

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Физический институт им. П.Н.Лебедева
Российской академии наук

На правах рукописи

Демихов Тимофей Евгеньевич

ВЛИЯНИЕ РАДИАЦИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ И МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА
КРИТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ КОМПОЗИТНЫХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ
ЛЕНТ НА ОСНОВЕ ВТСП

Специальность 01.04.07. – «Физика конденсированного состояния»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических
наук

Научный руководитель:

Член-корреспондент РАН, д.ф.м.н. Сибельдин Николай Николаевич

Научный консультант:

Профессор, д.ф.-м.н. Михайлова Галина Николаевна

Москва 2016

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. Литературный обзор	15
§ 1.1. Сверхпроводящие материалы.....	15
§ 1.2. Влияние ионизирующих излучений на высокотемпературные сверхпроводники.....	21
§ 1.3. Пиннинг магнитных вихрей и сила пиннинга	32
§ 1.4. Криорефрижераторы замкнутого цикла и их особенности.....	36
§ 1.5. Безжидкостные системы охлаждения сверхпроводящих соленоидов для получения сильных магнитных полей.....	44
§ 1.6. Конструктивные особенности криостатов с криорефрижераторами.....	47
§ 1.7.Использование ВТСП лент в конструкциях сверхпроводящих соленоидов.....	51
ГЛАВА 2. Архитектура и свойства исследованных композитных лент;	60
экспериментальные методы.....	60
§ 2.1. Общие сведения о композитных ВТСП проводниках 2-го поколения на основе REBCO(123).....	60
§ 2.2. Экспериментальные методы.....	65
§ 2.3. Влияние термоциклирования и изгиба на критический ток ленты на основе GdBaCuO.	71
ГЛАВА 3. Радиационные дефекты в композитных ВТСП лентах 2-го поколения.....	76
§ 3.1. Радиационная стойкость и генерация центров пиннинга в многослойных ВТСП под действием ионизирующих излучений	77
§ 3.2. Формирование треков тяжелых ионов в композитных ВТСП. Расчеты в рамках модели термического пика	83
§ 3.3. Результаты электронно-микроскопического исследования радиационных дефектов в сверхпроводнике	88
§ 3.4. Релаксация внутренних напряжений и улучшение адгезии в слоистых ВТСП структурах под действием ионного облучения	96

ГЛАВА 4. Влияние протонного облучения на критические параметры лент ВТСП на основе YBCO и GdBCO.....	100
§ 4.1 Влияние протонного облучения на критический ток композитных лент ВТСП на основе YBaCuO и GdBaCuO	101
§ 4.2. Обсуждение результатов.....	108
ГЛАВА 5. Влияние магнитного поля на критические токи композитных ВТСП-лент на основе GdBCO и YBCO.....	111
§ 5.1. Безжидкостная криомагнитная система	112
Рис. 5.2. Внешний вид криомагнитной системы в сборе.....	115
§ 5.2. Влияние магнитного поля на критические токи ВТСП-лент на основе GdBCO и YBCO	115
§ 5.3. Температурная и магнитолевая зависимости критического тока. ...	119
Сквид магнитометрия[107].	119
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	123
ПРИЛОЖЕНИЕ. Безжидкостная криомагнитная система со сверхпроводящим соленоидом на 8 Тл.....	126
§ П.1. Основные механизмы теплопереноса в криостатах.....	127
§ П.2. Тепловой расчет криостата с криокулером для сверхпроводящего магнита.....	130
§ П.3. Методика расчета поля соленоида	132
§ П.4. Сверхпроводящий соленоид на 8 Тл.....	136
§ П.5. Сборка и испытания криомагнитной системы со сверхпроводящим магнитом на 8 Тл.....	140
ЛИТЕРАТУРА	148

ПЕРЕЧЕНЬ ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

ВТСП – высокотемпературный сверхпроводник

СП – сверхпроводник

Пульсационные трубы (Pulse tube) – одна из модификаций цикла Гиффорда-МакМагона (GM Pulse Tube)

YBCO – сверхпроводящее соединение $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

BSCCO – $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (Bi2223) или $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ (Bi2212)

ReBCO - $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (где RE – редкоземельные элементы (rare earth elements) - Y, Sm, Gd, Dy, Eu и др.)

2G – Second Generation – 2-ое поколение (относится к ВТСП проводникам 2-го поколения)

IBAD – Ion Beam Assisted Deposition (ионно-лучевое осаждение)

ISD – Inclined Substrate Deposition (осаждение на наклонную подложку)

MOCVD – Metal Organic Chemical Vapor Deposition (химическое осаждение из паров металлоорганических соединений)

MOD – Metal Organic Deposition (осаждение из металлоорганических соединений реакцией в жидкой фазе)

RABITS – Rolling Assisted Biaxial Textured Substrate (биаксиальное текстурирование подложки специальной прокаткой)

MPT- магнито-резонансная томография

J_c - плотность критического тока

I_c – критический ток сверхпроводника

T_c – температура сверхпроводящего перехода

B_c – критическое магнитное поле

J_e – инженерная плотность тока. Отношение тока к полному сечению сверхпроводящего провода, включая несверхпроводящие элементы, например, подложку.

J_c^s означает критток, измененный Сквид магнетометром

СТЭМ – сканирующая туннельная электронная микроскопия.

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность

В настоящее время одним из важных направлений научно-технического прогресса является создание различных устройств на основе сверхпроводимости. Это особенно актуально для нашей страны с её огромными территориями, где неизбежно теряются гигантские объемы энергии при её передаче.

Хотя явление сверхпроводимости было открыто Х. Камерлинг Оннесом в 1911 г.[1], бурное развитие этой области физики пришлось на вторую половину XX столетия, когда были получены основополагающие результаты по теории сверхпроводимости и был открыт ряд сплавов и соединений, сохраняющих сверхпроводящее состояние в сильных магнитных полях (~ 10 Тл) при высоких значениях тока, протекающего по сверхпроводнику. Это так называемые сверхпроводники 2 рода с критической температурой 10-20К. На основе этих материалов до сих пор создаются и работают мощные магнитные системы в установках физики высоких энергий, медицинских томографах и другом оборудовании при охлаждении жидким гелием.

Однако продолжались поиски сверхпроводников с более высокой критической температурой. В 1977 г. была опубликована монография [2], в которой рассматривались возможные пути радикального повышения критической температуры сверхпроводников и обсуждались физические свойства тех систем, с которыми связаны надежды на значительное повышение критической температуры. За открытие в 1986 г. соединения La-Ba-Cu-O [3] из класса высокотемпературных сверхпроводящих купратов была присуждена Нобелевская премия. А в 1987 г. в Хьюстонском Университете, США, было открыто первое сверхпроводящее соединение с критической температурой выше точки кипения азота - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO-123) [4], впоследствии было показано, что иттрий можно заменить другими редкоземельными элементами

(Nd, Eu, Gd, Ho), и при этом свойства сверхпроводника практически не изменяются.

Сверхпроводимость в сложных оксидах меди была открыта уже более 25 лет назад, однако потребовалось длительное время для разработки сложнейших технологий, обеспечивших получение композитных лент-проводов, которые по своей надежности можно было бы сравнивать с металлическими проводниками тока, например из меди. Венцом усилий ученых и инженеров всего мира было создание гибких длинномерных многослойных ВТСП проводов 2-поколения, которые имеют плотность критического тока выше 1 MA/cm^2 при 77K в собственном магнитном поле. Поскольку по своей природе указанные материалы имеют сильную анизотропию токонесущих свойств, быстрое уменьшение плотности криттока в магнитных полях, в частности, в случае приложения поля вдоль оси *c*, ставит ограничения для применения таких проводов в моторах, трансформаторах, генераторах, соленоидах и магнито-резонансных томографах (МРТ). Улучшение свойств уже сформированных проводов второго поколения (2G) является одним из приоритетных направлений в развитии технологий их приготовления и использования.

Данная работа посвящена исследованию влияния радиационных дефектов на свойства сверхпроводников. Сверхпроводники очень чувствительны к наличию структурных дефектов, которые могут являться центрами пиннинга абрикосовских вихрей и определять токонесущие свойства сверхпроводника в магнитных полях. Методом, позволяющим направленно изменять дефектную структуру материала, является облучение сверхпроводника ионизирующими частицами различной природы. Поэтому одной из актуальных задач физики сверхпроводимости является изучение радиационных эффектов. Это принципиально важно и для радиационного материаловедения: в плане модификации сверхпроводящих свойств для практических применений и прогнозирования поведения материала в экстремальных условиях, поскольку сверхпроводники широко применяются в установках физики высоких энергий.

В последние два десятилетия проводились многочисленные исследования свойств ВТСП лабораторных пленочных образцов различного структурного совершенства в условиях облучения высокоэнергетическими частицами различной природы (см., например, [5],[6],[7],[8]). Однако композитные ВТСП на основе купратов – это многослойные или многожильные структурированные материалы, которые существенно меньше изучались с точки зрения радиационной стабильности и накопления радиационных дефектов при облучении.

В работе [9] были определены критические параметры и силы пиннинга в монокристаллах $(Y_xTm_{1-x})Ba_2Cu_3O_7$ под влиянием облучения ионами Kr с дозами до 6×10^{11} ион/см². Магнитные измерения в импульсных полях до 50 Тл в диапазоне температур 4.2–90 К выявили, что в полях до 20 Тл значительно увеличивается критический ток и что в диапазоне температур от $T = 40$ до 90 К существенно увеличивается критическое поле.

К началу работы над диссертацией коллегами уже были получены результаты воздействия ионов $^{132}Xe^{27+}$ (167 МэВ), $^{84}Kr^{17+}$ (107 МэВ), $^{40}Ar^{8+}$ (48 МэВ) на ВТСП 2G ленты YBCO [10]. Была определена критическая доза облучения ионами $^{132}Xe^{27+}$, при которой происходит необратимое разрушение сверхпроводящего состояния. Для ионов $^{40}Ar^{8+}$ был определен диапазон флюенсов, в котором происходит увеличение критического тока (до 18%), а также найдены значения флюенсов для ионов $^{84}Kr^{17+}$, при которых начинается снижение критической температуры. В данной диссертационной работе эти исследования были продолжены с применением новых подходов и методов, дополнены, уточнены и детально проанализированы. Были получены данные о размерах радиационных дефектов. Кроме этого, были использованы протоны в качестве ионизационного излучения, а также проведены эксперименты с новой ВТСП лентой на основе GdBCO(123). Широкое применение сверхпроводящих материалов потребовало от криогенной техники разработки методов и средств для более удобного и дешевого проведения экспериментов и создания низких температур для охлаждения сверхпроводников без использования жидкого

азота и гелия. Разработки в этом направлении привели к созданию криогенных рефрижераторов, работающих по циклу Гиффорда-МакМагона. Необходимость в таких криорефрижераторах продиктована также и постепенно снижающимися запасами газообразного гелия [11].

Попытки создать сверхпроводящий соленоид на конвекционном охлаждении с помощью криорефрижераторов в начале 80-х годов не увенчались успехом – теплопритоки от медных тоководов не позволяли охладить магнит до рабочей температуры. С появлением ВТСП лент стало возможным создать гибридные тоководы и тем самым снизить теплопритоки в криостат с магнитом в 5-10 раз. В начале 90-х годов в Японии был создан гибридный сверхпроводящий магнит из NbTi/Nb₃Sn на 10 Тл, охлаждаемый криорефрижератором. Отверстие с комнатной температурой имело диаметр 100 мм, а в качестве тоководов были использованы ВТСП ленты из Bi (2212) [12]. Поэтому в диссертации была поставлена задача создать криомагнитную систему с криорефрижератором для изучения влияния ионизирующего излучения на критические токи в сильных магнитных полях в ВТСП лентах второго поколения, тем более, что в нашей стране таких установок еще не было.

ЦЕЛИ и ЗАДАЧИ РАБОТЫ

Основной целью данной работы являлось исследование влияния радиационного облучения и магнитного поля на критические параметры (температура сверхпроводящего перехода, плотность критического тока) многослойных композитов на основе ВТСП составов YBCO(123), GdBCO(123), а также разработка и реализация безжидкостной криомагнитной системы с индукцией магнитного поля до 8 Тл для выполнения этих исследований.

Для достижения поставленной цели в работе решены следующие задачи:

1. Рассчитана, спроектирована, изготовлена, испытана и введена в эксплуатацию криомагнитная система с паспортной индукцией

магнитного поля до 8 Тл. В ходе испытаний достигнута величина индукции магнитного поля 9 Тл.

2. Изучена радиационная стойкость образцов композитных ВТСП лент на основе YBCO(123) к облучению ионами криптона.
3. С использованием модели термического пика (МТП) рассчитаны временная (после попадания единичного иона) зависимость температуры решетки слоя ВТСП в центре трека и радиальный профиль температуры при облучении ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (167 МэВ), $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ) и $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ). Рассчитаны диаметры треков ионов в композитной ленте ВТСП.
4. Методами рентгеноструктурного анализа, растровой и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения изучены микроструктура и радиационные дефекты в облученных ионами криптона образцах.
5. Исследовано влияние облучения ионами на внутренние напряжения в сверхпроводниковом слое многослойных ВТСП лент.
6. Изучено влияние облучения протонами с энергией 2,5 МэВ на ВТСП ленты 2-го поколения на основе YBCO(123) и GdBCO(123).
7. Исследовано влияние температуры и магнитного поля на критический ток ВТСП лент на основе YBCO(123) и GdBCO(123).

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве объектов исследования были выбраны коммерческие ВТСП ленты 2-го поколения на основе YBCO(123) (SuperPower. Inc.) и GdBCO(123) (SuperOx) шириной 4 и 12 мм. Облучение тяжелыми ионами Xe, Kr и Ar проводилось в Лаборатории ядерных реакций имени Г.Н. Флерова в ОИЯИ, облучение протонами – на ускорителях Ван-де-Граафа в Лаборатории им. И.М.Франка в ОИЯИ и в НИИЯФ МГУ. Изменение кристаллической структуры сверхпроводника в результате ионного облучения изучалось с помощью рентгеновской дифрактометрии. Для исследования микроструктуры и

радиационных дефектов использовались растровый электронный микроскоп с рентгеновским микроанализатором и просвечивающий электронный микроскоп высокого разрешения.

Критическая температура образцов ВТСП композитных лент определялась из зависимости сопротивления от температуры $R(T)$ в диапазоне 300-4,2 К. Для измерения критического тока использовались резистивные методы: четырех зондовый метод измерения вольт-амперных характеристик на постоянном токе и импульсный на переменном токе [10],[13],[14] с частотой 50 Гц. Зависимость критического тока от температуры и магнитного поля в GdBCO образцах изучалась с помощью сквид-магнетометра [15]. Критические токи во внешнем магнитном поле измерялись как в продольной ($I_c \parallel H$), так и в поперечной геометрии ($I_c \perp H$). Магнитное поле до 8 Тл создавалось безжидкостной магнитной системой с соленоидом на основе сплава NbTi, криокулером и теплым полем [17], разработанной специально для этих исследований.

НАУЧНАЯ НОВИЗНА

- Создана компактная мобильная безжидкостная криомагнитная система на 8 Тл с «теплой» экспериментальной камерой диаметром 50 мм, в которой также предусмотрена возможность заполнения рабочего объема жидким азотом. Получен патент на полезную модель.
- Для ВТСП лент YBCO(123) определено критическое значение дозы облучения ионами криптона (10^{13} ион/см²), при которой происходит разрушение сверхпроводимости.
- С помощью модели термического пика, модифицированной для описания взаимодействия быстрых ионов с многослойной структурой ВТСП ленты, оценены размеры радиационных дефектов, которые могут играть роль новых центров пиннинга абрикосовских вихрей.
- С помощью электронной микроскопии высокого разрешения обнаружены радиационные дефекты, размеры которых (~ 5 нм) по порядку величины согласуются с расчетными данными.

- Впервые показано, что при определенных флюенсах (10^{10} - 10^{11} ион/см²) при облучении ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ) и $^{86}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ) происходит релаксация внутренних напряжений в сверхпроводниковом слое многослойных ВТСП лент, увеличивается критическая плотность тока и улучшается адгезия к подложке. Получен патент на метод обработки сверхпроводника.
- Впервые получены данные о влиянии облучения протонами на критические характеристики композитных ВТСП лент; установлено, что при облучении протонами с энергией 2,5 МэВ критический ток падает более, чем на порядок при дозах $\Phi=2 \times 10^{16}$ р/см² для YBCO(123) и 6×10^{16} р/см² для GdBCO(123), в то время как критическая температура уменьшается незначительно.
- Установлены зависимости критического тока от индукции магнитного поля в ВТСП лентах на основе GdBCO(123) в широком диапазоне температур и магнитных полей.
- Получены данные об анизотропии критического тока композитной ВТСП ленты GdBCO(123) во внешнем магнитном поле.

ПОЛОЖЕНИЯ, ВЫНОСИМЫЕ НА ЗАЩИТУ

1. Результаты расчетов диаметров треков ионов с помощью модели термического пика: радиусы треков ионов аргона с энергией 48 МэВ, криптона (107 МэВ) и ксенона (167 МэВ) составляют 5 нм, 6,2 нм и 6,8 нм, соответственно.
2. Размеры радиационных дефектов от облучения ионами криптона, измеренные с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, сравнимы с размерами абрикосовских вихрей и составляют ≈ 5 нм, что хорошо согласуется с результатом расчета.
3. При облучении сверхпроводящей композитной ленты на основе ВТСП ионами криптона при флюенсах 10^{10} - 10^{11} ион/см² происходит релаксация внутренних напряжений и улучшение адгезии ВТСП слоя к подложке.
4. Результаты исследования влияния облучения протонами с энергией 2,5 МэВ в диапазоне флюенсов 10^{14} - 10^{17} р/см² на критическую температуру и

критический ток ВТСП лент на основе GdBCO(123). Критический ток падает больше, чем на порядок при $\Phi=2 \times 10^{16}$ р/см² для YBCO(123) и 6×10^{16} р/см² для GdBCO(123).

5. Результаты исследования влияния магнитного поля с индукцией до 8 Тл на критические параметры ВТСП лент на основе GdBCO(123). Критический ток снижается более чем на порядок при $B = 2.5$ Тл в перпендикулярном направлении тока магнитном поле и при $B = 8$ Тл в параллельном поле.
6. Технические характеристики и устройство безжидкостной криомагнитной системы на 8 Тл для изучения свойств материалов в сильных магнитных полях.

АВТОРСКИЙ ВКЛАД

Автор лично спроектировал криомагнитную систему на 9 Тл, участвовал в намотке соленоида, сборке и испытаниях системы, а также осуществил ввод в эксплуатацию системы в ИОФ РАН в Лаборатории лазерной физики полупроводников. Автор лично принимал участие в экспериментальных исследованиях, проведенных в ИОФ РАН с 2011 г. по 2015 г., связанных с изучением радиационной стойкости ВТСП лент, в том числе в подготовке образцов, измерениях критических токов без поля и в магнитных полях, в интерпретации полученных результатов, в подготовке публикаций. Лично выступал на 7 конференциях.

ДОСТОВЕРНОСТЬ И ОБОСНОВАННОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ

Достоверность и обоснованность результатов определяется использованием различных дополняющих друг друга экспериментальных методов, многократными измерениями на большом наборе образцов, хорошей воспроизводимостью результатов измерений, а также удовлетворительным согласием результатов теоретических вычислений с экспериментальными данными. Результаты также согласуются с экспериментальными данными, известными из литературы.

Практические результаты

Результаты воздействия ионизирующего излучения (ионов, протонов) на ВТСП ленточные проводники могут быть использованы на предприятиях Росатома и Роскосмоса для прогнозирования влияния радиационных дефектов на рабочие характеристики проектируемых сверхпроводящих систем для физики высоких энергий и изучения космического пространства (в ускорителях, установках термоядерного синтеза, плазменных двигателях и др.)

Результаты показывают, что при определенных условиях облучения сверхпроводящие свойства композитных ВТСП лент могут быть заметно улучшены. Эти данные могут быть использованы при разработке современных сверхпроводящих материалов и изделий на основе пленочных технологий.

Разработанная безжидкостная криомагнитная система может быть тиражирована и использована для исследования свойств различных материалов в сильных магнитных полях в широкой области температур без использования жидкого гелия, что существенно снижает стоимость экспериментов и делает их безопасными.

Результаты, полученные в ходе реализации безжидкостной криосистемы, использованы при создании векторной, т.е. с управляемой ориентацией магнитного поля, криомагнитной системы с максимальной индукцией по осям координат 2/5 Тл.

АППРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты проведенных в ходе выполнения данной диссертационной работы исследований докладывались и обсуждались на следующих конференциях и симпозиумах:

22nd International Conference on Magnet Technology (MT-22), Марсель, Франция, 12-16 сентября 2011; IV Международная конференция «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости -2011», 3-7 Октября 2011 года, Москва; I Национальная конференция по прикладной сверхпроводимости, НКПС-2011, 6-8 декабря 2011, Москва; ICSM-2012 (International Conference on

Superconductivity and Materials), 29 апреля - 4 мая 2012, Стамбул; 34-е международное совещание по физике низких температур, Петербург. 2-6 июля 2012; 7th Mechanical and Electromagnetic Effects in Superconductors (MEM13) Workshop (Экс-ан-Прованс, Франция), 12 -14 марта 2013; 21-я Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью», ВИП 2013, Ярославль, август 2013; EUCAS conference, 15-19 сентября 2013, Генуя, Италия; 2-я Национальная конференция по прикладной сверхпроводимости, НКПС-2013, Курчатовский институт, 26-28 ноября 2013, Москва; XXXI семинар МНТЦ, ноябрь 2013, Южная Корея, Ульсан; ZIENL4 (Будущее и инновации в энергетике с помощью ВТСП), 10-11 марта 2014, Бонн, Германия; 1st International Symposium on Energy Challenges & Mechanics, Абердин, Великобритания, 8-10 июля 2014; E-MRS-2014, Spring Meeting, Lille, France, 25-30 of May, 2014; Международная Тулиновская конференция по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (ФВЗЧК-2015), 26 мая - 28 мая 2015 г., МГУ, Москва; Международный семинар МНТ-ХIII «Структурные основы модифицирования материалов» 30 июня – 2 июля 2015 г. Обнинский институт атомной энергетики Национального Исследовательского Ядерного Университета (ИАТЭ НИЯУ МИФИ); ХIII Российско-Китайский симпозиум по новым материалам и технологиям. Казань 21-26 сентября 2015 г.; MT-24 International Conference on Magnet Technology, Seoul, Korea, October 18-23 2015.

ПУБЛИКАЦИИ

По материалам диссертации опубликовано 7 статей в реферируемых журналах из списка ВАК, в том числе 4 статьи в иностранных журналах. Результаты работы доложены на 17 конференциях.

Получен Патент на полезную модель 10 августа 2013 г. и Патент на изобретение 20 марта 2013.

Список работ приведен в конце диссертации после списка использованной литературы.

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и приложения. В первой главе дан литературный обзор по теме диссертации. Здесь описаны

некоторые свойства сверхпроводников, рассмотрено влияние ионизирующих излучений на высокотемпературные сверхпроводники, изложены методы охлаждения сверхпроводящих магнитов; при этом основное внимание уделено безжидкостным методам охлаждения.

Вторая глава диссертации посвящена описанию архитектуры исследованных образцов ВТСП лент второго поколения и методов экспериментального исследования. Здесь же приведены результаты рентгеноструктурных исследований образцов ВТСП-лент, а также изучения влияния термоциклирования и изгиба лент на их токонесущие свойства.

В третьей главе изложены результаты экспериментального исследования радиационных дефектов, возникающих в ВТСП-лентах при облучении высокоэнергичными тяжелыми ионами. Описаны расчеты треков тяжелых ионов в модели термического пика.

В четвертой главе описаны исследования влияния протонного облучения на критические параметры композитных ВТСП лент 2-го поколения.

В пятой главе содержится краткое описание конструкции безжидкостной криомагнитной системы на 8 Тл. Приведены результаты исследования влияния магнитного поля на критические токи ВТСП-лент. Тепловые расчеты криомагнитной системы, описание ее основных узлов, особенностей испытаний и других деталей вынесены в Приложение.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы работы.

ГЛАВА 1. Литературный обзор

§ 1.1. Сверхпроводящие материалы

После открытия сверхпроводимости в 1911 г. Хайне Каммерлинг Оннесом [1] достаточно длительный период, а именно вплоть до 1950-х годов, проводились исследования сверхпроводимости множества соединений и

чистых элементов, но не было найдено материалов, представлявших большую практическую ценность.

Сверхпроводники по своим свойствам и поведению в магнитном поле делятся на проводники первого и второго рода.

Внешнее магнитное поле не проникает внутрь сверхпроводника 1-го рода. Но если напряженность внешнего магнитного поля достигнет величины критической напряженности H_c , то сверхпроводник скачком переходит в нормальное состояние, и поле проникает в его объем. В противоположность к этому, в сверхпроводник 2-го рода магнитное поле начинает проникать постепенно, как только напряженность его станет больше напряженности нижнего критического поля (H_{c1}). При этом поле в сверхпроводник проникает в виде квантовых вихревых нитей (абрикосовских вихрей), каждая из которых несет один квант магнитного потока. При увеличении напряженности внешнего магнитного поля плотность вихрей возрастает, среднее значение напряженности поля в сверхпроводнике увеличивается, и сверхпроводник постепенно переходит в нормальное состояние, когда напряженность поля внутри сверхпроводника сравнивается с напряженностью внешнего поля. Величина напряженности магнитного поля, при которой объем сверхпроводника второго рода полностью переходит в нормальное состояние, называется напряженностью верхнего критического поля (H_{c2}). На постоянном токе объем сверхпроводника 2-го рода сохраняет нулевое сопротивление при увеличении магнитного поля вплоть до напряженности, отвечающей верхнему критическому полю.

Сверхпроводниками первого рода обычно являются чистые металлы, не являющиеся хорошими проводниками электрического тока при комнатной температуре, такие как ртуть, свинец, титан, цинк. Сверхпроводниками второго рода являются сплавы металлов, при этом совершенно необязательно, что составляющие сплава являются сверхпроводниками первого рода в чистом виде. В таблице 1.1 приведены значения критической температуры для различных сверхпроводников 1-го и 2-го рода.

Таблица 1.1. Критические температуры некоторых низкотемпературных
сверхпроводников

Сверхпроводники 1-го рода	T_c , °K	Сверхпроводники 2-го рода	T_c , ° K
Ti	0,37	CuS	1,6
Zn	0,79	PbTl	3,8
Al	1,14	ZrN	9,8
Tl	2,38	MoNe	8-12
Sn (белое)	3,73	NbTi	9,3
Hg	4,15	NbZr	10,5
La	4,71	V ₃ Ga	14,5- 16,5
V	5,1	V ₃ Si	16,9- 17,1
Pb	7,22	Nb ₃ Sn	18,1- 18,5
Tc	8, 22	Nb ₃ Ge	22,5

Только в 1960 г. под руководством Дж. Кюнцлера был открыт сверхпроводник Nb₃Sn, провод из которого мог пропускать до 100 кА/см², находясь в магнитном поле 8,8 Тл при температуре 4,2 К [18]. Всего два года спустя Т.Г. Берлинкурта и Р.Р. Хаке с соавторами продемонстрировали исключительные свойства NbTi с точки зрения допустимых критических полей и высокой токонесущей способности. В таблице 1.2 приведены критические параметры низкотемпературных сверхпроводников (НТСП), использующихся для создания проводов.

Таблица 1.2. Критические параметры некоторых низкотемпературных
сверхпроводников

Соединение	T_c , К	j_c , А/см ² (В, Тл), при 4,2 К	B_c , Тл (Т, К)
NbTi	9,5-10,5	$(3-8) \cdot 10^4$ (5)	12,5-16,5 (1,2) 12 (4,2)
Nb ₃ Sn	18,1-18,5	$(1-8) \cdot 10^5$ (0)	24,5-28 (0)
NbN	14,5-17,8	$(2-5) \cdot 10^7$ (18)	25 (1,2) 8-13 (4,2)

Проводники на основе этих материалов и по сей день активно используются для создания сильных магнитных полей в лабораториях, а также в ускорителях, магнито-резонансных томографах, в электроэнергетике, в сверхчувствительных детекторах. Например, в лаборатории КИТ (Технологический институт Карлсруэ) уже 30 лет производятся магниты для ЯМР, а одним из последних достижений можно назвать магнит HOMER II (рис. 1.1) с индукцией магнитного поля 20 Тл и отверстием с комнатной температурой диаметром 185 мм, состоящий из вложенных секций NbTi и Nb₃Sn [19].

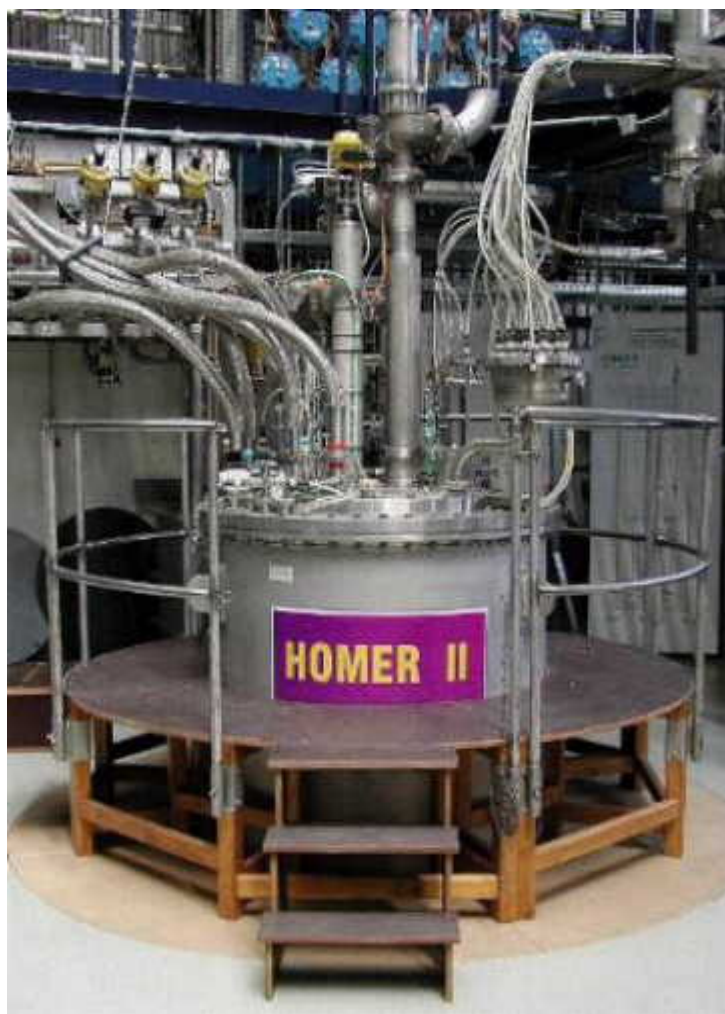


Рис. 1.1 Магнит HOMER II в лаборатории КИТ [19].

Наравне с тенденцией к исследованиям материалов с высокой токонесущей способностью, постоянно проводились исследования и поиск материалов с более высокими критическими температурами, чем у известных сверхпроводников. В результате были открыты материалы с высокими температурами перехода в сверхпроводящее состояние и возник новый класс сверхпроводников, называемых высокотемпературными сверхпроводниками (ВТСП). В литературе существуют определенные расхождения по поводу того, какие соединения следует относить к ВТСП. Некоторые авторы относят переход в область ВТСП к материалам с критической температурой выше 30 К, что является верхним пределом, допускаемым теорией БКШ, в то время как экспериментаторы называют ВТСП материалы с температурой перехода выше точки кипения азота

В 1986 г. Карл Мюллер и Георг Беднорц открыли соединение из класса высокотемпературных сверхпроводящих купратов $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$, за что в 1987 г. им была присуждена Нобелевская премия. В том же 1987 г. Полом Чу и его студентами из Хьюстонского Университета было открыто соединение $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO-123), которое стало первым сверхпроводником, имеющим критическую температуру выше точки кипения азота [4]. В настоящее время самой высокой критической температурой обладает ртутьсодержащее керамическое соединение $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+d}$ [20]. Температура перехода в нормальное состояние этого вещества равна 135 К, а при внешнем давлении 350 тысяч атмосфер эта температура возрастает до 164 К, что всего лишь на 19 К ниже, чем минимальная зарегистрированная в природных условиях температура на Земле. Таким образом, сверхпроводники за период почти в 90 лет прошли путь от чистой ртути (4.15 К) до ртуть-содержащей керамики (164 К).

В настоящее время взоры специалистов в области сверхпроводимости обращены на пленки из графитной пыли, обработанной водой [21], также большой интерес представляют пниктиды и селениды [22]. Теоретические работы предсказывают высокие температуры перехода у металлического водорода [23], а также в органических полимерах. Возможность получения сверхпроводимости при комнатной температуре олицетворяет Святой Грааль для современных физиков [24]. На диаграмме (рис. 1.2) приведена история открытий сверхпроводящих соединений.

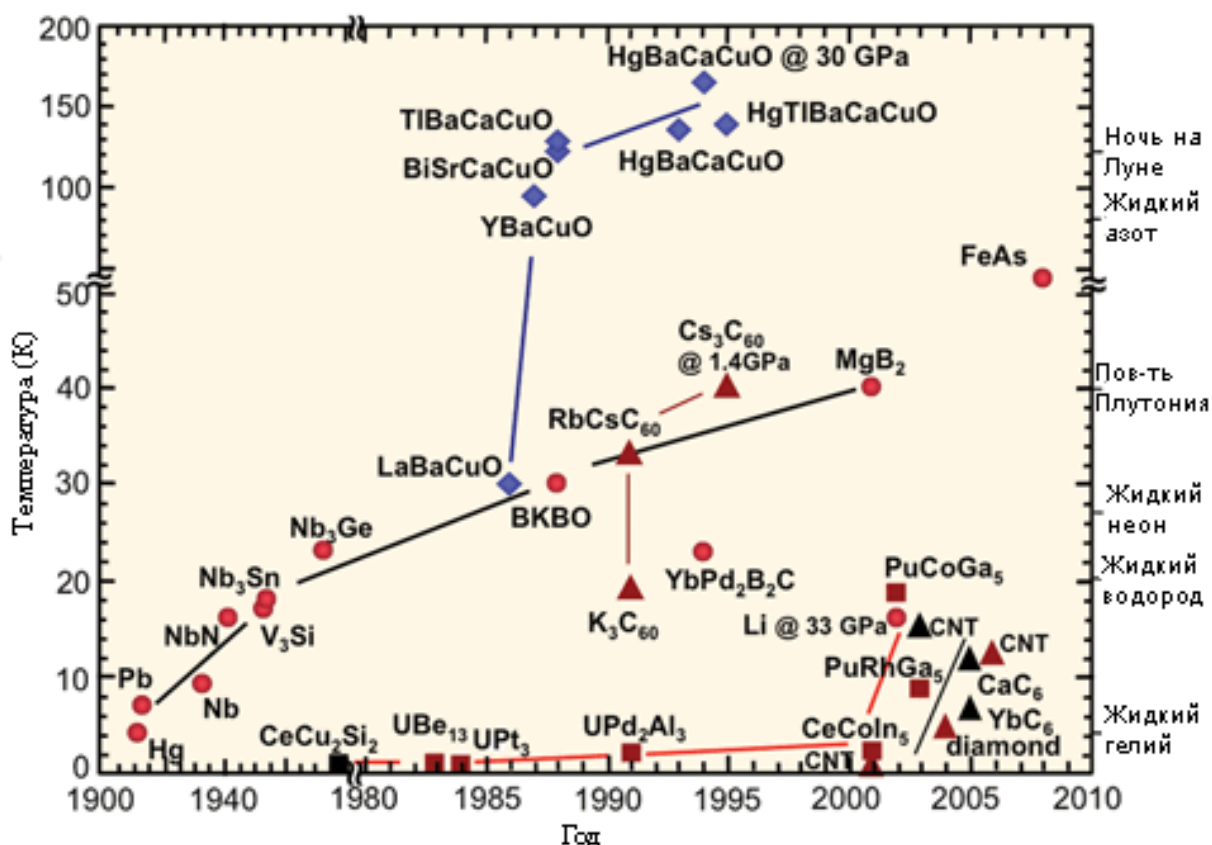


Рис.1.2. История открытий сверхпроводящих соединений [24].

§ 1.2. Влияние ионизирующих излучений на высокотемпературные сверхпроводники

До сих пор ленты ВТСП 2-го поколения еще не могут заменить НТСП круглые провода, повсеместно используемые в настоящее время. Исследования в области дополнительных обработок уже сформированных ВТСП лент – новый тренд в технологиях таких лент. Сильная анизотропия, незначительная длина выпускаемых отрезков, низкие механические свойства, недостатки ленточной геометрии – это те качества ВТСП проводников, которые предстоит улучшить. Одним из возможных путей модификации свойств ВТСП лент является радиационная обработка. В данном разделе рассмотрено воздействие облучения тяжелыми ионами и протонами высоких энергий на сверхпроводники.

В настоящее время сверхпроводники широко используются с установках физики высоких энергий. Например, в Большом Адронном Коллайдере (БАК)

установлено 1600 сверхпроводящих магнитов из NbTi, в конструкции которых применяются тоководы из ВТСП проводников. В ближайшее время планируется часть магнитов БАК изготовить из Nb₃Sn. В России началось создание коллайдера Ника в Институте высоких энергий в Протвино, где все магниты предполагается изготовить из сверхпроводников. Поэтому вопрос о радиационной стойкости сверхпроводящих материалов, применяемых в ядерной физике, всегда стоит на первом месте.

Высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП) относятся к классу веществ с сильными электронными корреляциями. Известно, что особенности электронных состояний в таких системах можно исследовать методом радиационного разупорядочения – введением в кристалл радиационных дефектов атомного масштаба.

Проявлением сильных электронных корреляций в этих системах является близость сверхпроводящего фазового перехода, антиферромагнитного упорядочения и перехода металл-диэлектрик, а также сильное электрон-электронное рассеяние. Сверхпроводимость возникает вблизи так называемой квантовой критической точки, разделяющей антиферромагнитные и парамагнитные области на фазовой диаграмме T от x , где в качестве внешнего параметра выступает x – концентрация кислорода в элементарной ячейке (для купратных ВТСП соединений).

Возможной причиной сильных электронных корреляций в ВТСП являются особенности стехиометрии этих систем, двумерная структура, низкие концентрации свободных носителей заряда, наличие локализованных магнитных моментов, наличие разупорядоченности в кристаллической решетке.

Метод радиационного воздействия имеет определенные преимущества по сравнению с другими методами введения в сверхпроводник дефектов, а именно:

- сохранение стехиометрического состава вещества и среднего числа электронов на атом;

- возможность сохранения макро- и (при небольших дозах облучения) микро-однородности образцов;
- контролируемое изменение концентрации дефектов.

Изучение радиационных эффектов в сверхпроводящих материалах является принципиально важным с двух точек зрения: понимания природы сверхпроводимости и улучшения сверхпроводящих свойств для практических применений. Верхнее критическое магнитное поле H_{c2} для сверхпроводников второго рода является термодинамическим параметром, который зависит от деталей зонной структуры и природы спаривания. Более того, на него сильно воздействуют радиационные дефекты, так как они уменьшают среднюю длину свободного пробега и, следовательно, длину когерентности, что приводит к увеличению H_{c2} . Этот факт является важнейшим мотивом для изучения радиационных явлений в сверхпроводниках.

Картина подавления сверхпроводимости при больших уровнях разупорядочения, в частности зависимость критической температуры от остаточного удельного сопротивления, определяется характером спаривания (s или d), наличием фазовых переходов в сверхпроводнике и также нестехиометрией состава.

Сравнение зависимостей критических параметров ВТСП от концентрации радиационных дефектов с известными данными для низкотемпературных металлических сверхпроводников второго рода в принципе может позволить сделать вывод о природе спаривания электронов в ВТСП.

Выбор в качестве объекта исследования многослойных композитных ВТСП лент связан с тем, что они имеют рекордные критические параметры ($J_k \approx 2 \times 10^6$ А/см² при 77К), что важно для практических применений, и стабильные временные характеристики, в отличие от обычных образцов, которые деградируют под действием многочисленных внешних факторов. Последнее обстоятельство, по-видимому, объясняет противоречивость результатов, опубликованных в литературе по радиационному разупорядочению купратных ВТСП.

Масштабные исследования по облучению ВТСП пленок были проведены у нас в стране и за рубежом, см. например, ранние работы [25],[26],[27], в которых было обнаружено при ионном облучении быстрое падение T_c и I_c , полное подавление сверхпроводимости при некотором критическом флюенсе Φ_c . Было показано, что при ионном облучении происходят структурные изменения сверхпроводника и обнаружено уменьшение концентрации кислорода в решетке [28]. Известно, что некоторые виды ионизирующих излучений повышают критический ток сверхпроводников в магнитных полях за счет генерации дополнительных центров пиннинга. Обзор радиационных эффектов в $YBa_2Cu_3O_7$ содержится в работе [29]. Рассмотрим некоторые из полученных результатов.

В работе [30] было проведено облучение тонких пленок $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, полученных эпитаксиальным выращиванием на подложках [001] $SrTiO_3$, ионами ксенона с энергией 174 МэВ при 77К и флюенсах до 3×10^{12} ион/см². Исследование облученных пленок с помощью электронной микроскопии выявило аморфные каналы — колонарные дефекты — с диаметром 2-4 нм. Плотность этих каналов зависела от дозы облучения. Был сделан вывод, что эти каналы представляют собой треки ионов ксенона. Эти дефекты могут служить центрами пиннинга для вихрей Абрикосова в сверхпроводнике. В работе [31] проведено облучение слоя $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{10-x}$ толщиной 15 нм ионами Cu^{11+} с энергией 180 МэВ перпендикулярно поверхности слоя. После облучения было выявлено увеличение плотности токонесущего ядра в сверхпроводящем слое, однако снизилась критическая температура. Чтобы исследовать влияние дефектов, возникающих при облучении, на внутренние напряжения в пленке, был проведен отжиг облученных образцов в течение 12 часов при температуре 573 К. После отжига произошло частичное восстановление значений J_c и T_c . Остаточные эффекты были исследованы с помощью электронной микроскопии высокого разрешения. Было показано, что аморфная фаза, наблюдавшаяся в колонарных дефектах до отжига, частично перекристаллизовалась. Точно такими же ионами, то есть Cu^{11+} , а также ионами Br^{11+} с энергией 180 МэВ и

электронами с энергией 3 МэВ, облучались ленты Вi-2212 в [32], и было изучено действие облучения на микроструктуру и параметры сверхпроводимости. Облучение ионами, которые дают прямолинейные треки, очень эффективно для поднятия как внутригранульной плотности критического тока J_c , так и полей необратимости (B_{irr}) при температурах ниже 60 К для поля, параллельного трекам. При $T=60$ К получается на порядок увеличенное поле B_{irr} как для облучения ионами Cu^{11+} , так и для случая ионов Br^{11+} . С другой стороны, облучение электронами, которое дает точечные дефекты, не так эффективно, как облучение ионами.

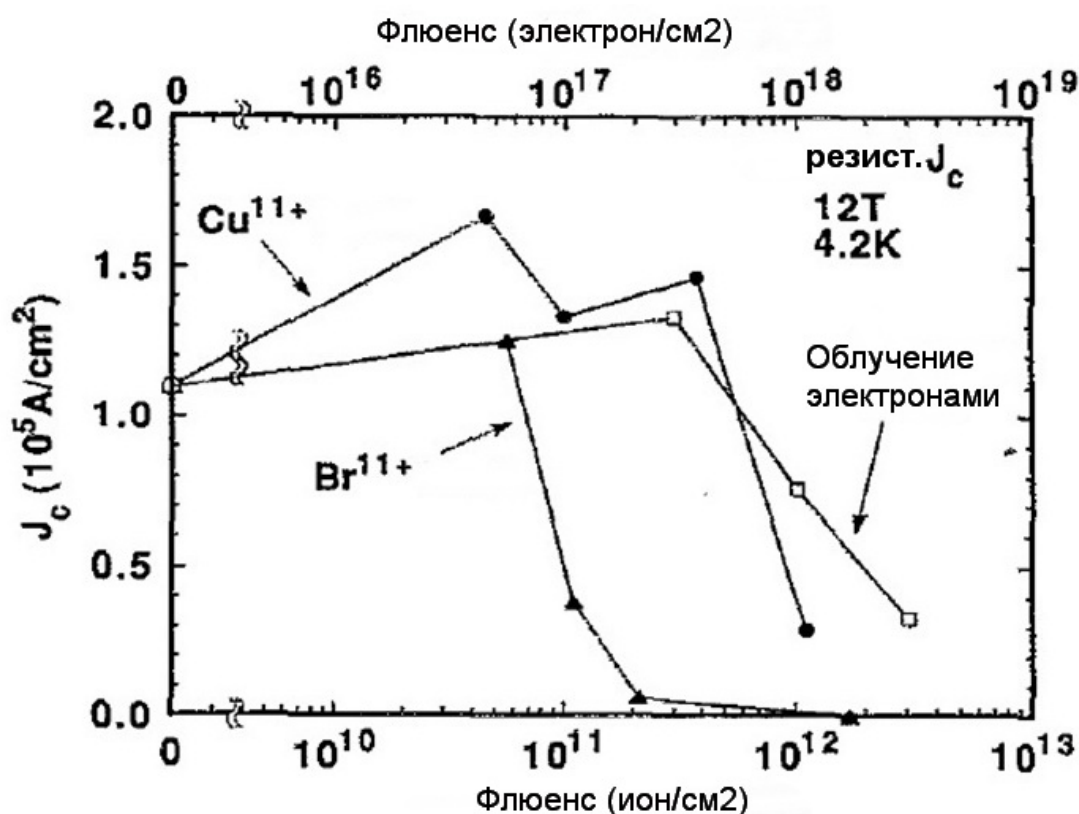


Рис. 1.3. Резистивная критическая плотность тока J_c при 4.2 К во внешнем магнитном поле 12 Тл в зависимости от флюенса при облучении Вi-2223 ионами Cu^{+11} , Br^{+11} и электронами [32].

После появления композитных проводов-лент сложной архитектуры начались исследования радиационной стойкости таких структур к различным видам ионизирующего излучения. В [10] было проведено облучение лент ВТСР

второго поколения электронами с высокой энергией (23 МэВ), а также тяжелыми ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (167 МэВ), $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ), $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ) с разными флюенсами. Образцы SuperPower SCS 4050 при облучении электронами с энергией 23 МэВ в диапазоне флюенсов $\Phi = 1.0 \times 10^{17} - 3.0 \times 10^{18}$ электрон/см² показали отсутствие изменения критических параметров. Была определена критическая доза облучения ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$, при которой происходит необратимое разрушение сверхпроводящего состояния. Для ионов $^{40}\text{Ar}^{8+}$ был определен диапазон флюенсов, в котором происходит увеличение критического тока (до 18%), а также найдены значения флюенсов для ионов $^{84}\text{Kr}^{17+}$, при которых начинается снижение критической температуры.

Как указано в [33], стабилизированные ВТСП-ленты 2-го поколения могут составить серьезную конкуренцию проводам из NbTi и Nb₃Sn при создании магнитов. Критические параметры ВТСП-лент улучшались в течение последних лет; в то же время появилась возможность производства достаточно длинных лент при общем росте производства.

Для удержания плазмы требуются высокие магнитные поля, которые могут быть созданы проводниками на основе YBCO с рабочими температурами в диапазоне 50-77К. Исследованные проводники были подвергнуты облучению нейтронами в магните для термоядерного синтеза и определены параметры облучения нейтронами в полях до 15 Тл, при которых улучшались или ухудшались сверхпроводящие свойства (рис. 1.4 и рис. 1.5). При измерениях нескольких различных образцов, которые последовательно облучались до флюенсов $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ (что вдвое превышает спецификацию ITER), были определены критический ток, анизотропия и параметры полей необратимости. Измерения повторялись после каждого облучения для исследования изменений сверхпроводящих свойств. В зависимости от метода создания сверхпроводящей ленты и параметров облучения, было получено увеличение или снижение критической плотности тока. Измерения показывают, что характеристики проводников практически достигли параметров по спецификации ITER, а нейтронное облучение не ухудшает их сверхпроводящие свойства в диапазоне

флюенсов, в которых должны работать магниты, используемые в установках термоядерного синтеза.

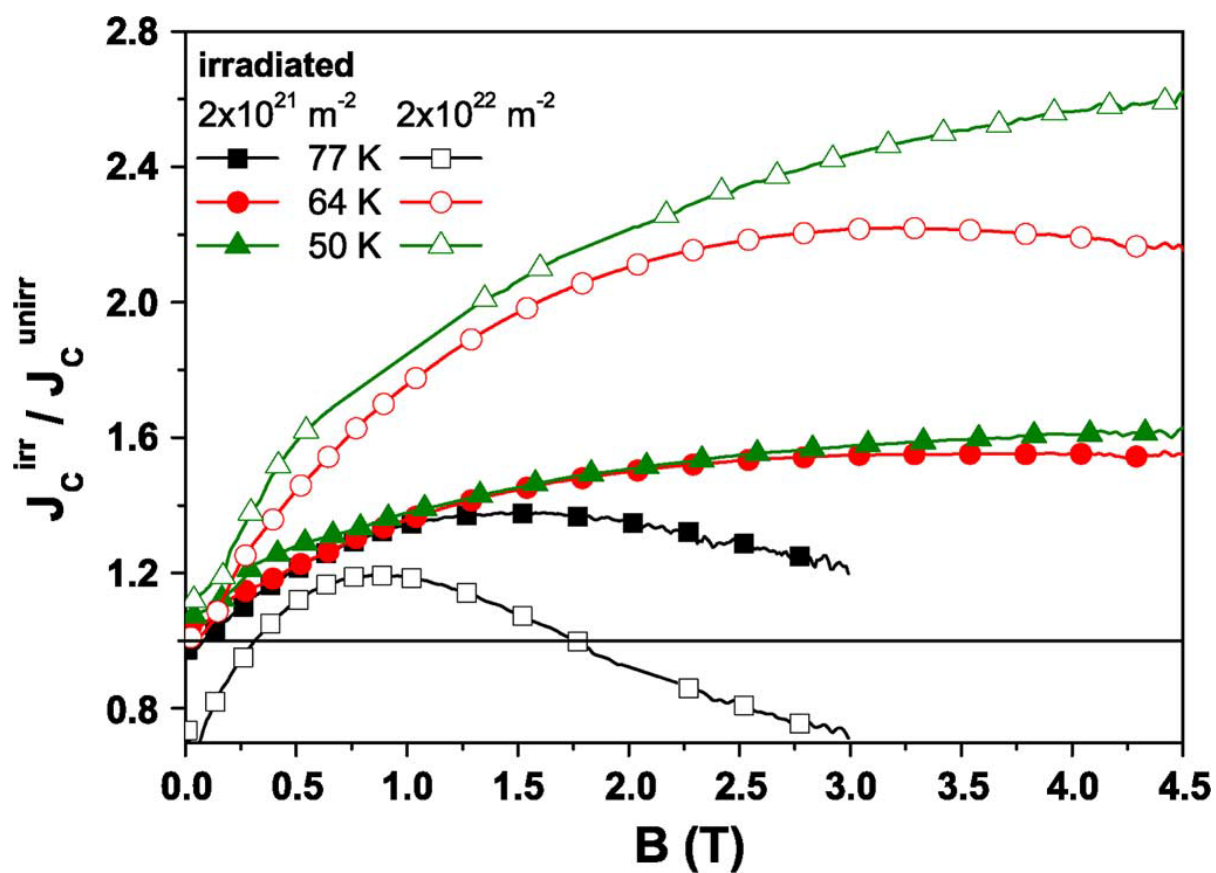


Рис. 1.4. Зависимости плотности критического тока в YBCO после облучения нейтронами от магнитного поля при разных температурах и флюенсах [33].

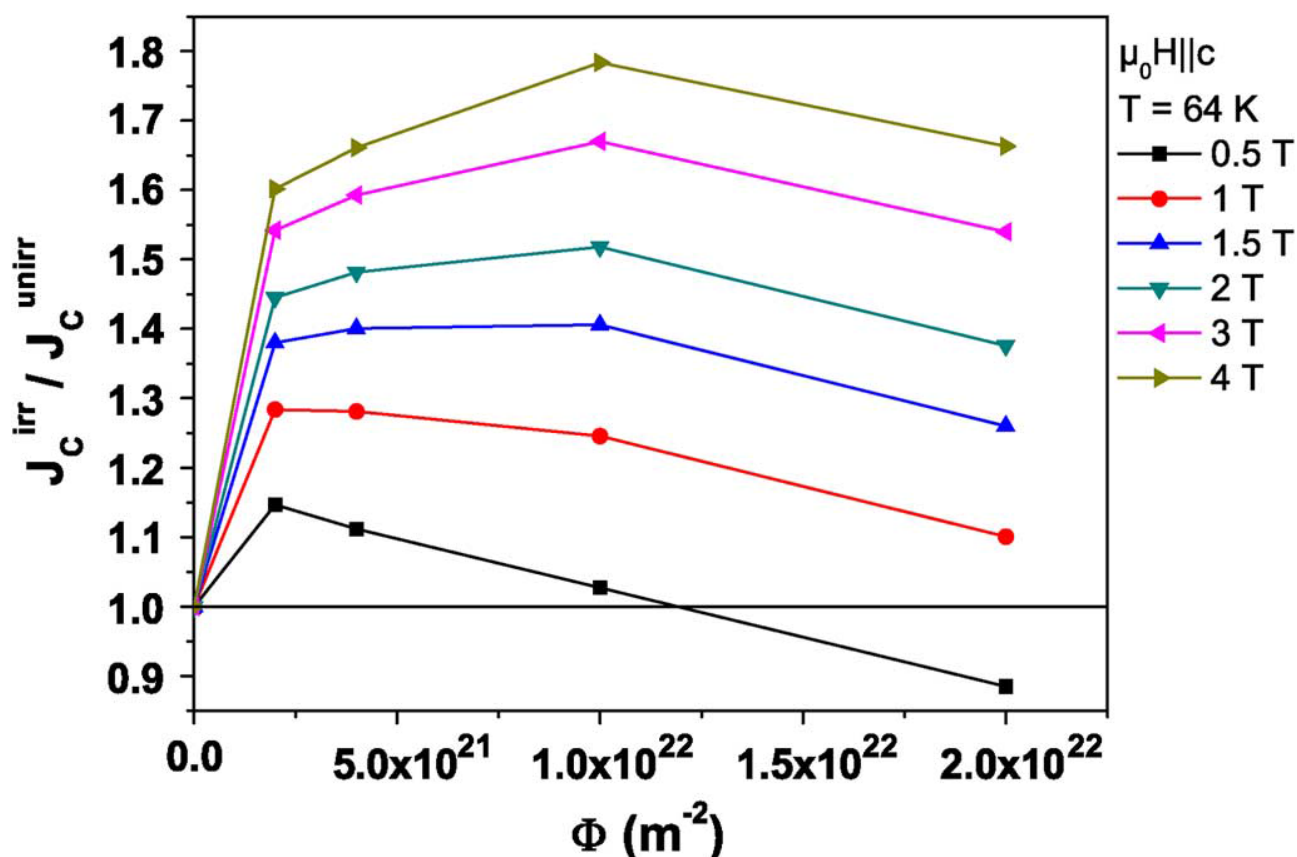


Рис. 1.5. Зависимости плотности критического тока YBCO от флюенса облучения нейтронами при разных значениях индукции внешнего магнитного поля [33].

Практически той же группой из Австрии были проведены интересные исследования зависимости критических параметров сверхпроводящих лент от приложенных механических напряжений [34]. Большая сила Лоренца, а, следовательно, большие радиальные напряжения действуют на проводники в больших катушках. При этом проводники подвергаются нейтронному облучению в магнитах для ускорителей или термоядерного синтеза. Ожидаемая доза нейтронного облучения за все время жизни такого магнита может быть смоделирована в экспериментах по облучению в ядерном реакторе. Параметры стабилизированных ВТСП лент 2-го поколения были измерены до и после облучения быстрыми нейтронами с флюенсом $1 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$. Зависимость критического тока от приложенного механического напряжения исследовалась при температуре кипения жидкого азота (рис. 1.6). Холодная часть установки

помещалась во вращающийся электромагнит типа «сплит» для оценки анизотропии критического тока в магнитных полях до 1,4 Тл при конфигурациях, когда сила Лоренца максимальна.

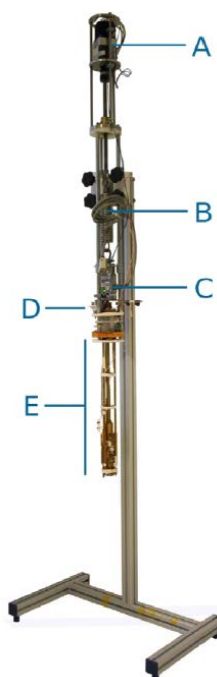


Рис. 1.6. Установка для измерения электрофизических свойств ВТСП лент под механической нагрузкой [34]. А – шаговый двигатель, В – съемная пружина, С – ячейка с образцом, D – соединения, нагревающий резистор, тепловой ключ, страховочная пружина, Е – холодная часть.

В проводниках на основе GdBCO, созданных методом осаждения с помощью вспомогательного ионного пучка (IBAD), зависимость критических плотности тока и температуры от натяжения достаточно сильно менялась после облучения нейтронами. При этом критические ток и температура заметно снизились после облучения нейтронами в данных образцах. В то же время, практически не было выявлено изменений вышеуказанной зависимости после облучения в проводниках YBCO/RABiTS (эпитаксиальные сверхпроводящие слои на подложках, полученные с помощью прокатки). Угловая зависимость критического тока для обоих образцов менялась по-разному после облучения, но не изменилась при приложении механического напряжения (рис.1.7). Зависимости относительного изменения критического тока от механического

напряжения после облучения нейтронами при разных значениях внешнего магнитного поля представлены на рис.1.7.

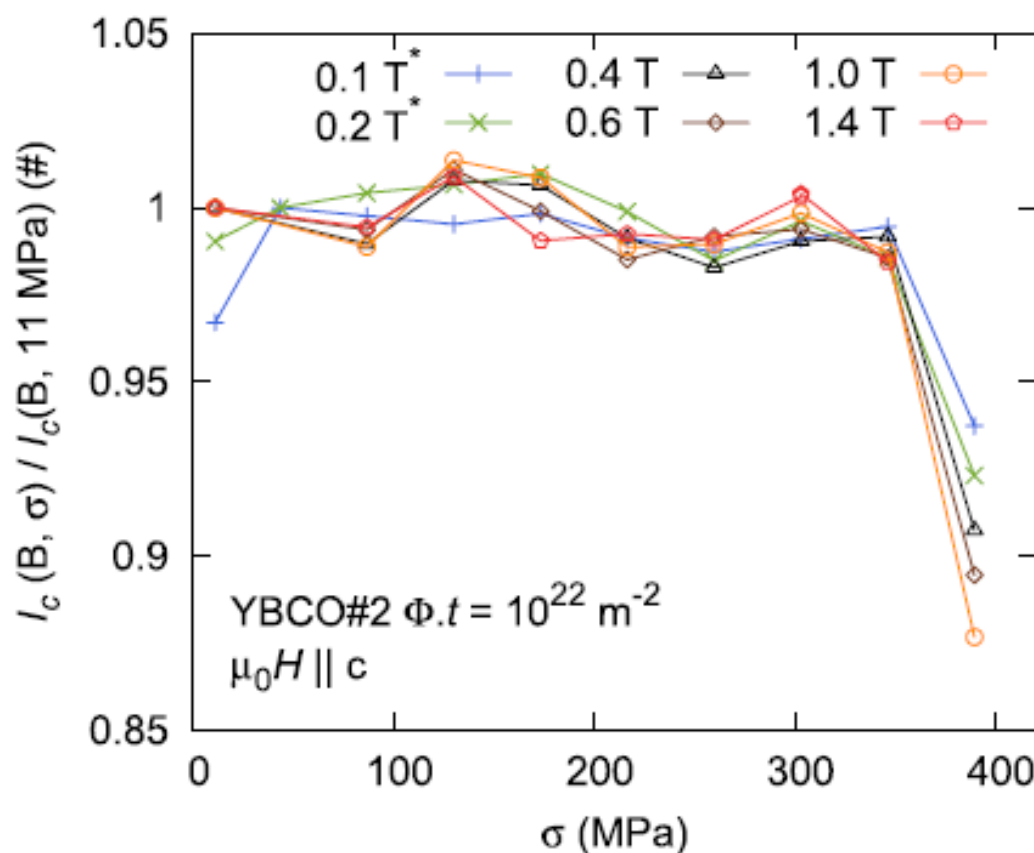


Рис. 1.7. Зависимости относительного изменения критического тока от механического напряжения после облучения нейтронами при разных значениях внешнего магнитного поля [34]. $\Phi.t$ – флюенс облучения.

В работе [35] облучались различные коммерческие стабилизированные ВТСП ленты на реакторе Triga Mark II в Вене. Облучение быстрыми нейтронами должно было привести к созданию случайно расположенных, не коррелированных дефектов, которые должны были повысить критическую плотность тока. В конце статьи делается вывод, что влияние облучения быстрыми нейтронами на критические параметры различных ВТСП лент имеет схожий характер. Изучались образцы лент YBCO, полученных осаждением из раствора металло-органики (MOD) на текстурированные подложки RABiTS. Вторая серия образцов имела буферные слои из иттрия, стабилизированного цирконием, полученные ионным осаждением (IBAD), при этом

сверхпроводящий слой осаждался с помощью лазера (PLD). В третьем случае исследовались ленты на подложках MgO, полученных IBAD, со сверхпроводником YBCO, химически осажденным из паровой фазы (MOCVD). Результаты сравнения критических параметров лент представлены на рис. 1.8.

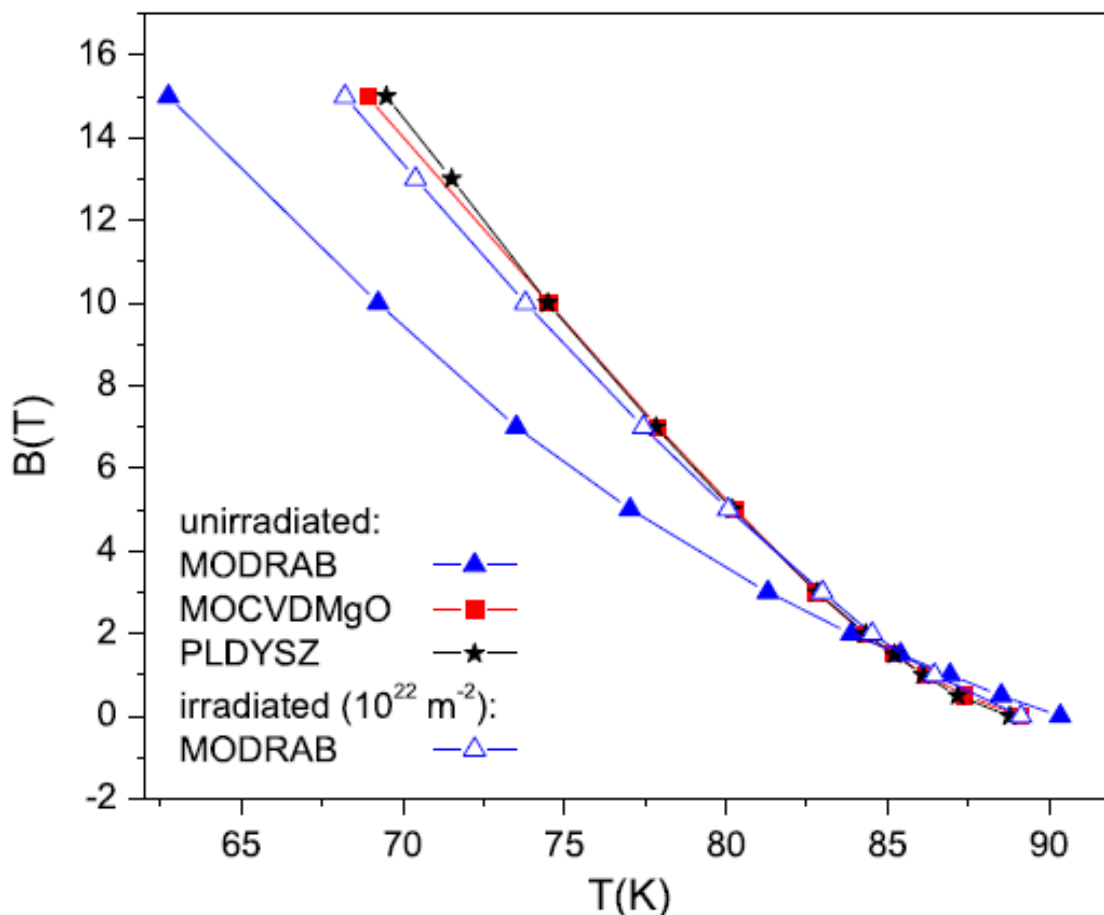


Рис. 1.8. Сравнение лент ВТСП, полученных различными методами нанесения сверхпроводника[35].

В работе [36] ставилась задача понять структуру и свойства радиационных дефектов в $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, используя технику ПЭМ (просвечивающей электронной микроскопии). Использовались быстрые нейтроны, ионы с энергией от 50 КэВ до 2 ГэВ, протоны с энергией порядка 1 МэВ и электроны. Была найдена корреляция между данными ПЭМ и сверхпроводящими свойствами объемных сверхпроводников. Этот комплексный подход сыграл большую роль в понимании некоторых аспектов

создания центров пиннинга магнитных вихрей на радиационных дефектах, и, соответственно, значительного увеличения критической плотности тока при определенных условиях радиационного облучения.

Завершить обзор работ по облучению ВТСП хотелось бы совместной российско-бельгийской работой [9] по изучению критических параметров, силы пиннинга в кристаллах $(Y_xTm_{1-x})Ba_2Cu_3O_7$. Было изучено влияние колонарных дефектов, созданных облучением тяжелыми ионами Kr с дозами до 6×10^{11} ион/см², на критические параметры монокристаллов ВТСП. Магнитные измерения в импульсных полях до 50 Тл в диапазоне температур 4.2-90 К выявили, что:

1. в полях до 20 Тл критический ток значительно увеличивается;
2. в диапазоне температур от $T = 40$ до 90 К критическое поле существенно возрастает.

Параметры J_c и $H_{ит}$ растут с увеличением дозы облучения вплоть до некоторого критического значения, после которого наступает разрушение сверхпроводника.

§ 1.3. Пиннинг магнитных вихрей и сила пиннинга

Критическая плотность тока J_c (а, соответственно, и величина критического тока I_c) является важной характеристикой сверхпроводников. В купратных высокотемпературных сверхпроводниках эта величина велика при нулевом поле, однако быстро снижается с ростом внешнего магнитного поля при $T=77$ К, что затрудняет использование таких сверхпроводников в силовых электрических устройствах и при намотке мощных магнитов, работающих при температуре кипения жидкого азота.

Для увеличения критической плотности тока в проводник вводят центры пиннинга, удерживающие магнитные вихри. В результате свободное перемещение вихрей (крип потока) подавляется; соответственно, отсутствует и

диссипация энергии. Задача состоит в создании сверхпроводящих лент с оптимальным расположением и количеством центров пиннинга.

После облучения монокристаллов $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ионами наблюдается существенное увеличение J_c , из чего следует, что радиационные дефекты, имеющие форму длинных узких “столбиков”, являются эффективными центрами пиннинга магнитного потока. У эпитаксиально выращенных пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ величина плотности критического тока в 2-3 раза больше, чем у монокристаллов. С помощью методов электронной микроскопии было показано, что, в отличие от монокристаллов, дефектная микроструктура пленок гораздо более разнообразна. Соответственно, комбинация нескольких различных сортов дефектов может привести к “конструктивной интерференции” вкладов в силу пиннинга от каждого из них, что и проверили сотрудники Los Alamos National Laboratory (США). Они разработали методику напыления пленок YBCO, содержащих включения примесей BaZrO₃ двух типов: хаотически распределенные наночастицы и ориентированные преимущественно в одном направлении (но под небольшим углом друг к другу) “столбики” [37]. Соотношение между концентрациями этих дефектов можно было регулировать, просто изменяя температуру T_0 подложки и скорость роста пленки в процессе ее лазерного осаждения, что связано с различной кинетикой формирования пленки. Совместный анализ зависимостей J_c от H и микроструктуры пленок, полученных при различных условиях, показал, что J_c в сильном поле максимален в том случае, когда количество наночастиц и “столбиков” примерно одинаково (рис. 1.9).

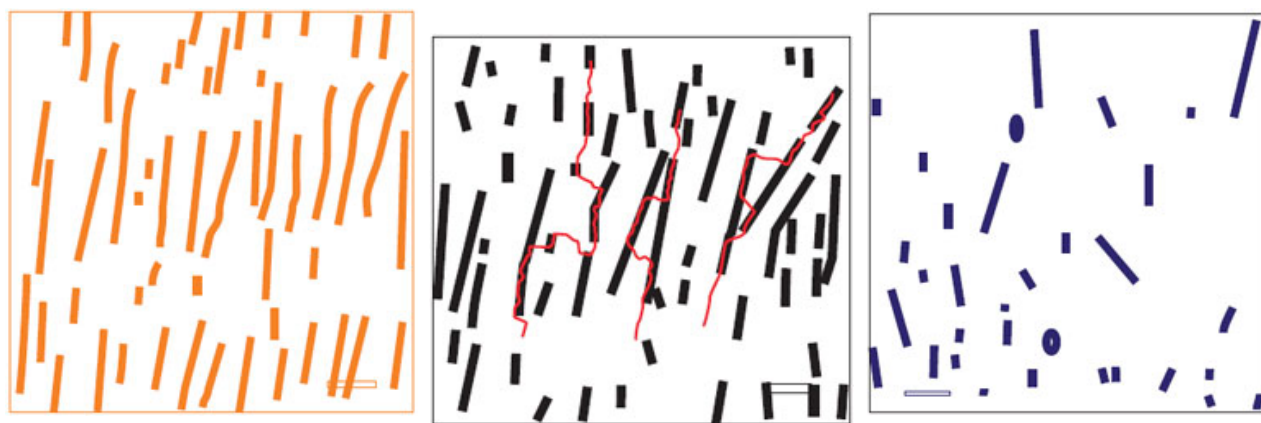


Рис. 1.9. Включения BaZrO_3 в пленках $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, полученных при различных температурах подложки $T_0 = 840^\circ\text{C}$, 785°C , 765°C . Рисунок сделан на основании данных просвечивающей электронной микроскопии. Красные линии – предполагаемое расположение магнитных вихрей, закрепленных одновременно к нескольким центрам пиннинга. Масштабная шкала – 25 нм [37]

В литературе описываются разнообразные способы создания искусственных дефектов, усиливающих пиннинг. Среди них - введение различных добавок при твердофазном синтезе керамических ВТСП, модификация поверхности путем нанесения царапин, травления ямок, напыления магнитных островков, радиационное воздействие протонами, ионами, нейтронами и электронами [38]. В [39] рассматриваются механизмы пиннинга в Nb_3Al . Сила пиннинга не увеличивается обратно пропорционально размеру зерна в случае Nb_3Al , что достаточно серьезно отличается от поведения, наблюдаемого в Nb_3Sn . Один из возможных видов центра пиннинга - дефекты, расположенные в направлении $\langle 100 \rangle$ в фазе $\text{Al}_5\text{Nb}_3\text{Al}$, которые можно распознать только после преобразования $\text{Nb}-\text{Al}$ в эту фазу. В этой статье рассматриваются пространственные дефекты как возможные первичные центры пиннинга для измененной фазы Nb_3Al и обсуждается корреляция между характеристиками пиннинга и этими дефектами. Выделения Al на этих дефектах было обнаружено с помощью 3-мерной атомной томографии. Расстояние между дефектами и

доля пространства, занимаемого ими, были исследованы с помощью сканирующей туннельной электронной микроскопии (СТЭМ).

В образцах с меньшим пиннингом наблюдалось сужение областей расположения дефектов.

Исследования процессов проникновения поля в объемные высокотемпературные сверхпроводники в магнитных полях средней величины показали, что центральную роль играют вихри. При малых полях они отсутствуют, и поле не проникает в образец. При возрастании напряженности поля становится энергетически выгодным возникновение вихрей. В отсутствие пиннинга в образце устанавливается равновесное состояние с однородной вихревой решеткой, отвечающей равномерному проникновению поля; по мере возрастания поля вихревая решетка становится более плотной. При возникновении пиннинга вихри не могут сразу заполнить весь объем, они возникают около поверхности, постепенно проникая вглубь объема сверхпроводника с ростом поля. Течение этого процесса зависит от структуры вихрей, их пиннинга и его зависимости от магнитного поля.

Для расчета проникновения поля в образец принято пользоваться моделью Бина. Согласно этой модели, все вихри в области, куда проникло магнитное поле, находятся в «критическом» состоянии, то есть сила, с которой другие вихри действуют на рассматриваемый, максимальна и равна силе «зацепления» за структурные дефекты. Расчеты приводят к формуле:

$$\alpha_m = \left| \frac{B}{4\pi} \cdot \frac{\partial B}{\partial x} \right|, \text{ где } \alpha_m - \text{максимальное значение силы пиннинга.}$$

Для вычисления $B(x)$ в критическом состоянии необходимо знать зависимость α_m от индукции магнитного поля B . Первоначальным предположением Бина было то, что зависимость α_m – линейна, что дает линейную зависимость B от координаты внутри образца. Однако в другой работе было показано, что α_m не зависит от B . В настоящее время рассматриваются зависимости вида $\alpha_m \sim \frac{B}{(B + B_0)^\beta}$.

В любом случае вид зависимости $\alpha_m(B)$ определяется физической природой пиннинга и различными механизмами закрепления вихрей на всевозможных дефектах кристаллической решетки, являющихся центрами пиннинга. Более подробно разнообразные механизмы пиннинга описаны в [38] и не могут полностью быть изложены в рамках данного литературного обзора.

Подводя итоги обсуждения, следует сказать, что несмотря на достаточно долгий период изучения изменения критических параметров ВТСП при облучении, для композиционных проводов-лент первого и второго поколения, которые предполагается в будущем использовать в магнитных системах в ядерной физике, экспериментальных данных пока еще недостаточно. Многие механизмы и результаты взаимодействия остаются непонятными.

Следует также напомнить, что зависимости критического тока и критической температуры от флюенсов облучения и значение радиационной стойкости (флюенс, при котором критические значения падают на порядок) для конкретного сверхпроводника может помочь в выборе модели спаривания электронов в сверхпроводниках данного типа. Учитывая повышенный практический интерес к высокотемпературным сверхпроводникам в настоящем и будущем, логично предположить, что такие исследования будут востребованы, и их число будет возрастать.

§ 1.4. Криорефрижераторы замкнутого цикла и их особенности

Бурное развитие криогеники в 20-м столетии поставило перед учеными задачу более удобного проведения экспериментов, не зависящего от поставок жидкого гелия и жидкого азота. Необходимость решения такой задачи была обусловлена не только удобством при проведении экспериментов, но также прогнозируемым снижением запасов гелия [11].

Цикл Стирлинга, изобретенный и запатентованный Р. Стирлингом в 1815 г. [40], долгое время оставался невостребованным, однако в 1946 г. на заводе Philips в Голландии было обнаружено, что двигатель Стирлинга, включенный в обратном направлении, способен охлаждать воздух. Далее рефрижератор Стирлинга стал использоваться для ожижения воздуха, а приблизительно через 10 лет — для охлаждения высокочувствительных датчиков до 80 К. Помимо рабочего тела, нагревателя и холодильника абстрактная машина Стирлинга содержит ещё регенератор — устройство, отводящее тепло от рабочего тела на некоторых этапах цикла и отдающее это тепло рабочему телу на других этапах. Идеальный цикл Стирлинга (рис. 1.10 и 1.11) состоит из следующих процессов:

- 1—2 изотермическое расширение рабочего тела с подводом тепла от нагревателя;
- 2—3 изохорный отвод тепла от рабочего тела к регенератору;
- 3—4 изотермическое сжатие рабочего тела с отводом тепла к холодильнику;
- 4—1 изохорный нагрев рабочего тела с подводом тепла от регенератора.

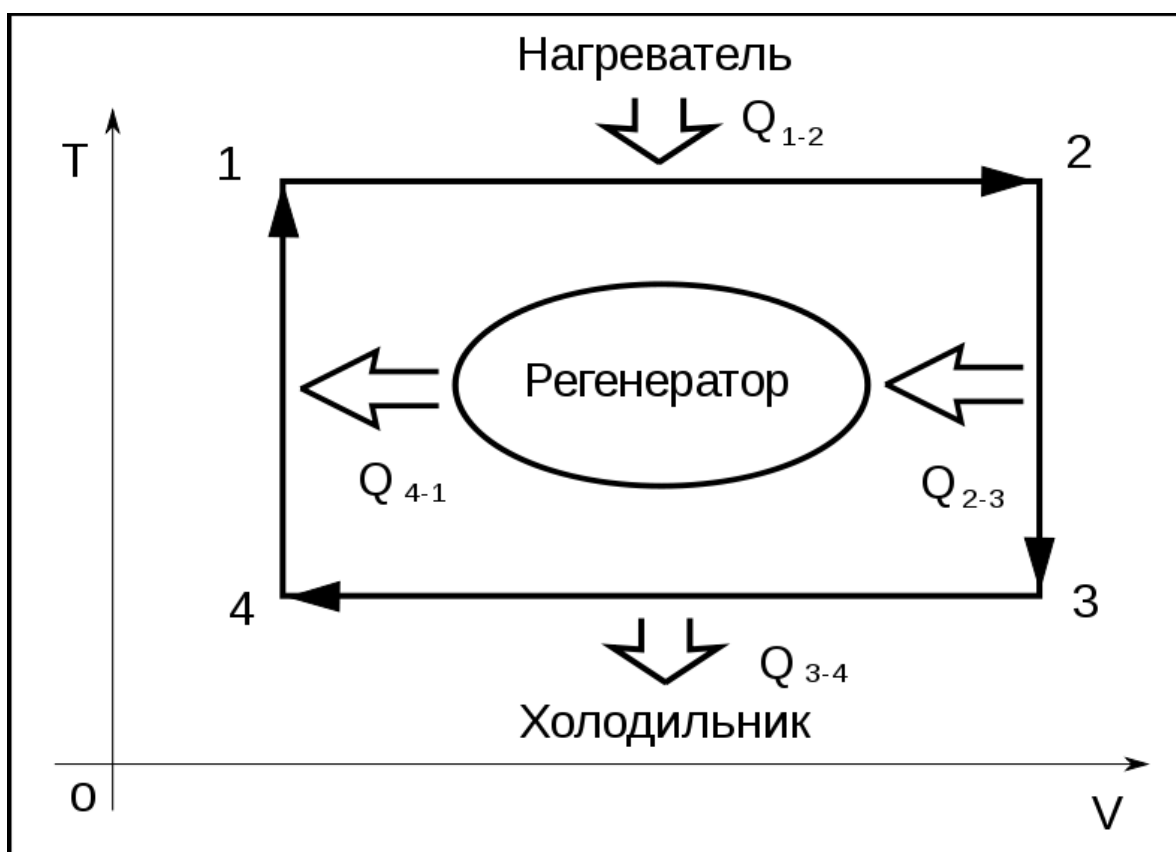


Рис. 1.10. Идеальный цикл Стирлинга [40].

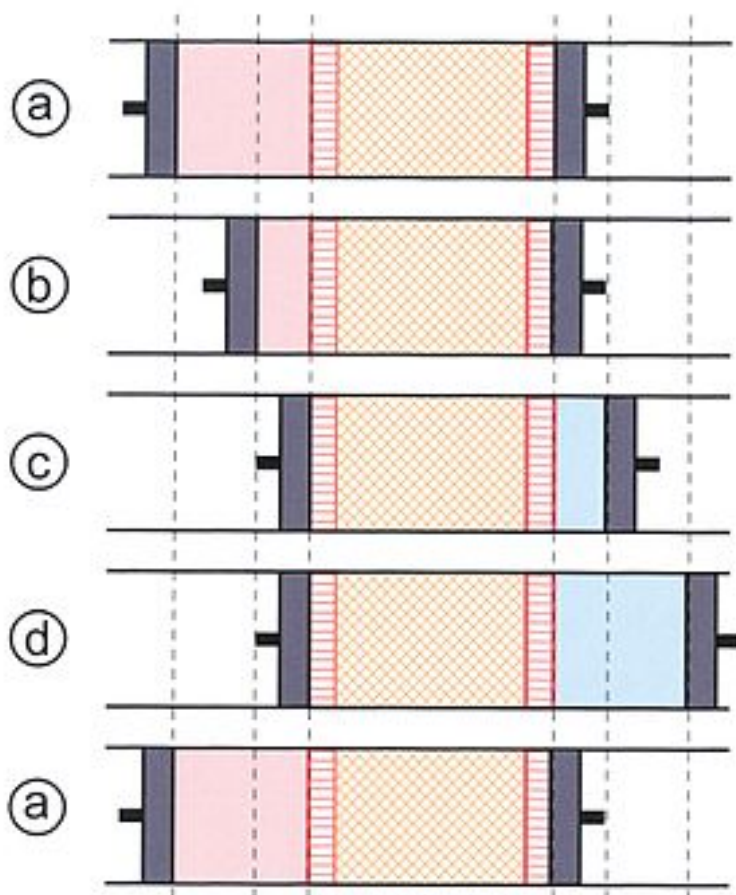


Рис. 1.11. Четыре состояния криогенной машины Стирлинга.

Розовый цвет – теплый газ, желтая штриховка – регенератор, голубой цвет – холодный газ.

Криорефрижераторы, работающие по циклу Гиффорда-МакМагона [41], нашли широкое применение во многих низкотемпературных устройствах, таких как магниты для исследований и МРТ, крионасосы, накопители энергии и токоограничители. На рис. 1.12 схематично изображено устройство криорефрижератора. Рабочим телом является гелий при давлениях в диапазоне от 10 до 30 атм. Холодная «голова» содержит объем для сжатия и объем для расширения, регенератор и вытеснитель, которые обычно совмещены в одном корпусе. Изменения давления в холодной «голове» происходят благодаря попеременному соединению с областью высокого и низкого давления в компрессоре с помощью вращающегося клапана. Его положение синхронизировано с движением вытеснителя. Во время открытия и закрытия клапанов происходят необратимые процессы, поэтому криорефрижераторы Гиффорда-МакМагона имеют существенные потери. Это явный недостаток данного типа рефрижератора. Преимущество заключается в том, что циклические частоты компрессора и вытеснителя не связаны, так что компрессор может работать на частоте электросети (50 или 60 Гц), в то время как частота вращения клапана «головы» может быть 1 Гц. В этом случае рабочий объем компрессора может быть в 50-60 раз меньше объема холодной «головы», и поэтому можно использовать недорогие компрессоры, однако необходимо следить за чистотой гелия перед попаданием в холодную часть системы. Для этого ставятся системы с высокой степенью очистки газа.

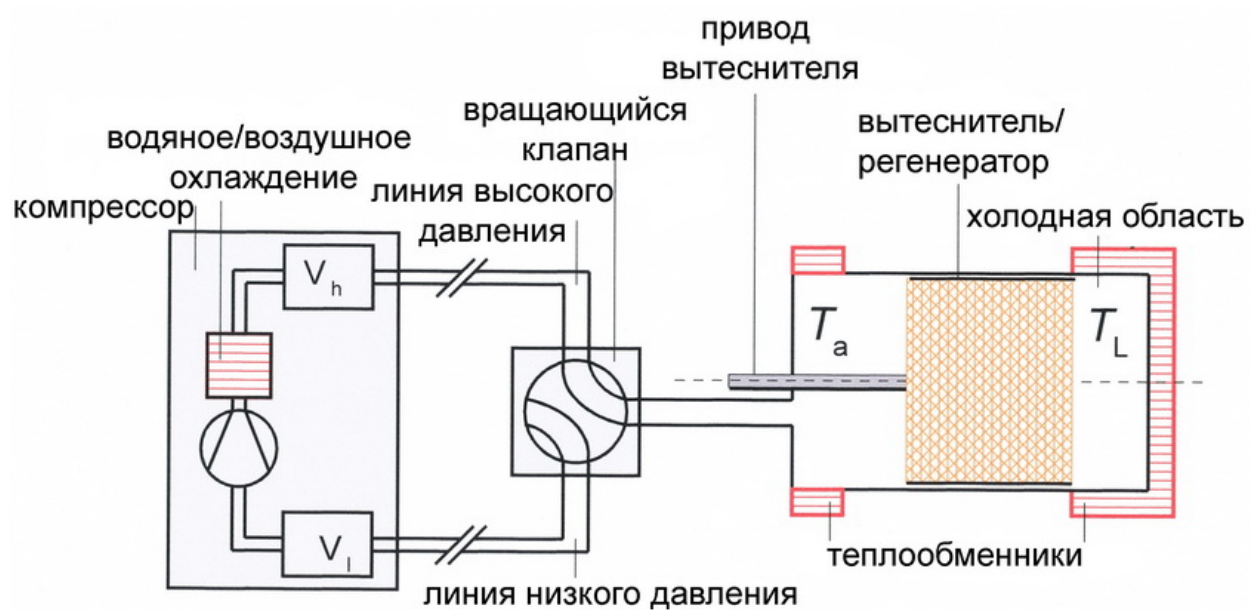


Рис. 1.12. Устройство рефрижератора.

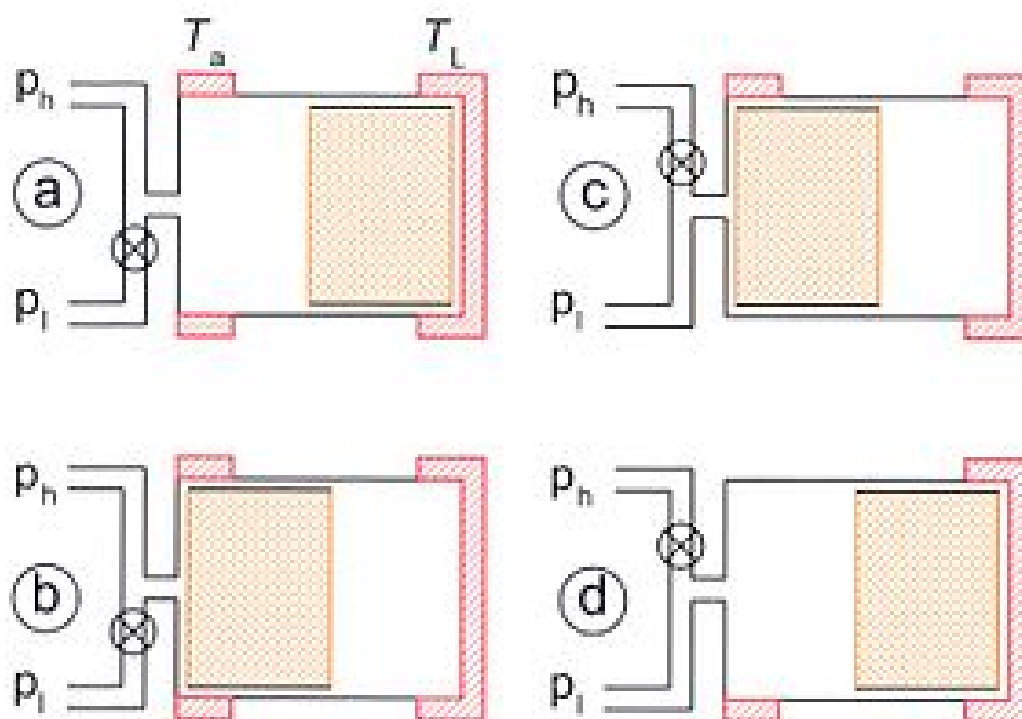


Рис. 1.13. Четыре стадии в цикле охлаждения рефрижератора Гиффорда-МакМагона.

Рабочий цикл может быть разделен на четыре стадии (см. рис. 1.13). Цикл начинается с закрытым клапаном низкого давления p_l и открытым клапаном высокого давления p_h , и вытеснитель находится в самом крайнем правом положении (в холодной зоне). Газ при комнатной температуре.

- Из a в b . Вытеснитель перемещается влево, при этом холодная «голова» соединена с клапаном высокого давления компрессора. Газ проходит через регенератор, при этом его температура понижается от комнатной T_a до T_L . Газ отдает тепло в материал регенератора.
- Из b в c . Клапан высокого давления p_h закрыт, а клапан низкого давления p_l открыт при фиксированном положении вытеснителя. Часть газа проходит через регенератор в область низкого давления p_l компрессора. Газ расширяется изотермически, поэтому тепло отводится от холодной «головы». В этот момент совершается полезная работа по охлаждению.
- Из c в d . Вытеснитель перемещается вправо при подключенном клапане p_l , вынуждая газ пройти через регенератор, забирая тепло у материала регенератора.
- Из d в a . Клапан p_l закрыт, а клапан p_h открыт при фиксированной позиции вытеснителя. Газ теперь находится на теплом конце холодной «головы», сжимается, и тепло отдается в окружающую область. В конце этого шага мы снова в позиции a .

График на рис. 1.14. показывает историю достижения низких температур с помощью криорефрижераторов:



Рис. 1.14. Прогресс в получении низких температур с помощью криорефрижераторов.

Для получения сверхнизких температур используются рефрижераторы растворения [42], работающие на смеси изотопов He^3 и He^4 . Это единственный циклический процесс, позволяющий получать температуры ниже 0,3 К [43]. На практике с помощью рефрижераторов растворения была получена температуры 2 мК. Теоретически с помощью таких рефрижераторов могут быть достигнуты и более низкие температуры. Однако, в связи с ростом вязкости и теплопроводности циркулирующей жидкости при понижении температуры, диаметры входных и выходных трубок должны быть увеличены пропорционально T^{-3} , а длина камеры — T^{-8} . Чтобы уменьшить температуру в два раза, объем камеры пришлось бы увеличить в 2^{14} раз, то есть каждый кубический сантиметр камеры рефрижератора для получения температуры 2 мК превратился бы в объем 16,384 л в машине на 1 мК, и криогенные машины стали бы слишком большими, что повлекло бы за собой неоправданные

затраты. К счастью, существует альтернативный метод охлаждения ниже 2 мК – метод размагничивания парамагнитных солей и метод ядерного размагничивания.

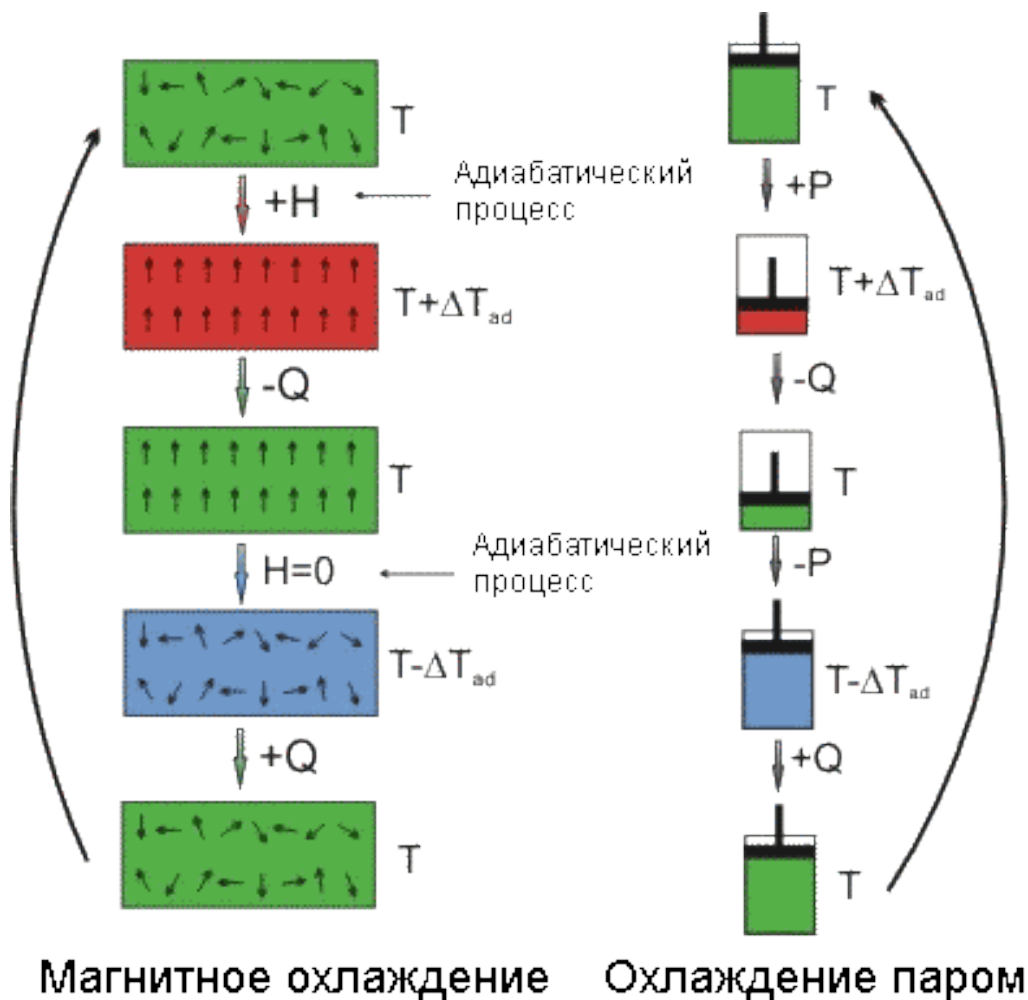


Рис. 1.15. Аналогия между магнитным и компрессионным охлаждением.

Магнитное охлаждение осуществляется в сильных магнитных полях (от 1 Тл) и аналогично компрессионному охлаждению (рис. 1.15), только роль давления поршня здесь играет приложенное магнитное поле.

В районе комнатных температур в магнитном охлаждении используются сплавы на основе гадолиния, но особой конкуренции традиционному охлаждению они пока составить не могут. А вот с помощью парамагнитных солей, например нитрата церия и магния, можно достигать температуры 1 мК.

Одним из вариантов адиабатического размагничивания является ядерное размагничивание, использующее те же принципы. При использовании полей

порядка 3 Тл и начальных температур около 10-100 мК, можно получить температуру ядерной системы порядка 1 μ К.

§ 1.5. Безжидкостные системы охлаждения сверхпроводящих соленоидов для получения сильных магнитных полей

В начале этого раздела рассмотрим основные применения сверхпроводящих соленоидов. К основным применениям сверхпроводящих магнитов безусловно относятся магниты для МРТ, ЯМР, а также магниты для лабораторных исследований, сверхпроводящие магниты в поездах на магнитной подушке — Maglev, ограничители тока, накопители энергии. Также стоит упомянуть магнитные печи, магнитное разделение пород и обработку материалов. В основе всех устройств лежит способность сверхпроводящих магнитов к созданию высоких магнитных полей при относительно компактных размерах и небольших затратах на охлаждение. Здесь мы не касаемся вопроса о гигантских сверхпроводящих магнитных системах для физики высоких энергий.

Первые сверхпроводящие магниты на основе провода из NbTi и NbSn₃ в медной оболочке появились в начале - середине 60-х годов. Однако, постоянная необходимость сбора испаряющегося гелия (и имеющиеся при этом потери) и ожижения гелия вела к большим неудобствам в работе даже с маленькими магнитами. Размеры систем МРТ, от первого изображения лабораторной мыши в 1974 году [46] и первых изображений кисти человеческой руки в 1977 году [47] до создания томографа на 1,5 Тл для полного обследования тела человека [48], постоянно увеличивались. Соответственно, если перейти к объему гелия для заправки одного томографа, то в современных системах эта величина составляет от 800 до 2000 л. Учитывая постоянно уменьшающиеся запасы газообразного гелия на планете, необходимо было найти решение, которое позволило бы построить замкнутую или почти замкнутую систему с низким расходом гелия. Такое решение нашлось благодаря криорефрижераторам.

Первые попытки создать сверхпроводящий магнит с безжидкостным охлаждением относятся к началу 80-х годов [49]. В работе М. Хонига из Кембриджского Университета был разработан проект сверхпроводящего соленоида из Nb_3Sn на 3.3 Тл, который должен был охлаждаться двухступенчатым рефрижератором CTI-Cryogenics 1020 [50], который выдавал мощность 30 Вт и 2.5 Вт при 70 К и 13 К, соответственно. Однако, из-за неэффективных тоководов, которые давали большой теплоприток, реализация этой идеи была отложена на 10 лет. В 90-х годах в исследовательском центре Toshiba в Японии был создан гибридный сверхпроводящий магнит из $\text{NbTi}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ на 10 Тл. Отверстие магнита с комнатной температурой имело диаметр 100 мм, а в качестве тоководов были использованы ВТСП ленты из $\text{Bi}(2212)$ [12].

Естественно, в литературе известны примеры применения двух и более криорефрижераторов для охлаждения больших магнитов или для обеспечения возможности более быстрого изменения тока в них. Например, в [51] использованы два криорефрижератора Гиффорда-МакМагона с хладопроизводительностью 1.5 Вт при 4.2 К для охлаждения двух секций гибридного сплит-магнита из ВТСП-лент $\text{Bi}(2223)$ и шести секций из NbTi . Магнит интересен тем, что создает магнитное поле с неоднородностью меньше 1% в сферическом объеме диаметром 40 мм при общем диаметре вертикального отверстия с комнатной температурой 100 мм. При этом по горизонтальной оси поле изменяется от 6 до 11 Тл, а по вертикальной от 0 до 8 Тл.

Сверхпроводящий магнит на 10 Тл с рабочим отверстием при комнатной температуре 100 мм из $\text{NbTi}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ описан в [52]. Криокулер на основе цикла Гиффорда-МакМагона охлаждает магнит до рабочей температуры без использования жидких хладагентов. Тепло, выделяемое в магните, отводится с помощью медных жгутов, подсоединенных к медным цилиндрам, расположенным снаружи каждого соленоида. Тоководы из ВТСП, а именно $\text{Bi}(2212)$, используются для снижения теплопритоков к области с температурой

4 К. Была достигнута возможность быстрого ввода тока, а именно 8 Тл за 15 минут, с помощью минимизации гистерезисных потерь проводника Nb_3Sn .

В корейском институте KBSI был создан специальный криостат с 52-мм отверстием с комнатной температурой для выращивания кристаллов [53]. Поле, создаваемое соленоидом, составляет 6 Тл при токе 195 А. Ввод тока занимает около 40 минут. Здесь для тепловой связи 2-ой ступени и магнита использованы медные жгуты, что является достаточно часто используемым решением. Магнит массой 12 кг охлаждается до рабочей температуры за 15 часов.

Известны также примеры создания гибридных магнитных систем высокой мощности, совмещающих сверхпроводящие и традиционные резистивные магниты с водяным охлаждением. В Японии был создан [54] магнит на 20 Тл, состоящий из сверхпроводящего соленоида на 4.5 Тл с центральным отверстием диаметром 360 мм, охлаждаемого одним рефрижератором Гиффорда-МакМагона, и магнита с водяным охлаждением на 15,5 Тл. Магнит используется для исследований конвекции Марангони в условиях невесомости, которые создаются благодаря сильному магнитному полю.

Важное применение высокопольных магнитов описано в [55]. Магнит с суммарным магнитным полем в 10 Тл применяется для электромагнитной обработки материалов, с помощью которой можно изменять многие параметры материалов, такие как теплопроводность, сопротивление, жесткость и др. Двухступенчатый криорефрижератор типа Гиффорд-МакМагон охлаждает сверхпроводящий гибридный магнит, который состоит из базового магнита из NbTi на 6,5 Тл с внутренним диаметром 18 см и вставки из Nb_3Sn на 3,5 Тл с рабочим отверстием с комнатной температурой диаметром 10 см.

Сверхпроводящий ограничитель тока — это по сути большой сверхпроводящий магнит, включенный в электросеть, который в сверхпроводящем состоянии проводит токи порядка 500-1000 А, а при внезапном скачке тока переходит в нормальное состояние с большим

сопротивлением, что защищает другие элементы сети от резко возрастающих токов. Токоограничители такого типа обладают следующими преимуществами:

- имеют низкий импеданс при нормальном функционировании сети, что приводит к низким омическим потерям в устройстве;
- адекватные параметры по ограничению тока;
- быструю реакцию на возросшее напряжение и мгновенное отключение;
- быстрое восстановление нормального рабочего режима после скачка напряжения.

Разработки токоограничителей велись в Японии такими компаниями, как Tokyo Electric Power Company (TEPCO), Mitsubishi Electric Company (MELCO) и Toshiba с конца 80-х годов. Однако процесс создания готового решения не был слишком быстрым, и лишь в 2007-2008 г. токоограничители появились в реальных сетях. К странам, активно разрабатывающим и внедряющим сверхпроводящие токоограничители, стоит отнести также [56] США, Францию, Германию, Швейцарию, Англию, Китай [57] и Израиль. В Израиле в 2009-м году появились первые коммерческие токоограничители, созданные фирмой GridOn [58].

Как мы видим на приведенных примерах, сверхпроводящие магниты нашли широкое применение в науке и технике. Однако эта технология только развивается, и у нее большое будущее.

§ 1.6. Конструктивные особенности криостатов с криорефрижераторами

В предыдущем разделе мы рассмотрели некоторые примеры использования сверхпроводящих магнитов, охлаждаемых криорефрижераторами, а здесь мы коснемся конструкции таких соленоидов. Для начала рассмотрим конструкцию традиционного заливного магнита для лабораторных исследований.

СП магнит 20 Тл

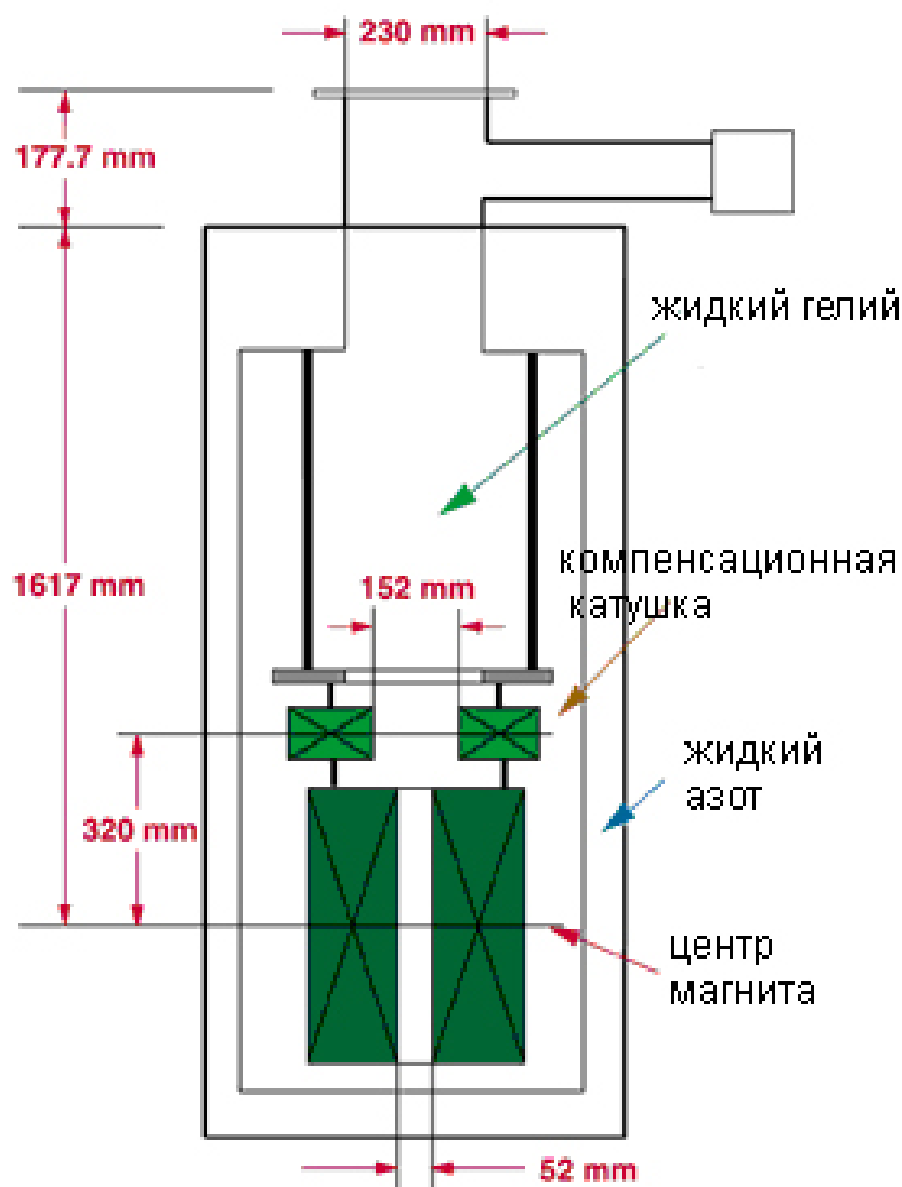


Рис. 1.16. Заливной криостат с магнитом на 20 Тл.

Криостат (рис 1.16) имеет азотную и гелиевую ванны. Азотная ванна снижает теплопритоки к объему, наполненному жидким гелием. Сам сверхпроводящий магнит погружен в ванну с жидким гелием. Это позволяет постоянно поддерживать температуру обмоток ниже критической температуры сверхпроводника.

В такой конструкции есть очевидные плюсы:

- магнит всегда равномерно охлажден до температуры кипения гелия;
- отсутствуют вибрации, связанные с работой криорефрижератора;

- заливной магнит приблизительно в 3 раза дешевле аналогичного магнита на криорефрижераторе;
- быстрое охлаждение магнита до рабочей температуры;

Минусы вытекают из плюсов:

- зависимость от поставок жидкого гелия, необходимость провести эксперимент вскоре после поставки гелия;
- неизбежные потери гелия, например, при переходе магнита в нормальное состояние.

На практике получается, что минусы все чаще перевешивают плюсы, к тому же, постоянное сокращение запасов легко добываемого газообразного гелия [59] приводит к постоянному повышению цен на гелий, а также к периодическим задержкам в поставках.

Поэтому все большее количество небольших лабораторных магнитов строятся по «сухому» принципу, с использованием криорефрижераторов.

Как пример такого магнита можно привести магнит, который был разработан в Физическом институте им. П.Н.Лебедева РАН [60]. Сверхпроводящий магнит на 8 Тл с образцом (рис. 1.17), помещаемым в вакууме, имеет прямой тепловой контакт со второй ступенью криорефрижератора по медной плите, к которой винтами прикручивается медный каркас магнита.

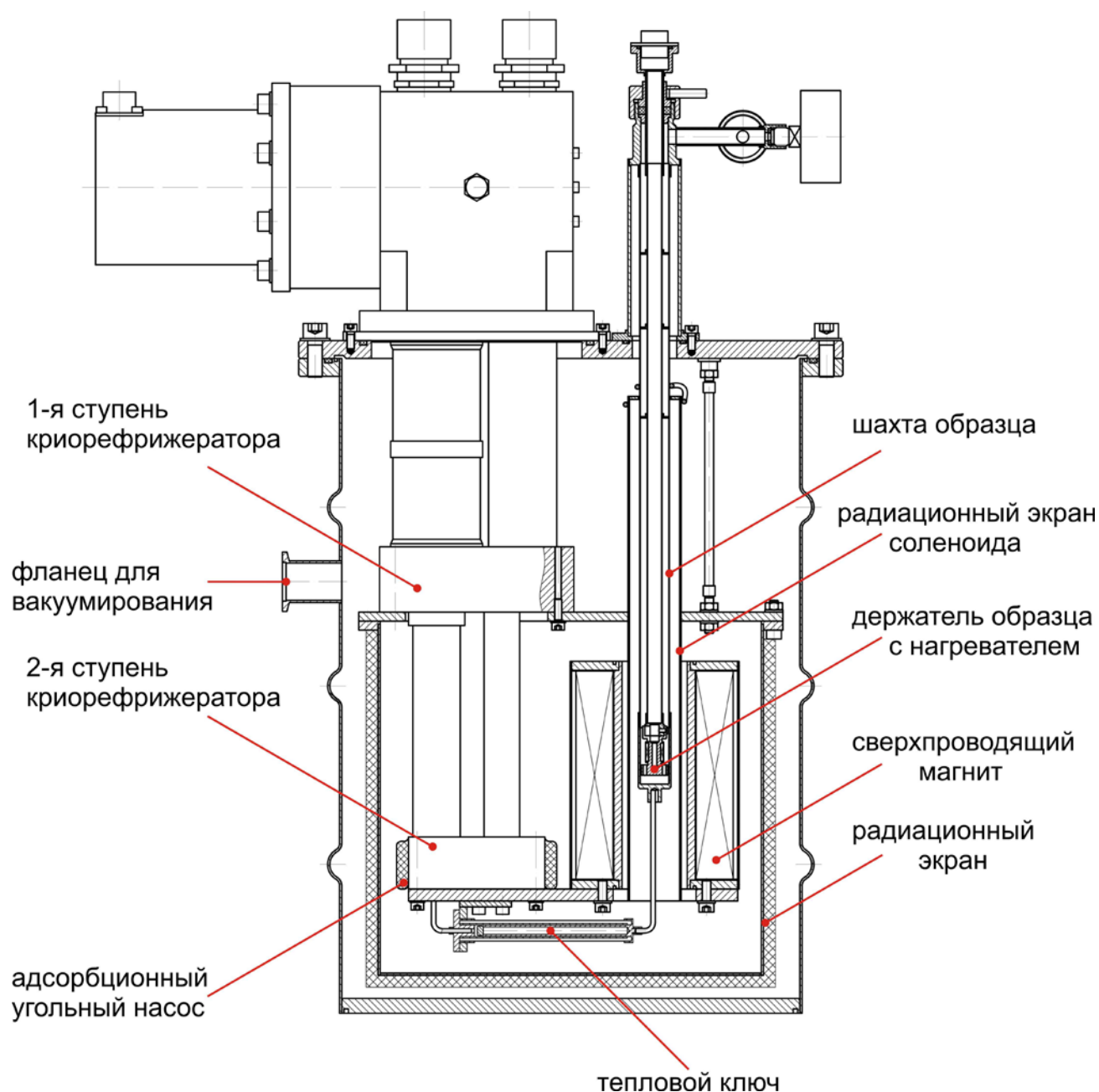


Рис. 1.17. Магнит 8 Тл на основе NbTi с криорефрижератором [60].

В конструкции криостата также была создана возможность изменять температуру образца в диапазоне 5-295K, что достигается с помощью теплового ключа [61], которым является пара коаксиальных медных трубок. Пространство между трубками можно вакуумировать, изменяя теплопроводность ключа для эффективного охлаждения вставки при низких температурах.

А в магните [62], созданном в Корейском институте фундаментальной науки, тепловая связь магнита со второй ступенью криорефрижератора

осуществляется с помощью оцинкованных гибких медных жгутиков (рис. 1.18). Магнит имеет максимальную индукцию магнитного поля 3 Тл.

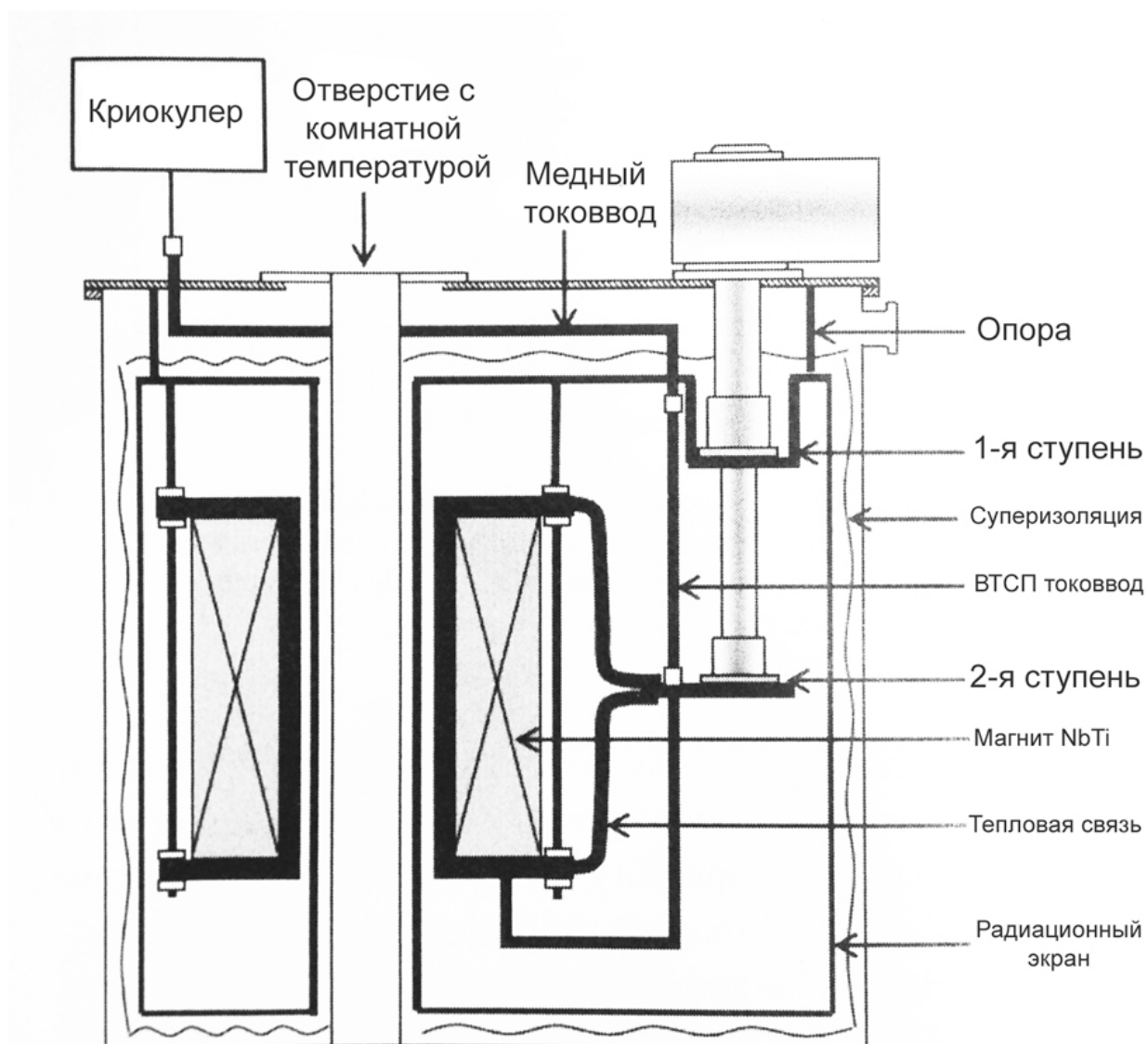


Рис. 1.18. Магнит на основе криорефрижератора [62].

§ 1.7. Использование ВТСП лент в конструкциях сверхпроводящих соленоидов

После появления эффективных токовводов на основе ВТСП, а также криорефрижераторов, имеющих большую мощность при низких температурах (1-1.5 Вт), стало возможным создавать магниты для МРТ, основанные на реконденсорном охлаждении, а некоторые производители, такие как Siemens Healthcare, добились создания магнитов с практически нулевым испарением.

ВТСП ленты активно применяются в создании демонстрационных или действующих линий передач энергии. Так, например, в Санкт-Петербурге строится и будет введена в эксплуатацию ВТСП линия электропередачи на 20 кВ и 2,5 кА длиной 2500 м. В немецком городе Эссен 10 марта 2014 г. заработала 10 кВ линия на основе ВТСП кабеля длиной 1 км.

Развитые европейские страны также славятся своей заботой об экологии и стремлением использовать возобновляемые источники энергии. Если в среднем в мире доля энергии от таких источников составляет 16%, то, например, в Германии в 2013 г. эта доля составила 23% , причем на энергию ветра приходится 7,9%. Совершенствование ветрогенераторов сейчас идет по пути разработки генераторов со сверхпроводящими роторами на основе ВТСП [63].

Несмотря на то, что ВТСП ленты очень интересны в качестве проводников при азотных температурах, высокие плотности тока, в разы превышающие «азотные», достигают при гелиевых температурах. При конструировании высокопольных резистивных или гибридных магнитов на основе NbTi/Nb₃Sn ВТСП ленты используются при намотке «вставок», что позволяет получать рекордные магнитные поля.

В § 1.5 мы коснулись нескольких гибридных магнитов, сделанных из разных НТСП проводников, а в этом разделе мы обсудим магниты из ВТСП, гибридные магниты с ВТСП вставками, а также токовводы для НТСП магнитов.

Гибридные магниты NbTi и Nb₃Sn могут генерировать магнитное поле до 19-21 Тл, в связи с падением плотности тока при полях, превышающих 17 Тл. Рекордное значение в 22,3 Тл на магните из NbTi/Nb₃Sn было достигнуто в 2008 году [64].

При этом известно, что для ВТСП лент 2-го поколения отсутствует значительное падение плотности тока в сильных магнитных полях. В этой связи одним из наиболее распространенных применений ВТСП лент является создание вставок в мощные резистивные магниты и сверхпроводящие гибридные магниты из NbTi/Nb₃Sn.

Так, например, в [65] описана вставка из $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8-x}$ в резистивный биттеровский магнит [66] с индукцией магнитного поля 19,94 Тл. Вставка состоит из трех коаксиальных ВСП секций, две внутренние из которых созданы по технологии двойных галет (рис. 1.19).



Рис. 1.19. Вставка из двойных галет [65].

Внешняя секция намотана поверх двойных галет непрерывным слоем и дает поле 0,31 Тл при внешнем поле биттеровского магнита 19,94 Тл. Суммарно, три ВСП секции и намагниченная стальная оплетка магнита дают 5,11 Тл при 4,2 К. Таким образом, суммарное поле составляет 25,05 Тл. Этот магнит был первым магнитом с общей индукцией поля выше 25 Тл и центральным отверстием диаметром 38 мм, и стал важным шагом в создании исследовательских магнитов напряженностью поля более 25 Тл.

Вставка из ВСП первого поколения с высоким значением магнитной индукции была создана в начале 2000-х в Японии [67]. Были применены две коаксиальные вставки из $\text{Bi}(2212)$. Внутренняя вставка при 4,2 К давала 1,97 Тл, находясь во внешнем магнитном поле 21,45 Тл. Вклад в это поле отдельно питаемой ВСП вставки, работающей при 1,8 К, составил 3,44 Тл. Таким образом, общий вклад ВСП соленоида составил 5,41 Тл. Это был один из рекордных результатов, достигнутых на ВСП лентах 1-го поколения.

С помощью лент 2-го поколения удалось значительно улучшить этот результат [68]. ВТСП соленоид, состоящий из 6 двойных галет с общей длиной ленты марки SCS4050 от SuperPower из REBCO-123, равной 462 м, генерировал собственное магнитное поле в 9,81 Тл. Ток в соленоиде при этом составлял 221 А. При этом, в базовом поле 19 Тл и введенном токе 175 А индукция поля ВТСП соленоида составляет 7,8 Тл, что дает суммарное магнитное поле в соленоиде в 26,8 Тл.

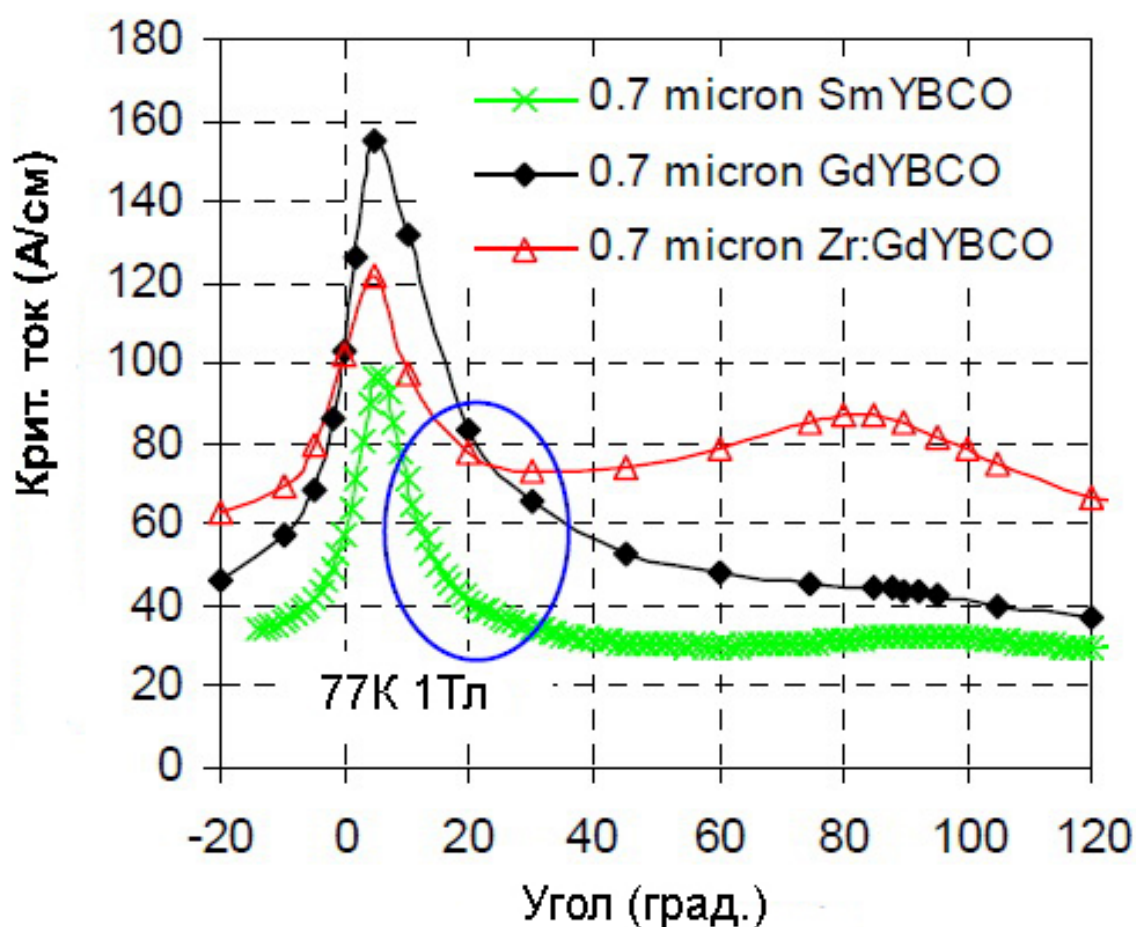


Рис. 1.20. Зависимость критического тока от угла между плоскостью ВТСП пленки и направлением магнитного поля для различных ВТСП материалов [68]. Синий овал – критическая область для производительности соленоида из ВТСП.

В статье [68] также приводятся интересные данные о зависимости критического тока от наклона поверхности ВТСП к направлению магнитного поля (рис. 1.20). Эту зависимость еще называют анизотропией критического

тока в магнитном поле. Самая слабая зависимость у ленты YBCO с цирконием и гадолинием. Разница между «наихудшим» и «наилучшим» значением тока не превышает 100%, в то время как у образцов GdYBCO и SmYBCO разница доходит до 240%.

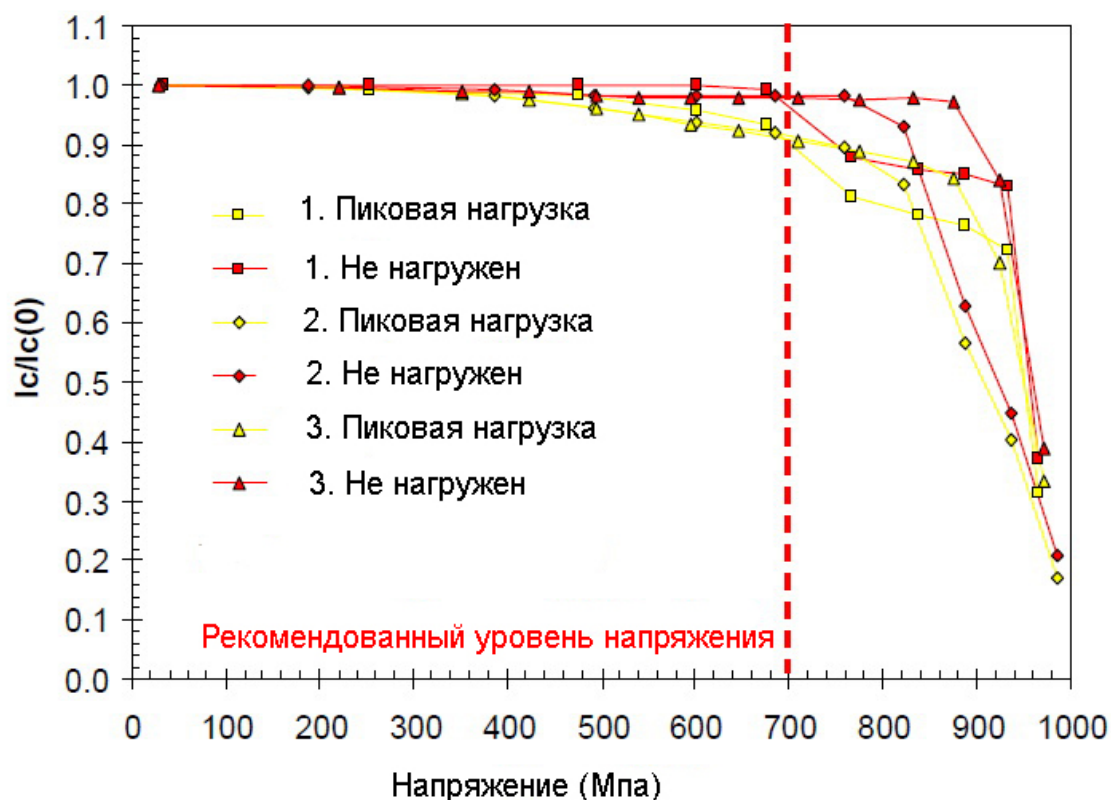


Рис. 1.21. Деградация тока в трех образцах (1,2,3) ВТСП-лент 2-го поколения [68].

Также приводятся важные данные по максимально допустимому механическому напряжению в ВТСП соленоидах (рис. 1.21 и рис. 1.22). Для образцов ВТСП лент 2-го поколения оно не должно превышать 700 МПа.

Сравнение максимальных плотностей тока в зависимости от внешнего магнитного поля можно увидеть на рис. 1.23.

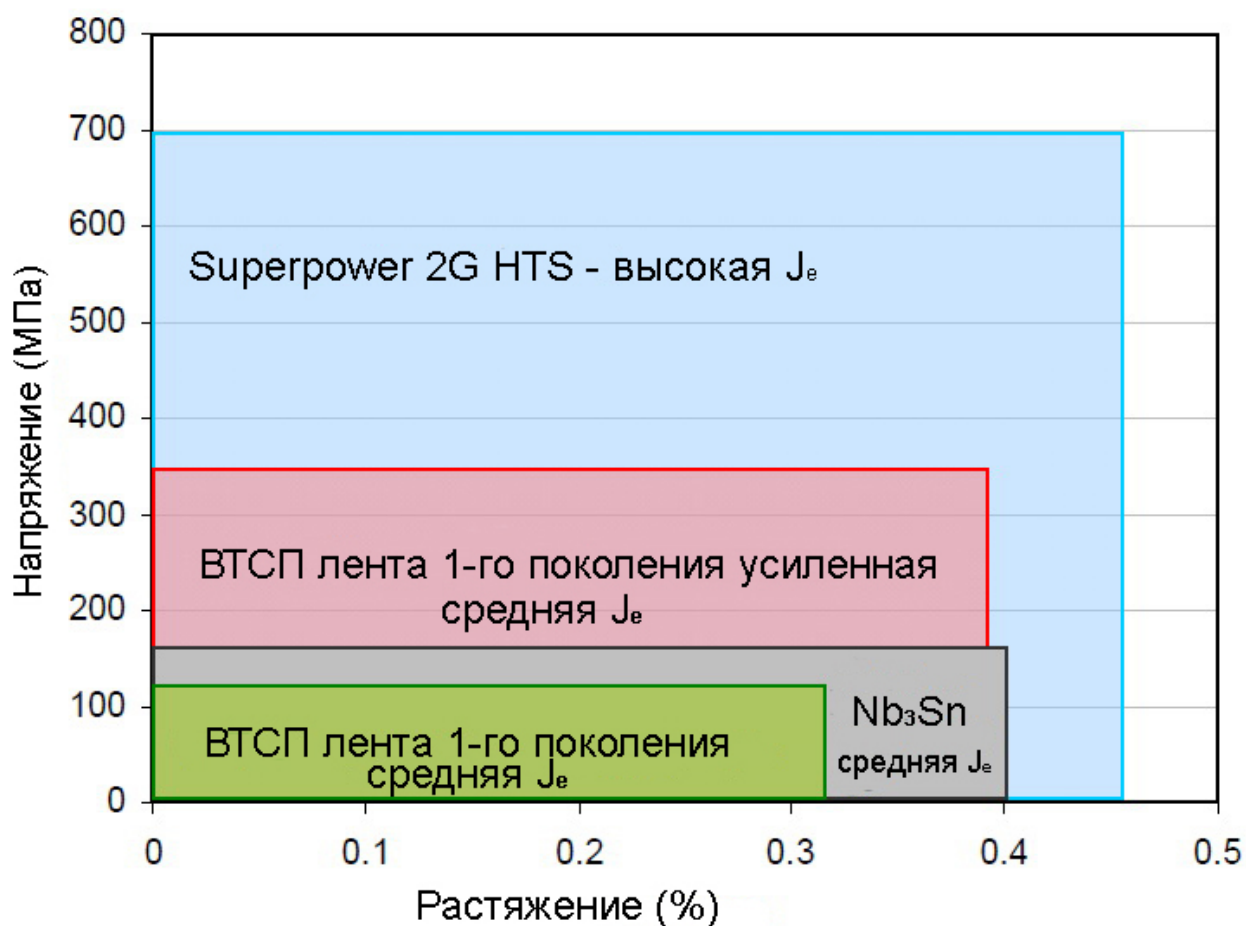


Рис. 1.22. Максимально допустимое механическое напряжение J_e ВТСП-лент 1-го поколения и Nb_3Sn [68].

Для сравнения, ВТСП-ленты 2-поколения допускают механические напряжения до 350 МПа, Nb_3Sn до 170 МПа, а неусиленные ВТСП 1-го поколения и вообще всего 120 МПа.

Установка с рекордным магнитным полем в 33,8 Тл (см. табл. 1.3) была создана в Национальной лаборатории сильных магнитных полей в США, Флорида [69]. Соленоид из ВТСП ленты второго поколения шириной 4,2 мм вставлялся в мощный резистивный магнит 31 Тл с внутренним диаметром 40 мм.

Таблица 1.3. Параметры магнита на 33.8 Тл

Параметр	Значение
Внешний диаметр намотки	36 мм
Внутренний диаметр намотки	25 мм

Рабочий ток (4.2 К, в поле 31 Тл)	325 А
Магнитное поле (4.2 К, в поле 31 Тл)	2,8 Тл
Общее магнитное поле	33,8 Тл

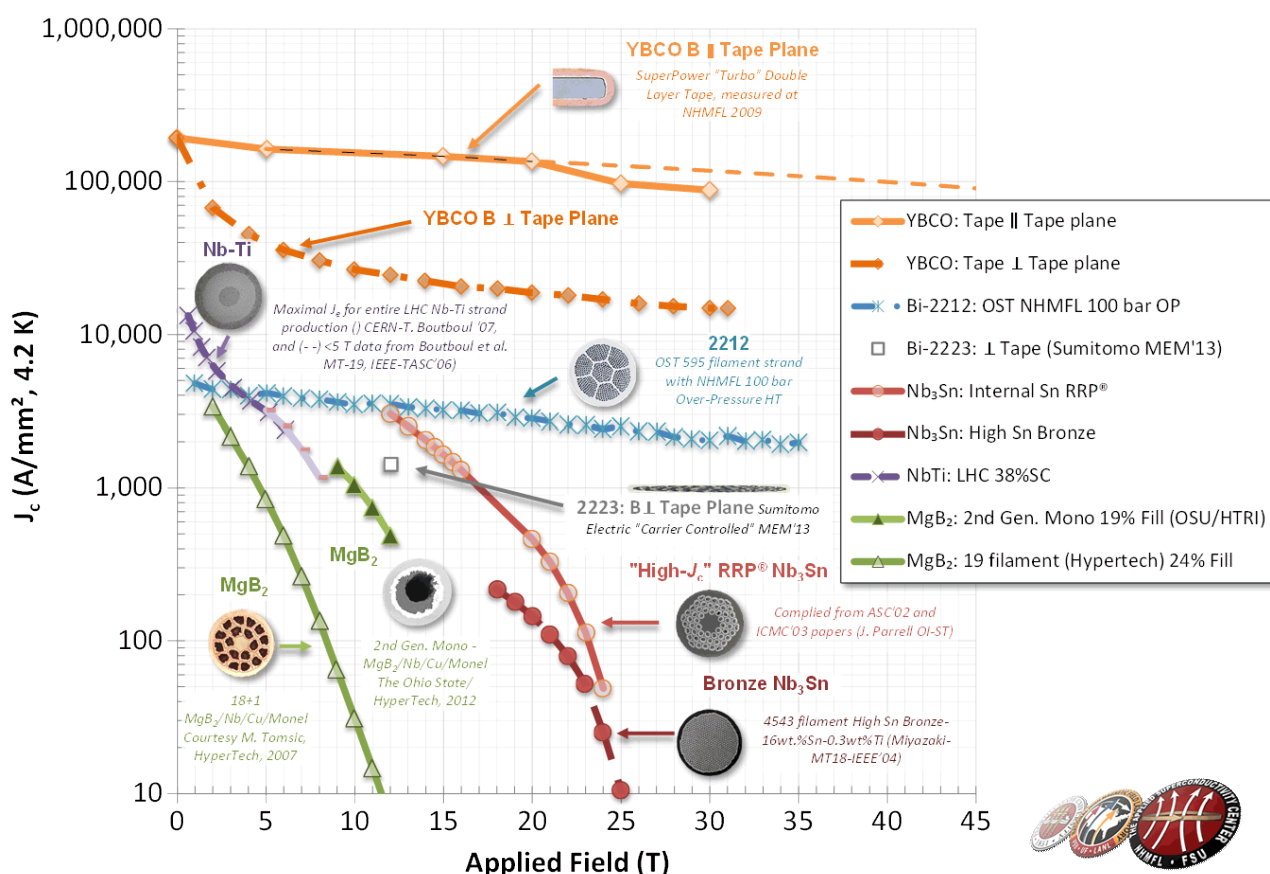


Рис. 1.23. Зависимость максимальной плотности тока от приложенного внешнего поля для различных композитных сверхпроводящих материалов [68].

В 2012 году был представлен интересный проект сверхпроводящего магнита на 32 Тл, где 17 Тл обеспечивается внутренними слоями из REBCO. В статье приводятся расчеты [70] и показаны маленькие тестовые ВТСП соленоиды с сухой намоткой и изоляцией из золь-гель керамики [71].

Вторым и очень важным применением ВТСП в сверхпроводящих соленоидах являются ВТСП-токовводы. С появлением мощных магнитов, охлаждаемых криорефрижераторами, возникла необходимость снижать

теплопритоки к соленоидам. Согласно [72], теоретический оптимальный теплоприток для токовводов из меди составляет 1,04 Вт/А в парах гелия и 47 Вт/А для одного токоввода, охлаждаемого с помощью теплового моста.

Первые расчеты и конструкции гибридных токовводов на основе ВТСП были представлены в 1989 году [73]. В работе оценивались теплопритоки от токовводов в криостат с жидким гелием. С помощью таких токовводов появлялась возможность в 10 раз сократить теплопритоки в криостат. В следующие годы появилась возможность сравнить теоретические расчеты с практическими данными. В рамках работы по европейскому проекту BRITE/EURAM был спроектирован, создан и протестирован токоввод на 1 кА при 20 кВ. Он состоит из медной части, соединяющей фланец комнатной температуры с точкой промежуточной температуры (77К) и трубок из ВТСП материала, проводящих ток в область с гелиевыми температурами.

ВТСП трубки длиной 200 мм, изготовленные из сплава $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{10-\delta}$, находятся в вакууме и охлаждаются посредством тепловой связи с помощью жидкого гелия, а медные части — потоком жидкого азота. В работе представлены результаты тестирования устройства с током 2 кА, вдвое превышающем рабочий номинал. Показано, что ВТСП токовводы вносят в 5 раз меньший теплоприток, чем аналогичные по характеристикам резистивные токовводы.

В 1998 году были созданы токовводы, рассчитанные на несколько кА, при этом конструкция позволяла добавлять и убирать ленты для изменения плотности тока и оптимизации теплопритоков в криостат (рис. 1.24). При этом конструкция токоввода, охлаждаемого парами гелия, позволяет использовать большее число лент вблизи теплого конца с учетом зависимости плотности тока от температуры. В статье [74] приводятся результаты измерения параметров токовводов в гелии при токе 880 А и в азоте при токах до 300 А, а также рассчитан максимально возможный ток при данной конструкции — 5 кА.

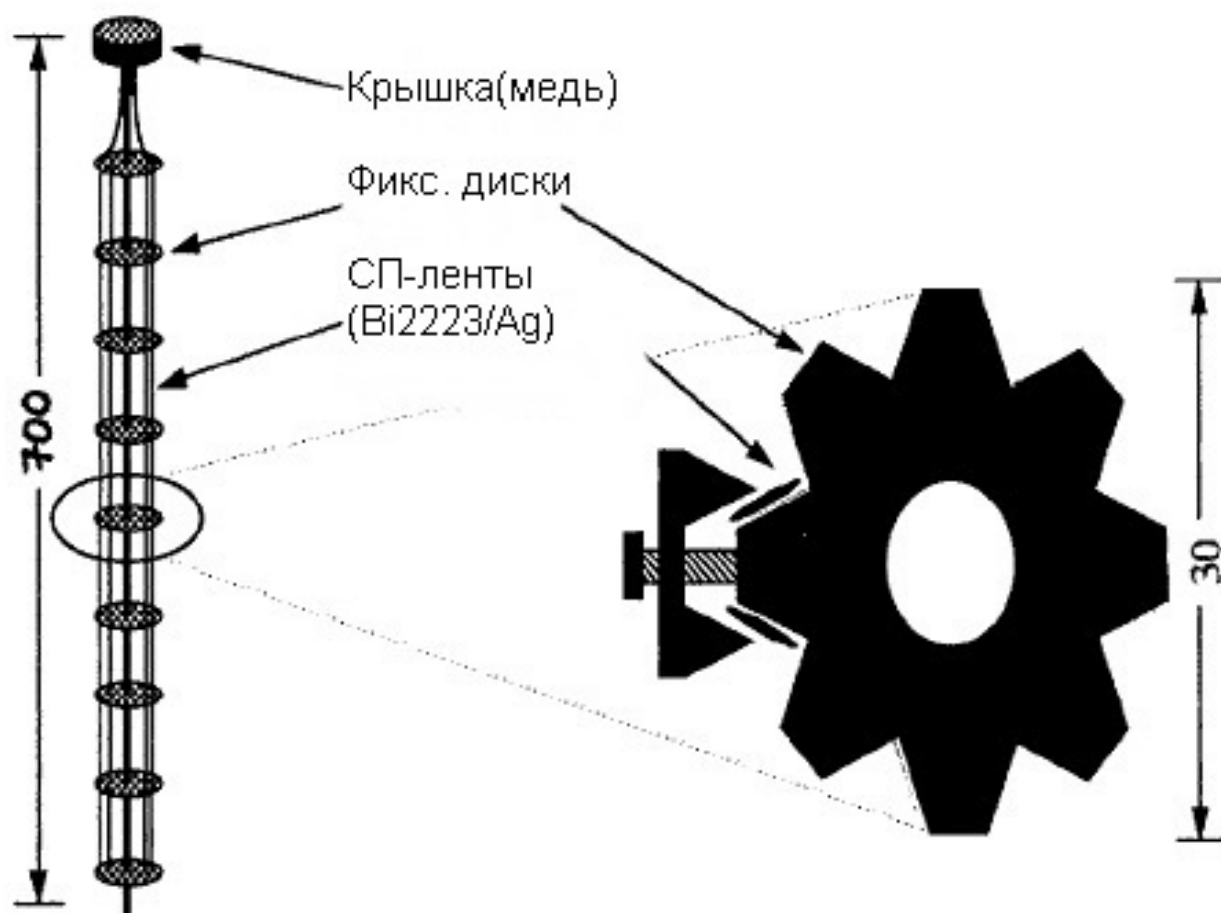


Рис. 1.24. Конструкция токоввода с переменным числом СП-лент [74].

Выводы

Таким образом, к началу работы над диссертацией были известны конструкции сверхпроводящих магнитов, работающие без жидкого гелия. В настоящей работе, используя новые методы и подходы, нами была сконструирована и изготовлена криомагнитная система на 8 Тл с криокулером, которая имеет преимущества по сравнению с имеющимися в литературе аналогами. Если говорить кратко, то преимущества данной установки заключаются в уменьшении габаритов, уменьшении стоимости установки, а также энергозатрат при эксплуатации. Подробнее данный вопрос будет рассмотрен в Главе 5 и Приложении.

ГЛАВА 2. Архитектура и свойства исследованных композитных лент;

экспериментальные методы.

В начале данной главы будут кратко описаны архитектура композитных проводов на основе ReBCO, параметры и технология их получения разными производителями. Важно отметить, что еще год назад на рынке таких изделий не было российских производителей. Однако в 2013 г. компания СуперОкс начала выпуск длинномерных лент-проводов, которые также исследованы в данной работе. Далее будут рассмотрены использованные в настоящей работе экспериментальные методы и описаны экспериментальные результаты, полученные при исследовании влияния термоциклирования и изгиба на сверхпроводящие свойства изученных ВТСП-лент.

.

§ 2.1. Общие сведения о композитных ВТСП проводниках 2-го поколения на основе REBCO(123)

В этом разделе использованы данные с веб-сайтов компаний-производителей, а также результаты, полученные в ходе наших собственных исследований.

Структура ВТСП композитных материалов 2-го поколения

Мы здесь не будем подробно останавливаться на тонкостях технологий получения составляющих композит слоев, назовем лишь использованные методы синтеза.

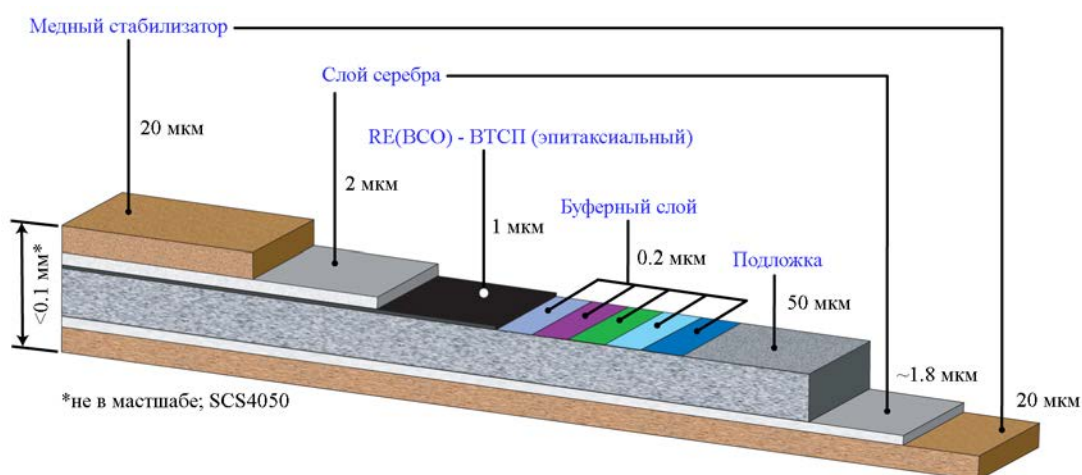


Рис. 2.1. Конфигурация ВТСП ленты YBCO(123) 2-го поколения марки SCS4050 [75].

Вначале опишем архитектуру ВТСП лент компании SuperPower. На рис. 2.1 представлено схематическое изображение ВТСП ленты SuperPower шириной 4 мм (торговая марка SCS4050) со следующими критическими параметрами: плотность критического тока $J_c = 2,2 - 2,5 \text{ MA/cm}^2$ (при $T = 77 \text{ K}$), критическая температура $T_c = 92 \text{ K}$. Композит состоит из сверхпроводящего слоя на основе $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (в принципе вместо иттрия могут использоваться другие редкоземельные элементы, например: Nd, Eu, Gd, Ho) толщиной 1 мкм, полученного методом MOCVD, немагнитной подложки толщиной 50 мкм из сплава хастеллой С 276 (состав в вес. %: 50% Ni, 16% Cr, 12% Mo, 8% Cu, 6% Fe, 2–5% Al, 3–6% прочие примеси) с несколькими буферными слоями, нанесенными методом ионного распыления для получения биаксиальной структуры сверхпроводящего материала, улучшения механической прочности и упругости ленты. Слой сверхпроводника сверху покрыт пленкой серебра толщиной 2 мкм в качестве контактного слоя, а также для защиты от механических повреждений и уменьшения потерь на переменном токе. Лента со всех сторон покрыта 20-микронным слоем меди для герметизации и стабилизации по току. Многослойная структура обеспечивает достижение рекордных сверхпроводящих характеристик ленты при относительно высоких температурах (жидкий азот), возможность получения лент большой длины (до 1

км), стабильность критических параметров, механические свойства, позволяющие изготавливать электротехнические устройства для практических применений.

Лента SF12100. Данная лента производится также компанией SuperPower, она имеет ширину 12 мм и не имеет медной оболочки. Применяется в устройствах ограничителей тока и требует дополнительной технологической обработки в случае практического использования. Толщина подложки здесь вдвое больше, буферные слои те же, что и в случае ленты SCS4050. Такая лента является нестабилизированной, так как сверхпроводящий слой при переходе в нормальное состояние не будет зашунтирован высокопроводящим металлом. В настоящей работе в опытах были использованы образцы лент SuperPower марок SCS 4050 и SF12100.

Проведенные нами исследование структуры ленты SF12100 с помощью просвечивающего электронного микроскопа позволили определить точную толщину и химический состав всех слоев, включая буферные: 93 нм Al_2O_3 , 10 нм Y_2O_3 , 58 нм MgO , 37 нм La_2O_3 , 1 мкм $\text{YBCO}(123)$, 2 мкм Ag [76].

В таблице 2.1 приводятся параметры изученных лент производства SuperPower.

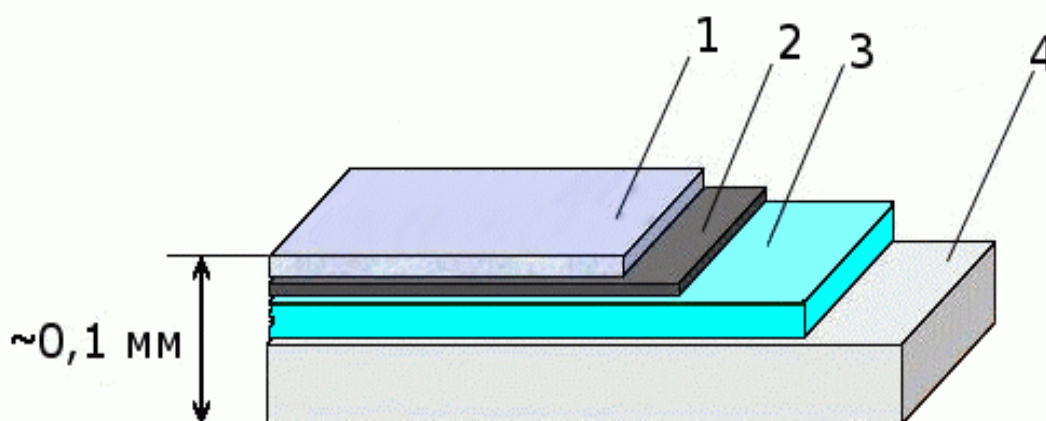


Рис. 2.2. Структура ленты производства компании SuperOx: 1-Ag (толщина 1 мкм), 2-ВТСП плёнка $\text{GdBCO}(123)$ (толщина 1 мкм), 3-буферные слои, 4-подложка из сплава хастеллой С-276 [76].

Таблица 2.1. Параметры ВТСП лент YBCO(123) производства SuperPower, изученных в данной работе

Торговая марка	SCS4050	SF12100
Критическая температура (К)	92	92
Минимальный транспортный критический ток I_c при 77 К (А), 0 Тл	100	300
Ширина ленты (мм)	4	12
Общая толщина (мм)	0,1	0,105
Подложка: материал, толщина (мкм) удельное сопротивление (мкОм × см)	Hastelloy C276, 50 125	Hastelloy C276, 100 125
Критический диаметр намотки (мм)	11	25
Стабилизирующий слой, толщина (мкм)	Медь, 20	отсутствует

12-мм лента GdBCO(123) компании СуперОкс

Архитектура 12-мм ленты этой компании представлена на рис. 2.2.

В компании ЗАО СуперОкс был взят курс на реализацию технологических решений, позволяющих не только получать ВТСП ленты требуемого качества, но и заметно снизить их стоимость. Вначале предпочтение было отдано технологической концепции RABiTS – MOCVD, т.е. в качестве металлической

основы были выбраны ленты с кубической текстурой, полученные с помощью прокатки, а в качестве способа нанесения буферных слоев и слоя ВТСП был выбран метод химического осаждения из паров металлоорганических соединений. В сравнении с более отработанными, но более дорогостоящими, высоковакуумными физическими методами напыления, MOCVD отличается простотой оборудования. Стратегически важным было также решение развивать свою технологию на немагнитной подложке, продиктованное необходимостью снижения потерь на переменном токе. В качестве подложки был выбран сплав хастеллой С-276. На сайте компании не приводится спецификация продукции в полном объеме, поэтому все приведенные данные о ленте получены в настоящей работе.

В 2013 г. компания СуперОкс стала называться Супер-Окс-Япония и наладила выпуск ВТСП ленты 2-го поколения на основе сверхпроводника $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Подложка изготовлена из немагнитного никелевого сплава (марки Hastelloy С276) шириной 12 мм и толщиной 50 мкм. На подложке находятся буферные слои, на которые нанесено высокотекстурированное покрытие из высокотемпературного сверхпроводника. Толщина сверхпроводникового покрытия составляет около 1 мкм, поверх которого нанесен слой серебра толщиной около 1,5 мкм [77].

Действующая пилотная производственная линия указанной компании состоит из нескольких единиц оборудования, включая RF и DC-магнетронные установки для обычного и реактивного распыления металлов и оксидов на движущуюся ленту, напылительную установку с ассистирующим ионным пучком (IBAD) для осаждения текстурированных буферных слоев, оборудование для выращивания слоев методом импульсного лазерного осаждения (PLD) с двумя вакуумными камерами для получения буферных и ВТСП слоев, осаждения слоя серебра посредством DC-магнетронного осаждения, оборудование для окислительного отжига ВТСП лент и аттестации токонесущих свойств резистивным и индуктивным методами. В настоящее время компанией достигнуты уровни по плотности тока до 450 А на 1 см

ширины для слоев ВТСП, а производственные мощности позволяют производить 30 км 12-мм ВТСП ленты в год.

Образцы данной ленты 12-мм ширины, а также 4-мм с медным покрытием исследовались в настоящей работе.

§ 2.2. Экспериментальные методы

В данном параграфе будут описаны физические методики определения функциональных параметров изучаемых композитных ВТСП лент, примененных в настоящей работе.

Критическая температура образцов ВТСП композитных лент определялась из зависимости сопротивления от температуры $R(T)$ в диапазоне 300-4,2 К. Измерения $R(T)$ проводились стандартным четырех-зондовым методом, при этом токовые и потенциальные контакты припаивались индием.

Для измерения критического тока ВТСП лент существуют два основных класса методов: магнитные и резистивные. Магнитные измерения проводят с использованием вибрационных и сквид магнитометров.

В резистивных методах транспортный критический ток ВТСП ленты определяется по вольт-амперным характеристикам. В случае 4-мм лент измерения проводились на постоянном токе четырех-зондовым методом. Через образец, к которому сделаны четыре контакта (два токовых, два потенциальных) пропускается постепенно увеличивающийся транспортный ток от источника постоянного тока. Критическим считается такой ток, при котором между потенциальными контактами возникает электрическое поле напряженностью $E = 1$ мкВ/см. Главное преимущество данного метода – простота. Недостатками является то, что минимальный размер образца для измерений должен быть не менее 30 мм и то, что таким методом затруднительно измерить очень большой критток (более 200 А), особенно если лента не стабилизирована. Следует подчеркнуть, что в настоящей работе

использовались прижимные токовые контакты с прослойкой индия и площадью каждый $0,5-1 \text{ см}^2$ [15],[16]. Сопротивление такого контакта составляет примерно 7 мкОм при 300 К и 2 мкОм при 77 К.

12 мм ленты без стабилизирующего покрытия имеют критический ток примерно 300 А при $T=77 \text{ К}$ и 0 Тл. В этом случае необходимо применять импульсные методы измерения на переменном токе, которые использовались в работах [10],[13]. Измерение критического тока на переменном токе осуществлялось следующим образом. Для электропитания образца на переменном токе был применён токоограничитель трансформаторного типа [78], который служил источником тока для образца ленты, находящейся в сверхпроводящем или резистивном состоянии, и источником напряжения для этого же образца после его перехода в нормальное состояние. При используемой частоте измерений (50 Гц) критический ток по величине близок к измеряемому на постоянном токе. На образец подается серия токовых синусоидальных импульсов длительностью в 2-3 сек, при этом наблюдается изменение тока и напряжения на образце со временем. Автоматизированная система сбора данных производит измерения и передачу в компьютер этих данных. Из серии импульсов используются те скачки тока, при которых переход образца в нормальное состояние происходил при временах более 0,5 сек. и менее 1,0 сек. после момента увеличения тока. В этом случае переход осуществляется за счет небольшого уровня дополнительного подогрева, поэтому начальный ток можно считать критическим током, который может течь через образец как угодно долго, если тепловыделения в контактах малы. Точность определения критического тока описанным методом составляет 1,7%. Преимуществом данного метода по сравнению с измерениями на постоянном токе является гораздо меньший разогрев образца во время измерений, что предотвращает сгорание образца при переходе в нормальное состояние и повышает точность измерений критического тока.

В экспериментах с 12-мм GdBCO лентой СуперОкс без стабилизирующего покрытия, в которой критический ток при $T=77\text{К}$ превышал 300 А, для

измерения резистивным методом на постоянном токе с прижимными контактами данная лента разрезалась в продольном направлении на три части с помощью низкооборотной алмазной резки (толщины алмазного диска 160 мкм) и изготавливались образцы размером примерно $30 \times 4 \times 0,2$ мм³.

Измерение критического тока в сильных магнитных полях

Поведение сверхпроводника в сильных магнитных полях является ключевым параметром для практических применений. Важно, что из-за анизотропии свойств купратных ВТСП во внешнем магнитном поле, необходимо измерять критический ток как в продольной ($I_c \parallel H$), так и в поперечной геометрии ($I_c \perp H$).

Магнитное поле до 8 Тл создавалось безжидкостной магнитной системой на основе сплава NbTi с криокулером с теплым полем, описанной в Главе 5 и Приложении диссертации [17]. Сверхпроводящий магнит этой системы имеет теплый объем диаметром 50 мм по оси магнита, в котором можно проводить измерения критического тока сверхпроводников в жидком азоте, причем в обеих упомянутых выше конфигурациях. К сожалению, возможности криомагнитной системы [17], использованной в экспериментах, не позволяют проводить измерения при температурах ниже точки кипения азота.

Длина образца определялась размером области однородности магнитного поля, которая имела форму сферы радиусом 15 мм. Поэтому все образцы имели длину 2-3 см.

Сквид магнитометрия

Для измерения зависимости критического тока от магнитного поля при температурах 2-100К использовался СКВИД магнитометр. Для этих измерений применялась методика, предложенная в работе [15]. Как и в той работе, измерения проводились на образцах размерами 4×4 мм², которые вырезались из исследуемой ленты. Вначале образец охлаждался до $T = 2$ К и при этой температуре вводилось поле с индукцией $B = 5$ Тл, перпендикулярное

плоскости образца. Затем это поле выключалось и вводилось такое же поле обратного знака. Эта процедура должна была стереть магнитную предысторию образца, чтобы при дальнейших измерениях магнитный момент образца был связан только с токами, индуцированными внешним магнитным полем.

Прилагаемое поле было достаточным, чтобы магнитный момент образца m , измеряемый после выключения поля, не зависел от его величины и, следовательно, определялся плотностью критического тока в отсутствие поля, одинаковой во всем образце и равной I_c/w , где I_c – критический ток и w – ширина образца. Принимая вслед за авторами работы [15], что линии тока отвечают симметрии образца (рис. 2.3), для магнитного момента получим:

$$m = \int_0^{w/2} \pi r^2 J_c^S dr + 4 \int_0^R \pi r^2 J_c^S dr, \quad (2.1)$$

где J_c^S – поверхностная плотность критического тока (верхний индекс S указывает, что ток определяется с помощью СКВИД-магнетометра) и $R \approx w(\sqrt{2}-1)/4$ – максимальный радиус линий тока в углах квадрата (рис. 2.3). После вычислений для плотности критического тока имеем [15]:

$$\frac{I_c}{w} = - \frac{24m}{\pi w^3 \left[1 + \frac{(\sqrt{2}-1)^3}{2} \right]} \quad (2.2)$$

Для измерений плотности критического тока в магнитном поле не проводилась процедура стирания магнитной предыстории образца, и в этом случае заданное магнитное поле не выключалось при измерении магнитного момента.

Сравнение описанного метода с другими методами измерения критического тока показало, что с его помощью критический ток определяется с достаточной точностью.

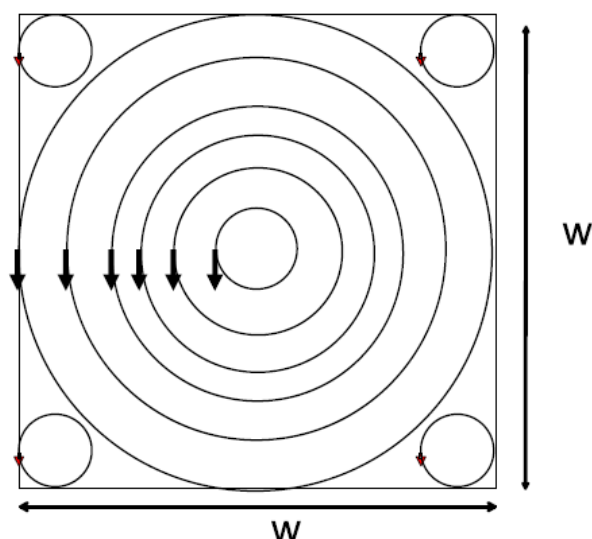


Рис. 2.3. Круговые линии тока в образце

Облучение образцов

Композитные ВТСП материалы имеют сложную архитектуру и обладают иными термодинамическими параметрами по сравнению с пленочными образцами, что должно отразиться на картине генерации радиационных дефектов. К настоящему времени имеется несколько работ, в которых были изучены многослойные образцы ВТСП, подвергнутые воздействию ионизирующих излучений [16],[18],[19]. Однако в большинстве этих работ изучалась намагниченность образцов малого размера с помощью вибрационных магнетометров, которая дает информацию о внутризеренном критическом токе. В наших экспериментах изучался транспортный ток прямыми методами на достаточно больших образцах.

Облучение тяжелыми ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (167 МэВ), $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ) и $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ) проводилось в Лаборатории ядерных реакций имени Г.Н. Флерова в ОИЯИ на ускорителе ИЦ-100. Пучок ионов был направлен перпендикулярно поверхности ленты со стороны серебра, температура образцов в процессе облучения не превышала 100°C. Флюенсы ионного облучения изменялись в диапазоне от 5×10^8 до 10^{13} ион/см². Облучение протонами с энергией 2,5 МэВ проводилось на ускорителях Ван-де-Граафа в Лаборатории им. И.М.Франка ОИЯИ и в НИИЯФ МГУ. Флюенсы для протонов изменялись в пределах от 10^{15} до 10^{17} р/см².

Рентгеновские исследования. Изменение кристаллической структуры сверхпроводника в результате ионного облучения изучалось на рентгеновских дифрактометрах. Многослойная структура ВТСП ленты Ag-YBCO-MgO-хастеллой исследовалась со стороны серебра.

Растровая и просвечивающая электронная микроскопия (РЭМ и ПЭМ).

Исследования проводились на растровом электронном микроскопе FEI XL30 (FEI, Эйндховен, Нидерланды) с рентгеновским микроанализатором INCA (Oxford). Изображения во вторичных и обратно рассеянных электронах были получены при ускоряющем напряжении 1-15 кВ. Исследования на присутствие возможных вторичных фаз и линейных дефектов проводились с помощью ПЭМ (просвечивающего электронного микроскопа) высокого разрешения CM300UT/FEG (FEI, Нидерланды) с использованием режимов светлого поля.

Техника приготовления образцов для электронной микроскопии. Образцы для РЭМ приготавливались полировкой: снимался верхний двухмикронный слой серебра с помощью алмазной пасты на полимерной основе в отсутствие воды.

Образцы для ПЭМ были приготовлены травлением ионами Ag с дальнейшей механической полировкой и разрезанием сфокусированным лучом ионов в микроскопе Quanta 3D (FEI, Нидерланды). Исследования вплоть до атомарного уровня и идентификация фаз были выполнены с помощью данных энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (микроскоп FEI CM300UT/FEG: электронная пушка 300 кВ типа Шоттки, сферическая абберрация 0.65 мм, хроматическая абберрация 1.2 мм, максимальное разрешение 0.11 нм), с помощью электронной дифракции и Фурье преобразования полученных изображений.

§ 2.3. Влияние термоциклирования и изгиба на критический ток ленты на основе GdBaCuO .

Важным показателем качества сверхпроводящих композитных лент является стабильность их свойств по отношению к многократному охлаждению и нагреву. Кроме того, поскольку эти ленты используются для различных обмоток (соленоиды, трансформаторы и пр.), необходима количественная информация о допусках диаметра изгиба ВТСП-лент, при которых не происходит ухудшения токонесущих свойств. В настоящем параграфе описаны эксперименты по влиянию термоциклирования и изгиба на критический ток ленты на основе $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, архитектура которой показана на рис. 2.2. Но вначале мы приведем результаты рентгеноструктурного анализа этой ленты[96].

Регистрация дифрактограмм ленты $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ шириной 12 мм проводилась на автоматическом рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 в геометрии Брегга-Брентано. На рис. 2.4 приведены дифрактограммы ленты, полученные при различных условиях наблюдения. Дифрактограммы, изображенные на рис. 2.4а и б, измерялись со стороны слоя Ag, дифрактограмма, показанная на рис.2.4с – со стороны подложки. Дифрактограмма а отвечает расположению образца в центре. Дифрактограмма б получена после смещения образца на 4 мм от его центра. Индексами (003) - (009) отмечены различные порядки отражения от плоскости (001) $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Буквой S отмечены отражения от металлической подложки. Отражения от слоя серебра обозначены Ag. Буквой b обозначены отражения от материалов оксидных буферных слоев, входящих в состав ленты. Из сравнения дифрактограмм можно заключить, что слой ВТСП хорошо текстурирован. Это проявляется в различии относительных интенсивностей рефлексов от слоев сверхпроводника и серебра на рис. 2.4 а и б. Интенсивность рентгеновских отражений критически зависит от степени текстурированности

тонкопленочного материала, и это наблюдение, по всей видимости, свидетельствует о том, что слой ВТСП неоднороден по ширине. Помимо этого, интенсивность может определяться толщиной ВТСП слоя, но предположение о неоднородности толщины маловероятно, исходя из особенностей процесса лазерного осаждения, обеспечивающего высокую степень контроля за однородностью покрытия.

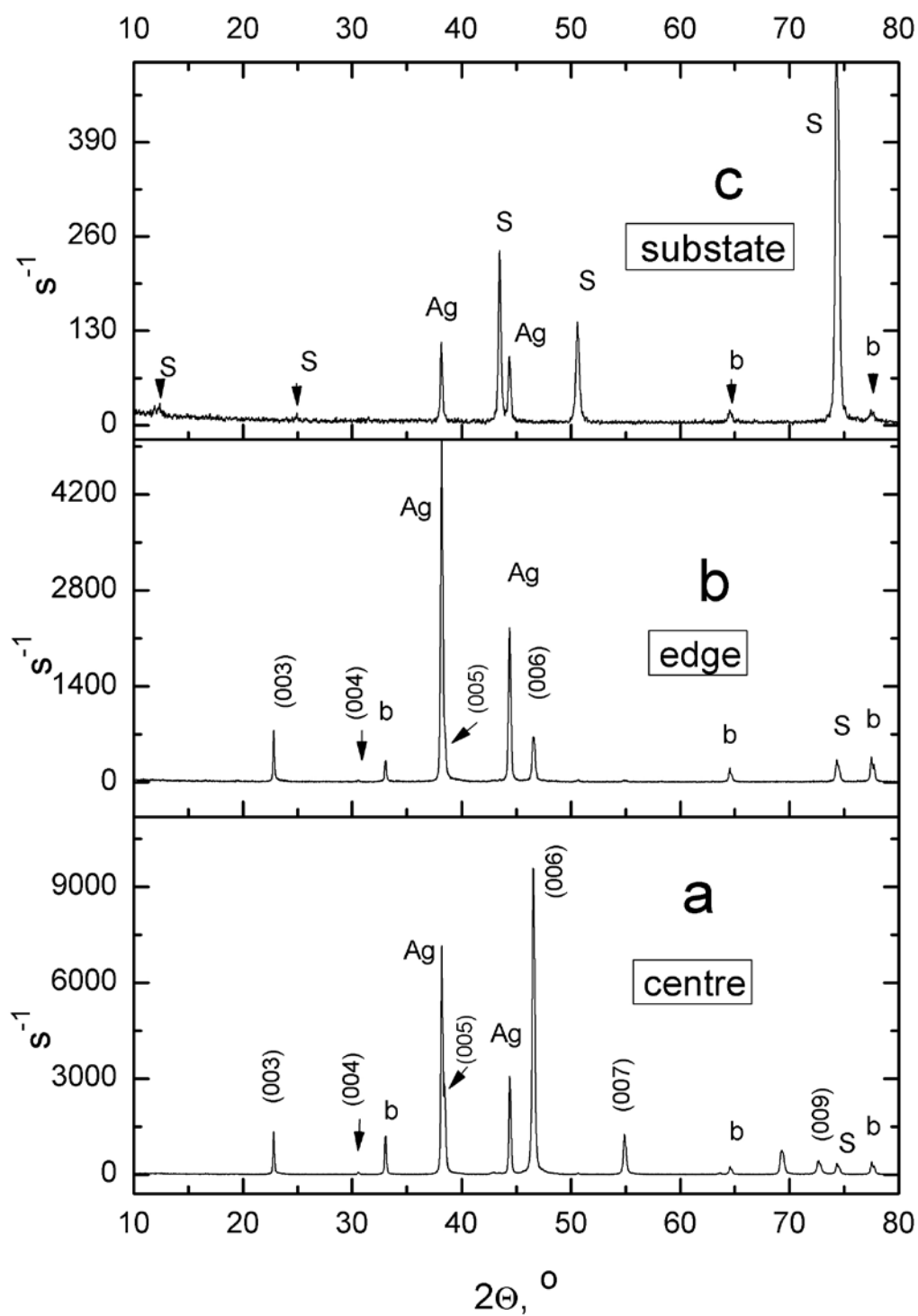


Рис. 2.4. Дифрактограммы образца ВТСП ленты GdBCO-123 (размеры образца $12 \times 20 \times 0,06 \text{ мм}^3$). Дифрактограмма **a** отвечает центру образца, **b** – его краю (по ширине ленты); **a** и **b** – регистрация со стороны слоя серебра, **c** – со стороны подложки.

Перейдем к описанию экспериментов по изучению влияния термоциклирования на критический ток ВТСП ленты $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ при $T=77\text{ K}$ в нулевом внешнем магнитном поле. Измерения проводились на 4-мм ленте, полученной с помощью разрезания алмазной пилой исходной ленты шириной 12 мм. Образец охлаждался до 77 K и измерялся его критический ток. Далее производился нагрев до комнатной температуры, затем образец вновь охлаждался до температуры кипения жидкого азота, и производилось повторное измерение критического тока. После 10 циклов критический ток ленты снизился на 11% (рис. 2.5).

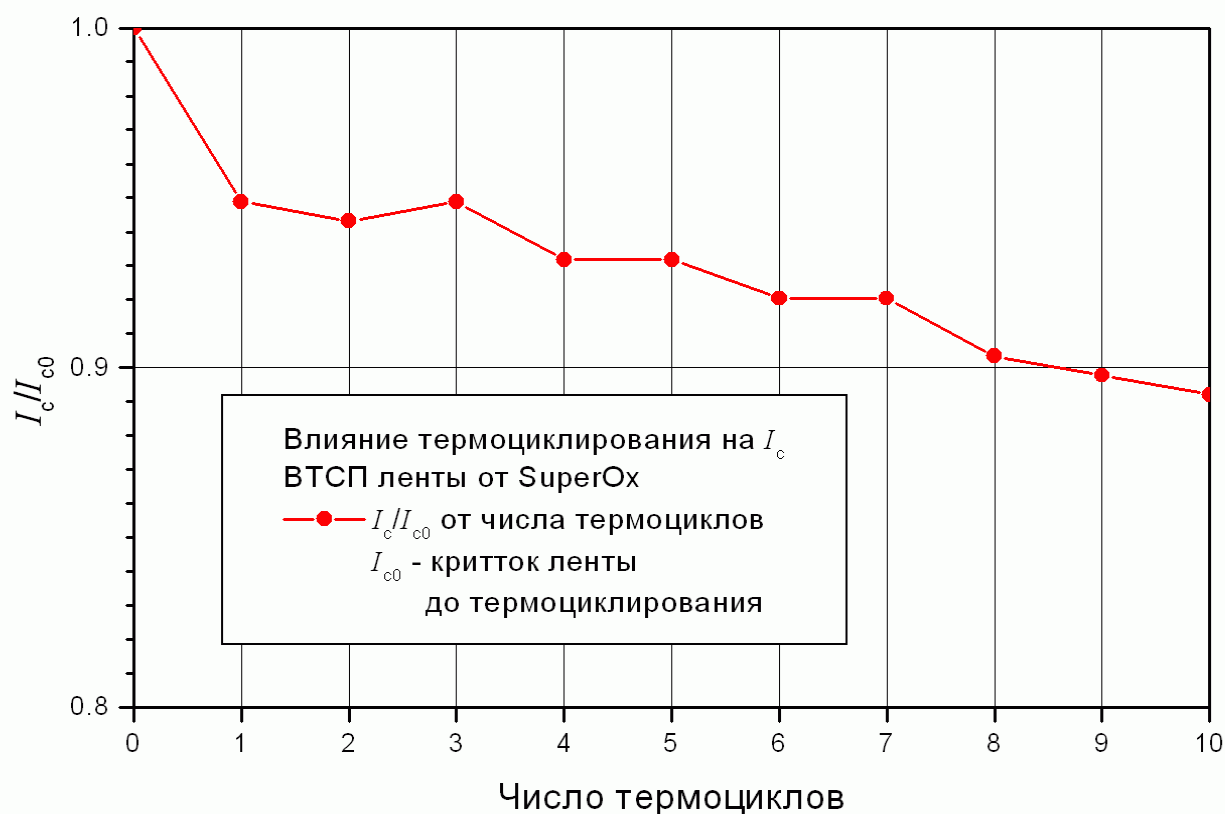


Рис. 2.5. Относительное уменьшение критического тока ВТСП ленты $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ при термоциклировании. Охлаждение производилось до температуры жидкого азота.

Для создания устройств на основе ВТСП лент, таких как трансформаторы, кабели, токоограничители, магниты необходимо знать

критический диаметр изгиба ВТСП ленты. Критическим диаметром называется минимальный диаметр намотки ленты, при котором критический ток снижается менее чем на 5%. Для проведения эксперимента был использован образец ленты на основе $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ длиной 30 мм и шириной 4 мм с заранее измеренным критическим током. Данный отрезок ленты наматывался на металлические стержни (подложкой к стержню) разного диаметра и удерживался в таком положении в течение пяти минут. Затем образец снимался со стержня и у него повторно измерялся критический ток. Критическим диаметром (D_{crit}) считался минимальный диаметр, для которого $I_c/I_{c0} > 0,95$, а при любом меньшем диаметре $I_c/I_{c0} < 0,95$. Из рис. 2.6 видно, что $D_{\text{crit}} \approx 16,6$ мм.

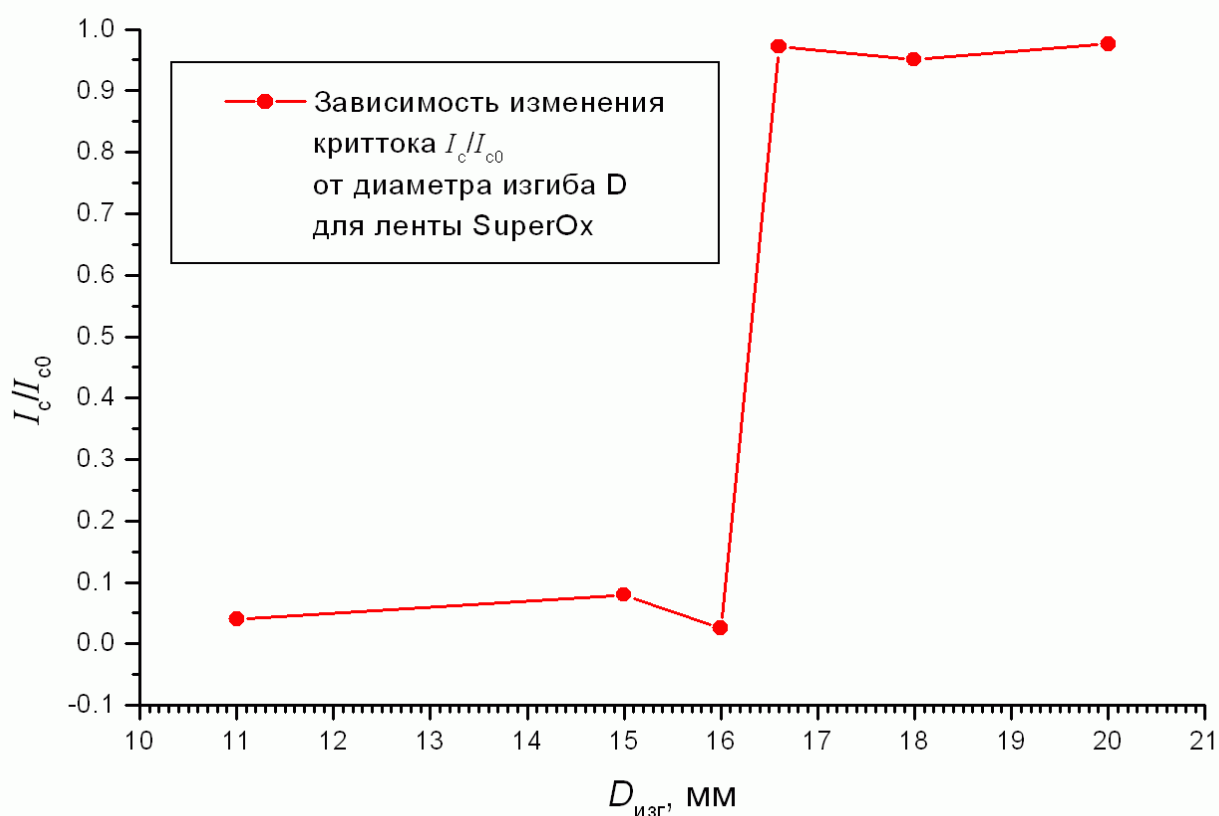


Рис. 2.6. Зависимость критического тока в относительных единицах от диаметра изгиба ленты $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

ГЛАВА 3. Радиационные дефекты в композитных ВТСП лентах 2-го поколения

В данной главе представлены результаты по изучению ВТСП лент 2-го поколения, облученных тяжелыми высоко энергичными ионами, полученные в ходе выполнения настоящей работы в 2008-2015 г.г. Как уже отмечалось во Введении, вплоть до настоящего времени на практике используются лишь НТСП, работающие при гелиевых температурах. Хотя сверхпроводимость в сложных оксидах меди была открыта более 25 лет назад и потенциал этих уникальных соединений, имеющих критическую температуру выше точки кипения жидкого азота, был очевиден сразу после их открытия, потребовалось длительное время для разработки сложнейших технологий, обеспечивших получение композитных лент-проводов, которые по своей надежности были бы сравнимы с металлическими проводниками тока, например, из меди.

Венцом усилий ученых и инженеров всего мира было создание гибких длинномерных многослойных ВТСП проводов 2-поколения, которые имеют плотность критического тока выше 1 MA/cm^2 при 77K в собственном магнитном поле. Поскольку по своей природе указанные материалы имеют сильную анизотропию токонесущих свойств, быстрое уменьшение плотности криттока в магнитных полях, в частности, в случае приложения поля вдоль оси c , ставит ограничения для применения таких проводов в моторах, трансформаторах, генераторах, соленоидах и системах МРТ. Таким образом, улучшение свойств уже сформированных проводов 2G является одним из приоритетных направлений в развитии технологий таких проводов. Для повышения критического тока сверхпроводников (СП) в магнитных полях традиционно используется введение искусственных центров пиннинга для закрепления абрикосовских вихрей. Одним из методов создания таких центров пиннинга является генерация в СП радиационных дефектов, которые могут быть созданы при обработке СП ионизирующими излучениями. Такие исследования имеют большую актуальность и с точки зрения радиационной стойкости композитных ВТСП проводов, поскольку СП традиционно

используются в физике высоких энергий для создания мощных магнитных систем.

§ 3.1. Радиационная стойкость и генерация центров пиннинга в многослойных ВТСП под действием ионизирующих излучений

В связи с возможностью практического применения магнитных систем на основе ВТСП в установках атомной энергетики и ускорительной техники результаты исследования радиационной стойкости ВТСП композитов становятся весьма актуальными. Уже отмечалось, что изучение радиационных эффектов в сверхпроводниках является принципиально важным как для понимания природы сверхпроводимости, так и для изучения возможностей по улучшению сверхпроводящих свойств для практических применений. В последние годы в ФИАН и ИОФАН совместно с Лабораторией ядерных реакций им. Г.Н. Флерова ОИЯИ было начато изучение влияния тяжелых ионов на критический ток в композитных сверхпроводниках 2-го поколения на основе YBCO(123)[10],[13]. В этом разделе обобщаются результаты этих исследований и представлены новые данные, связанные с изучением треков тяжелых ионов в ВТСП композитах как расчетные, так и экспериментальные, полученные с помощью электронной микроскопии высокого разрешения.

Расчеты удельных ионизационных и упругих потерь энергии ионов в многослойных ВТСП различной архитектуры в программе TRIM показали, что длина пробега ионов с энергией 1,2 МэВ/а.е.м. в ВТСП композите составляет 10 мкм, поэтому для экспериментов были выбраны образцы без медной оболочки, а именно, нестабилизированная лента второго поколения SF12100 компании SuperPower. Inc. Архитектура образцов была описана в §2.1.

Было исследовано влияние облучения тяжелыми ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ), $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (167 МэВ) и $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ) на критическую температуру (T_c) и критический ток (I_c) указанных образцов размерами $20 \times 12 \times 0,1$ мм³.

Определены зависимости T_c и I_c (при 77K) от дозы облучения. Флюенсы ионов изменялись в пределах $5,0 \times 10^8 \div 2,5 \times 10^{14}$ ион/см².

В Таблице 3.1 представлены наборы доз, использованные при облучении образцов ионами Ar, Xe и Kr. Критическая температура образцов измерялась четырех-зондовым методом на постоянном токе в диапазоне 300- 77 К.

До и после облучения измерялся транспортный критический ток при температуре кипения жидкого азота на переменном токе с применением импульсной схемы, описанной в работе [78]. Использовались прижимные токовые контакты с площадью 1 см². Точность измерения тока составляла 1,7%. Критические параметры исходных образцов следующие: $T_c = 92$ К, $I_c = 270$ А (при $T = 77$ К в собственном магнитном поле).

Результаты, полученные в ходе работы, опубликованы в статье [14].

Таблица 3.1. Наборы доз, использованные для облучения ВТСП образцов различными ионами.

Тип частиц, Энергия	Флюенсы облучения, ион/см ²				
¹³² Xe ²⁷⁺ , 167 МэВ	5.0×10 ⁸	2.0×10 ⁹	5.0×10 ⁹ 1.0×10 ¹⁰	2.0×10 ¹⁰ 1.2×10 ¹¹	5.0×10 ¹² 1.0×10 ¹³
⁸⁶ Kr ¹⁷⁺ , 107 МэВ	2.0×10 ¹⁰	6.0×10 ¹⁰	2.0×10 ¹¹	6.0×10 ¹¹	2.0×10 ¹²
⁴⁰ Ar ⁸⁺ , 48 МэВ	2.0×10 ¹⁰	1.0×10 ¹¹	5.0×10 ¹¹	1.0×10 ¹²	4.0×10 ¹²

На рис. 3.1 представлены зависимости критического тока I_c и критической температуры T_c от флюенса облучения ионами аргона. Видно, что при малых флюенсах происходит увеличение критического тока. Однако, затем критический ток начинает уменьшаться с ростом дозы облучения и при возрастании флюенса до $\Phi \sim 10^{13}$ ион/см² его величина не превосходит 10% от

исходного (до облучения) значения; при приближении к флюенсам $\Phi \sim 10^{13}$ ион/см² начинается снижение критической температуры.

На рис. 3.2 приведены аналогичные зависимости для облучения ионами криптона. При флюенсе $\Phi \cong 6 \times 10^{10}$ ион/см² при 77 К в собственном поле происходит небольшое увеличение критического тока (5%), а затем начинается его резкое уменьшение вплоть до нуля при $\Phi \cong 2 \times 10^{12}$ ион/см². При данном значении флюенса только начинается уменьшение критической температуры, которая обращается в нуль при $\Phi \sim 10^{13}$ ион/см².

На рис. 3.3 представлены зависимости I_c и T_c от флюенса облучения ионами ксенона, при этом видно, что до флюенса 6×10^9 ион/см² происходит увеличение критического тока примерно на 20%. Однако при возрастании флюенса до $\Phi \sim 6 \cdot 10^{11}$ ион/см² критический ток не превосходит 1% от исходного и при этом же флюенсе начинается резкое снижение критической температуры. При флюенсе ионов ксенона $\Phi \sim 6 \times 10^{12}$ ион/см² сверхпроводимость исчезает.

На рис. 3.4 показано поведение критической температуры при увеличении флюенсов для ионов аргона, ксенона и криптона; дозы, при которых T_c обращается в нуль. Эти значения флюенсов определяют пороги разрушения сверхпроводимости. Для ионов аргона порог разрушения не был достигнут, можно только предположить, что он будет примерно при $\Phi = 10^{14}$ ион/см². Необходимо также отметить, что падение критического тока начинается при меньших флюенсах, чем снижение критической температуры.

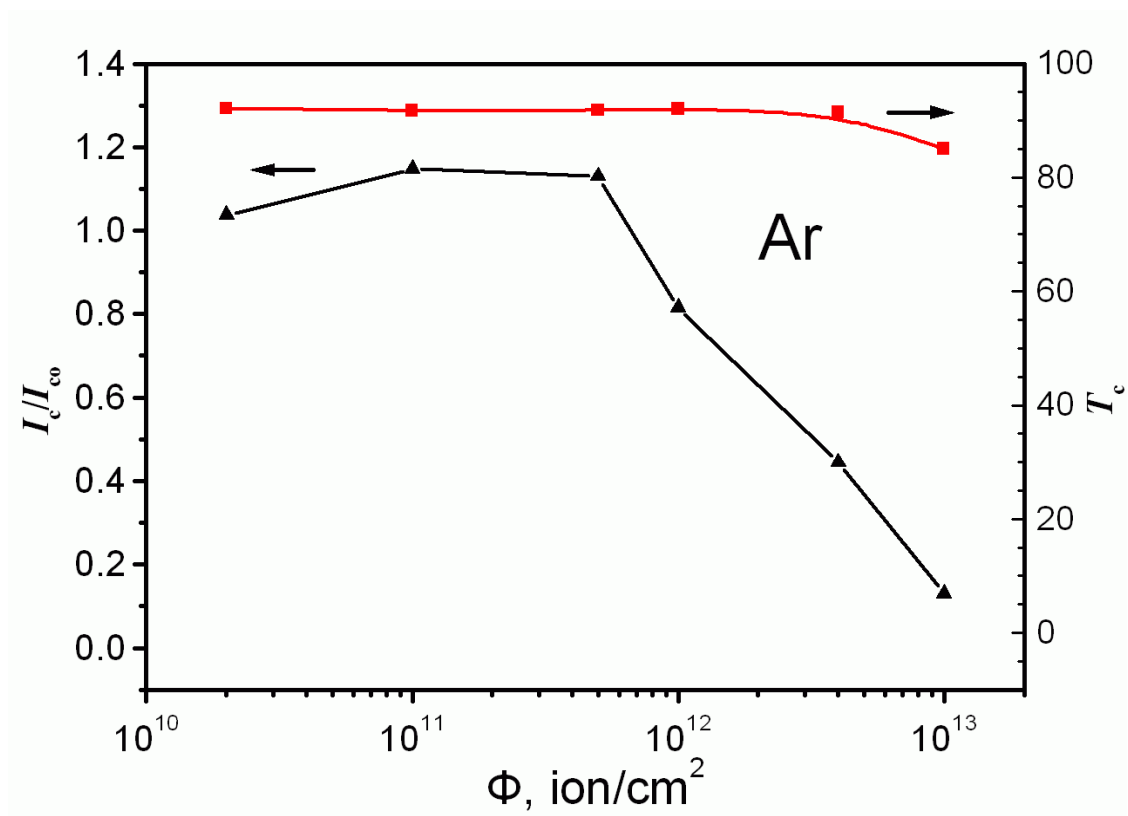


Рис. 3.1 Зависимость I_c/I_{c0} (▲) и T_c (■) для ленты SF12100 от флюенса облучения ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$.

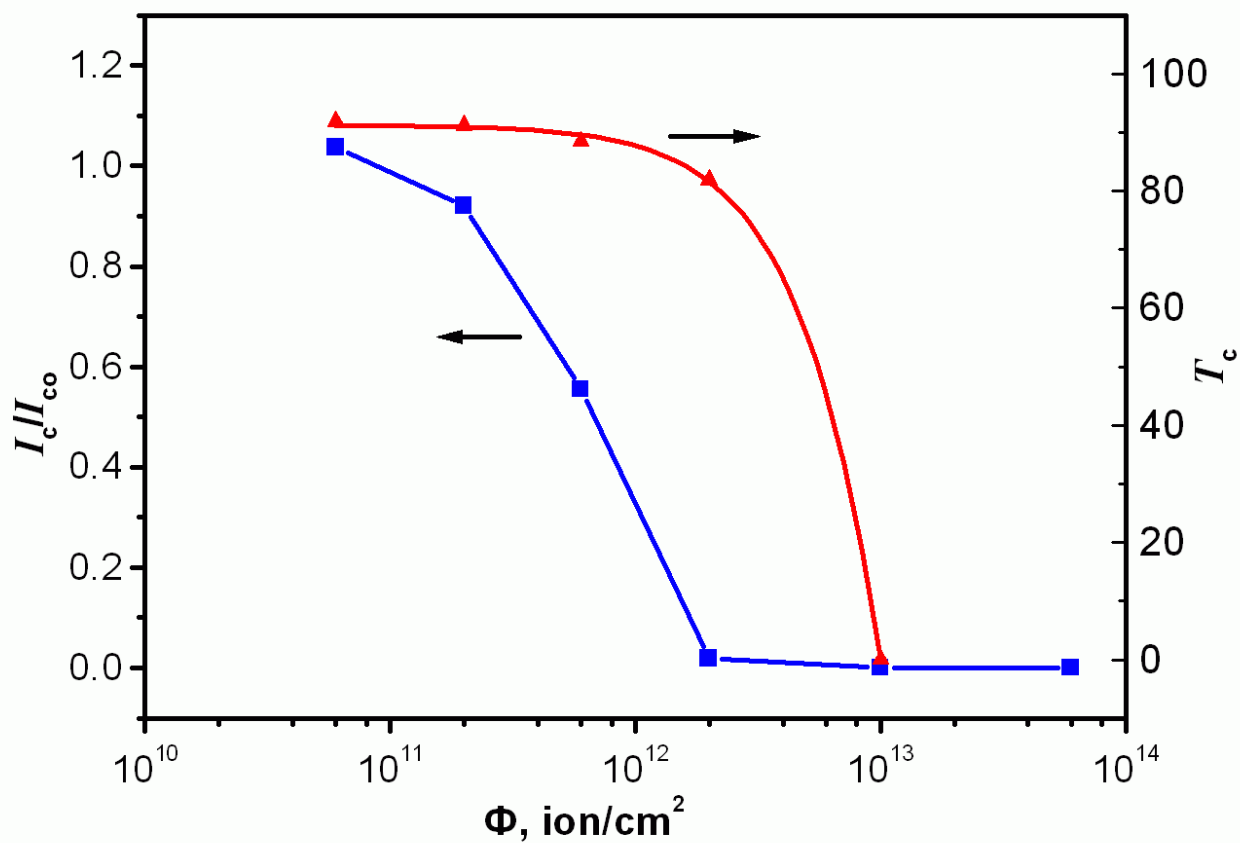


Рис. 3.2. Зависимость I_c/I_{c0} (■) и T_c (▲) для ленты SF12100 от флюенса облучения ионами $^{86}\text{Kr}^{17+}$.

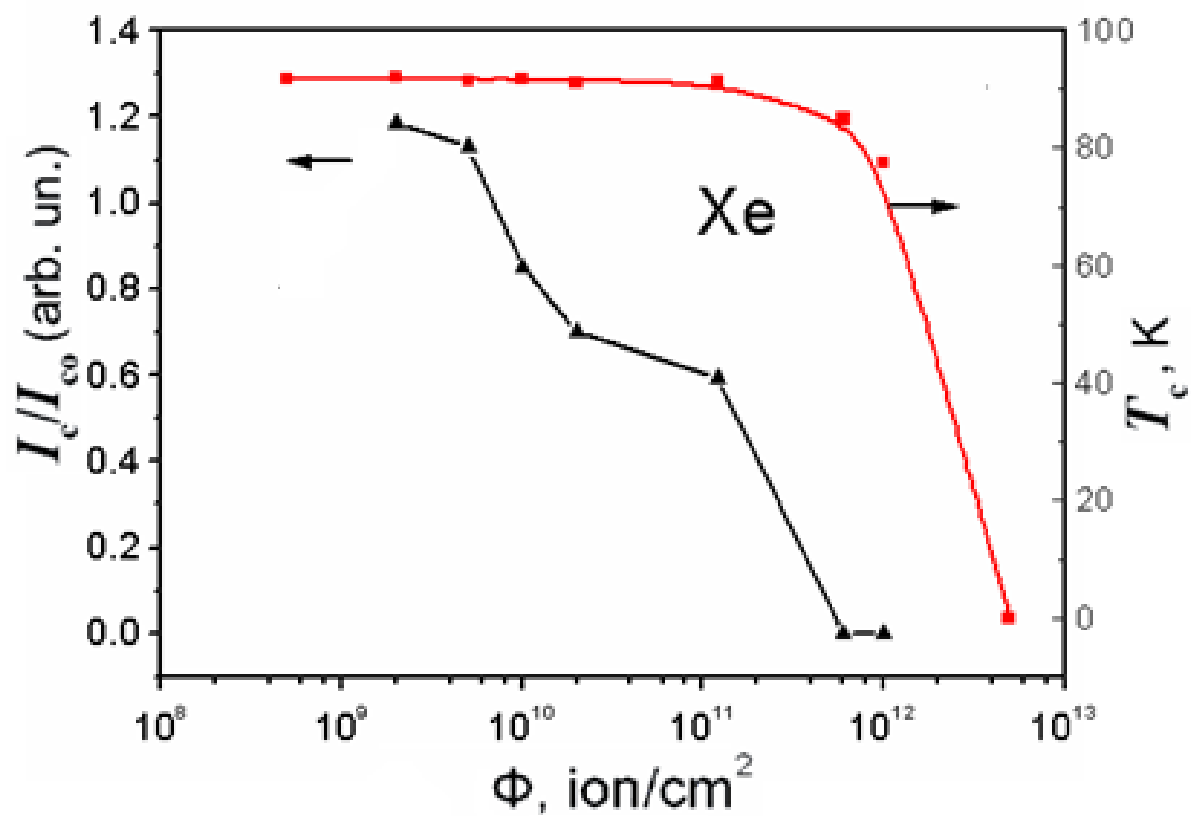


Рис. 3.3 Зависимость I_c/I_{c0} (▲) и T_c (■) для ленты SF12100 от флюенса облучения ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$.

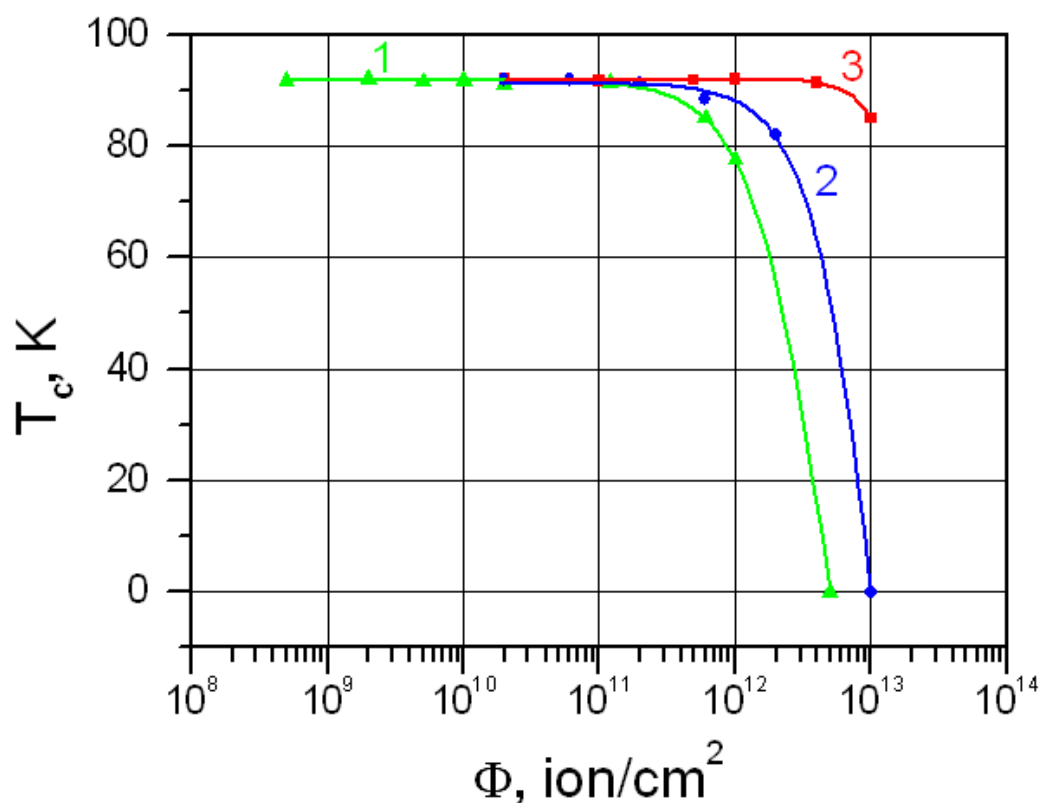


Рис. 3.4. Зависимости T_c для ленты SF12100 от флюенсов облучения ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (1), $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (2) и $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (3).

§ 3.2. Формирование треков тяжелых ионов в композитных ВТСП. Расчеты в рамках модели термического пика

Треком тяжелой заряженной частицы в твердом теле принято называть разупорядоченную область вокруг траектории этой частицы в материале, созданную за счет температурных эффектов, вызванных ионизационными потерями энергии частицы, в нашем случае иона, приводящих к расплавлению и последующей рекристаллизации или аморфизации этой области.

В данном разделе будут приведены результаты расчётов по модели термического пика (МТП) [79] временной зависимости температуры решетки слоя ВТСП и радиального профиля температуры слоя ВТСП при облучении ионами Хе (167 МэВ), Кр (107 МэВ) и Ар (48 МэВ). Эти зависимости, как будет

показано, позволят оценить размеры треков ионов, которые и являются центрами пиннинга абрикосовских вихрей.

Качественно процессы, происходящие в твердом теле при взаимодействии с тяжелым ионом высокой энергии, опишем, следуя работе [83]: при торможении иона он теряет свою энергию на возбуждение электронов и ионизацию атомов решетки. Процессы релаксации возбужденных электронов следующие: электрон-электронное рассеяние с временем релаксации τ_{e-e} порядка 10^{-15} - 10^{-13} с и электрон-фононное рассеяние с временем релаксации τ_{e-ph} порядка 10^{-13} - 10^{-12} с. Окончательное установление температуры кристаллической решетки происходит благодаря фонон-фононному рассеянию за время τ_{ph-ph} примерно равное 10^{-12} с. Значительно меньшая часть энергии иона расходуется на прямое возбуждение колебаний кристаллической решетки [81].

В модели термического пика для расчета треков ионов в твердых телах используются уравнения теплопроводности для электронной подсистемы и кристаллической решетки (ионная подсистема). В цилиндрических координатах с учетом аксиальной симметрии относительно пучка ионов эту систему уравнений для многослойных структур можно записать в виде (ось z направлена вдоль пучка) [80]:

$$C_e^j(T_e^j) \times \frac{\partial T_e^j}{\partial t} = \frac{1}{r} \times \frac{\partial}{\partial r} \left(r \times \lambda_e^j(T_e^j) \times \frac{\partial T_e^j}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda_e^j(T_e^j) \times \frac{\partial T_e^j}{\partial z} \right) - \\ - g(T_e^j) \times (T_e^j - T_i^j) + A_{ion}^j(r, z, t), \quad (3.1)$$

$$C_i^j(T_i^j) \times \frac{\partial T_i^j}{\partial t} = \frac{1}{r} \times \frac{\partial}{\partial r} \left(r \times \lambda_i^j(T_i^j) \times \frac{\partial T_i^j}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda_i^j(T_i^j) \times \frac{\partial T_i^j}{\partial z} \right) + \\ + g(T_e^j) \times (T_e^j - T_i^j) + A_{phonon}^j(r, z, t). \quad (3.2)$$

где j – порядковый номер слоя. Численные расчеты были выполнены для ленты SF12100 без медного покрытия, отсутствие которого позволяло ионам проникать сквозь весь слой ВТСП. В этом случае $j=1$ - слой серебра ($0,0 \text{ мкм} \leq z \leq 2,0 \text{ мкм}$), $j=2$ – слой сверхпроводника ($2 \text{ мкм} \leq z \leq 3 \text{ мкм}$) и $j=3$ –

подложка из хастеллоя ($z \geq 3,0 \text{ мкм}$). Индексами e и i отмечены параметры электронной и ионной подсистем, соответственно.

Эту систему уравнений необходимо дополнить функциями источников для электронной и ионной подсистем:

$$A_{ion}^j(r, z, t) = b_{ion} \times S_{inel}^j(z) \times \exp\left(-\frac{(t-t_{0,j})^2}{2\sigma_{t,j}^2}\right) \exp\left(-\frac{r}{r_0^j}\right) \quad (3.3)$$

$$A_{phonon}^j(r, z, t) = b_{phonon} \times S_{phonon}^j(z) \times \exp\left(-\frac{(t-t_{0,j})^2}{2\sigma_{t,j}^2}\right) \exp\left(-\frac{r}{r_0^j}\right) \quad (3.4).$$

В выражениях (3.1)-(3.4) C_e^j , λ_e^j , C_i^j , λ_i^j - удельные теплоемкости и теплопроводности электронной подсистемы и решетки в j -ом слое, T_e^j , T_i^j - температуры электронов и решетки, g - константа электрон-фононного взаимодействия, $A_{ion}^j(r, z, t)$, $A_{phonon}^j(r, z, t)$ - функции источников, описывающих ионную и электронную подсистемы, b_{ion} , b_{phonon} - константы, r_0^j , $t_{0,j}$ - начальные радиус и момент времени.

Функция источника для уравнения теплопроводности решетки, учитывающая потери энергии ионов на фононные возбуждения $S_{phonon}^j(z)$ впервые введена в МТП в работе [81].

Неупругие потери энергии на возбуждение электронов $S_{inel}^j(z)$ и фононов $S_{phonon}^j(z)$, входящие в выражения (3.3) и (3.4) были вычислены с использованием компьютерной программы TRIM-2008 [82]. Плотность ВТСП ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$) была взята равной $5,51 \text{ г/см}^3$. Расчеты были выполнены для использовавшихся в наших экспериментах тяжелых ионов с большими зарядами ядер ($Z_{Ar}=18$, $Z_{Kr}=36$ и $Z_{Xe}=54$) и сильно различающимися значениями ионизационных энергетических потерь $S_{inel}^j(z)$ и, соответственно, образующими в слое ВТСП дефекты различных размеров для пиннинга вихрей Абрикосова.

Начальные и граничные условия для численного решения уравнений (3.1) и (3.2) можно записать в виде:

начальное условие:

$$T_{e,i}^j(r, z, 0) = T_0 = 300K \quad (3.5)$$

граничные условия на границе раздела внешнего слоя:

$$\left. \frac{\partial T_{e,i}^j(r, z, t)}{\partial r} \right|_{r=0} = 0, \quad \left. \frac{\partial T_{e,i}^1(r, z, t)}{\partial z} \right|_{z=0} = 0, \quad \left. \frac{\partial T_{e,i}^m(r, z, t)}{\partial z} \right|_{z=0} = 0, \quad (3.6)$$

$$T_{e,i}^j(R_{\max}, z, t) = T_{e,i}^j(r, Z_{\max}, t) = T_{e,i}^m(R_{\max}, z, t) = T_{e,i}^m(r, Z_{\max}, t) = T_0. \quad (3.7)$$

В выражениях (3.5)-(3.7) индекс $j = 1, 2, \dots, 3$, T^1 и T^m – температура первого слоя и слоя m , $R_{\max}$ и $Z_{\max}$ – максимальный радиус и глубина проникновения в слой. При этом на границах раздела слоев из-за различий в условиях изготовления многослойных лент и разнородности используемых материалов, граничные условия могут быть двух типов:

идеальный контакт с непрерывными значениями электронной и решеточной температур на границе раздела слоев и одинаковыми потоками тепла через границу раздела

$$T_{e,i}^j(r, z = H_j - 0, t) = T_{e,i}^{j+1}(r, z = H_j + 0, t),$$

$$\lambda_{e,i}^j(T_{e,i}^j) \times \frac{\partial T_{e,i}^j(r, z = H_j - 0, t)}{\partial z} = \lambda_{e,i}^{j+1}(T_{e,i}^{j+1}) \times \frac{\partial T_{e,i}^{j+1}(r, z = H_j + 0, t)}{\partial z}. \quad (3.8)$$

неидеальный контакт, с разрывом температур и одинаковыми потоками тепла через границу раздела:

$$\lambda_{e,i}^j(T_{e,i}^j) \times \frac{\partial T_{e,i}^j(r, z = H_j - 0, t)}{\partial z} = \lambda_{e,i}^{j+1}(T_{e,i}^{j+1}) \times \frac{\partial T_{e,i}^{j+1}(r, z = H_j + 0, t)}{\partial z},$$

$$\lambda_{e,i}^j(T_{e,i}^j) \times \frac{\partial T_{e,i}^j(r, z = H_j - 0, t)}{\partial z} = \theta \times [T_{e,i}^j(r, z = H_j - 0, t) - T_{e,i}^{j+1}(r, z = H_j + 0, t)] \quad (3.9)$$

В выражениях (2.8) и (2.9) индекс $j = 1, 2, \dots, N - 1$.

При расчетах использовались константы и табличные значения, приведенные ниже.

Таблица 3.2. Параметры теплоемкости решетки для ВТСП

$T (K)$	300	317	335	350	365	390	410	450	475
$C_i (Дж/кг \times K)$	449	453	455	456	462	458	473	480	500

T (K)	500	550	600	625	705	750	825	915	-
C_i (Дж/кг×K)	497	471	485	499	507	525	548	555	-

Теплопроводность: $\lambda_i \sim 4$ Вт/м×K.

Параметры электронной подсистемы для ВТСП

$$C_e(T_e) = \gamma T_e = 2,4 \cdot 10^{-4} T_e \left[\frac{\text{Дж}}{\text{см}^3 \text{K}^2} \right] \quad \lambda_e(T_e) = D_e C_e = 0,624 \cdot 10^{-4} \cdot \frac{1}{T_e^2} \frac{\text{Вт}}{\text{смK}}, \text{при } T_e \leq T_F$$

$$\lambda_e(T_e) = D_e C_e = 0,624 \cdot 10^{-4} \cdot T_e^{3/2} \frac{\text{Вт}}{\text{смK}}, \text{при } T_e > T_F$$

Коэффициент электрон-фононного взаимодействия

$$g = \frac{18,75 \cdot 10^{11}}{\lambda(T_e)} \frac{\text{Вт}}{\text{см}^3 \text{K}}$$

Кинетические зависимости температуры решетки слоя ВТСП и радиальные профили температуры в этом слое, полученные посредством численного решения уравнений (2.1) и (2.2) для ионов Ar, Kr и Xe, показаны на рис. 3.5. В качестве межслоевых граничных условий при решении этих уравнений были использованы выражения (2.8).

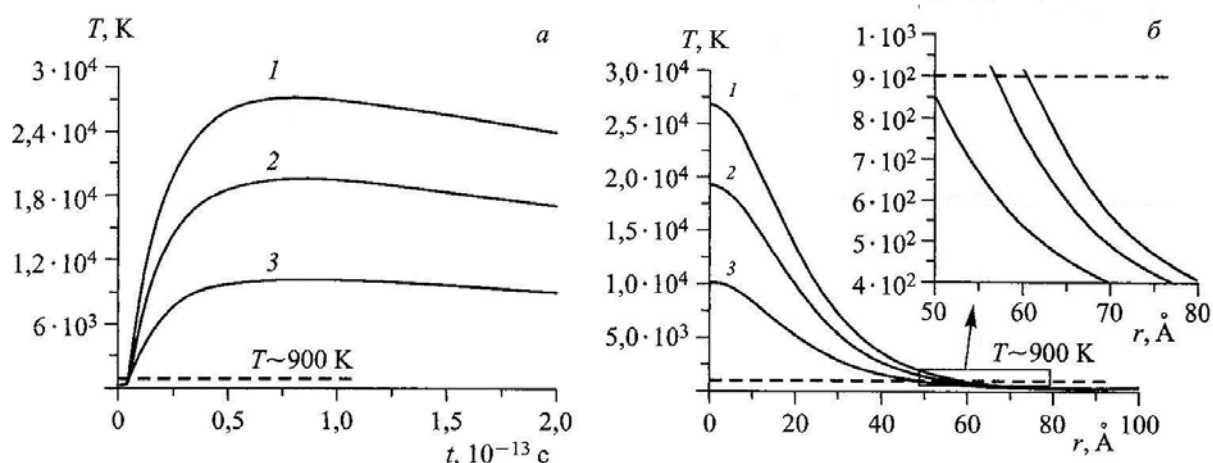


Рис. 3.5. Кинетические зависимости температуры решетки слоя ВТСП (а) и радиальные профили температуры в этом слое в момент времени $t=10^{-13}$ с (б) при облучении ионами Xe (167 МэВ) – 1, Kr (107 МэВ) – 2 и Ar (48 МэВ) – 3.

Штриховой линией показано значение температуры ($T \sim 900$ K), при которой начинается выделение кислорода и изменяются свойства ВТСП слоя.

Из данных, приведенных на вставке к рис. 3.5(б), следует, что рассчитанный размер дефектов, созданных в ВТСП слое ионами аргона, составляют 5 нм, ионами криптона – 6,2 нм и ионами ксенона – 6,8 нм. Ниже будет показано, насколько соответствуют результаты расчета экспериментальным данным.

В работе [83] для описания температурных процессов и физических явлений в двухслойных структурах при облучении ионами высоких энергий была модифицирована модель термического пика и показано, что могут происходить фазовые переходы во всех слоях, что позволяет оценить характерные размеры областей с локальными фазовыми переходами. На основе данной модели в [79] проведены расчеты применительно к ВТСП лентам второго поколения – Ag/YBaCuO/MgO/хастеллой при облучении ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$, $^{84}\text{Kr}^{17+}$ и $^{132}\text{Xe}^{27+}$ с энергиями 1,2 МэВ/а.е.м и проведено сравнение полученных расчетных результатов с имеющимися экспериментальными данными.

§ 3.3. Результаты электронно-микроскопического исследования радиационных дефектов в сверхпроводнике

В качестве объекта исследований в [14] использовалась нестабилизированная лента (без медного покрытия) YBCO (123) марки SF 12100.

Образцы YBCO(123) – необлученные и облученные ионами $^{84}\text{Kr}^{17+}$ с энергией 107 МэВ и флюенсами 10^{10} , 10^{11} ион/см² – исследовались методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Исследование слоя YBCO методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского энергодисперсионного микроанализа после удаление защитного

слоя серебра показало, что состав соединения YBCO в ленте не является стехиометрическим (см. таблицу 2.3)

Таблица 3.3. Относительное число атомов различных элементов в YBCO

Доза, ион/см ²	Y	Ba	Cu
Без облучения	1,00	1,68	3,39
10 ¹¹	1,00	1,78	2,71
10 ¹⁰	1,00	1,59	3,51

Из таблицы видно, что имеется недостаток атомов бария в решетке.

Картирование по элементам поверхности образца с применением сканирующего просвечивающего электронного микроскопа с рентгеновским энергодисперсионным микроанализатором позволило выявить детали структуры многослойного композита. Во всех образцах слои YBCO были ориентированы вдоль направлений [101] и [011], параллельных нормали к подложке, таким образом, направление ионного пучка было параллельно [101] и [011]. Направление [001] отклонено от плоскости пленки на 18°. Это означает, что ось с сверхпроводника по отношению к плоскости подложки отклонена от вертикали на 18°. Этот технологический прием позволяет уменьшить анизотропию критического поля в магнитном поле.

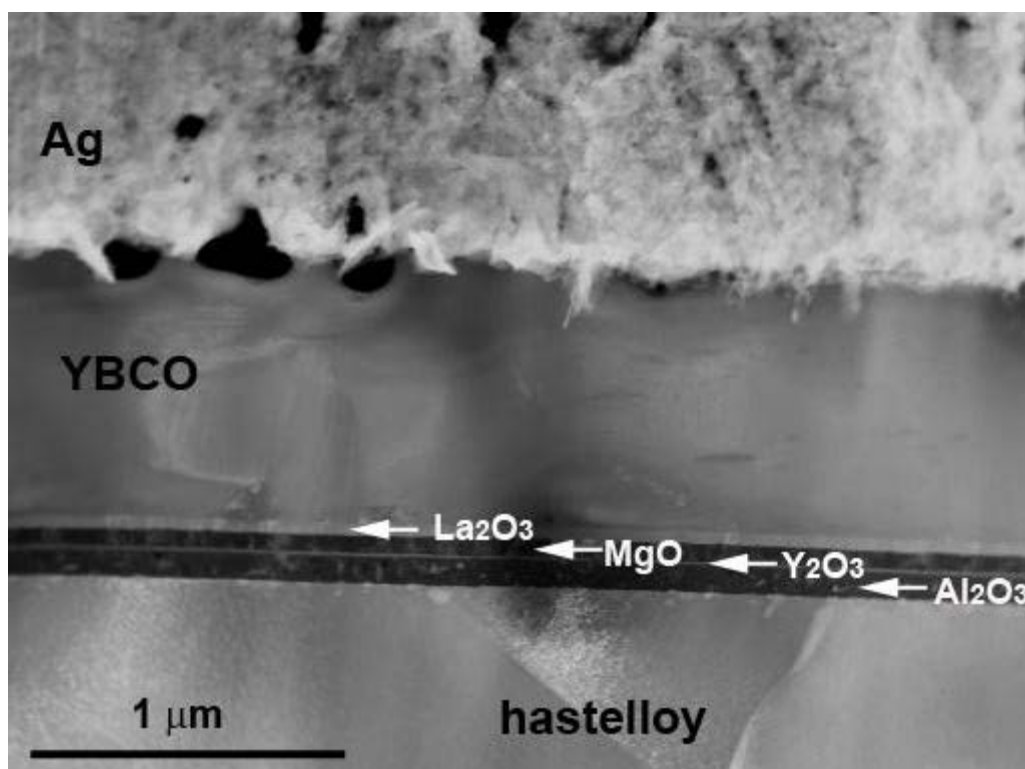


Рис. 3.6. Структура ВТСП ленты SF12100

Детальное изучение архитектуры ленты (рис. 3.6) дало следующие результаты: подложка из сплава хастеллой C276 толщиной 100 мкм; буферные слои: 93 нм Al_2O_3 , 10 нм Y_2O_3 , 58 нм MgO , 37 нм La_2O_3 ; 1 мкм YBCO (123), 2 мкм Ag. В пленке сверхпроводника имеются преципитаты Y_2O_3 и $\text{BaCuO}_{2,5}$.

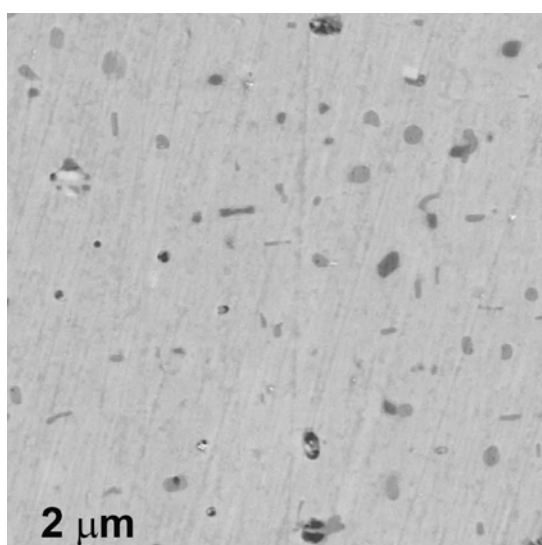


Рис 3.7(а). SEM. Дефекты в облученном образце.

В облученных образцах были обнаружены дефекты размером 20-300 нм с плотностью $(2,2-2,3) \times 10^{12} \text{см}^{-3}$ (рис. 3.7(а)), которая не зависела от дозы облучения.

Химический микроанализ показал, что эти дефекты, как правило, обогащены иттрием и обеднены барием, часть дефектов скорее всего является выделениями оксида меди. Структура данных образцов YBCO неустойчива, поскольку в необлученных образцах после удаления серебряного покрытия цвет слоя YBCO менялся со стального блестящего до золотистого в течение 24 часов. Данное обстоятельство свидетельствует о спонтанном образовании дефектов. Действительно, дефекты, наблюдаемые в облученных образцах, примерно через несколько суток появились и в необлученных образцах с удаленным слоем серебра; их плотность была меньшей ($(0,6-0,8) \times 10^{12} \text{см}^{-3}$), а распределение по поверхности образца – крайне неравномерным. Наблюдались значительные по размеру области, в которых таких дефектов не обнаружено и, как правило, это были свежее полированные области. Кроме того, слой YBCO характеризуется наличием внутренних напряжений, что проявляется в растрескивании образцов при их механической полировке. Поскольку растрескивание происходит значительно сильнее в необлученных образцах, можно сделать вывод, что релаксация напряжений инициируется облучением с образованием дефектов.

Детальный анализ происхождения описанных выше крупных (до 200 нм) дефектов, возникающих в облученных и необлученных образцах после снятия защитного серебряного слоя, привел к заключению, что эти дефекты являются следствием химических превращений ВТСП слоя под действием содержащихся в окружающей среде водяного пара и CO_2 . [44]

Чтобы обнаружить дефекты нанометрового масштаба, которые могли бы являться центрами пиннинга абрикосовских вихрей, был использован просвечивающий электронный микроскоп высокого разрешения (HRTEM) и дифракция электронов. Исследования вплоть до атомарного уровня и

идентификация фаз были выполнены с помощью данных энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS) (микроскоп FEI CM300UT/FEG). Образцы были приготовлены травлением ионами Ar с дальнейшей механической полировкой и разрезанием сфокусированным лучом ионов в микроскопе Quanta 3D (FEI, Нидерланды). Просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения показала в облученных образцах присутствие дефектов (центров пиннинга) диаметром 2-5 нм (рис. 3.7(б)). Часть таких дефектов имеет кристаллическую структуру, но контраст в области дефекта значительно отличается от контраста бездефектной области YBCO, что говорит о начале структурных изменений. Для другой части этих дефектов характерно сильное разупорядочение вплоть до появления аморфного ядра. Подобные дефекты в необлученных образцах не наблюдались.

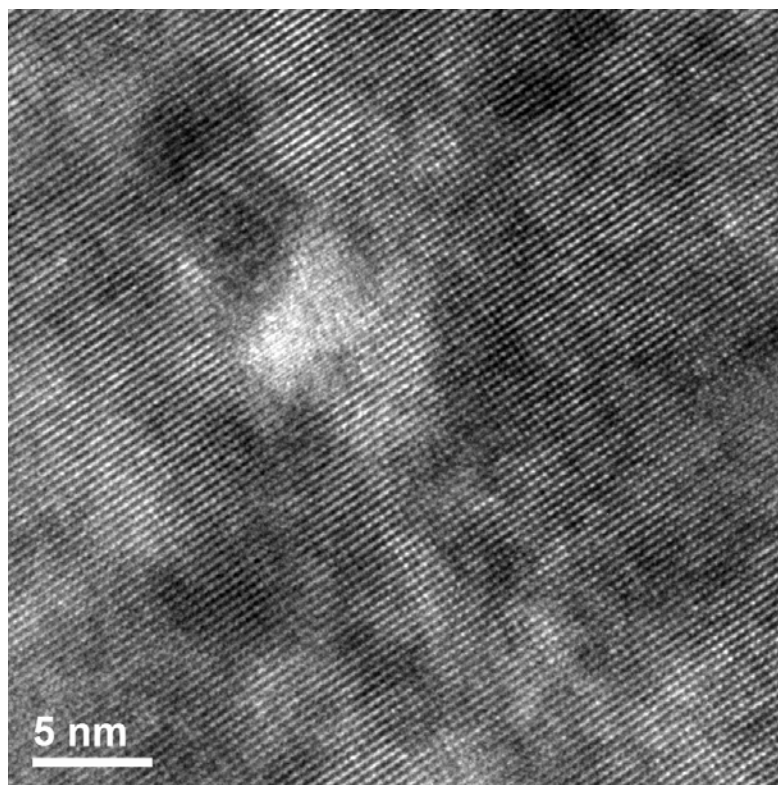


Рис. 3.7(б). Микроизображение (STEM) облученного слоя YBCO. Вблизи центральной части изображения виден дефект с разупорядоченной структурой.

На рис. 3.8 приведены микрофотографии ВТСП ленты SF12100, полученные с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения с разным разрешением.

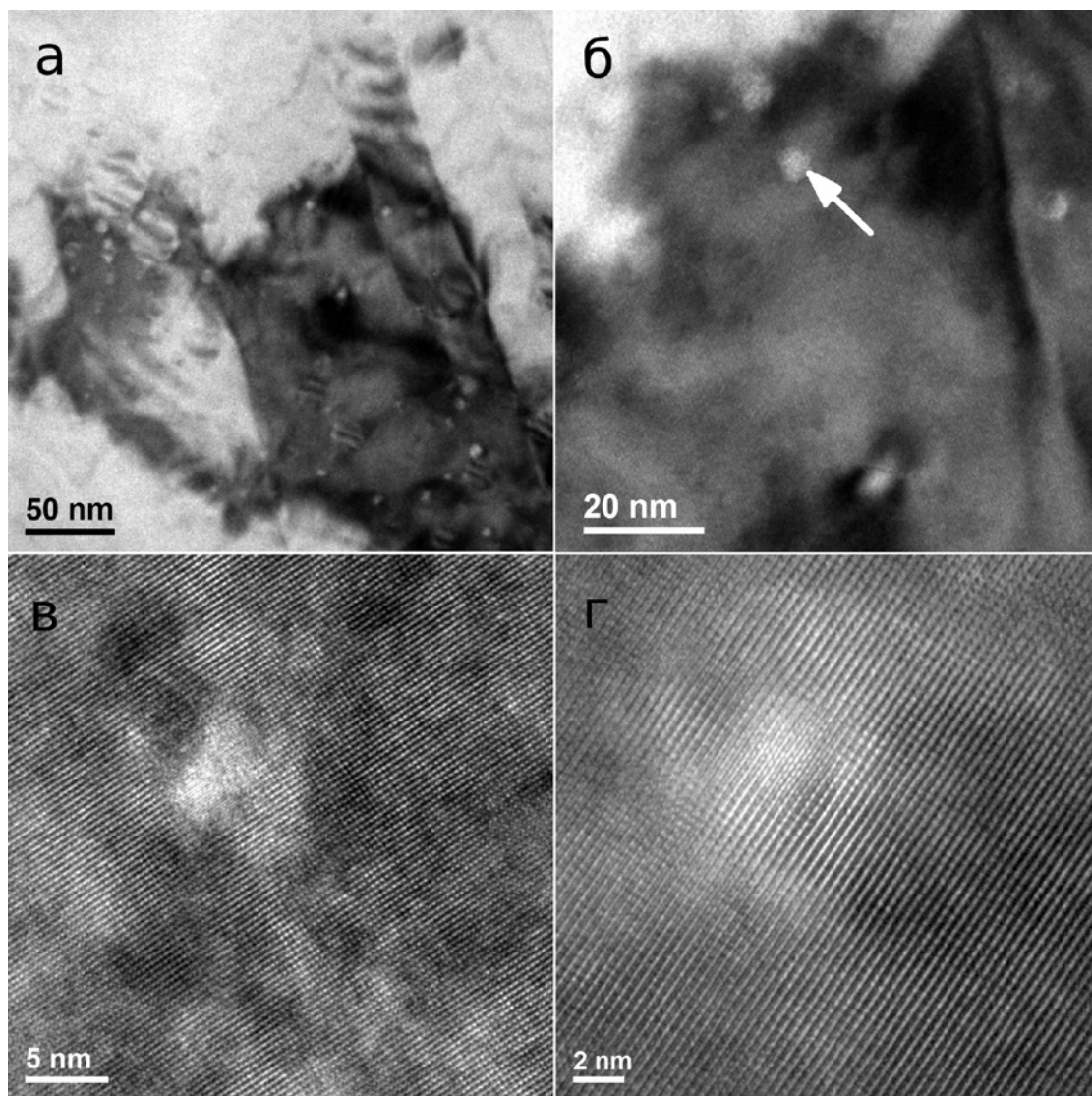


Рис. 3.8. Микрофотографии ВТСП ленты SF12100, полученные с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. На изображениях б-г хорошо видны дефекты размером 3-5 нм (на б – отмечен стрелкой).

Таким образом, электронно-микроскопические исследования влияния облучения высокоэнергетическими ионами композитной ленты на основе YBCO без стабилизирующего покрытия показали, что в результате облучения в слое ВТСП появляются дефекты, размеры которых (2-5 нм) близки к

вычисленным с использованием модели термического пика, модифицированной для расчета ионных треков в многослойной структуре Ag/MgO/YBCO/Hastelloy.

По-видимому, возникновение таких дефектов приводит к увеличению пиннинга абрикосовских вихрей и соответствующему возрастанию критического тока и критической температуры в облученной ленте (см. § 3.1).

Обсудим теперь несколько подробнее процессы, в результате которых формируются треки ионов в кристаллах. При высокоэнергетической ионной имплантации потери энергии тяжелого иона на единицу длины пробега X можно описать следующим образом:

$$-\left(\frac{\partial E}{\partial X}\right)_{total} = -\left(\frac{\partial E}{\partial X}\right)_{elastic} - \left(\frac{\partial E}{\partial X}\right)_{inelastic} = S_{elastic} + S_{inelastic} \quad (2.10)$$

Упругие потери $S_{elastic}$ вызывают образование точечных радиационных дефектов – пар Френкеля: вакансий и междоузельных атомов.

В конечном счете, накопление точечных дефектов приводит к образованию кластеров дефектов, междоузельных и дислокационных петель, а в ряде случаев и газонаполненных пор. Это приводит к инициированию или подавлению многих эффектов в твердых телах и, при определенных условиях, вызывает аморфизацию материалов.

Неупругие потери энергии $S_{inelastic}$ высокоэнергичных ионов обусловлены ионизацией атомов кристаллической решетки и нагревом высвобождающихся электронов. Затем происходит передача энергии от электронов к решетке, и она разогревается. При таком локальном разогреве в области трека иона, в зависимости от параметров решетки (теплоемкости, теплопроводности, температуры плавления) могут происходить следующие процессы:

1 – локальный разогрев области трека иона, а также областей тепловых пиков (обусловленных финальной диссипацией энергии) в конце пробега тяжелых ионов, вплоть до плавления решетки, сопровождающегося резким повышением давления;

- 2 – кристаллизация зоны трека с частичным восстановлением исходной (до плавления) структуры – от границ зоны трека к сердцевине. При этом часть области трека (далее «сердцевина трека») не кристаллизуется, и в ней сохраняется высокая дефектность, соответствующая аморфному состоянию;
- 3 – ускоренная за счет образования дефектов радиационно-стимулированная диффузия, способная вызывать перемешивание химических элементов и фаз, особенно на межзеренных и межфазных границах, а также рост зерен в случае поликристаллов, полному или частичному растворению исходных и образованию новых фаз измененного состава;
- 4 – по мере набора флюенса возможно перекрытие областей треков, что приводит не только к плавлению вновь образующихся, но и к повторному и даже многократному переплавлению образовавшихся ранее областей треков ионов;
- 5 – сердцевинные треки, несмотря на малость их диаметров, постепенно заполняют объем материала, выступая как центры пиннинга вихрей Абрикосова;
- 6 – в конце концов, реализуется режим динамического равновесия, когда объемные доли кристаллической и аморфной фаз будут оставаться неизменными.

Структурно-фазовые превращения в твердом теле после ионной бомбардировки могут занимать длительное время (часы), ввиду малости коэффициентов диффузии точечных дефектов – устойчивых пар Френкеля: $D = D_0 \exp(-E_{\mu i}/kT)$, где энергия активации междоузлия $E_{\mu i} = 0.1-0.2$ эВ, энергия активации вакансии $E_{\mu v} = 1-4$ эВ, k – постоянная Больцмана, T – абсолютная температура [16].

Поскольку в наших экспериментах исследовались уже сформированные ленточные проводники, в которых слой сверхпроводника защищен со всех сторон от внешней среды, негативное влияние водяного пара и CO_2 было исключено. В заключение этого параграфа приведем некоторые выводы из результатов выполненных экспериментов:

1. Радиационная стойкость зависит от архитектуры ВТСП ленты, энергии и массы ионов.
2. Максимальная длина пробега ионов Ar, Kr и Xe с энергией около 1,2 МэВ/а.е.м. не превышает 10 мкм, поэтому такие ионы не достигают слоя ВТСП в лентах с медной оболочкой.
3. Критический ток падает резко при флюенсах примерно на порядок меньших, чем критическая температура.
4. Критическая доза разрушения при облучении тяжелыми ионами высоких энергий ВТСП сверхпроводников ниже, чем для композитных НТСП.

§ 3.4. Релаксация внутренних напряжений и улучшение адгезии в слоистых ВТСП структурах под действием ионного облучения

В данном разделе пойдет речь о методах снятия внутренних напряжений в композитных YBCO(123) лентах 2-го поколения с помощью облучения ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$ с энергией 48 МэВ или $^{84}\text{Kr}^{17+}$ с энергией 107 МэВ при флюенсах $(1-2) \times 10^{10}$ ион/см² [76].

Для изучения ростовых напряжений в образцах использовались сканирующая электронная микроскопия и дифракция рентгеновских лучей. Обнаружено, что в исходных образцах имеются значительные внутренние напряжения, которые со временем приводят к разрушению сверхпроводящего слоя. После ионного облучения образцов в указанных режимах эти напряжения исчезают. Обсуждаются возможные механизмы релаксации напряжений.

Технология изготовления высокотемпературных сверхпроводников 2-го поколения предполагает эпитаксиальное нанесение буферных слоев нанометровой толщины для согласования параметров кристаллической решетки подложки, определяющей механическую прочность ленты, и ВТСП-материала. При изготовлении длинномерных лент не удается достичь полного согласования параметров решеток, в связи с чем в сверхпроводнике накапливаются ростовые напряжения, способные в итоге привести к

разрушению слоя ВТСП. Чем больше рассогласование параметров кристаллических решеток, тем при меньшей толщине пленки теряется ее морфологическая стабильность. Эти внутренние напряжения определяют ресурс работы сверхпроводящей ленты, так как она подвергается внешним воздействиям, таким как механические нагрузки и термоциклирование. Была изучена лента SuperPower SF12100 (рис 3.9). имеющая следующие параметры: подложка из сплава хастеллой С 276 толщиной 100 мкм; буферные слои (их состав и размеры приведены в предыдущем параграфе); YBCO(123), 1 мкм; Ag, 2 мкм.

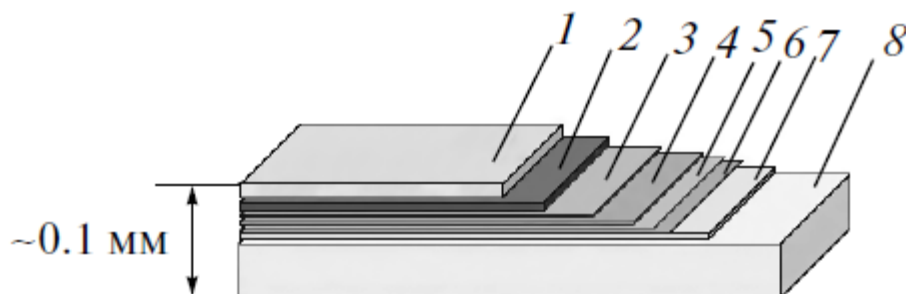


Рис. 3.9. Архитектура ВТСП ленты SF12100 производства SuperPower Inc. (USA): 1 – серебро, 2 мкм; 2 – сверхпроводник YBCO (123), 1 мкм; 3–7 – буферные слои, состоящие из эпитаксиальных диэлектрических пленок; 8 – подложка из сплава хастеллой, 100 мкм.

С помощью РЭМ и рентгеноструктурного анализа в этих образцах были обнаружены внутренние деформации, образовавшиеся в процессе синтеза.

Исследования проводились на растровом электронном микроскопе FEI XL30 с рентгеновским микроанализатором INCA. Метод приготовления образца для исследований описан в разделе «Экспериментальные методы» (2.2).

На рис. 3.10(а) представлена микрофотография РЭМ указанной ленты, не подвергавшейся облучению ионами, сразу после удаления пленки серебра. В сверхпроводящем слое имеются достаточно регулярно расположенные трещины. Естественно предположить, что причина их появления – внутренние

напряжения, возникающие в процессе осаждения ВТСП -покрытия. Образец этой же серии был облучен ионами криптона $^{84}\text{Kr}^{17+}$ с энергией 107 МэВ до флюенса 10^{10} ион/см². Затем тем же способом образец был приготовлен для растровой электронной микроскопии. Никаких признаков напряжений в нем не было обнаружено. Полученное изображение представлено на рис. 3.10(б).

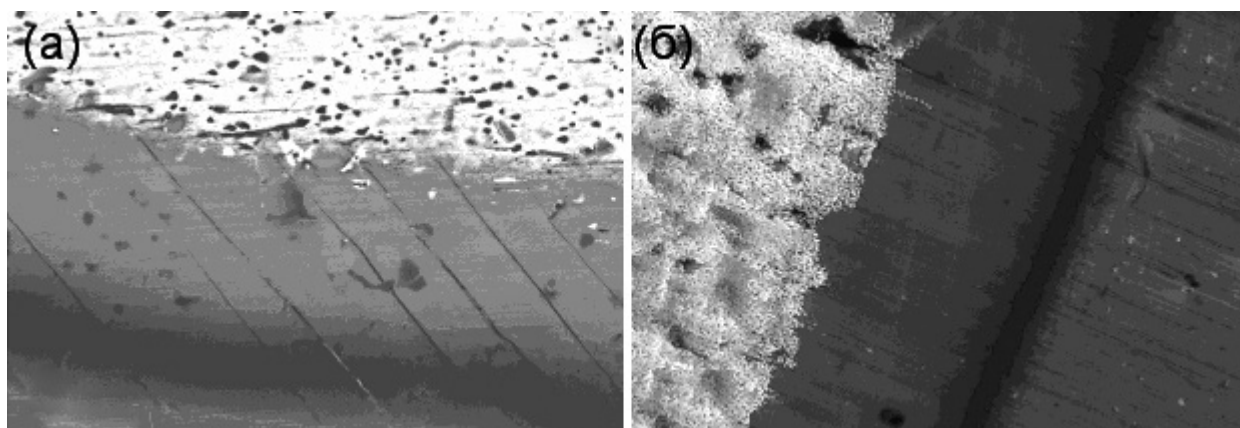


Рис. 3.10. Микрофотография РЭМ ленты SF12100 сразу после удаления серебра: (а) – в необлученном образце; (б) – слой YBCO(123) без трещин в образце, облученном ионами Kr.

Независимое подтверждение наличие ростовых упругих напряжений в исходных образцах ленты SF12100 и их релаксации после ионного облучения было получено при рентгеновских исследованиях структуры [10],[13],[76].

Три образца этой марки были исследованы до и после облучения ионами аргона $^{40}\text{Ar}^{8+}$ с энергией 48 МэВ методом рентгеновской дифракции на установке ДРОН-4. При этом слой серебра не удалялся. Была измерена ширина (на половине высоты) пика дифракционного отражения (003) в YBCO (123) после облучения ионами аргона до различных флюенсов. Известно, что по ширине пика можно судить о наличии упругих напряжений в кристаллической решетке. Результаты представлены в таблице 3.3.

Таблица 3.3. Изменение параметров пика отражения (003) YBCO(123) при облучении ионами $^{40}\text{Ar}^{8+}$ (48 МэВ) до разных флюенсов

Флюенс, Ф	Ширина на половине высоты, град	Интегральная интенсивность, отн. ед.
0	0.108	372
2.0×10^{10} ион/см ²	0.096	206
1.0×10^{11} ион/см ²	0.107	151
5.0×10^{11} ион/см ²	0.107	148

Как видно из приведенных данных, минимальная ширина пика дифракционного отражения соответствует образцу, облученному флюенсом 2×10^{10} ион/см², а не исходному, необлученному образцу. Отметим, что при данном флюенсе было также обнаружено увеличение критического тока (см. рис. 3.1), связанное с генерацией дополнительных центров пиннинга, так называемых колонарных дефектов [10],[13],[14],[76]. При дальнейшем увеличении флюенса ширина дифракционного рефлекса возрастает, что, по-видимому, связано с перенасыщением дефектами.

Уже сравнительно давно применяются методы нанесения тонких пленок с помощью ионного луча (ion-beam-assisted deposition) [84],[85]. Этот метод включает испарение одного вещества мишени и одновременную ионную имплантацию другого. Существуют различные модификации применения этого метода в зависимости от цели: в одних случаях происходит синтез нескольких компонент, в других - уплотнение пленки. При этом применяются ионы низких энергий – десятки кэВ. В нашей работе использовался принципиально другой метод повышения критических параметров с использованием ионов высоких энергий – с кинетической энергией $E \sim 1$ МэВ/а.е.м. (процессы, происходящие в твердом теле при ионном облучении, детально рассмотрены в ряде работ [86],[87],[88]).

Наблюдаемый эффект может быть объяснен ускорением диффузионных процессов за счет возникающих при образовании треков

избыточных термодинамически неравновесных дефектов, что приводит к образованию более равновесных структурно-фазовых состояний, т.е. к отжигу.

Дополнительное ускорение процессов радиационного отжига может происходить благодаря “радиационной тряске” среды послекаскадными уединенными волнами [89], испускаемыми областями треков и термических пиков вследствие их сверхбыстрого разогрева и расширения в среде (термин “радиационная тряска” был впервые предложен В.Л. Инденбмом [90] для уединенных волн, испускаемых при аннигиляции френкелевских пар).

Таким образом, существует диапазон флюенсов, когда перечисленные процессы могут снижать внутренние напряжения, возникающие в ВТСП слое в процессе синтеза композитной ленты.

ГЛАВА 4. Влияние протонного облучения на критические параметры лент ВТСП на основе YBCO и GdBCO

Как уже отмечалось, в последние годы производство проводов 2-го поколения (2G) на основе REBCO(123) для использования в электроэнергетических и магнитных технологиях налажено в промышленных масштабах. Тем не менее, быстрое уменьшение плотности криттока с ростом индукции магнитного поля ограничивает область применения этих проводов в электромоторах, трансформаторах, генераторах, соленоидах и системах МРТ. Поэтому ведутся исследования по улучшению свойств уже сформированных проводов 2G. В работе [92] было показано, что протонное облучение ВТСП лент на основе YBCO, легированного оксидами металлов в процессе синтеза, приводит к сильному повышению критического тока при температурах ниже 30 К и в полях порядка 6 Тл. При этом стоит подчеркнуть, что и ранее протонное

облучение применялось в ряде работ для улучшения пиннинга в лабораторных ВТСП образцах [93],[94].

В 2013 г. в России появились первые длинномерные ленты-провода на основе сложных оксидов меди отечественной компании СуперОкс [77]. В настоящей работе изучена радиационная стойкость ВТСП лент на основе YBCO(123) производства SuperPower и на основе соединения GdBCO(123) компании СуперОкс при облучении протонами с энергией 2,5 МэВ в диапазоне флюенсов от $6,1 \times 10^{14}$ до 1×10^{17} р/см². Были исследованы зависимости критических параметров от флюенса протонного облучения. Обнаружено сильное влияние облучения на критический ток при $T = 77$ К в собственном поле для проводов-лент обоих составов: критический ток уменьшается с ростом его дозы. Изменение критической температуры в зависимости от флюенса протонного облучения происходит гораздо слабее. В результате проведенных исследований показано, что по радиационной стойкости ленты GdBCO(123) компании СуперОкс-Япония превосходят ленты YBCO(123) SuperPower. В условиях данного эксперимента (при $T = 77$ К) повышения критического тока под действием протонного облучения не обнаружено.

§ 4.1 Влияние протонного облучения на критический ток композитных лент ВТСП на основе YBaCuO и GdBaCuO (экспериментальные результаты) [91],[106]

Образцы GdBCO(123) представляли собой отрезки композитной ВТСП ленты 2G размерами примерно $0,1 \times 4 \times 30$ мм³. Структура ленты представлена на рис. 2.2. Эта лента приготовлена по концепции RABiTS – PLD, то есть в качестве металлической основы использованы ленты из сплава хастеллой, полученные с помощью прокатки, а нанесение слоя ВТСП выполнено методом импульсного лазерного осаждения [77]. Критический ток ленты составлял $I_c = 75$ А (при 77 К), а критическая температура 93 К.

Нами исследовались также образцы 4-мм ленты YBCO(123) SuperPower марки SCS 4050, имевшей следующие критические параметры: $I_c = 100$ А, $T_c = 92$ К.

Измерения величины критического тока проводились на постоянном токе четырехзондовым методом по вольт-амперным характеристикам (ВАХ) сверхпроводника при температуре жидкого азота. Токовые контакты к образцам лент были прижимными с индиевой прослойкой. Измерения критической температуры на образцах было также проведено четырехзондовым методом на постоянном токе по зависимости $R(T)$ в диапазоне температур 77 - 300 К.

Энергия протонов была выбрано такой, чтобы частицы достигали ВТСП слоя в многослойной ленте. С этой целью был проведен расчет с помощью программы SRIM [82]. На рис. 4.1 и 4.2 представлены удельные ионизационные потери энергии как функции глубины z в слоях Cu-Ag-ВТСП-хастеллой.

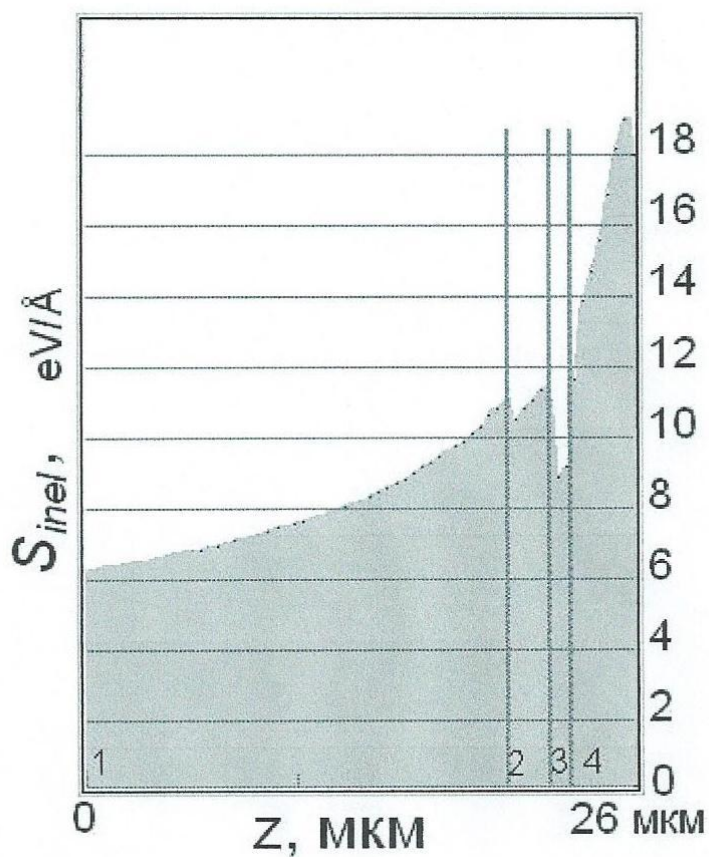


Рис. 4.1. Распределение ионизационных потерь энергии протонов p с энергией 2,5 МэВ по глубине Z в ленте YBCO(123) – SuperPower. 1- слой меди толщиной 20 мкм, 2- слой серебра – 2 мкм, 3- ВТСП – 1 мкм, 4- хастеллой – 3 мкм.

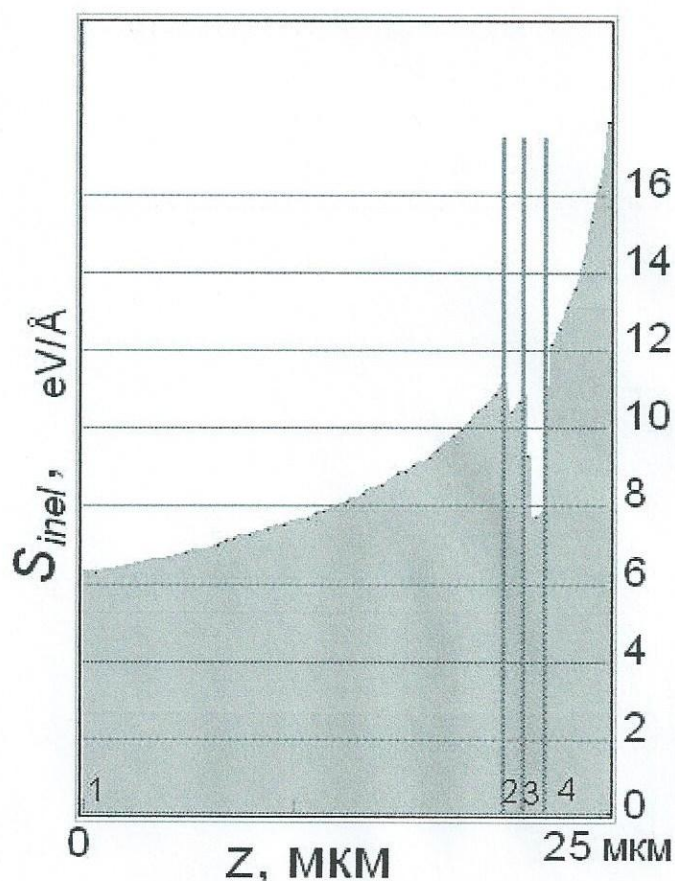


Рис. 4.2. Распределение ионизационных потерь энергии протонов p с энергией 2,5 МэВ по глубине Z в ленте GdBCO(123) - СуперОкс-Япония. 1-слой меди толщиной 20 мкм, 2- слой серебра – 1 мкм, 3- ВТСП – 1 мкм, 4- хастеллой – 3 мкм.

При этих расчетах пороговые значения энергии смещения E_d^j были взяты равными 30 эВ. Плотность $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ считалась равной $5,51 \text{ г/см}^3$, $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ - 6 г/см^3 . Пробег протонов при данной энергии превышает глубину залегания слоя ВТСП.

Режимы облучения образцов протонами с энергией 2,5 МэВ описаны ранее (см. § 4.1).

После облучения протонами до различных флюенсов для каждого образца измерялись зависимость $R(T)$ в области перехода в сверхпроводящее состояние, по которой определялась критическая температура T_c , и вольт-амперная

характеристика при $T = 77$ К, дающая значение критического тока при этой температуре. На рис. 4.3 представлены кривые $R(T)$ для исходного образца и образцов после облучения до различных флюенсов.

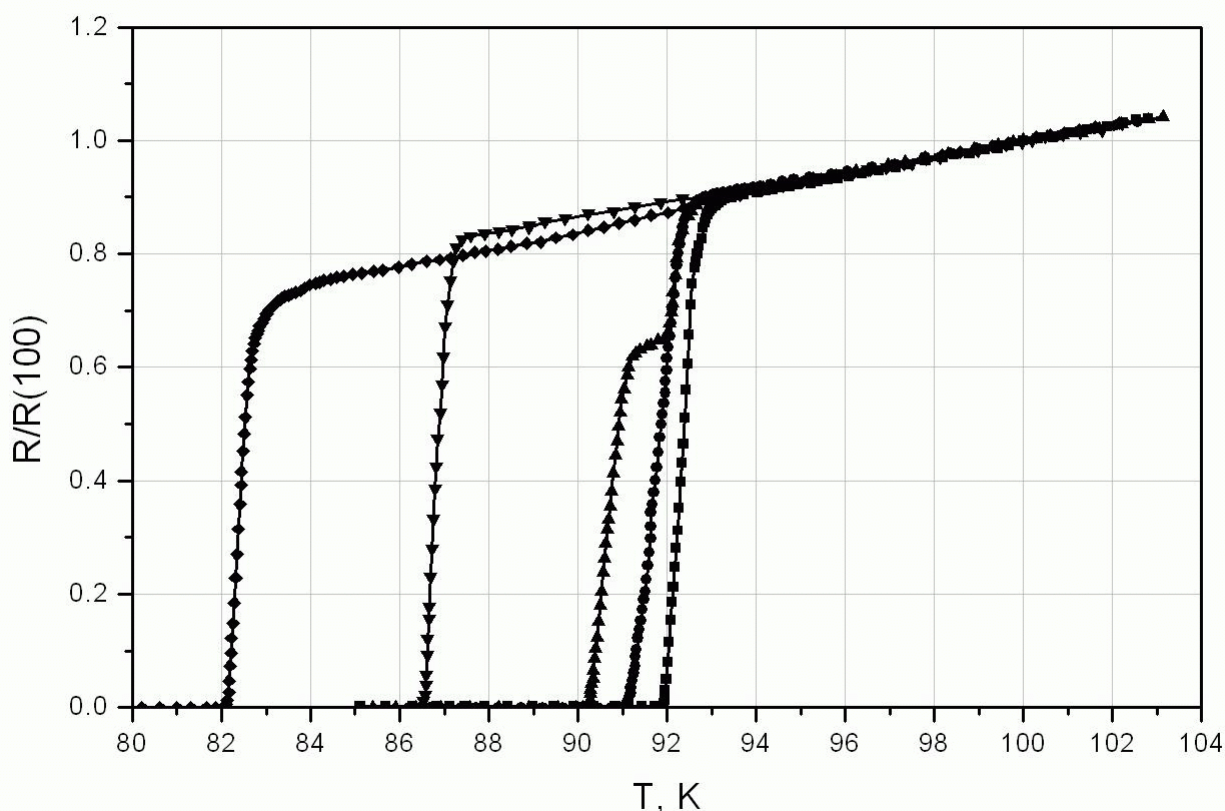


Рис. 4.3. Кривые $R(T)$ в области перехода в сверхпроводящее состояние для образцов СуперОкс-Япония после облучения протонами до различных флюенсов: исходный образец и $6,1 \times 10^{14}$ p/cm² (■), $6,2 \times 10^{15}$ p/cm² (●), 1×10^{16} p/cm² (▲), 4×10^{16} p/cm² (▼), 6×10^{16} p/cm² (◆).

Известно, что форма этой кривой и ширина перехода чувствительны к дефектообразованию и к количеству кислорода в кристаллической решетке сверхпроводника. Обращает на себя внимание кривая со «ступенькой» для флюенса 1×10^{16} p/cm², которая свидетельствует о появлении второй сверхпроводящей фазы с более низкой критической температурой, образованной под действием протонного облучения. При увеличении флюенса

вплоть до максимального $1 \times 10^{17} \text{ p/cm}^2$ критическая температура падает не более, чем на 10К.

Зависимость критического тока от флюенса кардинально отличается. Наблюдается резкое падение тока, начиная с флюенса $2,5 \times 10^{15} \text{ p/cm}^2$. На рис. 4.4 представлены зависимости $I_c(\Phi)/I_{c0}$ и $T_c(\Phi)$ от флюенса Φ облучения протонами для ВТСП ленты СуперОкс.

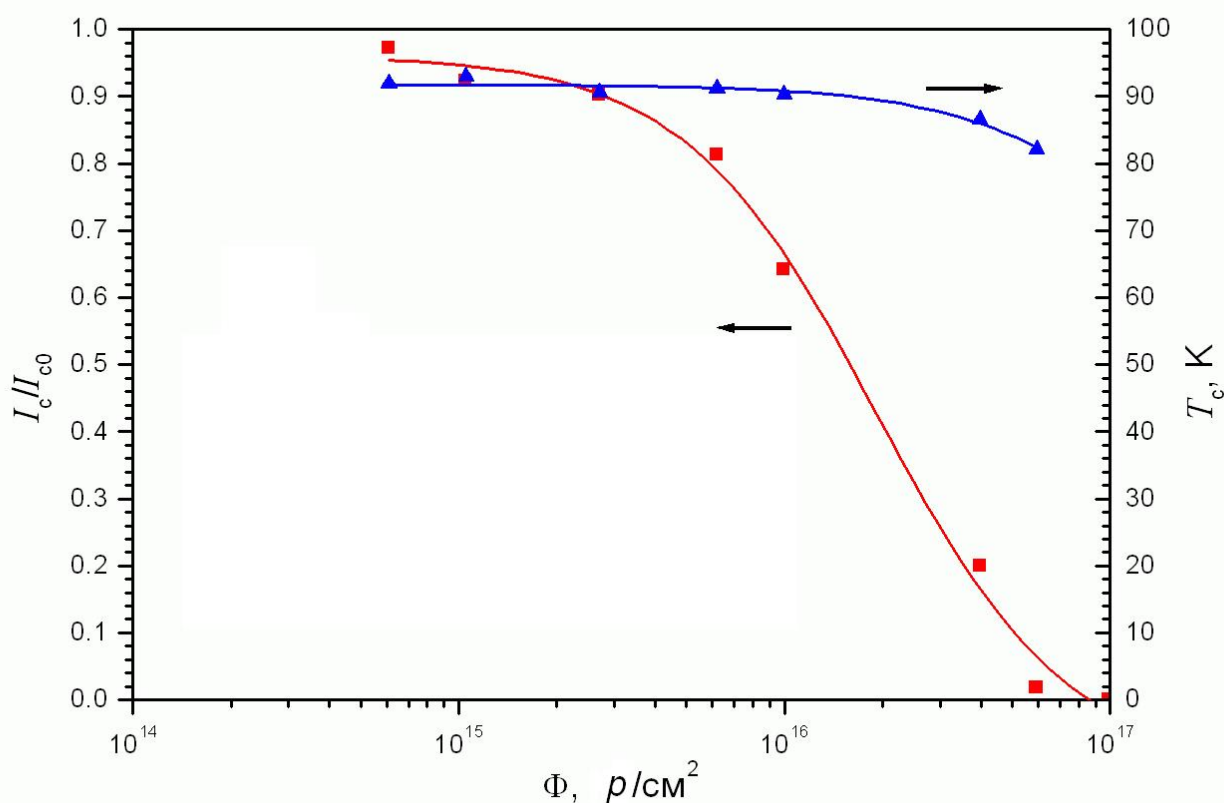


Рис. 4.4 Зависимости $I_c(\Phi)/I_{c0}$ и $T_c(\Phi)$ для ВТСП ленты GdBCO(123). (▲) – T_c ; (■) – I_c/I_{c0} .

Аналогичные зависимости для ленты YBCO(123) SuperPower приведены на рис. 4.5.

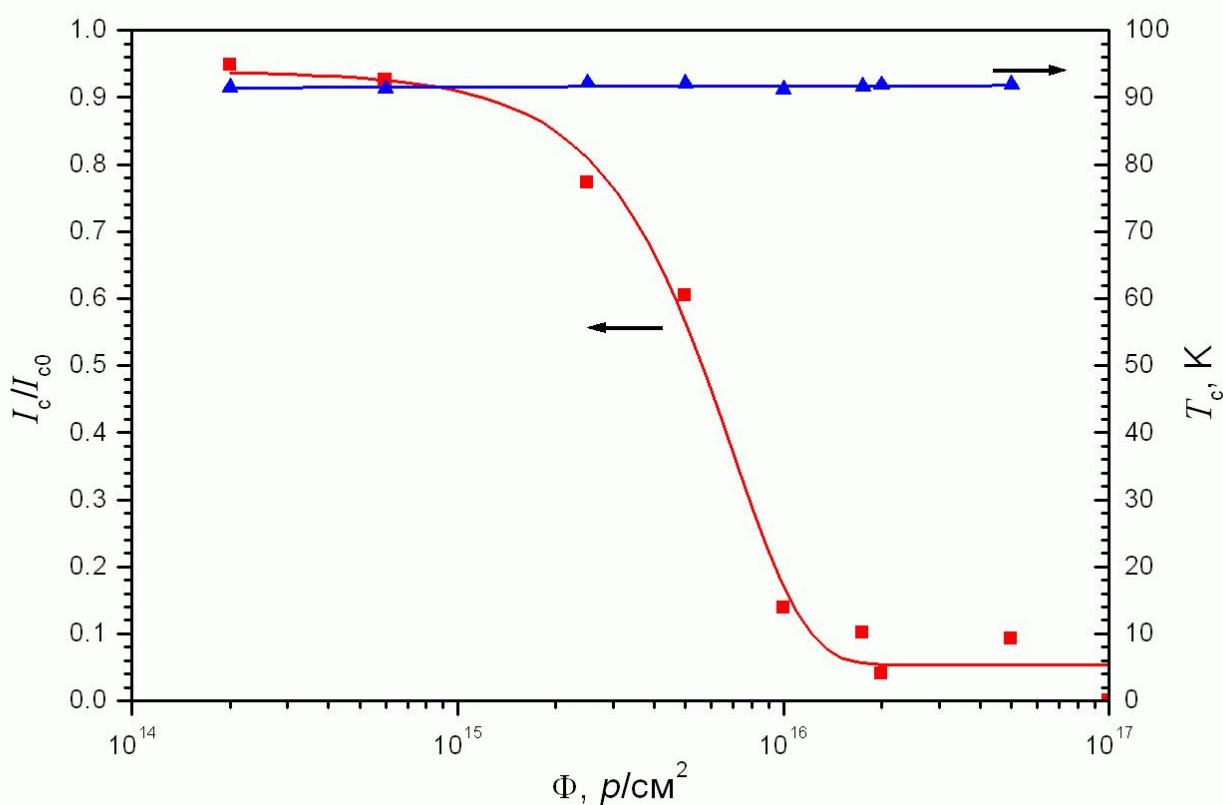


Рис. 4.5. Зависимости $I_c/I_{c0}(\Phi)$ и $T_c(\Phi)$ для ВТСП ленты YBCO(123). (▲) – T_c ; (■) – I_c/I_{c0} .

Сравнительные характеристики образцов 2G ВТСП лент на основе GdBCO(123) и YBCO(123) показывают, что ленты с GdBCO(123) более устойчивы к облучению протонами, чем ленты с YBCO(123) (рис. 4.6). Критический ток падает не более чем на 20% для лент GdBCO(123) при флюенсах до $\Phi = 6,2 \times 10^{15}$ p/cm², в то время как для образцов с YBCO(123) – лишь до $\Phi = 2,7 \times 10^{15}$ p/cm².

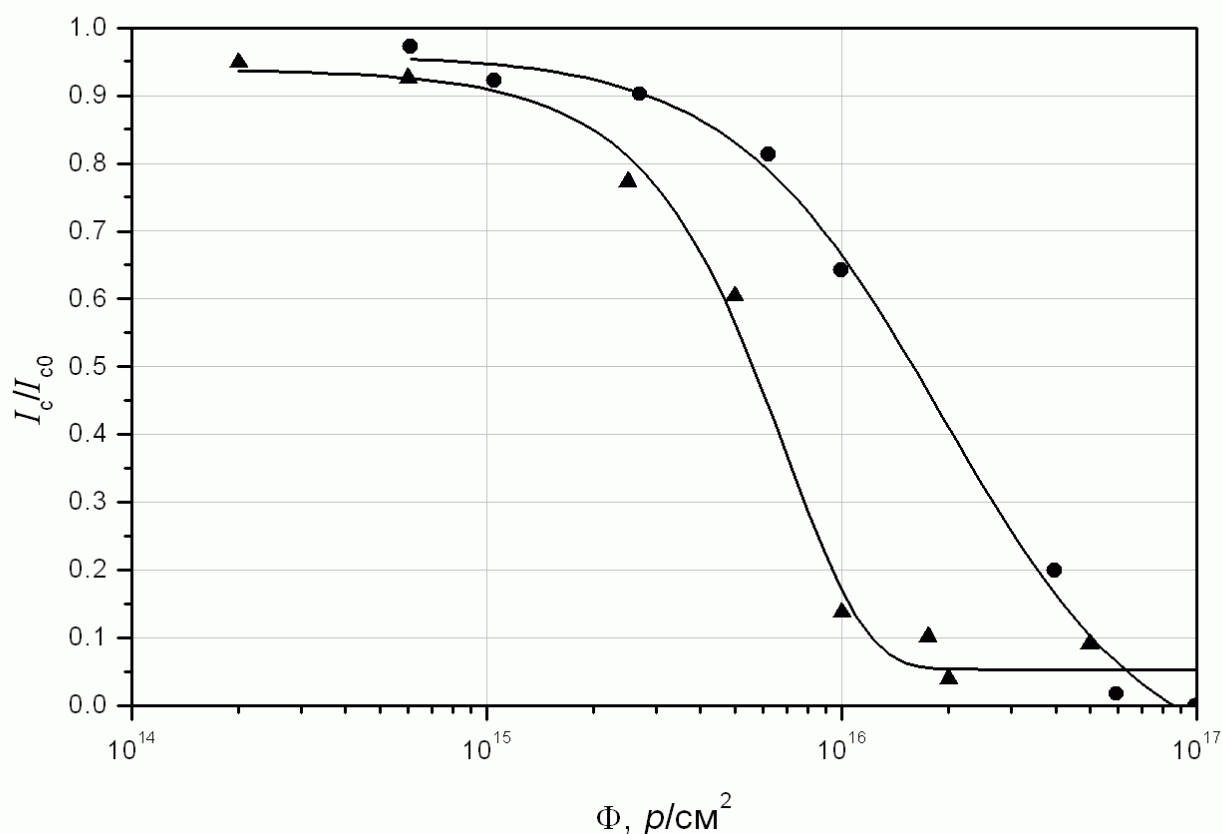


Рис. 4.6. Зависимости $I_c(\Phi)/I_{c0}$ для ВТСП лент GdBCO(123) - СуперОкс-Япония (●) и YBCO(123)- SuperPower (▲) после облучения протонами при $T=77$ К в нулевом магнитном поле.

Заметим, что поведение критических параметров исследованных образцов ВТСП лент при увеличении дозы протонного облучения качественно схоже с их поведением при облучении ионами высоких энергий (Глава 2). Резкое падение критической тока при практически неизменной критической температуре ВТСП лент в определенном диапазоне флюенсов впервые было замечено при облучении быстрыми тяжелыми ионами [10]. Из сказанного следует, что радиационную стойкость необходимо определять по падению критического тока.

§ 4.2. Обсуждение результатов.

Известно, что три критических параметра сверхпроводников 2-го рода - I_c , T_c и H_{c2} очень чувствительны к расположению дефектов, и первый из них - I_c - особенно сильно, так как он зависит от концентрации центров пиннинга, которые могут иметь природное, технологическое и искусственное происхождение.

Тяжелые ионы с большими энергиями создают так называемые колонарные дефекты, которые являются треками ионов в сверхпроводнике. Подробное рассмотрение термических процессов при облучении высокоэнергетическими ионами сверхпроводящих композитных лентах 2-го поколения проведено в § 3.2. Колонарные дефекты наблюдались нами с помощью СТЭМ, их поперечные размеры составляли около 5 нм (§ 2.5).

Протоны не оставляют треков в материале, поэтому образование дефектов протекает по другому механизму. Энергетические потери протонов с начальной энергией 2.5 МэВ в многослойном композитном проводнике можно разделить на упругие потери энергии, расходуемой на создание френкелевских пар (вакансий и междоузельных атомов), и неупругие потери энергии, которая затрачивается на ионизацию атомов кристаллической решетки с образованием «горячих» электронов. Энергия горячих электронов передается в ионную подсистему (разогревание решетки) вследствие электрон-фононного рассеяния. Таким образом, оба типа энергетических потерь связаны с образованием дефектов (вакансий и междоузельных атомов, вакансионных петель и др.), которые могут центрами пиннинга вихрей Абрикосова. Сильное увеличение после облучения протонами критического тока ВТСП лент на основе YBCO, легированного оксидами металлов в процессе синтеза, наблюдалось в работе [92]. В статье [98] тех же авторов была представлена модель смешанной картины пиннинга, а именно, они предлагают модель, в которой существуют два вида центров пиннинга - сильный пиннинг обеспечивается преципитатами оксидов редкоземельных элементов, введенных во время синтеза, и слабых центров, которые генерируются при облучении 4 МэВ протонами.

В наших экспериментах не обнаружено возрастания критического тока после облучения протонами ни для лент на основе YBCO, ни для лент на основе GdBCO. Заметим, что в отличие от работ [92], [98] эксперименты, описанные выше, были выполнены на лентах с нелегированными слоями ВТСП. Исходные дефекты, к коим можно отнести и атомы примесей, влияют на изменение критического тока в сверхпроводниках под действием облучения. Возможно, что именно с обстоятельством связано различие между результатами настоящей работы и данными работ [92], [98]. Заметим еще, что в этих работах для облучения слоя ВТСП использовались протоны существенно большей, чем в наших опытах, энергии (4 МэВ). Кроме того, измерения критического тока в цитируемых работах были выполнены при температурах ниже 30 К, тогда как в наших опытах – при $T = 77$ К. Из-за сильной зависимости критического тока от температуры прямое сопоставление обсуждаемых результатов не вполне корректно.

В заключение этого параграфа обсудим различие в поведении критического тока и критической температуры при больших дозах протонного облучения. С ростом флюенса критический ток резко спадает до нулевого значения, тогда как критическая температура либо слабо уменьшается (лента на основе GdBCO, рис. 3.4.), либо практически не зависит от флюенса в исследованном диапазоне доз (лента на основе YBCO, рис. 3.5.). Уменьшение критического тока может быть обусловлено различными факторами, связанными с увеличением количества дефектов в слое ВТСП и с изменением его химического состава (например, с потерей кислорода в кристаллической решетке) при облучении.

Влияние радиационных дефектов на критическую температуру ВТСП не имеет однозначной интерпретации. Если объяснять результаты в рамках фононной модели образования куперовских пар, то подавление T_c при больших дозах может быть связано с сильной деформацией плоскостей Cu-O, приводящей к уменьшению плотности состояний за счет размытия сингулярности Ван-Хова на поверхности Ферми. Но есть и другие объяснения.

Например, в работе [95] анализируются эксперименты по уменьшению критической температуры в ВТСП под действием облучения с точки зрения приближения среднего поля Абрикосова–Горькова. Показано, что экспериментальные данные для YBCO-123 монокристаллов могут быть качественно объяснены эффектом распаривания при предположении совместного влияния потенциального и спин-флип рассеяния на критическую температуру с учетом не чистого d-волнового сверхпроводящего параметра порядка.

До пор не существует единой общепризнанной модели высокотемпературной сверхпроводимости, твердо установленным можно считать только факт анизотропного спаривания с учетом d-симметрии параметра порядка.

ГЛАВА 5. Влияние магнитного поля на критические токи композитных ВТСП-лент на основе GdBCO и YBCO

В этой главе описаны эксперименты по исследованию влияния магнитного поля на критические токи композитных ВТСП-лент 2-го поколения на основе GdBCO и YBCO. В первом ее параграфе приведены основные сведения о безжидкостной криомагнитной системе со сверхпроводящим магнитом на 8 Тл, специально разработанной и изготовленной для этих исследований [17]. Подробное описание криомагнитной системы, включающее основные расчеты, изложение особенностей конструирования и сборки отдельных узлов и системы в целом, результаты испытаний системы и пр. вынесено в Приложение. Во втором параграфе этой главы представлены результаты исследования критических токов в магнитном поле параллельной и перпендикулярной току ориентации, полученные резистивным методом с использованием разработанной криомагнитной системы. Заключительный параграф главы посвящен результатам исследования магнитопольевых зависимостей критических токов с использованием СКВИД магнетометра.

§ 5.1. Безжидкостная криомагнитная система

Конструкция разработанной безжидкостной криомагнитной системы с «теплым полем» показана схематически на рис. 5.1. Термин «теплое поле» означает, что рабочее пространство, в котором создается магнитное поле, является зоной с комнатной температурой. Этим конструкция отличается от тех криостатов, где высокое магнитное поле и исследуемые образцы находятся в теплообменном газе, а именно в гелии, и где возможно контролируемое изменение температуры, обычно в диапазоне 4-300К. В описываемой конструкции предусмотрена возможность заполнять рабочее пространство жидкими хладагентами, например жидким азотом. Так как основное предназначение системы – измерение электрофизических свойств ВТСП лент в магнитном поле, именно такая конструкция оптимальная для быстрой замены и поддержания рабочей температуры образцов.

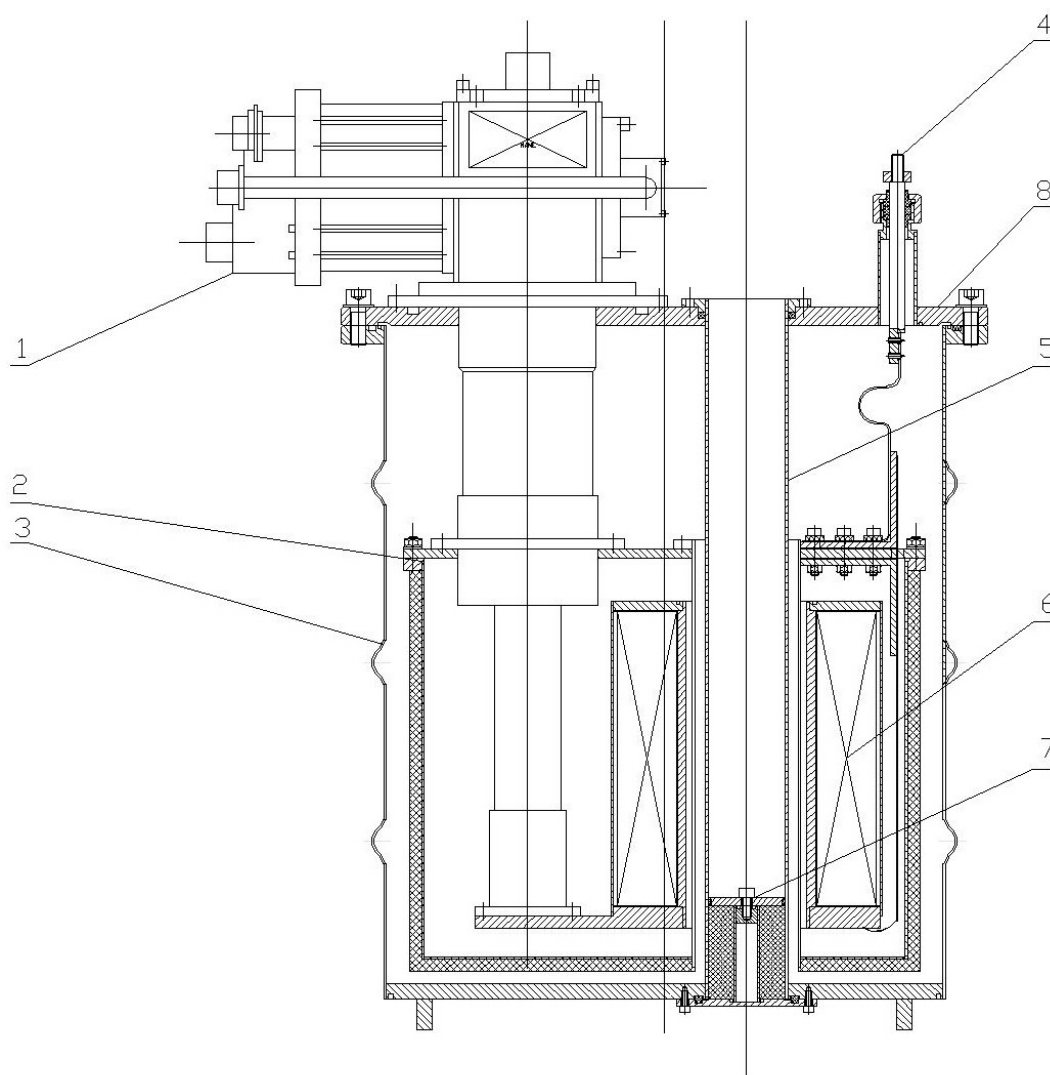


Рис. 5.1. Конструкция безжидкостной криомагнитной системы (показано схематически). 1 – криорефрижератор, 2 – радиационный экран, 3 – внешний кожух, 4 – токовводы, 5 – внутренняя труба, 6 – сверхпроводящий соленоид, 7 – азотная заглушка, 8 – верхняя плита.

Криостат для сверхпроводящего магнита состоит из верхней плиты (8), на которой закреплены внешний кожух (3), комнатный фланец криорефрижератора (1), а также токовводы (4), фланцы для откачки, диагностический разъем криостата. К первой ступени криорефрижератора присоединена верхняя плита радиационного экрана (2), который благодаря этому охлаждается до температуры около 40 К. На этой же плите установлены держатели токовводов, состоящие латунной и сверхпроводящей частей. В этом месте латунная часть токоввода спаяна с частью из ВТСП и конвекционно

охлаждается. Секция токоввода из ВТСП припаяна к проводнику соленоида и имеет тепловой контакт с каркасом магнита, который присоединен ко второй ступени рефрижератора (1), так называемой гелиевой (без нагрузки она охлаждается до 2.9 K), и прикреплен дополнительно через систему шпилек с низкой теплопроводностью к верхней плите криостата. На каркасе магнита установлен также угольный адсорбционный насос (на рис. 5.1 не показан). Боковая часть радиационного экрана прикреплена к его плите. Экран обернут слоем суперизоляции. Внешний кожух (3) крепится на болтах к верхней плите криостата (8), при этом шахта для образцов (5) прижимается сверху вакуумноплотным фланцем. Перед захолаживанием криостат откачивается до давления около 10^{-4} атм. Время захолаживания криомагнитной системы до температуры 2.8 K составляет около 16,5 часов. Шахту для образцов можно либо держать открытой и работать при комнатной температуре, либо заливать жидким азотом после установки специальной заглушки (7) снизу. Объем жидкого азота внутри шахты равен 0,75 л, и при проведении эксперимента требуется его доливка раз в 1,5 часа.

Сверхпроводящий соленоид для данной криомагнитной системы был рассчитан на поле 8 Тл. В качестве провода для его обмотки был использован сверхпроводящий провод на медной основе из ниобий-титана марки Bruker EAS F54-1.35 (0.60) TV. Реально при испытаниях соленоида в рабочем объеме было получено поле с индукцией 9 Тл.

Фотография криомагнитной системы в сборе приведена на рис. 5.2. Детальное описание криомагнитной системы и ее узлов дано в Приложении.



Рис. 5.2. Внешний вид криомагнитной системы в сборе.

§ 5.2. Влияние магнитного поля на критические токи ВТСП-лент на основе GdBCO и YBCO

В данном разделе представлены результаты измерений характеристик ВТСП ленты на основе GdBCO-123, изготовленной методом импульсного лазерного осаждения компанией SuperOx-Япония, и ленты на основе YBCO-123 производства компании SuperPower (США), ВТСП слой которой сформирован химическим осаждением из паровой фазы [75]. Сравнены параметры этих двух лент. Полученные результаты представлены в работе [96].

Исследованные ленты подробно описаны в § 2.1. С использованием криомагнитной системы, описанной в § 5.1, были проведены резистивные измерения транспортного критического тока (I_c) во внешнем магнитном поле на образцах ВТСП ленты GdBCO-123 шириной 12 мм и на образцах ленты YBCO-123 шириной 4 мм.

Транспортный критический ток определялся как описано в § 2.1 по вольт-амперным характеристикам образцов с учетом критерия 1 мкВ/см. ВАХ образцов измерялись с помощью 4-зондовой схемы на постоянном токе при $T = 77$ К. Использовались токовые прижимные контакты с промежуточным слоем индия [14],[97].

Поскольку критический ток ленты GdBCO-123 в собственном поле при $T = 77$ К превышал 300 А, а толщина стабилизирующего покрытия невелика, образец был разрезан на три части вдоль направления ленты с помощью низкооборотной алмазной дисковой пилы. Толщина алмазного диска 160 мкм. В итоге изучались образцы с размером примерно $30 \times 4 \times 0,06$ мм³. Длина образца определялась областью однородности магнитного поля.

Критическая температура образцов ленты определялась из зависимости сопротивления от температуры $R(T)$. Измерения $R(T)$ проводились стандартным четырехзондовым методом. Критическая температура ленты GdBCO(123) оказалась равной 93 К, в то время как у YBCO(123) это значение составило 92 К.

Измерения зависимостей критического тока от индукции внешнего магнитного поля проведены при $T = 77$ К. На рис. 5.3 показаны зависимости плотности критического тока $j_c(B)$ для параллельного и перпендикулярного направлению тока магнитного поля. Из рис. 5.3 видно, что в перпендикулярном поле плотность критического тока падает гораздо быстрее, чем в параллельном. Такая анизотропия токонесущих свойств характерна для ВТСП.

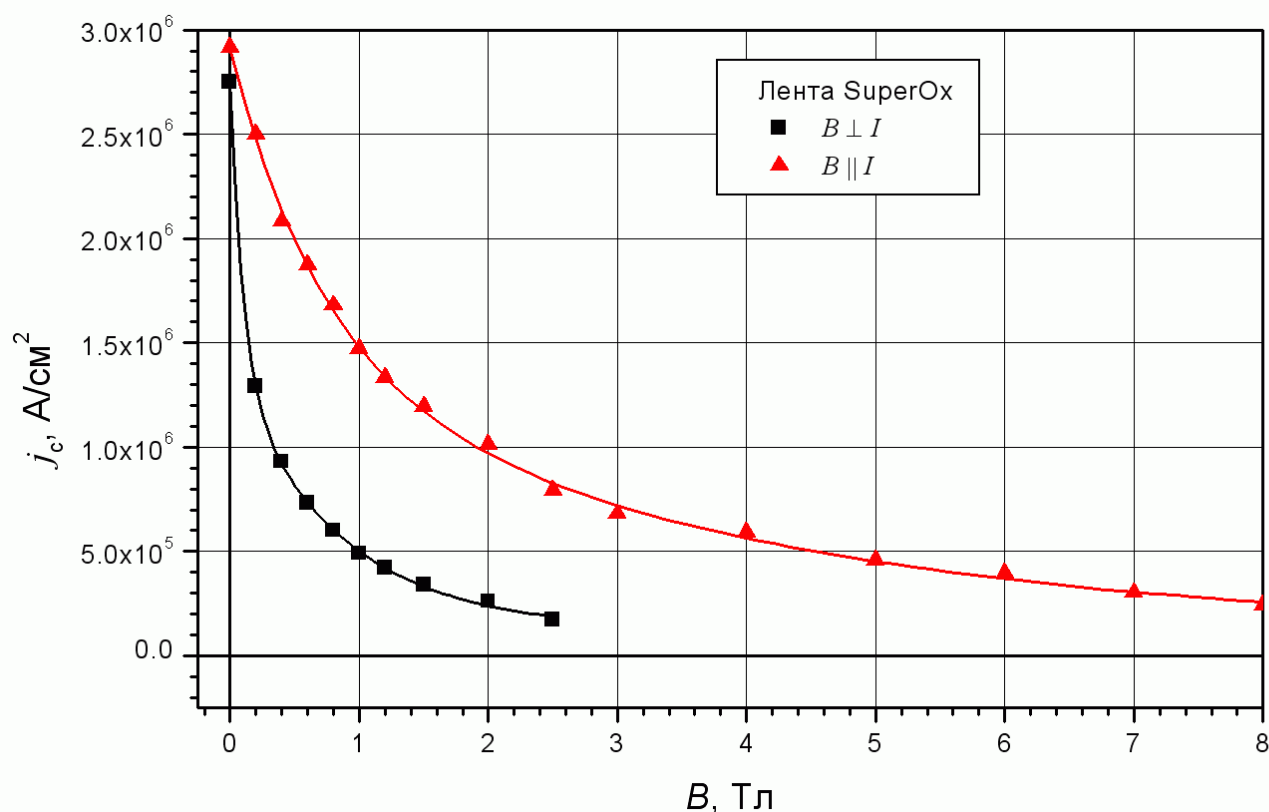


Рис. 5.3. Зависимости плотности критического тока от индукции внешнего магнитного поля для ВТСП ленты $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ($B \perp I$ и $B \parallel I$, $T = 77 \text{ K}$).

Результаты измерений зависимостей $j_c(B)$ в перпендикулярном и параллельном току магнитном поле на образцах ленты $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ показаны, соответственно, на рис. 5.4 и 5.5. Данные по лентам $\text{YBCO}(123)$ в перпендикулярном поле были нами взяты из источников производителя SuperPower [75]. Для сравнения на этих же рисунках представлены зависимости $j_c(B)$ для образцов $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Сравнение показывает, что в параллельном току магнитном поле зависимости критического тока от магнитной индукции для обеих лент практически совпадают (рис. 5.5.). В то же время, в относительно слабом перпендикулярном магнитном поле критический ток ленты на основе GdBCO более резко уменьшается с ростом поля (рис. 5.4), однако количественное расхождение между этими зависимостями для сравниваемых лент невелико. Таким образом, несмотря на различие в материалах ВТСП слоя и технологиях его нанесения токонесущие свойства в

магнитном поле композитных ВТСП лент, произведенных компаниями SuperOx и SuperPower близки.

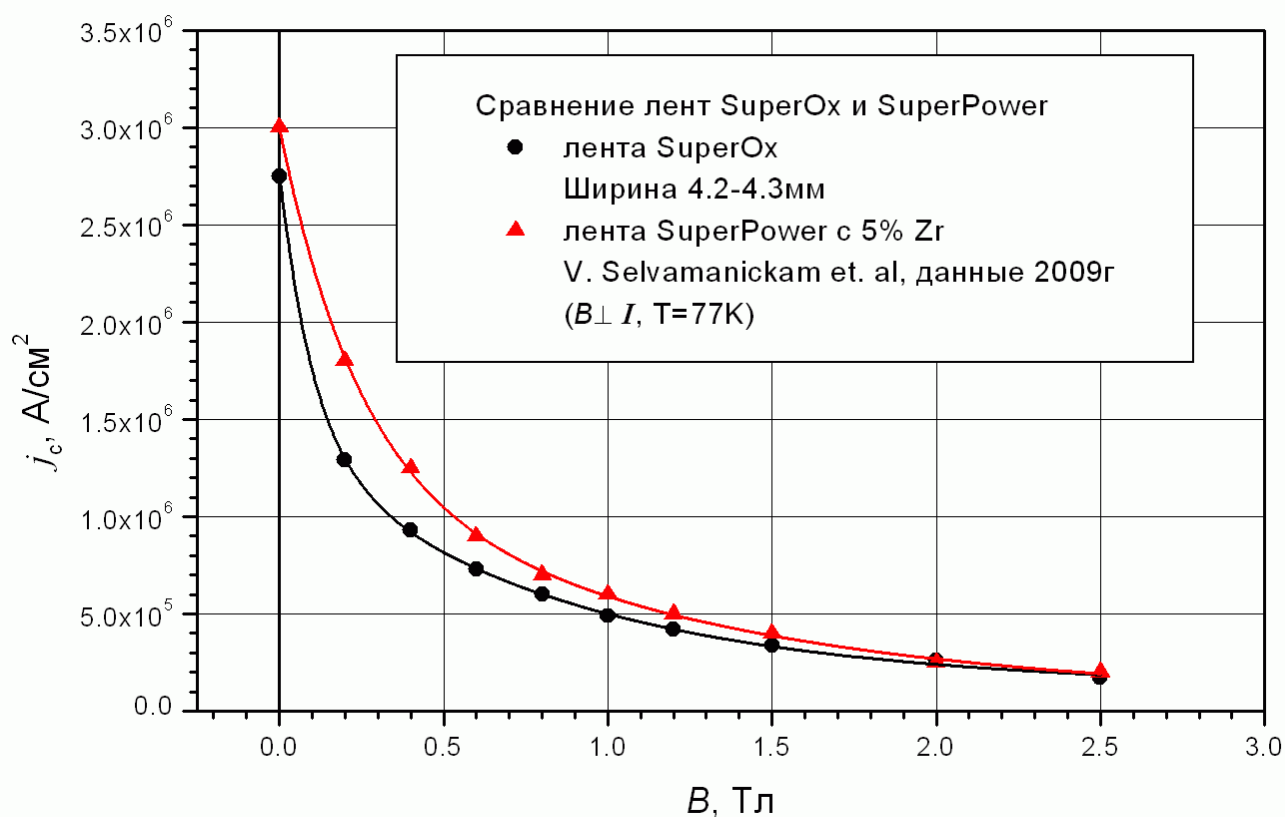


Рис. 5.4. Сравнение зависимостей $j_c(B)$, полученных в геометрии $B \perp I$ при $T = 77$ К, для ВТСП лент на основе $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ (●) и $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (▲).

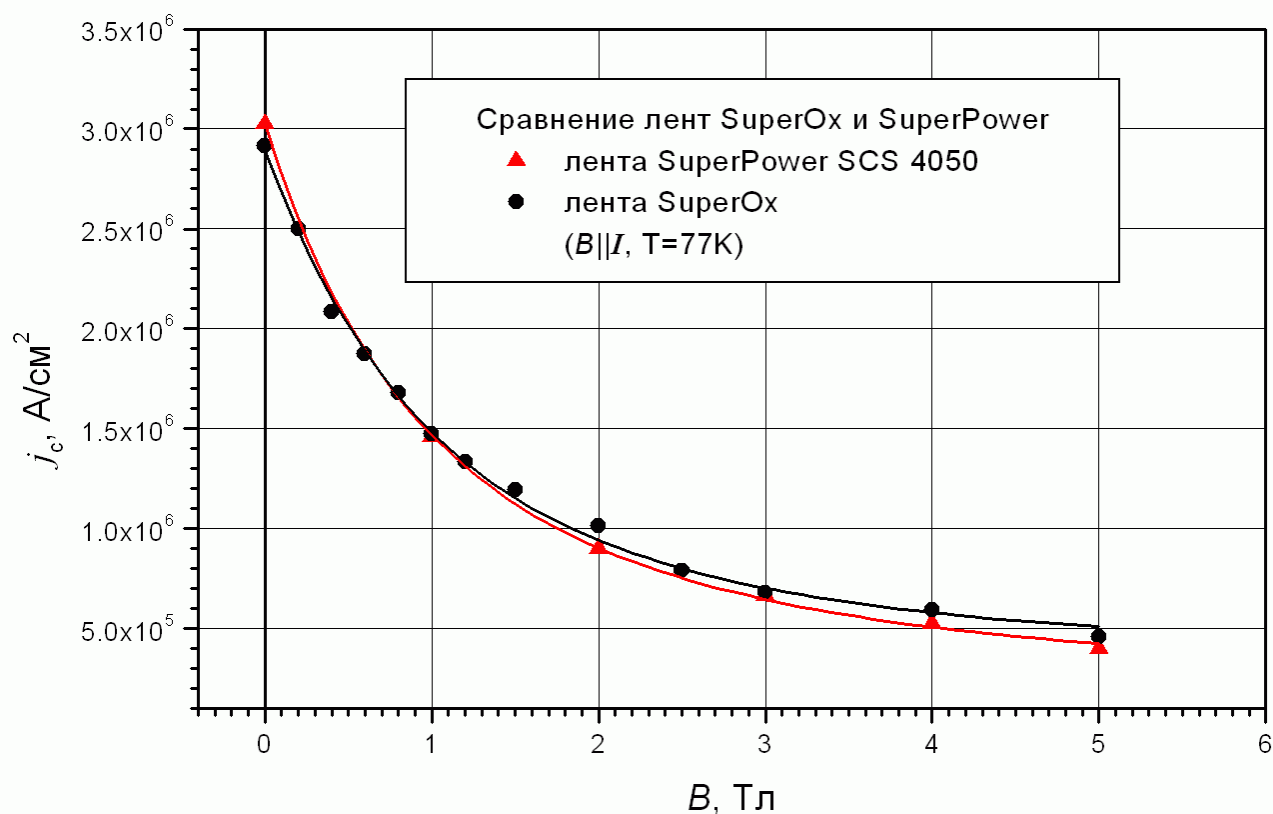


Рис. 5.5. Сравнение зависимостей $j_c(B)$, полученных в геометрии $B||I$ при $T=77K$, для ВТСП лент на основе $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ (●) и $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (▲).

§ 5.3. Температурная и магнитолевая зависимости критического тока.

Сквид магнитометрия[107].

В этом параграфе приведены результаты измерений критического тока с использованием СКВИД-магнитометра. Опыты проводились в наливном гелиевом криостате со сверхпроводящим соленоидом, позволявшем получать магнитное поле с индукцией до 5 Тл. Поле в этих опытах было направлено нормально к плоскости ВТСП слоя. Методика измерения критического тока с помощью СКВИД магнитометра изложена в § 2.2.

Измерения критического тока были выполнены на двух образцах GdBCO (N1 и N2), отрезанных от ленты, архитектура которой показана на рис. 2.2. Образцы были охлаждены до температуры 2 К. После уничтожения магнитной предыстории образцов и выключения поля с индукцией 5 Тл (см. § 2.2) были

проведены измерения магнитного момента в диапазоне температур от 2 до 100 К. Критический ток вычислялся с использованием формулы (2.2). Температурные зависимости поверхностной плотности критического тока $J^S_c(T)$ в нулевом магнитном поле показаны на рис. 5.6. Причины небольшого различия в J^S_c для образцов N1 и N2, по-видимому, связаны с процессом их отрезания от ленты. Отметим, что в отсутствие магнитного поля значения плотности критического тока, полученные из транспортных (§ 5.2) и СКВИД магнитометрических измерений практически совпадают (ср. значения при $B = 0$ на рис. 5.3 и 5.7; толщина ВТСП слоя ленты равна 1 мкм).

При измерениях критических токов в магнитном поле процедура стирания магнитной предыстории образца (§ 2.2) не проводилась. При температуре измерения проводилось охлаждение образца до 2 К, затем включалось магнитное поле с требуемой величиной магнитной индукции, в котором производилось измерение магнитного момента образца при разных температурах. Значение поверхностной плотности критического тока, как и при измерениях в отсутствие магнитного поля, находилось по формуле (2.2).

Магнитолевые зависимости поверхностной плотности критического тока для образцов N1 и N2, полученные при температурах 77 и 20 К, приведены на рис. 5.7 и 5.8, соответственно. На рис. 5.9 показаны зависимости поверхностной плотности критического тока от индукции магнитного поля, полученные при этих же температурах, для образца YBCO, вырезанного из ленты. На этом же рисунке для сравнения приведены данные для двух образцов (N1 и N2) GdBCO.

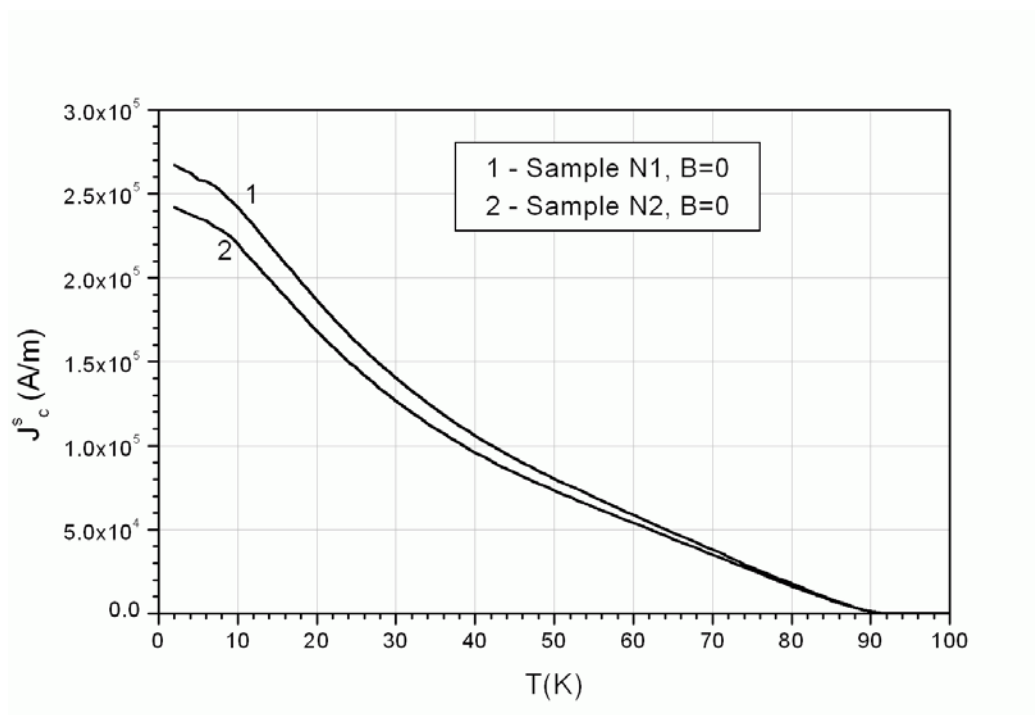


Рис. 5.6. Зависимости поверхностной плотности критического тока от температуры в отсутствие магнитного поля для двух образцов ленты на основе GdBCO, полученные с помощью СКВИД магнетометра.

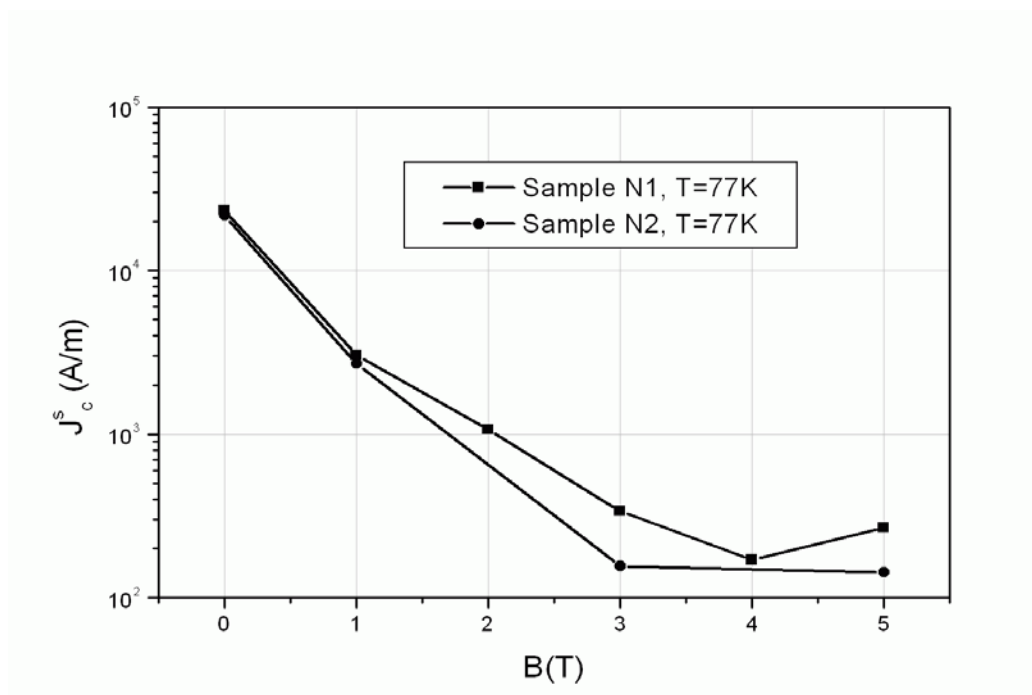


Рис. 5.7. Зависимости поверхностной плотности критического тока J_c^s от индукции магнитного поля при $T = 77$ K для образцов N1 и N2 ленты на основе GdBCO.

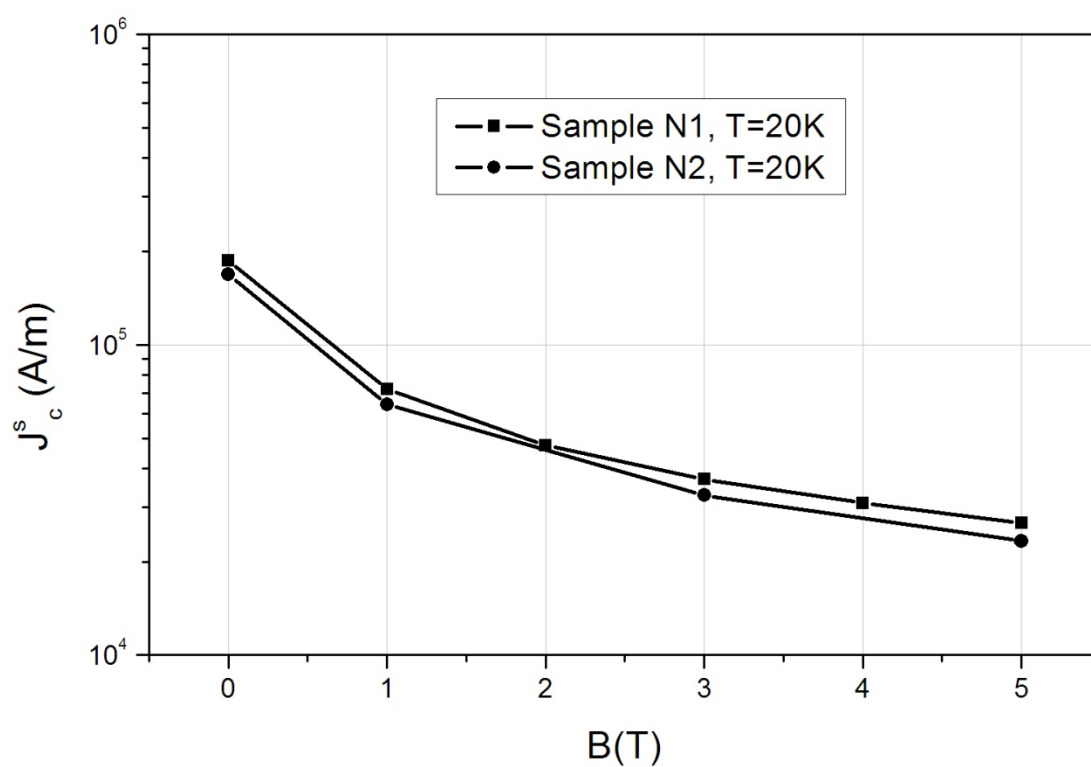


Рис. 5.8. Зависимости поверхностной плотности критического тока J_c^s от индукции магнитного поля при $T = 20$ К для двух образцов GdBCO.

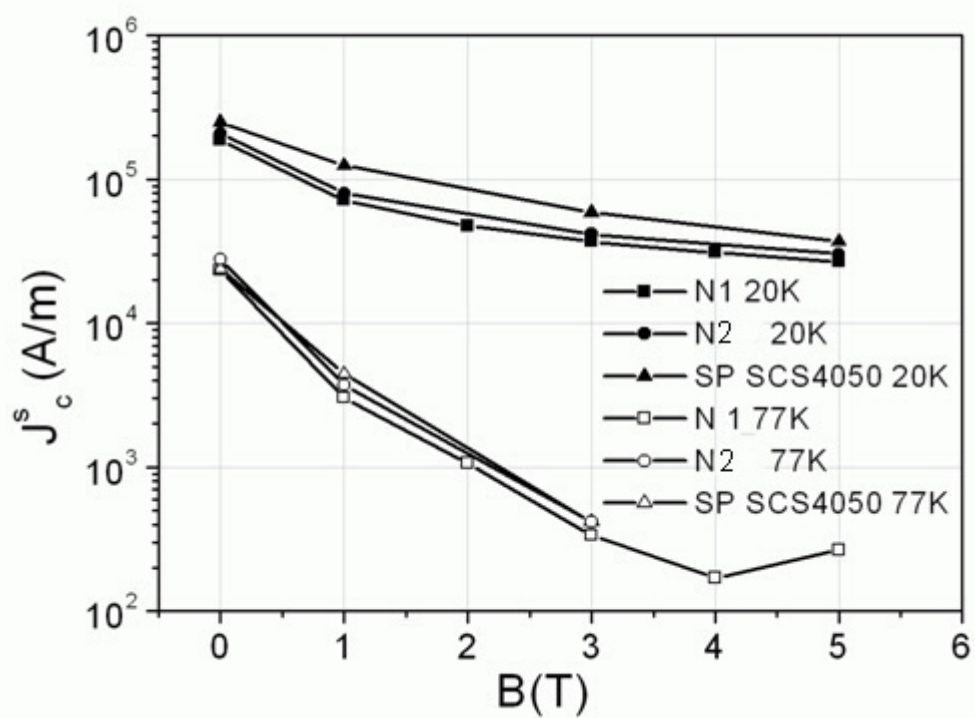


Рис. 5.9. СКВИД измерения зависимостей $J^c(B)$ при температурах 77 К и 20 К для образцов лент на основе GdBCO (N1,N 2) и YBCO (SP SCS4050)

Приведенные на рис. 5.9 сравнительные данные показывают, что ВТСП лента на основе GdBCO, полученная методом импульсного лазерного осаждения (SuperOx-Япония), близка по своим токонесущим характеристикам ВТСП ленте на основе YBCO, полученной методом химического осаждения из паровой фазы (SuperPower, США), что подтверждает вывод, сделанный в конце предыдущего параграфа.

В заключение отметим, что, как видно из сопоставления магнитопольевых зависимостей плотности критического тока, показанных на рис. 5.3 (для поля, перпендикулярного току) и рис. 5.7, в магнитное поле, направленном перпендикулярно слою ВТСП, критический ток уменьшается значительно сильнее, чем в поле, ориентированном параллельно слою, т.е. в последнем случае критический ток более устойчив к воздействию магнитного поля. Такая анизотропия токонесущих свойств по отношению к направлению внешнего магнитного поля носит типичный характер, свойственный композитным лентам на основе этих материалов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ниже приведены основные результаты и выводы работы.

1. Впервые в России рассчитана, спроектирована и реализована безжидкостная криомагнитная система на 8 Тл с «теплым полем» диаметром 50 мм [17]. Данная магнитная система имеет оригинальную конструкцию охлаждения сверхпроводящего соленоида, в которой каркас магнита крепится непосредственно ко 2-й ступени криорефрижератора, что дает улучшенные характеристики охлаждения, а также приводит к снижению веса и размеров криосистемы. Установка имеет следующие технические параметры: время

охлаждения – 16,5 часов, время развертки поля до 8 Тл – 60 минут, неоднородность поля в сфере диаметром 1 см не превышает 5×10^{-3} .

Результаты, полученные в ходе реализации данной криосистемы, были использованы при создании векторной, т.е с управляемой ориентацией магнитного поля, криомагнитной системы с максимальной индукцией по осям координат 2/5 Тл [103], на которую получен патент [104].

2. Детально изучено влияние облучения ионами $^{132}\text{Xe}^{27+}$ (167 МэВ) и $^{84}\text{Kr}^{17+}$ (107 МэВ) на критический ток, критическую температуру и разупорядочение кристаллической структуры в образцах композитной ВТСП ленты на основе YBCO(123) [14]. Определены пороговые значения флюенсов ионов Хе – 5×10^{12} ион/см² и Kr – 1×10^{13} ион/см², при которых происходит разрушение сверхпроводимости. При низких флюенсах ионного облучения обнаружено увеличение плотности критического тока при $T = 77$ К в отсутствие внешнего магнитного поля, что объяснено формированием радиационных дефектов, которые могут служить центрами пиннинга вихрей Абрикосова.

3. В результате расчётов [79] по модели термического пика (МТП) временной зависимости и радиального профиля температуры кристаллической решетки ВТСП при облучении ионами Хе (167 МэВ), Kr (107 МэВ) и Ar (48 МэВ), оценены размеры радиационных дефектов цилиндрической формы, которые могут являться центрами пиннинга абрикосовских вихрей. Рассчитанный радиус дефектов, созданных в ВТСП слое ионами аргона, составляет 5 нм, ионами криптона – 6,2 нм и ионами ксенона – 6,8 нм.

4. В необлученном образце в результате исследования с помощью растровой электронной микроскопии поперечного сечения структуры Ag/YBCO/буфер/хастеллой определены химические составы и размеры всех слоев композита. В сверхпроводящем слое YBCO(123) обнаружены преципитаты Y_2O_3 и отклонение от стехиометрии (недостаток бария в кристаллической решетке).

5. С помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения в облученном ионами криптона сверхпроводнике обнаружены радиационные дефекты размером 2-5 нм, которые могут являться центрами

пиннинга абрикосовских вихрей [14]. Результаты хорошо согласуются с расчетами в рамках МТП. Полученные данные также четко указывают на появление на границе ВТСП-подложка интерфейсного слоя шириной 30-40 нм в облученном образце.

6. Обнаружено, что этот интерфейсный слой оказывает существенное влияние на механические свойства композита: в результате облучения композитной YBCO ленты ионами аргона или криптона до флюенсов 10^{10} - 10^{11} ион/см² происходит релаксация внутренних напряжений, улучшается адгезия сверхпроводящего слоя к подложке [76]. Эффект объяснен на основе МТП с учетом ускоренной диффузии атомов. Метод обработки сверхпроводника ионным облучением запатентован в [105].

7. Получены данные о радиационной стойкости ВТСП лент 2-го поколения на основе YBCO(123) и GdBCO(123) по отношению к облучению протонами с энергией 2,5 МэВ [91]. Критический ток падает больше, чем на порядок при увеличении флюенса до $\Phi=2 \times 10^{16}$ р/см² для YBCO(123) и до 6×10^{16} р/см² для GdBCO(123). При этом вплоть до флюенса 6×10^{16} р/см² критическая температура образцов снижалась не более, чем на 12 %.

8. С использованием резистивного метода и метода СКВИД магнетометрии получены магнитополевые зависимости плотности критического тока для образцов ВТСП лент на основе GdBCO и YBCO в поле, ориентированном параллельно и перпендикулярно слою ВТСП. Показано, что в магнитном поле, перпендикулярном направлению тока, плотность критического тока значительно быстрее убывает с ростом магнитной индукции, чем в поле, параллельном току. Наиболее резкое падение плотности критического тока при увеличении индукции магнитного поля наблюдается, когда поле направлено по нормали к слою ВТСП.

9. Выполнено сравнение функциональных характеристик композитных ВТСП лент 2-го поколения на основе GdBCO(123) производства SuperOx-Япония на

основе YBCO(123) производства SuperPower (США) [96]. Проведены измерения зависимостей критического тока от температуры и индукции внешнего магнитного поля в конфигурации параллельного и перпендикулярного направлению тока поля, а также измерения критического тока после термоциклирования и определение критического изгиба ленты. Показано, что эти ленты близки по своим эксплуатационным характеристикам.

БЛАГОДАРНОСТИ

Я хотел бы поблагодарить коллег, которые помогали мне во время работы над диссертацией. Особая благодарность профессору Н.Н. Сибельдину за руководство. Я хотел бы поблагодарить профессора Г.Н. Михайлову за консультации и полезные обсуждения. Я благодарен А.В. Троицкому, Л.Х. Антоновой, А.Ю. Дидыку, Е.И. Суворовой, В.В. Воронову, В.А. Мальгинову, а также другим соавторам за сотрудничество в проведении экспериментов и теоретических исследований. Я благодарен Е.А. Кострову, Н. А. Пискунову и В. В. Лысенко за помощь в изготовлении криомагнитной системы на основе криорефрижератора замкнутого цикла. Я благодарю весь коллектив криогенного отдела ФИАН за постоянную поддержку и помощь.

ПРИЛОЖЕНИЕ. Безжидкостная криомагнитная система со сверхпроводящим соленоидом на 8 Тл.

В общих чертах конструкция безжидкостной криомагнитной системы описана в § 5.1. Здесь мы более детально остановимся на конструкции ее некоторых узлов, опишем тепловые расчеты криосистемы и расчеты сверхпроводящего соленоида, изложим основные сведения об испытаниях системы, приведем ее технические и эксплуатационные характеристики.

§ П.1. Основные механизмы теплопереноса в криостатах.

Первое, что необходимо сделать после того, как намечена основная конструкция криостата – провести тепловые расчеты. В следующем параграфе будет показано, чем расчет криостата с криокулером отличается от расчета обычного криостата и как выбирать подходящий криокулер для создания криостата с магнитом. В криостатах со сверхпроводящим магнитом при малейших нарушениях теплового режима в зоне максимальной магнитной индукции возможен переход сверхпроводящего провода в нормальное состояние, поэтому необходим подробный тепловой расчет криомагнитной системы, теплопритоков и средств, которые могут повлиять на их снижение.

Как не существует учебной литературы по вопросам создания заливных криостатов, так ее не существует и по криостатам на основе криорефрижераторов. Весь имеющийся опыт находится внутри научных лабораторий, в какой-то мере передается в опубликованных статьях, на научных конференциях и семинарах.

Тепловые потери в криостате можно разделить на три группы: теплообмен излучением, теплообмен по остаточному газу и теплообмен по твердому телу. В этом разделе мы рассмотрим расчет перечисленных видов тепловых потерь в общем виде, а в § П.2 рассчитаем теплопритоки в криостате, с криокулером для охлаждения магнита на 8 Тл.

Тепловое излучение – это процесс переноса энергии тела, обладающего определенной температурой с помощью электромагнитных волн. Электромагнитная волна, попадая на тело, частично отражается, частично проходит насквозь, частично поглощается.

Соответственно, можно рассмотреть плотности потоков поглощенного, отраженного и прошедшего насквозь излучения:

$$E_{\text{abs}} = AE_{\text{in}}, E_{\text{ref}} = RE_{\text{in}}, E_{\text{tr}} = TE_{\text{in}},$$

где E_{in} - плотность потока падающего излучения, А, R, Т- соответственно, коэффициенты поглощения, отражения и пропускания. По закону сохранения энергии

$$E_{in}=E_{abs}+E_{ref}+ E_{tr},$$

откуда следует, что

$$A+R+T=1.$$

Однако для металлов, а именно они в основном используются в современных криостатах $T=0$ (пропускание отсутствует), то есть $A+R=1$.

Излучение, которое определяется только природой тела и его температурой, называется собственным излучением. Его интенсивность определяется законом Стефана-Больцмана:

$E = \varepsilon \sigma T^4$, где $\sigma = 5,67 \times 10^{-8} \text{ Вт/м}^2 \text{ К}^4$, а ε - коэффициент теплового излучения данного тела ($0 < \varepsilon < 1$).

В случае 2-х параллельных экранов с температурами T_1 и T_2 полный поток излучения между этими экранами

равен:

$$Q_{12} = \varepsilon_{12} \cdot \sigma \cdot (T_1^4 - T_2^4) \cdot F, \quad (\text{П.1})$$

где $\varepsilon_{12} = \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1}$ - приведенный коэффициент теплового излучения экранов.

Значения ε обычно берут из таблиц, при этом необходимо знать, в каком диапазоне температур будет находиться экран, так как эти коэффициенты зависят от температуры.

Необходимо также учитывать теплообмен по разреженным газам, имеющимся в между плоскостями. В общем случае полный тепловой поток равен:

$$Q = \alpha_0 \cdot \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \cdot \sqrt{\frac{R}{8\pi\mu T}} (T_2 - T_1) \cdot p \cdot F, \quad (\text{П.2})$$

где $R=8310 \text{ Дж/(К*кмоль)}$ - универсальная газовая постоянная, μ -молярная масса газа, p - давление, $\gamma = \frac{C_p}{C_v}$ - показатель адиабаты, T - температура в месте регистрации давления (обычно комнатная),

$$\alpha_0 = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1} + (\frac{1}{\alpha_2} - 1) \cdot \frac{F_1}{F_2}}, \quad \alpha_1 \text{ и } \alpha_2 - \text{коэффициенты аккомодации 2-х поверхностей с}$$

площадями F_1 и F_2 , характеризующие эффективность захвата молекул стенкой (данные из справочника [99]). В плоскопараллельном случае после подстановки некоторых констант для воздуха при $F_1 = F_2$ для получим

$$Q = 128 \cdot (T_2 - T_1) \cdot p \cdot F, \quad (\text{П.3})$$

Большую роль в генерации теплопритоков играет теплопроводность металлов в конструкции криостата - трубки подвеса, на которых крепятся экраны криостата, измерительные провода, токовводы. Тепловой поток по твердому телу записывается следующим образом:

$$Q = \frac{F}{l} \cdot \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT, \quad (\text{П.4})$$

что для некоторых диапазонов температур можно упростить до

$$Q = \frac{F\lambda}{l} \cdot (T_2 - T_1), \quad (\text{П.5})$$

где l – длина теплопровода, F – поперечное сечение теплопровода, λ – коэффициент теплопроводности.

При проектировании любого криостата, в том числе и на основе криорефрижераторов, необходимо минимизировать тепловые потери. Кроме того, обычно принято разрабатывать не универсальный криостат, а делать криостат под эксперименты определенного типа. При этом всегда следует стремиться минимизировать площадь поверхностей криостата, использовать измерительные провода с наименьшей теплопроводностью, устанавливать тепловые экраны, а также теплоизоляционные материалы.

§ П.2. Тепловой расчет криостата с криокулером для сверхпроводящего магнита

Для теплового расчета разработанного криостата примем следующие условия: температура внешнего кожуха криостата равна 295 К, температура первой ступени криорефрижератора равна 40 К. Рассчитаем тепловые притоки к 1-й ступени рефрижератора.

Теплоприток по твердому телу:

Осуществляется через 2 трубки подвеса $\phi 6 \times 0.3 \text{ мм}^2$ из нержавеющей стали марки 12X18H10T длиной 119 мм, закрепленные на верхней плите и удерживающие радиационный экран (рис. 5.1). Интегрируя выражение (П.4) в среде MathCad и учитывая табличные значения (Таблица П.1), получаем значение в 0,56 Вт.

Таблица П.1 Коэффициенты теплопроводности меди при различных температурах

Т, К	4	5	6	9	10	15	20	25	30	40	50	80	300
λ , Вт/м*К	2,9	3,7	4,6	7,3	8,2	13	17,5	21,5	25,5	33,1	40	52,2	123

Теплоприток излучением:

Тепловой нагрев излучением, также как и теплоприток по остаточному газу к радиационному экрану, изготовленному из меди М10, идет от боковой поверхности внешнего кожуха криостата и верхней плиты, выполненных из нержавеющей стали марки 12X18H10T. Воспользовавшись для расчетов формулой (П.1), и подставив значения площадей боковой и плоской поверхностей, для теплопритока к боковой поверхности теплового экрана получим величину 1,71 Вт, а к плоским поверхностям – 2,13 Вт. В результате суммарный приток тепла излучением к первой ступени криорефрижератора равен 3,83 Вт.

Теплоприток по остаточному газу:

Приток тепла в этом случае можно вычислить по формул (П.2). Коэффициенты аккомодации для нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т при 300К и для меди М10 при 40К равны 0,07 и 0,075, соответственно. При давлении $P = 5 \times 10^{-4}$ Па для теплопритока получим значение 6,64 Вт.

Таким образом, общий теплоприток к первой ступени рефрижератора равен 11,03 Вт (без учета токовводов).

Для неохлаждаемых токовводов, т.е. в пренебрежении теплообменом через боковую поверхность токоввода, выражение для теплового потока в радиационный экран (рис. 5.1) (П.6) может быть получено аналитически. В этом случае достаточно в уравнении теплопроводности учесть нагрев токоввода проходящим через него электрическим током. Тогда, вместо выражения (П.4) получим:

$$Q = \frac{F}{l} \cdot \left(\int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT + \frac{I^2}{F^2} \int_0^l \left[\int_0^x \rho(x) dx \right] dx \right), \quad (\text{П.6})$$

где $\rho(x)$ – удельное электрическое сопротивление в точке x проводника, I – сила тока в токовводе и x – координата вдоль токоввода ($T = T_1$ при $x = 0$, $T = T_2$ при $x = l$). Используя это выражение, можно найти оптимальное отношение длины токоввода к площади его сечения $(l/F)_{\text{opt}}$, при котором теплоприток в холодную зону криостата минимален. Согласно работе [100]:

$$\left(\frac{l}{F} \right)_{\text{opt}} = \frac{1}{I} \sqrt{2 \int_{T_1}^{T_2} \frac{\lambda(T)}{\rho(T)} dT} \quad (\text{П.7})$$

и

$$Q_{\min} = I \sqrt{2 \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) \rho(T) dT}. \quad (\text{П.8})$$

В качестве материала токоввода была выбрана латунь ЛС-59, зависимости удельного электрического сопротивления и коэффициента теплопроводности которой от температуры взяты из справочника [99].

Длина токоввода $l = 0,21$ м задана конструкцией криостата. При рабочем токе $I = 79,2$ А с помощью выражения (П.7) была определена оптимальная (при заданной длине) площадь сечения токоввода. Теплоприток для одного токоввода при рабочем токе, рассчитанный по формуле (П.8), составляет 3,6 Вт. Теплоприток от одного обесточенного токоввода равняется 1,4 Вт.

В результате общий теплоприток к первой ступени криорефрижератора с учетом теплоподвода от 2-х токовводов при рабочем токе 79,2 А составляет 18,2 Вт, а при обесточенном соленоиде – 13,8 Вт.

Теплоприток ко 2-й ступени рефрижератора происходит по 2 трубкам подвеса из нержавеющей стали $\phi 6 \times 0,3$ мм (длина трубок $l = 0,224$ м, температуры на концах $T_1 = 4,2$ К и $T_2 = 40$ К), с помощью которых каркас магнита крепится к верхней плите экрана (см. § 5.1), равен $6,7 \times 10^{-3}$ Вт. Аналогично тому, как это делалось для первой ступени, рассчитываем теплопритоки по остаточному газу от экрана, которые составили 0,039 Вт, и теплообмен излучением между второй ступенью и экраном, получившийся равным 0,047 Вт.

Средняя теплопроводность ленты SuperPower SCS 4050, использованной как часть токоввода, соединяющая латунный отрезок токоввода с обмоткой соленоида, равна $\lambda_{\text{ср}} = 680$ Вт/ м*К. Соответственно, теплоприток ко 2-ой ступени по двум лентам, рассчитанный как описано выше, составляет 0,055 Вт. Провода из манганина, предназначенные для измерения температуры магнита 4-зондовым методом, вносят дополнительный теплоприток в $1,1 \times 10^{-3}$ Вт.

Итого, общий теплоприток ко второй ступени криорефрижератора составляет около 0,14 Вт. Так как производительность криорефрижератора при $T = 4,2$ К равна 1 Вт, то это позволяет сделать предположение, что температура соленоида будет значительно ниже, чем 4,2 К.

§ П.3. Методика расчета поля соленоида

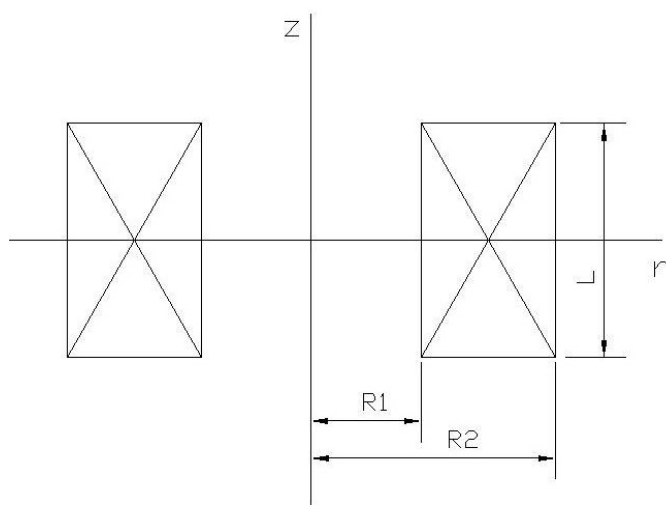


Рис. П.1. Обозначения, используемые при расчете сверхпроводящего соленоида.

Поскольку разрабатываемый магнит является соленоидом (рис. П.1), можно воспользоваться методикой расчета, описанной в работе [72].

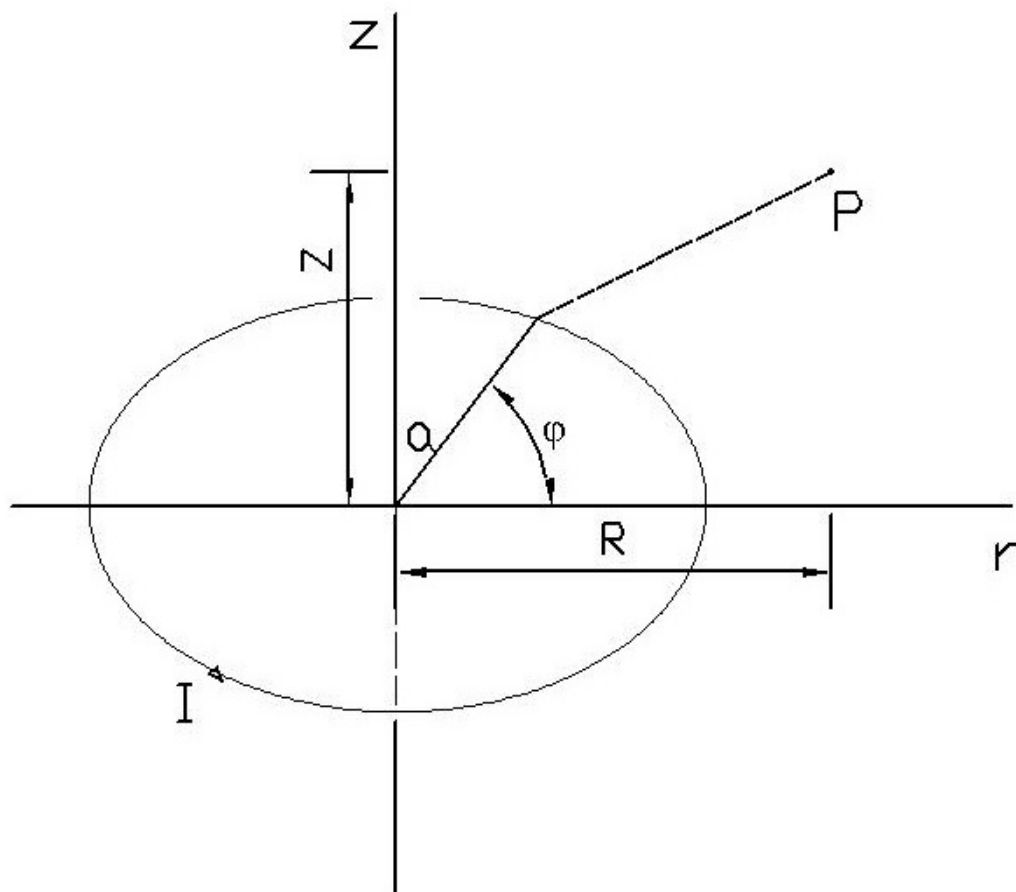


Рис. П.2. Обозначения, используемые при выводе формул для компонент магнитного поля.

Суть метода заключается в том, чтобы разбить поперечное сечение обмотки на конечные элементы, для которых можно записать аналитическое уравнение для магнитного поля с последующим интегрированием по обмотке. В качестве конечного элемента выбирается круговой виток с током.

Индукцию магнитного поля от такого витка с током можно выразить через вектор-потенциал магнитного поля $\mathbf{A}$: $\mathbf{B} = \text{rot } \mathbf{A}$. В обозначениях, приведенных на рис. П.2, выражение для φ -компоненты векторного потенциала в точке P выглядит следующим образом:

$$A_{\varphi}(r, z) = \frac{\mu_0 \cdot I}{4 \cdot \pi} \int_0^{\pi} \frac{2 \cdot a \cdot \cos \varphi}{(a^2 + r^2 + z^2 - 2 \cdot a \cdot r \cdot \cos \varphi)^{1/2}} d\varphi,$$

где μ_0 – магнитная постоянная и I – сила тока в витке. Этот потенциал можно выразить через полные эллиптические интегралы первого и второго рода:

$$A_{\varphi}(r, z) = \frac{\mu_0 \cdot I}{4 \cdot \pi} \left(\frac{a}{r} \right)^{1/2} \left\{ \left(1 - \frac{k^2}{2} \right) \cdot K - E \right\},$$

где:

$$k^2 = \frac{4 \cdot a \cdot r}{(a+r)^2 + z^2}, \quad 2 \cdot \theta = \pi - \varphi,$$

$$K(k) = \int_0^{\pi/2} \frac{d\theta}{(1 - k^2 \cdot \sin^2 \theta)^{1/2}},$$

$$E(k) = \int_0^{\pi/2} (1 - k^2 \cdot \sin^2 \theta)^{1/2} d\theta.$$

Вычисление эллиптических интегралов достаточно просто осуществляется с помощью программы MathCad 15.0.

Выражения, описывающие две компоненты индукции магнитного поля, можно записать в виде:

$$B_r(r, z, a) = -\frac{\partial A_{\varphi}}{\partial z} = \frac{\mu_0 \cdot I}{2 \cdot \pi} \cdot \frac{z}{r} \cdot \frac{1}{[(a+r)^2 + z^2]^{1/2}} \left\{ -K(k) + \frac{a^2 + r^2 + z^2}{(a-r)^2 + z^2} \cdot E(k) \right\}, \quad (\text{П.9})$$

$$B_z(r, z, a) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r A_{\varphi}) = \frac{\mu_0 \cdot I}{2 \cdot \pi} \cdot \frac{1}{[(a+r)^2 + z^2]^{1/2}} \left\{ K(k) + \frac{a^2 - r^2 - z^2}{(a-r)^2 + z^2} \cdot E(k) \right\}. \quad (\text{П.10})$$

Чтобы вычислить индукцию магнитного поля в точке (r,z), создаваемую магнитом, надо проинтегрировать эти выражения по всем виткам соленоида.

Введем обозначения (рис. П.1): R_1 - первых витков обмотки (диаметр каркаса), R_2 - диаметр последних витков обмотки (диаметр соленоида), L - высота обмотки и D - плотность витков в обмотке на единицу площади поперечного сечения магнита.

Тогда осевую и радиальную компоненты индукции магнитного поля, создаваемого соленоидом в точке (r,z) можно записать в виде:

$$B_z(r, z) = D \cdot \int_{z-\frac{L}{2}}^{z+\frac{L}{2}} \left(\int_{R_1}^{R_2} B_z(r, z, a) \cdot da \right) \cdot dz, \quad (\text{П.11})$$

$$B_r(r, z) = D \cdot \int_{z-\frac{L}{2}}^{z+\frac{L}{2}} \left(\int_{R_1}^{R_2} B_r(r, z, a) \cdot da \right) \cdot dz. \quad (\text{П.12})$$

§ П.4. Сверхпроводящий соленоид на 8 Тл

В начале в этом параграфе мы рассмотрим требования к создаваемому соленоиду, далее опишем имеющиеся ограничения и приведем обоснование выбранных размеров и параметров соленоида. Итак, изначальные требования состояли в том, чтобы соленоид имел «теплое» отверстие с комнатной температурой диаметром 50 мм при однородности поля в объеме 10 см^3 вблизи центра соленоида не хуже 10^{-2} . Кроме того, было задано ограничение на максимальный ток в соленоиде, который не должен превышать 100 А.

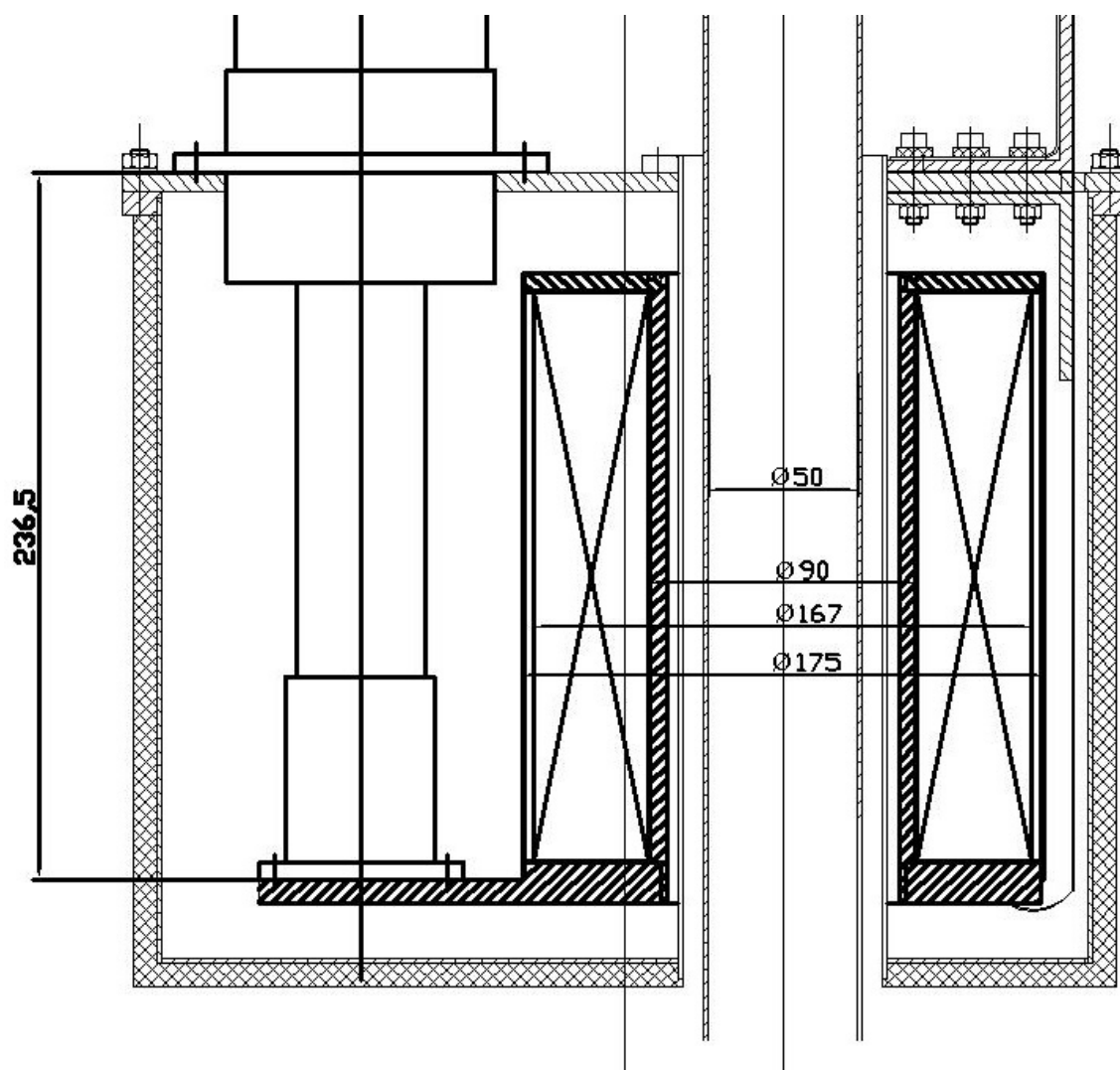


Рис. П.3. Размещение сверхпроводящего соленоида в безжидкостном криостате. Указаны некоторые реальные габаритные параметры.

Расстояние между первой и второй ступенями криорефрижератора равно 236,5 мм (рис. П.3), соответственно соленоид должен иметь меньшую высоту, чтобы избежать трудностей с компоновкой. Внутренний радиус шахты задан равным 25 мм (радиус «теплого» отверстия), соответственно, учитывая толщину стенки трубы шахты, зазор между шахтой и экраном, толщину внутренней трубы радиационного экрана, зазор между экраном и соленоидом, толщины каркаса и прокладки, получим, что внутренний радиус обмотки должен иметь величину 45 мм (рис. П.3).

В качестве провода для намотки магнита был выбран сверхпроводящий провод из ниобий-титана на медной основе марки Bruker EAS F54-1.35 (0.6)TV [101], который имеет диаметр 0,6 мм без изоляции и 0,64 мм с изоляцией. Критические токи для короткого образца этого провода при различных значениях индукции внешнего магнитного поля приведены в Таблице П.2.

Таблица П.2. Критический ток сверхпроводящего провода при $T = 4.2$ К по критерию 0,1 мкВ/см

Внешнее поле В, Тл	4	5	6	7	8
I_c , А	402	335	276	214	144

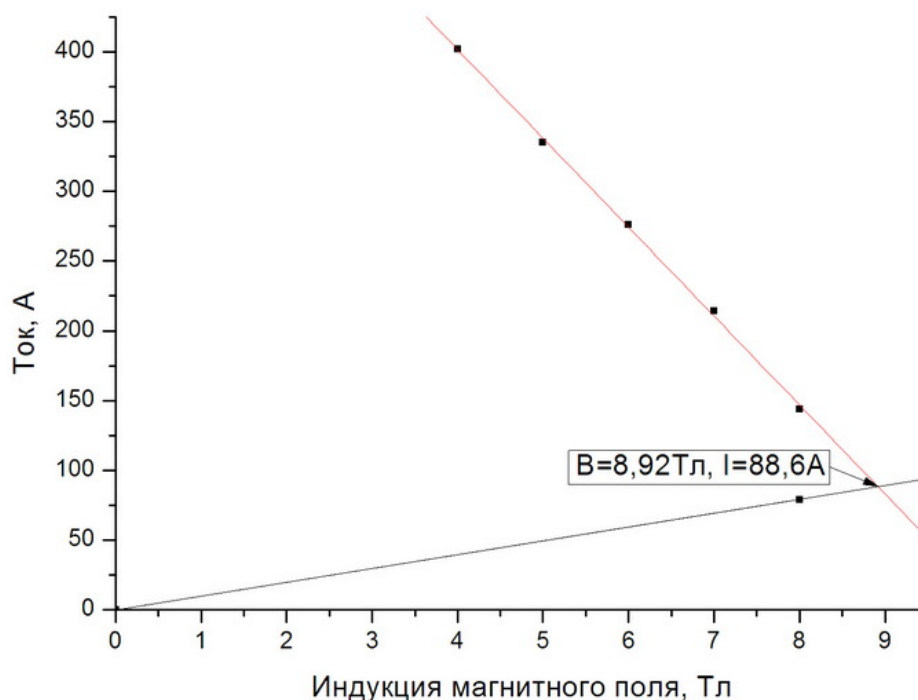


Рис. П.4. Графическое определение максимального тока соленоида.

На рис. П.4. приведена зависимость критического тока от внешнего магнитного поля для провода марки Bruker EAS F54-1.35 (0.6)TV. Критический ток проводника при 8–9 Тл получается аппроксимацией табличных значений при 4–8 Тл, причем, как видно из графика, данная зависимость с высокой точностью линейная. Нагрузочный коэффициент, равный 101 мТл/А вычисляется по формулам (П.11) и (П.12). Пересечение расчетной нагрузочной прямой и графиком критического тока является точка со значениями $I=88,6$ А, $B=8,92$ Тл, то есть соленоид должен будет выдерживать максимальный ток, равный 88,6 А.

Таким образом, сконструированный соленоид (рис. П.1) характеризуется следующими параметрами:

внутренний радиус обмотки $R_1=45$ мм;

внешний радиус обмотки $R_2=83,5$ мм;

высота обмотки $L=190$ мм;

высота соленоида с фланцами $H=236$ мм;

неоднородность поля в центре (в сфере диаметром 1 см) – не хуже 5×10^{-3} ;
отношение индукции к току в центре соленоида – 101 мТл/А;
вес соленоида – 23,5 кг.

Рассчитанные с использованием модели свободного витка механические напряжения в обмотке не превышают 90 МПа. Согласно [102], если в соленоиде механические напряжения, рассчитанные по этой модели, не превышают 100 МПа, можно ожидать отсутствие явлений тренировки соленоида, соответственно, он должен выходить на расчетный ток.

В ходе изготовления данного соленоида производился поиск оптимального метода намотки. В первом случае осуществлялась намотка соленоида без клея, так называемая сухая намотка (рис. П.5а). С одной стороны, плюсы такой намотки очевидны: чистота при намотке, возможность использовать намотанный проводник заново. С другой стороны, отсутствие отвердителя может вносить некоторую степень свободы для отрезков проводника, а также повышать градиент температуры от каркаса к центральным слоям катушки, что может приводить к локальным перегревам и снижению критического тока соленоида.

Во втором случае осуществлялась намотка с использованием эпоксидного отвердителя Stycast 2850FT (рис. П.5б). Намотанный таким образом соленоид невозможно перемотать, после высыхания он превращается практически в монолит, однако это и может дать ему те необходимые свойства, которые не дает «сухая» намотка.

Результаты испытаний соленоидов с обмотками, полученными при обоих типах намотки, приведены в следующем параграфе.

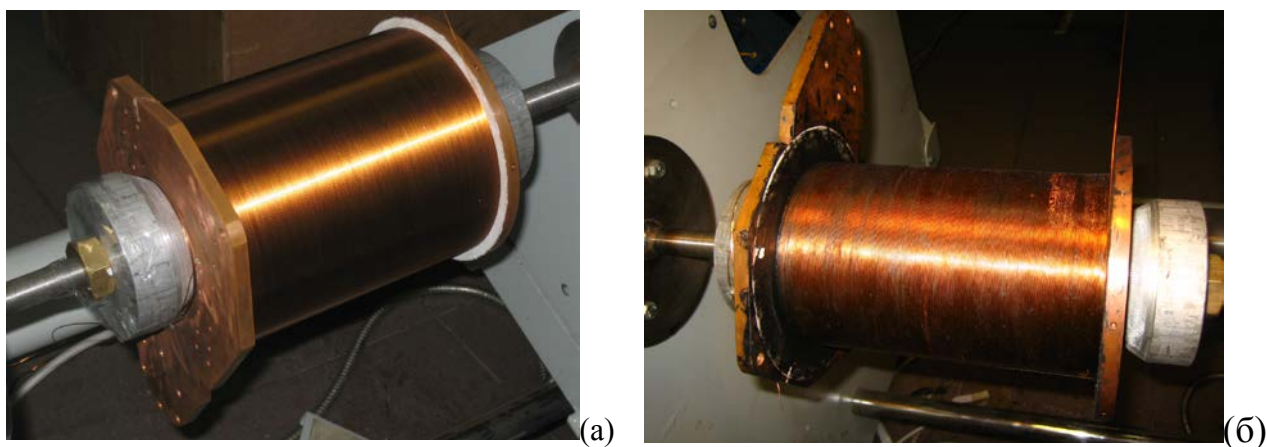


Рис. П5.. «Сухая» намотка соленоида (а), намотка с использованием эпоксидной смолы (б).

§ П.5. Сборка и испытания криомагнитной системы со сверхпроводящим магнитом на 8 Тл

Испытания соленоида, намотанного с применением «сухой» технологии намотки, проводились в тестовом криостате с погружением в жидкий гелий (рис. П.6).

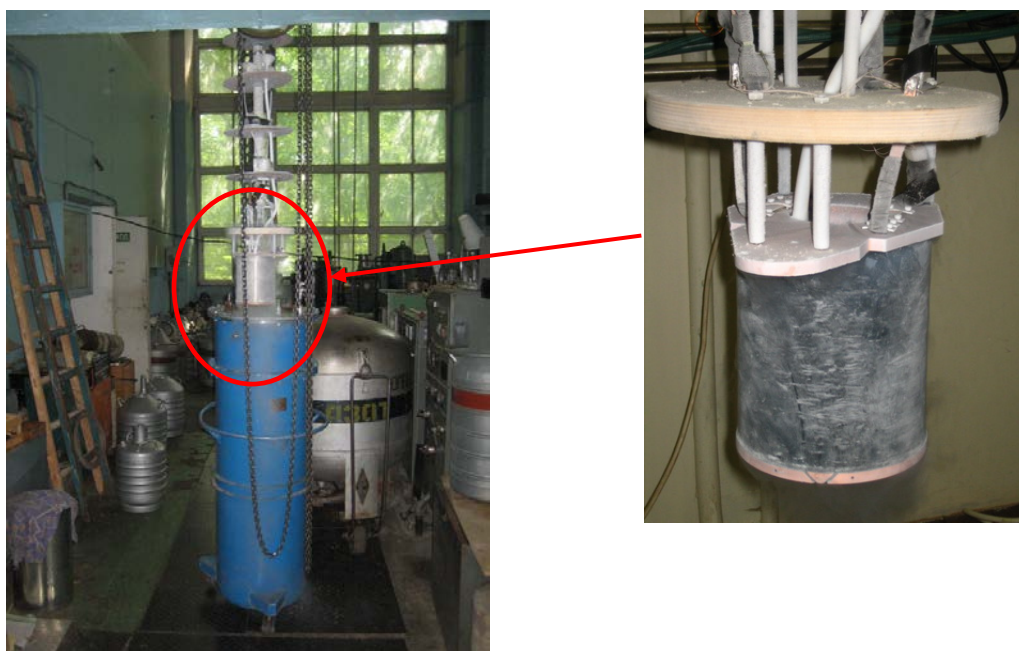


Рис. П.6. Стенд для испытаний сверхпроводящих соленоидов.

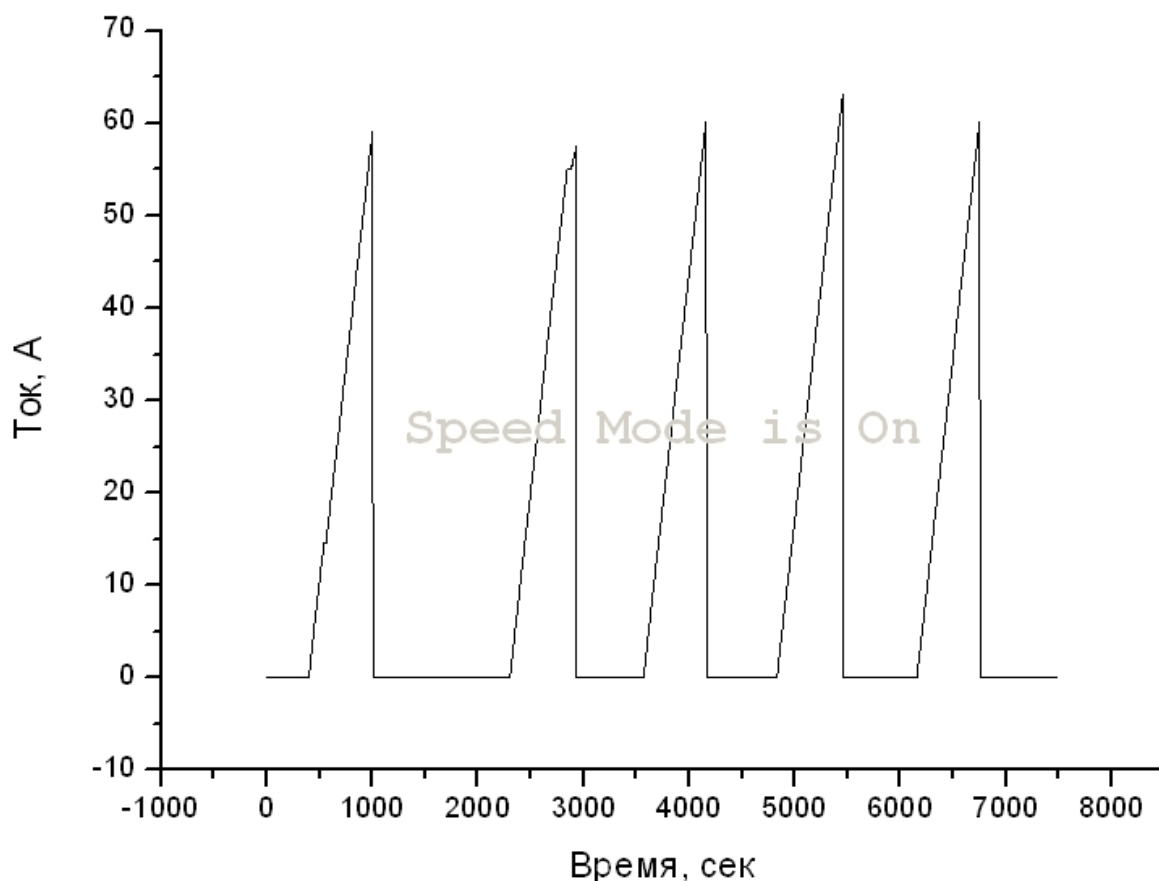


Рис. П.7. График ввода тока в соленоид.

Было проведено 5 вводов тока со скоростью 0,1 А/сек (см. рис. П.7). Максимально достигнутый (критический) ток составил 63,17 А при четвертом вводе. При этом из графика видно, что катушка практически не «тренируется»: значение ее критического тока остается примерно одним и тем же. Это говорит о том, что присутствуют упругие деформации и связанное с ними снижение критического тока.

После этого соленоид был намотан заново с использованием эпоксидной смолы Stycast 2580FT. Повторные испытания в жидком гелии показали приемлемые значения для максимального тока: соленоид перешел в нормальное состояние при токе 84,75 А, что соответствовало индукции магнитного поля в 8,56 Тл.

Далее была проведена сборка криостата. Были установлены токовводы, состоящие из латунной и ВТСП частей (рис. П.8); последние минимизируют

теплоприток к магниту. Токовводы охлаждаются на первой и на второй ступенях криокулера. ВТСП-токовводы спаиваются с NbTi-проводником у основания магнита, которое имеет температуру второй ступени.

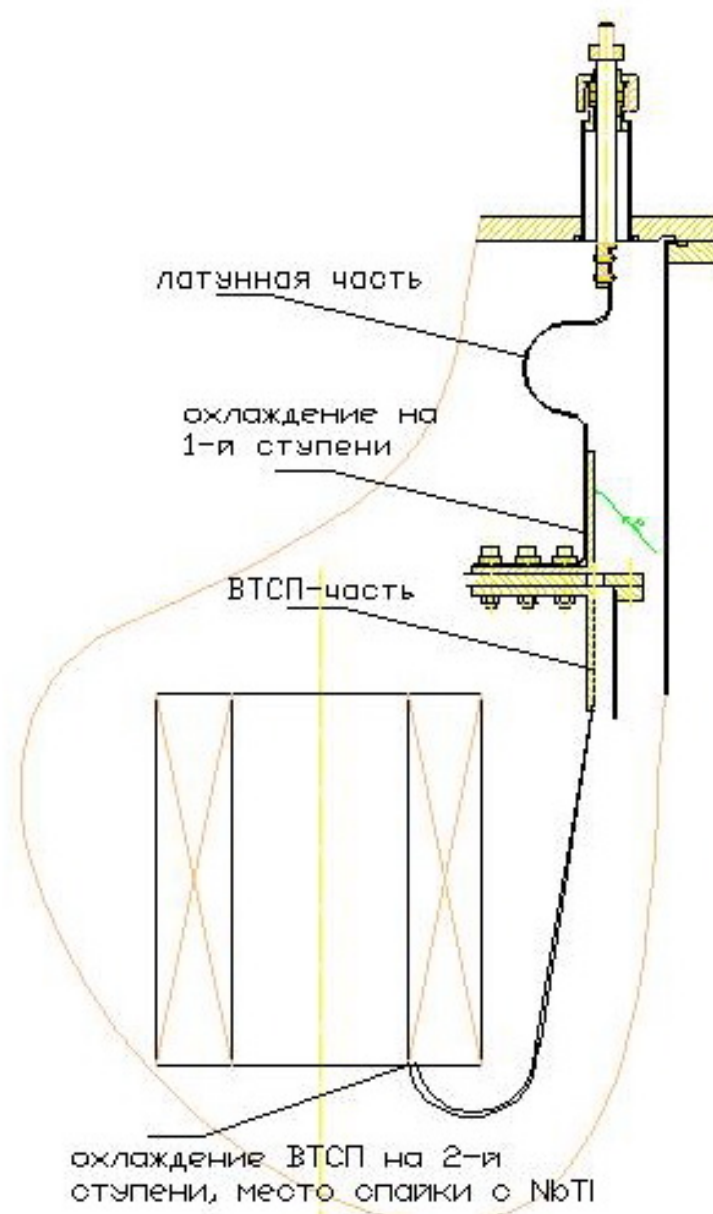


Рис. П.8. Конструкция токовводов.



Рис. П.9. Криомагнит с установленным радиационным экраном.

После сборки токовводов устанавливался радиационный экран, а затем верхняя плита вместе со всей закрепленной на ней конструкцией (рис. П.9) крепилась к внешнему кожуху криостата (см. рис. 5.1). Фотография криостата в сборе представлена на 5.2.

После откачки собранного криостата до 10^{-4} мм. рт. ст., был запущен компрессор криорефрижератора и проведены измерения температуры на первой и второй ступенях, а также непосредственно на магните (рис. П.10).

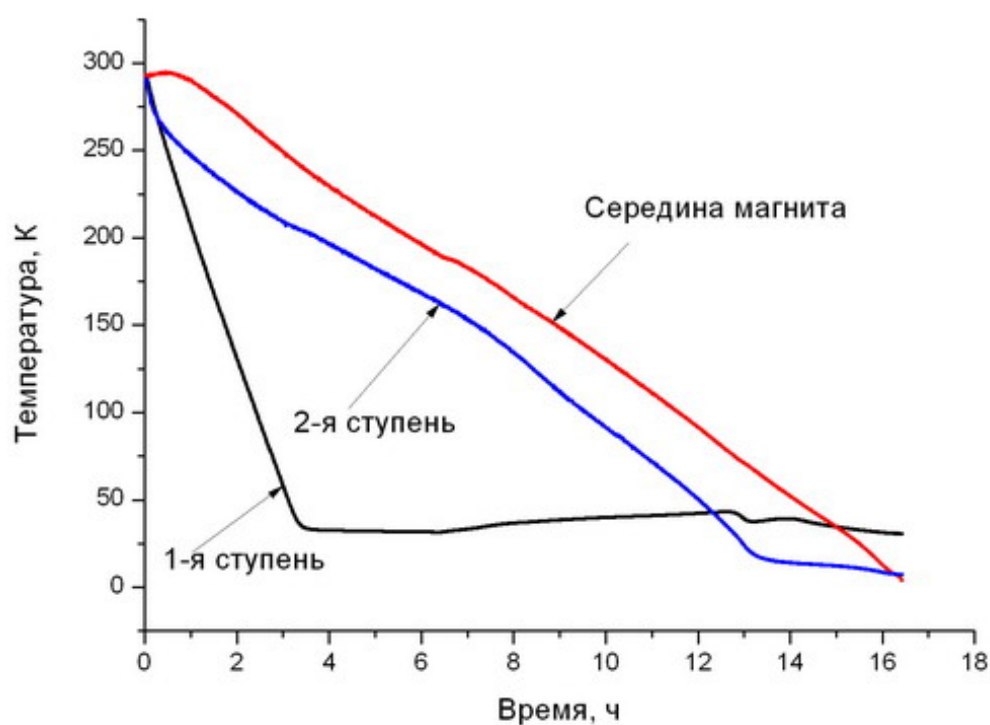


Рис. П.10. График выхода магнита на рабочую температуру.

Как видно из рис. П.10, магнит выходит на рабочую температуру за 16,5 часов и охлаждается при этом до 2.8 К. Это очень хороший результат для криосистемы, и благодаря такой низкой температуре возможно получение более высокого значения критического тока соленоида по сравнению с полученным в § П.4 (см. рис. П.4).

Таблица П.3. Рекомендуемый график ввода тока в соленоид

Номер ввода	Начальная температура, К	Конечная температура, К	Максимальный ток, А	Ожидание, мин	Скорость ввода, А/мин
1	2.8	7	40	14	6.1
2 (до 6 Тл)	5.15	6.05	59.3	15	2.95
3	4.2	5.16	70	11	1.18
4	4	4.8	75	6	1.18
5 (до 8 Тл)	4	4.56	79.1		0.5

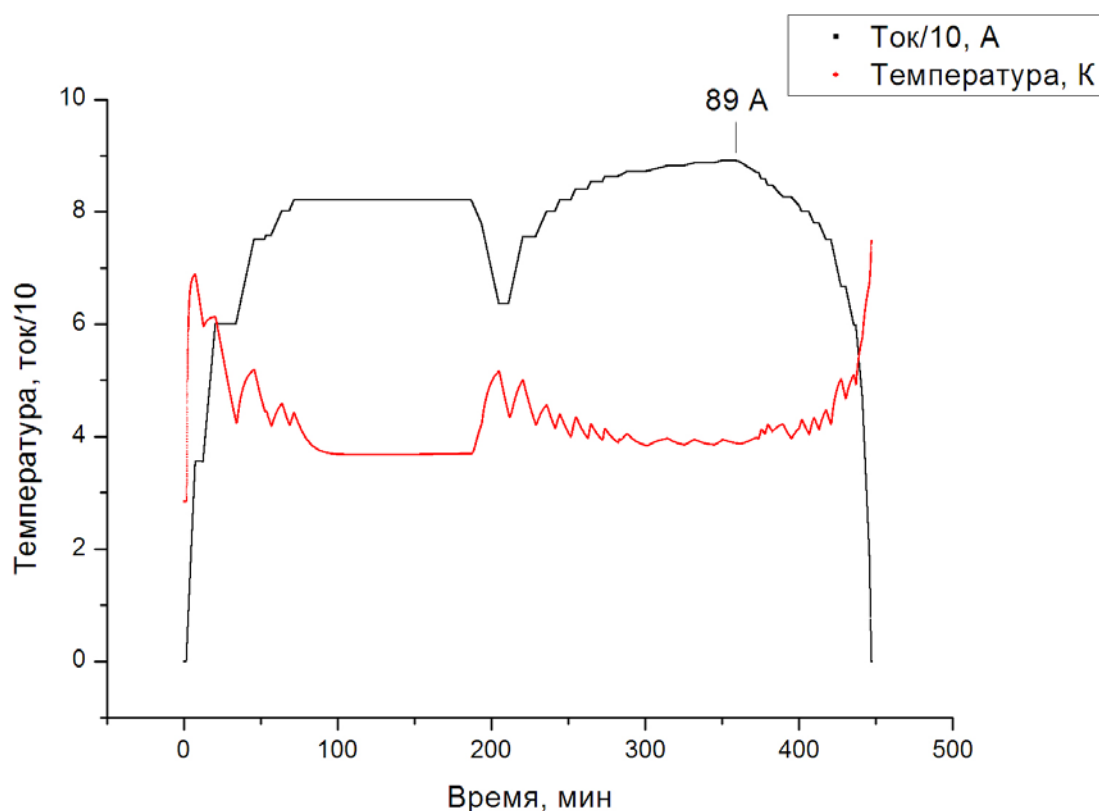


Рис. П.11. Температура и ток соленоида при вводе.

После охлаждения магнита до температуры 2.8 К был произведен ввода тока до отвечающего индукции поля 8 Тл. На это ушло примерно 72 минуты. Рекомендуемый режим ввода тока до поля 8 Тл приведен в таблице П.3, а на рис. П.11 показана зависимость тока в соленоиде и температуры на внешней части магнита от времени при вводе и выводе тока. Между вводами делались перерывы на охлаждение магнита.

При увеличении поля от 8 до 9 Тл ток вводился с минимальной скоростью с остановками через каждый 1 А. Было достигнуто поле 9 Тл, что говорит о высоком качестве сборки и намотки соленоида. Дальнейший ввод тока не осуществлялся, чтобы избежать повреждения магнита и токовводов при переходе в нормальное состояние.

Из графика может показаться, что при увеличении тока температура падает, а при выводе тока температура растет. Действительно, увеличение тока до максимальных значений проводится при все меньшей температуре, с

минимальной скоростью ввода, чтобы избежать перехода магнита в нормальное состояние. Вывод тока, начиная со значений в 5-6 Тл и ниже, наоборот, можно проводить с большой скоростью и нагрев магнита до 6-8 К уже не приведет к его переходу.

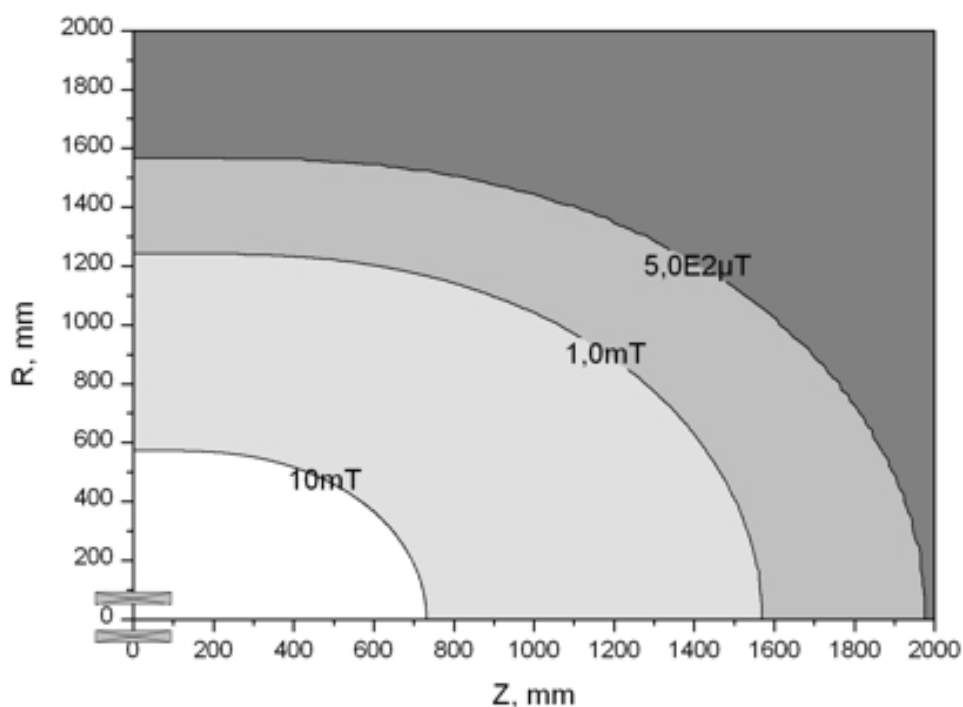


Рис. П.12. Диаграмма рассеянного поля. Магнитная индукция поля в соленоиде равна 8 Тл.

Были проведены замеры рассеянного магнитного поля (рис. П.12). Линия 1 мТл, считающаяся критичной для электронных измерительных приборов, находится на расстоянии 1,2–1,6 м от соленоида; соответственно, за этими пределами можно размещать любые измерительные и приборы.

Выводы

Разработанная и реализованная магнитная система с криорефрижератором имеет параметры, представленные в таблице П.4.

Таблица П.4. Параметры криомагнитной системы

НАИМЕНОВАНИЕ	ПАРАМЕТРЫ
1. Криостат	

Приблизительные габаритные размеры криостата (Высота x Ширина x Глубина), мм	720x420x500
Рекомендуемая максимальная индукция поля сверхпроводящего магнита, Тл	8
Ток соленоида при 8 Тл, А	79,1
Максимальная индукция поля сверхпроводящего магнита, Тл	9.01
Ток соленоида при 9,01 Тл, А	89,2
Диаметр теплого отверстия магнита, мм	50
Рабочий объем для заливки жидкого азота, л	~0.75
Компрессор для криорефрижератора	Sumitomo F50
Криорефрижератор Гиффорда МакМагона	Sumitomo SDRK 415
Время непрерывной работы (ограничено ресурсом криорефрижератора), часов	10 000

Преимущества данного прибора по сравнению с ранее имевшимися аналогами видны из таблицы П.5.

Таблица П.5. Сравнение данного криостата ФИАН с аналогами, имеющими теплое отверстие 50 мм (если не обозначено иначе).

	Индукция поля	Размеры (диаметр и высота), мм	Вес, кг
ФИАН	9 Тл	Ø500/720	70
Корейский институт фундаментальных	3 Тл	Ø600/800	

наук [62]			
Oxford	8 Тл (Теплое отверстие 110 мм)		400
Cryogenic	8 Тл	Ø750/850	140
Cryo industries	12 Тл		
American magnetics	9 Тл	Ø610/508	115

ЛИТЕРАТУРА

1. Kamerlingh Onnes H. Leiden Comm.. 1911, v. 122b, p. 124
2. Булаевский Л.Н., Гинзбург В.Л., Жарков Г.Ф., Киржниц Д.А., Копаев Ю.В., Максимов Е.Г., Хомский Д.И. Проблема высокотемпературной сверхпроводимости, Наука, Москва, 1977, 400 с.
3. Bednorz J.C. and Muller K.A. Possible High-T_c superconductivity in the La-Ba-Cu-O System // Z. Phys. B: Condens. Matter, 1986, v. 64, p. 189-193.
4. M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang, and C. W. Chu (1987). "Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure". Physical Review Letters 58 (9): 908–910
5. Moschalkov V.V., Didyk A.Yu., Guntherodt Gt. et al. // Phys. Rev. B. 1995. V. 50. P. 642–646.
6. Moschalkov V.V., Didyk A.Yu., Bruynseraede Y. et al. //The Vortex State. Amsterdam: Kluwer Acad. Publ., 1994. P. 293–302.
7. Didyk A.Yu., Varichenko V.S. // Nucl. Tracks and Radiat. Meas. 1995. V. 25. № 1/4. P. 119–124.
8. Trappniers L., Vanacken J., Goncharov I.N., Didyk A.Yu. // Physica C. 1999. V. 313. № 1/2. P. 1–10.

9. L. Trappeniers, J. Vanacken, L. Weckhuysen, K. Rossel, A.Yu. Didyk and others, Critical currents, pinning forces and irreversibility fields in $(YxTm_{1-x})Ba_2Cu_3O_7$ single crystals with columnar defects in fields up to 50 T, *Physica C* 313(1999) 1-10
10. Л. Х. Антонова, А. Г. Белов, В. В. Воронов, А. Ю. Дидык, Е. И. Демихов, Л. И. Иванов, В. А. Мальгинов, Г. Н. Михайлова, А. В. Троицкий, Зависимость критических параметров ВТСП-ленты от флуенсов при облучении тяжелыми ионами и электронами высоких энергий, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2011, № 5, с. 84–91
11. Selling the Nation's Helium Reserve, National Academy Press, 2010, Committee on Understanding the Impact of Selling the Helium Reserve, National Materials Advisory Board, National Research Council.
12. M. Urata, K. Koyanagi, T. Kuriama et. al., "A 10 T cryo-cooled superconducting magnet with 100 mm room temperature bore", *Physica B* 216 (1996) 209 – 211
13. Аксенов В.П., Антонова Л.Х., Белов А.Г., В.В. Воронов, Е.И. Демихов, А.Ю. Дидык, Л.И. Иванов, В.А. Мальгинов, Г.Н. Михайлова и А.В. Троицкий. Влияние облучения электронами и ионами высоких энергий на изменения критических параметров YBCO(123) лент второго поколения // *ДАН*. 2009. Т. 428. № 5. С. 608–610.
14. Mikhailova G., Antonova L., Troitskii A., Didyk A., Vladimir Malginov, Demikhov T., Suvorova E., Radiation resistance and generation of pinning centers in composite HTSC under heavy ion irradiation // *Physica Status Solidi C*, 2013, V.10, No 4, 677-680.
15. C. McLoughlin, Y. Thimont, J. Noudem, C. Harnois, P. Bernstein. The decrease of the critical current of coated conductors when a perpendicular magnetic field is applied : a Josephson effect point of view. *Physics Procedia* 36 (2012) 1564 – 1569

16. Стоунхэм А.М. Теория дефектов в твердом теле. М. Мир, 1978
17. T. Demikhov, E. Kostrov, V. Lysenko, E. Demikhov and N. Piskunov "9 T cryogen free magnet HTS test stand", IEEE Transactions on applied superconductivity, vol. 22, No. 3, 9501004, (2012)
18. Дж. Кюнцлер «Сверхпроводящие магниты» 86 125–139 (1965)
19. Th. Schneider, M.Beckenbach и др., Superconducting High Field Magnet at KIT, IEEE Transactions on applied superconductivity, vol.20, No.3, June 2010
20. Schilling, A. et al. (1993). "Superconductivity in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system". Nature
21. An Iron Key to High-Temperature Superconductivity? Scientific American; Aug2009, Vol. 301 Issue 2, p62-69, 8p
22. N. W. Ashcroft (1968). "Metallic Hydrogen: A High-Temperature Superconductor?". Physical Review Letters 21 (26): 1748–1749
23. W. A. Little (1964). "Possibility of Synthesizing an Organic Superconductor". Physical Review 134: A1416–A1424
24. Room temperature superconductivity: One step closer to the Holy Grail of physics". physicsorg.com. 9 July 2008. Retrieved 2011-05-16
25. С.В.Антоненко, И.Ю.Безотосный, А.И.Григорьев, Н.Н.Дегтяренко, В.В.Евстигнеев, В.Ф.Елесин, В.Е.Жучков, И.В.Захарченко, А.С.Молчанов, С.В.Шавкин, А.И.Головашкин, С.И.Красносвободцев, Е.И.Печень. Влияние ионного облучения на свойства оксидных ВТСП. Письма в ЖЭТФ, т.46, с. 362-364, 1987
26. A. I. Grigoriev, N. N. Degtyarenko, V. V. Evstigneev, V. F. Elesin, I. A. Esin, V. E. Zuchkov, I. V. Zaharchenko, S. E. Krasnosvobodtsev, A. S. Molchanov, E. V. Pechen, I. A. Rudnev, S. V. Shavkin. Influence of ion irradiation on superconducting properties of YBa₂Cu₃O₇ films. Physica C 336, 153–155 (1988).
27. A. P. Menushenkov, A. Yu. Ignatov, V. A. Chernov, S. Iacobucci, M. Sacchi, P. Lagarde, S. G.Nikitenko, A. A. Ivanov, X-ray absorption

study of Radiative Defect Structure in HTSC, 17-th Int. Conf. X-ray and Inner Shell processes X-96 (September 9–13, Hamburg, Germany, 1996), p. 60, МоРo 10.

28. Н.Н.Дегтяренко, В.Ф.Елесин, В.А.Мельников, Д.А.Штырев. Кинетика кислорода при низкотемпературном облучении $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. СФХТ, т. 2, в.11, с. 95-105 (1989).
29. K. Shiraishi, Irradiation effects in $\text{Ba}_2\text{YCu}_3\text{O}_7$ superconductor. J. Nucl. Mat. 169, 305 (1998).
30. H. Watanabe, B. Kabius, K. Urban, B. Roas, S. Klaumünzer, G. Saemann-Ischenko, The influence of 173 MeV Xe-ion irradiation on the microstructure of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ thin films, Physica C: Superconductivity, Volume 179, Issues 1–3, 15 August 1991, Pages 75–84
31. Bernard Chenevier, Hiroaki Kumakura, Shozo Ikeda, Kazumasa Togano, Satoru Okayasu and Yukio Kazumata, Low-Temperature Annealing Effect on Superconducting and Structural Properties of Ion-Irradiated $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ Crystals Jpn. J. Appl. Phys. 31 (1992) pp. L1671-L1674
32. H. Kumakura, H. Kitaguchi, K. Togano, H. Maeda, J. Shimoyama, S. Okayasu, and Y. Kazumata, Effect of high energy ion irradiation and electron irradiation on textured $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ —180MeV Cu^{11+} and Br^{11+} irradiations and 3MeV electron irradiation, Citation: Journal of Applied Physics 74, 451 (1993)
33. René Fuger, Michael Eisterer, and Harald W. Weber, YBCO Coated Conductors for Fusion Magnets, IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, VOL. 19, NO. 3, JUNE 2009
34. J Emhofer, M Eisterer and H W Weber, Stress dependence of the critical currents in neutron irradiated (RE)BCO coated conductors, Supercond. Sci. Technol. 26 (2013) 035009 (9pp) doi:10.1088/0953-2048/26/3/035009

35. M Eisterer, R Fuger, M Chudy, F Hengstberger and H W Weber, Neutron irradiation of coated conductors, Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 014009 (6pp)
36. M.A. Kirk, Y. Yan, Structure and properties of irradiation defects in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Micron 30 (1999) 507-526
37. B. Maierov, S. A. Baily, H. Zhou, O. Ugurlu, J. A. Kennison, P. C. Dowden, T. G. Holesinger, S. R. Foltyn & L. Civale, Synergetic combination of different types of defect to optimize pinning landscape using BaZrO_3 -doped $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, Nature Materials 8, 398 - 404 (2009)
38. М.А. Зеликман, Пиннинг плоских вихрей и проникновение магнитного поля в трёхмерную джозефсоновскую среду, Журнал технической физики, 1997, том.67, №. 9
39. Banno, Nobuya; Takeuchi, Takao; Tsuchiya, Kiyosumi, Microstructural Observation of Transformed Nb_3Al Superconductors Using TEM and Atom Probe Tomography, IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY Volume: 24 Issue: 3 Article Number: 8000104
40. T. Finklestein, Air Engines, The Engineer 207, 492-497, 522-527, 568-571, 720-723 (1959)
41. W.E. Gifford and H.O. McMahon, A Low Temperature Heat Pump, Proc. of 10th Int. Congr. of Refrig., Copenhagen, Denmark, August 1959
42. F. Pobell, Matter and Methods at Low Temperatures, Springer-Verlag, Berlin, 2007.
43. O.V. Lounasmaa, Experimental Principles and Methods Below 1 K, Academic, London 1974.
44. Оськина Т.Е., Солдатов Е.А., Третьяков Ю.Д., Кравчук А.И. Взаимодействие $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ с углекислым газом и водой. Сверхпроводимость: Физика, Химия, Техника, 1992, т. 5, № 9, с. 443-444.

45. Sahai, Raghvendra; Nyman, Lars-Åke (1997). The Boomerang Nebula: The Coldest Region of the Universe?, *The Astrophysical Journal* 487 (2): L155–L159
46. Lauterbur PC (1974). "Magnetic resonance zeugmatography". *Pure and Applied Chemistry* 40: 149–157. doi:10.1351/pac197440010149.
47. Hinshaw DS, Bottomley PA, Holland GN (1977). "Radiographic thin-section image of the human wrist by nuclear magnetic resonance". *Nature* 270 (5639): 722–723.
48. Sijbers J et al (1996). "Quantification and improvement of the signal-to-noise ratio in a magnetic resonance image acquisition procedure". *Magnetic resonance imaging*. 14(10): 1157–1163.
49. M. Hoenig, "Design concepts for a mechanically refrigerated 13 K superconducting magnet system", *IEEE Trans. Magn.*, vol. Mag-19, №3, pp. 880-883 (1983)
50. http://ridl.cfd.rit.edu/products/manuals/CTI/8040273_Cryodyne%201020%20and%201050.pdf
51. Yinming Dai, Qiuliang Wang et al., "An 8 T Superconducting Split Magnet System With Large Crossing Warm Bore". *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Vol.20, No.3, June 2010.
52. A 10 T cryo-cooled superconducting magnet with 100 mm room temperature bore, Urata, M.; Koyanagi, K.; Kuriyama, T.; Yamamoto, K.; Nakayama, S.; Yazawa, T.; Nomura, S.; Yamada, Y.; Nakagome, H.; Murase, S.; Maeda, H.; Horigami, O.
Physica B: Physics of Condensed Matter, Volume 216B, Issue 3-4, p. 209-211.
53. Yeon Suk Choi, Dong Lak Kim, Hyung Suk Yang, Jae Hwi Kim, Fabrication and Test of a Cryocooler Directly Cooled NbTi Superconducting Magnet, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Vol.20, No.3, June 2010.

54. Watanabe, K.; Takahashi, K.; Mogi, I.; Nishijima, G.; Awaji, S.; Motokawa, M., Cryogen-free hybrid magnet for magnetic levitation, *Physica C*, Volume 386, p. 485-489.
55. Qiuliang Wang, Luguang Yan ; Baozhi Zhao ; Sousen Song
more authors, Development of wide-bore conduction-cooled superconducting magnet system for material processing applications *Applied Superconductivity, IEEE Transactions on Superconductivity* (Volume:14 , Issue:2) June 2004
56. http://www.wtec.org/loyola/scpa/04_03.htm
57. Z.L. Chen, W.Z. Gong, A.L. Ren, M.R. Zi, Z.Q. Xiong, D.J. Si, and F. Ye, Prospective of Applications of Superconducting Fault Current Limiters in Chinese Power Grids , *EUCAS* 2011.
58. <http://www.gridon.com>
59. <http://www.phys.ufl.edu/~cryogenics/pdf/helium.pdf>
60. E. Demikhov, E. Kostrov, V. Lysenko, N. Piskunov, and V. Troitskiy, “8 T Cryogen Free Magnet With a Variable Temperature Insert Using a Heat Switch”, *IEEE Transactions on applied superconductivity*, vol. 20, No. 3, 612-616, June 2010.
61. R. P. Bywaters, R. A. Griffin, “A gas-gap thermal switch for cryogenic applications”, *Cryogenics*, vol. 13, 6, pp. 344-349.
62. Choi Y.S., Kim D.L., Yang H.S., Lee B.S., Jung W.M., Conduction cooling system for superconducting magnet using a two-stage cryocooler, *Proceedings of ICEC 22-ICMC 2008*, p. 817-821.
63. K. Shiraishi, Irradiation effects in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconductor. *J. Nucl. Mat.* 169, 305 (1998).
64. S. Hong, M.B. Field, J.A. Parrell and Y. Zhang, “Latest improvements of current-carrying capability of Nb-Sn”, *IEEE Trans. Appl. Sup. (MT-19)*
65. H. Weijers, U. Trociewitz, K. Marken, M. Meinesz, H. Miao, J Schwartz
“ The generation of 25.05 T using a 5.11 T $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$

- superconducting insert magnet“, SUPERCONDUCTOR SCIENCE AND TECHNOLOGY, 17 (2004) 636–644.
66. Bird M D, Aubert G, Bole S, Debray F, Eyssa Y M, Gao B-J, Joss W, Ohl M, Rub P and Schneider-Muntau H-J 1997 The NHMFL/GHMFL resistive magnet collaboration, Proc. 15th Int. Conf. on Magnet Technology (Beijing: Science Press)
 67. Okada M, Tanaka T, Wakuda T, Ohata K, Sato J, Kiyoshi T, Kitaguchi H and Wada H 2000 Bi-2212/Ag high-field magnets Physica C, 335 61-64.
 68. W. Hazelton, V. Selvamanickam, J. Duval, D. Larbalestier, W. Markiewicz, H. Weijers, R. Holtz, “Recent Developments in 2G HTS Coil Technology”, IEEE Transactions on Applied Superconductivity 19, No. 3, Part 2, 2218 - 2222 (2009).
 69. W. D. Markiewicz, H. W. Weijers, P. D. Noyes, U. P. Trociewitz, K. W. Pickard¹, W. R. Sheppard, J. J. Jaroszynski, A. Xu, D. C. Larbalestier, and D. W. Hazelton 33.8 tesla with a $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ superconducting test coil AIP Conf. Proc. 1218, pp. 225-230; TRANSACTIONS OF THE CRYOGENIC ENGINEERING CONFERENCE—CEC: Advances in Cryogenic Engineering Date: 28 June–2 July 2009.
 70. Denis Markiewicz, W. High Magn. Field Lab., Florida State Univ., Tallahassee, FL, USA, Larbalestier, D.C. ; Weijers, H.W. ; Voran, A.J. ; Pickard, K.W. ; Sheppard, W.R. ; Jaroszynski, J. ; Aixia Xu ; Walsh, R.P. ; Jun Lu ; Gavrilin, A.V. ; Noyes, P.D., Design of a Superconducting 32 T Magnet With REBCO High Field Coils, IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 22, no. 3, 4300704, 2012.
 71. J. Lu, Insulation of coated conductors for high field magnet applications, IEEE Trans. Appl. Supercond, presented at MT-22
 72. Wilson M., Superconducting Magnets (1983), Oxford Clarendon Press

73. F.J. Mumford, Superconducting current-leads made from high T_c superconductor and normal metal conductor, Cryogenics Volume 29, Issue 3, March 1989, Pages 206–207
74. Bernhard Zeimetzy, Shi Xue Dou and Hua Kun Liu, Vapour cooled high T_c current leads utilizing Bi-2223/Ag tapes. Supercond. Sci. Technol. 11 (1998) 1091–1094. Printed in the UK PII: S0953-2048(98)93397-8
75. www.superpower-inc.com
76. Л. Х. Антонова, В. В. Воронов, Г. Н. Михайлова, А. В. Троицкий, Т. Е. Демихов, А. Ю. Дидык, Е. И. Суворова. Релаксация внутренних напряжений композитных ВТСП 2-го поколения с помощью высокоэнергетического ионного облучения. Физика металлов и металловедение, 2013, том 114, № 2, с. 161–163.
77. S. Lee, V. Petrykin, A. Molodyk, S. Samoilenkov, A. Kaul, A. Vavilov, V. Vysotsky, S. Fetisov, Development and Production of Second Generation High T_c Superconducting Wires at SuperOx and First Tests of Model Cables, to be published, Supercond. Sci. Tech. (2014)
78. Волков Э.П., Флейшман Л.С., Мальгинов В.А., Мальгинов А.В. Переходные процессы в токоограничивающем устройстве на основе ВТСП проводов второго поколения. Известия академии наук. Энергетика. 2009г., №2, с.64-76
79. Л.Х. Антонова, Г.Н. Михайлова, А.В. Троицкий, А.Ю. Дидык, Д.З. Музафаров, Т.Е. Демихов, Е.И. Суворова. Формирование треков тяжелых ионов в композитных ВТСП: расчет и электронно-микроскопические исследования. Сборник расширенных тезисов IV Международной конференции Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости – (ФПС-11), Москва, ФИАН, 2011, с.330-331.
80. Амирханов И. В., Дидык А. Ю., Хофман А., Пузынин И. В., Семина В. К., Шарипов З. А., Чеблуков Ю. Н. Распыление твердых тел под

действием тяжелых ионов и температурные эффекты в электронной и решеточной подсистемах // ЭЧАЯ, Т.37, вып.6, С. 1592-1644, 2006.

81. А.Ю. Дидык, З.А. Шарипов. Учет фононных колебаний при прохождении тяжелых ионов высоких энергий через конденсированные среды в обобщенной модели термического пика // Материалы XIX Международного совещания «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, 31 авг. - 5 сент. 2009, С.698-707.
82. P. Biersack and L.G. Haggmark. A Monte Carlo Computer Program for the Transport of Energetic Ions in Amorphous Targets // Nucl. Instr.and Meth. B ,1980, V.174, pp.257-269. (<http://www.srim.org>).
83. Н.В. Амирханов, А.Ю. Дидык, Н.Р. Саркар, Н. Сархадов, В.К. Семина, А. Хофман, З.А. Шарипов. Применение модели термического пика для расчета температуры в двухслойных структурах вдоль перспективного пробега тяжелого иона высокой энергии. Письма в ЭЧАЯ, 2006, т.3, №5 (134) с. 80-91.
84. Kieszun M., Huehne R., Holzapfel B., Schultz L. Ion-beam-assisted deposition of textured NbN thin films //Supercond. Sci. Technol. 2010. V. 23. 025010 6 pp.
85. Arendt P.N., Foltyn S.R. Biaxially Textured IBAD-MgO Templates for YBCO-Coated Conductors // MRS Bull. 2004. V. 29. P. 543–550.
86. Komarov F.F. Effects of latent tracks formed by high energy ion implantation in crystal // Langmuir. 1996. V. 12. P. 199.
87. Fletscher F. Technological application of ion tracks in insulators // MRS'Bull. 1995. V. 20. P. 35.
88. Елесин В.Ф., Есин И.А., Руднев И.А. и др. Изменение критической температуры, электросопротивления и критического тока эпитаксиальных пленок Bi(2212) под воздействием радиационных

- дефектов, созданных ионным облучением // Сверхпроводимость: физика, химия, техника. 1993. Т. 6. № 4. С. 807–822.
89. Овчинников В.В. Радиационно-динамические эффекты. Возможности формирования уникальных структурных состояний и свойств конденсированных сред // УФН. 2008. Т. 178. № 9. С. 991–1001.
 90. Инденбом В.Л. Новая гипотеза о механизме радиационно-стимулированных процессов // Письма в ЖТФ. 1979. Т. 5. Вып. 8. С. 489–492.
 91. Антонова Л.Х., Демихов Т.Е., Троицкий А.В., Юрасов А.Д., Самойленков С.В., Дидык А.Ю., Кобзев А.П., Куликаускас В.С., Михайлова Г.Н., Влияние протонного облучения p (2.5 МэВ) на критические параметры композитных ВТСП лент, Перспект. Мат 2014 №5
 92. Jia Y, LeRoux M., Miller D.J., Wen J.G., Kwok W.K., Welp U., Rupich M.W., Li X., Sathyamurthy S., Fleshler S., Malozemoff A.P., Kayani A., Ayala-Valenzuela O. Doubling the critical current density of high temperature superconducting coated conductors through proton irradiation // Appl. Phys. Lett., 2013, Vol.103, 122601.
 93. Paulius L.M., Shamu R.E., Ferguson S, de Andrade M.S., Maple M.B. Effects of proton irradiation on the high-temperature superconducting system $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ // Appl. Phys. Lett. 1997, Vol. 71, No 23, pp. 3415- 3417.
 94. Civale L., Marwick A.D., McElfresh M.W., Worthington T.K., Malozemoff A.P., Holtzberg F.H., Thompson J.R., Kirk M.A. // Defect Independence of the Irreversibility Line in Proton-Irradiated Y-Ba-Cu-O Crystals // Phys. Rev.Lett., 1990, Vol. 65, pp.1164-1167.
 95. Openov JETP Letters 81, №1, p. 43-46 (2005)
 96. T. E. Demikhov, A. V. Troitskii, V. V. Voronov, L. Kh. Antonova, G. N. Mikhailova, and E. I. Demikhov, Investigation into the Critical Current

of Second_Generation Wire_Tapes Based on the $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (GdBCO) High Temperature Superconductor Fabricated by Pulsed Laser Deposition, *Doklady Physics*, 2014, Vol. 59, No. 4, pp. 163–165

97. Аксенов В.П., Антонова Л.Х., Демихов Е.И. и др., Модификация сверхпроводниковой ленты YBCO(123) при пропускании транспортного тока при $T = 77 \text{ K}$ // *Перспективные материалы*, 2010, № 3, 97-102.
98. Y. Jia, M. LeRoux, D.J. Miller, J.G.Wen, W.K.Kwok, U. Welp, M.W.Rupich, X.Li, S. Sathyamurthy, S. Fleshler, A.P. Malozemoff, A. Kayani, O. Ayala-Valenzuela, *Appl. Phys. Lett.* 103, 122601 (2013).
99. М. П. Малков и др., *Справочник по физико-техническим основам криогеники*, Энергоатомиздат, 1985
100. Ю. Л. Буянов, А. Б. Фрадков, И. Ю. Шебалин, “Токовые вводы для криогенных устройств”, *Приборы и техника эксперимента*, №4, 1974
101. <http://www.bruker-est.com/>
102. В. Е. Кейлин, Н. А. Черноплеков, “Техническая сверхпроводимость. Сверхпроводящие магнитные системы.”, Москва, МИФИ, 1988 г.
103. E I Demikhov, T E Demikhov, E A Kostrov, V V Lysenko and N A Piskunov, 2T/5T Two-Axis Cryogen Free Superconducting Vector Magnet With Variable Temperature Space, *Journal of Physics Conference Series* 05/2014; 507(3):032027. DOI: 10.1088/1742-6596/507/3/032027.
104. Тимофей Евгеньевич Демихов, Евгений Александрович Костров, Николай Андреевич Пискунов, Валерий Викторович Лысенко, Демихов Евгений Иванович, Патент на полезную модель «Криостат для электрофизических измерений» № 131135 от 10 августа 2013 г.
105. Г.Н. Михайлова, В.В. Воронов, А.В. Троицкий, А.Ю. Дидык, Т.Е. Демихов, Е.И. Суворова, Патент на изобретение «Способ обработки

высокотемпературного сверхпроводника» № 2477900 от 20 марта 2013.

106. Landysh Antonova , Timofey Demikhov , Alexey Troitskii , Alexander Didyk, Alexander Kobzev, Alexander Yurasov , Sergey Samoilenkov, Galina Mikhailova. Effect of 2.5 MeV proton irradiation on the critical parameters of composite HTS tapes // Physica Status Solidi C, Vol.12, No 1-2, pp. 94-97, 2015.
107. L.K. Antonova, A.V.Troitskii, G.N.Mikhailova, T.E.Demikhov, S.V.Samoilenkov, A.A.Molodyk, J.Noudem, P. Bernstein. The current-carrying parameters of GdBa₂Cu₃O 7-x tapes in magnetic fields. Материалы XIII Российско-Китайского симпозиума по новым материалам и технологиям. Под ред. акад. К.А.Солнцева. М. Интерконтакт Наука, 2015, с. 48-50.

СВОИ РАБОТЫ:

14. Mikhailova G., Antonova L., Troitskii A., Didyk A., Vladimir Malginov, Demikhov T., Suvorova E., Radiation resistance and generation of pinning centers in composite HTSC under heavy ion irradiation // Physica Status Solidi C, 2013, V.10, No 4, 677-680
17. T. Demikhov, E. Kostrov, V. Lysenko, E. Demikhov and N. Piskunov "9 T cryogen free magnet HTS test stand", IEEE Transactions on applied superconductivity, vol. 22, No. 3, 9501004, (2012)
76. Л. Х. Антонова, В. В. Воронов, Г. Н. Михайлова, А. В. Троицкий, Т. Е. Демихов, А. Ю. Дидык, Е. И. Суворова. Релаксация внутренних напряжений композитных ВТСП 2-го поколения с помощью высокоэнергетического ионного облучения. Физика металлов и металловедение, 2013, том 114, № 2, с. 161–163.

79. Л.Х. Антонова, Г.Н.Михайлова, А.В.Троицкий, А.Ю.Дидык, Д.З.Музафаров, Т.Е. Демихов, Е.И.Суворова. Формирование треков тяжелых ионов в композитных ВТСП: расчет и электронно-микроскопические исследования. Сборник расширенных тезисов IV Международной конференции Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости – (ФПС-11), Москва, ФИАН, 2011, с.330-331.

91. Антонова Л.Х., Демихов Т.Е., Троицкий А.В., Юрасов А.Д., Самойленков С.В., Дидык А.Ю., Кобзев А.П., Куликаускас В.С., Михайлова Г.Н., Влияние протонного облучения p (2.5 МэВ) на критические параметры композитных ВТСП лент, Перспект. Мат 2014 №5

96. T. E. Demikhov, A. V. Troitskii, V. V. Voronov, L. Kh. Antonova, G. N. Mikhailova, and E. I. Demikhov, Investigation into the Critical Current of Second_Generation Wire_Tapes Based on the $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (GdBCO) High-temperature Superconductor Fabricated by Pulsed Laser Deposition, Doklady Physics, 2014, Vol. 59, No. 4, pp. 163–165

103. E I Demikhov, T E Demikhov, E A Kostrov, V V Lysenko and N A Piskunov, 2T/5T Two-Axis Cryogen Free Superconducting Vector Magnet With Variable Temperature Space, Journal of Physics Conference Series 05/2014; 507(3):032027. DOI: 10.1088/1742-6596/507/3/032027.

104. Тимофей Евгеньевич Демихов, Евгений Александрович Костров, Николай Андреевич Пискунов, Валерий Викторович Лысенко, Демихов Евгений Иванович, Патент на полезную модель «Криостат для электрофизических измерений» № 131135 от 10 августа 2013 г.

105. Г.Н. Михайлова, В.В. Воронов, А.В. Троицкий, А.Ю. Дидык, Т.Е. Демихов, Е.И. Суворова, Патент на изобретение «Способ обработки высокотемпературного сверхпроводника» № 2477900 от 20 марта 2013.

106. Landysh Antonova , Timofey Demikhov , Alexey Troitskii , Alexander Didyk, Alexander Kobzev, Alexander Yurasov , Sergey Samoilenkov, Galina Mikhailova. Effect of 2.5 MeV proton irradiation on the critical parameters of composite HTS tapes // Physica Status Solidi C, Vol.12, No 1-2, pp. 94-97, 2015.
107. L.K. Antonova, A.V.Troitskii, G.N.Mikhailova, T.E.Demikhov, S.V.Samoilenkov, A.A.Molodyk, J.Noudem, P. Bernstein. The current-carrying parameters of $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ tapes in magnetic fields. Материалы XIII Российско-Китайского симпозиума по новым материалам и технологиям. Под ред. акад. К.А.Солнцева. М. Интерконтакт Наука, 2015, с. 48-50.