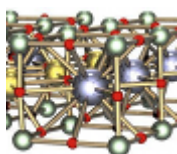


Štúdium radiačného poškodenia supravodivého materiálu YBCO pomocou pozitronovej anihilačnej spektroskopie

Snopek Jozef · Prírodné vedy, Študentské práce

14.12.2011



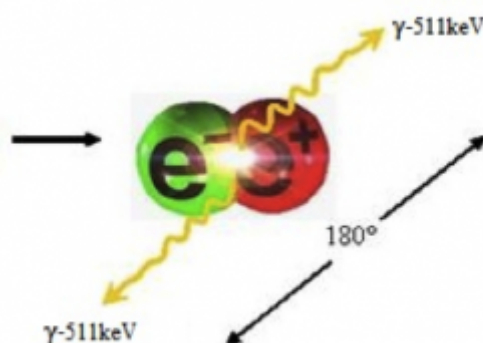
V tejto práci sme sa zamerali na štúdium radiačnej odolnosti supravodivého materiálu $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ pomocou pozitronovej anihilačnej spektroskopie. Skúmali sme dva rôzne materiály - YBCO a MS2F, ktoré sa líšia výrobným procesom a čiastočne aj chemickým zložením. Vzorky boli ožiarené v experimentálnom jadrovom reaktore

TRIGA MARK II vo Viedni.

Výsledky preukázali, že materiál MS2F (vzorka s textúrou) vyrobený pre supravodivé aplikácie má lepšiu radiačnú odolnosť ako vzorka YBCO, ktorá nemá optimalizované supravodivé vlastnosti. Po ožiarení sa akumulovali vo vzorkách približne rovnako veľké defekty, ale koncentrácia defektov bola pre MS2F menšia.

1. Úvod

Pozitronová anihilačná spektroskopia je nedeštruktívna metóda monitorovania radiačného poškodenia materiálov. Základom je implantácia pozitronov z rádioaktívneho zdroja do vzorky a meranie anihilačných charakteristík.



Obr. 1 Anihilácia pozitronu s elektrónom [1].

Pozitron po vniknutí do materiálu sa termalizuje (spomalí sa) a postupne anihiluje s najbližším elektrónom. Ak sa v kryštalickej mriežke materiálu nachádzajú vakancie alebo subnanometrické poruchy, pozitron sa v nich uväzní a proces anihilácie sa oddiaľuje (Obr. 1). Aparatúrou sa meria čas, od vzniku pozitronu po jeho anihiláciu. Podľa tohto času - doby života pozitronov vieme povedať, aké je poškodenie materiálu, prípadne aké nečistoty sa v ňom nachádzajú.

Supravodivý materiál YBCO má veľmi zložitú štruktúru, ktorú si musí zachovať, ak chceme aby si udržal supravodivé vlastnosti. Je veľmi dôležité pozorovať zmeny v jeho mikroštruktúre, pretože to má vplyv na jeho makroskopické vlastnosti.

V tejto práci sme sa snažili zistiť k akému poškodeniu dôjde po ožiarení materiálu neutrónmi. Neutrónovým ožiarením sme simulovali poškodenie vo fúznom reaktore, avšak išlo o ožiarenie neutrónmi s nižšou priemernou energiou (viď. Obr. 2), nie s energiou okolo 14,1 MeV ako v termionukleárnom reaktore.

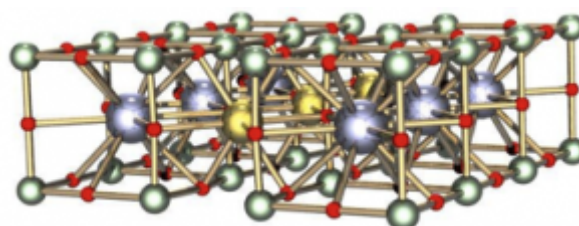


Obr. 2 Graf neutrónového toku pre dané energie [2].

2. Experiment

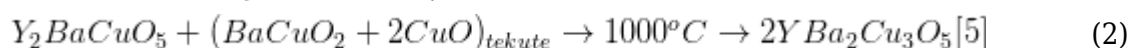
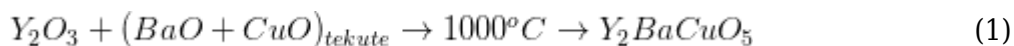
2.1. Popis materiálov

Materiál YBCO – je keramický materiál s veľmi presnou kryštalickou štruktúrou (Obr. 3). Označuje sa chemickou značkou $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Jeho supravodivosť je veľmi závislá od množstva kyslíka x . To sa dá kontrolovať vhodným teplotným opracovaním. Pre nízke hodnoty x má YBCO orthohombickú fázu a je supravodivé. Pre vyššie hodnoty x má YBCO tetragonálnu fázu a je polovodičom [3]. YBCO bol prvým tzv. vysokoteplotným supravodičom, pretože dosiahol kritickú teplotu T_k nad teplotou bodu varu dusíka. V tejto práci sme merali dva rôzne materiály $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.



Obr. 3 Kryštalická štruktúra YBCO [4].

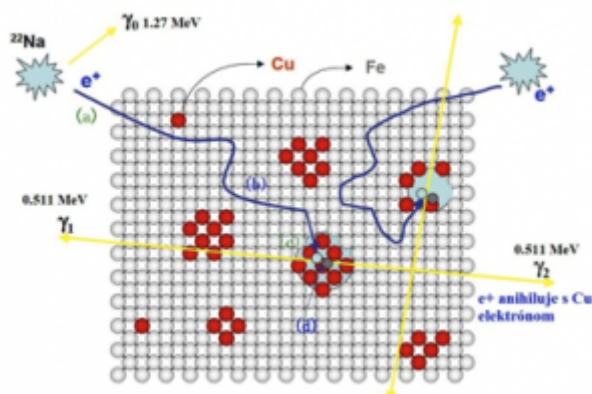
Prvá vzorka (označená YBCO) bola vyrobená mechanickým spôsobom (stlačením), pri ktorom bol nasypáný práškový YBCO do formy následne stlačený a zahriaty na 2 hodiny pri teplote 950°C . Takto bol vytvorený materiál YBCO bez textúry. Vzorka je 1,7 mm hrubá a v polomere má 19 - 19,5 mm. Váži 2,14 g s hustotou 4.235 g/cm^2 . Druhá vzorka (označená MS2F) bola vytvorená chemickým procesom tzv. "taviacim rastom štruktúry". Je to proces, pri ktorom sa zmiešajú oxidy Y_2O_3 , BaO and CuO v nasledovných chemických reakciách:



Vzorka je priemerne 0,75 mm hrubá a v polomere má 20 mm. Váži 1,28g. Vzorky boli neskôr ožiarené neutrónmi vo výskumnom reaktore TRIGA MARK II vo Viedni a skúmané s ohľadom na radiačné poškodenie, ktoré sa vyskytuje aj vo fúznom reaktore. Treba si však uvedomiť, že rýchlosť neutrónov v jadre tohto reaktora je nižšia ako v termonukleárnom reaktore (Obr. 2). Použili sa dve rôzne úrovne radiačného ožiarenia (neutrónovej fluencie) - $1,2 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ a $6 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$.

2.2. Experimentálna technika

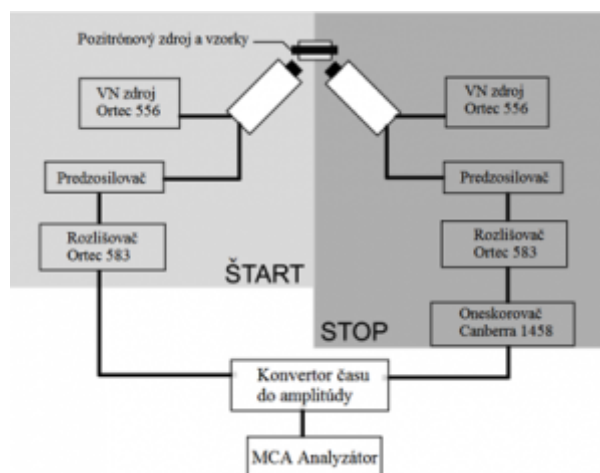
Pozitrónová anihilačná spektroskopia (PAS) - je výkonný nástroj na skúmanie mikroštruktúry materiálov. Je to metóda, pomocou ktorej je možné pozorovať defekty štruktúry materiálu o veľkosti 0,1 až 1 nm (napr. dislokácie, dislokačné slučky, vakencie, zhluky vakancií a klastre, vid'. Obr. 4) za predpokladu, že sú spojené s menšou hustotou elektrónov v provnaní s priemernou hodnotou.



Obr. 4 Princíp PAS (a) Injekcia a termalizácia, (b) Difúzia, (c) Záchyt, (d) Anihilácia [6].

V princípe je táto metóda schopná poskytnúť užitočné informácie aj o defektoch typu precipitát. Metódu PAS je možné využiť pri sledovaní technológie prípravy rôznych materiálov ako sú umelé hmoty, kovové materiály (vodiče, izolanty, polovodiče). Ďalej pomocou tejto metódy možno sledovať vplyv technologického pôsobenia na materiály, napr. únava materiálu, teplotné a radiačné starnutie a pod [1]. Pri PAS existuje niekoľko nezávislých metód použitia:

- Uhlová korelácia anihilačného žiarenia,
- Dopplerovo rozšírenie anihilačnej línie,
- Pozitrónová anihilačná spektroskopia doby života pozitronov (Vid'. schéma Obr. 5),
- Systém pozitronového lúča [7].



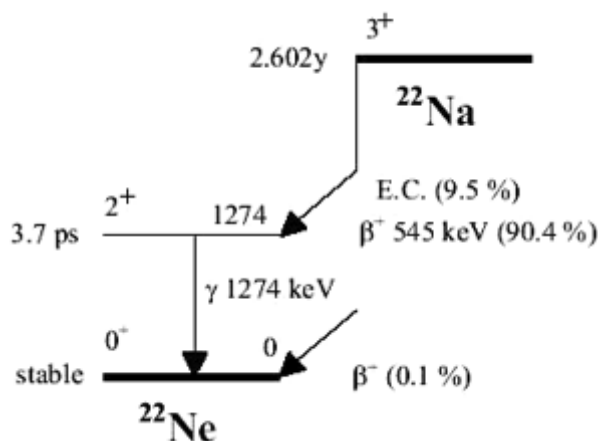
Obr. 5 Bloková schéma meracej aparatury PAS [5].

Meranie doby života pozitronov sa uskutočňuje v klimatizovanej jednotke, ktorá umožňuje reguláciu teploty v rozmedzí 20 - 55°C. Klimatizovaná skriňa sa používa z dôvodu spresnenia a zvýšenia stability aparatury. Na meranie používame rýchlo-rýchle zapojenie, ktoré zvyšuje presnosť a stabilitu merania. Scintilačné detektory meracej aparatury sú bárium - fluoridové (BaF₂). Diskriminátor slúži na potlačenie šumov a formuje štandardné časovacie impulzy. Diferenciálny diskriminátor (jednokanálový analyzátor - SCA) zabezpečuje prijatie 1,27 a 0,511MeV γ -kvánt len v príslušnom kanáli, nastavením zodpovedajúceho energetického rozsahu pre vstupné signály.

Časovacie impulzy štartujú a zastavujú nabíjanie kondenzátora v TAC (časovo-amplitúdový prevodník). Časovú lineárnosť zaisťuje nabíjanie konštantným prúdom, ktorý je zastavený príchodom stop impulzu od anihilačného γ -kvanta. Stop impulz je oneskorený v koaxiálnom kábli, aby sa časové spektrum posunulo do lineárnej oblasti TAC. Spektrum sa ukladá do MCA (mnohokanálový analyzátor). Doba, po ktorej je potrebné zariadenie ociachovať, je približne tridsať dní.

Pozitronový zdroj - Typickým zdrojom pozitronov pre PAS je umelo vytvorený rádioizotop emitujúci β^+ žiarenie. Energia pozitronov takéhoto izotopu je spojité spektrum od nuly po konečnú energiu. Typicky v rozsahu od 0,1 - 1 MeV. Profily spomalujúcich β^+ častíc v tuhých látkach exponenciálne klesajú so stúpajúcou hĺbkou vniku z , $P(z) \sim \exp(-z/z_0)$, kde z_0 je priemerná hĺbka vniku od 10 - 100 μm .

Z teórie je jasné, že pozitrony sú dobré na skúmanie objemových vlastností látok. Najpoužívanejší β^+ žiarič je izotop sodíka ²²Na (Vid'.Rozpadová schéma na Obr. 6) s maximálnou energiou pozitronu 545 keV. Jeho charakteristickou vlastnosťou je simultánna emisia β^+ a γ -žiarenia ($E_\gamma = 1274$ keV) v priebehu zopár ps [7]. Náš rádioaktívny zdroj, je kvapka rádioaktívneho ²²NaCl uzavretá v kaptónovej fólii.



Obr. 6 Rozpadová schéma ^{22}Na - zdroj pozitronov [7].

2.3. Výsledky z merania

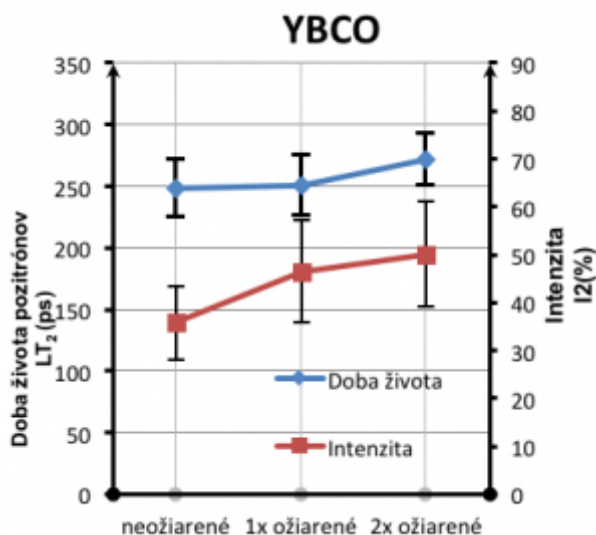
Týmto experimentom sme chceli overiť aké poškodenie vznikne v supravodivom materiály YBCO, ak sa vystaví vysokému neutrónovému žiareniu. Tým sme chceli simulovať, čo sa stane v mikroštruktúre supravodivých materiálov po 30 rokoch vo fúznom zariadení ITER. Z nameraných výsledkov (Tab. 1) je jasne vidieť, že stredná doba života pozitronov (MLT - mean life time) sa s väčším ožiarovaním zvyšuje, teda v materiály narastajú poruchy štruktúry. Rovnako to platí pre YBCO ako aj MS2F.

Tab. 1 Výsledky strednej doby života pozitronov (MLT).

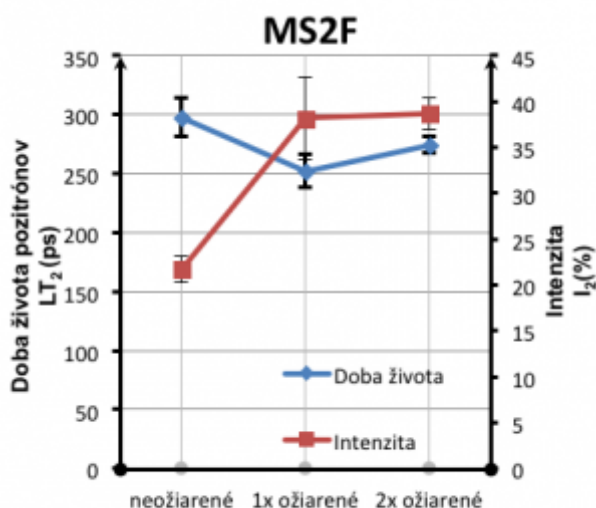
Materiál	Vzorky	MLT
YBCO	neožiarené	220
YBCO	1x ožiarené	231
YBCO	2x ožiarené	248
MS2F	neožiarené	242
MS2F	1x ožiarené	247
MS2F	2x ožiarené	261

Kratšia doba života pozitronov (LT1) vypovedá o anihilácii v BULK-u. Tieto hodnoty boli pri YBCO okolo hodnoty 160 ps. Jedine po druhom ožiarovaní sa aj táto hodnota zvýšila až na 178 ps. Tieto hodnoty vypovedajú o typickom monokryštále (teoretická hodnota ~ 159 ps) [5]. Pre MS2F, LT1 bol približne 190 ps. To vypovedá o výskyte orthorhombickej štruktúry materiálu [5]. Rozdiel v čase LT1 je spôsobený rôznym výrobným procesom materiálu.

Doba života pozitronov (LT2) charakterizuje defekty v štruktúre (Obr. 7 a Obr. 8). Pre neožiarenú vzorku boli tieto časy 248 ps (YBCO) a 298 ps (MS2F). Intenzita týchto porúch sa hýbe v rozsahu 20 - 40%. Z toho nám vyplýva, že ožiarovanie neutrónmi má za následok zvýšenie počtu porúch aj o 17% (MS2F).



Obr. 7 Výsledky pre neožiarenú aj ožiarenú vzorku YBCO.



Obr. 8 Výsledky pre neožiarenú aj ožiarenú vzorku MS2F.

3. Záver

Jadrová energetika je stále diskutovanou témou kvôli hraničnej bezpečnosti a vznikajúcim jadrovým odpadom. V budúcnosti sa ráta s využitím jadrovej fúzie, ktorá odstráni problémy bežné pre štiepne reaktory. Dnes sú však fúzne reaktory len na začiatku, pretože sa ešte stále nevyriešili problémy spojené s výstavbou a vhodnými konštrukčnými materiálmi.

Táto práca sa zamerala na výskum vysokoteplotného supravodivého materiálu - YBCO, kandidáta na konštruovanie magnetických systémov. Pozorovali sme radiačnú odolnosť 2 rôznych vzoriek (MS2F s textúrou, legovaného platinou a čistej štruktúry YBCO). Vzorky boli ožiarené v experimentálnom reaktore TRIGA MARK II vo Viedni. Z výsledkou je očividne vidieť akumulácia objemových defektov vplyvom ožiarovania. Materiál MS2F s textúrou je radiačne odolnejší ako materiál YBCO bez textúry. Radiačne namáhané MS2F obsahuje menšiu koncentráciu defektov ako YBCO, aj keď veľkosť defektov majú približne rovnakú.

Odkazy na literatúru

1. Pozitronová anihilácia, Informačná webová stránka, KJFT FEI STU. [Online] http://www.nuc.elf.stuba.sk/PAS_LAB/PAS.html. [cit. apríl 2011].
2. HAHN, P., BROWN, B., WEBER, H., Spallation and 14-MeV neutron irradiation of stabilized NbTi superconductors, Material science and Technology Division and IPNS Program, 1983.
3. BHARATHI, A., SUNDAR, C., HARIHARAN, Y. A study of positron distribution and annihilation characteristics in YBa₂Cu₃O_{7-x}, Materials Science Laboratory, Indira Gandhi Centre for Atomic Research, Kalpakkam Tamil Nadu, India, 1988.
4. Yttrium barium copper oxide, Internetová encyklopédia, [Online] http://en.wikipedia.org/wiki/Yttrium_barium_copper_oxide. [cit. apríl 2011].
5. VETERNÍKOVÁ, J., CHUDÝ, M., SLUGEŇ, V., EISTERER, M., WEBER, H.W., SOJAK, S., PETRISKA, M., HINCA, R., DEGMOVÁ, J., SABELOVÁ, V., PALS study of neutron irradiated high temperature superconductors YBa₂Cu₃O_{7-δ} focused on applications in fusion facilities, KJFT FEI STU, VuofT Atominstitut, 2011.
6. HASAGAWA, M., NAGAI, Y., TANG, Z., Positron Annihilation Techniques, Institute for Materials Research, Tohoku University, Japan, 2004.
7. SLUGEŇ, V.: What kind of information we can obtain from Positron Annihilation Spectroscopy?. Petten: Report, 2006. No.2-VS08-2006.

Spoluautorom článku je Ing. Jana Veterníková, Katedra jadrovej fyziky a techniky, Fakulta Elektrotechniky a Informatiky, Slovenská Technická Univerzita, Ilkovičova 3, Bratislava 812 19

Práca bola prezentovaná na Študentskej vedeckej a odbornej činnosti (ŠVOČ 2011) v sekcii Fyzikálne inžinierstvo II. a získala Cenu IEEE ISBN 978-80-227-3508-7
