ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Xe C ЭНЕРГИЕЙ 167 МЭВ НА СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ СВОЙСТВА ВТСП-ЛЕНТ ВТОРОГО ПОКОЛЕНИЯ

П. Н. Дегтяренко ^{a,b*}, В. А. Скуратов ^{c**}, А. Л. Васильев ^{d,e}, А. В. Овчаров ^{d***},

А. М. Петржик^{b,f****}, В. К. Семина^c, С. Ю. Гаврилкин^{g†}, М. С. Новиков^{c‡},

А. Ю. Малявина^{h‡‡}, В. А. Амеличев^b, А. Ю. Цветков^g

^а Объединенный институт высоких температур Российской академии наук 125412, Москва, Россия

^b ООО «С-Инновации», 117246, Москва, Россия

^с Объединенный институт ядерных исследований, 141980, Дубна, Московская обл., Россия

^d Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» 123182, Москва, Россия

^е Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) 141701, Долгопрудный, Московская обл., Россия

^f Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук 125009, Москва, Россия

> ⁹ Физический институт им. П. Н. Лебедева Российской академии наук 119991, Москва, Россия

^h Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» 115409, Москва, Россия

> Поступила в редакцию 14 сентября 2023 г., после переработки 25 января 2024 г. Принята к публикации 26 января 2024 г.

Проведены систематические исследования ВТСП-лент второго поколения, облученных высокоэнергетичными ионами Хе с энергией 167 МэВ и флюенсами до $1 \cdot 10^{12}$ см⁻². Определено оптимальное значение флюенса (количества частиц, прошедших через 1 см² поверхности образца) для получения максимального критического тока при различных температурах и внешних магнитных полях. Увеличение внешнего магнитного поля приводит к смещению пика критического тока в сторону больших значений флюенсов во всем диапазоне температур. Приводятся результаты микроструктурных исследований методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии и рентгеновской дифракции. Показано, что в результате облучения образуются ионные треки диаметром порядка 5–8 нм, выступающие в роли эффективных центров пиннинга. Рентгеноструктурный анализ свидетельствует о снижении остроты текстуры под воздействием облучения.

DOI: 10.31857/S0044451024060099

**** E-mail: a.petrzhik@s-innovations.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

ВТСП-лента второго поколения представляет собой пленку высокотемпературного сверхпроводника толщиной, как правило, в единицы мкм [1]. Сверхпроводник ReBa₂Cu₃O_{7- δ}(где Re — редкоземельный элемент) наносится на покрытую буферными слоями гибкую металлическую подложку. Фор-

^{*} E-mail: degtyarenkopn@gmail.com

^{**} E-mail: skuratov@jinr.ru

^{***} E-mail: ovcharov.91@gmail.com

[†] E-mail: gavrs@sci.lebedev.ru

[‡] E-mail: msnovikov@jinr.ru

 $^{^{\}ddagger\ddagger}$ E-mail: ayu.malyavina@gmail.com

мирование текстуры буферного слоя, необходимой для ориентированного роста пленки ВТСП, осуществляется либо за счет использования текстурированной подложки (технология RABiTS – Rolling Assisted Biaxially Textured Substrate), либо по технологии IBAD (Ion Beam Assisted Deposition). Сверху слой ВТСП покрывается защитными и шунтирующими слоями. Подавляющее большинство современных применений ВТСП-лент предполагает их работу в сильных внешних магнитных полях, которые значительно снижают сверхпроводящие возможности лент [2]. Причиной ухудшения сверхпроводящих свойств ВТСП в присутствии магнитных полей является дрейф магнитных вихрей Абрикосова, для предотвращения которого требуется создание искусственных центров пиннинга (закрепления) таких вихрей [3]. С этой целью в сверхпроводник намеренно вводятся дефекты, локально подавляющие сверхпроводимость [4]. При попадании несверхпроводящей сердцевины вихря на такой дефект происходит закрепление этого вихря. Известны различные подходы к созданию искусственных центров пиннинга, предполагающие использование дефектов разного вида [5—8]. Одним из наиболее изученных путей является введение нановключений несверхпроводящих фаз со структурой перовскита в виде так называемых наноколонн BaZrO₃ [9] или BaSnO₃ [10]. В данной же работе рассматриваются особенности и перспективы применения радиационного пиннинга с акцентом на оптимизацию флюенса под различные внешние условия по температуре и магнитному полю. В качестве образцов использовались отрезки толщиной 4 мм промышленной ВТСПленты второго поколения производства компании С-Инновации [11] с защитным слоем из серебра. Методика облучения подробно описана в работах [12, 13], посвященных в том числе определению оптимальной энергии облучения на лентах производства компании Superpower.

2. ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы квадратной формы 3×3 мм² вырезались из промышленной ВТСП-ленты второго поколения шириной 4 мм. Лента производства компании С-Инновации состояла из гибкой подложки (хастеллой), буферных слоев, сверхпроводящего слоя $YBa_2Cu_3O_7$ толщиной порядка 2 мкм и верхнего защитного слоя из Ag толщиной порядка 0.5 мкм. Технология производства подробно изложена в [1, 11].

Образцы облучались ионами ¹³²Хе с энергией 167 МэВ. Величина флюенса варьировалась от $3 \cdot 10^{10}$ до $1 \cdot 10^{12}$ см⁻². Облучение потоком ионов Хе порядка $2 \cdot 10^8$ см⁻² · с⁻¹ проводилось при комнатной температуре на циклотроне ИЦ-100 в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Критические токи для исходного и облученных образцов определялись из гистерезисных кривых намагничивания. Кривые снимались при температурах от 4.2 до 77 К в полях до 8 Тл на вибрационном магнитометре установки PPMS при развертке поля 15 мТл/с. Для пересчета использовалась модель Бина [14]. Данные получены для геометрии магнитного поля перпендикулярного по отношению к плоскости образца. Температура сверхпроводящего перехода определялась из кривых динамической магнитной восприимчивости, полученных на той же установке.

Рентгеноструктурный анализ проводился с использованием дифрактометра Rigaku SmartLab с вращающимся медным анодом. Все измерения осуществлялись в геометрии параллельного пучка с Ge(220)х2 монохроматором (длина волны $\lambda Cu_{K\alpha 1} = 1.541 \text{Å}$). Фазовый анализ, анализ ориентации пленки вне плоскости подложки осуществляли при помощи 2Theta/Omega-сканирования. Отеда-сканирование (так называемые «кривые качания») измерялись для рефлексов (005) фазы YBa₂Cu₃O₇ в направлении прокатки (RD) и в поперечном направлении (TD). Анализ ширин кривых качания позволил оценить остроту текстуры ВТСП-пленки вне плоскости подложки. Определение остроты текстуры сверхпроводящей пленки в плоскости подложки осуществлялось при помощи Phi-сканирования для рефлекса (103) фазы $YBa_2Cu_3O_7$ (2Theta = 32.5°, угол наклона образца Chi=45.3°). Для каждого образца осуществлялась предварительная пространственная юстировка (выведение в максимальное отражающее положение по рефлексу (005) YBCO). Съемка и последующая обработка результатов (определение параметра FWHM для кривых качания и Phi-сканов) проводилась с использованием стандартных программных комплексов SmartLab Guidance и Integral Intensity Calculation.

Микроструктурные исследования проводились на просвечивающем/растровом электронном микроскопе Tecnai Osiris при ускоряющем напряжении 200 кВ. Поперечные и планарные срезы для проведения исследований были приготовлены с помощью сфокусированного ионного пучка Ga⁺ на растровом электронно-ионном микроскопе Helios Nanolab 600i.



Рис. 1. Зависимость нормированной критической температуры сверхпроводящего перехода образцов ВТСП-лент второго поколения от нормированного значения флюенса ионов Хе с энергией 167 МэВ. Точки — экспериментальные данные, пунктирная кривая — зависимость $T_c \approx T_{c_0}(1-k(\phi t)), k \approx 0.14 \cdot 10^{12}$, где T_{c_0} – критическая температура необлученного образца

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Зависимость нормированного значения критической температуры сверхпроводящего перехода, представленная на рис. 1, показывает монотонное уменьшение Т_с при увеличении флюенса. Отмечена зависимость критической температуры от дозы облучения $T_c \approx T_{c_0}(1-k(\phi t)), k \approx 0.14 \cdot 10^{12}),$ где T_{c_0} — критическая температура необлученного образца. Падение T_c начинается при флюенсе $8\cdot 10^{10} {\rm сm}^{-2}$ и при флюенсе $1 \cdot 10^{12}$ см⁻² снижается на 4 процента до 84.5 К (см. таблицу). Такое поведение связано с образованием ионных треков, которые являются причиной ухудшения остроты текстуры образцов. При этом создаваемые ионные треки являются эффективными центрами пиннинга вихревой структуры, что приводит к увеличению токонесущей способности образцов.

На рис. 2 *а* представлены экспериментальные зависимости нормированных (на необлученный образец, находящийся в условиях 77 K, 0 Tл) значений критического тока от нормированного флюенса ионов Xe при температурах 77, 65 и 20 K в поле 1 Tл. Характер зависимостей для представленных температур схожий, максимумы на кривых соответствуют оптимальному для данного поля флюенсу порядка $2 \cdot 10^{11}$ см⁻².

При T = 20 К (см. рис. 26) в поле 1 Тл пик критического тока находится в области флюенса



Рис. 2. Зависимости нормированного критического тока образцов ВТСП-ленты второго поколения от нормированного значения флюенса ионов Хе энергией 167 МэВ: *а* — в поле 1 Тл и при температурах 77, 65 К и 20 К; *б* — в полях 1, 3 и 8 Тл и температуре 20 К

 $3 \cdot 10^{11}$ см⁻², а при повышении поля заметно смещается и при 8 Тл соответствует флюенсу $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Наблюдаемое поведение критического тока связано с увеличением концентрации ионных треков, выступающих в роли эффективных центров пиннинга. Таким образом, облучение приводит к образованию большей плотности ионных треков длиной порядка глубины ВТСП-пленки (брэгговская длина пробега таких ионов составляет несколько мкм). При этом с увеличением флюенса растет число образовавшихся ионных треков, расстояние между которыми становится сопоставимым с 2λ (λ – глубина проникновения). Именно на таком расстоянии происходит максимальное увеличение силы коллективного пиннинга, т.е. пик-эффект по критическому току. Согласно работе [15], для необлученных образцов YBa₂Cu₃O₇ глубина проникновения при

Таблица. Параметры необлученного и облученных ионами Хе с различным флюенсом образцов. XRD RD и XRD
TD — полуширина кривой качания (005) YBCO вдоль и поперек ленты соответственно. Столбец XRD Phi co-
ответствует рефлексу (103) YBCO при Phi-сканировании. Жирным с подчеркиванием выделены максимальные
значения I_c для различных внешних условий

	I_c, \mathbf{A}	I_c, \mathbf{A}	I_c, A		XRD RD	XRD TD	XRD Phi
Флюенс,	(4 мм,	(4 мм,	(4 мм,	T_c ,	FWHM,	FWHM,	FWHM,
cm^{-2}	B=0,	B=2 Тл,	B = 8 Тл,	К	град.	град.	град.
	77 K),	50 K)	20 K)				
0	195	207	291	88	1.129	1.350	2.86
$3\cdot 10^{10}$	195	257	336	88	1.144	1.887	3.39
$8\cdot 10^{10}$	233	368	400	87.8	1.163	2.33	3.81
$1 \cdot 10^{11}$	$\underline{274}$	455	496	87.7	1.175	2.413	4.53
$2 \cdot 10^{11}$	270	735	734	87.4	1.227	5.346	5.03
$3 \cdot 10^{11}$	198.5	635	725	87	1.179	3.079	4.39
$5 \cdot 10^{11}$	171	644	<u>921</u>	86.5	1.192	4.359	5.29
$1 \cdot 10^{12}$	63	397	906	84.5	1.268	5.294	5.89



Рис. 3. Полученные с помощью просвечивающего растрового электронного микроскопа (ПРЭМ) светлопольные изображения поперечного среза ВТСП-ленты (*a*); на врезке — увеличенное изображение интерфейса подложка/буферные слои/ВТСП. Полученные с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) изображения поперечного (*b*) и планарного (*c*) срезов ВТСП-слоя. Белыми стрелками на изображениях указаны дефекты, образующиеся в ВТСПматрице после воздействия ионами Хе

T = 0 К составляет 150 нм. По нашим данным для образца, облученного ионами Хе с флюенсом

 $3 \cdot 10^{11} \text{см}^{-2}$, глубина проникновения составляет 30 нм. Оценка проводилась из соотношения для второ-



Рис. 4. *a* — Дифрактограммы, снятые в симметричном Theta/2Theta-режиме, для исходного (необлученного) и облученного ионами Хе с флюенсом 3 · 10¹¹ см⁻² образцов. «Norm. peak» — это рефлекс от подложки, по которому проводилась нормировка интенсивности. *б* — Приближенная область рисунка *a*, на которой детально видно существенное изменение интенсивности рефлексов (005) и (006)YBCO до и после облучения. *в* — Средние значения FWHM YBCO рефлекса (103) при Phi-сканировании в зависимости от величины флюенса. *г* — FWHM кривой качания (005)YBCO в параллельном (RD) и перпендикулярном (TD) ленте направлениях в зависимости от величины флюенса

го критического поля $(H_{c_2} = \Phi_0/(\pi \lambda^2))$, значение которого получено из экспериментальных данных путем построения зависимости температуры сверхпроводящего перехода от внешнего магнитного поля. В образце реализуется состояние упругого межвихревого взаимодействия, которое и способствует максимальному повышению токонесущей способности. Для наглядности в таблице представлены максимальные значения критического тока *I_c*, полученные для трех характерных внешних условий: при B = 0, T = 77 K флюенс $1 \cdot 10^{11} \text{см}^{-2}$ дает $I_c = 274 \text{ A},$ при B=2 Тл
, $\,T=50$ К оптимум смещается до флюенса $2 \cdot 10^{11}$ см⁻² (735 A), а при B = 8 Тл, T = 20 К — уже до $5 \cdot 10^{11}$ см⁻² (критический ток 921 А). Из таблицы видно, что при больших флюенсах критический ток Іс при 77 К в собственном поле и критическая температура Т_с начинают значимо снижаться из-за нарушения структуры сверхпроводника.

На рис. З представлены изображения микроструктуры образца, облученного ионами Хе с флюенсом $3 \cdot 10^{11}$ см⁻², с различным увеличением. На полноразмерном изображении среза образца (рис. 3 a) отчетливо проявляется высокая однородность пленки без каких-либо дефектов. На увеличенном ПЭМ-изображении поперечного среза пленки ВТСП можно заметить следы ионных треков, представляющие собой аморфные вертикальные наноколонны диаметром около 6 нм (рис. 3 δ). Для лучшей визуализации треков были получены ПЭМ-изображения планарного среза ВТСП-слоя, на которых отчетливо видны округлые аморфные области (рис. 3 ϵ). Стоит отметить, что наблюдается небольшой разброс диаметров треков и их частичное перекрытие.

На рис. 4 представлены дифрактограммы, снятые в симметричном режиме на дифрактометре Rigaku Smart Lab. На рис. 4 а видно, что положения пиков исходного и облученных образцов (для примера показана дифрактограмма для образца, облученного ионами Xe с флюенсом $3\cdot 10^{11} {\rm cm}^{-2})$ практически не различимы, а значит параметр кристаллической решетки с под облучением не изменяется. Однако существенно увеличиваются ширины пиков, что говорит о снижении остроты текстуры, см. приближенную область на рис. 4 б. Сравнение ширин дифракционных пиков и их амплитуд является корректным с учетом одинаковой толщины образцов и проводимой нормировки по амплитуде рефлекса от подложки (хастеллой). Ухудшение остроты текстуры с увеличением флюенса подтверждается и Phiсканом (103) YBCO (см. рис. 4 є). Обращает на себя внимание различный характер увеличения ширин пиков кривых качания (005) YBCO в параллельном (RD) и перпендикулярном (TD) ленте направлениях в зависимости от величины флюенса: у необлученного образца кривые качания в двух перпендикулярных направлениях (RD и TD) имеют примерно одинаковую ширину, а у облученных образцов наблюдается однозначное уширение в направлении TD. Такое поведение подтверждает, что в образце реализуется аморфная структура регулярных треков с небольшим наклоном относительно кристаллографической плоскости *ab*.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, проведены систематические исследования электрофизических параметров и микроструктуры образцов до и после облучения ионами Хе с определенной ранее [12] энергией 167 МэВ и флюенсами до 1 · 10¹² см⁻². Установлены оптимальные значения флюенса, при которых наблюдаются пиковые значения критического тока для различных внешних условий. Обнаружено, что с увеличением флюенса пик критического тока смещается в область более сильных магнитных полей. По результатам микроструктурных исследований выявлено, что в результате облучения образуются ионные треки диаметром порядка 6 нм. Образующиеся треки являются эффективными центрами пиннинга, что подтверждается анализом гистерезисных кривых намагничивания облученных образцов и результатами исследования их морфологии. Наблюдается снижение остроты текстуры при увеличении флюенса. Полученные результаты планируется использовать для расчета необходимых скоростей промотки ленты непосредственно через пучок ионов, что позволит создать технологию получения ВТСП-лент второго поколения с повышенной за счет проводимого радиационного пиннинга токонесущей способностью.

Финансирование. Работы осуществлены при поддержке коллаборации Ariadna MSTE по программе прикладных материаловедческих исследований. Проведение рентгенофазового анализа проводилось А.М.П. при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 23-49-10006). Магнитные измерения выполнены в ЦКП ФИАН им. П. Н. Лебедева РАН. Исследования микроструктуры и анализ полученных результатов выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования (Государственное задание ОИВТ РАН № 075-01129-23-00).

ЛИТЕРАТУРА

- A. Markelov, A. Valikov, V. Chepikov, A. Petrzhik, B. Massalimov, P. Degtyarenko, R. Uzkih, A. Soldatenko, A. Molodyk, K. Sim, and S. Hwang, Prog. Supercond. Cryog. 21, 29 (2019).
- A. Malozemoff, Annu. Rev. Mater. Res. 42, 373 (2012).
- 3. A. Abrikosov, J. Phys. Chem. Solids 2, 199 (1957).
- 4. G. Blatter, M. Feigel'man, V. Geshkenbein, A. Larkin, and V. Vinokur, Rev. Mod. Phys. 66, 1125 (1994).
- V. Selvamanickam, G. Carota, M. Funk, N. Vo, and P. Haldar, IEEE Trans. Appl. Supercond. 11, 3379 (2001).
- A. Catana, R. Broom, J. Bednorz, J. Mannhart, and D. Schlom, Appl. Phys. Lett. 60 1016 (1992).
- J. MacManus-Driscoll, S. Foltyn, Q. Jia, H. Wang, A. Serquis, B. Maiorov, L. Civale, Y. Lin, M. Hawley, M. Maley, and D. Peterson, Appl. Phys. Lett. 84, 5329 (2004).
- N. Strickland, S. Wimbush, J. Kennedy, M. Ridgway, E. Talantsev, and N. Long, IEEE Trans. Appl. Supercond. 25, 1 (2015).
- A. Erb, E. Walker, and R. Flükiger, Physica C Supercond. 258, 9 (1996).
- C. Varanasi, P. Barnes, J. Burke, L. Brunke, I. Maartense, T. Haugan, E. Stinzianni, K. Dunn, and P. Haldar, Supercond. Sci. Technol. 19, 37 (2006).
- 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. Pantoja, S. Wimbush, N. Strickland, and A. Vasiliev, Sci Rep. 11, 2084 (2021).
- E. Suvorova, P. Degtyarenko, I. Karateev, A. Ovcharov, A. Vasiliev, V. Skuratov, and P. Buffat, J. Appl. Phys. **126**, 145106 (2019).
- E. Suvorova, P. Degtyarenko, A. Ovcharov, and A. Vasiliev, J. Surf. Investig. 16, 112 (2022).
- 14. C. Bean, Phys. Rev. Lett. 8, 250 (1962).
- D. Larbalestier, A. Gurevich, D. Feldmann, and A. Polyanskii, Nature 414, 368 (2001).