На правах рукописи

Дегтяренко Павел Николаевич

Контролируемое воздействие облучения на критические свойства композитных сверхпроводящих материалов с искусственными центрами пиннинга

1.3.8 – Физика конденсированного состояния

ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени доктора физико-математических наук

Долгопрудный – 2024

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Объединенный институт высоких температур Российской академии наук»

B

e Д у ш Защита состоится « $\frac{a}{m}$ » _____ 202 г. в __.00 на заседании _____ 5 _____ т. в _____ лого диссертационного совета _____, созданного на базе федерального автономиого образовательного учреждения государственного высшего «Московский р физико-технический институт образования (национальный исследовательский университет)» (МФТИ, Физтех) по адресу: 141701, Моёковская область, г. Долгопрудный, Институтский Н переулок, д. 9. И 3 a С диссертацией можно ознаномиться в библиотеке МФТИ, Физтех и на сайте организации https://mipt.ru И Я

Автореферат разослан «____» ____ 202_г.

Ученый секретарь диссертационного совета

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертационной работы. Масштабное развитие нового класса оборудования для нужд прикладной физики, электроэнергетики и медицины, включающего магнитные системы с сильными магнитными полями, ограничители тока короткого замыкания, кабели постоянного и переменного тока, генераторы, двигатели, трансформаторы, томографы и др., требует создания нового класса сверхпроводящих (СП) материалов, способных значительно повысить их токонесущие и прочностные характеристики. Увеличение значения этих характеристик позволит обеспечить значительное повышение мощности единичного агрегата, снижение потерь на передачу электроэнергии, а также значительно снизить его массу и габариты.

Наиболее перспективными техническими сверхпроводниками для решения подобных задач являются:

– композитные низкотемпературные сверхпроводящие (НТСП) проводники, созданные различными методами на основе сплава NbTi [1] и интерметаллида Nb₃Sn [2];

высокотемпературные сверхпроводящие (ВТСП) ленты 2-го поколения,
созданные на основе (Re)Ва₂Cu₃O_{7-δ}, где Re –редкоземельный элемент типа Gd, Y,
Еи и др. [3].

При этом необходимо учитывать, что структура обоих типов СП материалов является достаточно сложной, что приводит к сильной анизотропии свойств (критической плотности тока, температуры необратимости, поля необратимости, энергии активации и др.), из-за которой значительно усложняются анализ и интерпретация результатов экспериментальных исследований, а также выработка рекомендаций по технологии производства материалов.

Исследование критических плотностей тока и полей необратимости новых технических сверхпроводников – актуальная задача текущего времени. Так в ВТСП лентах 2-го поколения поле необратимости – B_{irr} является основополагающим параметром, определяющим поведение вихревой структуры.

Линия необратимости делит фазовую диаграмму сверхпроводника *B*-*T* на две части: обратимую ($B>B_{irr}$) и необратимую ($B<B_{irr}$). Обратимая часть фазовой диаграммы соответствует состоянию вихревой жидкости. При этом протекание транспортного тока сопровождается движением вихревой структуры, и, как следствие, возникает ненулевое сопротивление. Необратимая часть соответствует жесткому пиннингу вихревой решетки, при этом протекание тока происходит без потерь. Таким образом, для повышения токонесущей способности ВТСП лент 2го поколения необходимо смещение линии необратимости в сторону больших значений *B*-*T*, что может быть достигнуто введением дополнительных центров пиннинга – искусственных центров пиннинга (ИЦП) в СП.

Для описания наблюдаемых особенностей транспортных и магнитных характеристик требуется создание новых подходов в изучении наблюдаемых экспериментальных явлений и методик измерений, которые учитывают изменение сверхпроводящих свойств НТСП и ВТСП материалов за счет изменения их состава или за счет внедрения искусственных центров пиннинга различного типа [4].

Помимо этого, важными вопросами в изучении композитных СП являются развитие методов исследования и последующая интерпретация полученных результатов. Одним из возможных методов исследования сложных СП структур является метод численного моделирования, который наиболее близок к эксперименту и который может быть также использован для его описания. Анализ поведения параметра порядка и протекания критического тока в композитных СП проводится, как правило, с использованием одной из наиболее адекватных теоретических моделей – в приближении временных уравнений Гинзбурга-Ландау [5]. Использование данной модели с фундаментальной точки зрения дает возможность приблизиться к пониманию механизмов сверхпроводимости в сложных структурах, а с технологической точки зрения позволяет снизить затраты на разработку композитных СП и уменьшить количество технологических ошибок с целью повышения выхода годного продукта.

При создании устройств на основе СП и реализации их важных преимуществ: повышения критической плотности тока и увеличения мощности при одновременном снижении характеристик по их массе и габаритам, необходимо проводить целый комплекс как расчетно-теоретических, так и экспериментальных исследований. В кабелях переменного и постоянного тока на основе ВТСП и в обмотках токоограничителей при помощи аналитических и численных расчетов можно получать оптимизированные конфигурации, которые позволяют свести к минимуму воздействие собственных магнитных полей на токонесущие элементы и снизить потери в них на один или даже на два порядка.

Исходя из вышесказанного, можно сделать вывод, что сравнительное исследование критических плотностей тока и полей необратимости необходимо, как для понимания фундаментальных свойств поведения вихревой решетки, так и для повышения сверхпроводящих характеристик исследуемых СП элементов. Эти СП элементы в настоящее время интенсивно внедряются при создании различных устройств для нужд электроэнергетики, сверхпроводящих магнитных систем ускорительной техники, установок термоядерного синтеза, а также ряда других устройств на базе СП. В этой связи работа является актуальной, решающей важные задачи передового края фундаментальной науки и техники.

Объекты и методология исследования. В качестве объектов исследования были использованы современные сверхпроводящие материалы, обладающие В характеристиками. первой части работы проводились уникальными исследования НТСП интерметаллида со структурой типа А-15. С практической точки зрения этот материал обладает как высокими значениями критической плотности тока, так и высокой устойчивостью к радиационным воздействиям, что является важным аспектом в практическом применении для установок термоядерного синтеза и ускорительной техники. Во второй части работы в качестве объектов исследований использовались ВТСП ленты 2-го поколения, полученные промышленным методом и разработанные при непосредственном участии автора. Уникальность этих материалов заключается в том, что сверхпроводимость в них реализуется в тонком сверхпроводящем слое толщиной

от 0,1 до 2 мкм, микроструктуру которого можно варьировать за счет изменения параметров установки для нанесения покрытий. Это важный момент для экспериментальной оптимизации по критическому СП току, поскольку его значение определяется не только структурой, но и в большей степени микроструктурой (морфологией) образцов. Этот аспект работы открывает широкие возможности в получении экспериментальных результатов, их повторяемости и интерпретации.

Целью работы. Целью диссертационной работы является экспериментальное исследование и описание особенностей сверхпроводящих характеристик композитных НТСП и ВТСП материалов, повышение их токонесущей способности за счет контролируемого облучения и введения искусственных центров пиннинга различного типа, а также установление закономерностей в изменении транспортных и магнитных характеристик, включая сопоставление с данными микроструктурного и рентгеноструктурного анализа.

Для достижения поставленной цели в работе были решены следующие задачи:

1. Исследованы токонесущие способности перспективного НТСП интерметаллида со структурой типа А-15.

2. Исследовано влияние облучения быстрыми протонами с различными энергиями и флюенсами на сверхпроводящие свойства (критическая плотность тока, критическая температура, верхнее критическое поле) перспективного НТСП интерметаллида типа A-15.

3. Проведены комплексные исследования сверхпроводящих свойств и микроструктуры перспективных ВТСП лент 2-го поколения с ИЦП на основе BaSnO3 и BaZrO3.

4. Исследованы изменения сверхпроводящих характеристик при изменении процентного содержания редкоземельного элемента в ВТСП лентах 2-го поколения и влияние стехиометрического состава на пиннинг вихревой

структуры, включая влияние на температуру сверхпроводящего перехода и критическую плотность тока.

5. Исследовано влияние облучения высокоэнергичными ионами с различными флюенсами и энергиями на сверхпроводящие характеристики (критическая температура сверхпроводящего перехода, температура необратимости, энергия активации, поля необратимости и др.) ВТСП лент 2-го поколения.

6. Рассчитаны необходимые параметры ВТСП лент 2-го поколения для использования в устройствах постоянного и переменного тока, включая моделирование потерь в ВТСП кабелях и других СП устройствах.

<u>Научная новизна работы</u>. В ходе выполнения диссертационной работы впервые были получены следующие результаты:

• исследованы сверхпроводящие свойства до и после облучения быстрыми протонами перспективного сверхпроводящего провода на основе интерметаллида Nb3Sn со структурой типа A-15, произведенного по различной технологии. Экспериментально обнаружены значения флюенсов, при которых происходит рост критической плотности тока. Определены диапазоны температур и магнитных полей, при которых пиннинг вихревой структуры за счет облучения является наиболее эффективным;

• установлены общие закономерности в поведении параметра решетки, сверхпроводящего параметра порядка и числа смещений на атом в образцах Nb3Sn, облученных протонами энергией 12 МэВ;

• с помощью апробированной методики измерений впервые проведены комплексные исследования ВТСП лент 2-го поколения, произведенных по промышленной технологии с различной концентрацией ИЦП. Установлены закономерности в изменении анизотропии критической плотности тока и критической температуры сверхпроводящего перехода при изменении их концентрации, размеров и расстояний между ИЦП типа BaSnO₃ и BaZrO₃;

• проведены систематические исследования и получены обобщенные экспериментальные данные, описывающие поведение транспортных и магнитных

характеристик ВТСП лент 2-го поколения при изменении процентного содержания редкоземельного элемента;

эффекты облучения изучены влияния радиационного на микроструктуру промышленных ВТСП лент 2-го поколения. При облучении ионами Хе различной энергии в диапазоне от 0,13 до 0,76 МэВ/нуклон обнаружены непрерывные ИЛИ прерывистые треки с неупорядоченной структурой, которые являются эффективными центрами пиннинга, позволяющими двукратно повысить токонесущую способность ВТСП лент 2-го поколения в сильных магнитных полях при температурах от 77 до 4,2К.

Практическая ценность работы.

Представленные результаты диссертационной работы расширяют представления о транспортных и магнитных характеристиках перспективных сверхпроводящих материалов с ИЦП различного типа, являются основой для работ, ставящих своей целью изучение поведения вихревой структуры, влияние дефектов на протекание транспортного тока и ряда практических задач.

Данные по влиянию облучения протонами на критический ток НТСП проводников могут быть использованы в НИЦ КИ, ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, ФИАН, ОИВТ РАН, ООО «С-Инновации» и др. для создания сверхпроводящих материалов с повышенными транспортными характеристиками.

Результаты исследования радиационных воздействий на сверхпроводящие материалы могут быть применены в НИЦ КИ и предприятиях Росатома для прогнозирования срока службы сверхпроводящих магнитных систем (СМС) на базе сверхпроводников, используемых на практике, и оценки радиационной стойкости сверхпроводящих магнитных систем, работающих в сильных радиационных полях (токамак T-15, CERN, ITER, источники синхротронного излучения).

Научно/Народнохозяйственная проблема, решенная в диссертации:

- впервые в мире представлен обобщенный подход к разработке и созданию сверхпроводников с искусственными центрами пиннинга;

- теоретически и экспериментально разработаны методики, позволяющие увеличить критический ток сверхпроводников;

- результаты диссертационной работы позволяют создавать подвижные объекты с более выгодными параметрами по массе и габаритам.

<u>Основные положения, выносимые на защиту</u>. На защиту выносятся следующие основные положения диссертации:

1. Комплексный подход к анализу совокупности электрофизических данных, структурного и фазового анализа при исследовании сверхпроводящих композитных НТСП и ВТСП материалов с искусственными центрами пиннинга позволяет определять важные закономерности влияния облучения легкими ионами (протонами) до 32 МэВ и высокоэнергичными тяжелыми ионами на их токонесущую способность. В частности, выявленные закономерности позволили увеличить критическую плотность тока вплоть до 50% для некоторых типов материалов по сравнению с мировыми аналогами. Разработанный подход важен для создания баз данных, что открывает новые перспективы для применения при прогнозировании критических свойств искусственного интеллекта сильноточных сверхпроводников.

2. Дозированное облучение протонами с энергией до 32 МэВ композитных проводов НТСП на основе интерметаллидов, приводит К увеличению токонесущей способности до 15% без значительного снижения критической температуры. Увеличение токонесущей способности связано с контролируемым образованием новых дефектов матрицы сверхпроводника: каскадов ионных треков, кластеров вакансий и междоузлий, размером порядка длины когерентности и заданной плотности. Важно, что дозированное облучение позволяет создавать искусственные центры пиннига промышленно В изготовленных НТСП материалах, а также распространяется на ВТСП, в том числе и при разном типе облучений.

3. Дозированная имплантация тяжелыми ионами с задаваемой энергией композитных ВТСП лент 2-го поколения приводит к увеличению токонесущей способности на 50% в нулевом магнитном поле и до 300% во внешнем магнитном

поле. Увеличение токонесущей способности связано с контролируемым образованием новых дефектов разных типов в зависимости от имплантируемых атомов: для золота и никеля -- преобладают точечные дефекты размером порядка длины когерентности, для ксенона и висмута -- ионные треки определенной концентрации, зависящей от дозы облучения. Важно, что такая имплантация может быть внедрена и осуществляться на завершающей стадии промышленного производства ВТСП лент, которые могут быть использованы в качестве токонесущих компонентов при создании установок термоядерного синтеза и ускорителей высоких энергий.

4. Моделирование альтернативного подхода к увеличению токонесущей способности трехфазных ВТСП кабелей за счет увеличения концентрации редкоземельного элемента и изменения толщины подложки в ВТСП лентах 2-го поколения, показало значительное снижение потерь на фоне увеличения критической плотности тока по отношению к кабелям на основе этих лент со стехиометрическим составом и стандартной подложкой из сплава Хастеллой.

Достоверность и обоснованность результатов, полученных в диссертации, обеспечивается применением современных методик прямых и бесконтактных измерений в сильных магнитных полях. Полученные результаты измерений на образцах хорошо коррелируют с литературными данными ведущих специалистов, работающих в области сверхпроводимости, являются многократно повторяемыми подтверждаются быстроциклирующих И успешными испытаниями ВТСП сверхпроводящих магнитов для ускорителей И кабелей для электроэнергетики, созданных с использованием предложенных в диссертации моделей. Расчетные данные согласуются, как с экспериментальными данными, так и с данными других авторов, известными из литературы.

<u>Авторский вклад</u>. Все выносимые на защиту результаты и положения, изложенные в представленной диссертации, получены либо лично автором, либо под его непосредственным руководством. Автором лично поставлены и сформулированы большинство задач исследований. Автор занимался руководством, координацией и постановкой конкретных научных задач, проводил

экспериментальные исследования, анализ большого объема экспериментальных данных, выполнял численные расчеты и предлагал физическую интерпретацию полученных результатов. Вклад соавторов отражен в опубликованных работах. Подготовка к публикации полученных результатов исследований проводилась совместно с соавторами, причем вклад диссертанта был определяющим.

Апробация результатов. Основные результаты диссертационной работы представлялись и обсуждались на следующих конференциях, симпозиумах и совещаниях: 12-й, 13-й, 15-й международных конференциях «Conferences on Coated conductors for application» (Хайдельберг, 2012 г.; Чечжу, 2014 г.; Вена, 2018 г.); 2-й и 3-й национальной конференции по прикладной сверхпроводимости (Москва, 2013 год); 5-й Международной конференции «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости» (Малаховка, 2015 г.); 2-й и 8-й Международной конференции «Плазменные, лазерные исследования и технологии» (Москва, 2016 г.); 25-й 27-й международной конференции «International conference on Magnet Technology» (Амстердам, 2017 г.; Ванкувер, 2019 г.); 12-й, 13-й, 14-й и 15-й Европейской конференции по прикладной сверхпроводимости (Денвер, 2016 г.; Сиэтл, 2018 г.; США, 2020 г.). По результатам диссертационной работы получено 4 патента и 5 ноу-хау.

<u>Публикации</u>. По теме диссертации опубликовано 25 статей в рецензируемых журналах и 78 тезисов докладов.

<u>Структура и объем диссертации</u>. Структура диссертации состоит из введения, пяти глав, заключения и списка цитируемой литературы. Общий объем составляет 278 страниц, включая 134 рисунка и 11 таблиц, список цитированной литературы из 172 наименований. Сформулирована научно-техническая проблема, решаемая в работе.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во Введении кратко обосновывается актуальность работы, сформулирована цель и задачи диссертационного исследования, перечислены положения,

выносимые на защиту, отмечена научная новизна, достоверность и практическая значимость результатов, личный вклад автора, апробация работы и содержание по главам.

В Первой главе приводится современное состояние исследований по проблеме особенностей электродинамики в НТСП и ВТСП материалов. Проведен обзор современных композитных НТСП материалов. Описана технология создания проводников на базе сплава NbTi и интерметаллида Nb₃Sn с высокой токонесущей способностью, которой предшествовала большая работа по исследованию сверхпроводящих характеристик широкого спектра материалов. Данные технологии позволили разработать СП материалы для адронного коллайдера (CERN) и международного термоядерного реактора (ITER). Работы по созданию и исследованию особенностей сверхпроводящих свойств НТСП материалов позволили расширить существующие модели, описывающие их электродинамику, усовершенствовать их технологию производства и снизить потери на переменном токе. Открытие в 1986 году ВТСП в купратах привело к дальнейшему развитию практического применения явления сверхпроводимости. Были разработаны две разные технологии производства ВТСП проводников. Это так называемые ВТСП ленты 1-го и 2-го поколения. В первом случае – это технология «порошок в трубе», где сверхпроводящие жилы на основе керамики Bi-2223 размещены в матрице на основе серебра. Во втором случае была BTCΠ 2-го разработана технология производства лент поколения, представляющие тонкий слой сверхпроводника на основе керамики (Re)BaCuO нанесенный на буферные слои размещенных на металлической ленте-подложке из сплава Ni и обладающие более высокими значениями критической плотности тока в сравнении с лентами 1-го поколения.

Также представлены результаты моделирования при помощи нестационарных уравнений Гинзбурга-Ландау. В рамках этого приближения можно смоделировать влияние внешних полей, токов и неоднородностей на параметр порядка и распределения сверхтока в СП образцах различной конфигурации и дефектности. Набор таких численных расчетов для модельных

образцов небольшого размера создает качественную картину явлений для реальных сверхпроводников.

Представленные результаты позволяют качественно описывать такие эффекты как – эффект Мейснера, эффект близости, проникновение магнитного поля в виде квантовых вихрей для сверхпроводника, окруженного слоем металла, системе сверхпроводников, разделенных слоем металла, сверхпроводнике с поверхностным дефектом и хорошо согласуются с литературными данными.

Проведено исследование поведения параметра порядка в зависимости от величины внешнего магнитного поля в сверхпроводнике второго рода для следующих геометрий:

1. Сверхпроводник, размером 30ξх30ξ, окруженный слоем металла толщиной 10ξ (здесь ξ - длина когерентности).

2. Рассмотрено проникновение вихревой структуры в сверхпроводник размером 30 ξx 30 ξ, окруженный вакуумом, при увеличении величины внешнего магнитного поля. Сравнение результатов, по проникновению вихревой структуры в сверхпроводник, находящийся в вакууме, и сверхпроводник, находящийся в матрице металла, позволило выявить существенные отличия в механизме проникновения вихрей. Металлическая оболочка замедляет процесс входа вихрей в сверхпроводник, т. е. проникновение вихревой структуры в сверхпроводник происходит при большем значении внешнего поля. Также было установлено, что сверхпроводник, окруженный вихри, проникающие В слоем металла, формируются не на границе раздела двух фаз, а в металле, в области диффузии параметра порядка. В этой области появляются некоторые образования, являющиеся нормальной сердцевиной вихря, и до входа в сверхпроводник вокруг них нет циркуляции векторного потенциала, они не несут квант магнитного потока.

3. Рассмотрена пространственная диффузия параметра порядка на границе раздела сверхпроводник – нормальный металл.

4. Рассмотрено проникновение вихрей в СП размером 20ξх20ξ, окруженного слоем металла, через поверхностный дефект треугольной формы

(моделирование шероховатости поверхности) при различных величинах внешнего магнитного поля.

5. Рассмотрено протекание транспортного тока по сверхпроводнику для случаев:

а) в отсутствие внешнего магнитного поля. В соответствии с общими представлениями при определенной величине тока в образец начинают входить вихри противоположных знаков с разных сторон образца. На эти две системы вихрей действует сила Лоренца, вызывающая их смещение перпендикулярно направлению тока к центральной оси образца. В этой области наблюдается рекомбинация вихрей противоположного знака. Процесс приобретает периодический характер: образование – смещение – рекомбинация.

б) Рассмотрен случай протекания внешнего тока для системы сверхпроводников, разделенных металлическим слоем. Под действием внешнего тока на вихри начинает действовать сила Лоренца, вызывающая их смещение перпендикулярно направлению тока. Сначала, вихри проникают в первый сверхпроводник и движутся в нем, затем они попадают в область между двумя сверхпроводниками, где теряют циркуляцию векторного потенциала. Вихри не проникают во второй сверхпроводник до тех пор, пока их количество в области между сверхпроводниками не достигнет некоторого критического значения.

В заключении к главе представлены основные выводы по анализу литературных данных, показавшие, что на сегодняшний день не существует обобщенных моделей, четко описывающих поведение электродинамических особенностей в зависимости от типа дефектов в обоих типах сверхпроводников. Для анализа полевой зависимости силы пиннинга НТСП проводников требуется введение универсальной аналитической функции, позволяющей проводить описание как для случая слабых, так и случая сильных магнитных полей. Ионное облучение приводит к изменению типа пиннинга вихревой решетки за счет образования радиационных дефектов, исследование которых необходимо проводить при помощи методов рентгеноструктурного анализа и микроскопии. Сопоставление результатов анализа экспериментальных исследований температуры сверхпроводящего перехода, критической плотности тока, в том числе и в магнитных полях с данными микроструктуры также позволит развить подходы к изучению НТСП материалов со структурой типа А-15. Это, в свою очередь, будет являться важным фактором при расчете ресурса сверхпроводящих магнитных систем для установок термоядерного синтеза, ускорителей и других типов крупногабаритных установок для прикладных и исследовательских целей.

Исследование сверхпроводящих характеристик ВТСП лент 2-го поколения в настоящее время вышло на новый уровень. Благодаря развитию технологии производства и получению пленок с высоким качеством структуры, а также развитию экспериментальных методов, сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии стало возможным провести исследования в рамках новых подходов. Это позволяет развить существующие экспериментальные подходы в изучении ВТСП лент 2-го поколения, облученных частицами в широком диапазоне энергий от единиц до сотен МэВ, уточнить особенности пиннинга вихревой решетки в системах с различным типом дефектов, а также разработать пути совершенствования технологии производства ВТСП лент 2-го поколения с повышенной токонесущей способностью при одновременном снижении стоимости производства.

В свою очередь, результаты представленных расчетов, на приведенных примерах, подтверждают, что метод расчета при помощи уравнений Гинзбурга-Ландау, зависящих от времени, позволяет качественно описать поведение параметра порядка и протекания тока в сверхпроводниках I и II рода. Установлено, что проникновение вихрей в сверхпроводник, покрытый металлом, замедляется сравнению сверхпроводником, вакууме. Для ПО co находящимся В сверхпроводника, находящегося в контакте с нормальным металлом, вихри образуются не на границе двух фаз, а в области диффузии параметра порядка в металл, где они представляют собой обычные вихревые ядра. В присутствии дефекта в виде треугольной выемки на поверхности сверхпроводника, вихри проникают в образец точно через дефект в магнитных полях ниже критического поля по сравнению со сверхпроводником, имеющим те же размеры, но без

дефекта. Это связано с более низким поверхностным барьером в этой области, вызванным уменьшением плотности тока. Однако при более высоких магнитных полях не все вихри проникают через дефект; некоторые из них проникают непосредственно через стороны образца (как и без дефекта). Изменяя размеры дефекта в образце, можно добиться проникновения вихревой структуры только через дефект. Полученные результаты численных расчетов находятся в хорошем согласии с нашими экспериментальными результатами и результатами расчетов, представленными в литературе, что свидетельствует об эффективности модели, используемой для описания поведения параметра порядка и сверхтока, проходящего через сверхпроводники I и II рода.

В Второй главе проведен обзор основных методов экспериментальных измерений, используемых в диссертации. Описаны бесконтактные и контактные методики измерения критической плотности тока, критической температуры, зависимости сопротивления от температуры $\rho(T)$ в том числе в магнитных полях величиной до 9 Тл.

На основе обзора основных методов измерений был выбран способ измерений при помощи установки измерения физических свойств материалов – PPMS (Quantum Design). Эта установка позволяет проводить физические исследования характеристик материалов в широком температурном диапазоне от 4,2 до 400 К, а также в широком диапазоне внешних магнитных полей от -9 до +9 Тл.

Микроструктурные исследования проводились на просвечивающем микроскопе ($\Pi(P)$ ЭМ) Titan 80-300 (FEI, USA), растровом электронном снабжённом корректором сферической аберрации пробы (Сs-корректор), рентгеновским спектрометром (EDAX) и анализатором характеристических потерь энергий электронов (Gatan) в режимах светлого и темного полей в режимах просвечивающей и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ТЕМ STEM. соответственно). Для расчета полученных электронограмм И И изображений использовалось программное обеспечение JEMS, разработанное П. Стадельманом. Поперечные срезы образцов для исследований были приготовлены

с помощью сфокусированного пучка ионов Ga⁺ в сканирующем электронноионном микроскопе DualBeam Focused Ion Beam-Scanning Electron Microscope system (СЭМ) Helios Nanolab 600i (FEI), снабжённым газовыми инжекционными системами (ГИС) Pt, W, C и микроманипулятором Omniprobe 200. Для получения планарных срезов образцов использовался сканирующий электронно-ионный микроскоп Versa 3D DualBeam в режиме высокого вакуума, снабженный Pt и W ГИС, а также микроманипулятором EasyLift. Рентгеноструктурный анализ образцов проводился на дифрактометре Rigaku SamrtLab с вращающимся медным анодом.

В **Третьей главе** изложены результаты по исследованию сверхпроводящих свойств и морфологии перспективных проводов на основе НТСП интерметаллида Nb₃Sn, а также образцов пластинок до и после облучения высокоэнергичными протонами с энергией до 32 МэВ в широком диапазоне флюенсов.

Проведенные всесторонние исследования сверхпроводящих свойств и морфологии перспективных проводов интерметаллида на основе Nb₃Sn, а также образцов пластинок до и после облучения высокоэнергичными протонами с энергией 32 МэВ в широком диапазоне флюенсов позволили развить существующие подходы в экспериментальных исследованиях НТСП материалов. Исследования проводились на четырех образцах, произведенных по различной технологии. Список образцов, характеристики и технологии производства представлены в Таблице 1.

По результатам исследования облученных образцов был обнаружен рост критической плотности тока при небольших флюенсах облучения (Рисунок 1). Критическая плотность тока достигает максимума при флюенсе облучения $\varphi_0 t$ =1·10¹⁷ см⁻² в области низких магнитных полей (до 3 Тл включительно), а при флюенсе облучения $\varphi_0 t = 3 \ 10^{17} \text{ см}^{-2} - \text{ в области сильных магнитных полей (более$ 3 Тл). После достижения максимума происходит уменьшение плотностикритического тока, которая снижается для всех образцов ниже исходной, при $флюенсе облучения <math>\varphi_0 t = 1 \ 10^{18} \text{ см}^{-2}$. По всей видимости, одним из объяснений такого поведения плотности критического тока может быть изменение механизма пиннинга за счет образования радиационных дефектов, что подтверждается смещением максимума нормированной силы пиннинга в область сильных магнитных полей (Рисунок 2). Плотность критического тока возрастает примерно в полтора раза в области флюенсов, при которых критическая температура практически не меняется, что указывает на различный тип радиационных дефектов, влияющих на эти характеристики.

Технология, производитель и порядковый номер образца	Диаметр / длина, мм	Число СП волокон
Порошок в трубе, Брукер, №0802	0,70/3	114
Внутренний источник олова с Та барьером, Алстом, №7419	0,80/3	54
Внутренний источник олова, Алстом, №63468	1,08/3	245
Бронзовая технология, «Оксфорд инструменты-сверхпроводники», №11976	0,80/3	108

Таблица 1 - Характеристики исследуемых проводов Nb₃Sn



Рисунок 1 – Зависимость плотности критического тока образцов Nb₃Sn №7419 от флюенса протонов энергией 32 МэВ в поле от 1 до 8 Тл при температуре 4,2К

Критическая температура сверхпроводящего перехода деградирует с ростом флюенса быстрых протонов, что свидетельствует о снижении электронной плотности состояний вблизи поверхности Ферми (см. Рисунок 3). Эти результаты хорошо согласуются и дополняют результаты работ по облучению протонами с энергиями 65 МэВ и 24 МэВ и использованы для расчета радиационного ресурса сверхпроводящих магнитных систем ускорительной техники и будущих термоядерных реакторов.



Рисунок 2 – Сопоставление результатов оценки нормированной силы пининга образца сверхпроводящего провода на основе интерметаллида Nb₃Sn №7419 при температурах 4,2, 7К и 12 К до и после облучения быстрыми протонами энергией 32 МэВ и

флюенсом $\phi_0 t = 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$



Рисунок 3 – Температурная зависимость нормированного значения остаточного магнитного момента образца Nb3Sn №7419

Экспериментальные исследования магнитных характеристик и анализ микроструктуры тонких пластинок Nb₃Sn различной толщины после облучения быстрыми протонами с плотностью потока $\varphi_0 t = 5 \cdot 10^{17}$ (энергия 12,4 MэB) и $\varphi_0 t = 1 \cdot 10^{18}$ см⁻² (энергия 12,8 МэВ) показали, что облучение приводит к образованию неоднородной структуры с выделением нановключений и появлению микронапряжений. При помощи ПЭМ были обнаружены тонкие случайно ориентированные области, обогащенные Nb размером 0,1-0,5 мкм (Рисунок 4). Наблюдаемые структурные превращения в образце приводят к

снижению плотности критического тока и температуры сверхпроводящего перехода (Рисунок 7).



Рисунок 4 – Микроструктура облученного образца пластины Nb₃Sn толщиной 0,16 см (флюенс 1·10¹⁸ см⁻²) при увеличениях: (а) 100 нм; б) 50 нм



Рисунок 5 – Температурная зависимость приведенной релаксации остаточного магнитного момента образцов (1 – пластина толщиной 0,19 мм до облучения; 1а и 2а – пластины толщиной 0,17 и 0,14 мм соответственно, облученные энергией 12,4 МэВ с флюенсом 5·10¹⁷ см⁻²; 1б и 2б – пластины толщиной 0,22 и 0,16 мм соответственно, облученные энергией 12,8 МэВ с флюенсом 1·10¹⁸ см⁻²)

Четвертая глава посвящена результатам экспериментального исследования ВТСП композитов с дефектами различного типа, полученных, как непосредственно на этапе синтеза, так и в процессе облучения ионами различной энергии и флюенса.

Представлены результаты систематических исследований образцов провода перспективных ВТСП лент 2-го поколения производства компаний SuperPower и С-Инновации. Выбор образцов этих производителей проводов обусловлен тем фактом, что они отличаются технологией производства сверхпроводящей пленки,

наличием или отсутствием искусственных центров пиннинга (ИЦП), полученных на этапе роста СП пленки. Характеристики проводов представлены в Таблице 2.

Образцы компании SupePower произведены по технологии IBAD-MOCVD с и без ИЦП на основе BaZrO₃, а образцы компании C-Инновации произведены по технологии IBAD-PLD с и без ИЦП, а также с изменением по составу, как редкоземельного элемента, так и стехиометрии. Схематические изображения BTCП лент 2-го поколения, произведённых по разным технологиям представлены на Рисунке 6 и Рисунке 7.

Таблица 2 - Характеристики проводов перспективных ВТСП лент 2-го поколения производства компании SuperPower и С-Инновации

№ п/п	Производитель	Технолог ия	Соста В	Наличие ИЦП (мол. %)	Крити- ческий ток, А	Крити- ческая температ ура, К
1	SuperPower	MOCVD	0% Gd	-	116	91
2	SuperPower	MOCVD	0% Gd	BaZrO ₃ (-)	107	91
3 C-I		PLD		$BaSnO_3(6)$	150	91,5
	С-Инновации		0%	$BaSnO_3(12)$	83	90,5
			Gd	BaSnO ₃ (18)	50	89,6
4	С-Инновации	PLD	0% Gd	BaZrO ₃		91,3
5	С-Инновации	PLD	0% Gd	-	625	93,3
6	С-Инновации	PLD	+15% Gd	-	681	93,3
7	С-Инновации	PLD	+30% Gd	_	458	91,1
8	С-Инновации	PLD	+45% Gd	-	235	92,2
9	С-Инновации	PLD	+15% Y	-	500	88,2

В разделе 4.1 представлены результаты по апробации разработанной методики измерения угловой зависимости критического тока в ВТСП лентах 2-го

поколения. Измерения ВАХ исходных образцов провода ВТСП лент 2-го поколения в зависимости от угла и величины приложенного внешнего магнитного поля проводилось на установке, представленной на Рисунке 8.



Рисунок 6 – Архитектура ВТСП лент 2-го поколения производства компании SuperPower по технологии MOCVD



Рисунок 7 – Схематическое изображение архитектуры ВТСП лент 2-го поколения производства компании «С-Инновации» по технологии PLD



Рисунок 8 – Принципиальная схема установки для измерения критического тока в зависимости от угла и величины внешнего магнитного поля

В разделе 4.2 представлены результаты исследований ВТСП лент 2-го поколения производства компании SuperPower и С-Инновации с ИЦП. В первой части этого раздела исследованы изменения критического тока и показателя степени ВАХ образцов ВТСП лент 2-го поколения во внешнем магнитном поле величиной до 1 Тл. Ленты произведены MOCVD. по технологии образцов Микроструктурное изображение ВТСП лент 2-го поколения производства компании SuperPower с концентрацией ИЦП – 6% представлено на Рисунке 11. Для этих образцов отчётливо наблюдаются колончатые включения типа BaZrO₃. Эти включения являются наиболее эффективными центрами пиннинга для вихревой решетки при протекании критического тока вдоль образца провода. При этом направление столбчатых дефектов совпадает с направлением внешнего магнитного поля, направленного под углом 10°, при котором наблюдается максимум значений критического тока.

На Рисунке 10 показаны угловые зависимости критического тока ВТСП лент 2-го поколения во внешних магнитных полях от 0,125 Тл до 1 Тл. Отчетливо видно, что кривые имеют два ярко выраженных пика. При этом отсутствует симметрия, а основной пик не совпадают с осью c, а отклоняется от нее примерно на 10° градусов.



Рисунок 9 – Изображение микроструктуры образца ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower с ИЦП



Рисунок 10 – Угловая зависимость критического тока, для образца ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower, измеренные при температуре 77К

В этом разделе также представлены результаты исследований образцов ВТСП лент 2-го поколения, полученные на промышленных установках со скоростями нанесения ВТСП плёнки порядка 750 нм/мин, используя метод импульсного лазерного осаждения. Это ВТСП ленты без ИЦП и с двумя типами ИЦП на основе BaSnO₃ и BaZrO₃ с концентрацией добавок от 6 до 18 молярных %. Данные XRD анализа представлены на Рисунке 11.

Светлопольные изображения поперечных срезов полной толщины ВТСПслоя образца провода ВТСП лент 2-го поколения без ИЦП (Рисунок 12 – (а)) и двух образцов с различными типами ИЦП: на основе BaSnO₃ (Рисунок 12 – (б)) и BaZrO₃ (Рисунок 12 – (в)) демонстрируют наличие вытянутых вдоль кристаллографической оси-*с* ИЦП в виде колонн наноразмера, которые представляют собой включения BaSnO₃ и BaZrO₃ в СП матрицу.

Проведённые оценки среднего диаметра и плотности ИЦП в ВТСП лентах 2-го поколения по данным микроструктурных изображений планарных и поперечных срезов образцов с ИЦП типа BaSnO₃ и BaZrO₃ с молярным содержанием 6% хорошо коррелирует друг с другом. При этом средний диаметр ИЦП типа BSO составляет порядка 8 нм, а типа BZO порядка 6.5 нм.



Рисунок 11 – Данные рентгеноструктурного анализа образцов без ИЦП (чёрная кривая), с ИЦП типа BSO (красная кривая) и ИЦП типа BZO (зелёная кривая)



Рисунок 12 – Светлопольные ПЭМ изображения поперечного среза полной толщины ВТСП слоя образцов: (а) без ИЦП, (б) с ИЦП типа ВЅО, (в) с ИЦП типа ВZО

Рассчитанное значение плотности ИЦП составляет 500 мкм-2 для обоих типов образцов с ИЦП типа BaSnO₃ и BaZrO₃, что хорошо совпадает со значением концентрации ИЦП. Абсолютное значение критического тока уменьшается при добавлении ИЦП от величины 360 А до 140 А (ИЦП типа BaSnO₃) и 120 А (ИЦП типа BaZrO₃), соответственно. Несмотря на это, данные, перестроенные в угловую зависимость лифт фактора, указывают на снижение анизотропии при температурах 77 и 65К. Причём снижение анизотропии для обоих типов образцов с ИЦП больше при более низких температурах. Для образца с ИЦП типа BSO снижение критической температуры происходит до температуры 91,9К, а для образца с ИЦП типа BaZrO₃ до 91К, что, наиболее вероятно, объясняется совокупностью деформации решётки ВТСП при сращивании с имеющими другой параметр элементарной ячейки ИЦП. На перестроенных зависимостях СП перехода в логарифмических координатах обнаружен перегиб, который, по всей

видимости, отвечает за наличие продольных и поперечных центров пиннинга и выражается в виде двух участков на кривой (Рисунок 13). Полученные результаты свидетельствуют о том, что введение ИЦП приводит к улучшению характеристик анизотропии промышленных ВТСП лент 2-го поколения с ИЦП разного типа.



Рисунок 13 – Зависимость ln(R) от 1/Т для образца без ИЦП (черная линия) и с ИЦП (красная линия – 6% BSO, синяя линия – 6% BZO) в поле В//аb-плоскости. Закрытые символы – поле 9 Тл. Открытые символы – поле 1 Тл

В разделе 4.3 представлены результаты исследования влияния ИЦП на температуру необратимости в ВТСП лентах 2-го поколения. Наблюдался пик температуры необратимости T_{irr} в ориентации B||ab и определен параметр анизотропии – $1/\gamma$, равный примерно $4,5 \pm 0,3$, что находится в обычном для ВТСП диапазоне 5-7 (Рисунок 16). Энергия активации, полученная из графиков зависимости $lg(\rho/\rho_0)$ от 1/T, оставалась практически константой во всем угловом диапазоне, с небольшим пиком при Bllab. При этом энергия активации, как и температура, уменьшались ростом критическая с уровня допирования. Логарифмическая диаграмма удельного сопротивления для



Рисунок 16 – Угловая зависимость температуры необратимости (T_{irr}) для исходного образца и для образца концентрацией ИЦП типа BSO 6%, $0^0 = B//c$ и $90^0 = B//ab$

недопированного образца выглядела иначе - с перегибом и двумя разными наклонами, соответствующими двум областям с разными значениями энергии активации, что свидетельствует о разном типе механизма пиннинга.

В разделе 4.4 представлены результаты влияния изменения стехиометрического состава на сверхпроводящие свойства в ВТСП лентах 2-го поколения.

Для исследований были отобраны образцы ВТСП лент 2-го поколения, полученные методом импульсного лазерного осаждения из мишени с различной стехиометрией по Gd. Образцы Gd_{1.15}Ba_{1.8}Cu₃O_x, Gd_{1.3}Ba_{1.8}Cu₃O_x и Gd_{1.45}Ba_{1.8}Cu₃O_x получены на промышленной установке со скоростью напыления 300 нм/мин. В Таблице 3 представлен список образцов, отобранных для измерений, а также их сверхпроводящие свойства – критический ток, измеренный при температуре 77К без внешнего магнитного поля, критическая температура сверхпроводящего перехода.

На Рисунках 15 и 16 представлены зависимости лифт-фактора образцов от внешнего магнитного поля и зависимость критической температуры от % содержания Gd в CП пленке. Видно, что во внешнем магнитном поле при температуре 77К наибольшее снижение лифт-фактора наблюдается для образца с наибольшей концентрацией Gd.

При 65К кривые лифт-фактора для всех типов образцов в поле ведут себя практически одинаково. При 20К видно, что лифт-фактор образца с набольшим

содержанием Gd лежит выше всех. Отчетливо видно, что увеличение содержания Gd приводит к заметному росту лифт-фактора уже при температуре 77К в поле 1 Тл и его возрастанию в 2 раза при температуре 20К при увеличении концентрации Gd до 45%. Во внешнем магнитном поле равном 8 Тл и при температуре 77К рост лифт-фактора отсутствует, но уже при 65К наблюдается тенденция к небольшому росту. С увеличением концентрации Gd критическая температура падает, достигая своего минимального значения при 30% концентрации Gd, но при 45% концентрации Gd начинается её небольшой рост. Ширина перехода при этом увеличивается с увеличением концентрации Gd до 30% со значения 0,25 до 1,6К, а затем также падает до 1,5К при 45% концентрации Gd.

Таблица 3 – Сверхпроводящие свойства ВТСП лент 2-го поколения с разным содержанием Gd

Номер	Концентрац	<i>I</i> с, собств.	<i>T</i> c, K	B_{Φ}, T
образц	ия Gd, %	поле,		
а		А/12 мм		
1	0	625	93,3	0
2	15	681	93,3	1,0 ± 0,2
3	30	458	91,1	1,5 ± 0,4
4	45	235	92,2	1,3 ± 0,6



Рисунок 15 – Полевая зависимость лифт-фактора (ЛФ) при 77, 65 и 20К для образцов разным содержанием Gd



Рисунок 16 – Критическая температура в собственном магнитном поле, температура необратимости при 3 Тл при направлениях поля В//*ab* и В//*c* и ширина сверхпроводящего перехода в зависимости от концентрации Gd

В Разделе 4.5 представлены результаты по изменению сверхпроводящих свойств ВТСП лент 2-го поколения, облученных ионами различной энергии. Изучены эффекты влияния облучения ионами Хе различной энергии в диапазоне от 0,13 до 0,76 МэВ/нуклон на микроструктуру, включая исследование влияния внешних магнитных полей величиной до 8 Тл при температурах от 77 до 4,2 К на критическую плотность тока в облученных материалах.

Одновременно с измерениями изменений сверхпроводящих свойств микроструктуры проводился анализ изменений облученных образцов. Наблюдались непрерывные или прерывистые треки с неупорядоченной (аморфной) структурой, создаваемых ионами облучения Хе с первичными энергиями 167, 77 и 46 МэВ в слое ҮВСО толщиной 1 мкм закрытого слоем Ад толщиной 2 мкм. HRTEM показал, что треки ионов являются аморфными (Рисунки 17-28). Количественный анализ при помощи EDXS определил элементов внутри треков. микроструктуру Треки уменьшают объем сверхпроводящей матрицы, но уменьшение сверхпроводящего объема, обусловленное неупорядоченной структурой треков, составляет не более 4% от общего объема образца. Плотность материала треков изменяется с 6300 кгм⁻³ для YBCO до 3600 кгм⁻³. Треки действуют как центры закрепления вихрей. Отдельный трек при больших энергиях ионов может распадаться на отдельные субкаскадные области (сфероидальные дефекты – Рисунок 17), наличие которых наиболее ярко выражено при отсутствии перекрытия треков, т.е. при низких флюенсах.

Увеличение критической плотности тока наблюдается при всех исследованных энергиях ионов. Наибольшая критическая плотность тока наблюдается в облученных образцах с самым низким флюенсом, ЧТО соответствует наибольшему числу центров пиннинга (сфероидальные дефекты) вдоль разрывных треков. Эти многочисленные центры пиннинга приводят к увеличению J_c при низких и средних магнитных полях – 56 МА·см⁻² (0 Тл, ионы Хе 46 МэВ) и 16 МА·см⁻² (8 Тл, ионы Хе 46 МэВ) при 4,2К; 3 МА·см⁻² (0 Тл, Ионы Хе 46 МэВ) и 1,6 МА · см⁻² (8 Тл, ионы Хе 46 МэВ) при 77К (Рисунки 19-22). Если

рассматривать провода без покрытия YBCO, энергия ионов может быть уменьшена до уровня 17,4 МэВ.

Таким образом, для всех значений энергии радиационные повреждения хорошо наблюдаются, но имеют разную топологию, распределение и размеры. Хорошо известно, что энергия падающих частиц уменьшается по мере внедрения в мишень, за счет упругих (атомных) и неупругих потерь. Оба этих канала потерь способны образовывать повреждения в пленках YBCO.



Рисунок 17 – Непрерывные (псевдонепрерывные) треки ионов Хе в облученных образцах энергией 167 МэВ



Рисунок 19 – Полевая зависимость критической плотности тока для образца необлученной ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower



Рисунок 18 – Прерывистые треки ионов Хе в облученных образцах энергией 77 МэВ



Рисунок 20 – Полевая зависимость критической плотности тока для образца ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower, облученного энергией 46 МэВ и флюенсом 5.10¹¹ см⁻²



Рисунок 21 – Полевая зависимость критической плотности тока для образца ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower, облученного энергией 77 МэВ и флюенсом 5.10¹¹ см⁻²



Рисунок 22 – Полевая зависимость критической плотности тока для образца ВТСП ленты 2-го поколения производства компании SuperPower, облученного энергией 167 МэВ и флюенсом 1.10¹¹ см⁻²

Результаты по облучению ВТСП лент ионами Ві с энергией 670 МэВ наравне с результатами по облучению ионами Хе также свидетельствуют об образовании аналогичных протяжённых треков. Эти треки являются эффективными центрами пиннинга вихревой структуры, что выражается в росте критического тока при облучении с флюенсом $\varphi_0 t=1\cdot 10^{11}$ см⁻². На Рисунках 23 и 26 представлены результаты измерения абсолютного значения критического тока для исходного образца и образцов, облученных с флюенсом $\varphi_0 t=1\cdot 10^{11}$ см⁻².



Рисунок 23 – Полевая зависимость критического тока образца ВТСП ленты 2-го поколения на основе УВСО облученного ионами Ві с энергией 670 МэВ и флюенсом $\varphi_0 t=1\cdot 10^{11}$ см⁻² в полях до 8 Тл и при температурах от 77 до 4,2К



Рисунок 24 – Полевая зависимость критического тока необлученного образца ВТСП ленты 2-го поколения на основе ҮВСО облученного ионами Ві с энергией 670 МэВ и флюенсом $\varphi_0 t=1\cdot 10^{12}$ см⁻² в полях до 8 Тл и при температурах от 77 до 4,2К

Вероятно, оптимальным является облучение ионами больших энергий, создающих изолированные треки с выраженной субкаскадной структурой.

Согласно данным температурной зависимости динамической магнитной восприимчивости, температура сверхпроводящего перехода снижается с увеличением флюенса облучения. Облучение ионами Ві с энергией 670 МэВ и флюенсом $\varphi_0 t = 1 \cdot 10^{11}$ см⁻² приводит к снижению температуры сверхпроводящего перехода на 3К. При флюенсе $\varphi_0 t = 1 \cdot 10^{12}$ см⁻² снижение температуры сверхпроводящего перехода происходит до 77К. По всей видимости, облучение с большим флюенсом приводит к полной деградации образца, что также отчетливо видно на температурной зависимости действительной части магнитной восприимчивости и выражается в виде размытия перехода для всех значений внешнего магнитного поля.

На Рисунке 25 представлена зависимость поля необратимости от $1 - \left(\frac{T_c}{T}\right)^2$ демонстрирующая изменение пиннинга вихревой структуры в образцах. Анализ этих результатов, проведенный с использованием модели Мацуситы:

$$B_{irr}(T) = B_{irr}(0) \times \left(\frac{T_c}{T}\right)^P \times \left[1 - \left(\frac{T_c}{T}\right)^2\right]^n,$$

где $n = \frac{2(m-\gamma)}{3-2\gamma}$ и $p = \frac{4}{3-2\gamma}$, продемонстрировал изменение параметра n облученного ионами Bi образца ВТСП ленты, свидетельствующее об образовании



Рисунок 25 – Зависимость поля необратимости (B_{irr}) от $1 - \left(\frac{T_c}{T}\right)^2$ для необлученного и облученного образца ионами Ві и флюенсом $\varphi_0 t = 1 \cdot 10^{12}$ см⁻² образца ВТСП ленты 2-го поколения

несверхпроводящей фазы. Образование этой фазы указывает на то, что в образце образуются протяженные перекрывающиеся треки, которые являются эффективными центрами пиннинга.

В Пятой главе представлены результаты расчета энергетических потерь на переменном токе в 3-х фазных ВТСП кабелях различной конструкции при помощи метода численного моделирования.

Расчеты энергетических потерь переменного тока проводились с помощью программы, основанной на методе индуктивно-связанной цепи тока. Для расчета распределения токов ВТСП-материал кабеля разбивается на N цепей, в которых токи находятся путем интегрирования следующей системы уравнений:

$$\sum_{i=1}^N M_{iK} \frac{dJ_k}{dt} - U^F = 0,$$

где M_{ik} – взаимная индуктивность цепей *i* и *k*, J_k – ток цепи *k*, U^F – напряжение фазы, к которой принадлежит цепь *i*. Система *N* уравнений дополняется дополнительными уравнениями, описывающими текущую зависимость от времени в каждой из фаз.

Гистерезисные потери Q_{hi} за цикл изменения тока в каждой цепи і равны:

$$Q_{hi} = V_i \int E_i j_{Ci} dt,$$

где E_i и j_{ci} — соответственно электрическое поле в каждой цепи объемом V_i и ее плотность тока.

В качестве токонесущих элементов кабелей используются три следующих конструкции ВТСП-лент:

обычные ВТСП-ленты производства компании «С-Инновации» с ранее полученными критическими характеристиками (ленты с архитектурой 1, Рисунок 26 – (а);

- ленты с измененной конфигурацией (ленты с архитектурой 2). Они имеют единственное отличие от исполнения 1 – в отличие от последнего медное покрытие перенесено со стороны ВТСП на подложку из Хастеллоя;

- ВТСП-ленты с повышенными характеристиками, получаемые в настоящее время компанией «С-Инновации» - ленты с архитектурой 3 (Рисунок 28(б)).



Рисунок 26 – Конфигурация ВТСП лент 2-го поколения с разной архитектурой. Ширина ленты – 4 мм. Медное покрытие – Си, серебряное покрытие – Аg, ВТСП слой – SP, Хастеллой – H; δ – толщина материала в мкм, $I_{\rm kp}$ - критический ток ленты при 77К. (a) – лента с архитектурой 1: δ H = 60 мкм, δ SP =1,5 мкм, δ Ag = 2 мкм, δ Cu = 60 мкм, $I_{\rm kp}$ = 125 A; (б) – лента с архитектурой 2: δ H = 40 мкм, δ SP = 2 мкм, δ Ag = 2/1.5 мкм (со стороны ВТСП/со стороны



Рисунок 27 – Схематическое изображение трехфазного кабеля с экранированными фазами. (a) – экранированная фаза: F и S – ВТСП слой фазы и экрана, 1 – изоляция, 2 – дополнительное медное покрытие; (б) – схематическая изображение расположения фаз в кабеле: A, B, C – экранированные фазы

Поскольку основная цель - анализ эффекта снижения потерь на переменном токе только за счет вариации конструкций ВТСП лент, остальные существенные характеристики кабелей принимаются одинаковыми: критический ток фазы I_c = 5 кА, толщина межфазной изоляции 4 мм, диаметр кабельного каркаса 24 мм.

Приведенные ниже расчеты выполнены для двух типов кабелей: первый — с экранированными фазами, а второй — трехфазный с единым охлаждением (см. Рисунок 27). Рассмотрены три конструктивных варианта кабелей с экранированными фазами (кабели 1 типа Ph3R-Sh), точные геометрические характеристики которых приведены в Таблице 4:

- кабель второго типа содержит два слоя ВТСП лент с архитектурой 1 на фазу и на экран.

Результаты расчетов полных потерь переменного тока P_s (т. е. суммы гистерезисных потерь в сверхпроводнике P_h и потерь на вихревые токи в несверхпроводящих элементах кабеля P_e) показывают замену лент с архитектурой 1 новыми лентами с архитектурой 2 к радикальному снижению P_s (Рисунок 29). Как правило, в качестве номинальной амплитуды тока фазы кабеля принимается значение, равное $0.8I_c$. Соответственно, в рассматриваемом случае при амплитуде номинального тока фазы 4 кА потери уменьшаются в 5,8 раза по сравнению с лентами архитектурой 1.

Использование лент с архитектурой 3 приводит к близкому, но все же меньшему эффекту. Вклад потерь на вихревые токи в общую сумму потерь для всех рассмотренных вариантов кабеля увеличивается с уменьшением амплитуды тока. Но при амплитудах, представляющих практический интерес, она все же остается не очень существенной – менее 5 % при $J_0>3$ кА.

В триаксиальных кабелях взаимное влияние перпендикулярных составляющих магнитного поля фаз сведено к минимуму за счет их соосного расположения (Рисунок 28 и 29). Отсутствие экранов позволяет уменьшить расход ВТСП лент и уменьшить габариты кабеля. Однако сохраняется необходимость увеличения количества лент во внешних фазах по сравнению с внутренними, с целью удовлетворения требованию плотного расположения лент в слоях для минимизации потерь переменного тока. Вызванный этим обстоятельством перерасход лент увеличивается с увеличением толщины межфазной изоляции. Одновременно ухудшаются условия охлаждения средней фазы кабеля.

Выполненные расчеты для всех типов кабелей позволили оптимизировать их конструкцию и значительно снизить потери на переменном токе. В результате конструкция кабелей изменяется следующим образом:

– фазы кабеля 4 содержат по два слоя ВТСП лент с архитектурой 1 на фазу.
Ленты обращены друг к другу подложками из Хастеллоя, и, соответственно,
расстояние между их сверхпроводящими покрытиями в слоях составляет 120 мкм;

- фазы кабеля 5 содержат по два слоя ВТСП лент с архитектурой 3 на фазу. Однако в этом варианте конструкции ленты в слоях обращены друг к другу своими

сверхпроводящими покрытиями. В результате расстояние между ними сокращается до 4 мкм;

- в кабеле 6 для обеспечения необходимого значения критического тока 5 кА достаточно иметь только один слой лент исполнения 6. Ленты фазового слоя обращены своими ВТСП-слоями к внутреннему периметру этой фазы.



Рисунок 28 – Схематическое изображение триаксиального кабеля. 1- толщина ВТСП слоя, 2 и 3 – слоя изоляции и дополнительной меди. *А*, *В*, *С* – фазы кабеля



Рисунок 29 – Кабель с экранированными фазами. Полная мощность AC – потерь от амплитуды тока фазы при частоте f = 50 Hz. Прерывистой линией обозначена номинальная амплитуда тока (*I*_{0n})

Таблица 4 – Параметры ВТСП кабелей с экранированными фазами. DCF, D_c, – диаметр экранированной фазы и внешний диаметр кабеля (без внешней изоляции); n_i and d_{si} – число лент в слое i фазы или экрана и диаметр этого слоя по сверхпроводнику; N – полное число ВТСП лент в кабеле. Структура кабеля (от внутренних к внешним слоям): F_i, и S_i – слои фаз и экрана (i – число слоев); Cu "xx" – толщина дополнительного слоя меди, in "xx" толщина слоя изоляции

Тип кабеля	Структура и состав экранированного кабеля		
Кабель 1 D _{ST} =38 D _K =82 N=282	Cu1,5 - F ₁ - F ₂ -in4 - S ₁ -S ₂ - Cu 1,0		
	F	Д	
	S	Два слоя лент с архитектурой 1: <i>n</i> ₁ = 26; <i>n</i> ₂ = <i>d</i>	
Кабель 2 D _{ST} =115 D _K =254 N=516	Cu1,5 - F ₁ - F ₂ -in4 - S ₁ - S ₂ - Cu 1,0		
	F	Д	
	S	Два слоя лент с архитектурой 3: $n_1 = 26$; $n_2 = d$	
Кабель 3	Cu1,5 - F ₁ -in4 - S ₁ - Cu 1,0		
$D_{\rm ST}=61$ $D_{\rm K}=189$ N=528	F	Один слой лент с архитектурой 2: n_1 =20;	
	S	Один слой лент с архитектурой 2: $n_1 = 26$;	



Рисунок 30 – Полная мощность потерь на переменном токе в зависимости от амплитуды тока при частоте f = 50Hz для триакисального кабеля. Прерывистой линией обозначена номинальная амплитуда тока (*I*_{0n})

В Заключении обобщаются основные результаты диссертационной работы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В работе представлены результаты исследований комплексных композитных сверхпроводников с различными типами дефектов, являющихся эффективными центрами пиннинга, которые направлены на развитие существующих подходов в улучшении токонесущей способности композитных сверхпроводников и последующего их использования для создания различного типа нового оборудования для электротехники, электромеханики, ускорительной техники, установок термоядерного синтеза, а также изделий специального применения.

На основании проведенных в работе исследований сформулированы следующие основные результаты работы.

1. Выполнены экспериментальные исследования композитных НТСП материалов на основе, в рамках которых:

разработана измерений критических методика параметров сверхпроводников при облучении различного вида. С использованием разработанной методики проведены экспериментальные исследования электрофизических характеристик, а также микроструктурный анализ чистого Nb3Sn до и после облучения быстрыми протонами с флюенсом $\phi t_0 = 5 \cdot 10^{17}$ см⁻² (с энергией 12,4 МэВ) и $\phi t_0 = 1 \cdot 10^{18}$ см⁻² (с энергией 12,8 МэВ). Полученные экспериментальные данные позволяют проводить разработку токонесущих элементов с учетом работы в сильных радиационных полях;

- установлены пороговые значения энергии и флюенсов облучения, при которых происходит появление в облученном образце беспорядочно ориентированных областей, насыщенных частицами Nb, при одновременном снижении температуры СП перехода, определены пороговые дозы облучения;

- в образцах перспективных НТСП проводов Nb₃Sn обнаружен рост критической плотности тока, как при низких флюенсах облучения и достигающий максимума в области низких магнитных полей, так и при высоких значениях флюенса, достигающий максимума в области сильных магнитных полей;

- установлено снижение электронной плотности состояний вблизи поверхности Ферми в интерметаллиде Nb₃Sn в результате облучения на основе сравнительного анализа поведения критической температуры СП перехода облученных и необлученных образцов.

2. Выполнены теоретические и экспериментальные исследования критических параметров современных композитных высокотемпературных сверхпроводников на основе ВТСП лент 2-го поколения при введении ИЦП в виде нанодобавок, радиационных дефектов и вариации стехиометрического состава, в результате которых:

- обнаружено снижение температуры сверхпроводящего перехода при введении различного типа ИЦП с одновременным увеличением критической плотности тока и снижением его анизотропии, которое объясняется возникновением напряжений кристаллической решетки из-за несогласованности параметров решеток ВТСП матрицы и решетки ИЦП;

- обнаружены радиационно-созданные треки с прерывистой субкаскадной структурой в ВТСП лентах 2-го поколения, облученных высокоэнергичными ионами, которые являются наиболее эффективными центрами закрепления вихревой решетки;

- установлены общие закономерности в изменении механизма пиннинга вихревой структуры при облучении путем анализа полей необратимости на основе модели Мацуситы в облученных ВТСП лентах 2-го поколения.

3. Предложен оригинальный эффективный метод увеличения критического тока в ВТСП лентах 2-го поколения за счет облучения тяжелыми ионами непосредственно на завершающей стадии промышленного производства.

4. Разработана модель для расчета потерь в 3-х фазных ВТСП кабелях различной конфигурации. На основании предложенной модели и проведенных экспериментальных исследований разработаны ВТСП ленты 2-го поколения с повышенной токонесущей способностью, что позволило снизить энергетические потери в промышленных кабелях.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. P. Degtyarenko, V. Skuratov, V. Semina, A. Ovcharov, A. Vasiliev, A. Malyavina, S. Gavrilkin, A. Tsvetkov, A. Petrzhik, and M. Novikov / Superconducting Properties of 2G HTS Wires Irradiated by Bi Ions with Energy 670 MeV // Bulleten of the Lebedev Physical Institute, vol. 51, No. 8, pp. 284-289, 2024 (Scopus, Web of Science).

2. П. Н. Дегтяренко, В. А. Скуратов, А.Л. Васильев, А.В. Овчаров, А.М. Петржик, В.К. Семина, С.Ю. Гаврилкин, М.С. Новиков, А.Ю. Малявина, В.А. Амеличев, А.Ю. Цветков / Влияние облучения ионами хе с энергией 167 МэВ на сверхпроводящие свойства ВТСП-лент второго поколения // ЖЭТФ, том. 165, вып. 6, стр. 827-832, 2024 (Scopus, Web of Science).

3. P. N. Degtyarenko, A. V. Ovcharov, A. L. Vasiliev, V. N. Chepikov, N. N. Balashov and A. Y. Degtyarenko / Investigation of Pinning and Current-Carrying Capacity in 2G HTS Wires with Artificial Pinning Centers Obtained at Various Deposition Rates // IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 33, no. 9, pp. 1-6, Dec. 2023, Art. no. 4802506 (Scopus, Web of Science).

4. P. N. Degtyarenko, S. Y. Gavrilkin, A. Y. Tsvetkov, A. V. Ovcharov, A. Y. Degtyarenko / Investigation of pinning properties in second generation HTS tape irradiated by ions with different energy // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics, vol. 86(11), pp. 1-6, 2023 (Scopus, Web of Science).

5. П. Н. Дегтяренко, А. В. Садаков, А. В. Овчаров, А. Ю. Дегтяренко, С. Ю. Гаврилкин, О. А. Соболевский, А. Ю. Цветков, Б. И. Массалимов / Влияние концентрации Gd на сверхпроводящие свойства в ВТСП лентах 2-го поколения // Письма в ЖЭТФ, vol. 118 (8), p. 590, 2023 (Scopus, Web of Science).

6. Degtyarenko P., Balashov N., Zheltov V., Arkangelsky A., Buyanov Y., Degtyarenko A. / Additional opportunities of AC losses minimization in HTS cables caused by the enhancement of HTS tapes critical characteristics // IEEE Trans. On Appl. Supercond., 32(4), 2022 (Scopus, Web of Science). 7. E. I. Suvorova, P. N. Degtyarenko, A. V. Ovcharov& A. L. Vasiliev / Influence of the Structure of Ion Tracks in YBCO on the Superconducting Properties of Composite Wires // Journal of Surface Investigation X-Ray. Synchrotron and Neutron Techniques, 16(1), 112-117, 2022 (Scopus, Web of Science).

8. A. Molodyk, S. Samoilenkov, A. Markelov, P. Degtyarenko, S. Lee, V. Petrykin, M. Gaifullin, A. Mankevich, A. Vavilov, B. Sorbom, J. Cheng, S. Garberg, L. Kesler, Z. Hartwig, S. Gavrilkin, A. Tsvetkov, T. Okada, S. Awaji, D. Abraimov, A. Francis, G. Bradford, D. Larbalestier, C. Senatore, M. Bonura, A. E. Pantoja, S. C. Wimbush, N. M. Strickland, A. Vasiliev / Development and large volume production of extremely high current density YBa2Cu3O7 superconducting wires for fusion // Sci. Rep., 11(1), pp. 1-11, 2021 (Scopus, Web of Science).

9. Dmitry Lipa, Sergey Kopylov, Vladimir Zheltov, Nikolay Balashov, Pavel Degtyarenko, Oksana Lipa / Design optimization of flat HTS three-phase cables // Proceedings - ICOECS 2020: 2020 International Conference on Electrotechnical Complexes and Systems, 2020, 9278409 (Scopus).

10. A. Yu. Arkhangelsky, N. N. Balashov, P. N. Degtyarenko, S. I. Kopylov, V.V. Zheltov / Design optimization of high-voltage HTS three-phase cables with screened phases // Journal of Physics: Conference Series, 1559 (1), 012133, 2020 (Scopus).

11. Alexey V. Ovcharov, Pavel N. Degtyarenko, Vsevolod N. Chepikov, Alexander L. Vasiliev, Sergey Yu. Gavrilkin, Igor A. Karateev, Alexey Yu. Tsvetkov& Andrey R. Kaul / Microstructure and superconducting properties of high-rate PLDderived GdBa2Cu3O7–δcoated conductors with BaSnO3 and BaZrO3 pinning centers // Sci. Rep., 9, 15235, 2019 (Scopus, Web of Science).

12. Elena I. Suvorova, Pavel N. Degtyarenko, Igor A. Karateev, Alexey V. Ovcharov, Alexander L. Vasiliev, Vladimir A. Skuratov, and Philippe A. Buffat / Energy dependent structure of Xe ion tracks in YBCO and the effect on the superconductive properties in magnetic fields // J. Appl. Phys. 126, 145106, 2019 (Scopus, Web of Science).

13. Sergey Kopylov, Nikolay Balashov, Pavel Degtyarenko, Sergei Ivanov, Sergej Samoilenkov, Alexey Soldatenko, Vladimir Zheltov, Vladimir Vysotsky / Investigation of HTS Power Transmission Lines Stability Conditions in Short-Circuit Mode // IEEE Trans. On Appl. Supercond., 29(5), 2019 (Scopus, Web of Science).

14. Pavel Degtyarenko, Sergey Gavrilkin, Alexey Tsvetkov, Nikolay Mineev, Igor Rudnev, Alexey Ovcharov, Vsevolod Chepikov, Sergey Lee, Valery Petrykin, Alexander Molodyk / The influence of BaSnO3 artificial pinning centres on the resistive transition of 2G high-temperature superconductor wire in magnetic field, Supercond. Sci. and Tech., 33 (4), 045003, 2019 (Scopus, Web of Science).

15. N.N. Balashov, P.N. Degtyarenko, S.S. Ivanov, S.I. Kopylov, D.A. Gorbunova, A.A. Molodyk, S.V. Samoilenkov, V.E. Sytnikov, V.V. Zheltov / Low-Resistance Soldered Joints of Commercial 2G HTS Wire Prepared at Various Values of Applied Pressure // IEEE Trans. OnAppl. Supercond., 28(4), 2018 (Scopus, Web of Science).

16. V. A. Altov, N. N. Balashov, P. N. Degtyarenko, S. S. Ivanov, S. I. Kopylov, D. A. Lipa, S. V. Samoilenkov, V. E. Sytnikov, V. V. Zheltov / Design versions of HTS three-phase cables with the minimized value of AC losses // Journal of physics: Conference Series, 969 (1), 012049, 2018 (Scopus).

17. А.Л. Васильев, А. Балларино, Л. Боттура, С.Ю. Гаврилкин, П.Н. Дегтяренко, И.А. Каратеев, В.С. Круглов, С.Т. Латушкин, А.В. Лунев, А.И. Рязанов, Е.В.Семенов, В.Н. Унежев, Р. Флюкегер, С.В. Шавкин / О возможном выделении фазы, обогащённой Nb, в сверхпроводящем интерметаллиде Nb3Sn при облучении быстрыми протонами // Краткие сообщения по физике ФИАН, 4, стр. 47-53, 2017 (Scopus, Web of Science).

18. А. Балларино, Л. Боттура, С.Ю. Гаврилкин, П.Н. Дегтяренко, В.С. Круглов, С.Т. Латушкин, А.И. Рязанов, Е.В.Семенов, Т. Спина, В.Н. Унежев, Р. Флюкегер, К. Шаурляйн, С.В. Шавкин/ Влияние облучения быстрыми протонами с энергией 32 МэВ на критические параметры современных композиционных проводов на основе сверхпроводящего соединения Nb3Sn // ПЖТФ, 12, стр. 68, 2017 (Scopus, Web of Science).

19. R. Flükiger, T. Spina, F. Cerutti, A. Ballarino, C. Scheuerlein, L. Bottura, Y. Zubavichus, A. Ryazanov, R. D. Svetogorov, S. Shavkin, P. Degtyarenko, Y. Semenov, C. Senatore and R. Cerny // Variation of Tc, lattice parameter and atomic ordering in Nb3Sn platelets irradiated with 12 MeV protons: correlation with the number of induced Frenkel defects // Supercond. Sci. and Tech., 30 (5), 054003, 2017 (Scopus, Web of Science).

20. V.A. Altov, N.N. Balashov, P.N. Degtyarenko, S.S. Ivanov, S.I. Kopylov, V.E. Sytnikov, V.V. Zheltov / Optimization of Three- and Single-Phase AC HTS Cables Design by Numerical Simulation // IEEE Trans. OnAppl. Supercond., 27(4), 2017 (Scopus, Web of Science).

21. V. Chepikov, N. Mineev, P. Degtyarenko, S. Lee, V. Petrykin, A. Ovcharov, A. Vasiliev, A. Kaul, V. Amelichev, A. Kamenev, A. Molodyk and S. Samoilenkov / Introduction of BaSnO3 and BaZrO3 artificial pinning centres into 2G HTS wires based on PLD-GdBCO films. Phase I of the industrial R&D programme at SuperOx // Supercond. Sci. and Tech., 30 (5), 124001, 2017 (Scopus, Web of Science).

22. P.N. Degtyarenko, A. Ballarino, L. Bottura, S.Y. Gavrilkin, R. Flukiger, I.A. Karateev, V.S. Kruglov, S.T. Latushkin, C. Scheuerlein., A.I. Ryazanov / Influence of fast proton irradiation with energies of 12.4 and 12.8 MeV on magnetic characteristics and microstructure changes of superconducting intermetallic compound Nb3Sn // Journal of Physics: Conference Series, 747, 012030, 2016 (Scopus).

23. V.V Sychugov, P.N. Degtyarenko, A.V. Ovcharov, S.V. Shavkin, V.S. Kruglov, A.L. Vasiliev, P.V. Volkov and Yu. M. Chesnokov / Variation of critical current and n-value of 2G HTS tapes in external magnetic fields of different orientation // Journal of Physics: Conference Series, 747, 012048, 2016 (Scopus).

24. P.N. Degtyarenko, N.N. Balashov, S.S. Ivanov / Investigation of soldered low-resistance joints for coated conductors // Progress in superconductivity and cryogenics vol. 17, No. 1, pp. 23-27 (2015) (Scopus, Web of Science).

25. Shuvalov D.B., Barkalov K.E. Lymar A.V., Sychugov V.V., Degtyarenko P.N., Shavkin S.V., Kruglov V.S. / Investigation of electro-physical and physical-mechanical properties of HTS 2G tapes // Physics Procedia v. 71, pp. 417-422 (2015).

Дегтяренко Павел Николаевич

Транспортные и магнитные свойства композитных сверхпроводящих материалов с искусственными центрами пиннинга

Автореферат диссертации на соискание учёной степени доктора физико-математических наук

Подписано к печати ___ октября 202_ г.

Тираж ____ экз.