

Radiolumineszenz praktisch unabhängig von eventuell weiterer Wärmebehandlung.

Diese experimentellen Ergebnisse beweisen:

1. Durch Wärmebehandlung ist die Regeneration von Radioluminophoren möglich, und es ist eine Steigerung der Radiolumineszenz bis über 400% zu erzielen.

2. Im Verlaufe der Wärmebehandlung kommt es zu strukturellen Veränderungen, welche nicht nur durch die Freigabe von Radon, sondern auch durch die Zunahme der Photolumineszenz und durch die Verlängerung deren Abklingzeit nach UV-Erregung bewiesen wird.

3. Strukturelle Veränderungen, und vor allem die Rediffusion des an der Kristalloberfläche ausgeschiedenen Metalls, finden schon bei bedeutend niedrigeren Temperaturen, als bisher allgemein angenommen wurde, statt.

4. Die Steigerung der Radiolumineszenz wird außerdem durch die während der Wärmebehandlung entstehende, bessere Distribution des radioaktiven Zusatzes

bewirkt, wobei die Möglichkeit seines direkten Einbaues in das ZnS-Gitter nicht außer acht gelassen werden kann.

5. Die angeführten Feststellungen zeigen die Möglichkeit, auch die Eigenschaften von neu hergestellten Luminophoren zu beeinflussen, was wir in einer folgenden Arbeit darstellen werden.

6. Die angeführten Feststellungen zeigen die Möglichkeit der Applikation der Wärmebehandlung bei der Erzeugung von Radioluminophoren, sei es direkt in Verbindung mit der Aktivierung der Grundsubstanz, oder als selbständige technologische Stufe im Anschluß an bisher gebräuchliche Aktivierungsverfahren. Das heißt, daß zur Erzielung derselben Leuchtstärke die Menge des aktiven Zusatzes bedeutend herabgesetzt werden kann, wodurch nicht nur die Gesamtaktivität verringert, sondern auch der zeitliche Verlauf der Alterung der Radioluminophoren verlangsamt wird.

Wir werden auf diese Probleme demnächst in einer ausführlichen Arbeit zurückkommen.

Messungen an Drähten aus harten Supraleitern des Systems Niob—Zirkonium

Von I. DIETRICH **, H. PFISTERER **, H. RICHTER *, R. WEYL ** und U. ZWICKER *

(Z. Naturforschg. 18 a, 93—94 [1963]; eingegangen am 7. November 1962)

Niob—Zirkonium-Legierungen mit Niobgehalten um 70 Atomprozent haben Interesse als Werkstoff für supraleitende Drähte gefunden. Sie haben einerseits relativ hohe kritische Felder und Ströme und lassen sich andererseits zu Drähten verarbeiten. Die kritischen Werte können sowohl durch eine geeignete Kaltverformung als auch durch Glühbehandlungen beeinflußt werden. So führt nach KUNZLER¹ ein hoher Verformungsgrad zu mechanischen Spannungen und Gitterbaufehlern, die bei hohen Stromstärken bzw. Magnetfeldern die Ausbildung supraleitender Strombahnen begünstigen. Beim System Niob—Zirkonium kommt als weitere Besonderheit hinzu, daß die Legierung mit etwa 70% Niob nur oberhalb 985 °C aus einer kubisch raumzentrierten Mischkristallphase besteht. Dieser Zustand kann durch Abschrecken weitgehend eingefroren werden. Bei Temperaturen von 600 bis 985 °C stellt sich ein Gleichgewicht zwischen zwei kubisch raumzentrierten Mischkristallphasen ein. Nach TREUTING und Mitarbeitern² sowie KNEIP und Mitarbeitern³ kann eine solche Entmischung zu einer Erhöhung der kritischen Werte führen.

Das Ziel unserer Untersuchungen war, den Einfluß von Glühtemperatur und Glühzeit auf die kritischen Daten zu prüfen und mit den Veränderungen von Gefüge und

Phasenaufbau zu vergleichen. Es stand eine Meßapparatur zur Verfügung, mit der die kritische Stromdichte i_c in Abhängigkeit von der Temperatur T mit einzeln ausgelösten Stromimpulsen gemessen werden konnte (Impulsdauer 20 → 2000 μ s; Stromstärke 1 → 30 A). Abb. 1 a zeigt ein Beispiel.

Die gemessenen $i_c(T)$ -Kurven sind von der Impulsdauer abhängig, weil diejenige Stromstärke als kritisch bezeichnet wird, bei der der Beginn der Normalleitung gerade am Impulsende auftritt⁴.

Um den Einfluß der Glühbehandlung zu erfassen, sind den Meßkurven $i_c(T)$ drei verschiedenartige kritische Werte entnommen (Abb. 1 a) und in Abb. 1 b bis d über der Glühtemperatur aufgetragen. Die Glühdauer wurde mit steigender Temperatur immer kürzer gewählt und ist in Abb. 1 b angegeben.

Die kritischen Werte sind $i_c(9^{\circ}\text{K})$ sowie die durch das Magnetfeld von 5 kOe bedingten Differenzgrößen $\Delta i_c/i_c$ bei 9°K und ΔT bei 10^5 A/cm^2 . Dabei bedeutet

$$\bar{i}_c = \frac{1}{2} \{i_c(9^{\circ}\text{K}) \text{ ohne Feld} + i_c(9^{\circ}\text{K})_{5 \text{ kOe}}\}.$$

Für harte Supraleiter mit hohen kritischen Feldern sind diese Differenzgrößen klein.

Die Abb. 1 b und d zeigen, daß bei 800°C ein Maximum für die kritische Stromdichte \bar{i}_c und ein Minimum für $\Delta i_c/i_c$ vorliegt. ΔT hat kein ausgeprägtes Minimum wie $\Delta i_c/i_c$, doch ist die relative Änderung zwischen 600 und 800°C gering, und gegen 1100°C ist wieder der steile Anstieg zu finden.

High Magnetic Fields in Cambridge, Massachusetts, Nov. 1961, S. 597.

³ G. D. KNEIP, J. O. BETTERTON, D. S. EASTON u. J. O. SCARBROUGH, ebenda, S. 63.

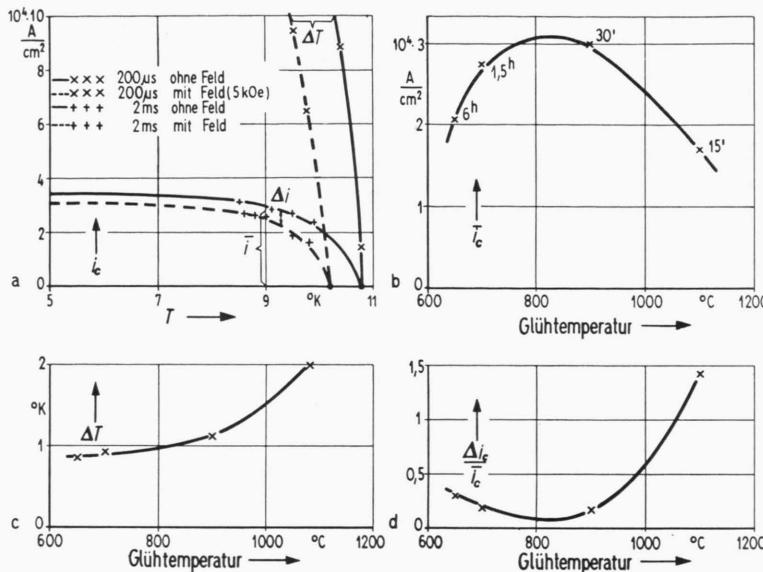
⁴ I. DIETRICH, R. WEYL u. U. ZWICKER, Z. Metallkde. 53, 721 [1962].

* Metallgesellschaft A.G., Frankfurt (Main), Reuterweg 14.
** Forschungslaboratorium der Siemens & Halske AG, München 8, Balanstr. 73.

¹ J. E. KUNZLER, Rev. Mod. Phys. 33, 501 [1961].

² R. G. TREUTING, J. H. WERNICK u. F. S. L. Hsu, High Magnetic Fields, Proceedings of the International Conference on





Die röntgenographische Untersuchung hat ergeben, daß sich bei den Glühbehandlungen zwischen 650 und 900 °C die *beiden* kubischen Mischkristalle bilden. Demgegenüber bestehen die ungeglühte und die bei 1100 °C geglühte Probe nur aus *einer* kubischen Mischkristallphase. Schliffbilder zeigen, daß durch die Glühung im Bereich bis 900 °C ein Lamellargefüge entsteht, während die bei 1100 °C geglühte Probe durch Rekristallisation ein grobkörniges Gefüge aufweist (Abb. 2*).

Ergebnis dieser Glühversuche ist, daß bei 800 °C geglühte Drähte infolge eines feingliedrigen Lamellargefüges hohe kritische Werte haben. — Deshalb haben wir den Einfluß der Glühzeit bei dieser Glühtemperatur untersucht.

In Abb. 3 sind die oben erklärten kritischen Werte über der Glühzeit aufgetragen. Nach Abb. 3 b und c liegt das Minimum der Differenzgrößen schon bei sehr kurzen Glühzeiten, d. h. hier ist der Einfluß eines von außen angelegten Feldes relativ gering. Die kritische Stromdichte erreicht ihr Maximum erst nach 2 Stunden.

Die RÖNTGEN-Aufnahmen in Abb. 4 zeigen, daß die 5-Minuten-Glühung bereits zu einer Erhöhung der Gitterstörungen führt, was vor allem an der Verbreiterung der höher indizierten Linien zu erkennen ist. Bei langen Glühzeiten werden diese Linien schärfer, d. h. der Störungsgrad nimmt wieder ab. Die Linien der 2. Phase sind bereits ab einer Glühdauer von 15 Minuten nachzuweisen und nehmen mit wachsender Glühzeit an Intensität zu.

Das Lamellargefüge ist bei den kurzen Glühzeiten sehr deutlich ausgeprägt und geht mit zunehmender Glühdauer in ein körniges Gefüge über, wodurch eine Abnahme der kritischen Stromstärke verursacht wird.

Glühbehandlungen, die bei einer Titan-Niob-Legierung mit ca. 20 Atomprozent Niob bei tieferen Temperaturen und längeren Glühzeiten eine Entmischung einleiten, zeigen ebenfalls geringen Feldeinfluß und Er-

Abb. 1 a, b, c, d. Einfluß verschiedener Glühtemperaturen auf die kritischen Werte von Nb-Zr 33-Drähten (gezogen bis zu 0,3 mm Durchmesser, gegläut und erneut gezogen bis zu 0,2 mm Durchmesser).

höhung der kritischen Stromdichte. Ausführlicher wird darüber in einer späteren Veröffentlichung berichtet werden.

Die bisherigen Untersuchungen legen die Vermutung nahe, daß die hohen kritischen Stromdichten der Supraleiter vom oben behandelten Typ von der Gefügeausbildung und vom Grad der Entmischung abhängig sind, und das insbesondere ein stark verspannter Zustand, in dem eine zweite Phase noch weitgehend mit dem Grundgitter kohärent verbunden ist, was beim Beginn der Entmischung und bei Kaltverformung der Fall ist, die höchsten kritischen Werte ergibt.

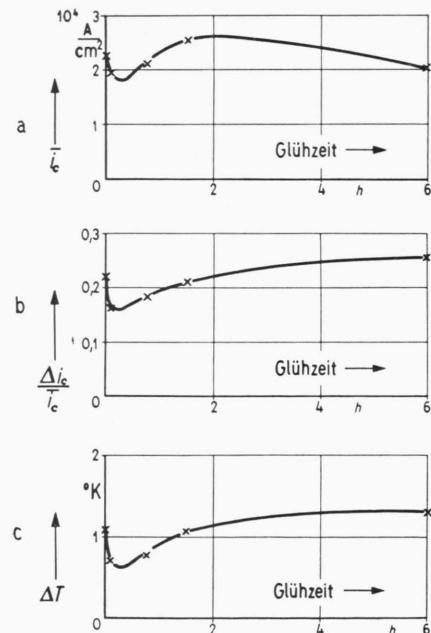


Abb. 3 a, b, c. Einfluß verschiedener Glühzeiten bei 800 °C auf die kritischen Werte von Nb-Zr 33-Drähten.

Wir danken den Herren F. HENKEL und C. KUCHENBECKER für die Mithilfe bei der Herstellung der Drähte, Herrn C. COLANI für den Bau eines Impulsgebers und Fräulein J. WOLF für ihre Mitarbeit bei den Messungen.

* Abb. 2 und 4 auf Tafel Seite 96 a.