenden Zustand bei T_C (bzw. H_{C2}) minimal wird, ist T_C durch das Maximum der Phasenverschie-bung gegeben. Die Übergangsbreite ΔT_C wird zwischen 10 und 90% der maxi-malen Spannung in Phase definiert. Aus wiederholten Messungen kann man einen Fehler in der T_C -Bestimmung von etwa $\pm 30\text{mK}$ abschätzen. Erniedrigt

man das äußere Feld bei einer bestimmten Temperatur unter H_{c2} , so geht die Probe in die Shubnikov-Phase über. Die Spannung in Phase geht nicht auf Null zurück. Durch das überlagerte Wechselfeld wird H_{c2} je nach Amplitude zeitweise auch für Gleichfelder unter H_{c2} überschritten. Deshalb verschiebt sich das Maximum der Phasenverschiebung mit steigender Amplitude zu kleineren Feldern. Die H_{c2} -Bestimmung erfolgt daher durch Messung des Maximums bei mehreren kleinen Amplituden zwischen 1 und 5 Oe und lineare Extrapolation der Werte zur Wechselfeldamplitude Null. Die Unsicherheit der graphischen Extrapolation ergibt einen Fehler von etwa $\pm 1\%$ für die H_{c2} -Bestimmung.

4.3 Resistive Messung von RRR und T_c

Die Messung des Restwiderstandsverhältnisses und der Sprungtemperatur erfolgt mit einer 4-Punkt-Wechselstrom-Anordnung [22]. Beim Aufwärmen von der Temperatur des flüssigen Heliums mittels eines Heizers wird der Anstieg des Probenwiderstands bis zur Normalleitung von einem X-Y-Schreiber über dem Widerstand einer geeichten Germaniumsonde aufgezeichnet. T_c ist durch 50% des normalleitenden Widerstands gegeben, ΔT_c zwischen 10 und 90%. Der Tieftemperaturwiderstand R_{20K} wird im Plateau des Widerstandsverlaufs oberhalb des Übergangs gemessen. Zur Bestimmung des Restwiderstandsverhältnisses wird der Raumtemperaturwiderstand R_{293K} durch R_{20K} dividiert:

$$(vgl. S.62) \quad RRR = \frac{R_{293K}}{R_{20K}} \quad (11)$$

Während der Fehler der absoluten Widerstandswerte bei 50% liegen dürfte, ergaben Wiederholungsmessungen eine Streuung des Restwiderstandsverhältnisses um $\pm 5\%$. T_c wird wie bei der induktiven Messung auf ± 30 mK genau bestimmt.

5. Mikroskopische Modelle

5.1 Bestrahlung mit hochenergetischen Neutronen

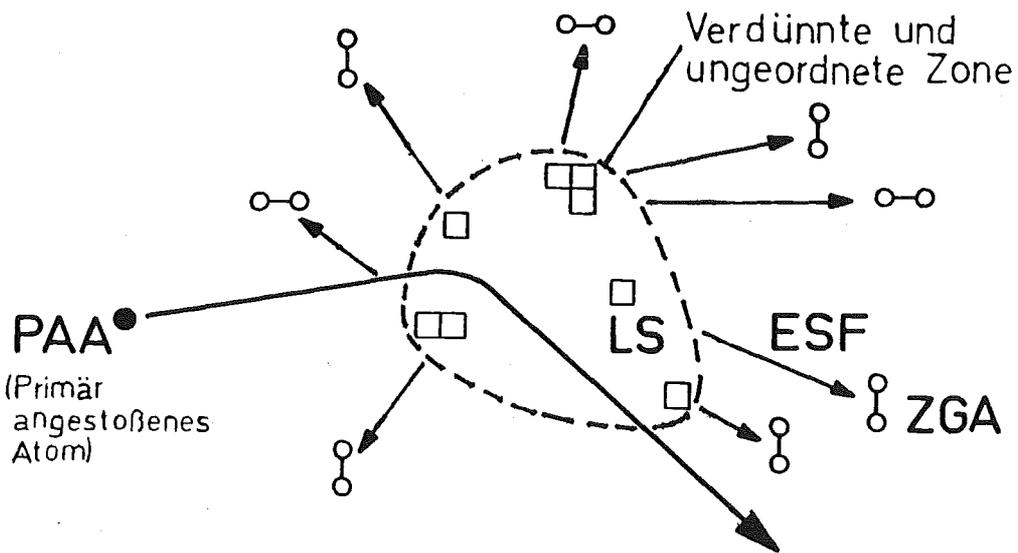
Die Erzeugung von Defekten durch Bestrahlung mit energiereichen Teilchen geschieht in 2 Phasen, wie sie z.B. von Merkle [23] beschrieben werden:

1. Das einfallende Teilchen kollidiert mit Gitteratomen, den primär angestoßenen Atomen (PAA), die dadurch kinetische Energie erhalten.

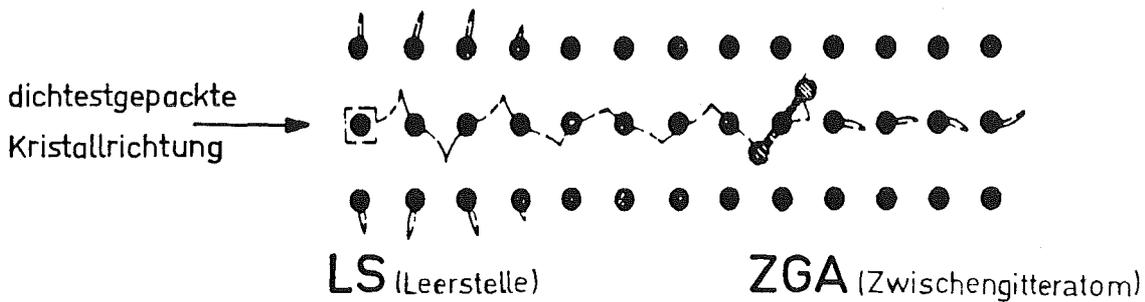
Das PAA verläßt seinen Gitterplatz und gibt seine kinetische Energie in einer Serie von Kollisionen ab, die weitere Kollisionen zur Folge haben (10^{-12} s).

2. Je nach Temperatur sind die verschiedenen entstandenen Defekte beweglich und bilden neue Defekte oder heilen schließlich aus. Die Vorgänge der 1. Phase laufen in allen Metallen ähnlich ab und sind gut bekannt. Durch Computer-Simulation ist es gelungen, die bestehenden Vorstellungen zu bestätigen. Die Veränderungen der primären Defektstruktur durch Wanderung von Defekten in Phase 2 hängen dagegen sehr vom Ausgangszustand des Materials, sowie von Temperatur und Zeitdauer der Bestrahlung ab. Die vorhandenen Modelle für bestrahlungsinduzierte Defektstrukturen schließen daher die Beweglichkeit der Defekte aus. Primäre Defektstrukturen lassen sich experimentell durch sehr tiefe Bestrahlungstemperaturen realisieren. Seidman [24] gibt eine Zusammenfassung der Erkenntnisse über den qualitativen Ablauf der Phase 1.

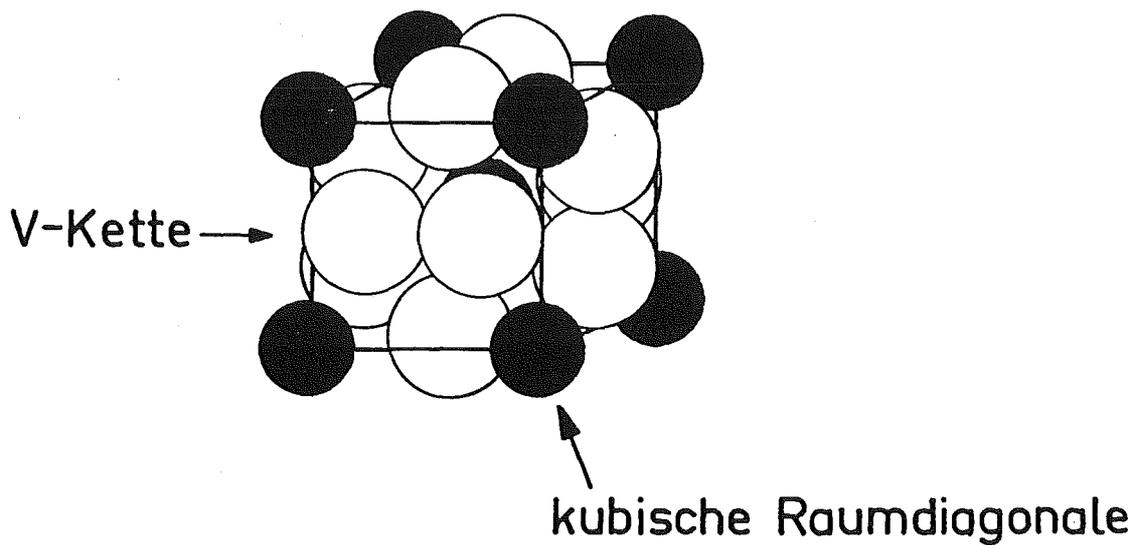
Überschreitet die kinetische Energie T des PAA bzw. des einfallenden Teilchens eine bestimmte Schwelle T_D (für Neutronen: $T_D \approx 100$ keV), so führt die Kollision mit dem Gitter dazu, daß Atome ihre Gitterplätze dauerhaft verlassen (displacement). Energiereiche PAA ($T \gg 2T_D$) erzeugen Kaskaden (Abbildung 11a): In Form einer Stoßwelle breitet sich eine Zone aus, in der die Ordnung des Kristalls durch zahlreiche verlagerte Atome stark gestört ist. Besonders drastisch ist dieser Vorgang bei Bestrahlung



a) Kaskade



b) Ersetzungsstoßfolge (ESF)



c) Dichtestgepackte Kristallrichtungen der A15-Struktur

Primäre mikroskopische Vorgänge bei der Bestrahlung

Abbildung 11

mit schnellen Neutronen wie Chudinov et al. [25] gezeigt haben. Die dabei entstehenden PAA haben eine sehr kurze freie Weglänge im Gitter (1nm für 1MeV-Neutronen in Nb₃Sn), so daß die Stoßwellen überlappen. Die Folge sind große Zonen (7 nm Durchmesser), in denen alle Atome ihre Gitterplätze verlassen (lokales Aufschmelzen). Am Rand dieser Zonen ist die Energie der beteiligten Atome soweit abgeklungen, daß sie durch einen anderen Mechanismus weiter abgebaut wird: Von mehreren Atomen gehen Ersetzungsstoßfolgen (ESF, Abbildung 11b) in dichtestgepackte Kristallrichtungen aus, in denen jeweils ein Atom das nächste von seinem Gitterplatz stößt, solange seine Energie dazu ausreicht. Durch das Abklingen der Energie wird die Stoßfolge fokussiert. Das letzte von seinem Platz gestoßene Atom in einer Folge bildet ein Zwischengitteratom (ZGA). Im Bereich der Stoßwellen werden innerhalb sehr kurzen Zeitraums alle Gitterplätze wieder besetzt. Für jedes ZGA am Ende einer ESF bleibt allerdings eine Leerstelle (LS) am Anfang der Folge (verdünnte Zone). Die ESF trennen also ZGA und LS und stabilisieren dadurch die Kaskade.

Für Materialien, die nur aus einem Element aufgebaut sind und für ungeordnete Legierungen, stellen ZGA und LS den einzigen Unterschied zum unbestrahlten Zustand dar. Bei ihnen spielt es keine Rolle, welches Atom einen Gitterplatz besetzt. Bei intermetallischen Verbindungen dagegen sind jeder Atomsorte bestimmte Gitterplätze zugeordnet. Nach der Stoßwelle erfolgt die Wiederbesetzung der Plätze innerhalb von etwa 10^{-12} s. Die Beweglichkeit der Atome wird so rasch verringert, daß die Gitterplätze nicht entsprechend der Kristallstruktur, sondern statistisch besetzt werden. In der A15-Struktur A₃B werden im Bereich der Stoßwellen also einige der A-Gitterplätze mit B-Atomen besetzt und umgekehrt (Antisite-Defekte, ASD). Die ESF haben in der A15-Struktur fast keine ASD zur Folge [25], da die Platzwechsel im wesentlichen in dichtestgepackte Kristallrichtungen erfolgen, also entweder entlang der A-Atomketten oder kubischen Raumdiagonale, die jeweils nur von einer Atomsorte besetzt sind (Abbildung 11c). Eine Bestrahlung von A15-Materialien mit schnellen Neutronen führt also zunächst zur

Bildung von Kaskaden. Sie bestehen aus einem Gebiet mit einer hohen Konzentration an LS und ASD (verdünnte und ungeordnete Zone), das von ZGA umgeben ist.

In der 2. Phase werden die durch die Bestrahlung erzeugten Defekte beweglich. Das ist prinzipiell schon bei sehr tiefen Temperaturen möglich. Die Defekte haben jedoch eine spezifische Aktivierungsenergie. Damit innerhalb eines vorgegebenen Zeitraums Defektbewegungen in größerer Zahl stattfinden, muß die Temperatur erhöht werden. Je höher die Temperatur, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit für die Aktivierung und desto schneller läuft der Vorgang ab. Nur ZGA und LS können sich im Gitter bewegen. Sie wandern, bis sie eingefangen werden. Das kann geschehen durch:

1. Rekombination mit dem entgegengesetzten Defekt
2. Agglomeration mit dem gleichen Defekt
3. Einfang durch andere vorhandene Defekte

Während Punkt 1 zum Ausheilen von ZGA und LS führt, werden bei 2 und 3 neue Defekte gebildet. Die Trennung von ZGA und LS in der Kaskade begünstigt die Bildung von Clustern. ZGA werden schon bei sehr tiefen Temperaturen beweglich, LS dagegen erst bei wesentlich höheren. ASD haben keine eigene Beweglichkeit. Sie können nur durch Wanderung von LS und ZGA bewegt und ausgeheilt werden. Die neu gebildeten Defekte können mit höheren Aktivierungsenergien wieder aufgelöst werden. Bei sukzessiver Erhöhung der Temperatur bei konstanter Temperzeit (isochrone Ausheilung) oder der Temperzeit bei geeigneter Temperatur (isotherme Ausheilung) läuft ein komplizierter Prozeß in mehreren Phasen ab, ehe bei einer bestimmten Temperatur alle Defekte weitgehend ausgeheilt sind.

Einerseits ist deshalb der genaue mikroskopische Ablauf einer Bestrahlung bei einer bestimmten Temperatur unbekannt. Da schon die Struktur der primär gebildeten Kaskaden komplex ist, ist es schwierig, Aussagen darüber zu machen, welche Defektstruktur nach der Bestrahlung vorliegt und welche Defekte die Ursache sind für die beobachteten Veränderungen der Probeneigenschaften.

Für die Beeinflussung der supraleitenden Größen durch die Bestrahlung gibt es z.B. nur für die Sprungtemperatur ausführliche Untersuchungen und Modelle für die Defektstruktur (5.2). Andererseits bietet die unterschiedliche Beweglichkeit der Defekte die Möglichkeit, durch gezielte Ausheilung Erkenntnisse über die bei einer Bestrahlung entstandene Defektstruktur zu gewinnen und verschiedene Probeneigenschaften unterschiedlich zu variieren.

5.2 Absenkung der Sprungtemperatur bei Bestrahlung

In A15-Supraleitern beobachtet man eine starke Absenkung der Sprungtemperatur bei Bestrahlung |26|. Bis zu einer bestimmten Schwellen-Dosis, die von der Störung des Ausgangsmaterials abhängt |27|, ändert sich T_c kaum, fällt anschließend steil ab und nähert sich asymptotisch einem Sättigungswert von wenigen K. Die Übergangsbreite ΔT_c nimmt im steilen Teil des T_c -Verlaufs drastisch zu und zur Sättigung hin wieder ab |28|. Für die Defekte, die zu einer Änderung der T_c -bestimmenden Eigenschaften (2.1) und damit zur T_c -Absenkung führen, sind mehrere Modelle vorgeschlagen worden, die im folgenden diskutiert werden sollen.

Sweedler et al. |26| haben mit schnellen Neutronen A15-Proben bestrahlt, die unterschiedliche Stöchiometrie und damit unterschiedliche T_c -Werte in unbestrahltem Zustand aufweisen. Sie finden, daß der Sättigungswert von T_c nur vom Material und nicht vom Ausgangszustand vor der Bestrahlung abhängt. Die verschiedenen Bestrahlungskurven lassen sich durch Verschieben der linearen Dosisachse um einen konstanten Faktor zur Deckung bringen. Aus Neutronenbeugungsexperimenten und Debye-Scherrer-Aufnahmen haben diese Autoren den Fernordnungsparameter S bestimmt. Dabei ergab sich für Mo_3Os die gleiche Korrelation zwischen T_c und S wie für abgeschreckte Proben von Flükiger et al. |29|. Sweedler et al. |26| nehmen deshalb an, daß bei kompositioneller sowie bei

durch thermische Behandlung oder Bestrahlung erzeugter Unordnung jeweils die gleiche Defektart für die T_c -Absenkung verantwortlich ist, nämlich homogen verteilte ASD. Diese Defekte werden in der Theorie von Appel [30] mit der T_c -Absenkung verknüpft.

Nicht verstanden wird in diesem Bild, daß bei Erhöhung der Dosis nach der T_c -Sättigung S weiter ab- bzw. die Gitterkonstante weiter zunimmt [26]. Dynes et al. [31] erhalten für einen durch Aufbringung auf ein kaltes Substrat stark ungeordneten Nb_3Sn -Film das gesättigte T_c , bei Bestrahlung von Nb_3Sn mit 4He -Ionen bis zur Sättigung aber eine wesentliche geringere Unordnung. Sie halten deshalb die ASD nicht für allein verantwortlich für die T_c -Absenkung. Ionenbestrahlung hat nach Chudinov et al. [25] andere Defektstrukturen zur Folge als Bestrahlung mit schnellen Neutronen. Testardi [32] hat einen T_c -absenkenden Defekt vorgeschlagen, der mit dem Verlust der Translationssymmetrie verbunden ist. In diesen Modellen bleibt die Existenz einer Threshold-Dosis für die T_c -Absenkung unverstanden. Für die Verbreiterung von ΔT_c im Mittelteil der Bestrahlungskurve machen Dynes et al. [31] Inhomogenitäten in der Defektdichte in der Größenordnung der Kohärenzlänge verantwortlich. Bei hohen Dosen wird der Bereich der Fluktuation kleiner als die Kohärenzlänge und ΔT_c verringert sich wieder.

Das Modell von Pande [28, 33] bietet eine Erklärung für die Threshold-Dosis und die Variation von ΔT_c mit der Dosis an. Für die T_c -Absenkung sind nach diesem Modell kleine Gebiete von wenigen nm Durchmesser mit einer hohen Konzentration von ASD verantwortlich (disordered regions, DOR). Die Matrix hat im wesentlichen das T_c vor der Bestrahlung, die DOR entsprechen dem gesättigten T_c (ungeordnete Phase). Die T_c -Absenkung im Bulk ist eine Folge des Proximity-Effekts. Sie setzt erst ein, wenn die Abstände der DOR im Bereich der Kohärenzlänge liegen. Das ist der Grund für das Auftreten der Threshold-Dosis, die durch die Anwesenheit von Defekten vor der Bestrahlung verringert werden kann [27]. Die Verbreiterung von ΔT_c kommt durch lokale Variationen des Volumenanteils der DOR zustande. Die Variationen verschwinden, wenn der Volumenanteil der DOR gegen 0 (unbestrahltes T_c) oder 1 (gesättigtes T_c) geht. Pande [33, 34]

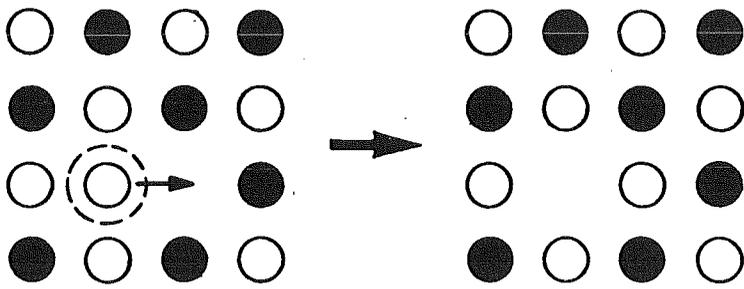
konnte DOR durch Überstruktureflexabbildung als schwarze Punkte in TEM-Aufnahmen mit hohen Neutronendosen bestrahlten Nb₃Sn-Proben sichtbar machen. Wegen ihrer typischen Größe von 2 bis 6 nm können die DOR mit den ungeordneten Zonen der bei der Bestrahlung mit schnellen Neutronen entstehenden Kaskaden (5.1) identifiziert werden.

5.3 Ausheilverhalten der Sprungtemperatur

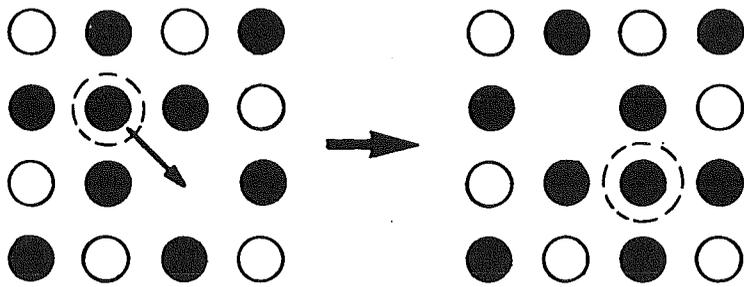
Dew-Hughes et al. [35] haben verschiedene A15-Materialien nach Neutronenbestrahlung mit unterschiedlichen Dosen in 2h-Intervallen isochron ausgeheilt und den Verlauf der Sprungtemperatur gemessen. Sie finden unabhängig vom T_c -Wert nach der Bestrahlung zwei getrennte Ausheilstufen bei bestimmten nur vom Material abhängigen Temperaturen. Die Autoren gehen davon aus, daß die ZGA schon bei sehr tiefen Temperaturen ausheilen (5.1) und machen ASD für die T_c -Absenkung verantwortlich (5.2) und bewegliche Leerstellen für das Ausheilen der ASD. Den Ausheilmechanismus kann man sich wie folgt vorstellen. Eine Leerstelle nimmt einen bestimmten Gitterplatz ein, der in der A15-Kristallstruktur A_3B entweder zum Untergitter der A-Atome oder zu dem der B-Atome gehört. Sie bewegt sich durch Aufnahme eines Atoms von einem benachbarten Gitterplatz. Es lassen sich drei Fälle unterscheiden (Abbildung 12): (Wir nehmen an, die Leerstelle befindet sich auf dem A-Untergitter).

1. Aufnahme eines A-Atoms vom B-Untergitter. Der vorher bestehende ASD wird ausgeheilt.
2. Aufnahme eines beliebigen Atoms vom A-Untergitter. Es ergibt sich keine Änderung, da das Atom auf demselben Untergitter verbleibt.
3. Aufnahme eines B-Atoms vom B-Untergitter. Das B-Atom bildet auf dem A-Untergitter einen zusätzlichen ASD.

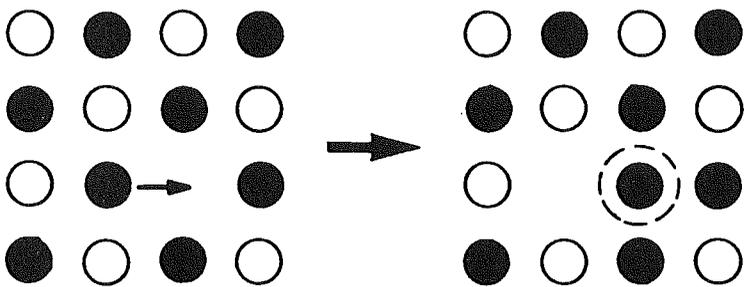
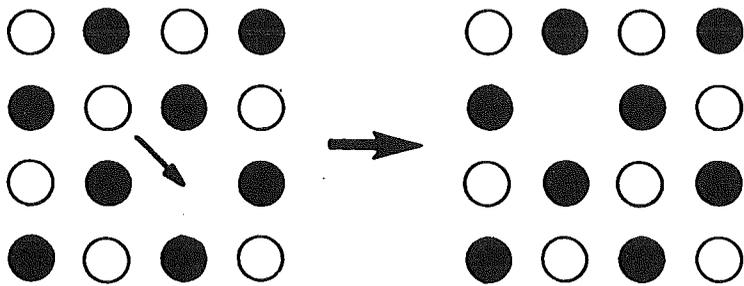
Da Atome auf richtig besetzten Gitterplätzen einen stabileren Zustand darstellen als ASD, ist die Wahrscheinlichkeit für den 1. Fall höher als für den 3. Wandernde Leerstellen können daher ASD ausheilen.



1. Fall:
ASD ausgeheilt



2. Fall:
Kristallstruktur
erhalten



3. Fall:
ASD erzeugt

 = Antisite-Defekt (ASD)

Möglichkeiten der Leerstellenbewegung

Abbildung 12

Die erste Ausheilstufe beginnt nach Dew-Hughes et al. [35] , wenn bei einem bestimmten Tempersschritt die durch die Bestrahlung erzeugten Leerstellen (5.1) in größerer Zahl ihre Aktivierungsenergie erreichen und beweglich werden. Sie ist beendet, wenn die Leerstellen schließlich durch Senken eingefangen worden sind. Die Autoren weisen darauf hin, daß nur ein kleiner Teil der bestrahlungsinduzierten Leerstellen zur Wiederherstellung der Ordnung im Gitter beiträgt. Die zweite Ausheilstufe schreiben sie der Wanderung von Leerstellen zu, die im thermischen Gleichgewicht vorhanden sind. Jetzt müssen Bildungs- und Aktivierungsenergie der Leerstellen aufgebracht werden. Deshalb ist eine höhere Temperatur notwendig. Bei Nb_3Ge und Nb_3Al wird die erste Ausheilstufe für 2h-Temperintervalle von etwa 400 bis 600°C, die zweite oberhalb von etwa 700°C beobachtet. Die zugehörigen Aktivierungsenergien werden mit 1 bzw. 2-3 eV angegeben. Für V_3Si liegen die Ausheilstufen bei 350-500°C und 575-700°C (Abbildung 14 in 6.1). Dew-Hughes et al. [35] zitieren Beispiele für die Verschiebung der Temperaturstufen nach oben bzw. unten durch kürzere bzw. längere Temperzeiten. Die Wahrscheinlichkeit für die Aktivierung eines bestimmten Defekts ist durch die Temperatur gegeben. Die Zahl der Ausheilvorgänge nimmt jedoch mit der Zeitdauer zu, während der diese Temperatur eingehalten wird.

6. Meßergebnisse und Diskussion

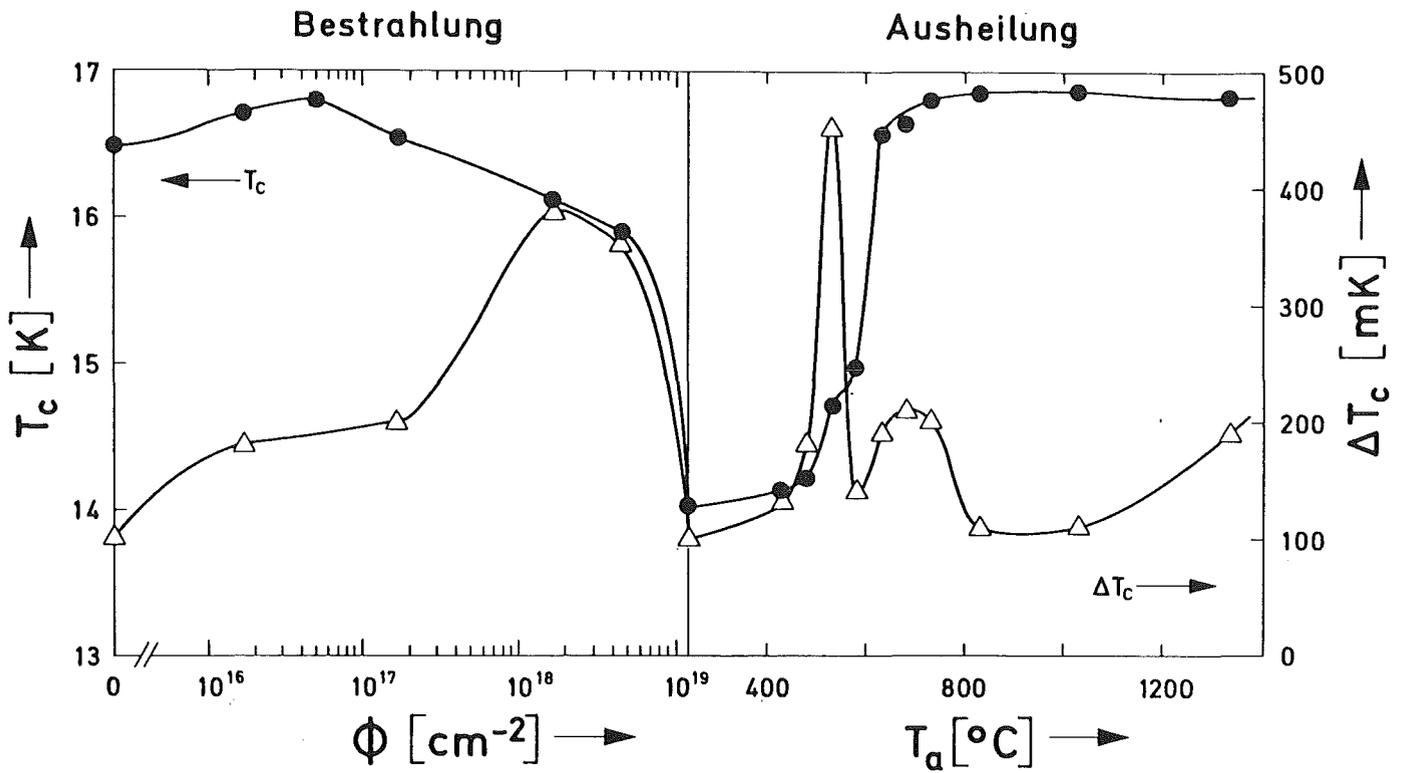
6.1 Sprungtemperatur und Übergangsbreite

Im Bestrahlungsexperiment wurde T_C bei der höchsten Dosis von $1.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) auf etwa 14 K abgesenkt (Tabelle, Abbildung 13). Die Erholung von T_C bei der isochronen Ausheilung wird im Vergleich mit der Messung von Dew-Hughes et al. [35] (vgl. 5.3) diskutiert, die bei einem bis zur Sättigung abgesenkten T_C -Wert von etwa 3 K beginnt (Abbildung 14). Diese Autoren haben auch gezeigt, daß das Ausheilverhalten von T_C bei gleichen Bestrahlungsbedingungen nicht vom T_C -Wert nach der Bestrahlung abhängt (vgl. 5.3). Bei einer Temperzeit von 2 h finden sie eine 70%ige T_C -Erholung zwischen 350 und 500°C (1. Ausheilstufe), zwischen 575 und 700°C erfolgt die vollständige Erholung (2. Ausheilstufe). Dagegen beobachten wir bei gleicher Dauer der Temperintervalle keine T_C -Erholung im Bereich der 1. Ausheilstufe und die größte T_C -Änderung bei 630°C, also erst im Bereich der 2. Ausheilstufe. Die kleinere T_C -Erholungsstufe bei 530°C wird noch diskutiert (vgl. S.49). Unsere Proben wurden bei 240°C Reaktortemperatur mit einem schnellen Neutronenfluß von $1.2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) bestrahlt, die Probe von Dew-Hughes et al. dagegen bei 150°C mit $1.3 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ($E > 1 \text{ MeV}$) [26] am Brookhaven High Flux Beam Reactor. Die Dosis bei Dew-Hughes et al. betrug $2.6 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$). Unsere höchstbestrahlte Probe wurde also während der Bestrahlungszeit von etwa 100 Tagen ungefähr 50 mal länger auf einer um 90°C höheren Temperatur gehalten. Die Zahl der Defektbewegungen nimmt mit Temperatur und Zeit zu (5.1, 5.3). Davon ausgehend interpretieren wir das Fehlen der 1. Ausheilstufe: Die bei der Bestrahlung in den Kaskaden entstehenden Leerstellen werden unter unseren Bestrahlungsbedingungen zum großen Teil während der Bestrahlung beweglich und heilen aus oder werden eingefangen (5.1). Daher kann ihr Beitrag zur T_C -Erholung bei der anschließenden isochronen Ausheilung nicht mehr beobachtet werden.

| $\phi \text{cm}^{-2} $ ($E > 1 \text{ MeV}$) | $T_c \text{K} $ | $\Delta T_c \text{mK} $ | $H_{C2} \text{T} $ ($T = 13.5 \text{ K}$) | $-\frac{dH_{C2}}{dT} \frac{\text{T}}{\text{K}} $ | RRR | κ | $\gamma 10^3 \frac{\text{J}}{\text{m}^3 \text{K}^2} $ |
|--|--------------------|----------------------------|---|---|------|----------|--|
| 0 | 16.49 | 100 | 5.08 | 1.70 | 47.9 | 17.2 | 2.05 |
| $1.7 \cdot 10^{16}$ | 16.71 | 180 | 5.63 | 1.77 | 43.9 | 17.9 | 2.05 |
| $1.7 \cdot 10^{17}$ | 16.53 | 200 | 5.38 | 1.78 | 31.7 | 18.0 | 2.06 |
| $1.6 \cdot 10^{18}$ | 16.13 | 380 | 5.95 | 2.28 | 10.7 | 24.2 | 1.86 |
| $4.4 \cdot 10^{18}$ | 15.90 | 350 | 5.59 | 2.40 | 7.65 | 27.3 | 1.63 |
| $1.2 \cdot 10^{19}$ | 14.02 | 100 | 1.44 | 2.73 | 3.37 | 35.5 | 1.24 |

| $T_a ^\circ\text{C} $ | $T_c \text{K} $ | $\Delta T_c \text{mK} $ | $H_{C2} \text{T} $ ($T = 13.5 \text{ K}$) | $-\frac{dH_{C2}}{dT} \frac{\text{T}}{\text{K}} $ | RRR | κ | $\gamma 10^3 \frac{\text{J}}{\text{m}^3 \text{K}^2} $ |
|--------------------------|--------------------|----------------------------|---|---|-------|----------|--|
| 380 | | | 1.64 | | 3.50 | 35.1 | 1.20 |
| 430 | 14.13 | 130 | 1.68 | 2.67 | 3.52 | 35.1 | 1.21 |
| 480 | 14.22 | 180 | 1.88 | 2.61 | 3.65 | 34.4 | 1.20 |
| 530 | 14.71 | 450 | 2.55 | 2.10 | 3.84 | 31.4 | .94 |
| 580 | 14.97 | 140 | 3.37 | 2.29 | 4.58 | 30.5 | 1.19 |
| 630 | 16.57 | 190 | 5.79 | 1.88 | 8.06 | 24.4 | 1.25 |
| 680 | 16.65 | 210 | 6.37 | 2.02 | 16.10 | 21.1 | 1.93 |
| 730 | 16.81 | 200 | 5.90 | 1.79 | 20.58 | 19.7 | 1.72 |
| 830 | 16.85 | 110 | 5.78 | 1.72 | 50.46 | 17.5 | 2.03 |
| 1030 | 16.86 | 110 | 5.78 | 1.72 | 51.60 | 17.5 | 2.03 |
| 1330 | 16.83 | 190 | 5.76 | 1.73 | 50.83 | 17.5 | 2.05 |

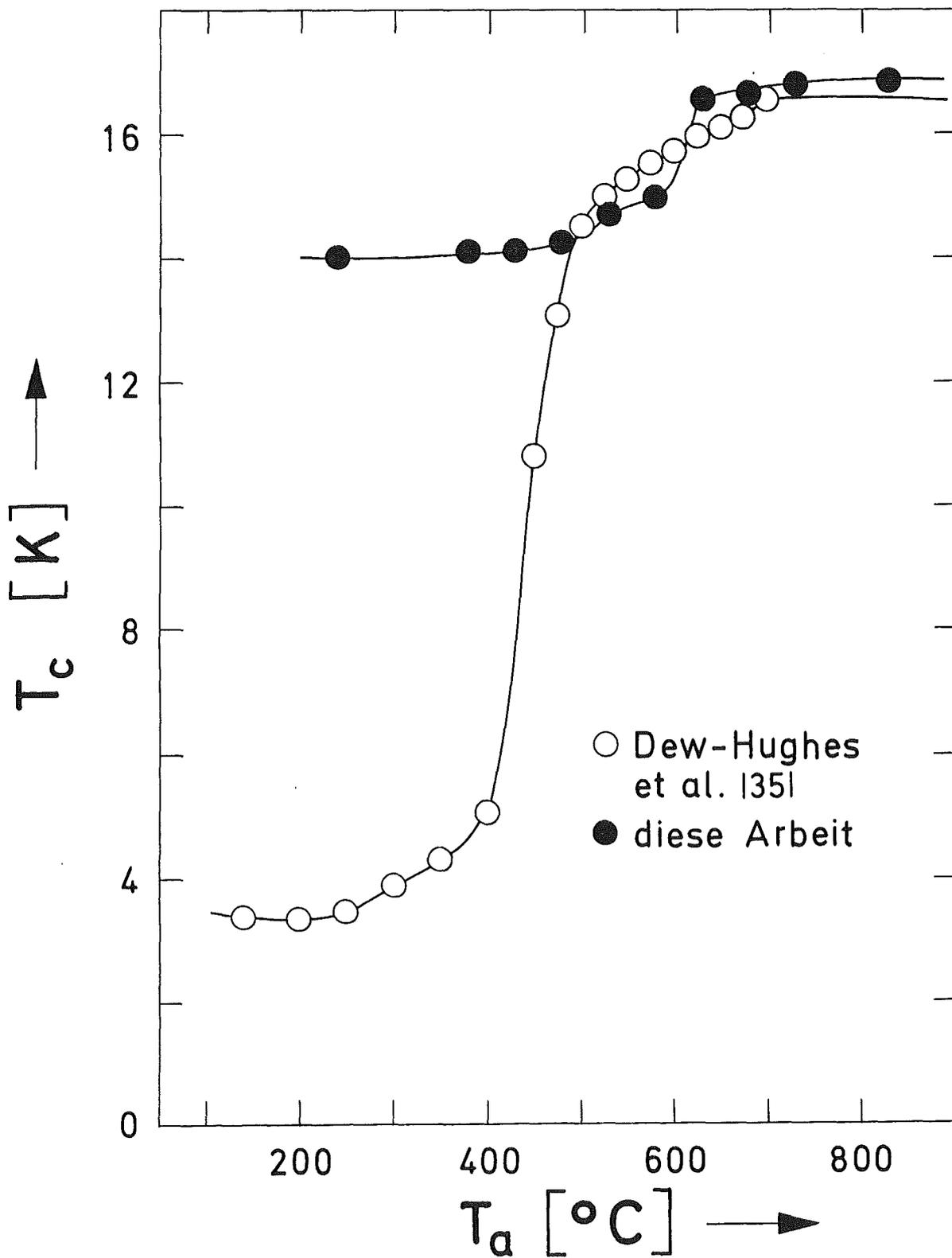
Die Aktivierung der bestrahlungsinduzierten Leerstellen erfolgt in den einzelnen Kaskaden unabhängig voneinander. Daher gibt es für jede Temperatur T eine charakteristische Zeit $t_a(T)$, in der fast alle in einer Kaskade erzeugten Leerstellen ausgeheilt oder eingefangen sind. Mit steigender Temperatur nimmt die Wahrscheinlichkeit der Leerstellenaktivierung zu und damit t_a ab. Auf die Wanderung von Leerstellen während der Bestrahlung bei einer Temperatur T_{irr} angewendet, muß trivialerweise die Zeit $t_a(T_{\text{irr}})$ von der Entstehung der Kaskade an gerechnet werden. Kaskaden entstehen gleichmäßig während der ganzen Bestrahlungszeit t_{irr} . Die Bewegung



Variation der Sprungtemperatur T_c und der Übergangsbreite ΔT_c mit Neutronendosis ϕ und Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 13

Ausheilung



Variation der Sprungtemperatur T_c mit der Ausheiltemperatur T_a (Temperzeit 2h) nach verschiedenen Bestrahlungsbedingungen.

Abbildung 14

der bestrahlungsinduzierten Leerstellen ist daher nur dann, wie im vorliegenden Experiment, während dieser Zeit in den meisten Kaskaden beendet, wenn gilt:

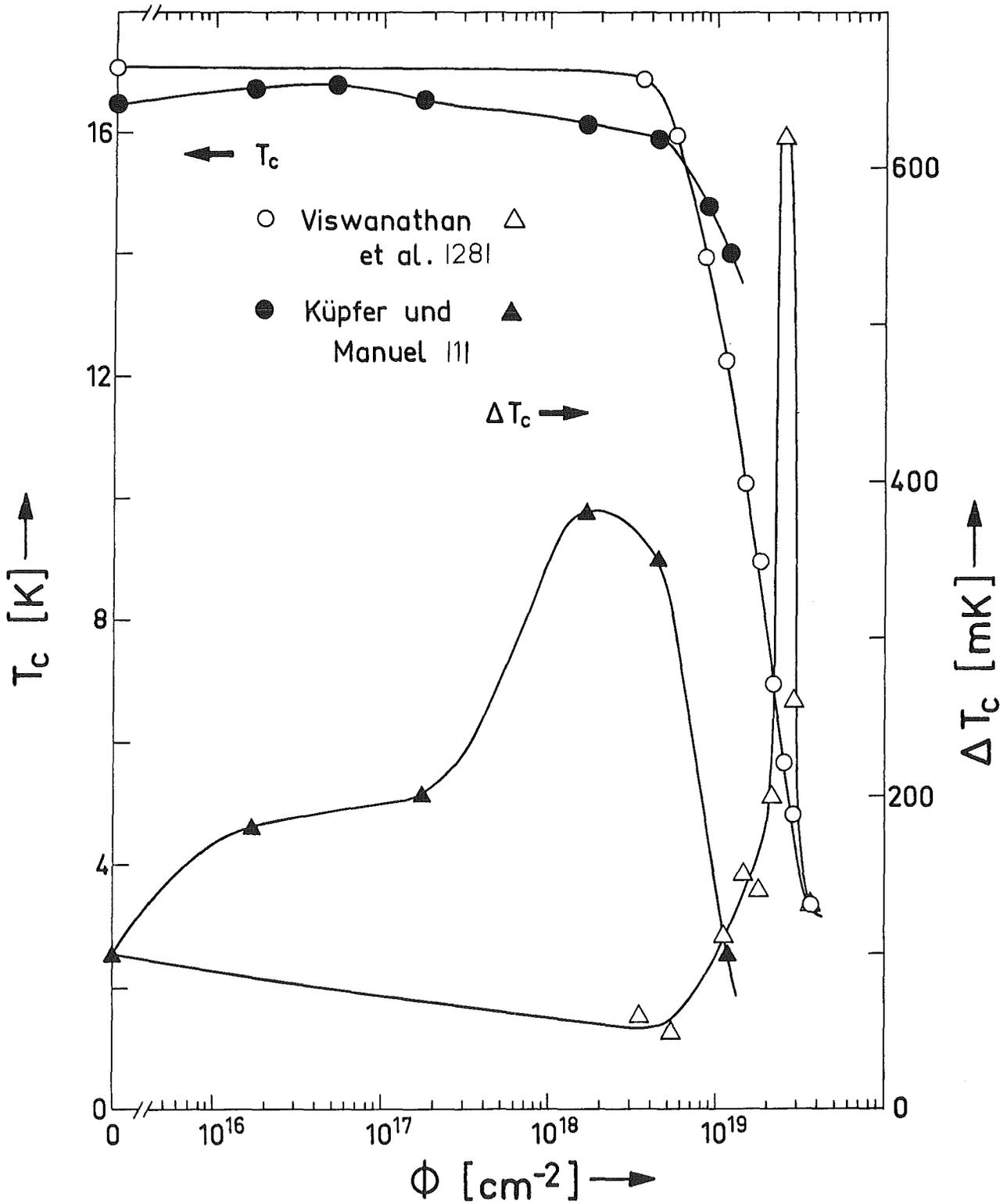
$$t_a(T_{\text{irr}}) \ll t_{\text{irr}} \quad (12)$$

Küpfer und Manuel | 1 | haben die Probe mit der kleinsten Dosis von $1.7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ über einen längeren Zeitraum bei 240°C getempert und keine Änderung der supraleitenden Eigenschaften gefunden. Daraus folgt, daß auch bei den kürzesten Bestrahlungszeiten (12) erfüllt und die Wanderung der bestrahlungsinduzierten Leerstellen zum großen Teil abgeschlossen ist.

Zunächst wird die induktiv gemessene Variation von T_c und ΔT_c mit der Dosis (Tabelle, Abbildung 13) unter Berücksichtigung dieser Ergebnisse diskutiert. Zur Untersuchung des Einflusses der Leerstellenaktivierung vergleichen wir die Messungen von Küpfer und Manuel | 1 | mit einem Experiment mit kürzeren Bestrahlungszeiten bei tieferen Temperaturen. Viswanathan et al. | 27 | haben gezeigt, daß die T_c -Absenkung von der Störung des Ausgangsmaterials abhängt. Deshalb ziehen wir zum Vergleich resistive T_c -Messungen dieser Autoren | 28 |, | 36 | an einem V_3Si -Einkristall mit ähnlichem Restwiderstand | 1 | heran (Abbildung 15). Diese Bestrahlung wurde in Brookhaven bei einer Temperatur $\leq 200^\circ \text{C}$ durchgeführt.

Vor der Bestrahlung sind die T_c -Werte von Küpfer und Manuel um etwa 0.6 K geringer. Bis zu einer Dosis von $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ nimmt T_c kontinuierlich um 0.3 K zu und fällt anschließend monoton. Zusammen mit T_c steigt ΔT_c deutlich an, ändert sich beim T_c -Maximum nur wenig und nimmt bei etwa 10^{18} cm^{-2} drastisch zu. Viswanathan et al. haben keine Meßpunkte zwischen 0 und $3.3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$. Beide T_c -Werte (17.1 bzw. 17.0 K) sind jedoch sehr hoch für V_3Si , so daß ein ähnliches Maximum im T_c -Verlauf unwahrscheinlich ist. Der Übergang ist jeweils sehr schmal.

Bestrahlung



Variation der Sprungtemperatur T_c und der Übergangsbreite ΔT_c mit der Neutronendosis ϕ bei verschiedenen Bestrahlungsbedingungen.

Abbildung 15

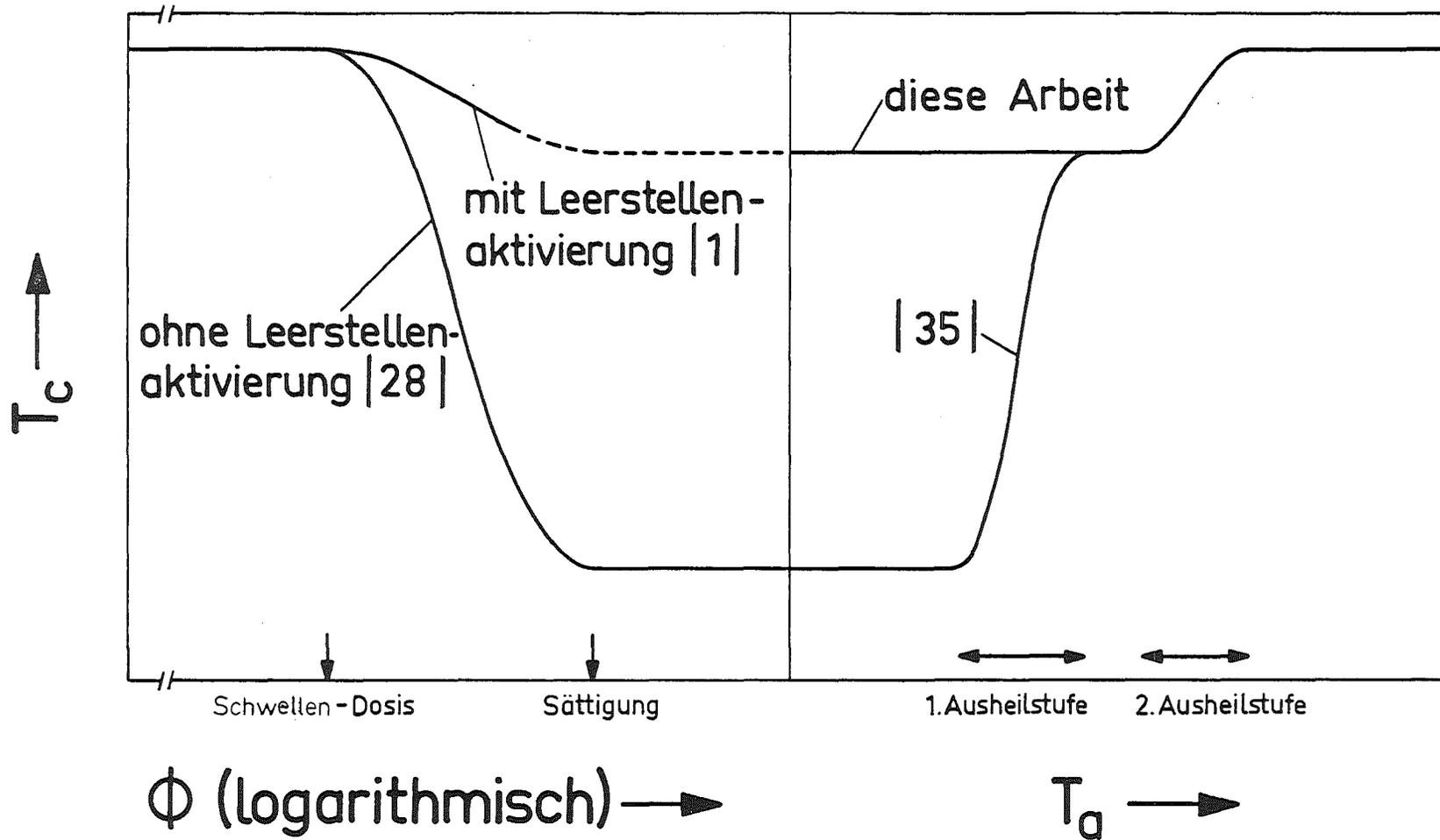
Küpfer und Manuel diskutieren das Verhalten von T_c bei kleinen Dosen wie im folgenden wiedergegeben. Ein Teil der unbestrahlten Einkristalle wies ursprünglich ein um 0.35 K höheres T_c auf. Das kann durch eine unvollständigere Transformation in die tetragonale Phase erklärt werden. Die sich ausbildende Domänenstruktur ist der Grund für ein reduziertes Restwiderstandsverhältnis und einen $j_c(H)$ -Peak nahe H_{c2} . Ausheilung bei 1400°C beseitigte die Unterschiede. Alle Kristalle transformierten anschließend weitgehend und T_c betrug 16.5 K. Der Anstieg von T_c bei kleinen Dosen entspricht einer Stabilisierung der kubischen Phase durch bestrahlungsinduzierte Defekte. Bei Viswanathan et al. ist das höhere T_c des unbestrahlten Kristalls in Einklang mit der beobachteten 10%igen Transformation. Ergänzend zu den Ergebnissen von Küpfer und Manuel ist festzustellen, daß das nur wenig abgesenkte Restwiderstandsverhältnis bei der kleinsten Dosis von $1.7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ auf wenige Domänengrenzen hindeutet, also einen hohen Anteil der kubischen Phase. Hier wird die kritische Stromdichte durch bestrahlungsinduzierte Haftzentren verursacht (6.2). Die Verbreiterung des Übergangs kann durch die geringen tetragonalen Anteile erklärt werden. Der kubische Anteil wird bis zu einer Dosis von $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ erhöht, wie die Steigerung von T_c zeigt. Die Verringerung des Restwiderstandsverhältnisses ist auf bestrahlungsinduzierte Defekte zurückzuführen (6.3).

Viswanathan et al. beobachten erst bei höheren Dosen einen Rückgang von T_c , vermutlich weil sich die inhomogene T_c -Absenkung (5.2) bei der resistiven T_c -Messung weniger stark auswirkt (vgl. Anhang A2). Für Dosen oberhalb $5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ ist T_c dagegen unter den Bestrahlungsbedingungen nach Küpfer und Manuel weniger stark abgesenkt. Dieses Verhalten kann durch die Wanderung der Leerstellen während der Bestrahlung erklärt werden, die nach 5.3 zu einer teilweisen Wiederherstellung der Ordnung führt. Das Modell von Pande [28], [33] (vgl. 5.2) beschreibt die T_c -

Absenkung durch "disordered regions" (DOR), die den primären ungeordneten Zonen entsprechen. Wegen (12) sind die Leerstellen in fast allen Kaskaden am Ende der Bestrahlung ausgeheilt oder eingefangen. Die Ordnung in den Kaskaden ist deshalb nicht mehr die der primären ungeordneten Zonen (5.1), sondern in etwa diejenige, die am Ende der 1. Ausheilstufe vorliegt. In diesem Fall ist die in Abbildung 16 schematisch angedeutete Variation von T_c zu erwarten. Die Schwellen-Dosis und diejenige Dosis, bei der die Sättigung der T_c -Absenkung einsetzt, werden vom Volumenanteil der DOR bestimmt, d.h. näherungsweise durch den Volumenanteil der primären Kaskaden, der nur vom Neutronenspektrum und der Dosis, nicht aber von Bestrahlungszeit und -temperatur abhängt. Bei aktivierten Leerstellen ist jedoch die Ordnung in den DOR durch den Zustand am Ende der 1. Ausheilstufe gegeben, dem nach Dew-Hughes et al. [35] (siehe oben) ein T_c von etwa 14 K entspricht. Nach dem Modell von Pande erwartet man damit auch in der Sättigung ein T_c in diesem Bereich und eine entsprechend flacher verlaufende T_c -Absenkung. Unter Bestrahlungsbedingungen, die zu keiner nennenswerten Beweglichkeit der Leerstellen während der Bestrahlung führen, findet man dagegen unabhängig vom Ausgangsmaterial in der Sättigung ein T_c von wenigen K [26] (vgl. 5.2). Experimentell bestätigt würde die hier skizzierte Variation von T_c bei aktivierten Leerstellen allerdings erst durch eine Fortsetzung der Bestrahlung von K pfer und Manuel unter den gleichen Bedingungen  ber die h chste Dosis von $1.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ hinaus, bei der sich das S ttigungsverhalten von T_c nur im R ckgang von ΔT_c andeutet. Die Verschiebung und Verbreiterung des ΔT_c -Peaks bei K pfer und Manuel k nnte auf die unterschiedliche M ßmethode zur ckzuf hren sein (vgl. Anhang A2): Kleine Volumenanteile der DOR werden schon im induktiven  bergang beobachtet, resistiv bestimmt dagegen noch die Matrix allein den  bergang. Bei gro en Volumenanteilen der DOR wird der induktive  bergang fast ausschlie lich durch sie verursacht, w hrend die noch vorhandenen ungest rten Anteile die resistive  bergangsbreite vergr o ern.

Bestrahlung

Ausheilung

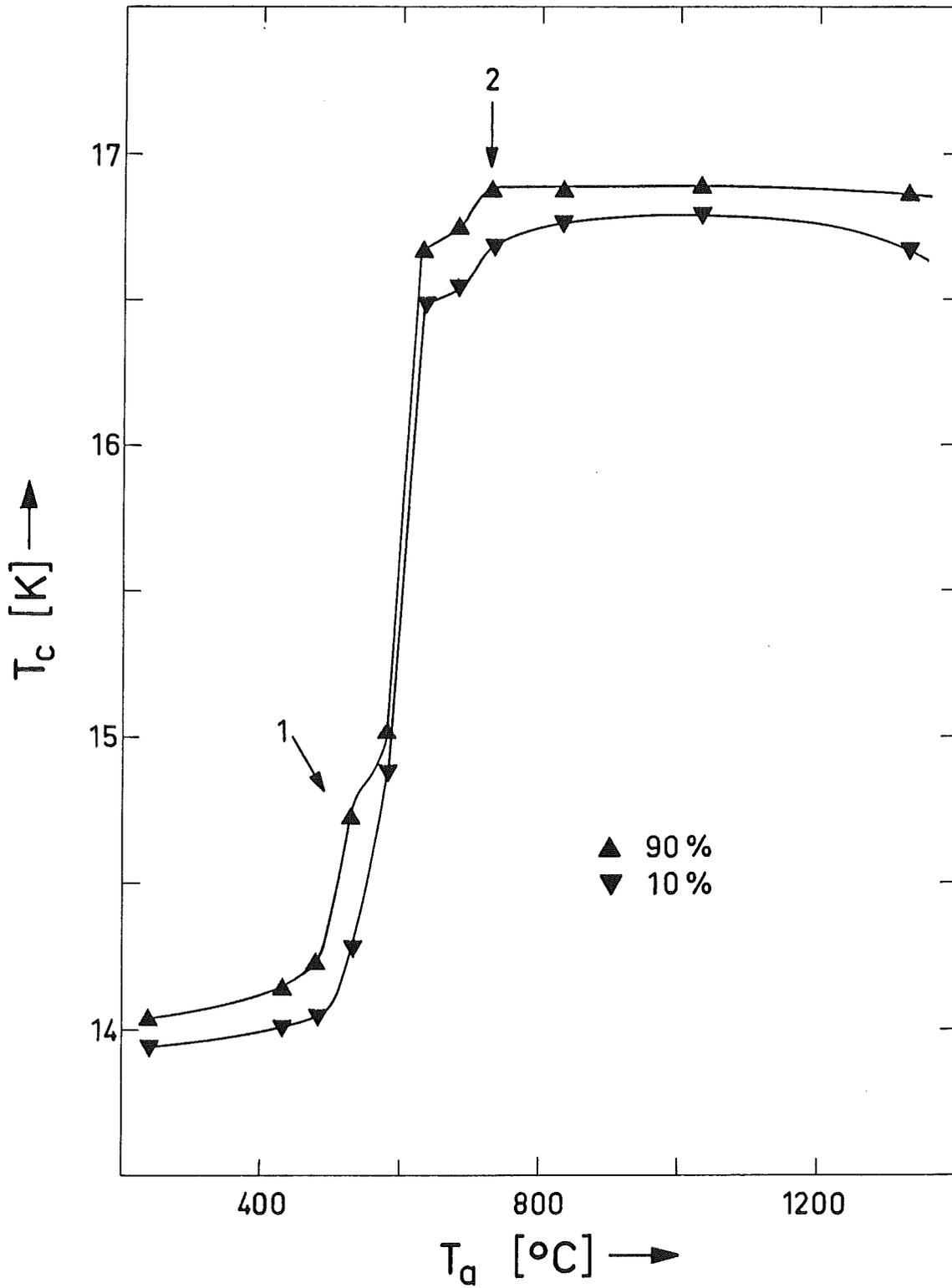


Sättigungs- und Ausheilverhalten der Sprungtemperatur T_c (schematisch) bei verschiedenen Bestrahlungsbedingungen.

Abbildung 16

Die bisher in diesem Kapitel entwickelte Beschreibung der mikroskopischen Vorgänge bei Bestrahlung und Ausheilung reicht zur Erklärung der Variation der Sprungtemperatur bei der isochronen Ausheilung (Tabelle, Abbildung 13) nicht aus. Es zeigt sich, daß auch die Variation der Volumenhaftkraft berücksichtigt werden muß, deren Ursache die im Transmissions-Elektronenmikroskop beobachteten Versetzungsringe (3.) sind. In 6.2 wird gezeigt, daß die Versetzungsringe durch Zusammenlagerung eines Teils der in den Kaskaden gebildeten und während der Bestrahlung beweglichen Zwischengitteratome und Leerstellen entstehen und durch Freisetzung von Leerstellen aufgelöst werden. Mit diesem Bild können wir im folgenden konsistent die gegenseitige Abhängigkeit des Verlaufs von Sprungtemperatur und Volumenhaftkraft bei der isochronen Ausheilung erklären. Die Interpretation der Ergebnisse der induktiven T_c -Messung, bei der der Grad des Übergangs im Gegensatz zu einer spezifischen Wärme-Messung nicht in jedem Fall den supraleitenden Volumenanteil wiedergibt (vgl. Anhang A2), wird belegt durch die Berücksichtigung der Variation der übrigen gemessenen Größen.

Die erste Stufe in der T_c -Erholung tritt bei einer Ausheilungstemperatur von 530°C auf. Diese Temperatur liegt zwischen den beiden Bereichen, in denen nach Dew-Hughes et al. [35] (siehe oben) bestrahlungsinduzierte und thermische Leerstellen aktiviert werden. Die Änderung der Volumenhaftkraft bei dieser Temperatur erklären wir mit der Auflösung eines Teils der Versetzungsringe (6.2). Nach unserem Modell (siehe oben) werden dabei Leerstellen freigesetzt, die durch den Kristall wandern, bis sie endgültig ausgeheilt oder erneut eingefangen werden, und damit die beobachtete T_c -Erholung bewirken (5.3). Da diese T_c -Erholung nur im Bereich der aufgelösten Versetzungsringe und damit sehr inhomogen erfolgt, wächst die Übergangsbreite zwischen 90 und 10% des normalleitenden Signals sprunghaft auf 450 mK. Noch deutlicher wird die Inhomogenität der T_c -Erholung, wenn man die 90%- und 10%-Punkte des Übergangs getrennt betrachtet (Abbildung 17). Die sprunghafte Änderung der Übergangstemperatur tritt nur bei 90% (Pfeil 1), nicht aber bei 10% auf. In einigen Bereichen der Probe erholt sich T_c deutlich,



Variation der Übergangstemperatur T_c bei 10% und 90% des normalleitenden Signals (induktiv) mit der Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 17

andere erfahren dagegen nur eine geringe T_c -Änderung. Diese Beobachtung kann nicht mit der homogenen Aktivierung von thermischen Leerstellen erklärt werden.

Im nächsten Ausheilungsschritt bei 580°C erhöht sich die Übergangstemperatur bei 90% des normalleitenden Signales nur wenig, während wir bei 10% eine große Änderung beobachten (Abbildung 17). Entsprechend geht die Übergangsbreite drastisch zurück bei geringer Erholung von T_c in der Übergangsmitte (Abbildung 13). Bei dieser Temperatur sind zwei Möglichkeiten der Aktivierung von Leerstellen denkbar. Einerseits werden durch Auflösung von weiteren Versetzungsringen Leerstellen frei. Das ist nur in Bereichen möglich, in denen die Versetzungsringe nicht schon bei 530°C aufgelöst worden sind. Andererseits liegt die Temperatur bereits im Bereich der 2. Ausheilstufe nach Dew-Hughes et al. [35] (siehe oben), so daß die Wanderung von thermischen Leerstellen, die sich bei der nächsten Temperatur massiv auswirkt, vermutlich schon bei dieser Temperatur eine Rolle spielt. Diese homogene Leerstellenaktivierung ist in Gebieten mit größerer Unordnung wirksamer, da dann mehr Leerstellensprünge ordnende Wirkung haben. Durch beide Mechanismen erholt sich T_c also bevorzugt in Bereichen, die vom vorhergehenden Ausheilungsschritt nicht betroffen sind.

Bei 630°C Ausheilungstemperatur erfolgt die größte T_c -Erholung durch Aktivierung von thermischen Leerstellen (2. Ausheilstufe). Gleichzeitig werden immer mehr Versetzungsringe aufgelöst (6.2). Dadurch wird T_c lokal weiter verbessert und ΔT_c vergrößert. Die T_c -Erholung ist bei dieser Temperatur schon fast abgeschlossen, während sich in der Messung von Dew-Hughes et al. (Abbildung 14) T_c noch bis 700°C deutlich erhöht. Diese Autoren verwenden polykristallines Material. Die Korngrenzen stellen Senken für die mobilen Leerstellen dar. Deshalb haben einerseits alle mobilen Leerstellen eine geringere mittlere freie Weglänge bis zur Ausheilung oder zum Einfang und können daher weniger Antisite-Defekte ausheilen. Andererseits können weniger bestrahlungsinduzierte Leerstellen durch Bildung von Versetzungsringen oder anderen Clustern bis in die 2. Ausheilstufe erhalten und

dann freigesetzt werden. K pfer und Manuel [1] finden entsprechend bei gleichen Bestrahlungsbedingungen und gleicher Neutronendosis in polykristallinem V_3Si eine etwa dreimal kleinere kritische Stromdichte als in den Einkristallen.

Die  bergangstemperatur bei 90 % des normalleitenden Signales erreicht bei $730^\circ C$ ihren h chsten Wert (Pfeil 2 in Abbildung 17) und  ndert sich dann nicht mehr. Die Ausheilung der Unordnung ist lokal abgeschlossen. Die j_c -Messungen zeigen, da  die Versetzungsringe fast v llig aufgel st sind. Die Freisetzung von Leerstellen aus den Versetzungsringen verursacht also lokal die vollst ndige Erholung von T_c . Die fortschreitende Erholung der 10%-Marke bei $830^\circ C$ zeigt an, da  die verbleibende Unordnung durch thermische Leerstellen ausgeheilt wird. Bei $1030^\circ C$ ist auch diese Erholung abgeschlossen. ΔT_c ist wieder genauso schmal wie vor der Bestrahlung. Die Bereiche, in denen die Unordnung durch die Wanderung von bestrahlungsinduzierten Leerstellen ausgeheilt wird, weisen also keine zus tzliche Verbesserung von T_c auf, die  ber den Wert hinausgeht, der durch thermische Leerstellen in den  brigen Bereichen erreicht wird.

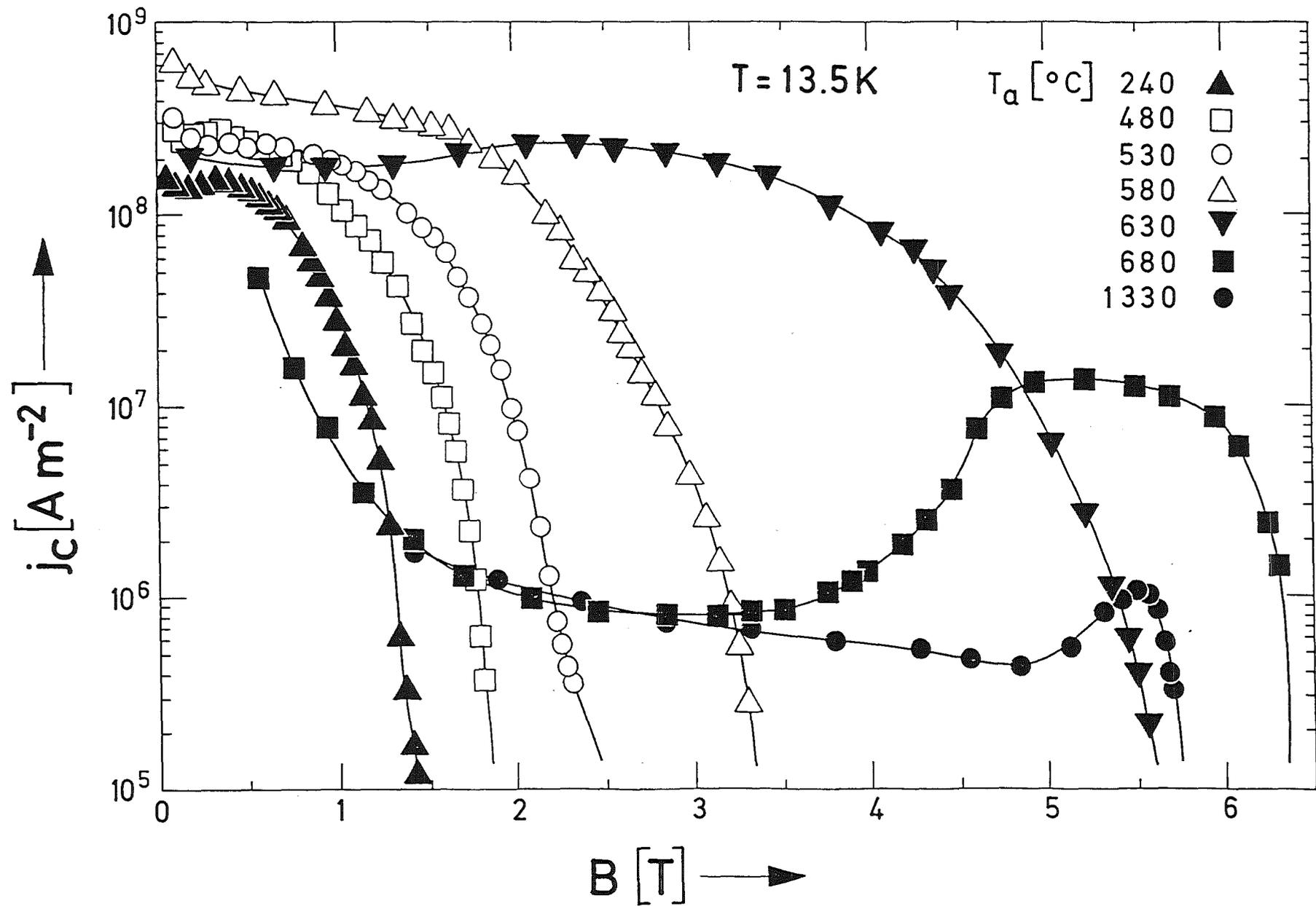
Bei $1330^\circ C$ wird T_c geringf gig abgesenkt und ΔT_c etwas gr o er. Verunreinigungen der Probenoberfl che durch den Tiegel, die an anderen Proben bei h heren Temperaturen eindeutig beobachtet werden [37], k nnten die Ursache sein. T_c geht nicht wieder auf den urspr nglichen Wert von etwa 16.5 K zur ck. Dieses Verhalten entspricht einer anhaltenden Stabilisierung der kubischen Phase, deren Anteil wegen des hohen Restwiderstandsverh ltnisses sehr hoch sein mu  (siehe oben). Hastings und Shirane [38] zeigen, da  die Transformation in V_3Si in der Probenoberfl che einsetzt. Damit k nnte die Transformation durch die erw hnte St rung der Oberfl che verhindert werden. Die j_c -Messungen zeigen, da  auch das Probenvolumen noch Defekte aufweist (6.2). M glichweise tragen diese Defekte zur Verhinderung der Transformation bei. Wegen des hohen Anteils der kubischen Phase ist nicht zu erwarten, da  eine ausgepr gte Dom nenstruktur im Kristall vorliegt, die die kritische Stromdichte verursachen k nnte.

6.2 Volumenhaftkraft

Die Diskussion der Variation der Volumenhaftkraft mit der Ausheilungstemperatur im folgenden ergibt, daß die kritische Stromdichte bei der isochronen Ausheilung bis 730°C weiterhin von den Versetzungsringen verursacht wird und keine anderen Haftzentren gebildet werden. Es liegt also das gleiche Modellsystem vor wie bei den bestrahlten Proben (3.). Deshalb haben wir angenommen, daß die Temperaturabhängigkeit der Volumenhaftkraft auch für die Ausheilung durch das Scaling-Gesetz (9) beschrieben wird und die kritische Stromdichte nur bei einer konstanten absoluten Temperatur von $T=13.5\text{ K}$ gemessen (Abbildung 18). In die Volumenhaftkraft gehen neben der Haftzentrenkonzentration und der Einzelhaftkraft auch H_c und κ bzw. H_{c2} und κ ein (2.2), die auch von nicht verankerungswirksamen Defekten beeinflusst werden (6.3, 6.4). Das Temperatur-Scaling (9) ermöglicht es Küpfer und Manuel | 1 | durch Vergleich der Volumenhaftkräfte in den bestrahlten Proben bei konstanter reduzierter Temperatur t den Einfluß von H_c zu eliminieren. Sie interpretieren ihre Ergebnisse durch ein Sättigungsverhalten der Volumenhaftkraft (3.). Diese Autoren haben auch gezeigt, daß die Temperaturabhängigkeit von H_{c2} bis $t=0.7$ praktisch linear ist. Damit läßt sich für die Ausheilung H_{c2} und mit (9) die Volumenhaftkraft von $T=13.5\text{ K}$ auf eine konstante reduzierte Temperatur $t = \frac{T}{T_c}$ umrechnen (Abbildung 19):

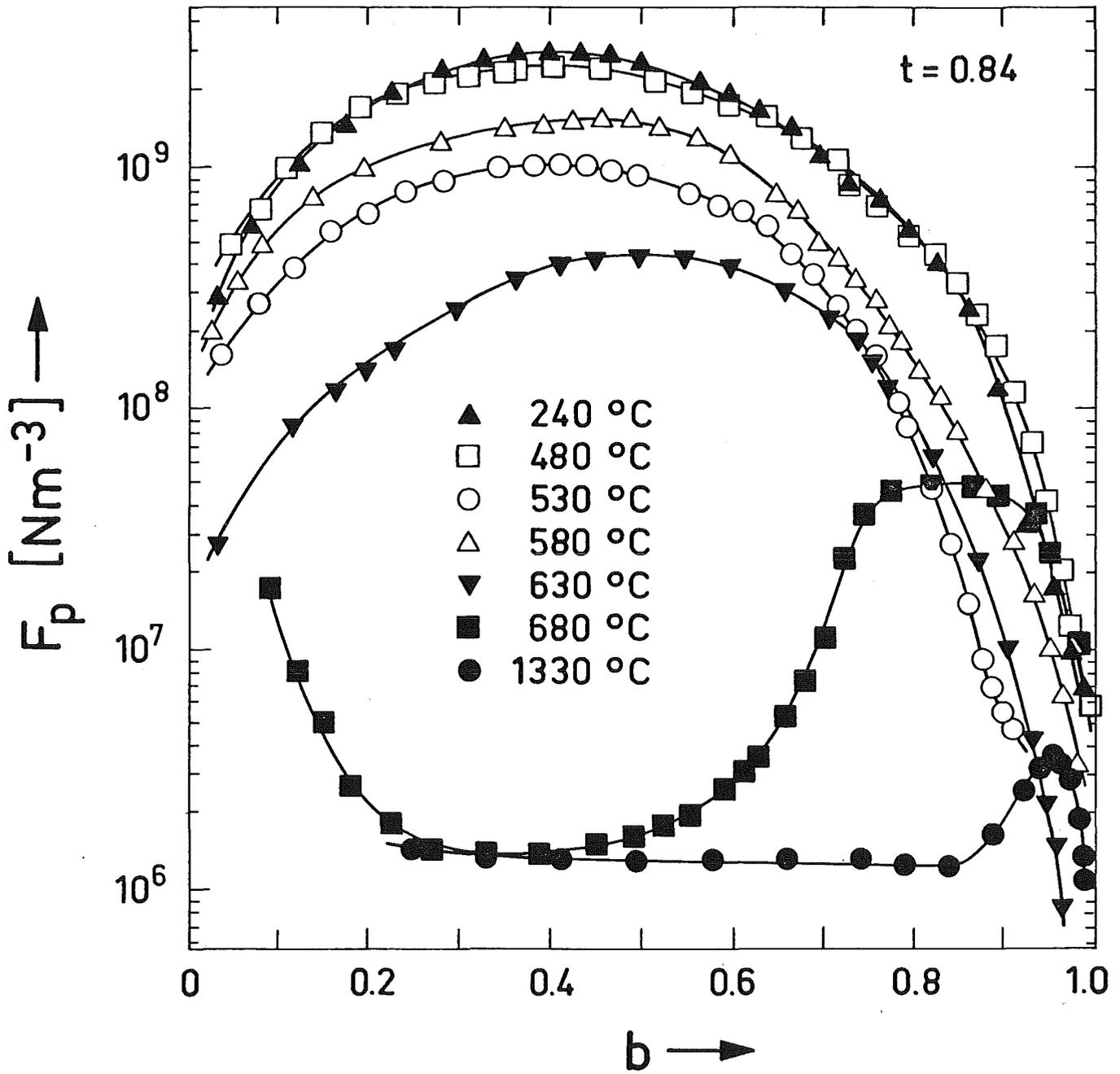
$$F_p(t = 0.84) = F_p(T = 13.5\text{K}) \left[\frac{T_c \cdot (1-0.84)}{T-13.5\text{K}} \right]^{5/2} \quad (13)$$

Sättigung der Volumenhaftkraft heißt ganz allgemein, daß Änderungen der Haftzentrenkonzentration (wie bei den bestrahlten Proben) oder der Einzelhaftkraft zu keiner Änderung der Volumenhaftkraft führen. Auch in der Sättigung variiert die Volumenhaftkraft jedoch mit H_c und κ . Küpfer und Manuel | 1 | haben gezeigt, daß die Volumenhaftkräfte in den bestrahlten Proben dort, wo sie eine Sättigung annehmen, näherungsweise durch die Gleichung von Kramer (8) beschrieben werden (3.), die die Abhängigkeit von H_{c2} und κ und die Variation mit der Temperatur in einem Faktor



Variation der kritischen Stromdichte j_c bei $T = 13.5 \text{ K}$ mit der Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 18



Variation der Volumenhaftkraft F_p bei $t = \frac{T}{T_c} = 0.84$ mit der Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 19

zusammenfaßt. Da wir H_{C_2} und κ bestimmt haben, können wir durch Normierung mit diesem Faktor den Einfluß dieser Größen eliminieren (Abbildung 20):

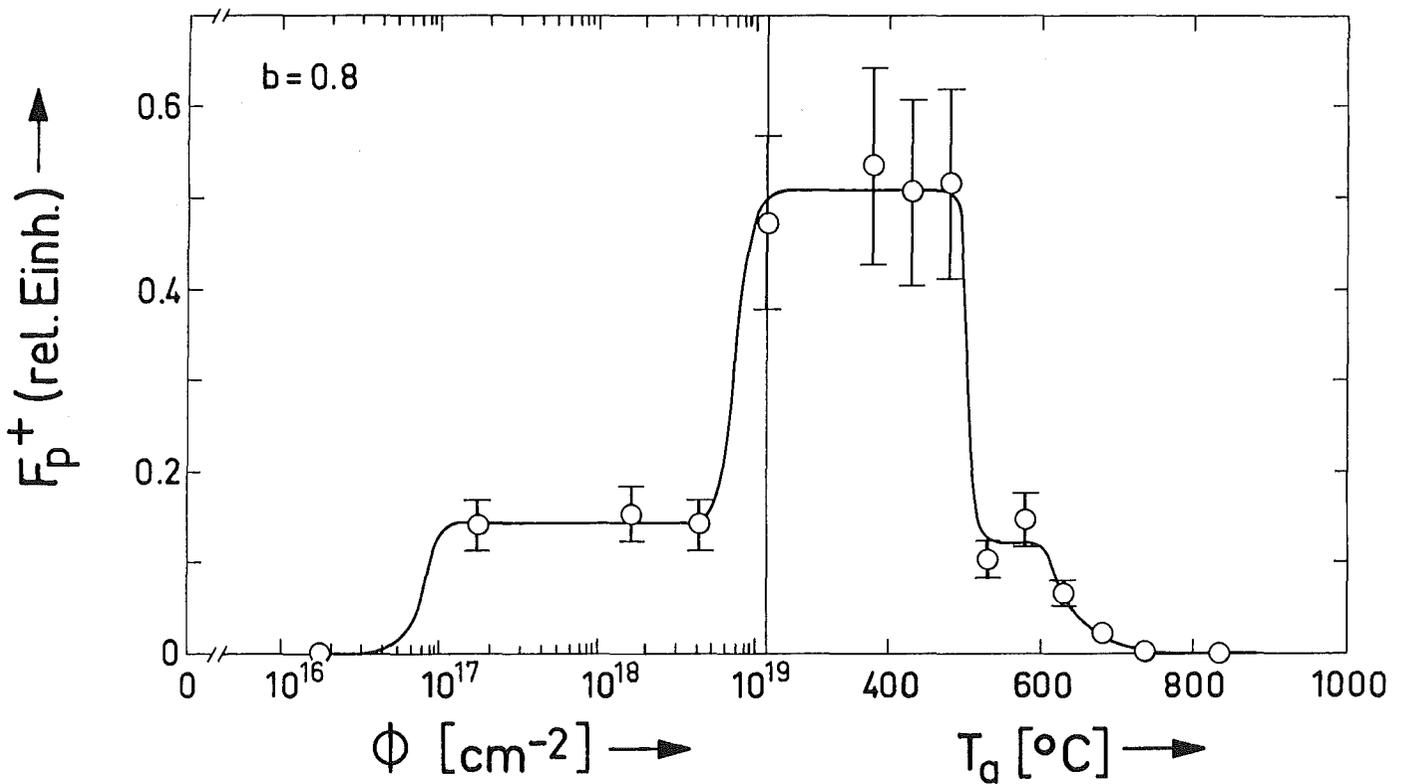
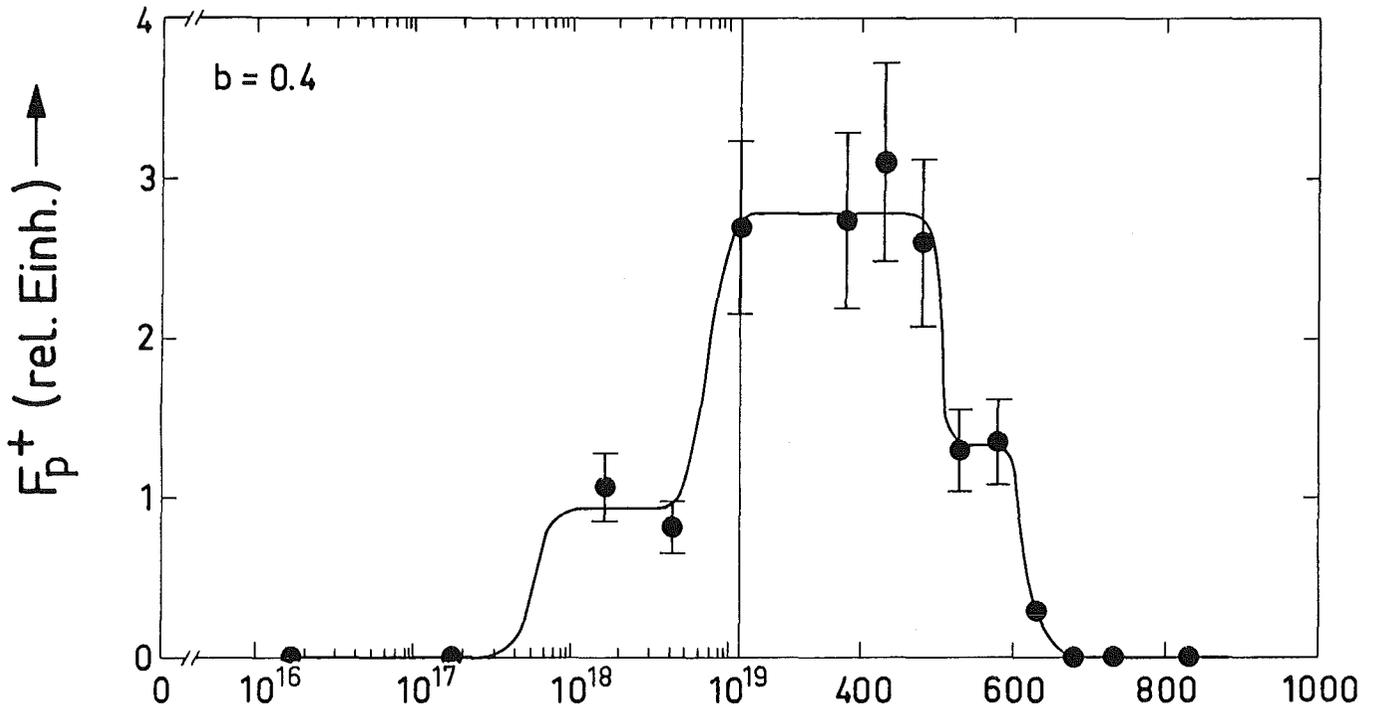
$$F_p^+(b) = \frac{F_p(b, T=13.5K) \cdot \kappa^2}{H_{C_2}^{5/2} (T=13.5K)} \quad (14)$$

Die reduzierte Volumenhaftkraft F_p^+ ist nur von der Haftzentrenkonzentration und der Einzelhaftkraft, sowie von der Flußliniendichte b abhängig. Sättigung der Volumenhaftkraft bedeutet daher konstante reduzierte Volumenhaftkraft bei konstanter Flußliniendichte. Der Fehler von F_p^+ ergibt sich aus der statistischen Aufsummierung der Fehler von j_c , H_{C_2} (4.2) und κ (Anhang A1) zu $\pm 20\%$. Die große Ungenauigkeit in der κ -Bestimmung wirkt sich dabei am stärksten aus.

Ab einer Dosis von $1.6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ und bis zu einer Ausheilungstemperatur von 480°C ist die reduzierte Volumenhaftkraft F_p^+ konstant bis auf eine sprunghafte Änderung bei der höchsten Dosis (Abbildung 20). An dieser Stelle ändern sich auch H_{C_2} und κ am stärksten (6.3, 6.4). Die Änderung von F_p^+ ist daher wahrscheinlich auf Ungenauigkeiten der Exponenten von H_{C_2} und κ in Gleichung (14) zurückzuführen, die sich daraus ergeben, daß die Volumenhaftkraft nur näherungsweise durch die Kramer-Gleichung (8) beschrieben wird. Davon abgesehen zeigt die Volumenhaftkraft im angegebenen Bereich ein echtes Sättigungsverhalten für alle Flußliniendichten. Obwohl in den bestrahlten Proben die Dosis und damit die Konzentration der Versetzungsringe um eine Größenordnung zunimmt, werden die Änderungen der Volumenhaftkraft nur durch die Variation von H_{C_2} und κ verursacht. Bei einer Dosis von $1.7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ sättigt die Volumenhaftkraft für Flußliniendichten oberhalb des Maximums (3.). Entsprechend hat F_p^+ für $b = 0.8$ den Wert in der Sättigung. Bei der Ausheilung ist die Zunahme der kritischen Stromdichte bis 480°C ebenfalls nur auf die Änderungen von H_{C_2} und κ (6.3, 6.4) zurückzuführen

Bestrahlung

Ausheilung



Variation der reduzierten Volumenhaftkraft F_p^+ mit Neutronendosis ϕ und Ausheiltemperatur T_a .

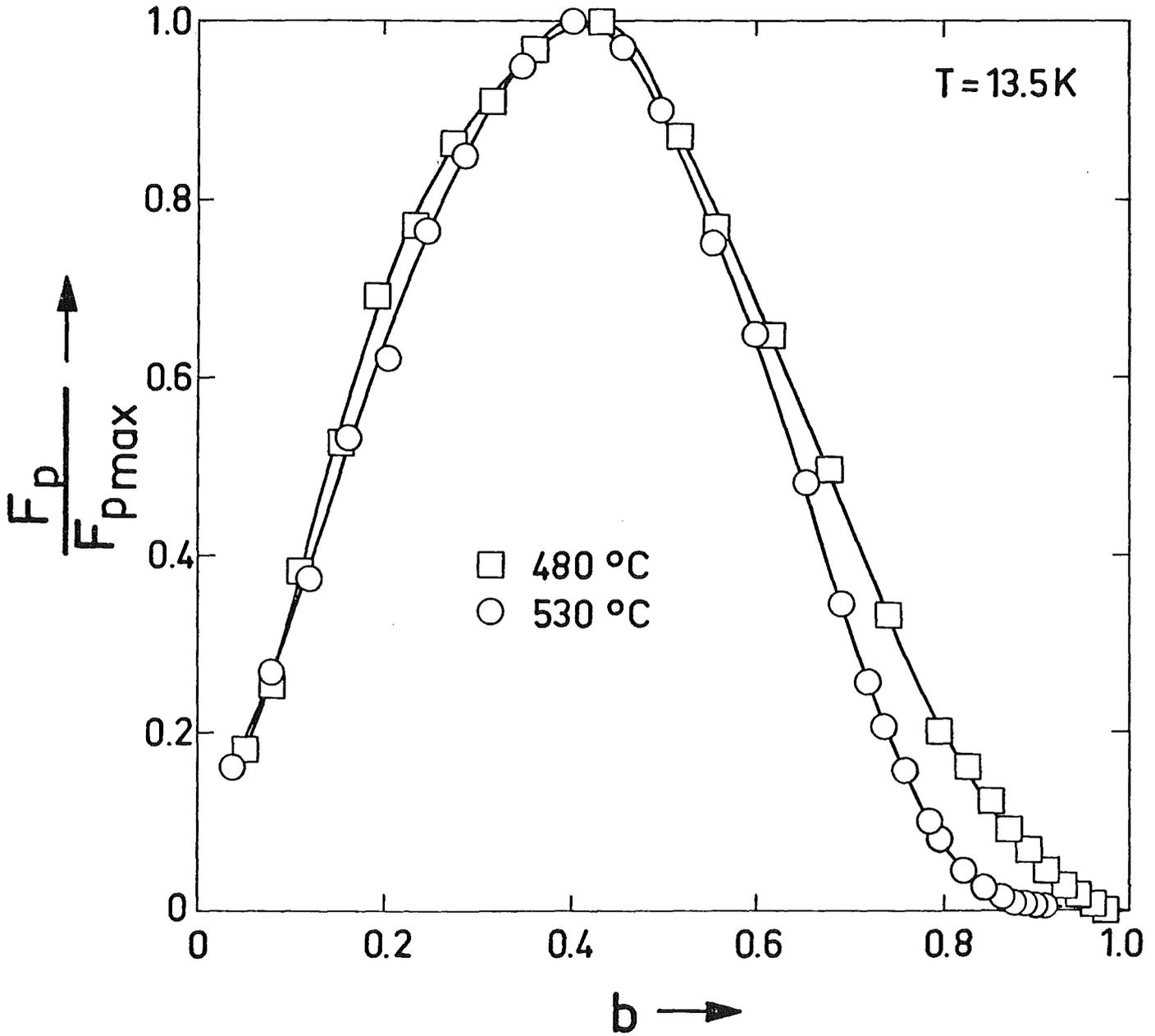
Abbildung 20

(Abbildung 18). Der Feldverlauf der Volumenhaftkraft bleibt unverändert (Abbildung 19). Entsprechend dem Sättigungsverhalten bei der Bestrahlung ist anzunehmen, daß sich die Volumenhaftkraft bei einem Rückgang der Konzentration der Versetzungsringe zunächst nicht ändert. Eine nennenswerte Auflösung von Versetzungsringen bei 480°C erscheint jedoch nicht wahrscheinlich. Nach dem im folgenden diskutierten Modell wäre die Freisetzung einer großen Zahl von Leerstellen die Folge und damit eine deutliche T_c -Erholung, die jedoch nicht beobachtet wird (6.1).

In A15-Supraleitern bestehen die bei einer Bestrahlung mit schnellen Neutronen primär gebildeten Kaskaden aus einem Gebiet mit einer hohen Konzentration an Leerstellen (LS) und Antisite-Defekten (ASD) und aus Zwischengitteratomen (ZGA) außerhalb dieses Gebiets (5.1). ZGA und LS bewegen sich in V_3Si wegen der fast gleichen Radien der V- und Si-Atome [39] vermutlich ähnlich wie in einfachen Metallen, für die Modellvorstellungen existieren. Eine Zusammenfassung gibt Schilling [40]. Die Bestrahlungsbedingungen entscheiden, ob die LS während der Bestrahlung am Ort ihrer Entstehung verbleiben (wie bei Dew-Hughes et al. [35], 6.1) oder ob sie sich im Kristallgitter bewegen (wie im vorliegenden Experiment). Im 1. Fall wandern nur die ZGA. Durch Rekombination mit den LS wird ein Teil ausgeheilt. Wegen ihrer räumlichen Trennung von den ASD und LS haben die ZGA wenig Einfluß auf die Ordnung und bilden leicht Cluster. Im 2. Fall reparieren zusätzlich die LS einen Teil der ASD und bilden ebenfalls Cluster. Bei der isochronen Ausheilung werden die LS-Cluster thermisch dissoziiert und die freigewordenen LS heilen durch Rekombination die ZGA-Cluster aus. Wegen der annähernd gleichen Anzahlen von LS und ZGA sind die beiden Clusterarten schließlich gleichzeitig vollständig aufgelöst. Die im Experiment von K pfer und Manuel [1] gebildeten und im Transmissions-Elektronenmikroskop beobachteten Versetzungsringe (3.) sind deshalb vermutlich teilweise aus ZGA und teilweise aus LS aufgebaut. Sowohl ZGA [40] als auch LS [41] k nnen sich zu Ver-

setzungsringen zusammenlagern. Im 1. Fall wird ringförmig eine zusätzliche Gitterebene eingebaut, im 2. Fall fehlt entsprechend eine Gitterebene. Beim Ausheilen werden die LS-Versetzungsringe thermisch aufgelöst. Die freiwerdenden LS bauen durch Rekombination die ZGA-Versetzungsringe ab. Die Auflösung beider Arten von Versetzungsringen ist also mit der Wanderung von Leerstellen verbunden.

Im nächsten Ausheilungsschritt bei 530°C geht die reduzierte Volumenhaftkraft F_p^+ im gesamten Feldbereich zurück (Abbildung 20). Im Gegensatz zur Änderung von F_p^+ bei der höchsten Dosis (siehe oben) ist der Sprung diesmal mit einer viel kleineren Änderung von κ und H_{c2} verbunden (6.3, 6.4). Der Rückgang von F_p^+ wird daher in diesem Fall von der nur näherungsweise bekannten H_{c2} - und κ -Abhängigkeit der Volumenhaftkraft viel weniger beeinflusst. Ursache für den Rückgang der Volumenhaftkraft ist vielmehr die teilweise Auflösung der Versetzungsringe nach dem oben beschriebenen Mechanismus. In Abbildung 21 ist die mit dem Maximum normierte Volumenhaftkraft über der Flußliniendichte aufgetragen. Für Flußliniendichten $b < 0.6$ ergibt sich gegenüber der Volumenhaftkraft in der Sättigung keine Änderung, für $b > 0.6$ ist der Abfall jedoch deutlich steiler. Der Rückgang der Volumenhaftkraft bei hohen Flußliniendichten (siehe auch Abbildung 19) weicht drastisch vom Sättigungsverhalten der bestrahlten Proben ab, bei denen die Volumenhaftkraft oberhalb des Maximums unabhängig von der Konzentration ist. Der Vergleich der Volumenhaftkräfte in den bestrahlten Proben mit der Gleichung von Kramer (8), die die Flußlinienverankerung an Korngrenzen gut beschreibt (2.2), zeigt, daß sogar verschiedene Arten von Haftzentren und damit unterschiedliche Einzelhaftkräfte bei hohen Flußliniendichten $b > 0.8$ die gleiche Volumenhaftkraft ergeben (Abbildung 7). Der Rückgang der Volumenhaftkraft setzt sich bei 580°C nicht fort (Abbildung 20). Nach 6.1 erwarten wir, daß bei dieser Temperatur erstmals die Aktivierung von thermischen Leerstellen wirksam wird. Zusätzliche mobile Leerstellen können ZGA-Cluster verkleinern und LS-Cluster vergrößern. Da die Einzelhaftkraft eines Versetzungsringes im beobachteten Größenbereich $|1|$ (3.) dem Quadrat des Ringdurchmessers proportional ist $|16|$, kompensiert diese Änderung der Versetzungs-



Feldabhängigkeit der normierten Volumenhaftkraft $\frac{F_p}{F_{pmax}}$ bei 480°C und 530°C Ausheiltemperatur.

Abbildung 21

ringstruktur möglicherweise die Absenkung der Volumenhaftkraft durch die fortschreitende Auflösung der Versetzungsringe. Wie sich Konzentration und Größe der Versetzungsringe im einzelnen ändern und wie dadurch die beobachteten Änderungen der Volumenhaftkraft verursacht werden, bleibt unverstanden.

Bei 630°C Ausheilungstemperatur geht die Volumenhaftkraft bei kleinen Flußliniendichten zurück (Abbildung 20). Dort verändert sie sich jetzt umgekehrt wie bei der Bestrahlung. Wegen der Erniedrigung der Haftzentrenkonzentration kann sich ein weniger gestörtes Flußliniengitter mit größeren elastischen Konstanten ausbilden. Der Threshold steigt an und das Maximum der Volumenhaftkraft verschiebt sich entsprechend zu höheren Flußliniendichten (3.). Bei 680°C ist die Verschiebung des Maximums soweit fortgeschritten, daß wir einen Peak-Effekt der kritischen Stromdichte beobachten (Abbildung 18). Bei 730°C ist die kritische Stromdichte sehr gering und geht auch mit 830°C Ausheilungstemperatur nur noch wenig zurück. Von dieser Temperatur an ändert sie sich bis zur letzten Ausheilungsstufe bei 1330°C überhaupt nicht mehr. Dieses Verhalten deutet darauf hin, daß die kontinuierliche Auflösung der Versetzungsringe bei 730°C abgeschlossen ist und die kritische Stromdichte oberhalb dieser Temperatur von anderen Haftzentren verursacht wird. Der $j_c(H)$ -Peak ist charakteristisch für kleine Einzelhaftkräfte. Welche Defekte bei dieser Temperatur noch stabil sind, kann mit diesen Experimenten nicht entschieden werden.

6.3 Restwiderstandsverhältnis und Ginzburg-Landau-Parameter

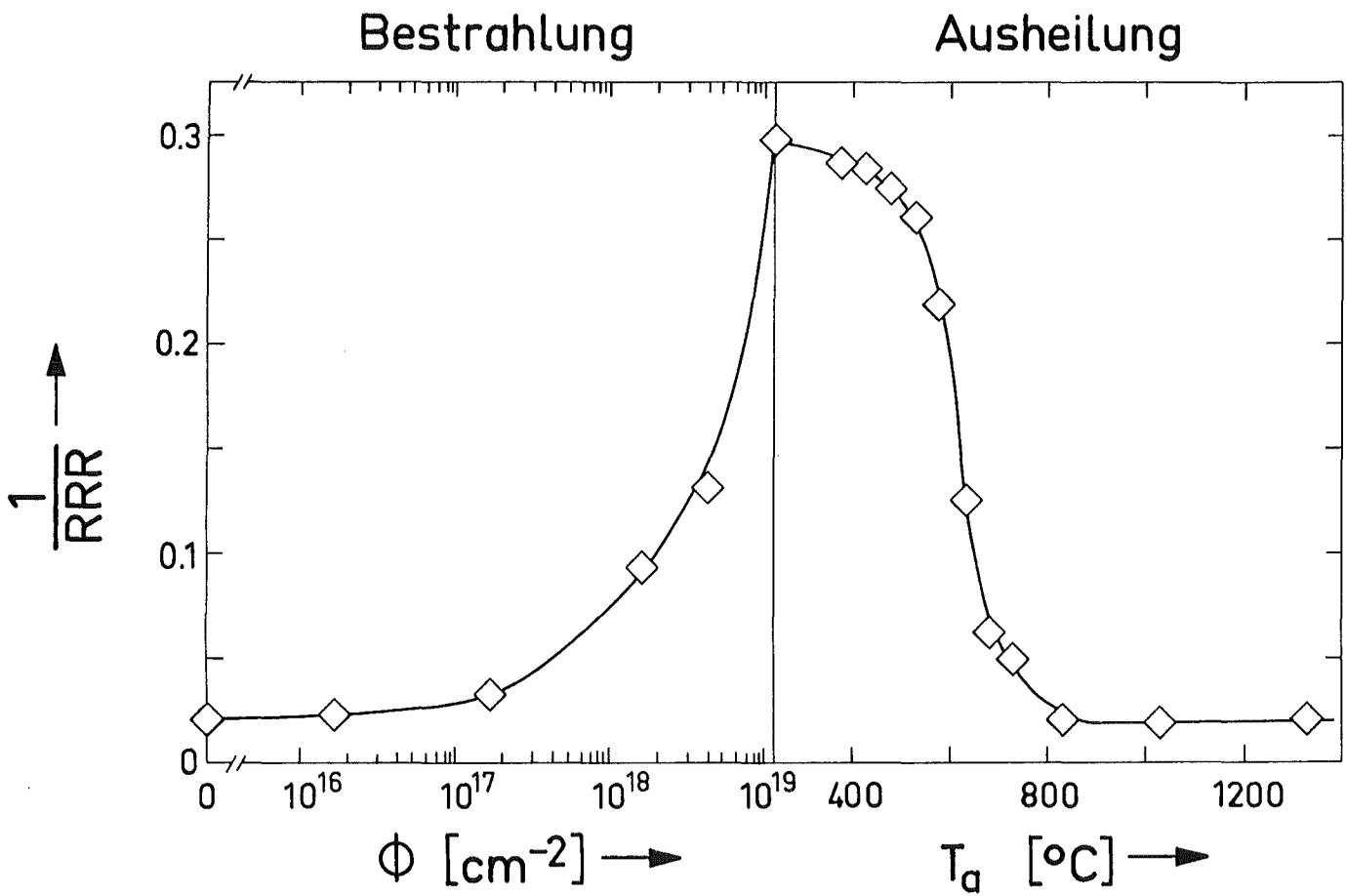
Die unbestrahlten Proben haben ein Restwiderstandsverhältnis von $\text{RRR}=47.9$, das bei der Bestrahlung monoton mit der Neutronendosis bis auf 3.37 fällt. Die Erholung bei der isochronen Ausheilung erfolgt ebenfalls monoton bis auf 51 bei einer Ausheiltemperatur von 830°C , ab der sich das Restwiderstandsverhältnis kaum noch

ändert (Tabelle). Im folgenden soll das inverse Verhältnis betrachtet werden (Abbildung 22):

$$\frac{1}{RRR} = \frac{R_{20K}}{R_{293K}} \approx \frac{\rho_0}{\rho_{Ph}(293K)} \quad (15)$$

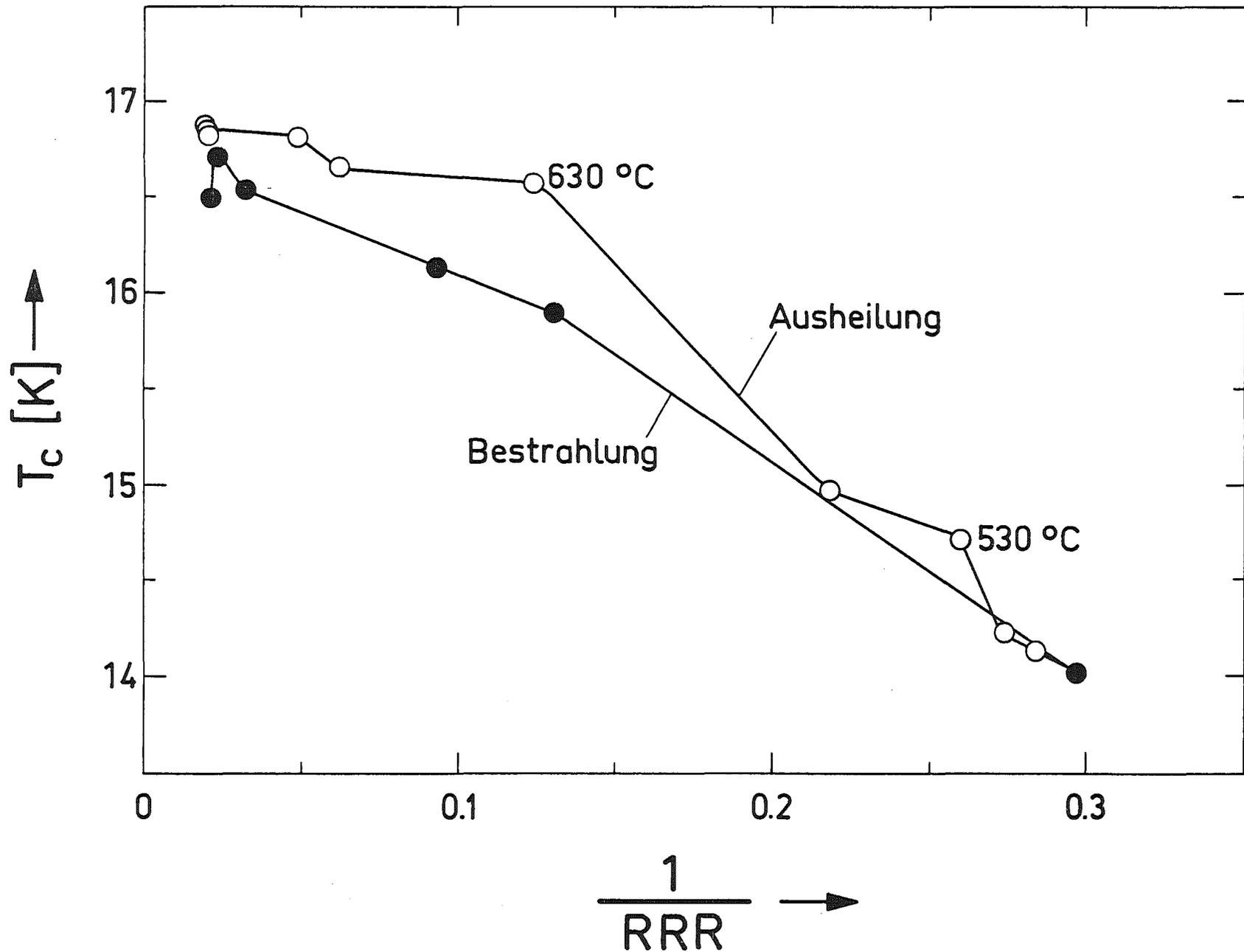
Bei 20 K überwiegt der Restwiderstand ρ_0 , der hauptsächlich durch die bestrahlungsinduzierten Defekte verursacht wird, bei 293 K der phononische Anteil $\rho_{Ph}(293 K)$. Karkin et al. [42] haben gezeigt, daß sich der phononische Raumtemperaturwiderstand bei isochroner Ausheilung von V_3Si nach Bestrahlung mit einer hohen Neutronendosis wesentlich weniger ändert als der Restwiderstand. $\frac{1}{RRR}$ gibt also im wesentlichen die Variation des Restwiderstandes wieder.

Welche Defekte beeinflussen den Restwiderstand? An Nb_3Sn -Filmen haben mehrere Autoren die Korrelation zwischen Restwiderstand und Sprungtemperatur untersucht. Dynes et al. [31] finden für verschieden behandelte Filme eine gute Übereinstimmung der $T_C(RRR)$ -Kurven bei stark gestörter Struktur, also kleinen T_C -Werten und Restwiderstandsverhältnissen nahe 1. Brown et al. [43] haben, durch Bestrahlung mit geringen Neutronendosen und anschließendes isochrones Ausheilen, die Korrelation für wenig gestörte Schichten mit hohem T_C und RRR-Werten zwischen 3 und 4 untersucht. Die $T_C(RRR)$ -Kurve aus der Bestrahlung wird bei der Ausheilung nicht wieder durchlaufen. T_C erholt sich schneller als RRR. Bei V_3Si -Bulkproben liegen die Restwiderstandsverhältnisse wesentlich höher. In Abbildung 23 ist T_C über $\frac{1}{RRR}$ aufgetragen, weil die Korrelationskurven dann annähernd linear verlaufen und leichter verglichen werden können. Deutlich ist zu sehen, daß der Zusammenhang für bestrahlte und ausgeheilte Proben verschieden ist. Bei der Bestrahlung ist die anfängliche T_C -Erhöhung nicht mit dem Restwiderstandsverhältnis korreliert, was nach der in 6.1 gegebenen Erklärung auch nicht erwartet werden kann. Bei $530^\circ C$ und $630^\circ C$ ist die deutliche T_C -Erholung nicht mit einer entsprechenden Änderung des RRR verbunden. Ab $630^\circ C$ ändert sich T_C kaum mehr,



Variation des inversen Restwiderstandsverhältnisses $\frac{1}{RRR}$ mit Neutronendosis ϕ und Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 22



Korrelation zwischen Sprungtemperatur T_c und Restwiderstandsverhältnis $\frac{1}{RRR}$ für Bestrahlung und Ausheilung.

Abbildung 23

während der Restwiderstand noch bis 830°C deutlich abnimmt. Bei dieser Temperatur sind auch die Versetzungsringe ausgeheilt (6.2). Der beschriebene Verlauf des Restwiderstands zeigt, daß sowohl die T_c -absenkenden Defekte als auch die Versetzungsringe zu ihm beitragen.

Zur Diskussion des Sättigungsverhaltens der Volumenhaftkraft (6.2) und der Variation von H_{c2} (6.4) wird der Ginzburg-Landau Parameter κ benötigt. Für die bestrahlten Proben wurde er von Kűpfer und Manuel [1] aus der Steigung von $H_{c2}(T)$ am Sprungpunkt $\left. \frac{dH_{c2}}{dT} \right|_{T=T_c}$ und dem elektronischen Beitrag γ zur spezifischen Wärme $c = \gamma T + \alpha T^3$ berechnet. Der Gang der Rechnung ist im Anhang A1 kurz wiedergegeben. Die Dosisabhängigkeit von γ wurde von Viswanathan und Caton [36] zusammen mit den in 6.1 diskutierten T_c -Werten bestimmt. Wir haben gezeigt, daß die höhere Bestrahlungstemperatur im vorliegenden Experiment einen unterschiedlichen T_c -Verlauf zur Folge hat. Im hier untersuchten Dosisbereich sind die absoluten T_c -Werte jedoch noch vergleichbar (Abbildung 15). Welchen Einfluß hat die Bestrahlungstemperatur auf γ ? Aus den Gleichungen (A4) und (A7) im Anhang A1 ist ersichtlich, daß man γ unter den angegebenen Voraussetzungen als Funktion von RRR und $\left. \frac{dH_{c2}}{dT} \right|_{T=T_c}$ ausdrücken kann. Am selben Kristall wie γ wurden auch ρ_0 und $\left. \frac{dH_{c2}}{dT} \right|_{T=T_c}$ [44] gemessen. Die Werte sind im ganzen Dosisbereich den von Kűpfer und Manuel [1] gemessenen vergleichbar. Daher kann angenommen werden, daß die γ -Werte von Viswanathan und Caton trotz der unterschiedlichen Bestrahlungstemperatur auch die bestrahlten Proben im vorliegenden Experiment beschreiben und zur Berechnung von κ verwendet werden können. Die Dosis wurde interpoliert. Für die unbestrahlten Einkristalle ergibt die Rechnung $\kappa = 17.2$ in guter Übereinstimmung mit den bekannten Werten für $V_3\text{Si}$ [45, 46].

Über die Variation von γ mit der Ausheilungstemperatur lag uns keine unabhängige Information vor (vgl. 6.4). Deshalb

haben wir die κ -Werte auf andere Weise berechnet (Anhang A1): Die Gorkov-Goodman-Beziehung (4) wird so umgeformt, daß κ durch die gemessenen Größen $\left. \frac{dH_{C2}}{dT} \right|_{T=T_c}$ und RRR ausgedrückt werden kann. Die beiden freien Konstanten werden durch Anpassung an die κ -Werte der bestrahlten Proben bestimmt. Die Genauigkeit der κ -Berechnung ist im Anhang A1 diskutiert. Die Variation der berechneten κ -Werte mit Neutronendosis und Ausheilungstemperatur ist in Abbildung 24 wiedergegeben und entspricht nach der Gorkov-Goodman-Beziehung (4) bis auf die Variation von γ (6.4) im wesentlichen dem Verlauf von $\frac{1}{RRR}$ (Abbildung 22).

6.4 Oberes kritisches Feld

Die Meßergebnisse für das obere kritische Feld H_{C2} bei $T = 13.5$ K zeigt Abbildung 25 a. Für die bestrahlten Proben wurde H_{C2} bei jeweils 4 Temperaturen bestimmt und gezeigt, daß $H_{C2}(T)$ bis $t=0.7$ linear verläuft | 1 |. Deshalb haben wir bei der isochronen Ausheilung H_{C2} nur bei einer Temperatur bestimmt. Es gilt:

$$H_{C2}(T) = - \left(\left. \frac{dH_{C2}}{dT} \right|_{T=T_c} \right) \cdot (T_c - T) \quad (16)$$

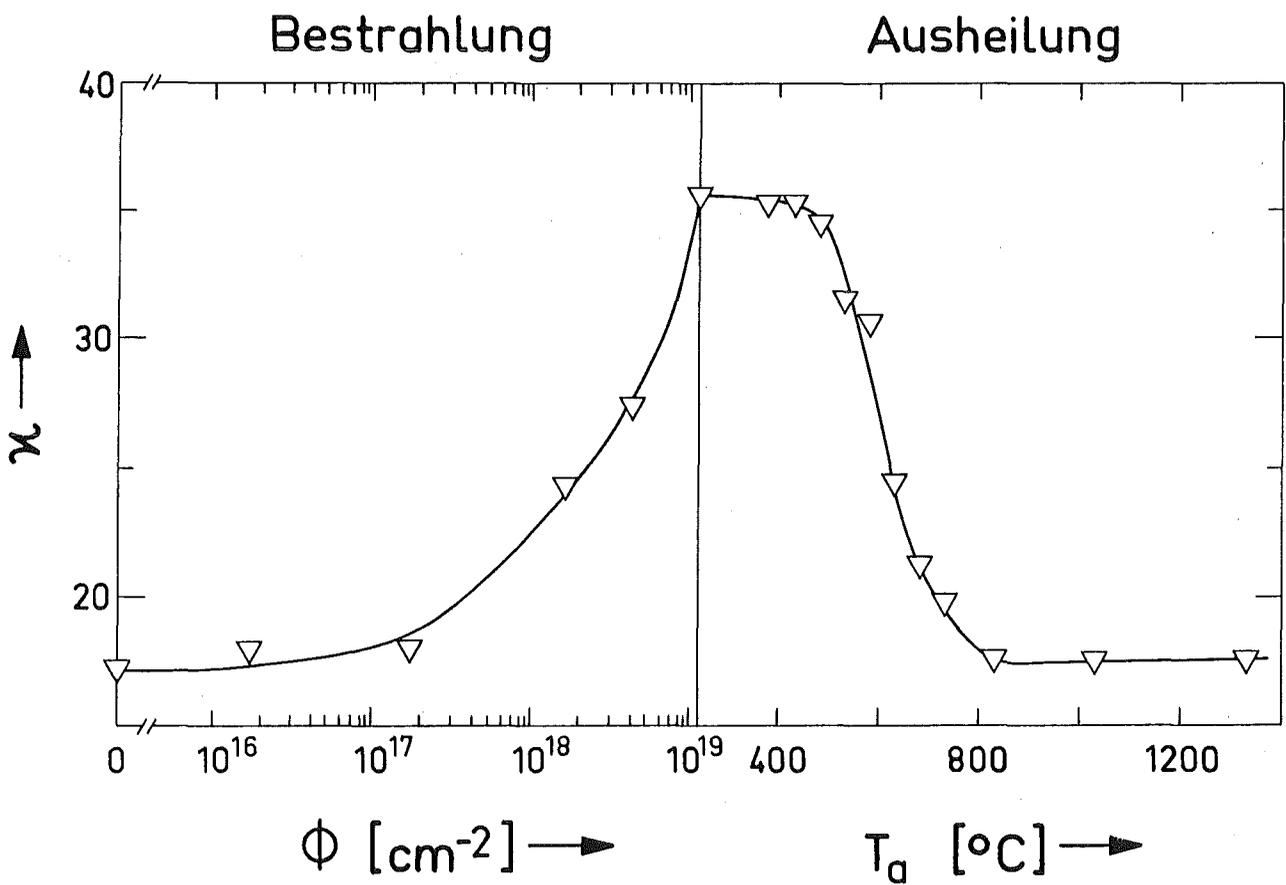
Nun setzen wir Gleichung (A4) in (16) ein:

$$H_{C2}(T) = \frac{1}{458} \kappa \sqrt{\gamma} (T_c - T) \quad (17)$$

und haben damit $H_{C2}(T = 13.5 \text{ K})$ durch grundlegende Größen ausgedrückt. Den elektronischen Koeffizienten der spezifischen Wärme γ können wir für die Ausheilung durch Umformen von (A4) bestimmen:

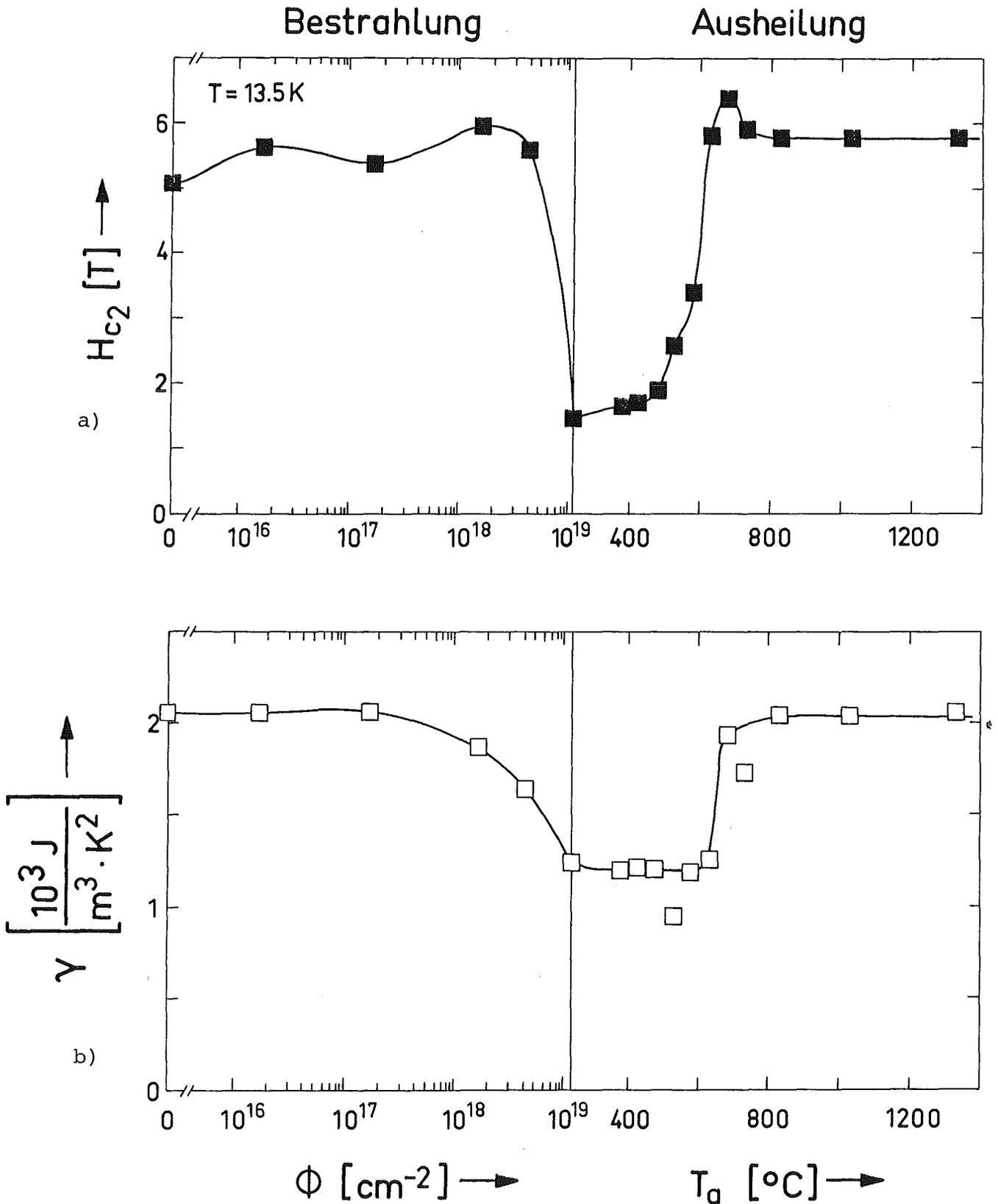
$$\sqrt{\gamma} = 458 \frac{\left. \frac{dH_{C2}}{dT} \right|_{T=T_c}}{\kappa} \quad (13)$$

Diese Gleichung liefert natürlich keine unabhängige Information über die Variation von γ . Vielmehr kann man mit ihr berechnen, wie sich die γ -Werte ändern müßten, um im Rahmen der verwendeten



Variation des Ginzburg-Landau Parameters κ mit Neutronendosis ϕ und Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 24



Variation des oberen kritischen Feldes H_{c2} und des elektronischen Koeffizienten der spezifischen Wärme γ mit Neutronendosis ϕ und Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 25

Beziehungen mit dem gemessenen H_{C_2} -Verlauf übereinzustimmen. Es ergibt sich erwartungsgemäß ein monotoner Verlauf von γ mit der Ausheilungstemperatur (Abbildung 25b). Nach der Ausheilung werden die gleichen Werte erreicht wie vor der Bestrahlung. Eine Erklärung, warum γ eine deutliche Ausheilstufe bei 680° zu zeigen scheint, kann mit den vorliegenden Informationen nicht gegeben werden.

Die Variation von H_{C_2} ($T = 13.5$ K) (Abbildung 25a) entspricht im wesentlichen dem Verlauf von $(T_c - T)$ (vgl. Abbildung 13), wie wir es nach Gleichung (17) erwarten. Abweichungen davon, insbesondere die drei Maxima, können durch die Variation von κ (Abbildung 24) und γ (Abbildung 25b) erklärt werden. Bei einer Dosis von $\phi = 1.7 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ sind κ und γ kaum verändert, das Maximum von H_{C_2} entspricht dem T_c -Maximum bei dieser Dosis. Das zweite Maximum ($\phi = 1.7 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$) kommt zustande, weil κ schon deutlich erhöht, T_c und γ aber nur wenig abgesenkt sind. Schließlich erreicht H_{C_2} ($T = 13.5$ K) bei 680°C Ausheiltemperatur den höchsten Wert überhaupt. T_c und γ haben sich fast wieder bis zu den Werten der ungestörten Proben erholt, während κ bei dieser Temperatur noch nicht wieder vollständig ausgeheilt ist.

7. Zusammenfassung

Während der Neutronenbestrahlung der V_3Si -Einkristalle unter den angegebenen Bedingungen sind die entstehenden Zwischengitteratome und Leerstellen beweglich. Die räumliche Trennung der beiden Defektarten in den Kaskaden verhindert weitgehend eine direkte Rekombination. Defekte gleichen Typs lagern sich zu den durch Transmissions-Elektronenmikroskopie nachgewiesenen Versetzungsringen zusammen. Diese wirken als Haftzentren für das Flußliniengitter und verursachen dadurch eine hohe kritische Stromdichte. Die Leerstellen werden im gleichen Gebiet gebildet wie die Antisite-Defekte, die die T_c -Absenkung bewirken. Durch ihre Wanderung im Kristall wird die Unordnung in den Kaskaden schon bei kurzen Bestrahlungszeiten teilweise wieder ausgeheilt. Wir beobachten daher eine weniger steile T_c -Absenkung und erwarten einen höheren Sättigungswert von T_c im Vergleich mit Bestrahlungsexperimenten ohne Leerstellenaktivierung. Bei hohen Dosen und kleinen Ausheiltemperaturen sättigt die Volumenhaftkraft: Änderungen der Konzentration an Versetzungsringen bewirken keine Änderung der Volumenhaftkraft. Die Volumenhaftkraft variiert nur noch mit H_c und κ .

Bei der isochronen Ausheilung in 2h-Intervallen beginnt bei $530^\circ C$ die thermische Dissoziation von Leerstellen-Versetzungsringen. Die freiwerdenden Leerstellen bewirken lokal eine Erholung der Ordnung, wodurch T_c und die Übergangsbreite zunehmen, und verkleinern die Zwischengitter-Versetzungsringe durch Rekombination. Die Volumenhaftkraft zeigt kein Sättigungsverhalten mehr und wird im ganzen Feldbereich reduziert. Bei $580^\circ C$ setzt die Aktivierung von thermischen Leerstellen ein. Die Auflösung der Zwischengitter-Versetzungsringe wird beschleunigt, die Leerstellen-Versetzungsringe werden jedoch vergrößert. Dadurch wird der Rückgang der Volumenhaftkraft aufgehalten. Im nächsten Ausheilungsschritt bei $630^\circ C$ erholt sich T_c durch die Bewegung von thermischen Leerstellen weitgehend. Die massive Auflösung von Versetzungsringen bei $680^\circ C$ verursacht die stärkste Absenkung der Volumenhaftkraft. Bei $730^\circ C$ ist sie abgeschlossen.

Das unterschiedliche Ausheilverhalten von Sprungtemperatur und Volumenhaftkraft kann nur dadurch erklärt werden, daß für die T_c -Absenkung und die Flußlinienverankerung wie in diesem Modell verschiedene Defekte verantwortlich sind. Das Ausheilverhalten des Restwiderstandsverhältnisses ist nicht mit der Variation einer einzelnen supraleitenden Größe korreliert, weil zum Restwiderstand alle Defekte beitragen.

Die Erkenntnisse der vorliegenden Arbeit ermöglichen im folgenden einen Ausblick auf die Beeinflussung der Variation der supraleitenden Größen durch eine tiefere oder höhere Bestrahlungstemperatur. Auch nach Bestrahlungen ohne Leerstellenaktivierung bei tieferen Temperaturen liegen wirksame Haftzentren vor [47]. In Frage kommen als Vorstufe der beobachteten Versetzungsringe die noch kaum ausgeheilten verdünnten Zonen der Kaskaden und Zwischengitteratom-Cluster. Die Bestrahlung von V_3Si -Einkristallen bei tieferen Temperaturen würde einen Vergleich der durch diese Haftzentren bewirkten Volumenhaftkraft mit der von Versetzungsringen verursachten ermöglichen. Isochrone Ausheilung bis zur Defektstruktur des vorliegenden Experiments bei paralleler Messung von T_c und j_c würde zusätzliche Informationen über die entstandenen Haftzentren und über die Bildung der Leerstellen-Cluster liefern.

Bei höheren Bestrahlungstemperaturen können auch thermische Leerstellen während der Bestrahlung aktiviert werden. Man erwartet dann eine Sättigung der T_c -Absenkung bei einem noch höheren Wert, als wenn nur die bestrahlungsinduzierten Leerstellen beweglich sind. Damit werden Bestrahlungen von A15-Materialien auch mit Dosen interessant, die über die T_c -Sättigung hinausgehen. Dabei entsteht eine große Anzahl von Zwischengitteratomen und Leerstellen. Versetzungsringe werden oberhalb einer Temperatur von ca. $700^\circ C$ schon nach 2h aufgelöst, wie das vorliegende Experiment zeigt. ZGA-Cluster werden durch die thermischen Leerstellen aufgelöst, Leerstellen könnten jedoch Poren (voids) bilden. Bei Bestrahlungen bei höheren Temperaturen könnten also in A15-Supraleitern ganz andere Haftzentren bei weniger stark abgesetztem T_c erzeugt werden.

Anhang

A1. Berechnung des Ginzburg-Landau-Parameters

Für die Berechnung der κ -Werte der bestrahlten Proben werden folgende Beziehungen verwendet:

$$H_C(0) = 7.72 \cdot 10^{-4} \sqrt{\gamma} T_C \quad (A1)$$

$$H_{C2}(0) = \sqrt{2} \kappa H_C(0) \quad (A2)$$

$$H_{C2}(0) = \frac{1}{2} \left(- \frac{dH_{C2}}{dT} \Big|_{T=T_C} \right) \cdot T_C \quad (A3)$$

(A1) und (A2) siehe 2.1. (A3) ergibt sich, wenn man (2) bei T_C nach T differenziert. In (A1) und (A2) ist die paramagnetische Begrenzung von V_3Si nicht berücksichtigt. $H_C(0)$ und $H_{C2}(0)$ stellen nicht die tatsächlichen kritischen Felder dar, sondern nur Bezugsgrößen der Rechnung, die aber ins Endergebnis (A4) nicht eingehen. Nach κ aufgelöst folgt in MKSA-Einheiten:

$$\kappa = 458 \frac{- \frac{dH_{C2}}{dT} \Big|_{T=T_C}}{\sqrt{\gamma}} \quad (A4)$$

Für die isochrone Ausheilung standen keine γ -Werte zur Verfügung. Zur Berechnung von κ aus gemessenen Größen haben wir in die Gorkov-Goodman-Beziehung (4):

$$\kappa = \kappa_0 + 2.4 \cdot 10^6 \sqrt{\gamma} \rho_0, \quad \kappa_0 = \text{const.} \quad (A5)$$

(siehe 6.3) $\approx \kappa_0 + k_1 \frac{\sqrt{\gamma}}{RRR}, \quad k_1 = \text{const.} \quad (A6)$

Gleichung (A4) eingesetzt:

$$\kappa = \kappa_0 + k_2 \frac{- \frac{dH_{C2}}{dT} \Big|_{T=T_C}}{RRR \cdot \kappa}, \quad k_2 = \text{const.} \quad (A7)$$

Die Gültigkeit von (A5) wird im Zusammenhang mit dem Fehler der berechneten κ -Werte noch diskutiert.

Zur Bestimmung von κ_0 und k_2 werden die bekannten κ -Werte der bestrahlten Proben verwendet. Wegen des relativ großen Fehlers bei der Bestimmung dieser Werte fitten wir nichteinfach nach Gleichung (A7) κ_0 und k_2 an κ über

$\frac{-\frac{dH_{c2}}{dT} \Big|_{T=T_c}}{RRR \cdot \kappa}$, sondern lassen auch eine Variation der κ -Werte zu, indem wir sie anschließend wieder in die rechte Seite von (A7) einsetzen und damit neue κ -Werte ausrechnen. Dann werden wieder κ_0 und k_2 gefittet usw. Das Verfahren konvergiert mit:

$$\kappa_0 = 15.8$$

$$k_2 = 9 \cdot 10^2 \frac{K}{T}$$

Löst man Gleichung (A7) nach κ auf, kann man den Ginzburg-Landau Parameter für die ausgeheilten Proben aus $\frac{dH_{c2}}{dT} \Big|_{T=T_c}$ und RRR berechnen:

$$\kappa = \frac{\kappa_0}{2} + \sqrt{\frac{\kappa_0^2}{4} - k_2 \cdot \left(\frac{dH_{c2}}{dT} \Big|_{T=T_c} \right) \cdot \frac{1}{RRR}} \quad (A8)$$

Wegen des linearen $H_{c2}(T)$ -Verlaufs nahe T_c (6.4) kann man

$\frac{dH_{c2}}{dT} \Big|_{T=T_c}$ für die Ausheilung berechnen:

$$-\frac{dH_{c2}}{dT} \Big|_{T=T_c} = \frac{H_{c2}(T=13.5K)}{T_c - 13.5 K} \quad (A9)$$

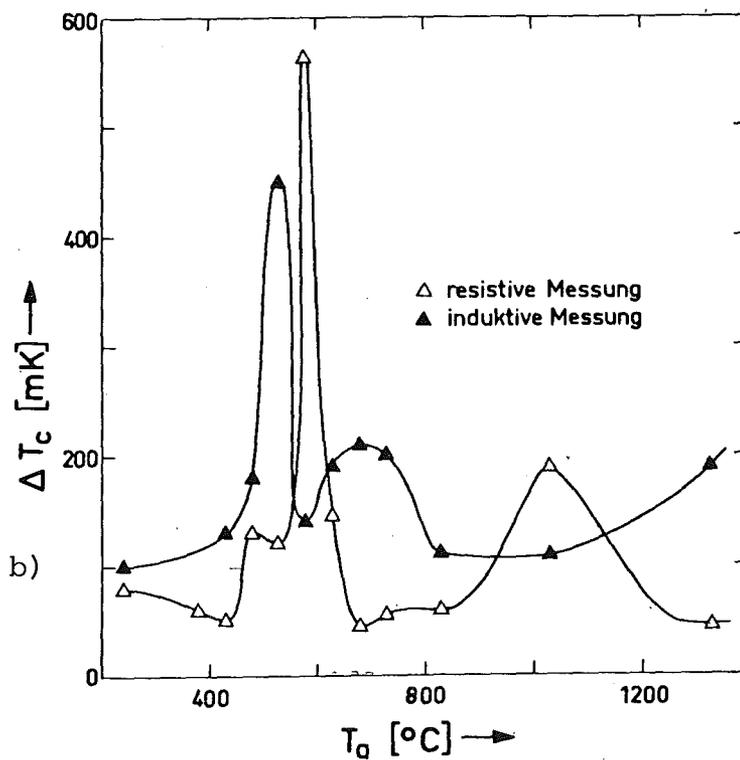
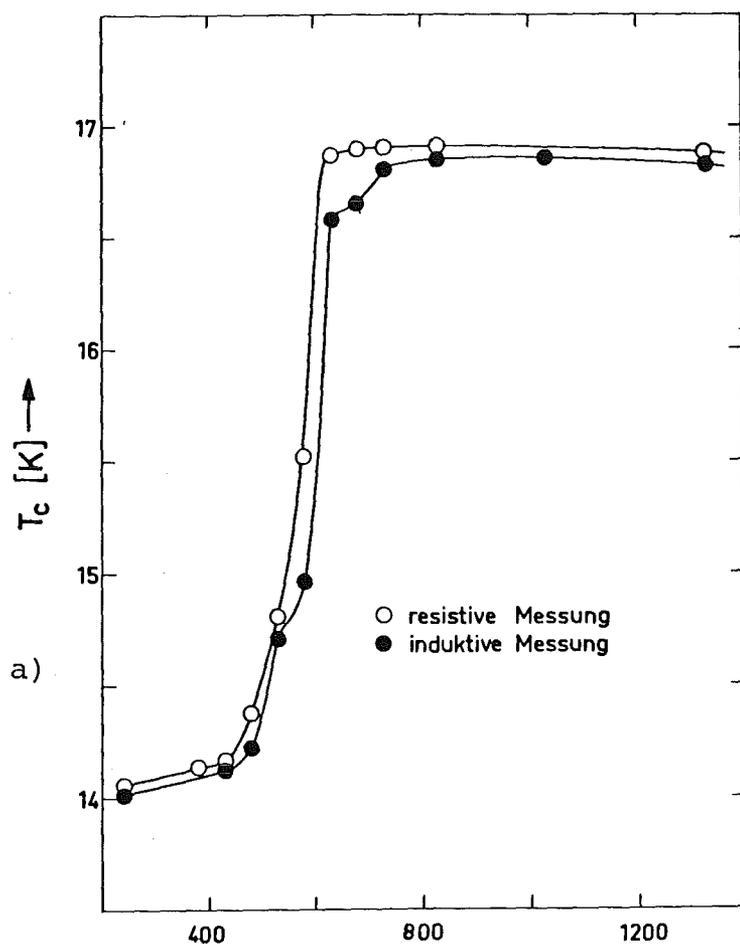
Der absolute Fehler, den wir bei der Verwendung der γ -Werte von Viswanathan und Caton [36] für die bestrahlten Proben machen (vgl. 6.3), kann nicht abgeschätzt werden.

κ_0 und k_2 wurden so angefitzt, daß (A8) die Variation von κ in den bestrahlten Proben beschreibt. Guha et al. [44] haben aus Messungen der spezifischen Wärme und von $\left. \frac{dH_{C2}}{dT} \right|_{T=T_C}$ $\kappa(T_C)$ für V_3Si in Abhängigkeit von der Neutronendosis berechnet. Die Gorkov-Goodman Beziehung (A5) liefert im Vergleich dazu für $\phi = 2.2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ einen um 28% zu hohen Wert, wenn man κ_0 für die unbestrahlte Probe anpaßt. Die Autoren erklären den Unterschied mit einer Absenkung von κ_0 bei hohen Dosen durch die starke Verminderung der Zustandsdichte an der Fermikante (2.1), die sich im Rückgang von γ (6.4) ausdrückt. Bei unseren Berechnungen wird der Fehler von κ_0 im Mittel durch die zusätzliche Anpassung der zweiten Konstante k_2 an alle κ -Werte der bestrahlten Probe ausgeglichen. Diese Methode stellt eine Fehlerquelle bei der Berechnung von κ für die Ausheilung dar, weil wir weder die Variation von κ_0 mit der Ausheilungstemperatur, noch den Wert von k_2 ohne Berücksichtigung der κ_0 -Absenkung bei der Bestrahlung kennen. Nach der von Guha et al. angegebenen κ_0 -Variation nehmen wir einen durchschnittlichen relativen Fehler in der Größenordnung von 10% für alle berechneten κ -Werte bei der Ausheilung an, gegen den man die Fehler der gemessenen Größen vernachlässigen kann. Wie beschrieben liefert die Anpassung von κ_0 und k_2 auch eine Korrektur der κ -Werte für die bestrahlten Proben. Die Abweichung von den nach (A4) berechneten Werten beträgt durchschnittlich 2%.

A.2 Vergleich zwischen resistiver und induktiver Messung der Sprungtemperatur

Die Messung der Sprungtemperatur T_C mit verschiedenen Methoden kann unterschiedliche Werte ergeben, wie im folgenden anhand der isochronen Ausheilung gezeigt wird. Im Gegensatz zu den in 6.1 diskutierten Ergebnissen der induktiven Messung (4.3) ergibt die resistive Messung (4.4) eine weniger abgestufte T_C -Erholung, die schon bei 630°C abgeschlossen ist (Abbildung 26a). Noch krasser ist der Unterschied, wenn man die Übergangsbreite ΔT_C zwischen 10 und 90% des jeweiligen normalleitenden Signals vergleicht (Abbildung 26b). Bei der induktiven Messung zeigt ΔT_C zwei Maxima, resistiv gemessen nur eines, das mit dem relativen ΔT_C -Minimum der induktiven Messung zusammenfällt.

Der Unterschied der Meßmethoden besteht darin, daß bei der resistiven Messung der Übergang durch den ersten durchgehenden supraleitenden Strompfad bestimmt wird, während der Grad des induktiven Übergangs in etwa dem supraleitenden Volumenanteil entspricht, soweit nicht die Probenoberfläche ein höheres T_C hat und das Probenvolumen abschirmt. Dieser Unterschied führt dazu, daß sich die Änderungen der Defektstruktur (6.1) deutlicher auf das induktiv gemessene T_C auswirken. Wenn sich die lokale Erholung bei 480°C andeutet, wird der Übergang induktiv wie resistiv gemessen breiter. Bei 530°C sind die Bereiche mit besserem T_C jedoch schon so ausgedehnt, daß sie den resistiven Übergang allein bestimmen. ΔT_C nimmt nicht mehr zu. Bei 580°C ist T_C bereichsweise soweit ausgeheilt, daß die resistive Übergangsbreite oberhalb der induktiven 90%-Marke liegt. Der geringe Anteil dieser Bereiche führt zur großen Verbreiterung des resistiven ΔT_C und dazu, daß sie sich auch bei 90% des induktiven Übergangs nicht auswirken. Bei 630°C sind im resistiven Übergang fast nur noch die völlig ausgeheilten Bereiche erkennbar. ΔT_C geht drastisch zurück.



Ergebnisse der resistiven und induktiven Messung von Sprungtemperatur T_c und Übergangsbreite ΔT_c in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur T_a .

Abbildung 26

Literaturverzeichnis

- | 1 | H. K pfer, A.A. Manuel, Phys. Stat. Sol.(a) 54 (1979), 153
- | 2 | E.H. Brandt, J. Low Temp. Phys. 26 (1977), 709
- | 3 | F.C. Freyhardt, Proc. Int. Discussion Meeting on Flux Pinning in Superconductors, P. Haasen u. H.C. Freyhardt eds., Akademie der Wissenschaften (G ttingen, 1975)
- | 4 | E.H. Brandt, Commun. Phys. 1 (1976), 59
- | 5 | R. Labusch, Phys. Stat. Sol. 32 (1969), 439
- | 6 | E.H. Brandt, Phys. Stat. Sol. (b) 77 (1976), 551
- | 7 | R. Labusch, Crystal Lattice Defects 1 (1969), 1
- | 8 | A.M. Campbell, Phil. Mag. B37 (1976), 149
- | 9 | E.J. Kramer, J. Appl. Phys. 49 (1978), 742
- | 10 | C.P. Herring, J.Phys. F6 (1976), 99
- | 11 | J.E. Evetts, TMS-AIME Symposium on Superconducting Materials and Applications (Niagara Falls, 1976)
- | 12 | A.I. Larkin, Yu. N. Ovchinnikov, J.Low Temp. Phys. 34 (1979), 409
- | 13 | A.M. Campbell, J.E. Evetts, Adv. Phys. 21 (1972), 199
- | 14 | E.J. Kramer, J. Appl. Phys. 44 (1973), 1360
- | 15 | H. K pfer, R. Meier-Hirmer, T. Reichert, J. Appl. Phys. 51 (1980), 1121
- | 16 | E.J. Kramer, Phil. Mag. 33 (1976), 331
- | 17 | R.W. Rollins, H. K pfer, W. Gey, J. Appl. Phys. 45 (1974), 5932
- | 18 | H. K pfer, Diplomarbeit, Institut f r Experimentelle Kernphysik der Universit t und des Kernforschungszentrums Karlsruhe (1973)
- | 19 | H. K pfer, Dissertation, dto. (1976)

- |20| R. Meier-Hirmer, unveröffentlicht
- |21| D. Eckert, K.H. Berthel, *Cryogenics* 15 (1975), 479
- |22| E. Thorwarth, Diplomarbeit, Institut für Experimentelle Kernphysik der Universität und des Kernforschungszentrums Karlsruhe (1976)
- |23| K.L. Merkle, Radiation Damage in Metals, N.L. Peterson u. S.D. Harkness eds., ASM (1976), 58
- |24| D.N. Seidman, *dto.*, 28
- |25| V.G. Chudinov, N.V. Moseev, B.N. Goshchitskii, V.I. Protasov, *Phys. Stat. Sol. (a)* 55 (1979), 109
- |26| A.R. Sweedler, D.E. Cox, S. Moehlecke, *J. Nucl. Mat.* 72 (1978), 50
- |27| R. Viswanathan, R. Caton, C.S. Pande, *J. Low Temp. Phys.* 30 (1978), 30
- |28| R. Viswanathan, R. Caton, C.S. Pande, *Phys. Rev. Lett.* 41 (1978), 906
- |29| R. Flükiger, A. Paoli, J.M. Müller, *Solid State Commun.* 14 (1974), 443
- |30| J. Appel, *Phys. Rev.* B13 (1976), 3203
- |31| R.C. Dynes, J.M. Poate, L.R. Testardi, A.R. Storm, R.H. Hammond, *IEEE-Mag.* 13 (1977), 640
- |32| L.R. Testardi, *Solid State Commun.* 17 (1975), 871
- |33| C.S. Pande, *Solid State Commun.* 24 (1977), 241
- |34| C.S. Pande, *Phys. Stat. Sol. (a)* 52 (1979), 687
- |35| D. Dew-Hughes, S. Moehlecke, D.O. Welch, *J. Nucl. Mat.* 72 (1978), 225
- |36| R. Viswanathan, R. Caton, *Phys. Rev.* B18 (1978), 15
- |37| R. Meier-Hirmer, H. Küpfer, private Mitteilung

- |38| J.B. Hastings, G. Shirane, Phys. Rev. Lett 43 (1979), 1249
- |39| D. Dew-Hughes, Cryogenics 15 (1975), 435
- |40| W. Schilling, J. Nucl. Mat. 72 (1978), 1
- |41| P. Haasen, Physikalische Metallkunde, Springer Verlag (Berlin 1974), 66
- |42| A.E. Karkin, V.E. Arkhipov, V.A. Marchenko, B.N. Goshchitskii, Phys. stat. sol.(a) 54 (1979), K53
- |43| B.S. Brown, R.C. Birtcher, R.T. Kampwirth, T.H. Blewitt, J. Nucl. Mat. 72 (1978), 76
- |44| A. Guha, M.P. Sarachik, F.W. Smith, L.R. Testardi, Phys. Rev. B18 (1978), 9
- |45| Y. Muto, N. Toyota, K. Noto, K. Akutsu, M. Isino, T. Fukase, J. Low Temp. Phys. 34 (1979), 617
- |46| T.P. Orlando, E.J. McNiff, Jr., S. Foner, M.R. Beasley, Phys. Rev. B19 (1979), 4545
- |47| B.S. Brown, T.H. Blewitt, T.L. Scott, D.G. Wozniak, J. Appl. Phys. 49 (1978), 4144

Herrn Prof. Heinz sei gedankt für die Möglichkeit,
diese Arbeit in seinem Institut anzufertigen.

Herrn Prof. Wühl gilt mein Dank für die
ausführlichen Diskussionen.

Für die umfassende Betreuung der Arbeit möchte
ich Herrn Dr. Küpfer und Herrn Dr. Meier-Hirmer
ganz herzlich danken.

Bei Frau Runtsch bedanke ich mich für die
Durchführung der resistiven Messungen.