

悬浮熔炼制取 A-15 结构 Nb_3Si *

长沙矿冶研究所材料室 Nb_3Si 组
中国科学院物理研究所低温室

许多 A-15 相材料是重要的实用超导材料。由于超导转变温度是材料性能的重要指标,因此人们较注重研究如何提高 A-15 相材料的临界温度。有许多作者预言 A-15 相 Nb_3Si 的 T_c 可高达 25—35K^[1-7,11],有的作者也指出在高压下可以合成 A-15 相 Nb_3Si ^[8]。

但是多年来一直未能获得 A-15 相 Nb_3Si ^[2,9-16],原因是 Nb 和 Si 的原子半径比 $r_{\text{Nb}}/r_{\text{Si}}$ 不满足 A-15 相的稳定条件^[12]。只是近年来才用电子束蒸发淀积^[17],射频溅射^[18],化学气相淀积法^[19]合成亚稳相 A-15 结构 Nb_3Si ,但 T_c 均不高,约为 7—9K。有人报道用爆炸法已制出 A-15 相 Nb_3Si , T_c 开始于 18.5—19K^[20],但 A-15 相 Nb_3Si 含量估计在 5% 以下,其结构也不十分肯定。

悬浮熔炼技术早在 1953 年就被用来熔化各种金属,它具有不需要坩埚容器从而能避免污染,且又加温熔化迅速(每分钟可达几千度)及熔体熔化时呈悬浮状,并被强烈搅拌,因而熔体成分均匀等优点。已被成功地用来熔化过多种金属和合金。我们首次用悬浮熔炼法合成出 A-15 相 Nb_3Si 。采用纯度 99.5% 以上的铌粉和纯度 99.9999% 的硅粉为原料,制备了一系列名义成份不同的试样, Si 含量分别为 16%at, 18%at, 20%at, 23%at, 24%at, 24.5%at, 25%at, 25.5%at, 26%at。将一定化学成份比的粉末在混料装置上混合后在一定压力下压成重 5—8 克的小球,然后在纯度为 99.99% 的纯氩气氛下在悬浮熔炼炉中熔化。熔化时熔体成悬浮状态并被强烈搅拌,保持一定时间后迅速注入铜模中,得到直径约 4—5 毫米、长 30—40 毫米的铸锭。

悬浮熔化过程十分迅速,一般在一分钟以内,物料的挥发损耗很少(主要是 Si)。化学分析表明,重量损失 < 0.5%; 光谱定性分析表明,除主要成分 Nb 及 Si 外,少量杂质按含量多少依次为 Al, Mg, Mn, Fe。

为了提高有序度,将铸造试样进行低温长时间退火。将试样包以铌箔放在石英管中,真空度为 10^{-5}mmHg , 在 750°C 退火 100 小时。

退火样品,采用 Co 靶加 LiF 单色器在 RU-1000 转靶 X 光机上进行了衍射分析。在名义成份 Si 含量为 23%at 的试样中观察到 A-15 相 Nb_3Si 及少量 Nb 固溶体和其他相。表 1 给出该试样的结构分析数据,并列出文献 [17] 的结果相对照。我们试样的晶格参数 $a = 5.17 \pm 0.01 \text{ \AA}$, 与文献 [17] 的结果相一致。而较用 Geller 或 Johnson 和 Douglass 的 A-15 半径^[21]所计算出来的预测值大。预测值分别为 5.06 及 5.08 $\text{\AA}$ 。

采用电感法对含 Si 量不同的样品做了超导临界温度测量。测量结果 $T_c < 7.5\text{K}$ 。

* 1978 年 4 月 10 日收到。

表 1

2θ	hkl	$d(\text{\AA})$	$d(\text{\AA})^{[17]}$	$\Delta d(\text{\AA})$	I	$I^{[17]}$ 计算	$I^{[17]}$ 观测
40.54	200	2.584	2.584	0	41	37.70	45
45.46	210	2.317	2.317	0	135	286.67	290
50.11	211	2.113	2.114	-0.001	100	100.00	100
59.06	220	1.816	1.823	-0.007	3.4	10.69	11
65.58	310	1.653	1.641	+0.012	20	16.43	16
77.12	320	1.436	1.435	+0.001	27	47.30	77
80.68	321	1.383	1.384	-0.001	23	75.37	77
87.74	400	1.291	1.293	-0.002	14	52.03	50

参 考 文 献

- [1] D. Dew-Hughes, *Nature*, **250** (1974), 723.
- [2] F. Galasso, J. Pyle, *Acta Cryst.*, **16** (1963), 228.
- [3] L. Gold, *Phys. Stat. Sol.*, **4** (1964), 261.
- [4] B. A. Hatt, J. K. R. Page, V. G. Rivlin, *J. Low-Temp. Phys.*, **10** (1973), 285.
- [5] D. Dew-Hughes, *Bull. Am. Phys. Soc. Ser. II*, **20** (1975), 342.
- [6] J. M. Leger, *J. Low-Temp. Phys.*, **14** (1974), 297.
- [7] 朱宰万、徐济安, 物理学报, **27** (1978), 112.
- [8] 徐济安、朱宰万, 物理学报, **25** (1976), 533.
- [9] A. G. Knapton, *Nature*, **175** (1955), 730.
- [10] V. R. Kieffler *et al.*, *Z. Metall.*, **47** (1956), 247.
- [11] S. Geller, *Appl. Phys.*, **7** (1975), 321.
- [12] J. Micher Leger, Traey Hall, *J. Less Common Metals*, **32** (1973), 181.
- [13] V. W. Rossteutscher *et al.*, *Z. Metall.*, **56** (1965), 813.
- [14] P. Duwez, R. H. Willens, *Trans. AIME*, **227** (1963), 362.
- [15] K. Schubert *et al.*, *Naturwiss.*, **51** (1964), 506.
- [16] D. K. Dearelorff *et al.*, *J. Less Common Metals*, **18** (1969), 11.
- [17] R. H. Hammond, *IEEE Trans.*, **MAG-11**(2) (1975), 201.
- [18] G. R. Johnson, H. Douglass, *J. Low-Temp. Phys.*, **14** (1974), 575.
- [19] H. Kawamara, K. Tachikawa, *Phys. Lett.*, **55A** (1975), 65.
- [20] В. М. Пан и др., *ЖЭТФ, Письмо*, Том 21 Вып. 8 (1975), 494.
- [21] G. R. Johnson, D. H. Douglass, *J. Low-Temp. Phys.*, **14** (1974), 565.

校后注: 付印过程中见到, R. E. Somekh 和 J. E. Evetts 用带吸气剂的溅射工艺, 制得 $T_c = 14\text{K}$ 的 Nb_3Si [见 *Solid State Communications*, **24** (1977), 733].

THE PREPARATION OF A-15 TYPE Nb_3Si WITH LEVITATION-MELTING

Nb_3Si GROUP, CHANGSHA INSTITUTE OF METALLURGY AND MINERALOGY AND LOW
TEMPERATURE LABORATORY, INSTITUTE OF PHYSICS, ACADEMIA SINICA